

MEMOIRE DE FIN D'ETUDES

En vue de l'obtention du diplôme de Master en Génie Civil

Option : Structures

Thème :

***Influence de la substitution du ciment par les
poussières de four de cimenterie (CKD) avec
l'ajout des fibres métalliques***

Présenté par :

M^{elle} **CHENITI Sabrina**

M^{elle} **ZIANI Souhila**

Encadrées par :

Dr **BOUZEROURA M**

Devant le jury :

CHELOUAH Nasser

BOUZIDI Med Amine

Soutenue Le 09/ 06 / 2018

Remerciement

Dieu merci de nous avoir dotées de courage, de patience et de volonté.

Nous Voilà arrivées à terme de notre travail que nous aurons à vous présenter, avec d'immense remerciement vis-à-vis de nous formateurs cadres et personnelles de notre département génie civil à l'instar son chef et notre promoteur Mr M BOUZEROURA qui tous les mots ne suffisent pas pour témoigner de son assistance majestueuse et de son sens de l'enseignement et de transmission de connaissances genreuses tout au long de notre travail.

Nos plus sincères remerciements s'adressent également aux membres de jury Mr. N CHELOUAH et Mr. Med BOUZIDI, qui se sont donné la peine d'examiner notre travail.

On exprime notre profonde reconnaissance à Mr. H MUSTAPHA, Ingénieur en informatique pour sa patience, sa compréhension et son encouragement, à H SLIMANOU, Doctorant à l'université de Bejaia pour son aide.

On remercie aussi le personnel technique des Laboratoires de génie civil et génie des procédés de l'université A/MIRA Bejaia pour leurs disponibilités.

Nous remercions Mr. H MALEK Assistant DG sécurité de la cimenterie de Sour El Ghozlane et son frère Mr. M MALEK et M^{me}. F MAMMERI responsable du laboratoire de la cimenterie, Ainsi que toute les techniciens qui nous a apporté leur aide, et particulièrement : Mr. Abdel Karim, M^{me}. Nawal, M^{me}. Djazia, M^{me}. Anissa.

Nous remercions aussi Mr. K BOUGHARNOUT, directeur commercial de la cimenterie de Sétif et le responsable du laboratoire Mr. A BOUGHELALA.

Enfin, on rend hommage à nos familles et amis pour leurs soutiens.

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à :

- ❖ *Mon cher père que dieu nous le garde.*
- ❖ *Mes frères : Omar, Rabia, Yanis.*
- ❖ *Ma sœur Farida.*
- ❖ *Ma sœur Kahina, son mari Rachid et leurs petits : Imad, Samy, Dany.*
- ❖ *Ma sœur Hadjira, son mari Naim et leur petit Ilyas.*
- ❖ *Mon cher Mustapha.*
- ❖ *Mes copines : Lynda, Kahina, Kamir, Rabiaa, Thiziri, Ryma, Célia, Fatiha, Salwa, Fatima, Ouidad, Souhila, Sonia, Akila et Lamiya.*
- ❖ *Ma binôme et toute sa famille.*
- ❖ *Tous mes amis.*

Sabrina

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à :

- ❖ *Mes chers parents que dieu nous les gardes.*
- ❖ *Mon frère Moumen.*
- ❖ *Mes sœurs : Narimen, Soraya, Firouse et Maya.*
- ❖ *Ma sœur Alia, son mari Yacine et la petite princesse Assia.*
- ❖ *Ma sœur Nassima et son fiancé Walid.*
- ❖ *Mes chères et aimables copines : Mounira, Kahina, Souad, Mina, Koka, Nadjat, Lynda.*
- ❖ *Ma binôme et toute sa famille.*
- ❖ *Tous mes amis.*

Souhila

LISTE DES ABRÉVIATIONS ET SYMBOLES UTEISÉS

CEM I : Ciment Portland I

CKD : Cernent Kiln Dust (Poussières de four de cimenterie)

E/C : Eau/Ciment

MgO : Magnésium

CaO : chaux

SiO₂ : Silice

CaOH₂ : Portlandite

CaCO₃ : Calcite

Ca₂SiO₄ : Arnite

Ca₃Al₂OH₁₂ : Ettringite

CaMg(CO₃)₂ : Dolomite

CaSO₄ : Gypse

C-S-H : Silicates de calcium hydratés

C₃S : Silicate tricalcique

C₂S : Silicate bicalcique

C₃A : Aluminate tricalcique

DRX : Déification des rayons X

IR : Spectrométrie infrarouge

NIST : National Institut of Standards & Technologie

K : Kozeny

COV : Composes organiques volatiles

Résumé

La protection de l'environnement fait appel à une gestion efficace des déchets et passe inéluctablement tout d'abord par leur limitation. Puis, on s'intéresse à leur valorisation et au recyclage éventuel. Le présent travail s'inscrit dans le cadre de la valorisation des déchets d'usinage provenant de la fabrication des ciments notamment les CKD (poussières de four de cimenterie) et ceux provenant d'usinage des pièces métalliques.

L'étude de l'influence de la substitution des (CKD) pour différents pourcentages et l'ajout des fibres métalliques dans la pâte de ciment portland, révèle que l'augmentation en pourcentage des (CKD) et le rapport Eau/Ciment (E/C) influent sur le temps de prise, les essais de caractérisations mécaniques (compression simple et traction par flexion) ont montrés que les CKD et/ou des fibres utilisées n'apportent pas une amélioration significative de la résistance pour les différents échantillons de pâtes. Pour valider ces résultats, une analyse automatique par fluorescence X, DRX et IR ont été menées qui nous ont permis d'identifier les différentes phases responsables de la résistance.

A partir des résultats obtenus, on peut conclure que, la substitution des CKD dans les pâtes cimentaires peut être favorable pour une substitution inférieure à 5%.

Mots clés : ciment CEM I ; déchets en poudre métalliques ; CKD ; formulations ; substitution

Abstract

The protection of the environment calls for an efficient management of waste and inevitably goes first through their limitation. Then, we focus on their valorization and eventual recycling.

The present work fits in the context of valorization of machining waste resulting from the cements manufacturing, especially CKD (Cement Kiln Dust) and those derived from the machining of metal parts.

The study of the influence of the substitution of (CKD) for different percentages and the addition of metallic fibers in the Portland cement paste reveals that the percentage increase in (CKD) and the water/cement ratio (W/C) affect setting time. Mechanical characterization tests (simple compression and traction by flexion) have shown that (CKD) and/or fibers used, do not bring any significant improvement in resistance for the different samples of the paste. To validate these results, an automatic X-ray fluorescence analysis and two other methods (XRD and IR) were conducted, which allowed us to identify the different phases responsible for resistance.

From the results obtained, we can conclude that the substitution of CKD in cement pastes may be favorable for a substitution of less than 5%.

Key words: cement CEM I; powdered metal waste; CKD; formulations; substitution

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

Master II en Génie Civil

Option : Matériaux et Structure

Thème

Influence de la substitution des CKD et fibres métallique dans le ciment

Présenté par

Mr. Zeeee F v vvvxd

Mr. [Votre nom] "[Votre prénom]"

encadre par :

Mr. BOUZEROURA Mansour Maitre Assistant Classe A

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION GENERALE	1
CHAPITRE 1	5
RECHERCHE BIBLIOGRAPHIQUE.....	5
1.1 INTRODUCTION	5
1.2 . GENERALITES	5
1.2.1 Ciment	5
1.2.2 Définition de ciment.....	6
1.2.3 Procèdes de la fabrication du ciment	7
1.2.3.1 L'exploitation des carrières.....	9
1.2.3.2 Le concassage de la matière première	9
1.2.3.3 Le broyage et le séchage	10
1.1.3.3.1 Voie sèche.....	10
1.1.3.3.2 voie semi sèche	11
1.1.3.3.3 Voie semi humide	11
1.1.3.3.4 Voie humide.....	12
1.2.3.4 Le préchauffage et la cuisson.....	12
1.2.3.5 Le stockage du clinker, le broyage du ciment	13
1.2.3.6 Le stockage et les expéditions.....	13
1.2.4 Propriétés du ciment	14
1.2.5 Caractérisation du ciment	15
1.2.6 Hydratation et microstructure des matériaux cimentaires.....	17
1.2.6.1 Hydratation	17
1.2.6.2 Degré d'hydratation.....	17
1.2.6.3 Aspects cinétiques et prise	17
a) Hydratation des silicates (C_3S et βC_2S)	18
b) Hydratation des aluminates (C_3A et C_4AF).....	18
1.2.6.4 Chimie d'hydratation du ciment Portland avec additions	19
1.2.7 Microstructure des matériaux cimentaires	19
1.2.7.1 Composition du ciment hydraté.....	20
a) Silicates de calcium hydraté C-S-H.....	20
b) Chaux hydratée CH	20
1.2.7.2 Les réactions d'hydratation	21
a) Portlandite	21
b) Le silicate de calcium hydrate.....	22
c) Le gypse	23
d) Les sulfates alcalins	25
e) L'ettringite.....	26
1.3 PRODUCTION DES POUSSIÈRES DE FOUR DE CIMENTERIE.....	28
1.3.1 Définition des poussières du four.....	28
1.3.2 Composition chimique des CKD	31
1.3.3 Composition minéralogique des CKD.....	33
1.3.4 Variabilités chimique et minéralogique des CKD	33
1.3.5 L'utilisation des CKD.....	37

1.3.5.1	Stabilisation des CKD par ajout minéral	37
1.3.5.2	Stabilisation des sols par des CKD	38
1.3.5.3	Stabilisation des CKD comme barrière hydrogéologique	40
1.3.5.4	Ajout des CKD dans le béton	42
1.3.6	Problématique environnementale	42
1.3.7	Méthodes usuelles de gestion des CKD	43
1.4	DEFINITION DES FIBRES.....	44
1.4.1	Diffèrent types des fibres.....	44
1.4.1.1	Les fibres organiques	44
1.4.1.2	Les fibres non organiques.....	45
1.4.2	Rôle des fibres	46
1.5	DESCRIPTION DE L'UNITE DE CIMENTERIE SOUR EL GHOZLANE.....	47
1.5.1	Introduction	47
1.5.2	Historique	47
1.5.3	Localisation géographique :	50
1.5.4	Description de l'usine.....	51
1.5.5	Procédé de production du ciment portland au sein de la S.C.S.E.G	52
1.5.5.1	Extraction des matières (calcaire + argile)	52
1.5.5.2	Roulage et concassage	52
1.5.5.3	Stockage des matières	53
1.5.5.4	Atelier broyage du cru	55
1.5.5.5	Phase de cuisson	56
1.5.5.6	Atelier broyage ciment.....	58
1.5.5.7	Atelier d'ensachage	59
1.5.6	Conclusion.....	60
CHAPITRE 2	PROTOCOLES EXPERIMENTAUX	62
2.1	INTRODUCTION	62
2.2	ANALYSE GRANULOMETRIQUE	62
2.2.1	Principe.....	62
2.2.2	Mise en œuvre	63
2.3	MESURE DES TEMPS DE DEBUT ET FIN DE PRISE	63
2.3.1	Définition de l'essai	63
2.3.2	Objectif de l'essai.....	63
2.3.3	Principe de l'essai	64
2.3.3.1	Equipement nécessaire :	65
2.3.3.2	Mode opératoire de l'essai.....	65
2.3.3.3	But de l'essai de prise du ciment	66
2.3.3.4	Propriétés caractéristiques des liants hydrauliques :	66
2.4	PREPARATION DES ECHANTILLONS	67
2.4.1	Principe de l'essai	68
2.4.1.1	Equipement nécessaire	68
2.4.1.2	Mode opératoire.....	69
2.4.1.3	Confection des éprouvettes.....	70
2.5	ESSAI DE RUPTURE PAR FLEXION	71
2.6	ESSAI DE RUPTURE PAR COMPRESSION	71
2.7	ANALYSES CHIMIQUES.....	73
2.7.1	Méthode classique	74
2.7.2	Préparation de la poudre à analyser	74
2.7.2.1	Dosage de l'oxyde de fer	79

2.7.2.1.1	Principe.....	79
2.7.2.1.2	Matériels utilisés.....	79
2.7.2.1.3	Réactifs utilisés.....	79
2.7.2.1.4	Mode opératoire.....	79
2.7.2.1.5	Calcul et expression des résultats.....	80
2.7.2.2	Dosage de l'oxyde d'aluminium.....	80
2.7.2.2.1	Principe.....	80
2.7.2.2.2	Matériels utilisés.....	80
2.7.2.2.3	Réactifs utilisés.....	80
2.7.2.2.4	Mode opératoire.....	80
2.7.2.2.5	Calcul et expression des résultats.....	80
2.7.2.3	Dosage de la MGO.....	80
2.7.2.3.1	Principe.....	80
2.7.2.3.2	Matériels utilisés.....	81
2.7.2.3.3	Réactifs utilisés.....	81
2.7.2.3.4	Mode opératoire.....	81
2.7.2.3.5	Calcul et expression des résultats.....	81
2.7.2.4	Détermination des résidus insolubles.....	81
2.7.2.4.1	Principe.....	81
2.7.2.4.2	Matériels utilisés.....	82
2.7.2.4.3	Réactifs utilisés.....	82
2.7.2.4.4	Mode opératoire.....	82
2.7.2.4.5	Calcul et expression des résultats.....	83
2.7.2.5	Détermination de la CaO.....	83
2.7.2.5.1	Principe.....	83
2.7.2.5.2	Matériels utilisés.....	83
2.7.2.5.3	Réactifs utilisés.....	84
2.7.2.5.4	Mode opératoire.....	84
2.7.2.5.5	Calcul et expression des résultats :.....	84
2.7.2.6	Détermination de la perte au feu.....	84
2.7.2.6.1	Principe :.....	84
2.7.2.6.2	Matériels utilisés :.....	84
2.7.2.6.3	Mode opératoire :.....	85
2.7.2.6.4	Calcul et expression des résultats :.....	85
2.7.2.7	Détermination de la silice.....	85
2.7.2.7.1	Matériels utilisés.....	85
2.7.2.7.2	Mode opératoire.....	85
2.7.2.7.3	Calcul et expression des résultats.....	85
2.7.3	Préparation des solutions et indicateurs.....	86
2.7.3.1	Nitrate d'argent.....	86
2.7.3.2	Solution EDTA 0.036M.....	86
2.7.3.3	Bleu de Bromophénol.....	86
2.7.3.4	Acide silicique.....	86
2.7.3.5	Solution tampon.....	86
2.7.3.6	Acétate ammonium.....	86
2.7.3.7	Indicateur de P.A.N.....	86
2.7.3.8	Hélianthine.....	86
2.7.4	Essai d'expansion à chaud et à froid.....	87
2.7.4.1	Objectif de l'essai.....	87

2.7.4.2 Principe de l'essai	87
2.7.4.3 Conduite de l'essai.....	88
2.7.5 Méthode automatique par les rayons X.....	88
2.8 METHODES ANALYTIQUES	89
2.8.1 Analyse par diffraction des rayonnements X (DRX).....	89
2.8.1.1 Principe et mode opératoire.....	89
2.8.2 Spectroscopie infrarouge transformée de Fourier (IRTF).....	90
2.8.2.1 Principe	90
2.8.2.2 Mode opératoire.....	91
2.9 CONCLUSION	92
CHAPITRE 3	RESULTATS ET DISCUSSIONS
	93
3.1 INTRODUCTION	93
3.2 ANALYSE GRANULOMETRIQUE	93
3.3 RESULTATS DE L'ESSAI DE PRISE.....	97
3.4 RESISTANCE MECANIQUE DES MATERIAUX	100
3.5 ANALYSES CHIMIQUES.....	102
3.5.1 Méthodes classiques d'analyses	102
3.5.1.1 Analyse de ciment et CKD	102
3.5.1.2 Analyse des échantillons de 28 jours	102
3.5.1.3 Analyse de la chaux libre et résidus insolubles	102
3.5.2 Essai d'expansion à chaud et à froid	104
3.6 METHODE AUTOMATIQUE PAR LES RAYONS X :	106
3.7 METHODES ANALYTIQUES.....	108
3.7.1 Analyses par diffraction des rayonnements X (DRX).....	108
3.7.1.1 Composition minéralogique.....	108
3.7.1.2 Analyse minéralogique des échantillons de 7 jours de cure	109
3.7.1.3 Analyse minéralogique des échantillons de 14 jours de cure.....	111
3.7.1.4 Analyse des échantillons de 28 jours.....	113
3.7.1.5 Superposition des spectrogrammes des échantillons de 28 jours	115
3.7.1.6 Superposition du spectrogramme de la formulation estimée	116
3.7.2 Spectroscopie infrarouge transformée de Fourier (IRTF).....	117
3.7.2.1 Analyses Infra-Rouge(IRTF) des échantillons de 28 jours.....	118
3.7.2.2 Analyse de la superposition des trois échantillons de 28 jours	120
3.8 CONCLUSION	122
CONCLUSION GENERALE	124
BIBLIOGRAPHIE	126

TABLE DES FIGURES

Figure 1.1 Schéma de fabrication de ciment.....	8
Figure 1.2 représente Abattage et transport du calcaire.....	9
Figure 1.4 broyage du ciment.....	10
Figure 1.5 Voie sèche avec tour de préchauffage.....	10
Figure 1.6 Voie semi sèche avec sole de granulation et grille lepol.....	11
Figure 1.7 Voie semi-humide avec filtre presse et tour de préchauffage.....	11
Figure 1.8 Voie humide	12
Figure 1.9 Préchauffage et cuisson de la farine	13
Figure 1.10 Stockage broyage du clinker	13
Figure 1.11 Contrôle de fabrication et contrôle de qualité.....	14
Figure 1.12 Structure cristalline du gypse [23].....	23
Figure 1.13 Courbes de solubilité du système CaSO ₄ -H ₂ O[26]	25
Figure 1.14 Structure hexagonale de l'ettringite [30]	26
Figure 1.15 Mode d'action sulfatique dans la pâte de ciment [18]	28
Figure 1.16 Schéma du cycle des matières volatiles dans le four [36]	29
Figure 1.17.Schéma du circuit gaz / matière (four voie sèche) [36]	30
Figure 1.18 Variabilité chimique des poussières Alpena dans le temps [46].....	35
Figure 1.19 Variabilité chimique des poussières de four de cimenterie [47].....	36
Figure 1.20 Vue principale de la cimenterie de Sour El Ghozlane Bouira.....	49
Figure 1.21 Situation géographique de la cimenterie [65]	50
Tableau 1.6 Caractéristiques techniques.....	51
Figure 1.22 Carrière (Extraction matière première).....	52
Figure 1.23 Roulage et concassage de matière première	52
Figure 1.24 Hall de stockage matières concassées	53
Figure 1.25 Matières premières utilisées	54
Figure 1.26 Broyeur à cru	56
Figure 1.27 Four rotatif (Phase cuisson)	57
Figure 1.28 Clinker + Gypse	58
Figure 1.29 Broyage ciment	59
Figure 1.30 Zone expédition	60
Figure 1.31 Atelier Ensachage.....	60
Figure 2.1 Appareil Vicat.....	64
Figure 2.2 Aiguille d' appareil de Vicat	64
Figure 2.3 échantillon effectué au laboratoire.....	66
Figure 2.4 échantillons de prise après durcissement	67
Figure 2.5 Malaxeur à mortiers utilisé pour la fabrication des monolithes	69
Figure 2.6 Les moules utilisés dans la préparation des monolithes	70
Figure 2.7 Préparation de l'échantillon	70
Figure 2.8 Essai de rupture par flexion	71
Figure 2.9 La rupture des éprouvettes	72
Figure 2.10 Application des forces de compression.....	72
Figure 2.11 Rupture par compression	72

Figure 2.12 Presse hydraulique de type control pour l'écrasement des éprouvettes	73
Figure 2.13 analyse chimique par la méthode classique	73
Figure 2.14 échantillon après concassage	74
Figure 2.15 Broyeur utilise.....	75
Figure 2.16 Tamis utilisés	75
Figure 2.17 quartage de l'échantillon.....	76
Figure 2.18 Exemple de préparation mécanique.....	78
Figure 2.22 Essais d'expansion à chaud et à froid NT 47-12 (1983) NF P 15-432 EN 196-3	87
Figure 2.19 Schéma d'un spectromètre de diffraction des rayons X.....	89
Figure 2.20 Schéma du principe de la spectroscopie IR.....	91
Figure 2.21 Image de l'appareil du spectrophotomètre IR.....	92
Figure 3.1 : graphe de la granulométrie de ciment portland (CEM1).....	93
Figure 3.2 : Histogramme de la granulométrie du ciment portland (CEM1)	94
Figure 3.3 : Graphe de la granulométrie des CKD.....	94
Figure 3.4 : Histogramme de la granulométrie de CKD.....	95
Figure 3.5 : graphe de la superposition ciment-CKD.....	95
Figure 3.6 : Histogramme de la superposition ciment-CKD	96
Figure 3.7 Les histogrammes des Temps de début et fin de prise	99
Figure 3.9 a résistance à la traction par flexion	101
Figure 3.9 b résistance à la compression	101
Figure 3.10 Le diagramme de Rankin	104
Figure 3.11 Histogramme des résultats d'essai chatelier.....	105
Figure 3.12 Spectrogramme DRX pour (5%) de 7 jours	109
Figure 3.13 Spectrogramme DRX pour (10%) de 7 jours	110
Figure 3.14 Spectrogramme DRX pour (15%) de 7 jours	110
Figure 3.15 Spectrogramme DRX pour (5%) de 14 jours	111
Figure 3.16 Spectrogramme DRX pour (10%) de 14 jours.....	112
Figure 3.17 Spectrogramme DRX pour (15%) de 14 jours.....	112
Figure 3.18 Spectrogramme DRX pour (5%) de 28 jours	113
Figure 3.19 Spectrogramme DRX pour (10%) de 28 jours.....	114
Figure 3.20 Spectrogramme DRX pour (15%) de 28 jours.....	114
Figure 3.21 Superposition des spectre DRX pour (5% 10% et 15%) de 28 jours.....	115
Figure 3.22 Superposition des spectre DRX pour 5% de (7 14 et 28 jours)	116
Figure 3.23 Spectre IR pour 5% CKD de 28 jours de cure.....	118
Figure 3.22 Spectre IR pour de 10% CKD de 28 jours de cure.....	119
Figure 3.23 Spectre IR pour de 15% CKD de 28 jours de cure.....	119
Figure 3.24 La superposition des spectres de IR de P5% P10% et P15%	120

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1.1 : différents types du ciment selon la norme FN EN 197-1 [2].....	16
Tableau 1.2 Composition chimique des CKD [40].	32
Tableau 1.3 Teneurs moyennes des éléments en traces dans les CKD [41].....	32
Tableau 1.4 Intervalle de la variation chimique des CKD [44]	34
Tableau 1.5 Caractéristiques des fibres couramment utilisées [63].....	46
Tableau 2.2 Formulation des échantillons réalisés	67
Tableau 3.1 La caractérisation physique des CKD et Ciment Portland	96
Tableau 3.2 les résultats de temps de prise	98
Tableau 3.3 L'analyse de ciment portland et CKD	102
Tableau 3.4 L'analyse des échantillons à 28 jours	102
Tableau 3.5 l'analyse de la chaux libre et R.I.....	103
Tableau 3.6 Les mesure d'essais d'expansion.....	106
Tableau 3.7 Analyse chimique par Fluorescence X.....	107
Tableau 3.8 Composition minéralogique du ciment.....	108
Tableau 3.9 Identification des minéraux	116
Tableau 3.10 Identification des minéraux de P5%	117
Tableau 3.11 Superposition des spectres IR pour P5% P10% et P15%.....	121

Introduction

Générale

INTRODUCTION GENERALE

Il y a plus de 2000 ans, les Romains et les Grecs savaient déjà fabriquer du liant hydraulique en faisant réagir de la "chaux éteinte" $[Ca(OH)_2]$ et des cendres volcaniques, notamment celle de la région de Pouzzoles, cendres de composition riche en silice.

L'association des caractéristiques de ces matériaux avec une technologie très avancée semble être un facteur prépondérant dans le développement de l'empire romain. Elle a, entre autres, permis la construction de structures monumentales, inhabituelles pour cette période de l'histoire, et d'une durabilité exceptionnelle : le Panthéon avec sa coupole de 44 mètres de diamètre et le Colisée à Rome ainsi que le pont du Gard sont des monuments de plus de 1800 ans. L'utilisation et les secrets de fabrication de ce matériau se sont ensuite perdus à la chute de l'Empire face au retour de la maçonnerie en pierre. John Smeaton redécouvre en 1756 les propriétés hydrauliques du mélange de calcaire avec de l'argile [1].

En 1817, Vicat donne les proportions en calcaire et en silice pour constituer le mélange qui après cuisson sera un véritable liant hydraulique. Joseph Apsdin donne le nom de Portland au ciment qu'il fabriquait dans cette région et dépose un brevet en 1824. Obtenu à partir d'un procédé de calcination combinant la cuisson de calcaire et l'argile dans des fours alimentés au charbon, mais ce brevet comportait encore des points obscurs.

C'est uniquement en 1845 que l'Anglais Johnson indique de façon précise les règles de fabrication du ciment. La dénomination Portland, due à la similarité de couleur et de dureté avec la pierre de Portland (Sud de l'Angleterre à, est à l'heure actuelle toujours employée dans l'industrie [2]. Cependant la véritable industrialisation ne débute vraiment que dans les années 1850.

Elle est motivée notamment par la possibilité d'avoir un matériau économique, mouillable avec une bonne résistance à la compression et qui rend inutile la taille de la pierre. En 1890, on comprend l'intérêt du laitier granulé ajouté au ciment, et, après 1945, celui des cendres volantes. Les ciments spéciaux sont d'invention plus récente : par exemple le ciment alumineux fut découvert par Jules Bied, en 1908[2].

Les recherches menées depuis 1970 sur le béton, et particulièrement sur ses constituants actifs, conduisent à un nouveau bond qualitatif et quantitatif de ses propriétés.

De nos jours, de nombreuses questions sont soulevés en ce qui concerne le procédé de fabrication du ciment. Ces interrogations cherchent à modifier le procédé afin de réduire les couts. Considérables qui lui sont associés, mais il faut être conscient que les réponses apportées peuvent grandement modifier la vision actuelle de la fabrication du ciment, il faut donc avant toute chose, bien comprendre ce procédé de fabrication afin d'être en mesure d'évaluer correctement l'influence de toutes modifications proposées. Avec cette augmentation de la production de ciment et l'épuisement des carrières à faible teneur en alcalis, les cimenteries ont été amenées à produire des poussières de four de cimenterie riches en alcalis connues sous la dénomination de (Cement Kiln Dust (CKD)). Ces éléments doivent être éliminés ou tout au moins neutralisés avant de procéder à l'entreposage. Ces poussières de four ont la particularité d'être riches en sulfates, en sodium et/ou en potassium, en chlorures, et parfois en anhydrite. En effet, sur le plan technique, leur production résulte de l'appauvrissement du ciment produit en certain de ces éléments [17]. Les poussières de four à ciment sont produites dans le four au cours de la production du clinker.

Ces poussières sont un mélange de particules de farine crue partiellement calcinée et qui n'a pas réagi, de poussières de clinker et de cendres, enrichies avec des sulfates alcalins, des halogénures et autres matières volatiles. Ces particules sont capturées par les gaz d'échappement et recueillies dans des dispositifs de contrôle de particules tels que les cyclones, filtres à manches ainsi que les précipitateurs électrostatiques.

On utilise les poussières de four dans plusieurs domaines tel que stabilisation et consolidation de sols argileux ; stabilisation de déchets ; additif pour le ciment ;

régénération de mines ; additif pour sol agricole ; enfouissement de décharges ; matériel de couverture ; neutralisation des eaux usées ; fabrication de pavement ; produits en béton.

Les matériaux à base cimentaire sont caractérisés par une faible résistance à la traction, et présentent une capacité de déformation et une ténacité réduites qui en font des matériaux fragiles. Pour les applications structurales de ces matériaux où règnent des sollicitations de traction et de cisaillement, le renforcement continu sous forme de barres et de cadres d'acier est couramment utilisé depuis près de 120 ans. Au cours des cinq dernières décennies, une autre sorte de renforcement, discontinu, a été introduit pour surmonter la fragilité et améliorer la résistance, la ductilité et la durabilité, sous forme de fibres réparties aléatoirement dans le matériau. La principale raison de l'ajout de fibres discontinues dans la matrice cimentaire est l'amélioration de la réponse post-fissuration par contrôle de l'ouverture de fissure et sa propagation [3]

Dans le présent travail de recherche, nous étudions la possibilité de la substitution des CKD en différents pourcentages dans la pâte de ciment portland récupérés de la cimenterie de Sour El Ghozlane qui sont riche à la silice, calcite, portlandite et la chaux.

Nos objectifs à travers cette recherche est l'étude de la possibilité du recyclage des CKD résultant de la fabrication de ciment comme un déchet.

Notre projet de fin d'étude est devisé en 3 chapitres qui sont réparties comme suit :

Dans le premier chapitre, nous présenterons une recherche bibliographique sur le ciment et les étapes de sa fabrication aussi sur les CKD et leurs valorisations dans les matériaux cimentaires ainsi que leur composition chimique et minéralogique et aussi leurs utilisations dans différents domaines et son influence environnementale. Puis une définition sur les fibres métalliques et ses différents types et son rôle.

Dans le deuxième chapitre, nous allons le consacré à la partie expérimentale en présentant la caractérisation des matériaux et les formulations adoptées. Ensuite, nous décrirons les différentes techniques d'analyses employées pour évaluer l'effet

de la substitution des CKD sur les propriétés physiques et mécaniques des formulations étudiées.

Dans le troisième chapitre, nous présenterons les résultats obtenus lors de la campagne expérimentale menée sur les deux types de déchets, les pâtes cimentaires renforcées de CKD avec ou sans fibres métalliques que nous allons les comparés à la pâte cimentaire pure et l'ensemble des résultats qui décrivent l'effet des CKD et fibres dans le ciment portland.

Enfin, nous terminerons cette étude de recherche par une conclusion qui rappelle les objectifs et les principaux résultats obtenus pour améliorer certaines approches.

Chapitre 1

Recherche

Bibliographique

CHAPITRE 1

RECHERCHE BIBLIOGRAPHIQUE

1.1 Introduction

Ce chapitre repose sur deux objectifs. Les généralités données au début de ce chapitre vont nous montrer les notions de base sur le ciment avec sa fabrication et l'impact sur la résistance mécanique, sans oublier l'hydratation des ciments et les facteurs qui affectent la réactivité de la substitution des CKD (Cement Kiln Dust) suivis par des synthèses bibliographiques sur l'utilisation des ciments avec CKD. Et ensuite la représentation de la cimenterie de Sour El Ghozlane. Enfin on déclarera l'objectif ciblé de notre recherche et l'influence de la substitution des CKD dans le ciment.

1.2 . Généralités

1.2.1 Ciment

Grace à la simplicité de sa technologie, le ciment Portland est de nos jours, le matériau le plus utilisé dans le domaine de la construction. Le ciment Portland est un mélange composé suivant le cas de clinker, de gypse CaSO_4 finement broyé et d'addition éventuels. Pour favoriser les réactions chimiques ultérieures, les matières premières doivent être séchées et broyées très finement dans des broyeurs

à boulets. La taille des grains du ciment Portland ordinaires varie de quelques microns à 150 microns [2].

Ses caractéristiques granulaires sont exprimées à travers de sa granulométrie et de sa finesse. Cette finesse est souvent caractérisée par sa surface massique ou surface spécifique Blaine qui représente la surface totale des grains de ciment rapportée à la masse. Elle s'exprime en cm^2/g . La finesse habituelle est de l'ordre de $3000 \text{ cm}^2/\text{g}$, elle passe à $4000 \text{ cm}^2/\text{g}$ et plus pour les ciments à forte résistance au jeune âge. Le clinker est obtenu par cuisson à 1450°C suivi d'une trempe rapide d'un mélange d'environ 80% de calcaire CaCO_3 et 20 % d'argile.

L'argile est composée de silice, d'alumine et d'autres phases qui sont présentes à de faibles proportions telles que l'oxyde de fer, le magnésium, l'oxyde de potassium, l'oxyde de sodium. Ces oxydes sont présents dans le clinker sous forme de cristaux de silicate tricalcique C_3S dénommé alite, de silicate bicalcique $\beta\text{C}_2\text{S}$ ou bélite, d'alumine C_3A ou célite, d'aluminoferrite tétracalcique C_4AF ou Felite, et d'autres phases mineures [4].

Le C_3S est le principal constituant du clinker et représente 50 à 70% de masse. Le $\beta\text{C}_2\text{S}$, le C_3A et le C_4AF représentent respectivement 15 à 30% ; 5 à 15% du clinker classique.

Ces composées sont refroidies, broyées et mélangées au gypse pour former le ciment. Les paramètres de fabrication du ciment Portland ont une influence indéniable sur les caractéristiques du produit finale.

Ainsi, la vitesse avec laquelle les résistances du ciment hydraté vont augmenter avec le temps, le dégagement de chaleur concomitant, la résistance aux agents chimiques et plus généralement la durabilité, dépendent de : la composition chimique, le traitement thermique (chauffage et refroidissement) et de la finesse du clinker [3 et 5].

1.2.2 Définition de ciment

Le ciment (du latin *cœmentum*, signifiant pierre non taillée) est une matière pulvérulente formant avec l'eau ou avec une solution saline une pâte plastique liante, capable d'agglomérer, en durcissant, des substances variées. Il sert à désigner

aussi, dans un sens plus large, tout matériau interposé entre deux corps durs pour les lier. Il est présenté sous la forme d'une poudre minérale fine.

Ce liant hydraulique permet d'agglomérer des substances variées appelées agrégat ou granulats. La réaction chimique de base de la fabrication du ciment commence avec la décomposition du carbonate de calcium (CaCO_3) en oxyde de calcium (CaO , chaux) accompagnée d'un dégagement de gaz carbonique (CO_2), à environ 900°C . Ce procédé appelé calcination est suivi de la cuisson du clinker, ou clinkérisation, pendant laquelle l'oxyde de calcium réagit à une haute température (en général entre 1400 et 1500°C) avec la silice, l'alumine et l'oxyde ferreux pour former des silico-aluminates de calcium composant le clinker. Celui-ci est ensuite broyé et mélangé à du gypse et à d'autres constituants ce qui permet d'obtenir le ciment. Le carbonate de calcium est extrait de formations naturelles de roches calcaires, de marne ou de craie. La silice, l'oxyde de fer et l'alumine se trouvent dans divers minerais et minéraux [6].

La cuisson du clinker est réalisée dans un four rotatif qui peut faire partie d'un système du type four long à voie sèche ou à voie humide, du type four avec préchauffeur à grille (Lepol) à voie semi sèche ou à voie semi-humide. On a alors, quatre grands procédés de fabrication du ciment : la voie sèche, semi sèche, semi-humide et humide [6].

1.2.3 Procèdes de la fabrication du ciment

Le processus de fabrication du ciment implique une suite de manipulation ou de transformation de matière première. Chaque étape est importante et affecte directement la qualité du produit fini. Cette dernière commence par l'extraction des pierres (calcaire, argile, schiste,.....) dans les carrières. Les pierres sont généralement abattues à l'explosif (quelquefois, la matière première est si tendre qu'il est inutile de faire appel à la dynamique). Les pierres sont ensuite concassées et mélangées sur un site proche de la carrière, afin d'obtenir un produit proche de l'homogénéité qui est ensuite transporté à la cimenterie. Les éléments de correction (sable, minerai de fer, bauxite) de la matière première sont incorporés à la roche concassée. À ce niveau, de nombreuses analyses chimiques sont effectuées pour vérifier que la composition de la matière première est adéquate (correcte et uniforme). Ensuite la matière première, correctement proportionnée, est broyée

jusqu'à l'obtention d'une fine poudre dont la granulométrie s'approche de celle de la farine. Cette poudre constitue le cru qui est homogénéisé. Voici une description des principales opérations à effectuées ainsi qui sont nécessaires pour réaliser le produit présentée dans la figure suivante [6] :

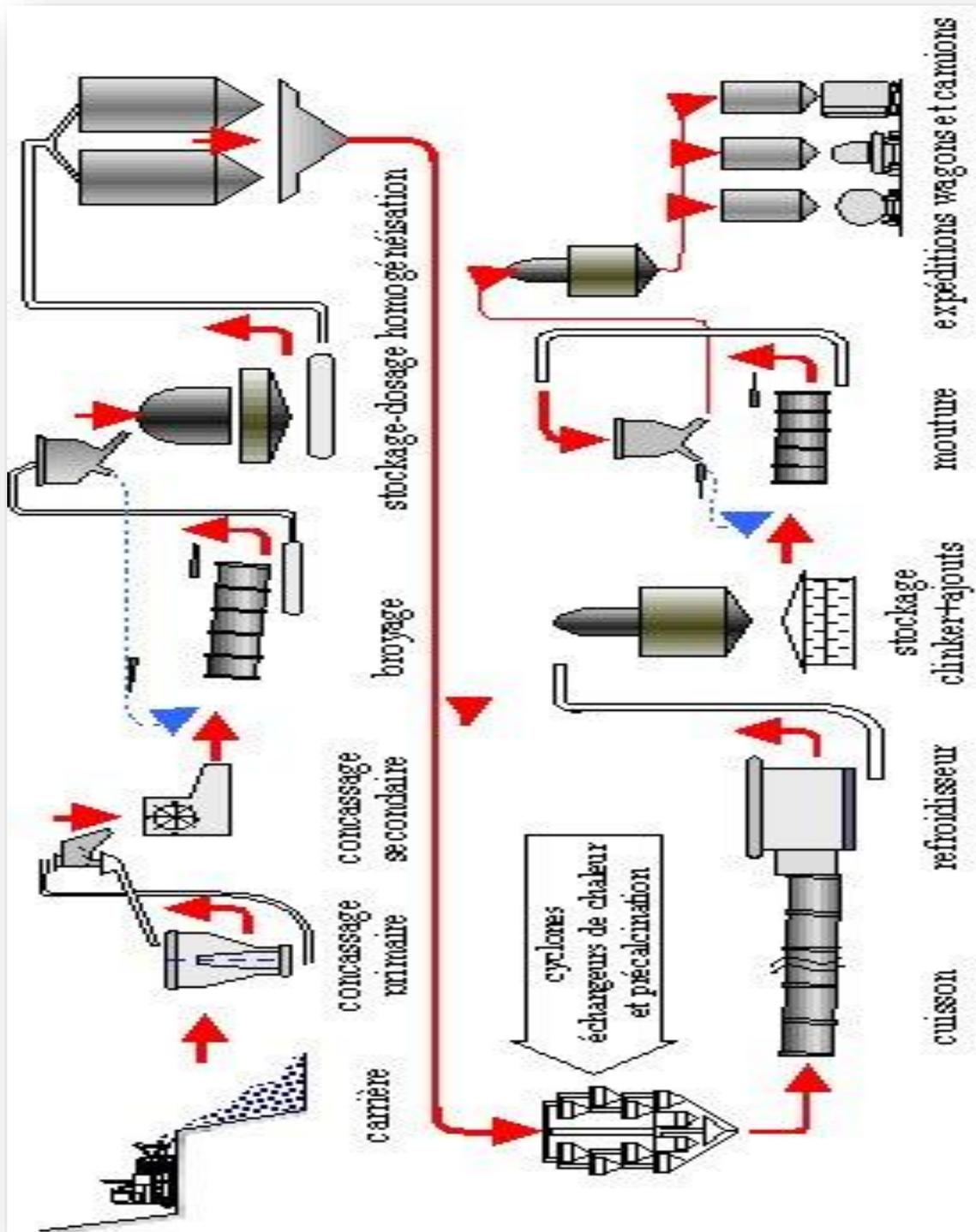


Figure 1.1 Schéma de fabrication de ciment

1.2.3.1 L'exploitation des carrières

Cette étape consiste à vérifier la qualité des matières premières qui, tant par leur nature physico-chimique, conditionnent la structure technologique de l'usine et la qualité du ciment produit. L'analyse chimique d'un ciment Portland montre que celui-ci est une combinaison de chaux, de silice, d'alumine et d'oxyde de fer dans des proportions bien définies [7].

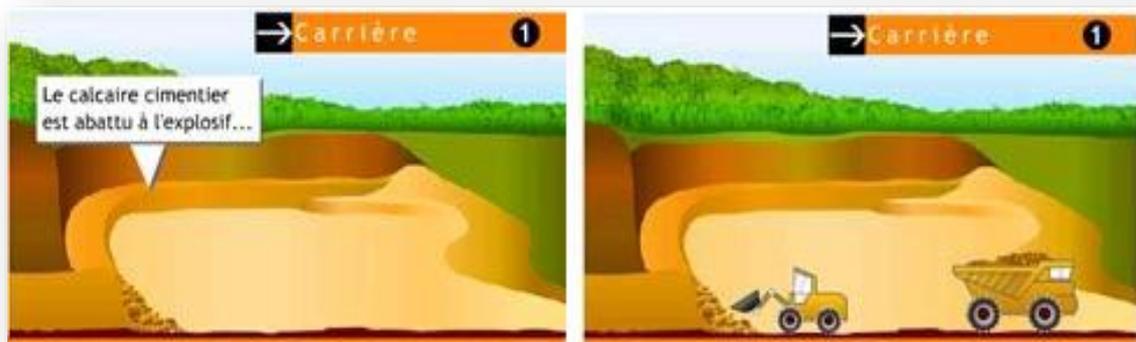


Figure 1.2 représente Abattage et transport du calcaire.

1.2.3.2 Le concassage de la matière première

Les matériaux sont réduits par le concasseur à une taille maximum de 80 mm. La roche est ensuite échantillonnée en continu pour déterminer la quantité des différents ajouts nécessaires (oxyde de fer, alumine, silice) et arriver ainsi à la composition chimique idéale. Le mélange est ensuite stocké dans un hall de pré homogénéisation où la matière est disposée en couches horizontales superposées puis reprise verticalement [7].



Figure 1.3 Concassage et pré-homogénéisation

1.2.3.3 Le broyage et le séchage

Les matières premières sont ensuite séchées et broyées très finement. On obtient la farine. Celle-ci sera plus tard introduite dans le four sous forme pulvérulente ou préalablement transformée en granules pour passer dans quatre voies principales. [7].

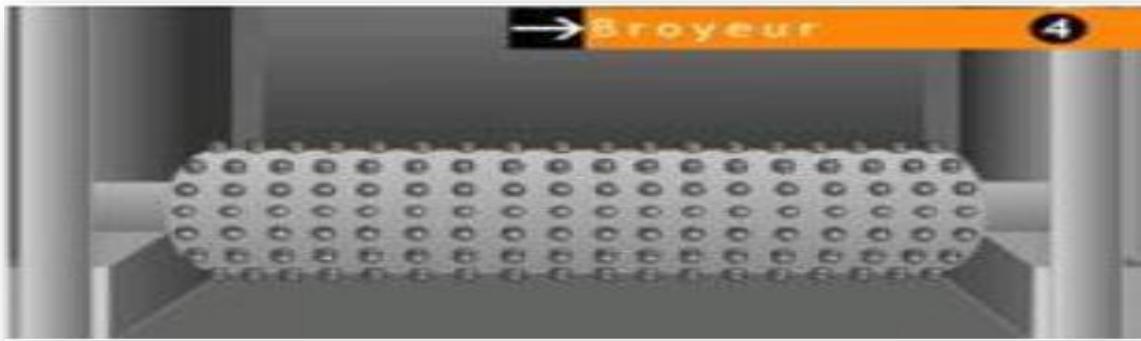


Figure 1.4 broyage du ciment

1.1.3.3.1 Voie sèche

Cette matière première passera d'abord dans un préchauffeur à cyclone avec ou sans précalcinateur (de type AT 'air- through' ou AS 'air séparé'), puis dans un four tubulaire de 80 m. C'est le procédé le plus récent et le plus répandu car il est moins énergivores, mais il nécessite la mise en œuvre de moyens importants de captation des poussières (électrofiltres, filtres cyclones et multi cyclones, dépoussiéreurs électrostatiques...) [8].

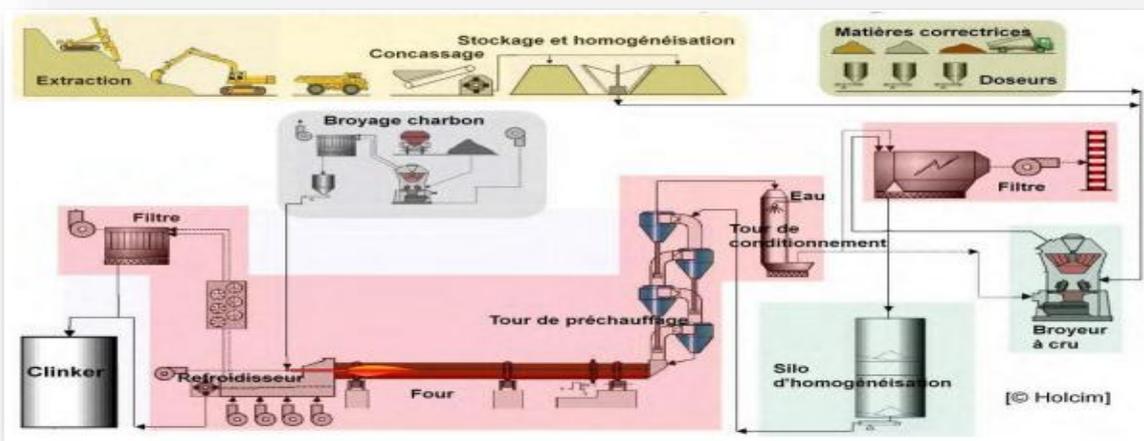


Figure 1.5 Voie sèche avec tour de préchauffage

1.1.3.3.2 voie semi sèche

La poudre est agglomérée sous forme de boulettes de 10 à 20 mm de diamètre par ajout de 12 à 14 % d'eau, séchée et préchauffée dans une chambre 'Grille LEPOL' puis dans le four [8].

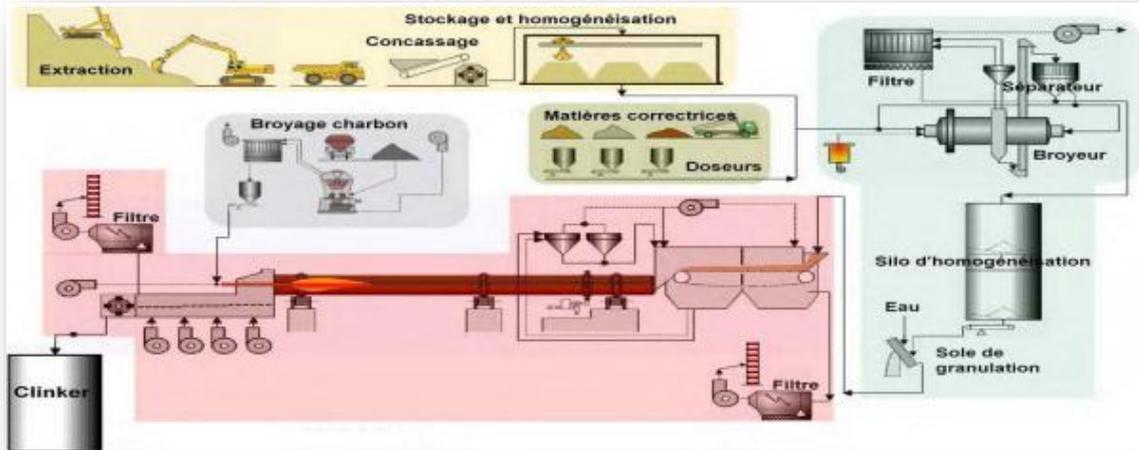


Figure 1.6 Voie semi sèche avec sole de granulation et grille lepol

1.1.3.3.3 Voie semi humide

La pâte est d'abord débarrassée de son eau dans des filtres-presses. Le gâteau de filtre-presse est ensuite extrudé sous forme de granules et introduit dans un préchauffeur à grilles ou directement dans un sécheur pour la fabrication du cru [8].

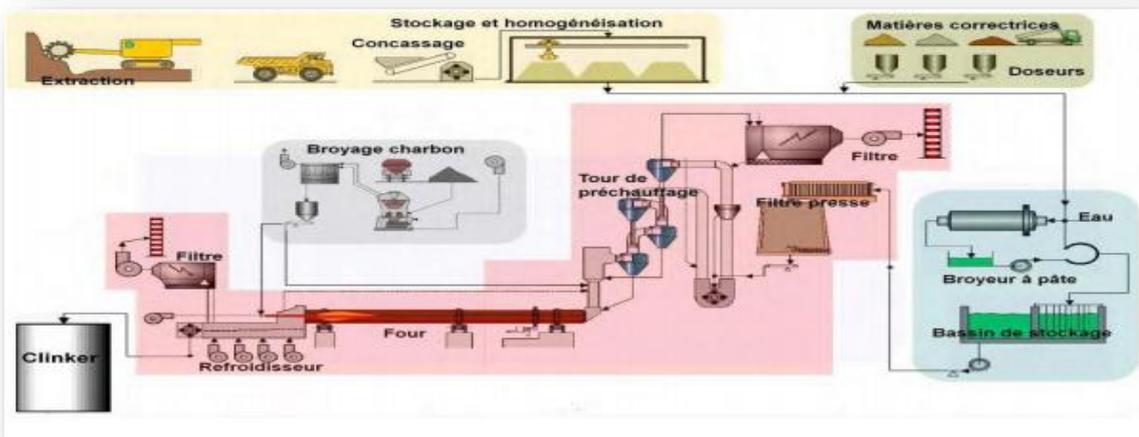


Figure 1.7 Voie semi-humide avec filtre presse et tour de préchauffage

1.1.3.3.4 Voie humide

La farine crue est transformée en pâte liquide par ajout d'eau puis broyage et malaxage avant d'être introduite directement dans un four qui sera alors plus long (jusqu'à 200 m) [8].

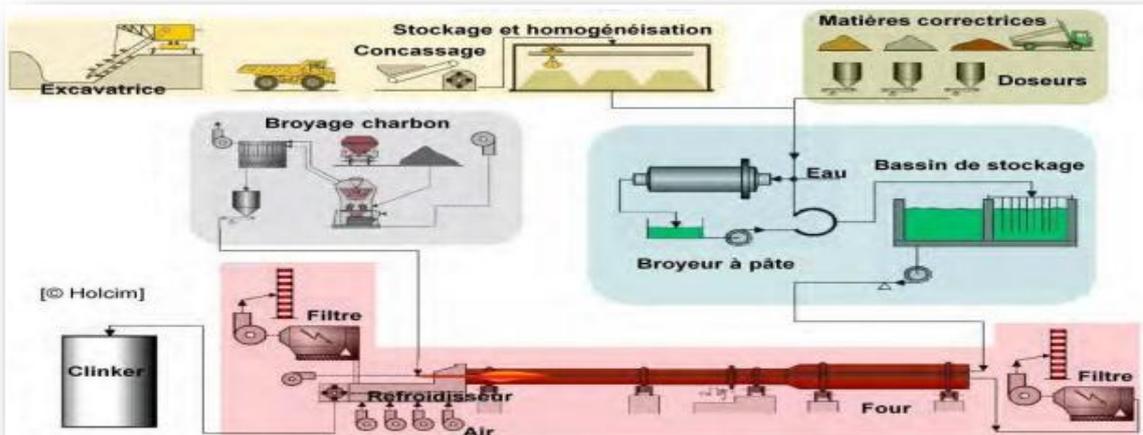


Figure 1.8 Voie humide

1.2.3.4 Le préchauffage et la cuisson

Avant introduction dans le four, la farine est chauffée à environ 800 °C dans un préchauffeur à grille ou à cyclones. La cuisson se fait dans un four rotatif où la température de la flamme avoisine 1450°C. A la sortie du four, la matière appelée clinker passe dans un refroidisseur. Cette technique a pour but de décarbonater le calcaire en faisant réagir la chaux libérée avec les composés argileux pour donner les silicates, les aluminates et les aluminoferrites de chaux.

Les fumées sortant des préchauffeurs sont chargées de particules appelées poussières de four. Des électrofiltres équipant les cheminées permettent de piéger ces poussières. Ces dernières sont composées de particules de matières crues. De cendres du combustible et de matières volatiles recondensées dans la zone plus froide du circuit gazeux [7].

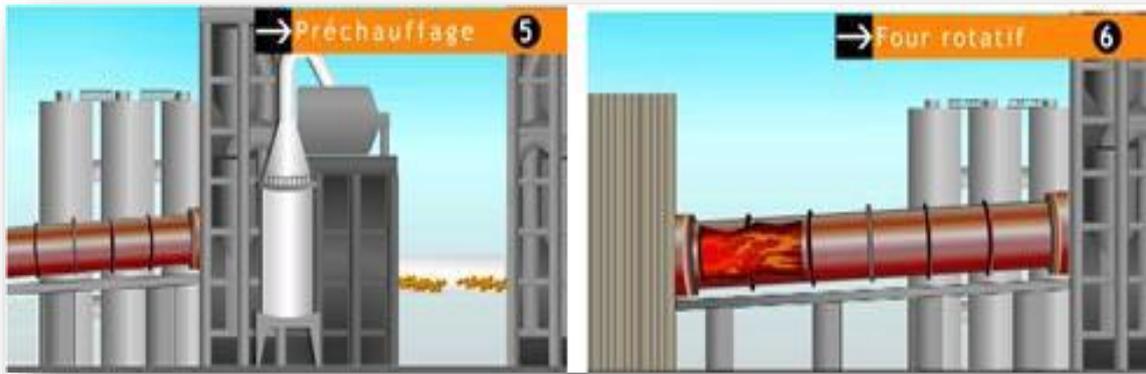


Figure 1.9 Préchauffage et cuisson de la farine

1.2.3.5 Le stockage du clinker, le broyage du ciment

Le clinker refroidi est ensuite stocké sous un hall couvert ou dans des silos. Il est broyé très finement dans un broyeur à boulets avec d'autres ajouts : cendres de centrales thermiques, laitier de haut-fourneau, gypse, dont les pourcentages déterminent les différents de qualités de ciment [7].



Figure 1.10 Stockage broyage du clinker

1.2.3.6 Le stockage et les expéditions

La large gamme de produits obtenus est stockée dans des silos avant d'être expédiée en vrac (par route, fer par voie fluviale) pour 70% de la production ou en sacs pour les 30% restants.

La salle de contrôle et le contrôle qualité : Les pilotes de la salle de contrôle conduisent l'usine depuis leurs écrans où s'affichent toutes les informations. À chacune des étapes de la transformation de la matière, des échantillons sont automatiquement prélevés et analysés de façon très rigoureuse [7]

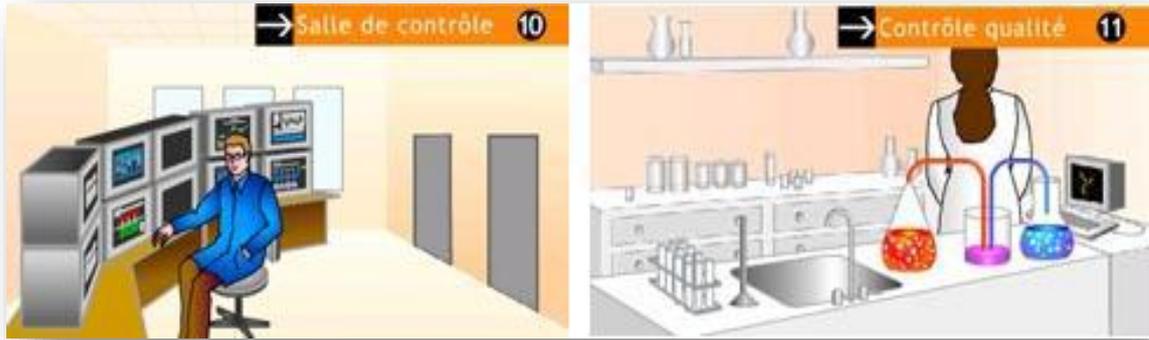


Figure 1.11 Contrôle de fabrication et contrôle de qualité

Les opérations suivantes sont communes à tous les procédés : (voir figure 2.11)

- stockage et préparation des matières premières ;
- utilisation de déchets en tant que matières premières ou combustibles, ou les deux exigences de qualité, de contrôle et de préparation ;
- les fours, les procédés de chauffe du four et les techniques de réduction des émissions,
- stockage et préparation des produits ;
- conditionnement et expédition.

1.2.4 Propriétés du ciment

Mélangé à l'eau, le ciment forme une pâte qui se solidifie dans l'air ou sous l'eau, d'où sa qualification de «liant hydraulique», qualité qu'il partage avec les chaux hydrauliques, par opposition aux chaux aériennes qui ne durcissent pas sous l'eau. Ce phénomène (durcissement dans l'air ou sous l'eau) résulte de l'hydratation du ciment. La présence d'eau au voisinage des grains de ciment est donc nécessaire pour que ce phénomène puisse se poursuivre or, il dure plusieurs semaines. D'où l'importance d'éviter la dessiccation prématurée par une protection du béton contre l'évaporation. La quantité d'eau strictement nécessaire à l'hydratation du ciment est d'environ 30% de la masse du ciment. Le ciment est une poudre dont on peut mesurer la masse volumique absolue, la granulométrie, et la surface spécifique. La masse volumique absolue varie de 2.90 à 3.20 g/cm³ suivant les constituants du ciment. L'intervalle granulaire va de 0 à 200 µm. La détermination de la surface

spécifique est une façon de mesurer la réactivité des ciments. Plus la surface spécifique est grande, plus il y a de grains fins et plus le ciment réagit vite [6].

1.2.5 Caractérisation du ciment

Le ciment anhydre est composé de clinker, de gypse et dans certains cas de constituants secondaires aussi appelés ajouts. Les ciments naturels sont réalisés à partir de roches où argiles et calcaires sont déjà naturellement mélangés alors que les ciments artificiels, concernant presque toute la production, sont obtenus par cuisson à haute température d'un mélange de calcaire (80%) et d'argile (20%). Différentes compositions de ciment associées à des identifications appropriées sont utilisées. Les propriétés hydrauliques d'un ciment (son pouvoir liant et durcissant) sont caractérisées selon la norme NF P 15-301 du 01.07.1994, par la résistance en compression simple (R_c) minimale qui est exprimée en MPa (garantie à 95%). Après 28 jours de durcissement en ambiance humide ou sous eau non circulante, à 20°C, elle est mesurée sur un mortier normalisé (mortier constitué en masse, d'une partie d'eau, pour deux parties de ciment et six parties de sable siliceux normalisé : sable de Leucate. Statistiquement, plus de 90% des R_c doivent être inférieures à la R_c maximale de la classe. Trois classes ont été définies :

- ✓ Classe 32,5 : $32,5 < R_{c28j} \text{ (MPa)} < 52,5$
- ✓ Classe 42,5 : $42,5 < R_{c28j} \text{ (MPa)} < 62,5$
- ✓ Classe 52,5 : $52,5 < R_{c28j} \text{ (MPa)}$

Les caractéristiques physiques de la matrice ciment, tant sa résistance mécanique que sa structure poreuse, dépendent essentiellement du taux d'hydratation des constituants du ciment. Ce taux est conditionné par le rapport massique eau/ciment (E/C). La modification de E/C entraîne des variations de nombreux phénomènes parmi lesquels la distance initiale entre les grains de ciment, la probabilité d'établissement de ponts d'hydrates entre les grains, le volume des capillaires, la densité des hydrates formés, la résistance à la compression en fin de prise. On donne couramment $0,35 < E/C < 0,90$. Au-dessous de 0,35, l'hydratation est incomplète et la matrice contient du ciment anhydre ; au-dessus de 0,90, l'eau en excès reste dans les capillaires [7].

Tableau 1.1 : différents types du ciment selon la norme FN EN 197-1 [2]

Désignation	Types de ciments	Teneur en clinker	Teneur en % de l'un des constituants suivant : laitiers, schistes, pouzzolanes, cendres, calcaires, et fumées de silices	Teneur en secondaires
CEM I	Ciment portland artificiel	95 à 100%	- de 6 à 20% de l'un quelconque des constituants sauf dans le cas où le constituant est des fumées de silices auquel cas la proportion est limitée à 10% (*) ;	0 à 5%
CEM II/A	Ciment portland composé	80 à 94%	- de 21 à 35 % avec les mêmes restrictions que ci-dessus (*).	0 à 5%
CEM II/B			- de 36 à 65 % de laitier de hauts fourneaux	0 à 5%
CEM III/A	Ciment de hauts fourneaux	65 à 79 %		0 à 5%
CEM III/B		35 à 64 %	- de 66 à 80 % de laitier de hauts fourneaux	0 à 5%
CEM III/C		%		0 à 5%
CEM IV/A			-de 81 à 95 % de pouzzolanes, cendres siliceuses ou fumées de silice, ces dernières étant limitées à 10 %.	0 à 5%
CEM IV/B	Ciment pouzzolanique	20 à 35 %		0 à 5%
CEM V/A		5 à 19 %	-de 36 à 55 % comme ci-dessus	0 à 5%
		65 à 90 %		0 à 5%
	Ciment aux laitiers et aux cendres	%	-de 18 à 30 % de laitier de hauts fourneaux et de 18 à 30 % cendres siliceuses ou de pouzzolanes	0 à 5%
CEM V/B		45 à 64 %		0 à 5%
		40 à 64 %	-de 31 à 50 % de chacun des deux constituants comme ci-dessus.	

1.2.6 Hydratation et microstructure des matériaux cimentaires

1.2.6.1 Hydratation

Après le malaxage de l'eau et du ciment, la pâte de ciment fluide durcit parce que l'eau est absorbée par les minéraux de clinker amorphes en formant la pâte de ciment. Les réactions chimiques qui se déroulent à cette occasion sont appelées hydratation [9].

1.2.6.2 Degré d'hydratation

Les caractéristiques physiques et mécaniques des matériaux cimentaires dépendent de l'état d'avancement des réactions d'hydratation. Une manière de quantifier l'état d'avancement des réactions d'hydratation du ciment est de calculer son degré d'hydratation qui est défini comme étant égal au rapport de la quantité de ciment ayant réagi au temps (t) sur la quantité de ciment anhydre initiale [10].

1.2.6.3 Aspects cinétiques et prise

Les grains de ciment réagissent à leur surface avec l'eau de gâchage, la réaction chimique commence. Des très petits produits d'hydratation en forme d'aiguille précipitent et enveloppent les différents grains de ciment (couche fine). Pour que l'hydratation se poursuive, l'eau doit diffuser à travers les pores de gel de la couche de gel de ciment devenant de plus en plus dense et de plus en plus épaisse, jusqu'à ce qu'elle le noyau non-hydraté. L'hydratation qui est de plus en plus lente n'est jamais entièrement achevée [2].

Une petite partie du ciment reste non-hydraté. Le grain de ciment hydraté grossit et double à peu près son volume initial. La modification de la résistance à la déformation ou l'augmentation de la résistance pendant l'hydratation se subdivise en plusieurs phases. Au fil du temps, le béton frais perd sa consistance initiale et fait prise, jusqu'à ce qu'il ne soit plus ouvrable. Puis le béton se solidifie. Enfin, lorsque la résistance devient mesurable (environ 0.1 N/mm^2) on parle du béton durci [10].

La vitesse d'hydratation dépend de la température du béton frais et de la température ambiante, de la nature et de la finesse du ciment, de la teneur en ciment et du rapport E/C du béton, de la nature et du dosage des adjuvants.

L'hydratation d'un matériau cimentaire fait référence à l'ensemble des réactions entre les différentes phases du ciment (C_3S , βC_2S , C_3A et C_4AF) et l'eau de gâchage [2].

Ces réactions sont exothermiques et sont responsables de la prise et du durcissement des matériaux cimentaires. La vitesse d'hydratation des diverses phases du ciment est différente. L'aluminate C_3A réagit très rapidement. En absence de sulfate, l'écran d'étringite ainsi formé bloque l'hydratation des autres constituants du ciment et plus particulièrement le C_3S . Par rapport au C_3S , le βC_2S réagit beaucoup plus lentement (10 à 20 fois plus lent) et il n'a pas de rôle majeur sur la structuration de la pâte de ciment à l'état frais [11].

a) Hydratation des silicates (C_3S et βC_2S)

Par addition d'eau le C_3S est le composé qui durcit rapidement que le βC_2S . De par sa vitesse de réaction élevée on lui attribue le développement de résistance aux bas âges. Après le C_3A , il est le composé qui dégage le plus de chaleur d'hydratation.

Durant la réaction du C_3S et βC_2S , il se forme de l'hydroxyde de calcium et un gel de silicate de calcium hydraté. Pour un ciment donné, les quantités de C-S-H et de $Ca(OH)_2$ dépendent essentiellement du rapport E/C et du temps de réaction.

En moyenne, une pâte de ciment ordinaire contient 50 à 70% de C-S-H et 25 à 30% de $Ca(OH)_2$. L'hydratation du βC_2S se déroule dans les mêmes conditions que le C_3S . Ce composé durcit lentement. Il est responsable des gains de résistance aux âges très avancés [12].

b) Hydratation des aluminates (C_3A et C_4AF)

Le C_3A est le premier des composants à s'hydrater, suivi de C_3S . C'est le composé qui s'hydrate rapidement (comparé aux C_3S , βC_2S), il est responsable en partie des résistances au jeune âge 1 jour.

Ce composé libère beaucoup de chaleur d'hydratation lors de son interaction avec l'eau. Sa vitesse de réaction a un effet direct sur les temps de prise du ciment Portland. C'est le composé qui est principalement attaqué par les sulfates.

Le C_4AF s'hydrate d'une façon analogue au C_3A mais à une vitesse de réaction faible, il contribue peu ou pas aux résistances de la pâte de ciment. Il est responsable

de la couleur du ciment et permet de diminuer la température de clinker au four [13].

1.2.6.4 Chimie d'hydratation du ciment Portland avec additions

Les différentes additions minérales affectent la cinétique de la réaction d'hydratation en raison de leur composition chimique, de leur réactivité et de leur granulométrie ainsi que la forme de leur élément. Au cours de l'hydratation du ciment portland, il se forme sur chacun des grains une couche de produits d'hydratation qui devient de plus en plus épaisse (d'abord principalement du C-S-H), alors que l'hydroxyde de calcium également formé se sépare partiellement de la solution interstitielle, sous forme de cristaux hexagonaux en paillettes [2].

L'hydroxyde de calcium est produit de CaO en excès durant l'hydratation du CPA et sert comme la principale source d'alcalinité pour l'activité pouzzolanique, pour la conversion de SiO₂ de la pouzzolane en C-S-H. L'alcalinité du béton est due à Ca(OH)₂ crée par l'hydratation du ciment portland La création pouzzolanique se produit par consommation de Portlandite, la fumée de silice SiO₂ permet une réduction de la teneur en Ca(OH)₂ et par conséquent une augmentation de la résistance du mélange [14].

1.2.7 Microstructure des matériaux cimentaires

Le processus d'hydratation d'un ciment conduit à un matériau durci composé de plusieurs phases de l'agencement desquelles résulte la structure et la texture de la pâte. Ces différentes phases peuvent être [15] :

Des ciments non hydraté ou partiellement hydraté. La pâte de ciment elle-même de microstructure complexe, contenant plusieurs types d'hydrates, de la Portlandite et des pores. Des bulles d'air, qui constituent une sous famille spécifique de pores. Il existe une relation aujourd'hui bien comprise entre la microstructure des ciments et leurs propriétés mécaniques. Elle concerne l'influence néfaste des pores capillaires (porosité à l'échelle supérieure au micromètre) sur la résistance du matériau [16].

1.2.7.1 Composition du ciment hydraté

La pâte de ciment hydraté est formée de [2] :

- Les hydrates (C-S-H, $\text{Ca}(\text{OH})_2$;
- Aluminates ;
- Les grains des ciments non hydraté ;
- Des espaces capillaires ;
- Des bulles d'air.

Les hydrates comprennent :

- Les silicates de calcium hydratés et de la chaux hydratée ;
- Les aluminates hydratés et l'eau absorbée sur certains cristaux et des impuretés.

a) Silicates de calcium hydraté C-S-H

Le C-S-H est un gel solide poreux ayant une structure en feuillet. Assurant la cohésion mécanique des ciments. Le PH de la solution interstitielle contenant les C-S-H est très alcalin (voisin de 13), à des PH plus faibles, il peut y avoir lixiviation des ions de Ca^{2+} . La porosité du gel de C-S-H représente environ 28% du volume total du gel. Les pores de gel sont extrêmement fins, ils contribuent très peu à la perméabilité de la pâte et du béton. La famille de C-S-H est formée d'une grande variété de silicate de calcium hydraté. Une des caractéristiques importantes qui différencie ces espèces est le rapport molaire entre la quantité de calcium et de silicium (rapport C/S). Dans une pâte de ciment ce rapport est compris entre 1,5 et 1,9 [15].

Les C-S-H de synthèses (C-S-H non formés à partir de ciment), il est compris entre 0,5 et 2 suivant les conditions de synthèse. Certains auteurs considèrent qu'il existe plusieurs (phases) C-S-H différenciées par leur rapport C/S. Que ce soient les C-S-H et C-S-H II pour Taylor [14]. Ou les C-S-H α et C-S-H β pour Damidot et al [17]. Toutefois, leur différenciation dans une pâte n'a pas encore été démontrée.

b) Chaux hydratée CH

La Portlandite joue un rôle primordial sur la durabilité du béton mais, participe peu au développement de sa résistance mécanique. La Portlandite à une

morphologie hexagonale prismatique (la morphologie est très variable en fonction des paramètres de composition). Elle est produite à la suite de l'hydratation du C_3S et C_2S . Dans la pâte de ciment hydraté, elle devient instable lorsque le PH devient ($<12,5$) [2].

c) Aluminates hydrates

Ils occupent de 15 à 20 % du volume de la pâte de ciment hydraté. On les retrouve généralement sous deux formes : ettringite (trisulfoaluminates) aiguilles prismatiques & monosulfoaluminates (plaquette hexagonales) [2].

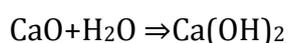
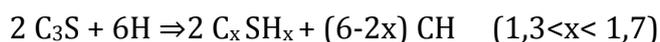
1.2.7.2 Les réactions d'hydratation

L'hydratation est un phénomène très complexe surtout dans le cas de matériaux très réactifs avec l'eau. En effet, la mise en solution amorce inévitablement l'hydrolyse des phases tels que la chaux et les sulfates alcalins ce qui contribue de façon notable à la formation d'une variété de phases hydratées. Ces réactions sont régies par la stabilité relative des phases néoformées ainsi que par la disponibilité des molécules d'eau et des divers ions impliqués. Le phénomène de la prise s'accomplit par réduction du volume d'eau suivie par une cristallisation massive de la pâte qui perd ainsi sa plasticité [18].

a) Portlandite

La Portlandite $Ca(OH)_2$, se présente avec une structure hexagonale en feuillets compacts. Le calcium est localisé en site octaédrique tandis que les groupes hydroxyles occupent les sites tétraédriques. Dans une matrice cimentaire hydratée, l'hydroxyde de calcium existe sous forme de plaquettes hexagonales correspondant à un état cristallisé ou sous forme massive si la phase est amorphe [19].

Les réactions donnant naissance à la Portlandite ion de l'hydratation sont :



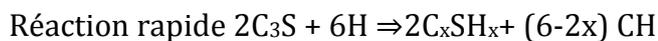
Avec H : H_2O ; C : CaO ; S : SiO_2 ; CH : $Ca(OH)_2$

Son apparition peut provenir aussi de la calcite qui, après dissolution, donne naissance à la chaux libre et de l'acide carbonique (H_2CO_3). Suite à l'hydrolyse de la

calcite, la chaux néoformée se transforme en Portlandite (chaux hydratée). Cette première source est considérée négligeable à cause de la faible solubilité de la calcite. Ainsi, dans les poussières de four. La source principale de formation de la Portlandite est la chaux libre présente dans les échantillons avant hydratation. Elle joue un rôle appréciable dans la cohésion de la pâte surtout à jeune âge mais elle est la plus vulnérable face aux différentes attaques. Elle est tenue responsable de l'effet tampon basique dans lequel la stabilité de la majorité des hydrates en dépend. Cependant, la solubilité est de l'ordre de 2,5 g/l et un apport externe d'acidité peut entraîner sa dissolution et par conséquent, une perte considérable de résistance par baisse de PH favorisant, entre autres une attaque par les sulfates. L'action sulfatique d'origine interne ou externe est illustrée de façons schématiques par la figure 1.12 [18].

b) Le silicate de calcium hydrate

Le C-S-H prend naissance essentiellement d'une source d'ions calcium et de silicium. Il se forme principalement par la réaction d'hydratation de l'alite et plus tard, de la bélite :



Les silicates de calcium hydratés sont considérés comme gel en raison de leur caractère amorphe et leur composition chimique variable. Les silicates C_2S_x , C_3S_x , les conditions d'hydratation à savoir l'excès d'eau, la température et le degré de maturation, influencent la structure du C-S-H [20]. Les ions sulfates et les éléments tels que le K, le Na, le Fe et Al peuvent être piégés dans la structure de ce dernier [21].

Quatre types de C-S-H différents par leur structure microscopique existent, parmi lesquels émerge le type I ou sa formation est favorisée à jeune âge et ayant une bonne résistance [22].

Dans ce cas, les fibres sont souvent liées ensemble sous forme enchevêtrée rappelant le caractère turbostratique des structures lamellaires argileuses.

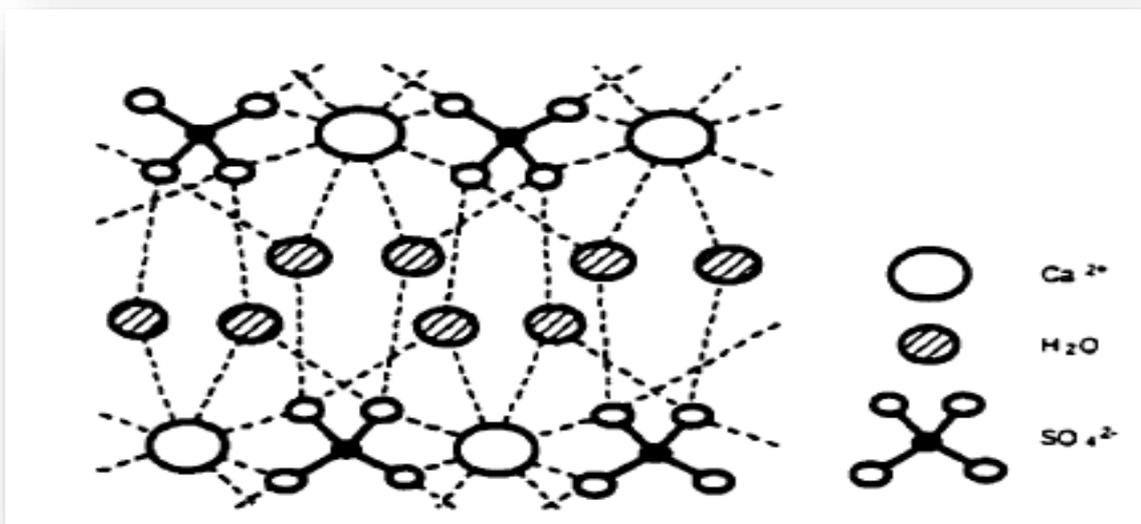
L'évolution dans le temps de la pâte cimentaire montre la présence des quatre types de silicates hydratés. En effet, à jeune âge le type I apparaît comme un

assemblage de grains hydratés relativement espacés et présentant des C-S-H en fibres et des aiguilles d'ettringite. Ce type de structure s'accompagne par le développement d'un C-S-H plus dense et de petits cristaux de chaux qui en cristallisant ultérieurement en larges plaquettes empilées les unes sur les autres, sont entourés d'une masse de C-S-H plus dense de type III [18].

Le type IV de C-S-H, rarement rencontré est caractérisé par contre, par une structure extrêmement dense formée de grains très fins ne dépassant guère 0,1 μm [18].

c) Le gypse

Le gypse est un sulfate de calcium d'origine naturelle, résultant de l'évaporation des lagunes marines sursaturées dans un climat à tendance sèche et chaude. Il est très utilisé dans le ciment comme retardateur de prise pour permettre la mise en place des mortiers et du béton. Le gypse présente une structure pseudo lamellaire, cristallisée dans un système monoclinique (figure 1.12). Les lamelles comportant des groupements SO_4^{2-} , liées aux cations Ca^{2+} , sont disposées en doubles couches entre lesquelles s'installent les molécules d'eau, ce qui offre au gypse son clivage structural caractéristique. Chaque ion Ca^{2+} est entouré par les oxygènes, d'un groupement SO_4^{2-} et d'une molécule d'eau, le liant à un oxygène dans la même couche et à un autre dans la couche voisine [18].



Les principales variétés du gypse rencontrées sont :

- Le gypse dit fer de lance de morphologie en plaques souvent transparentes et incolores ;
- Le gypse lamellaire se présentant en gros cristaux souvent enchevêtrés ;
- Le gypse fibreux sous forme de longues fibres cristallines COMU sous le nom de la pierre d'albâtre ressemblant au marbre ;
- Le gypse en petits cristaux disséminés dans des terres souvent argileuses ;
- Le gypse saccharoïde dont l'aspect est synonyme du sucre brillant à la lumière.

Son origine peut résulter de l'hydratation de plusieurs sulfates de calcium [24]:



En ce qui concerne sa solubilité, elle dépend de plusieurs paramètres tels que la température et la nature de la solution (PH). Elle passe par un maximum de 2.1 g/l aux environs de 38°C et elle est particulièrement très élevée en présence de potasse contrairement à la présence de l'arcanite [25]. La figure 1.13 représente la solubilité du gypse et des différents sulfates de calcium en fonction du pH et de la température.

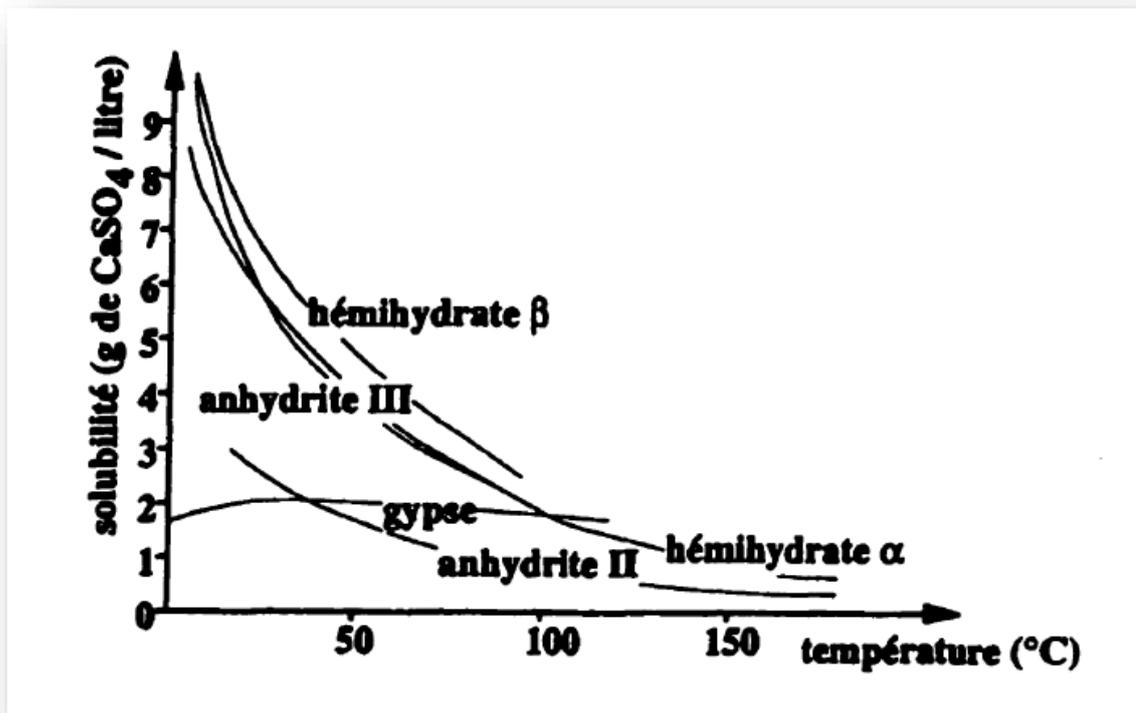


Figure 1.13 Courbes de solubilité du système $\text{CaSO}_4\text{-H}_2\text{O}$ [26]

Comme l'ettringite, le gypse peut apparaître comme phase secondaire grâce à un apport interne ou externe en sulfates en présence d'une humidité suffisante. Cette apparition tardive dans une pâte mûrie sous certaines conditions spécifiques est potentiellement expansive.

d) Les sulfates alcalins

Les alcalins (Na, K) proviennent des minéraux comme l'octoclase, l'albite et la microdine, contenues dans les roches argileuses et les sédiments. En principe, leur interaction avec le soufre génère des sulfates alcalins et le reste est incorporé dans les structures des phases minérales du clinker tel que les C_3S , C_2S et les C_3A , [27].

Le soufre provient principalement du combustible à savoir le gaz naturel, le charbon et l'huile mais peut aussi avoir comme origine les matières premières comportant la présence de la pyrite (FeS_2) ou de la pyrrhotite (Fe_{1-x}S). En cas d'excès en alcalins, ces derniers se substituent dans les réseaux cristallins des phases du clinker pour donner des aluminates alcalins et des silicates alcalins [18].

Plus de la moitié s'intègre dans la structure des aluminates en provoquant des changements de la symétrie structurale. En effet, le sodium s'introduit, selon la règle

des 15 % des solutions solides, dans le réseau cristallin du C_3A cubique pour donner une structure orthorhombique thermodynamiquement plus stable. Le potassium s'insère difficilement dans la structure par substitution, toutefois, facilitée en présence de SiO_2 , et Fe_2O_3 . La structure cubique du C_3A est très affectée par les alcalins et puisqu'elle est la forme la plus réactive avec l'eau, ceci diminue de façon non négligeable la réactivité du ciment [28].

e) L'ettringite

L'ettringite est un sulfate mixte répondant à la formule globale à 25°C, $3CaO, Al_2O_3, 3CaSO_4, 32H_2O$ ou en notation de liants $C_6-A-S_3 H_{32}$ [29]. L'ettringite se présente sous forme de cristaux en forme de prismes hexagonaux comportant des mailles hexagonales d'entités $[6Ca (AlOH)_2 \cdot 24 H_2O]^{6-}$ et de canaux de vide parallèles aux axes des prismes ou se retrouvent des groupements $[(SO_4)2H_2O]^{6-}$ par moitié d'arête. Chaque maille hexagonale présente une alternance entre des aluminiums polyhydratés et $3CaO$. L'atome de calcium est lié à quatre molécules H_2O et quatre OH^- tel que montré à la figure 1.14

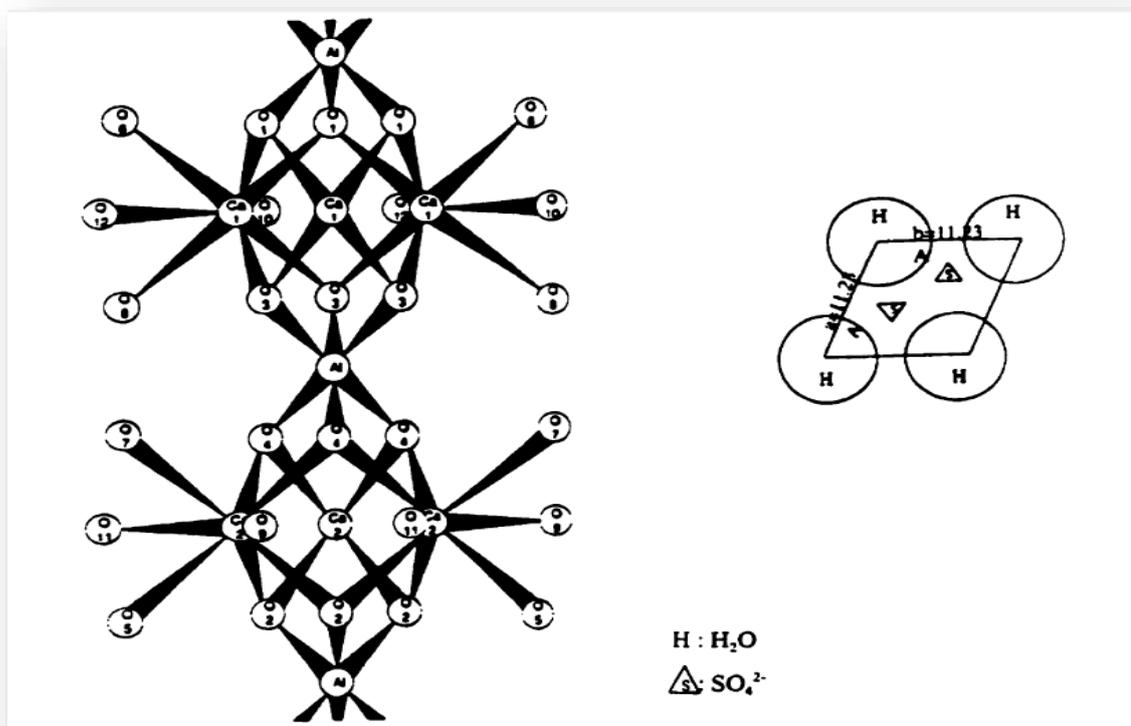


Figure 1.14 Structure hexagonale de l'ettringite [30]

Dans la littérature des contributions, ont distingué deux types d'ettringite [31] :

- L'ettringite macrocristalline, sous forme de grandes lattes, formée lorsque le milieu est pauvre en ions hydroxyles. Cette dernière est non expansive ce qui corrobore tout à fait les suggestions émises [32] ;
- L'ettringite colloïdale formée de petits cristaux en présence de concentrations élevées en ions hydroxyles. Cette dernière peut être expansive, surtout à cause de sa grande capacité d'adsorption d'eau conduisant à des changements volumiques considérables.

En général, l'ettringite formée peut avoir une origine interne ou externe (figure 1.15). Dans un produit cimentaire, l'ettringite puise ses constituants dans les aluminates et une source de sulfates impliquant le gypse, l'arcanite, la syngénite etc [18].

Par ailleurs, un autre minéral ayant une analogie structurale à l'ettringite a été souvent associé aux mécanismes d'expansion : la thaumasite de formule globale CaSiO_3 , CaCO_3 , CaSO_4 , $15\text{H}_2\text{O}$ et de structure cristallographique identique (hexagonale). En effet, la formation de la thaumasite en présence d'une humidité suffisante, d'une température de l'ordre de 4°C et d'une source d'ions CO_3^{2-} et d'alumine réactive. L'ettringite semble être une phase initiative pour amorcer l'apparition de cette dernière puisqu'en absence de source d'alumine, autrement dit d'ettringite, la thaumasite est indétectable par diffraction X [33]. D'ailleurs, en analysant leurs deux formules respectives, il apparaît les différences structurales caractéristiques pour chaque phase.



Par substitution d'aluminium par le silicium et des sulfates SO_4^{2-} par les carbonates CO_3^{2-} , il est possible de former la thaumasite à partir de l'ettringite. Les deux phases ne cristallisent pas ensemble en proportion notable et leur miscibilité n'a pas été démontrée [34]. Cependant, un tel mécanisme n'est pas certain malgré le rôle initiateur de l'ettringite par sa vitesse de formation élevée.

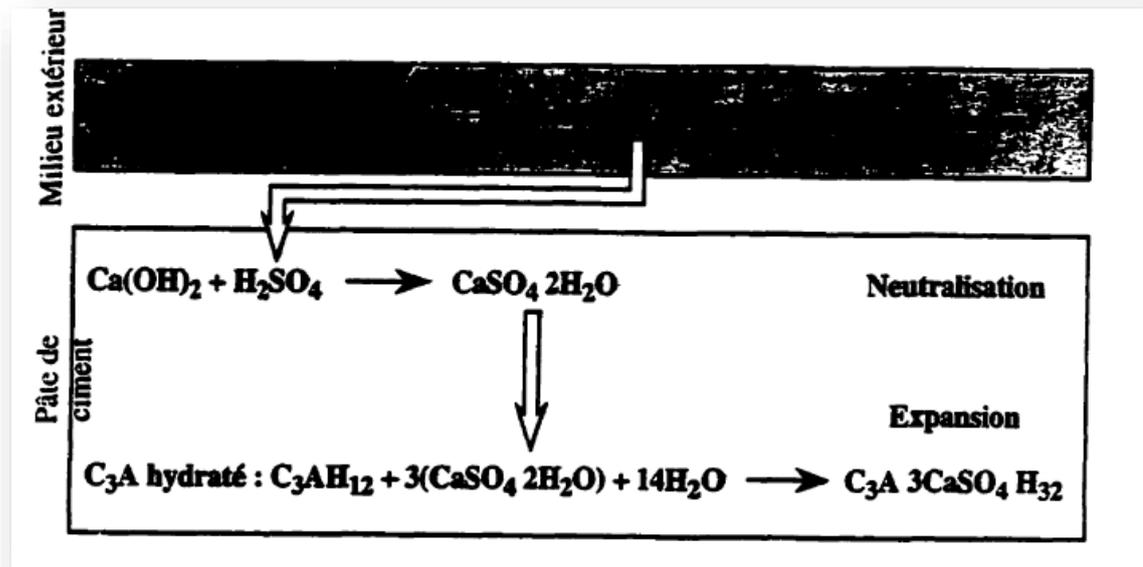


Figure 1.15 Mode d'action sulfatique dans la pâte de ciment [18]

1.3 Production des poussières de four de cimenterie

1.3.1 Définition des poussières du four

Poussières de four à ciment [Cement Kiln Dust (CKD)] est un sous-produit de la fabrication du ciment. Poussières de four à ciment est une matière poudreuse fine ressemble à du ciment Portland. Il est composé de particules micron prélevés de précipitateurs électrostatiques durant la production de clinker de ciment. Poussières de four à ciment frais peuvent être classées comme appartenant à l'une des quatre catégories, selon le procédé de four utilisé et le degré de séparation dans le système de dépoussiérage [35]. Il existe deux types de ciment four processus :

De rejets sont habituellement générés lors de la fabrication du ciment : les poussières de four de cimenterie et les rejets gazeux. Les poussières se divisent en deux catégories : d'abord les émissions locales issues de l'exploitation des carrières, du transport, du stockage, et de l'expédition du ciment. En général, ces dernières

n'affectent que l'environnement interne de l'usine. La deuxième catégorie concerne les poussières émises par les gaz d'échappement des cheminées provenant du four et des broyeurs. En outre, la production des CKD peut entraîner une diminution voire éliminer les métaux toxiques tels que les métaux lourds du ciment. Cette réduction est assurée essentiellement par le cycle des volatils dans le four lors de la fabrication du ciment [18].

En effet, l'alimentation du four en matières premières et en combustible, génère habituellement des composés mineurs volatils, essentiellement des composés de potassium, de sodium, de soufre, et de chlore [36]. Ces produits à l'état vapeur dans les zones les plus chaudes du four se condensent dans les zones les plus froides [37]. En fonction de la durée et des conditions de cuisson, ainsi que des espèces chimiques présentes, ce phénomène de cycle des volatils se développe seulement dans une partie bien délimitée du four. Les vapeurs en se condensant sur les particules de poussières vont délimitée du four.

Les vapeurs en se condensant sur les particules de poussières vont soit, être entraînées par le flux gazeux en dehors du four (Cycle ouvert), soit ramenées vers les zones chaudes où elles se transforment en vapeur (Cycle fermé) (figure 1.16) [18].

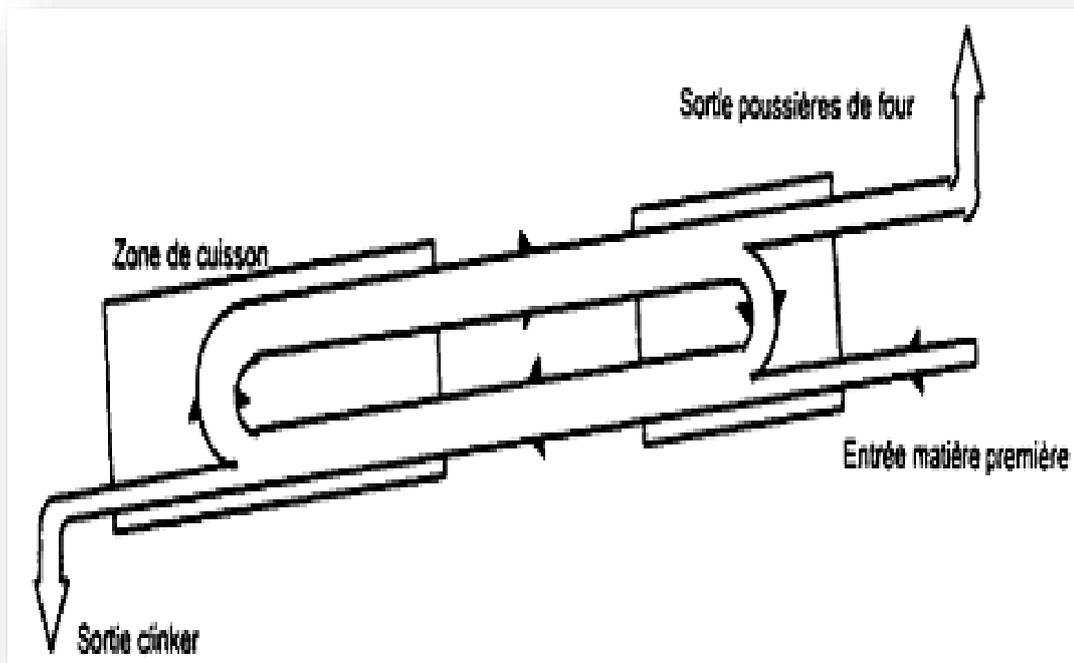


Figure 1.16 Schéma du cycle des matières volatiles dans le four [36]

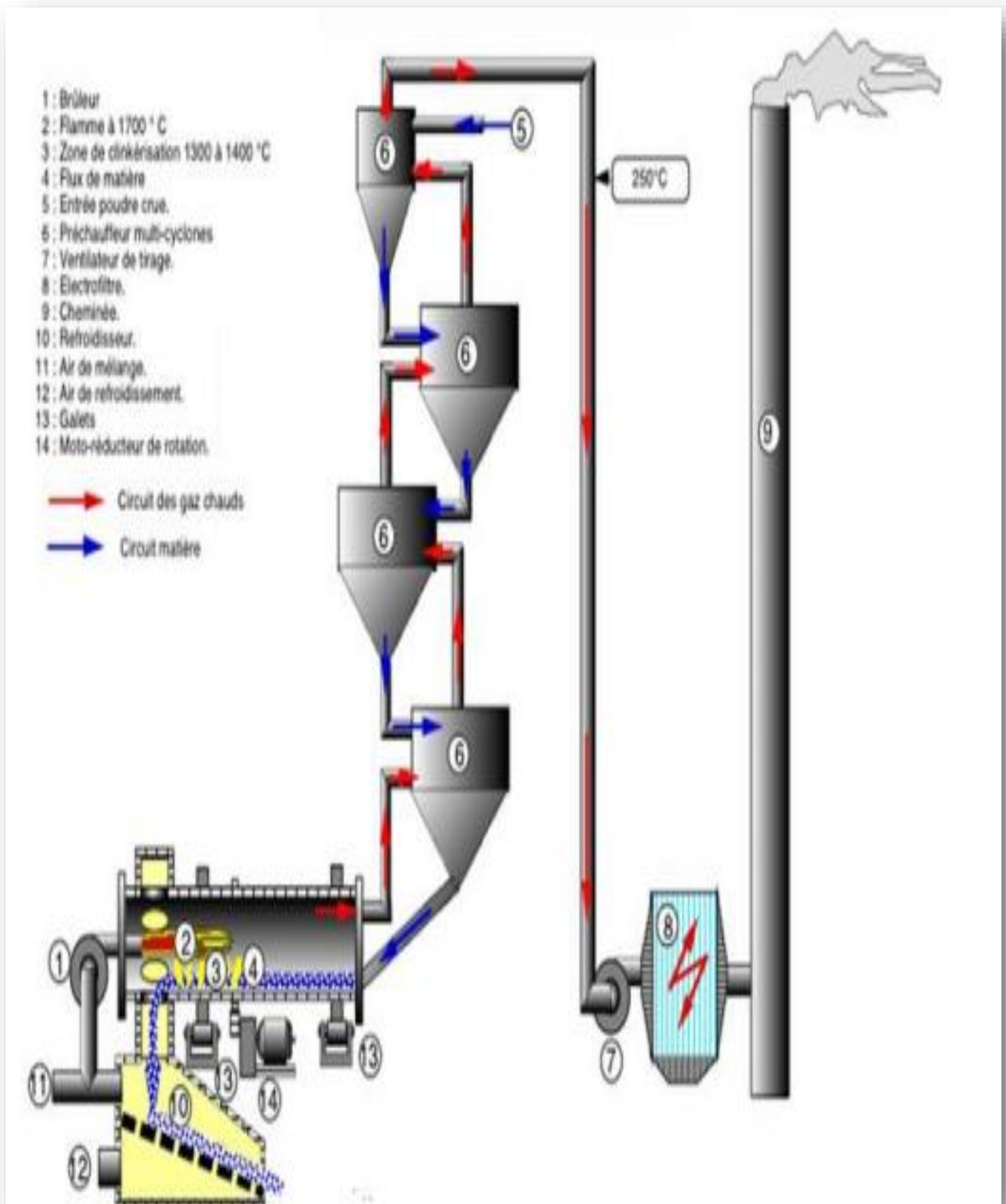


Figure 1.17.Schéma du circuit gaz / matière (four voie sèche) [36]

La présence de ces composés volatils, même en faible quantité, modifie le déroulement des réactions à l'intérieur du four et, par conséquent, influence la minéralogie des phases du clinker. A titre d'exemple, les alcalis et le soufre modifient la viscosité de la phase interstitielle se formant lors de la cuisson et, par la suite, les processus de germination et de croissance cristalline en favorisant l'un des processus mis en jeu par rapport aux autres [38].

Les teneurs résiduelles en ces phases dépendent étroitement de leur concentration dans les phases nominales contenues dans le cru. En fait, la production du ciment à partir des matières premières et des combustibles à faibles teneurs en alcalins, en chlorures, et en sulfates. Dans ce cas, le four fonctionne avec un "Alkaly by pass system" toutes les poussières sont recyclées et réintroduites dans le four à ciment, selon la nécessité, de façon continue ou discontinue [18].

Les opérations de dépoussiérage menées à tous les stades de la fabrication du ciment, grâce aux cyclones, aux dépoussiéreurs, et aux électrofiltres, permettent une réduction significative des rejets de poussières allant jusqu'à moins de 100 mg/m³. Actuellement, toutes les cimenteries Québécoises n'émettent plus que des gaz atmosphériques, constitués essentiellement de gaz carbonique et de vapeur d'eau. L'émission des NO₃ et du SO₂ dans l'atmosphère reste un sujet d'actualité vis-à-vis des teneurs environnementales admissibles et surtout des problèmes de pollution atmosphériques causés [39].

1.3.2 Composition chimique des CKD

Les CKD ont une composition chimique similaire à celle du ciment Portland classique. Les principaux constituants sont des composés de chaux, de fer, de silice et d'alumine.

A partir de 103 spécimens récoltés par le "US Bureau of Mines" en 1980, une analyse chimique moyenne des CKD a été réalisée tableau 1.2 [40].

Tableau 1.2 Composition minéralogique des CKD [40].

Composé	Pourcentage en masse (%)
CaCO ₃	55.5
SiO ₂	13.6
CaO	8.1
K ₂ SO ₄	5.9
Al ₂ O ₃	4.5
Fe ₂ O ₃	2.1
KCL	4.1
MgO	1.3

Les fluorures, les nitrates, les phosphates et les sulfates sont les principaux sels présents dans les CKD. En ce qui concerne les cations : le calcium, le silicium, le potassium, le fer et l'aluminium constituent les cations majeurs.

En plus de ces éléments, des concentrations plus faibles (exprimées en partie par million) de métaux lourds et d'éléments en traces peuvent être décelées.

Tableau 1.3 Teneurs moyennes des éléments en traces dans les CKD [41]

Eléments	Ag	As	Cd	Cr	Cu	Li	Mn	Ni	Pb	Sb	Zn
Teneurs moyenne (ppm)	4.8	9.3	7.3	34	24	16	280	148	29	1.6	167

La présence de ces constituants dans les CKD confirme le caractère à risque pour l'environnement. Leur lixiviation peut engendrer une augmentation accrue en métaux lourds dans les effluents pouvant dépasser parfois les normes environnementales établies en Canada.

En parallèle à ces phénomènes de lixiviation, il se produit des réactions de substitution dans les quelles interviennent différents éléments. Les métaux lourds, entre autres, peuvent être piégés dans la matière solide selon différents modes de fixation dans les phases minéralogiques lors de la fabrication ou au cours de l'hydratation.

En effet, la solubilité d'un atome étranger donné dans un réseau cristallin dépend essentiellement de deux types de déformation pouvant entraîner cet atome dans la structure d'accueil originelle [18].

La différence de rayon ionique entre l'impureté et l'élément d'origine provoque une distorsion géométrique dans le réseau et modifie donc les dimensions de la maille cristalline [42]. La règle empirique de Fermi indique qu'il ne peut y avoir substitution entre deux éléments que si la différence des rayons ioniques n'excède pas 15% du rayon de l'atome le plus petit.

Sans mentionner les rayons ioniques des éléments impliqués, un rapport de la substitution dans les C_3A de certaines impuretés avec différents degrés de valence. Certes, prendre l'ettringite comme matrice d'accueil aurait été un cas plus représentatif pour les poussières de four de cimenterie puisque cette dernière se retrouve en pourcentages élevés dans toutes les poussières. Néanmoins, la considération des aluminates tricalciques peut être prise comme illustration.

1.3.3 Composition minéralogique des CKD

L'ensemble des études mené jusqu'à maintenant sur les poussières de four de cimenterie montre que la composition minéralogique se présente en général comme suit :

- 94% des échantillons présentent la calcite comme constituant majeur ;
- la chaux et l'anhydrite sont les phases minérales principales après la calcite ;
- l'existence de silice en faibles quantités dans presque tous les échantillons.

En outre, d'autres phases telles que l'arcanite et l'alite sont susceptibles de se retrouver à côté de ces composés.

1.3.4 Variabilités chimique et minéralogique des CKD

Le domaine de variation de la composition chimique des CKD est présenté dans le tableau 1.4

Tableau 1.4 Intervalle de la variation minéralogique des CKD [44]

Eléments	Pourcentage		
	Faible	Moyen	Élevé
SiO ₂	6.0	16.5	28.5
Al ₂ O ₃	3.2	4.4	9.6
Fe ₂ O ₃	0.8	2.7	5.9
CaO			
De 9 sources	16.0	47.6	65.0
De 13 sources	8.3	12.6	20.2
MgO	0.8	2.3	4.8
SO ₃	0.7	7.1	26.3
Na ₂ O	0.08	0.8	3.2
K ₂ O	1.08	5.5	26.2
Perte au feu	2.5	16.0	32.0

En somme, dans la majorité des cas, la composition chimique des CKD se distingue par des teneurs élevées en alcalins (sodium et potassium), en chlorures, et en sulfates. Cependant, cette composition varie d'une usine à une autre, et au sein même d'une cimenterie selon les spécifications désirées pour les produits finaux [18].

La variabilité chimique des CKD trouve son origine, essentiellement, dans la fluctuation des paramètres suivants [18] :

- La nature des matières premières, c'est à dire la qualité minéralogique des carrières ;
- Les conditions régnant dans le four (température et nature des composés volatils) ;
- La conception du four (long ou court).

La classification des CKD [45] :

- Type S : CKD pauvres en alcalis et en chlorures avec une teneur modérée en sulfates.
- Type H : contrairement au type S, ces poussières sont plus riches en sulfates ;
- Type L : ces derniers sont pauvres en sulfates.

Malgré cette classification sommaire des CKD, leur variabilité reste l'un des problèmes majeurs dans la formulation d'ajouts minéraux nécessaires à leur stabilisation puisque aucun traitement général ne peut couvrir tous les cas d'espèces. Par contre l'évaluation de la faisabilité technique par des essais pratiques en laboratoire constitue la solution la plus fiable pour juger de l'efficacité d'un procédé [18].

Une analyse chimique étalée sur trois ans pour la poussière de la cimenterie Alpena située au Michigan a révélé les points suivants (figure 1.18) [18] :

- Un domaine de variation réduit pour la teneur en silice (12 à 15%) avec des écart-types de 0,2 à 1,0 ;
- La composition chimique en chaux varie entre 38 et 57 % avec des écart-types allant de 1,0 à 5,6 %;
- Les aluminates et l'oxyde ferrique présentent, par contre, une certaine régularité avec des teneurs comprises, respectivement, entre 2,3 à 4,2 % et 1,3 à 1,8 %;
- Les sulfates présentent un domaine de variabilité considéré comme moyen.

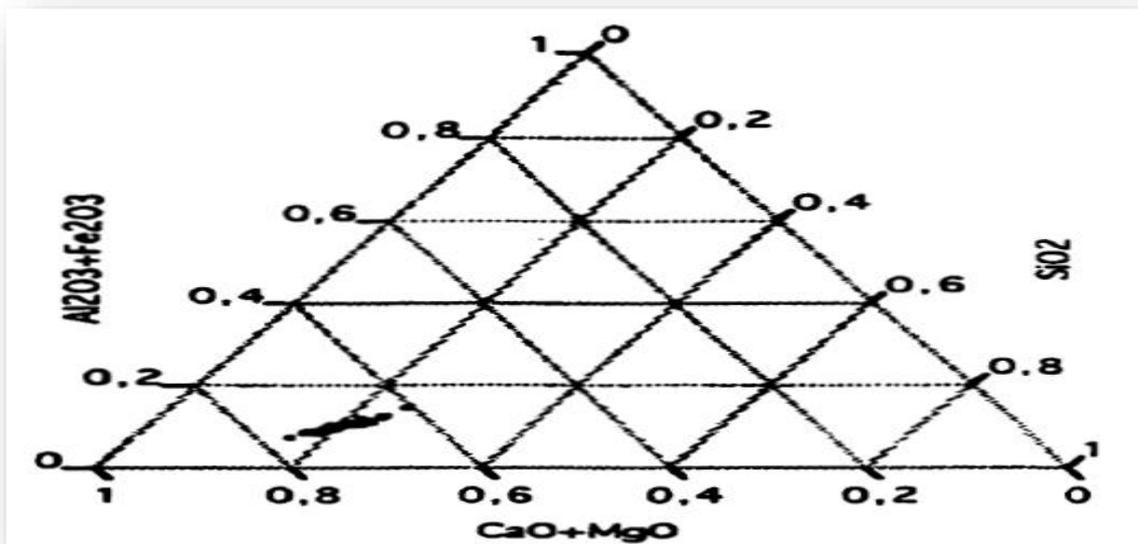


Figure 1.18 Variabilité chimique des poussières Alpena dans le temps [46].

Par ailleurs, l'analyse d'une cinquantaine de poussières provenant de différentes cimenteries, manifeste une variabilité plus prononcée de la composition chimique (voir figure 1.19) [18].

Ainsi, la silice présente des teneurs comprises entre 15 et 30 % tandis que les aluminates associés à l'oxyde ferrique varient de 1 à 12 %. Les oxydes de calcium et de magnésium se caractérisent par une fourchette allant de 65 à 78% [18].

Il apparaît que la variation de la composition chimique, dans le temps et dans une même usine, est conditionnée surtout par les teneurs en chaux et en sulfates. Cette variabilité est due surtout aux conditions qui règnent dans le four et à la variabilité intrinsèque des matières premières [18].

Par contre, en passant d'une usine à une autre, la majorité des éléments subit une variation dans certains cas très prononcée. Cette particularité est en relation avec la nature minéralogique des roches des carrières utilisées et les procédés de fabrication du ciment qui peuvent être parfois différents. Dans cette configuration, les sulfates et les alcalins sont principalement les paramètres les plus touchés [18].

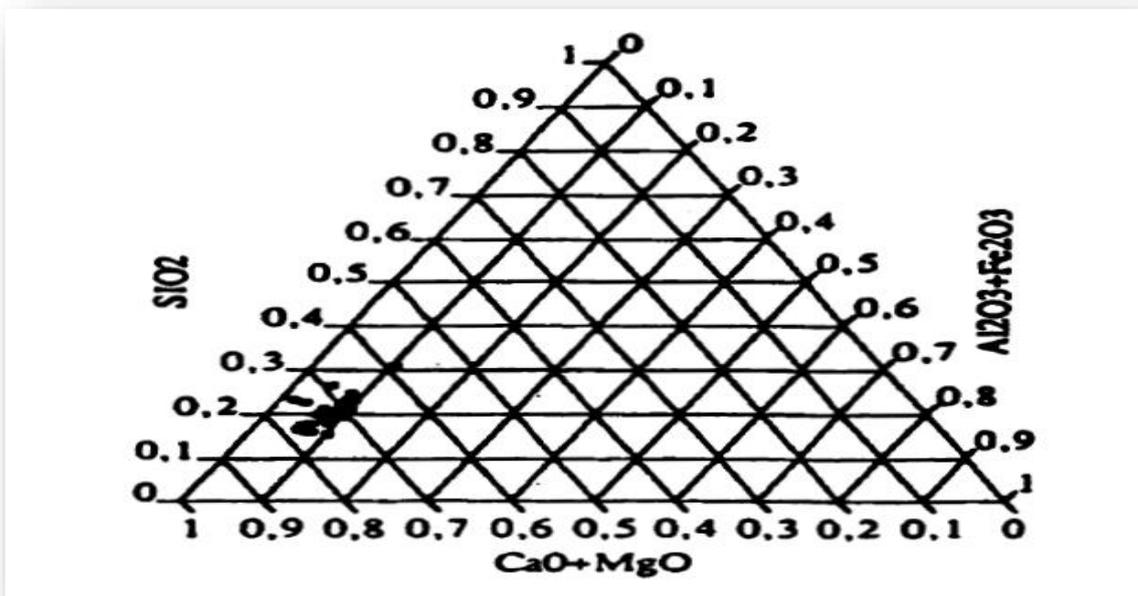


Figure 1.19 Variabilité chimique des poussières de four de cimenterie [47]

1.3.5 L'utilisation des CKD

Poussières de four à ciment (CKD) peut être utilisé pour la stabilisation des sols comme une alternative à la chaux, qui est parfois utilisée dans la construction de routes. Utilisation de CKD est non seulement efficace pour améliorer la résistance des sols, mais aussi contribue à minimiser les temps de travail et coût. Lorsque la chaux est utilisée, le sol est remixé et compacté 48 h après application de la chaux. Poussière de ciment, en revanche, se débarrasse de l'étape supplémentaire, comme le mélange initial et le compactage est suffisant pour stabiliser le matériau suffisamment. CKD est aussi utilisé pour stabilisation et solidification de des déchets. En outre, CKD, est bon marché, encore efficace, alternative à autres classique déchets traitement matières comme le ciment et la chaux. Poussières de four à ciment a été utilisé avec succès pour traiter de nombreux types de déchets matériaux. Tout de mine de charbon des déchets effluents et des eaux usées industrielles, aux boues d'épuration et de l'huile a été stabilisé à l'aide des poussières de four [35,48 et 49].

1.3.5.1 Stabilisation des CKD par ajout minéral

Les poussières de four de cimenterie ont été proposées comme des matériaux pour les barrières hydrogéologiques, et leur entreposage en carrière rocheuse. Dans la littérature, la stabilité des poussières concernent essentiellement à maîtriser les réactions d'expansion résultant de l'hydratation combinée d'éléments tels que les sulfates, l'alumine, la chaux, la silice et les alcalins (Na, K), ces réactions d'expansion provoquent des augmentations du volume des mélanges accompagnées des fissurations polygonale intense et d'une détérioration des propriétés mécaniques et hydraulique du matériau. Elles sont dues à l'allongement par croissance cristalline de certains matériaux dites expansifs. La nature et la quantité de l'ajout minéral jouent un rôle important dans cette stabilisation. Une comparaison des ajouts choisis (cendre volante et fumé de silice) et une détermination de leurs dosages respectifs [50].

Pour les poussières de four d'Alpena, il existe de trois types de mélanges [51] :

- Mélange à 10% de cendres volantes ;

- Mélange aux fumées de silice avec un rapport fumée/poussière supérieure ou égal à 0.05 ;
- Mélange aux ajouts combinés de cendres volantes et de fumée de silice avec des rapports cendres/poussières compris entre 0,1 et 0,2 et des rapports fumés de silices/cendres volantes compris entre 0,1 et 0,25.

1.3.5.2 Stabilisation des sols par des CKD

Des recherches ont été effectuées pour l'utilisation des CKD en combinaison avec d'autres matériaux comme la chaux, le ciment portland et les cendres volantes pour stabilisation des sols.

L'exploitation des poussières de four ou des cendres volantes dans la réalisation des barrières remonte à une vingtaine d'année. En effet, une étude effectuée sur des mélanges de sols et de cendres volantes [51]. Une autre approche a consisté à faire des mélanges de sable, de cendres volantes avec du ciment ou de la chaux [52]. Une stabilité géotechnique supposée satisfaisante a été obtenue.

L'utilisation des CKD dans la stabilisation des sols sableux pour les fondations de pavage, conduit un mélange optimum de 15% de CKD ayant 5,9% de CAO libre et MgO, et 0,97% du totale des alcalis ($K_2O + Na_2O$) avec une résistance en compression de 2,5 MPa à 14 jours. Seulement, aucune donnée n'a été spécifiée pour le comportement de ce système à long terme [53].

Des études ont montrées qu'on pouvait substituer avec réussite une partie de la chaux par les CKD dans les systèmes chaux-cendres volantes de sable [53].

Par la suite, une vérification d'utilisation des CKD dans la stabilisation des sols sableux destinés à la conception des pavages. Cette étude a révélé de bons résultats par addition de 15% de CKD. Enfin, la mise d'une contribution des poussières dans la stabilisation des dunes de sable, aboutissent à des résultats encourageants dans le cas de l'adjonction de 30% de CKD [54].

L'effet de CKD dans la stabilisation de sable pour la construction des autoroutes. A partir des propriétés géotechniques des différents mélanges, tels que la résistance à comprissions à 7 jours, la relation densité-teneur en eau, le CBR. Le gonflement et des considérations économiques, ces auteurs ont conclu que le

mélange à base de 30% CKD et 75% de sable donnait les performances optimales [55].

La stabilisation des soles par des CKD. Les mélanges contenaient de 3,8 à 10% de CKD. On testant de différentes propriétés, à savoir les résistances à la compression, la masse volumique-teneur en eau, la limite à liquidité, la limite et l'indice de plasticité. Des résultats obtenue sont comparable à ceux des soles stabilisé par de la chaux hydraté et du ciment Portland [56].

En adoptant une poussière de four de cimenterie, ils ont effectué de tentative de stabilisation d'argile gonflante. Les mélanges argile CKD contenait entre 5% à 40% de CKD en poids et muris durant 56 jours. Les résultats montrait que, à l'exception de la masse volumique humide, les propriétés géotechnique des CKD-argile sont comparable à celles des soles –cendre volantes et ciment sol [56] et [57].

Cette étude a montré que :

- L'addition des CKD réduit la masse volumique humide maximale des argiles alors que la teneur en eau optimale augmente ;
- La résistance à la compression non confiné de l'argile naturelles augmente avec l'augmentation d'ajouts en CKD et une longue période de mûrissement ;
- La limite de liquidité diminue et la limite de plasticité décroît avec l'ajout des CKD et une longue période de mûrissement. ces auteurs ont montré que $I_p=12,1\%$ pour 56 jours et 40% de CKD comparé à $I_p=64\%$ pour l'argile naturelle ;
- Le CBR est amélioré pour les échantillons muris pendant 4 jours. leur capacité portante augmente avec l'ajout des CKD ;
- Le potentielle de l'argile naturelle a été mesuré selon la norme ASTM 4546. Ce potentiel décroît à 9% à 0% avec 25% de CKD le volume des vides est de 7% pour l'argile naturelle alors que les échantillons avec 25% de CKD donnent des volumes entre 1 et 2,3% ;

Les résultats ont montré que la résistance à la compression est réduite d'une façon significative vis-à-vis des essais de gel-dégel. Par ailleurs, les poussières de

four ont fait l'objet d'une valorisation dans le domaine de la neutralisation de drainage minier acide. Cette étude a montré la fiabilité de ces dernières sur l'inhibition de l'activité bactérienne et la réduction de l'oxydation des sulfures. Ce qui est de très bon augure par l'application de cette source alcaline afin d'annihiler les inconvénients des résidus miniers acidogènes [58].

1.3.5.3 Stabilisation des CKD comme barrière hydrogéologique

Cependant, malgré la multiplicité des domaines de réutilisation étudiés, une seule approche a été réalisée pour étudier la possibilité d'utilisation des CKD stabilisées comme barrière hydrogéologique dans les sites de stockage et d'enfouissement des déchets. En effet, la consolidation et la stabilisation des poussières de four de cimenterie par ajout de fumée de silice et les de cendres volantes s'est avérée très prometteuse surtout lorsque la composition pondérale du mélange adoptée est 80 : 20 : 5 respectivement. La bentonite, présente en faibles teneurs réduit de 30% les propriétés mécaniques mais offre une meilleure ductilité. Cette dernière propriété a pour objectif d'assurer les déformations plastiques de la barrière sous l'effet de charge des engins mécaniques durant et après la mise en place [59].

Cette étude a permis de mettre en évidence l'aspect compétitif entre le pouvoir pouzzolanique de l'ajout et l'amplitude de la réaction d'expansion de l'ettringite. Ainsi avec l'ajout de cendres volantes et ou de la fumée de silice, la réaction évolue vers le sens de la consommation de la chaux et le renforcement des résistances par la production des C-S-H.

Le lessivage de ces barrières concerne essentiellement les ions et les éléments chimiques libérés par les produits d'hydratation. Ce type de lixiviation, de courte durée, ne cause aucun endommagement à la structure grâce au développement important de l'ettringite et de la cimentation assurée par les C-S-H.

Enfin, la comparaison de ces barrières à celles conçues avec les argiles démontre l'avantage des poussières de four de cimenterie par leur caractère fortement alcalin. En effet, cette caractéristique est un paramètre important dans leur longévité mécanique et environnementale puisqu'elle permet une stabilité physico-chimique des phases essentielles à la structure et aussi une précipitation des métaux à l'intérieur de la masse.

Néanmoins, il faut noter que cette étude concerne des CKD provenant d'une seule cimenterie et ne tient pas compte de plusieurs contraintes citées ci-dessous :

- L'évolution dans le temps des produits d'hydratation ;
- La génération de la chaleur lors de l'hydratation de ces matériaux ;
- L'influence de la composition chimique des CKD sur l'équilibre réactionnel entre le pouvoir pozzolanique des cendres volantes et les phénomènes d'expansion ;
- L'influence du compactage sur les réactions d'hydratation ;
- L'effet d'échelle et la mise en place des mélanges réels ;
- L'étude de la migration des contaminants le long de la barrière et la stabilité de la forte alcalinité.

Concernant le concept d'accréditation d'une barrière environnementale à base de poussières de four, les buts principalement visés doivent répondre de façon satisfaisante aux critères requis et définis par les propriétés de durabilité, de ductilité et de perméabilité [18].

En effet, la méthodologie adoptée dans cette contribution consiste, dans un premier lieu à faire des essais en laboratoire sur différentes combinaisons comportant des poussières avec ou sans cendres volantes et ciment. La deuxième partie a fait l'objet d'une extrapolation des mélanges ayant donnés les meilleures performances à une échelle réelle en mettant à profit des cellules de démonstration instrumentées dans le but de suivre les paramètres clés indispensables à l'évaluation de la longévité des barrières [18].

La teneur en eau utilisée est du côté humide de l'optimum Proctor et un arrosage d'eau est nécessaire afin d'éviter toute dessiccation durant les périodes de chaleur affectant surtout la partie supérieure de la bannière. Ainsi, le compactage des couches supérieures doit être suffisant pour éviter tout soulèvement dû à une évaporation d'eau. La mise en place de la barrière doit se faire en couches de 25 à 30 cm et l'épaisseur de revêtement est limitée de façon sommaire entre 80 et 100cm. Dans cette étude, seules les CKD désignées Brookfield ont été consolidées par simple compactage sans ajout minéral.

Pour les autres CKD, la stabilisation a nécessité l'ajout de cendres volantes associées ou non à de faibles teneurs en ciment dans des cas particuliers puis que la consolidation s'est avérée impossible quel que soit le type de compactage mis en œuvre. En général, l'adjonction recommandée pour la plupart des poussières est évaluée à 10% de cendres volantes.

1.3.5.4 Ajout des CKD dans le béton

En Lybie notamment, les CKD posent un problème environnemental. Ils ont essayés de concevoir des bétons à faible résistance, en remplaçant partiellement le ciment Portland par des poussières. Ils ont montré qu'à 20% de CKD, la résistance à la compression diminue de 18% et, en conséquence, l'expansion des réactions alcali-granulat se situe dans les limites acceptables [60]. Le mélange optimum de cendres volantes, de CKD et d'agrégats proposés pour différentes applications se situe dans les limites suivantes (masse sèche) : 6 à 24% pour les cendres volantes, 60 à 90% pour les CKD et 4 à 16% pour les agrégats [61]. Pour les CKD-cendre volantes – agrégats, si les sulfates sont supérieurs à 10% dans les CKD, la durabilité contre le gel-dégel sera très faible [53].

1.3.6 Problématique environnementale

Les principaux problèmes environnementaux des CKD résident, d'une part en l'encombrement devenant de plus en plus important avec l'accroissement des amas de CKD aux abords des cimenteries, et d'autre part à la pollution des eaux souterraines par le lessivage de composés toxiques et le risque de contamination des eaux de ruissellement par des substances solubles tels les sulfates, carbonates, chlorures, alcalis et métaux. La contamination se traduit par une élévation du pH et par la présence dans les eaux de substances à risque en teneur dépassant, parfois, les limites fixées par les normes environnementales [62].

Présentement, la solution retenue consiste à leur épandage sous forme de pulpe dans des endroits situés généralement à proximité des cimenteries. Après leur mise en place, les tas formés sont laissés à aléas saisonniers d'où un risque potentiel de lixiviation en métaux pouvant entraîner une contamination des eaux souterraines et de ruissellement [18].

À titre d'exemple, l'usine Brookfield (Nouveau Brunswick) ou les CKD constituent des dépôts actifs et abandonnés se sont révélés problématiques. En effet, à partir d'analyses effectuées dans les puits d'observation à proximité du site, une contamination des eaux souterraines et des eaux de surface a été remarquée. Les puits privés avoisinant le site sont sujets à une contamination certaine due à un contact avec la nappe phréatique et surtout au phénomène de lessivage des CKD [18].

1.3.7 Méthodes usuelles de gestion des CKD

L'encombrement créé par la présence des différents résidus et la préoccupation qui en suit ont amené une modification significative dans les habitudes par l'adoption de nouvelles directives canadiennes environnementales pour la sauvegarde d'un patrimoine sain. Afin de répondre à cette préoccupation, le gouvernement canadien adoptait, dès 1972, la loi sur la qualité de l'environnement désignée " Directive 019 ". Cette directive ne constitue pas en soi un texte réglementaire, il s'agit plutôt d'un document d'orientation précisant les attentes du ministère concernant les projets d'exploitation et les activités industrielles. En conséquence de cette appréhension à incidence financière, toute une panoplie de méthodes à caractère gestionnaire des résidus produits a vu le jour depuis. Tous les pays, à des degrés variables, doivent se pencher sur la question et envisager en dernier recours l'entreposage des résidus, après avoir épuisé les 4R (réduction, recirculation, réutilisation et récupération). Cette attitude vise principalement les organismes à faire respecter la politique " Pollueurpayeur" et il est évident que sur le plan environnemental, sa mise en œuvre amènera l'élimination de tout risque potentiel de contamination en responsabilisant financièrement l'industrie concernée [18].

Les méthodes de gestion des poussières de four de cimenterie actuellement utilisées sont : (1) Le recyclage, (2) le traitement et le retour au four, (3) l'entreposage, (4) et/ou la réutilisation. Un sondage effectué en 1991 sous l'égide de Portland Cement Association (PCA) a montré que 97% des cimenteries entreposaient leur sous-produit dans des décharges, soit sous forme d'amoncellement ou carrément dans des bassins. Afin d'apprécier et de juger ces méthodes, il semble utile d'en faire une brève description [18].

1.4 Définition des fibres

1.4.1 Différent types des fibres

Les fibres sont classées selon leurs origines (naturelle, synthétique ou artificielle), leurs formes (droit, ondulée, aiguille, ...etc.), leurs dimensions (macro ou microfibrilles) et leurs propriétés mécaniques. Les principales fibres utilisées sont les fibres organiques et les fibres inorganiques [2].

1.4.1.1 Les fibres organiques

Ces fibres ne sont pas utilisées pour renforcer le béton, vu que leurs caractéristiques mécaniques sont inférieures à celles du béton, elles sont par contre mieux adaptées pour le renforcement des sols, notamment dans le corps des chaussées. Dans cette catégorie de fibres, nous pouvons citer [2] :

a) Les fibres végétales et animales

La principale fibre végétale est la cellulose qui résiste aux alcalis, les fibres végétales résistent aussi à la plus part des acides organiques mais ils sont détruites par les acides minéraux forts. Il existe quatre sortes de fibres végétales : les fibres provenant des poils, les fibres du liber, et les fibres extraites des troncs de certaines graminées. Elles sont souvent utilisées dans la fabrication du papier et dans les panneaux de construction (fibres de bois).

b) Les fibres synthétiques

Cette famille regroupe plusieurs types de fibres comme le nylon, le l'acryle, le polyptère ...etc.). Elles sont apparues à la fin du XIXème siècle sous le nom de rayonne. Elles sont dérivées de de la cellulose naturelle. Aujourd'hui, la plupart des fibres synthétiques proviennent de produits dérivés du pétrole et du polymère dont la structure ressemble à celle des matières plastiques. La première fibre plastique commercialisée avec succès, le nylon, date de 1938. Depuis, de nombreux synthétiques, dont les fibres acryliques, l'aramide, l'oléfine et le polystyrène sont apparues. Ces fibres ont également été étudiées à des fins industrielles très précises, telles que la fabrication des matériaux d'isolation, tissus pare-balles, les fuselages et ailes d'avion [2].

1.4.1.2 Les fibres non organiques

Ces fibres ont une très bonne résistance à la traction et un module d'élasticité très élevé, comparativement à la matrice. Dans cette catégorie de fibres, nous pouvons citer :

a) Les fibres minérales

Elles regroupent plusieurs sortes de fibres (amiante, alumine ...etc.), et sont utilisées en grand quantité applications traditionnelles, les fibres d'amiante autrefois utilisées pour l'isolation et l'ignifuge âge, se sont aujourd'hui révélées cancérogènes.

b) Les fibres artificielles

Ce type de fibres est le plus utilisées dans le domaine industriel en général dans le domaine génie civil en particulier. Il regroupe les fibres de verre, les fibres de carbone, les fibres métalliques et autres. Elles sont aujourd'hui les plus répandues dans l'industrie de la construction. Les principales fibres utilisées pour renforcer les mortiers et les bétons sont les fibres métalliques. Ce type de fibres, qui regroupe les fibres d'acier et de fibres de fontes amorphe, a été et reste encore l'objet de recherches très importantes. Les propriétés mécaniques de la pâte cimentaire renforcé par ces fibres sont influencées par la résistance d'adhésion inter faciale entre fibre et matrice. Les fabricants de fibres d'acier ont essayé d'améliorer l'adhérence en jouant sur l'irrégularité de la surface de la fibre, ce qui les a conduit aux nombreux variétés de fibres qui se différencient les unes des autres par leurs diamètres, leurs sections (rondes, carrés, rectangulaires), leurs longueurs et leurs modes d'opération. Les diamètres des fibres d'acier varient généralement entre 0.1 et 0.7 mm, avec des longueurs de 10 à 70 mm [63].

Quelques fibres couramment usitées sont données dans le tableau suivant :

Tableau 1.5 Caractéristiques des fibres couramment utilisées [63]

Type de fibre	Forme/ géométrie	Matière constituante	R_t $\times 10^2$ [MPa]	E $\times 10^5$ [MPa]	L [mm]	l [mm]	D [mm]	e [mm]
Bekaert Dramix ZC50/50		Fil d'acier étiré à froid	11	2	50	0.5
Eurosteel 50/80 60/100		Acier tréfilé à moins de 0.15% C	14	2	50 60		0.8 à 1
Twuncon E à 2 têtes		Acier tréfilé	12	2	54	1
Pont à mousson		Fonte amorphe à 5% de Cr	12	1.4	60	1.5 à 2	0.03
Harex		Obtenues par le fraisage de bloc d'acier	7	2	32	2	0.25

R_t : résistance à la traction du matériau de la fibre, E : module d'élasticité à la traction du matériau de la fibre, L : longueur, l : largeur, D : diamètre et e : épaisseur.

1.4.2 Rôle des fibres

Le rôle principale des fibres et de mieux contrôler la fissuration de la pâte cimentaire a l'état limite de service en limitant l'ouverture des fissures et de transformer le comportement fragile de la pâte cimentaire en un comportement ductile. La pâte cimentaire présente toujours des microfissures dues à différentes causes telles que le retrait, les contraintes thermiques, les contraintes appliquées au jeune âge, ...etc [2].

1.5 Description de l'unité de cimenterie Sour El Ghozlane

1.5.1 Introduction

Le calcaire, l'argile, le minerai de fer et le sable sont les quatre matières premières utilisées par la cimenterie de Sour El Ghozlane pour la confection du cru. Ces matières subissent plusieurs traitements tout au long de la chaîne technologique de fabrication afin d'améliorer la qualité de la farine crue et du produit fini. Elles présentent certaines irrégularités à savoir : la composante hétérogénéité, qui au long de l'étape d'homogénéisation, provoque plusieurs difficultés aux cimentiers. A cet effet, une appréciation qualitative de matières premières de cette cimenterie est nécessaire pour corriger toute insuffisance éventuelle ainsi que pour l'optimisation de l'exploitation par une planification des travaux. L'extraction de la matière première est faite par carrière et par type (matière tendre (argile) ou dure (calcaire)). l'ensemble des matières utilisées par la cimenterie de Sour El Ghozlane est composé [64] :

- Du calcaire qui apporte la chaux CaCO_3 ;
- De l'argile qui apporte la silice SiO_2 et l'alumine Al_2O_3 ;
- Du minerai de fer qui apporte Fe_2O_3 ;
- Du sable qui apporte SiO_2 ;
- Du gypse comme ajout qui apporte le SO_3 .

1.5.2 Historique

Depuis 1998, la société des ciments de Sour El Ghozlane issue du Groupe ERCC s'est transformée en Filiale autonome. Chargée de la recherche, du développement, de la production et de la commercialisation du ciment. L'usine de Sour El Ghozlane est une cimenterie à voie sèche. La société occupe une position géographique stratégique. En effet, implantée aux limites des Hauts Plateaux, cette position lui permet de jouer un rôle économique important dans la région du centre du pays. Le groupe industriel des ciments d'Algérie GICA est considéré comme étant le premier pour le nord de l'Afrique. Il a produit à travers l'ensemble de ces cimenteries un totale de 18 millions de tonnes de ciment, dans le plan de développement groupe GICA a sa propre vision stratégique GICA qui est essentiellement sur [65] :

- L'augmentation de sa part de marché ;
- La diversification de sa gamme de produits ;
- La création d'emploi et la formation ;
- Un positionnement sur le marché international.



Figure 1.20 Vue principale de la cimenterie de Sour El Ghozlane Bouira

1.5.3 Localisation géographique :

La cimenterie de Sour El Ghozlane est située en plein centre du pays, elle se trouve :

- A 7km de la ville.
- A 100km de l'aéroport d'ALGER.
- A 120km du port d'ALGER.
- A 25km de la gare des chemins de fer de BOUIRA (chef-lieu de wilaya).

Implantée à côté de la route de wilaya N°127, cette position lui permet de jouer un rôle économique très important dans la région centre du pays. Elle assure aussi la satisfaction des besoins en ciment de plusieurs wilayas ;

1) Au nord : ALGER, MEDEA, TIZI-OUZOU, BEJAIA.

2) Au centre : DJELFA, LAGHOUAT, MSILA.

3) Au sud : GHARDAIA, TAMANERASET, OUARGLA

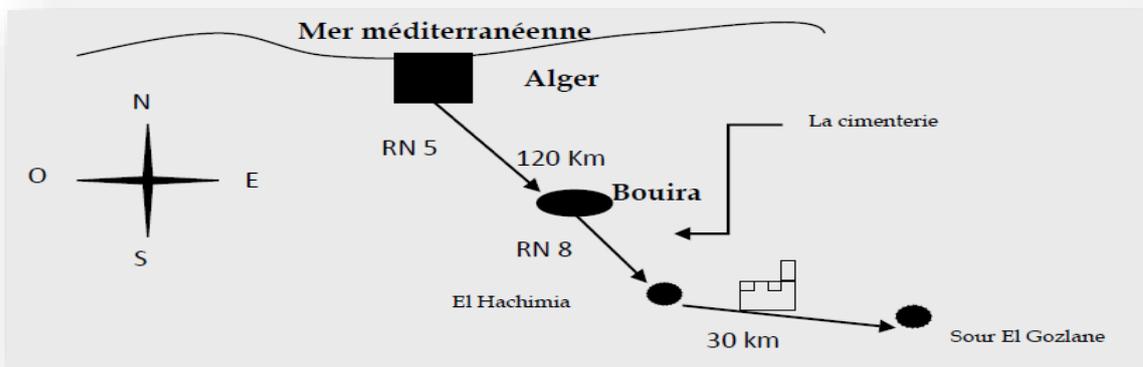


Figure 1.21 Situation géographique de la cimenterie [65]

- ✓ Surface non bâtie 300 000 m² ;
- ✓ Chaîne de fabrication 105790m² ;
- ✓ Bâtiments administratifs 570m² ;
- ✓ Magasins 3440 m² ;
- ✓ Bâtiments sociaux 1200 m² ;
- ✓ Total assiette usine 411000 m².

1.5.4 Description de l'usine

La société des ciments de S.E.G est de type par action, elle est une filiale du groupe des ciments et dérivés du centre "ERCC" [65].

- ✓ Constructeur : F.L Smidth du Danemark ;
- ✓ Qualité du ciment : CPj A42.5MPa ;
- ✓ Production annuelle : 1000000 tonnes ;
- ✓ Superficie : 41 Hectares ;
- ✓ Superficie occupée : 11 Hectares ;
- ✓ L'investissement est de = 1.354 Milliards de Dinars ;
- ✓ L'effectif employé se répartie comme suit (selon la synthèse d'avril 2005) ;
- ✓ Cadres supérieurs = 110 ;
- ✓ Maîtrise = 298 ;
- ✓ Exécution = 189 ;
- ✓ Total = 590.

Tableau 1.6 Caractéristiques techniques.

Désignation	Capacité
Concasseur calcaire d'argile	1000T/H
Broyeurs cru	2*140 T/H
Four rotatif	3000 T/J
Broyeur clinker	2*100 T/H
Ensacheuses rotatives	5*100 T/H

1.5.5 Procédé de production du ciment portland au sein de la S.C.S.E.G

1.5.5.1 Extraction des matières (calcaire + argile)

Les matières (calcaire + argile) sont extraites de la carrière par l'abattage à Explosif.



Figure 1.22 Carrière (Extraction matière première)

1.5.5.2 Roulage et concassage

Transport de (calcaire + argile) vers l'atelier de concassage à l'aide des moyens de transport (dumpers 35T, chargeurs pneumatiques) (Concassage des grosses mottes pour atteindre un diamètre de 05 à 07 mm). L'atelier de concassage est muni d'un système de dépoussiérage constitué d'un cyclone suivi d'un filtre à manche.



Figure 1.23 Roulage et concassage de matière première

1.5.5.3 Stockage des matières

Transport des matières (calcaire + argile) après concassage vers le hall de stockage à l'aide d'un transporteur à bande en caoutchouc. Le hall de stockage comprend aussi les matières (minerai de fer + sable) sont amenés des concasseurs des ajouts par transporteur à bande en caoutchouc.



Figure 1.24 Hall de stockage matières concassées

Aussi les matières premières utilisées sont comme suit :



Argile



Calcaire



Sable



Minerai de fer

Figure 1.25 Matières premières utilisées

- A l'endroit de déchargement de ce transporteur à bande des matières première se trouve un poste d'échantillonnage d'où des échantillons de chaque matière sont extraits pour être analysés au laboratoire ;
- Ce poste d'échantillonnage est muni d'un système de dépoussiérage constitué d'un cyclone suivi d'un filtre à manche ;
- Ces stocks sont disposés en ligne dans un hall couvert ;
- Le calcaire qui est extrait du stock par pont-gratteur est amené par le transporteur à bande à la trémie de l'atelier de cru ;

- L'argile, le sable et le minerai de fer sont extraits du stock par le gratteur à portique et amenés par le transporteur à bande en caoutchouc aux trémies respectives de l'atelier de broyage du cru ;
- La capacité unitaire utile de ces trémies est de 250m³.

1.5.5.4 Atelier broyage du cru

Cette atelier comporte 05 trémies, chaque trémie contient l'une des matières suivantes : Calcaire, Argile, Sable, Minerai de fer (la trémie 05 est inutile)

- sous chaque trémie est placé des doseurs qui déversent la matière dans des bandes transporteuse vers les broyeurs du cru ;
- L'atelier de broyage du cru possède une capacité à sec de 2x140 T/H ;
- Les broyeurs sont équipés d'une chambre de séchage ;
- La matière sortante est amenée par élévateur vers un séparateur ;
- La fraction fine sortant du séparateur est récupérée dans cyclone et transportée par AIR-LIFT et aérogليسeur jusqu'aux silos d'homogénéisation ;
- La fraction grosse sortant du séparateur est transportée par aérogليسeur vers les broyeurs en vue de ré broyage ;
- Le séchage des matières dans les broyeurs cru se fait à l'aide d'un système de ventilation (ventilateur aspirateur des gaz du four vers les tours de conditionnement pour le refroidissement par l'eau est vers les broyeurs cru pour sécher les matières et puis vers les électro filtres pour dépoussiérer tous les gaz du four et du broyeur) ;
- Les fines particules restent dans la paroi des électro filtres et puis transportées par des vis vers les silos d'homogénéisation ;
- Le passage des gaz vers les électro filtres est muni d'un analyseur des gaz situé après les cyclones qui donne le pourcentage % CO, O₂, CH₄ pour éviter l'explosion des électro filtres d'une part et d'autre part pour régler les éléments de feu du four (gaz naturel + oxygène) ;

- La farine crue est stockée dans deux silos d'homogénéisation avec une capacité de 800 T pour chacun.

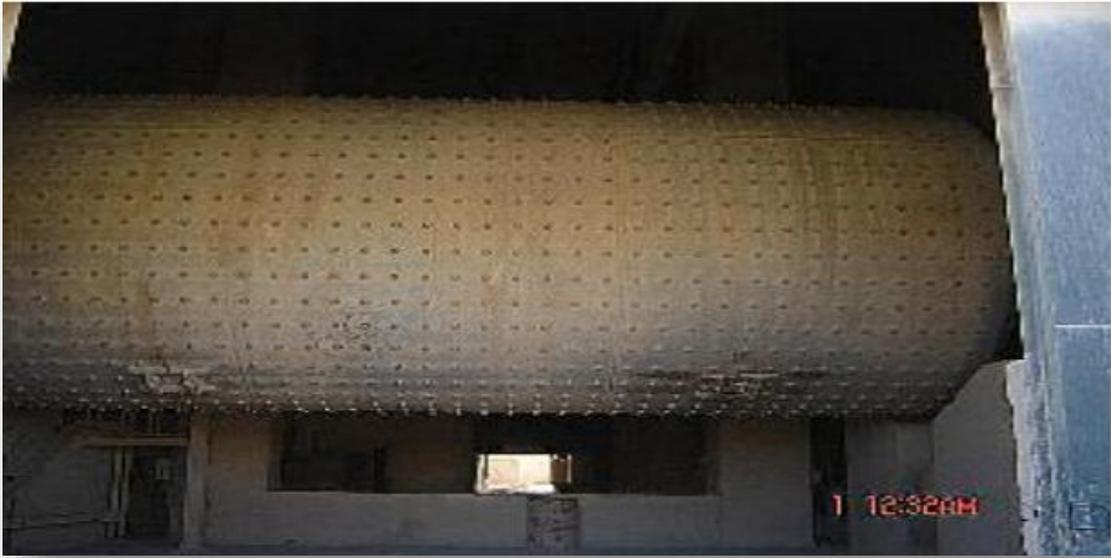


Figure 1.26 Broyeur à cru

1.5.5.5 Phase de cuisson

- la farine crue de chacun des 2 silos d'homogénéisation est amenée par un aérogليسseur et un élévateur vers la trémie et puis la farine crue passe par deux AIR-LIFT vers le haut des deux lignes de cyclones de préchauffage ;
- le préchauffage de la farine se fait dans un préchauffeur à quatre étages et deux lignes de cyclones (T° de préchauffage varie entre 350°C - 800°C) ;
- A la sortie préchauffeur et à l'entrée du four, la farine crue entre dans ce dernier à une température de 820°C ;
- Après le préchauffage et l'échange thermique qu'elle a subi avec le gaz chaud, elle est enfin prête pour la cuisson dans les différentes zones du four rotatif pour l'obtention du clinker.

a) caractéristique du four :

- Longueur : 89 m ;
- Diamètre : 5.5 m ;
- Inclinaison : 3.5 % ;
- Vitesse de rotation : 0.67 – 2 T/min ;

- Le four est protégé contre les très hautes températures par revêtement de briques réfractaires maçonnées à l'intérieur sur toute sa longueur ;

Au cours de la cuisson dans le four, les composants du mélange cru subissent des réactions chimiques qui les transforment en clinker et le four se divise ainsi en 04 zones :

- Zone de calcination :

Lorsque les matières premières sont chauffées à 750°C, le dégagement de CO₂ commence selon la réaction :

- $\text{CaCO}_3 + \text{chaleur} \rightarrow \text{CaO} + \text{CO}_2$
- Zone de transition
- Zone de cuisson : (clinkerisation)

Les minéraux essentiels de clinker PORTLAND se forment pendant la cuisson à une température de 1450°C.

- Zone de refroidissement :

Refroidissement de clinker avec l'air et injection d'eau (température sortie 130°C). Le clinker est transporté par des transporteurs à augets jusqu'au sommet des silos clinker (03 silos clinker d'une capacité de 1500 T chacun) et puis par une transporteuse à bande vers l'atelier de broyage ciment



Figure 1.27 Four rotatif (Phase cuisson)

1.5.5.6 Atelier broyage ciment

Cet atelier comporte deux broyeurs et quatre trémies d'une capacité unitaire de 280 m³ chacun avec deux sorties ce qui permet d'alimenter en deux lignes les deux broyeurs en ciment (deux trémies à clinker une à gypse et une à calcaire).



Figure 1.28 Clinker + Gypse

- Sous chaque trémie sont placés des doseurs qui déversent leur matière dans des bandes transporteuses vers les broyeurs ;
- Chaque broyeur est équipé d'un système d'injection d'eau dans le 1er et le 2^{ème} compartiment ce qui permet de maintenir la température intérieure du broyeur au-dessous de 115°C ;
- Le ciment sortant d'un broyeur est transporté par élévateur et des aéroglistes à un séparateur, le refus de ce séparateur est conduit à l'entrée du broyeur, les fines particules sortant du séparateur sont récupérées dans un cyclone puis par l'air de ventilation sont transportées par aérogliste vers la trémie d'attente et puis vers une pompe flux ;
- Le ciment est transporté aux quatre silos d'une capacité unitaire de 8000 tonnes au moyen de pompes par l'air comprimé de cinq bars et d'un système de tuyauterie fermé ;
- L'air de ventilation d'un broyeur ainsi que l'air venant de son séparateur sont dépoussiérés dans un filtre électrostatique ;

- Un filtre à manche assure le dépoussiérage des aéroglisteurs et de l'élévateur d'une ligne de broyeur.



Figure 1.29 Broyage ciment

1.5.5.7 Atelier d'ensachage

Le ciment est expédié soit en vrac soit en sacs. Le ciment en vrac est transporté sur des camions citernes spéciaux (appelés aussi camions cocottes) roulant directement sous les silos.

Le ciment est expédié en sacs de 50 Kg, qui sont remplis de ciment par ensacheuses spéciales.



Figure 1.30 Zone expédition



Figure 1.31 Atelier Ensachage

1.5.6 Conclusion

L'industrie est à l'origine des émissions spécifiques dues aux processus de traitement ou de fabrication employés. En quantités variables, selon les secteurs industriels, elle est émettrice de monoxyde et de dioxyde de carbone, de dioxyde de soufre, d'oxyde d'azote, de poussière, de composés organiques volatils (COV), de métaux lourds, etc. La fabrication de la plupart des articles domestiques dans le monde entraîne la libération de substances chimiques toxiques, dans l'atmosphère. C'est le cas, notamment pour la fabrication des ciments. Selon les cas et les pays, les entreprises sont contrôlées et/ou doivent produire des autocontrôles ou évaluation de leurs émissions polluantes. Le ciment est le matériau fondamental de base répondant à une utilisation homogène entrant dans les activités de réalisation et de construction de bâtiments et d'ouvrages de génie civil. Il est un produit indispensable pour la construction et le développement de tous les pays mais dont la fabrication est un risque potentiel qui a un mauvais impact sur la santé et sur l'agriculture avoisinante si des mesures ne sont pas mises en œuvre pour une bonne protection. Les cimenteries ne sont pas appelées uniquement à améliorer la qualité de leurs ciments et à baisser leurs coûts, mais aussi à remédier aux problèmes de pollution causés par les rejets des gaz et des poussières qui sont les principales

émissions polluantes des cimenteries qui doivent être traitées à tous les niveaux de la fabrication de leurs ciments. Concernant ces remèdes les poussières du four (CKD) est considéré comme substitution dans la pâte de ciment pour l'utiliser au plus tard d'où l'importance que l'on porte à son effet, tend à être elle aussi de plus en plus étudié et tester malgré sa moindre qualité afin de l'associer à la famille des ajouts pour les bétons et ce pour l'améliorer avec les moindre couts.

Chapitre 2

Protocoles

Expérimentaux

CHAPITRE 2

PROTOCOLES EXPERIMENTAUX

2.1 Introduction

Dans ce chapitre nous avons présenté les caractérisations des matériaux étudiés afin de déterminer les propriétés chimiques, physiques et texturales de ciment Portland et des poussières de four de ciment. Les poussières impliquées dans cette étude proviennent de la cimenterie Sour El Ghozlane, puis nous avons abordés les formulations, les protocoles expérimentaux et les analyses effectuées.

2.2 Analyse granulométrique

La granulométrie laser est une technique créée dans les années 1970. De façon générale la granulométrie permet la mesure de la taille des particules, ou plus exactement de leurs rayons. La granulométrie laser, elle permet la mesure de tailles comprises entre 0,05 et 900 μm , ce qui est bien plus précis qu'avec la technique par tamis. Elle convient donc particulièrement aux suspensions de polymères, à tout type de poudre (minérale ou non)...

2.2.1 Principe

Un rayon laser, focalisé au micron, traverse le liquide et les particules présentes dans la zone sensible créent une extinction et une rétrodiffusion caractéristiques de leurs tailles et leurs nombres.

2.2.2 Mise en œuvre

Il faut tout d'abord disperser l'échantillon. En général on utilise de l'eau comme dispersant mais l'eau comme tout autre dispersant provoque un phénomène de diffraction que l'on peut considérer comme un bruit de fond. Il faut donc dans une première étape mesurer ce bruit seul pour comparer par la suite les différences de diffraction. Les mesures sont très rapides, il faut quelques secondes pour lire 2000 à 4000 fois la lumière diffusée par des milliers de particules présentes en même temps dans le faisceau laser.

Il est également possible de faire des mesures en voie sèche, une plus grande quantité de particules est mesurée. La mesure en continu et en ligne donne une réponse instantanée.

2.3 Mesure des temps de début et fin de prise

2.3.1 Définition de l'essai

L'essai de prise du ciment est un essai en laboratoire qui consiste à déterminer le temps disponible pour la mise en œuvre in situ des pâtes de ciment. La présence de régulateur de prise dans la masse des liants hydrauliques offre à ces derniers, après gâchage, une prise qui commence après une période bien déterminée. Il est donc nécessaire de connaître la phase de début de prise des liants hydrauliques en vue de déterminer le temps disponible pour la mise en œuvre des éprouvettes de ciment dont ils sont confectionnés. Les essais se font à l'aide de l'appareil de Vicat qui donne deux repères pratiques : le début de prise et la fin de prise.

2.3.2 Objectif de l'essai

Il est nécessaire de connaître le début et la fin de prise des pâtes de ciment (des liants hydrauliques) afin de pouvoir évaluer le temps disponible pour la mise en place correcte des éprouvettes qui seront ensuite confectionnés. (Figure 2.1)

Les essais se font à l'aide de l'aiguille de Vicat qui donne deux repères pratiques : Le début de prise et la fin de prise

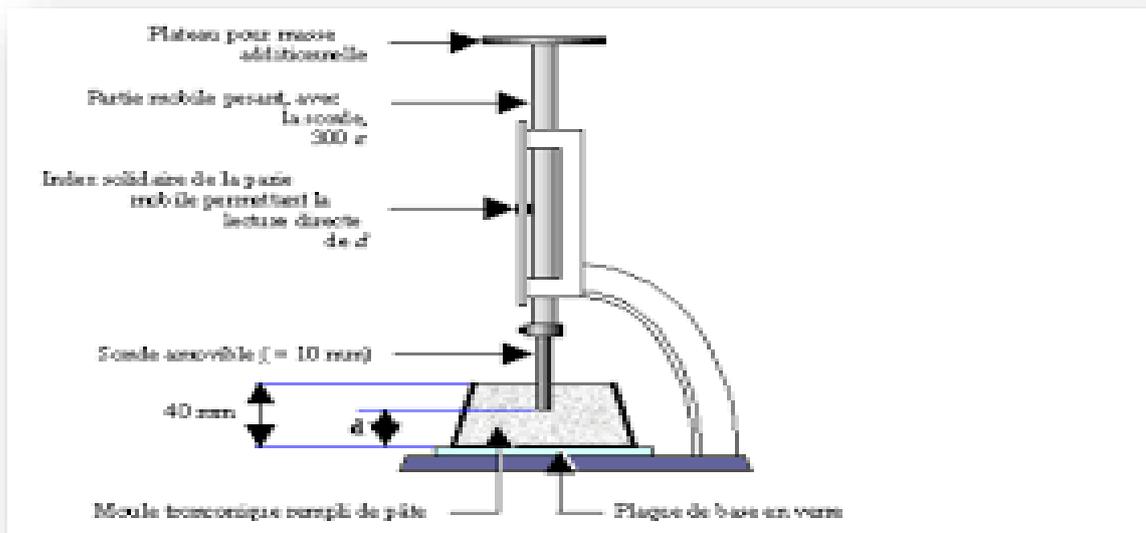


Figure 2.1 Appareil Vicat

2.3.3 Principe de l'essai

L'essai consiste à suivre l'évolution de la consistance d'une pâte de consistance normalisée ; l'appareil utilisé est « appareil de VICAT » (figure 2.2) équipé d'une aiguille de 1.13 mm de diamètre. Quand sous l'effet d'une charge 300g l'aiguille s'arrête à une distance d du fond de moule telle que $d = 4\text{ mm} \pm 1\text{ mm}$ on dit que le début de prise est atteint. Ce moment, mesuré à partir de début de malaxage, est appelé « TEMPS DE DEBUT DE PRISE ». Le « TEMPS DE FIN DE PRISE » est celui au bout duquel l'aiguille ne s'enfonce plus que de 0.5 mm.

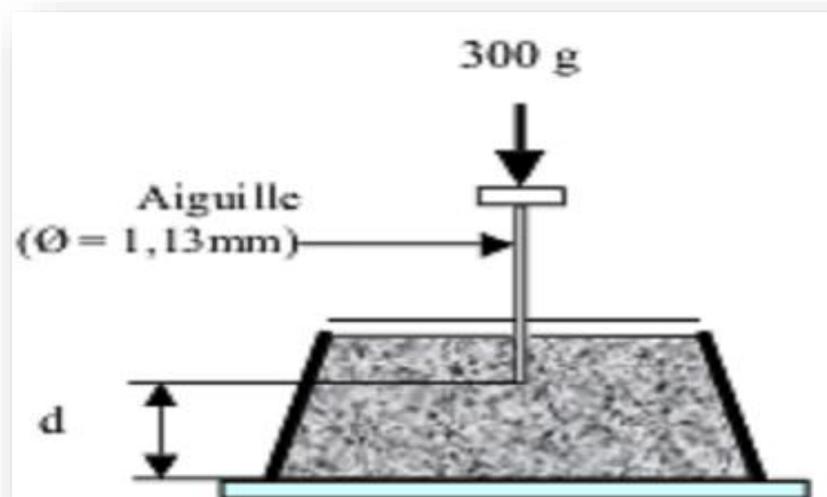


Figure 2.2 Aiguille d' appareil de Vicat

2.3.3.1 Equipement nécessaire :

- Salle climatisée : l'essai doit se dérouler dans une salle, dont la température est de $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ et dont l'humidité relative est supérieure à 90%. À défaut d'une telle humidité relative, l'échantillon testé pourra, entre deux mesures, être entreposé dans l'eau maintenue à $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$.

- Malaxeur normalisé : avec une cuve de 5 litres de contenance et d'une pale de malaxage pouvant tourner à 2 vitesses (dites lente 140Tr/min et rapide 285 Tr/min).

- Appareil de Vicat (l'appareil est composé d'un moule tronconique de 40 mm de hauteur et d'une tige coulissante équipée à son extrémité dans l'aiguille de 1.13 mm de diamètre.

- Balance précise à 0.1 g près.

- Chronomètre précise à 0.1 s près.

2.3.3.2 Mode opératoire de l'essai

L'essai de prise se réalise selon les étapes suivantes : préparer 0.4 kg de ciment, une pâte pure de rapport E/C compris entre 0.3 à 0.5 avec un pas de 0.05, verser l'eau dans la cuve du malaxeur contenant le ciment, mettre le malaxeur en marche et déclencher le chronomètre la pâte est alors rapidement introduite dans le moule tronconique posé sur une plaque de verre, sans tassement ni vibration excessifs. Il faut enlever l'excès de pâte par un mouvement de va-et-vient effectué avec une truelle maintenue perpendiculairement à la surface supérieure du moule. Puis l'ensemble est placé sur la platine de l'appareil de Vicat. La sonde est amenée à la surface de l'échantillon et relâchée sans élan (sans vitesse). La sonde alors s'enfonce dans la pâte. Lorsqu'elle est immobilisée (ou après 30 s d'attente), relever la distance d séparant l'extrémité de l'aiguille de la plaque de base.

La pâte sera à consistance normale si $d = 6\text{mm} \pm 1\text{mm}$:

Si $d > 7\text{mm}$: il n'y a pas assez d'eau ;

Si $d < 5\text{mm}$: il y a trop d'eau.

Dans les 2 cas, il faut jeter la pâte, nettoyer et sécher le matériel et recommencer avec une nouvelle pâte.

Tableau 2.1 formulation des pates

		PT(g)	P5% (g)	P10% (g)	P15% (g)
E/C=0,28	Ciment	400	380	360	340
	CKD	0	20	40	60
	Eau	112	112	112	112
E/C= 0,30	Ciment	400	380	360	340
	CKD	0	20	40	60
	Eau	120	120	120	120
E/C= 0,35	Ciment	400	380	360	340
	CKD	0	20	40	60
	Eau	140	140	140	140
E/C= 0,40	Ciment	400	380	360	340
	CKD	0	20	40	60
	Eau	160	160	160	160
E/C= 0,45	Ciment	400	380	360	340
	CKD	0	20	40	60
	Eau	180	180	180	180

2.3.3.3 But de l'essai de prise du ciment

Le but est de mesurer le temps de prise du liant hydraulique (ciment) à l'aide de l'appareil de Vicat, autrement dit, le temps qu'il faut pour qu'il se solidifie. Pour cela, on mesurera l'enfoncement de l'aiguille dans le ciment, du temps de gâchage, et le temps de début et fin de prise.



Figure 2.3 échantillon effectué au laboratoire

2.3.3.4 Propriétés caractéristiques des liants hydrauliques :

En fait, une analyse détaillée peut révéler leur composition chimique, les principales propriétés qui intéressent le constructeur sont :

La durée de prise : elle est très changeable, de 10 minutes pour les liants à prise rapide jusqu'à 8 heures et au-delà pour les liants à prise très lente. La prise a toujours lieu avec dégagement de chaleur et diminution de volume ou retrait.



Figure 2.4 échantillons de prise après durcissement

2.4 Préparation des échantillons

Le ratio Eau/Ciment (E/C) de ces mélanges est très important, même s'il ne peut pas toujours être optimisé lors de la mise en œuvre du procédé de solidification. Il conditionne la qualité de la pâte et la porosité ouverte du matériau (volume des pores, taille et géométrie des pores, distribution poreuse) ainsi que le taux d'hydratation à 28 jours.

Chaque matériau est préparé dans un malaxeur par Gachet de 3 Kg. Le ciment et la poussière du four sont mélangés en premier à vitesse moyenne afin d'obtenir un mélange homogène, le ciment est ajouté et l'ensemble est malaxé pendant quelques minutes. Il est alors nécessaire de stopper l'agitation pour racler le fond de récipient à l'aide d'une spatule afin que l'hydratation se produise de façon homogène. Après le malaxage, la pâte de ciment est versée dans son moule. Les moules obtenus ont été stockés à l'abri de l'air à température ambiante (20 ± 3 °C) dans des bacs remplis d'eau pendant 7, 14 et 28 jours.

Tableau 2.2 Formulation des échantillons réalisés

	Pt	P5%	P10%	P15%	PF20%	PF5%
Ciment (g)	450	427.5	405	382.5	450	427.5
CKD (g)	0	22.5	45	67.5	0	22.5
Fibre (g)	0	0	0	0	90	90
Eau (g)	157.5	157.5	157.5	157.5	157.5	157.5

Pt :Pate témoin, P5% :95% Ciment +5% CKD, P10% :90% Ciment + 10% CKD, P15% :85% Ciment + 15% CKD, PF20% :80% Ciment +20% Fibres, PF5% :75% Ciment +20% Fibres+5%CKD.

2.4.1 Principe de l'essai

L'essai consiste à étudier les résistances à la traction par flexion et à la compression d'éprouvettes de ciment.

2.4.1.1 Equipement nécessaire

- Un malaxeur conforme à la norme NF 16-1 ou NF P 15-471 avec récipient en acier inoxydable (cuve), batteur. le malaxeur est pourvu de plusieurs vitesses : lente moyenne rapide ;
- Une spatule ;
- Un chronomètre ;
- Des moules normalisés, permettant de réaliser trois (03) éprouvettes ;
- prismatiques 4×4×16cm ;
- Une hausse métallique adaptable aux moules ;
- Une grande et petite spatule ;
- Une règle à raser ;
- Un pinceau ;
- Des éprouvettes graduées en plastique ;
- Une balance ;
- Une table à chocs automatique fixée sur un bloc en béton.

2.4.1.2 Mode opératoire

- Cet échantillon est malaxé pendant 4 minutes conformément aux prescriptions de la norme :
- On introduit l'eau en premier dans la cuve du malaxeur (figure 2.5), y on verse ensuite le ciment, aussitôt après, on met le malaxeur à vitesse lente ;
- Après 30 s de malaxage, on introduit régulièrement le sable, le déchet et les fibres pendant les 30 s qui suivent. On met alors le malaxeur à sa vitesse rapide et on continue le malaxage pendant 30s supplémentaires ;
- On arrête le malaxeur pendant 1min 30s. Pendant les 15 premières secondes, on enlève au moyen d'une raclette tous le mortier adhère aux parois et au fond du récipient en le repoussant vers le de celui-ci ;
- On reprend ensuite le malaxage à grande vitesse pendant 60s.



Figure 2.5 Malaxeur à mortiers utilisé pour la fabrication des monolithes

2.4.1.3 Confection des éprouvettes

Avec la pâte préparé pour chaque série d'éprouvette, on remplit le moule $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ présenter en (figure 2.6).



Figure 2.6 Les moules utilisés dans la préparation des monolithes



Figure 2.7 Préparation de l'échantillon

Le démoulage est exécuté entre 20 et 24 heures après la mise en moule. Le démoulage doit être effectué avec précaution.

2.5 Essai de rupture par flexion

L'essai de rupture par flexion est effectué sur une éprouvette prismatique de $(4 \times 4 \times 16)$ cm³ placé sur deux roulants distants de 100 mm. En veillant à ce que l'axe longitudinal de l'éprouvette soit dans le plan de flexion de l'appareil. On actionne la machine qui va appliquer une charge progressive et continue et sans chocs à vitesse constante sur l'éprouvette jusqu'au moment de rupture. Ensuite, on récolte les résultats de la charge de rupture F_f et de la contrainte R_f correspondantes qui sont données directement par la machine d'essai. Cette contrainte est appelée résistance à la traction par flexion et si F_f est exprimée en Newton, R_f est exprimée en MPa.



Figure 2.8 Essai de rupture par flexion

2.6 Essai de rupture par compression

L'essai consiste à placer l'extrémité du demi prisme, de chaque éprouvette obtenu après rupture par flexion, dans la machine d'essai à la compression entre deux plaques d'acier présentée en figure 06. Elle est disposée de telle sorte que la section comprimée soit de (4×4) cm². A l'aide de la machine on presse la demi éprouvette à vitesse constante, en lui appliquant une charge progressive jusqu'à rupture de l'éprouvette. On lit sur la machine la charge de rupture F_c et la contrainte

de rupture R_c . Cette contrainte est appelée résistance à la compression et si F_c est exprimée en Newton, R_c est exprimée en MPa.

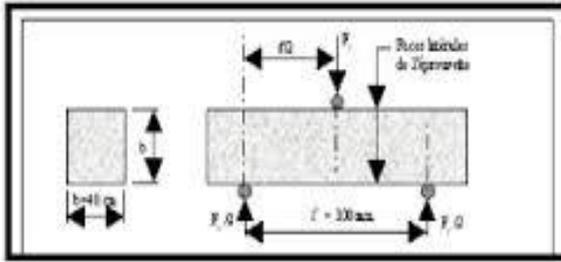


Figure 2.9 La rupture des éprouvettes

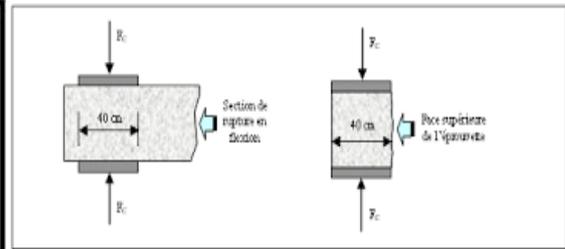


Figure 2.10 Application des forces de compression



Figure 2.11 Rupture par compression



Figure 2.12 Presse hydraulique de type control pour l'écrasement des éprouvettes

2.7 Analyses chimiques

A présent nous illustrons l'analyse chimique des échantillons étudiés, ou nous allons évoquer les différents stades de préparation de notre travail dans les deux cas étudiés à savoir la méthode classique et la fluorescence X et qui seront détaillées successivement ci-dessus.



Figure 2.13 analyse chimique par la méthode classique

2.7.1 Méthode classique

Cette méthode nous permis de déterminer la composition élémentaire des échantillons on utilisant des solutions chimiques et des indicateurs.

2.7.2 Préparation de la poudre à analyser

Les matériaux granulaires sont obtenues par broyage à sec jusqu'à une granulométrie inférieur à $100\mu\text{m}$.

a) Echantillonnage

Avant de procéder à une analyse quelconque d'un échantillon solide, celui-ci doit subir un traitement mécanique qu'est la phase la plus délicate pour obtenir un échantillon représentatif. Pour atteindre ce but, nous appliquons les différents procédés mécaniques.

b) Concassage

Cette opération sert à réduire les dimensions des blocs de matière première à une granularité de l'ordre de quelques millimètres.



Figure 2.14 échantillon après concassage

c) Broyage

C'est une opération qui consiste à réduire les tailles des grains de la matière première à une granularité assez fine pour atteindre les dimensions de l'ordre de micromètres. Cette opération est réalisée grâce à un broyeur à mortier.



Figure 2.15 Broyeur utilise

d) Tamisage

Le tamisage est basé sur la répartition des grains d'un échantillon à l'aide d'une série de tamis de norme AFNOR de classes dimensionnelles différentes à travers des ouvertures de mailles plus réduites. Ces ouvertures sont formées par des mailles carrées faites dans des toilliques.



Figure 2.16 Tamis utilisés

e) Homogénéisation

C'est un procédé mécanique qui consiste à mélanger l'échantillon de manière à le rendre homogène.

f) Quartage

La matière finement broyée est mise en forme d'un cercle partagé en quatre parties égales, dont nous prenons les deux parties opposées. C'est une opération de réduction de poids de l'échantillon souhaité pour l'analyse. Sa réalisation, nécessite application de la loi de Richards donnée par la relation suivante :

$$Q \geq Kd^2$$

Q : poids de l'échantillon.

K : coefficient de la répartition de l'échantillon.

D : diamètre de plus gros grain.



Figure 2.17 quartage de l'échantillon

f.1) Représentativité de l'échantillon

Si la loi de Richards est vérifiée donc l'échantillon est représentatif.

f.2) Réduction sans broyage

$$Q \geq Kd^2 \Rightarrow m \leq Q / Kd^2 \text{ et } m = 2^n \Rightarrow \ln m = n \ln 2 \Rightarrow n = \ln m / \ln 2.$$

n : le nombre de quartage qui vérifie $(m=2^n) \leq Q / Kd^2$.

La quantité initiale d'échantillon, Q_i dépend du coefficient K de répartition minérale caractéristique de l'hétérogénéité du déchet, du diamètre du plus gros

grain de l'échantillon, la quantité de l'échantillon m_i à utiliser doit être toujours inférieure au rapport maximal Q / Kd^2 . de cette relation, nous tirons la valeur du nombre de quartage maximal n à réaliser pour trouver la quantité minimale qui est la plus représentative de l'échantillon destinée aux analyses physico-chimiques.

La figure 2.18 représente l'exemple de traitement des échantillons d'une masse initiale g et de diamètre de mm .

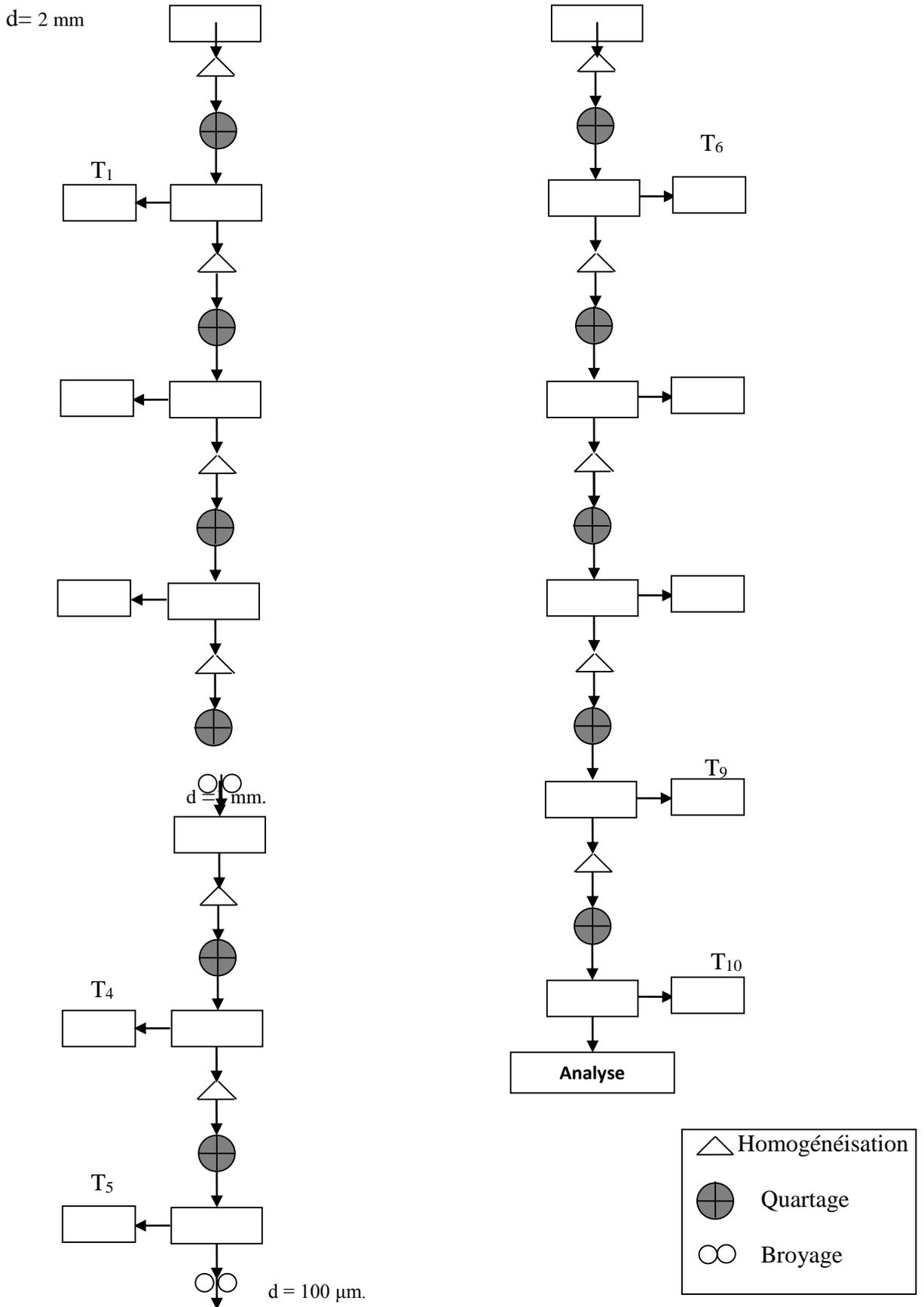


Figure 2.18 Exemple de préparation mécanique

Il est à noter que le reste des échantillons ont subi la même démarche dans les préparations

2.7.2.1 Dosage de l'oxyde de fer

2.7.2.1.1 Principe

Le dosage de Fe_2O_3 est effectué par complexométrie au moyen de l'E.D.T.A à $\text{PH}=1.5$ en présence de l'acide salicylique comme indicateur à 50°C .

2.7.2.1.2 Matériels utilisés

- Fiole 100ml ;
- Bécher de 600ml ;
- Agitateur électrique ;
- Plaque chauffante ;
- Thermomètre.

2.7.2.1.3 Réactifs utilisés

- Bleu de bromophénol ;
- NH_4OH ;
- Acide chlorhydrique (0,1 N) ;
- Solution E.D.T.A ;
- Acide salicylique (indicateur de fer) ;
- Solution tampon.

2.7.2.1.4 Mode opératoire

Prélever 100ml du filtrat, le mettre dans un bécher de 600ml. Mettre le bécher et son contenu sur un agitateur. Ajuster le PH à 3.6 en ajoutant 3 à 4 gouttes de bleu de bromophénol et NH_4OH jusqu'à apparition d'une teinte bleue fugitive. Ajouter 20ml d'acide chlorhydrique à 0,1 N, 15ml de solution tampon à PH 1.5, on obtient une coloration jaune pale. Additionner 15 à 20 gouttes d'acide salicylique, on obtient une coloration violette plus ou moins intense. Chauffer jusqu'à $40-50^\circ\text{C}$ (ne jamais dépasser 50°).

Titrer rapidement avec la solution E.D.T.A.

Noter le volume V (ml) de la solution E.D.T.A utilisé pour le titrage.

2.7.2.1.5 Calcule et expression des résultats

$$\% \text{Fe}_2\text{O}_3 = \text{VE.D.T.A (écoulé)} \times \text{TE.D.T.A} \times 1.4286$$

2.7.2.2 Dosage de l'oxyde l'aluminium

2.7.2.2.1 Principe

Le dosage de l'alumine est effectué par complexometrie au moyen de l'E.D.T.A à PH=3.2, l'indicateur étant composé de complexonate de cuivre et de pyridil-azo-naphtol «PAN».

2.7.2.2.2 Matériels utilisés

- Bécher de 600ml ;
- Agitateur électrique ;
- Bec maker.

2.7.2.2.3 Réactifs utilisés

- Acide acétique ;
- Indicateur PAN ;
- Solution E.D.T.A ;
- complexonate de cuivre ;
- acétate d'ammonium.

2.7.2.2.4 Mode opératoire

Porter à ébullition la solution ayant servi à doser le Fe_2O_3 . Ajouter de l'acétate d'ammonium jusqu'à virage bleu de bromophénol. Ajouter 5ml d'acide acétique, trois(03) gouttes de complexonate de cuivre, on obtient une coloration rose violette. Attendre une ébullition et titrer à l'E.D.T.A jusqu'à virage jaune pâle persistant après une Minute d'ébullition.

2.7.2.2.5 Calcule et expression des résultats

$$\% \text{Al}_2\text{O}_3 = \text{VE.D.T.A (écoulé)} \times \text{TE.D.T.A} \times 0.9107$$

2.7.2.3 Dosage de la MGO

2.7.2.3.1 Principe

Le dosage de l'MgO est effectué par complexometrie au moyen de l'E.D.T.A, après un masquage des ions gênants, en présence de l'indicateur de l'MgO à PH=10.5

2.7.2.3.2 Matériels utilisés

- Bécher de 600ml ;
- Agitateur électrique ;
- Bec maker ;
- Fiole 100ml.

2.7.2.3.3 Réactifs utilisés

- Héliantine ;
- Triéthanolamine (T.E.A) ;
- Indicateur de l'MgO ;
- Ammoniaque (NH₃) ;
- Solution NH₄OH.

2.7.2.3.4 Mode opératoire

Prélever 100ml du filtrat, l'introduire dans un bécher de 600ml. Mettre le bécher et son contenu sur un agitateur. Mettre quelques gouttes de l'héliantine, additionner goutte à goutte le NH₄OH jusqu'à apparition d'une coloration jaune. Ajouter 30ml de Triéthanolamine (T.E.A) «masquage de Fe₂O₃ et Al₂O₃». Réajuster le PH avec 10ml Ammoniaque (NH₃) à PH=10,5. Ajouter 15 à 20 gouttes de l'indicateur de l'MgO. Titrer avec la solution E.D.T.A jusqu'à disparition du violet.

2.7.2.3.5 Calcule et expression des résultats

$$\% \text{ MgO} = (V_2 - V_1) (\text{écouler}) \times T_{\text{E.D.T.A}} \times 0,7143.$$

Sachant que :

V₁ : Volume de l'E.D.T.A écoulé pour le titrage du CaO ;

V₂ : Volume de l'E.D.T.A écoulé pour le titrage de MgO.

2.7.2.4 Détermination des résidus insolubles

2.7.2.4.1 Principe

Il s'agit d'une méthode dans laquelle on obtient le résidu insoluble du ciment par traitement à l'acide chlorhydrique dilué pour limiter au maximum la précipitation de la silice soluble. Le résidu de ce traitement est repris par une solution bouillante de carbonate de sodium pour redissoudre les traces de silice

qui ont pu être précipitées. Le résidu est dosé par la méthode gravimétrique après calcination.

2.7.2.4.2 Matériels utilisés

- Creuset en platine ;
- Balance de précision ;
- Four à moufle ;
- Bécher de 250ml.

2.7.2.4.3 Réactifs utilisés

- Acide chlorhydrique ;
- Acide chlorhydrique (1+19) ;
- Carbonate de sodium ;
- Nitrate d'argent ;

2.7.2.4.4 Mode opératoire

- Assurer que les conditions et les matériaux de travail sont adéquats ;
- Sécher toutes les matières jusqu'à une masse constante ;
- Peser, à $\pm 0,0005\text{g}$, ($2,00 \pm 0,05$) g de ciment (m_1), l'introduire dans un bécher de 250ml ;
- Délayer avec 100ml d'eau froide ;
- tout en agitant vigoureusement le mélange, ajouter 25ml 1/1 d'acide chlorhydrique concentré ;
- Chauffer la solution rapidement pendant quelques minutes jusqu'à ce que le liquide soit jaune clair ;
- Filtrer immédiatement la liqueur chaude sur filtre sans cendre et laver à l'eau bouillante jusqu'à disparition des chlorures (essai au nitrate d'argent) ;
- Mettre le filtre et son contenu dans une capsule en porcelaine de 250ml ;
- Recouvrir avec 100ml de solution de Na_2CO_3 à 50g de sel anhydre par litre ;

- Faire bouillir pendant un quart d'heure ;
- Filtrer bouillant, laver à l'eau bouillante, puis avec de l'acide chlorhydrique 1/1, enfin à H₂O distillée ;
- calciner dans un creuset en platine préalablement taré m₁ au four moufle 1000°C ;
- refroidir au dessiccateur et peser m₂.

Note :

- Si le filtrat est trouble, filtrer à nouveau sur un papier-filtre fin, laver soigneusement à l'eau chaude et joindre les deux résidus sur leur filtre pour les calciner. Si malgré cette opération, le filtrat reste trouble, son incidence sur le résidu insoluble peut être négligée.
- Vérifiez les chlorures par l'essai au nitrate d'argent.

2.7.2.4.5 Calcule et expression des résultats

Calculer le résidu insoluble, en pourcentage, par la formule :

$$\% \text{Résidus insolubles} = \frac{m_2}{m_1} * 100$$

Où :

m₁ : est la masse de la prise d'essai, en grammes.

m₂ : est la masse du résidu insoluble calciné, en grammes.

2.7.2.5 Détermination de la CaO**2.7.2.5.1 Principe**

Le dosage de la chaux est effectué par complexométrie au moyen de l'E.D.T.A, après un, masquage des ions gênants, en présence du noir bleu au chrome comme indicateur à PH=12,5.

2.7.2.5.2 Matériels utilisés

- Fiole de 100ml ;
- Bécher de 600ml ;
- Agitateur électrique.

2.7.2.5.3 Réactifs utilisés

- Hélianthine ;
- Triéthanolamine T.E.A ;
- Calcon carboxylique ;
- Solution NH_4OH ;
- solution NaOH .

2.7.2.5.4 Mode opératoire

Prélever 100ml du filtrat, l'introduire dans un bécher de 600ml. Mettre le bécher et son contenu sur un agitateur. Ajouter quelques gouttes de hélianthine, additionner goutte à goutte le NH_4OH jusqu'à apparition d'une coloration jaune. Ajouter 15ml de Triéthanolamine (T.E.A) «masquage de Fe_2O_3 et Al_2O_3 ». Réajuster le PH avec 40ml de NaOH (2N) à $\text{PH}=12.5$. Ajouter une pincée de Calcon carboxylique.

Titrer avec la solution E.D.T.A jusqu'à virage du violet au bleu clair persistant.

2.7.2.5.5 Calcule et expression des résultats :

$$\% \text{CaO} = V_{\text{E.D.T.A}} (\text{écoulé}) * T_{\text{E.D.T.A}}$$

2.7.2.6 Détermination de la perte au feu

2.7.2.6.1 Principe :

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

2.7.2.6.2 Matériels utilisés :

- Creuset en platine ;
- Balance de précision ;
- Four à moufle.

2.7.2.6.3 Mode opératoire :

- Assurer que les conditions et les matériaux de travail sont adéquats.
- Sécher toutes les matières jusqu'à une masse constante.
- Peser, à $\pm 0,0005\text{g}$, $(1,00 \pm 0,05)$ g de ciment (m_1) dans un creuset qui a été préalablement calciné et taré. Placer le creuset couvert dans le four électrique réglé à (950 ± 25) °C. Après 5 min de chauffage, retirer le couvercle et laisser le creuset dans le four pendant 10 min supplémentaires. Laisser refroidir le creuset à température ambiante dans le dessiccateur.

2.7.2.6.4 Calcul et expression des résultats :

Calculer la perte au feu L observée, en pourcentage, par la formule :

$$L = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100$$

Où :

m_1 : est la masse de la prise d'essai initiale, en grammes ;

m_2 : est la masse de la prise d'essai calcinée, en grammes.

2.7.2.7 Détermination de la silice**2.7.2.7.1 Matériels utilisés**

- Creuset en platine ;
- Bec maker ;
- Four à moufle.

2.7.2.7.2 Mode opératoire

Placer le filtre et son contenu dans un creuset en platine préalablement séché, calciné et taré soit P_1 . Faire bouillir le papier filtre sur le bec maker, Introduire le creuset dans le four à 1000°C pendant 30min jusqu'à une masse constante P_2 .

Refroidir et peser P_2 .

2.7.2.7.3 Calcule et expression des résultats

$$\% \text{SiO}_2 = \frac{P_2 - P_1}{P} \times 100$$

Avec :

P_2 : Poids du creuset ;

P₁ : Poids total du creuset après calcination ;

P : Prise d'essai.

2.7.3 Préparation des solutions et indicateurs

2.7.3.1 Nitrate d'argent

Dissoudre 5 g de nitrate d'argent (AgNO_3) dans l'eau, ajouter 10ml d'acide nitrique concentré (HNO_3) et porter à 1000ml de l'eau.

2.7.3.2 Solution EDTA 0.036M

Dissoudre (13.30 ± 0.01) g d'EDTA dans de l'eau et porter à 1000ml. Conserver dans un récipient en polyéthylène.

2.7.3.3 Bleu de Bromophénol

Dissoudre 50mg de Bleu de Bromophénol dans 50ml d'Alcool Absolu.

2.7.3.4 Acide silicique

Dissoudre 25g d'Acide salicylique dans 300ml d'eau, ajouter 7.5g de soude caustique.

2.7.3.5 Solution tampon

Dissoudre (7.505 ± 0.001)g d'acide amino-acétique et (5.850 ± 0.001)g de chlorure de sodium (NaCl) dans de l'eau et porter à 1000ml. Diluer 300 ml de cette solution jusqu'à 1000ml avec de l'acide chlorhydrique.

2.7.3.6 Acétate ammonium

Dissoudre 250 g d'acétate d'ammonium ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$) dans de l'eau et porter à 1000ml.

2.7.3.7 Indicateur de P.A.N

Préparer en dissolvant (0.10 ± 0.01) g de PAN (pyridyl-2-azo)-1-naphtol-2, $\text{C}_5\text{H}_{11}\text{NO}_3$) dans (100 ± 1) ml d'éthanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, masse volumique=0.79).

2.7.3.8 Hélianthine

Dissoudre 5mg d'Hélianthine dans 50ml d'eau

2.7.4 Essai d'expansion à chaud et à froid [Essai de Chatelier]

Les expansifs des ciments sont le gypse ajouté au moment du broyage afin de régulariser la durée de prise, la chaux libre et la magnésie libre. Les ciments commerciaux actuels sont pratiquement stables, mais en cas de doute certains essais de laboratoire permettent de s'en assurer.

2.7.4.1 Objectif de l'essai

Ces essais permettent de découvrir la présence de matières expansives dans un liant, en particulier le gypse et la magnésie contenu dans le ciment. Ces éléments indésirables peuvent conduire à de graves menaces pour la pérennité des constructions car elles peuvent provoquer l'éclatement du béton.

2.7.4.2 Principe de l'essai

Ces essais sont réalisés sur des éprouvettes cylindriques de 3cm de hauteur et de 3cm de diamètre contenus dans des moules déformables. Sur la périphérie du moule sont soudées deux aiguilles qui amplifient la déformation.

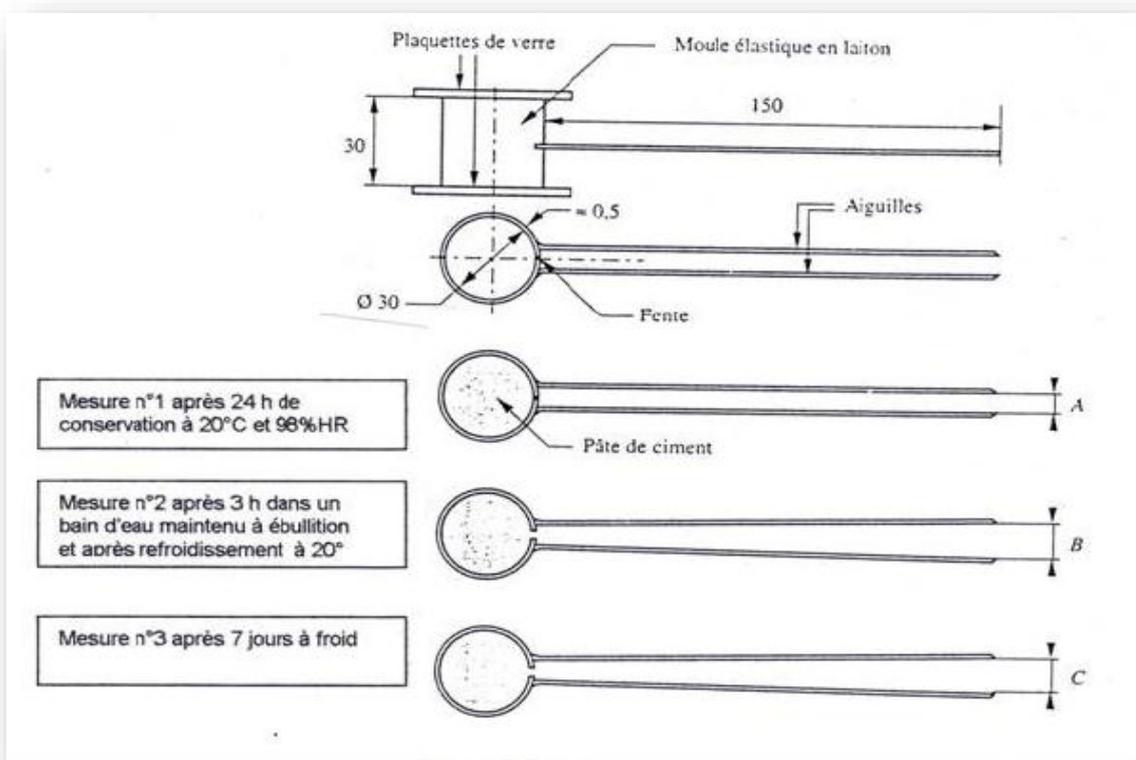


Figure 2.22 Essai de Chatelier NT 47-12 (1983) NF P 15-432 EN 196-3

2.7.4.3 Conduite de l'essai

La pâte normale est préparée comme pour les essais sur les liants. Vérifier avant l'essai que les moules sont libres dans le sens de l'expansion, propres et les aiguilles droites et indépendantes.

- Placer les moules sur des plaques de verre, les remplir de pâte normale ou de mortier normal, et les recouvrir chacun d'une autre plaque de verre légèrement lestée.

- Immerger aussitôt les moules dans le bain provisoire à 20°C et mesurer l'écartement initiale des aiguilles " A ".

- Après 24 heures du temps de moulage, enlever les plaques de verre avec précaution et porter les moules dans leurs bains.

• **Essai d'expansion à chaud** : les moules sont immergées dans le bain thermostatique dont on porte l'eau à l'ébullition pendant 3 heures. Puis mesurer de nouveau l'écartement final des pointes des aiguilles " B ".

• **Essai d'expansion à froid** : les moules sont immergées dans un bain d'eau froide maintenue à une température de 20°C pendant 7 jours. Puis mesurer alors la valeur de l'écartement final des pointes des aiguilles " C ".

Trois moules à aiguilles de le Chatelier sont confectionnées pour mesurer la stabilité aux expansifs d'un ciment CEM I 52.5 sur pâte normale.

2.7.5 Méthode automatique par les rayons X

La fluorescence X est une technique spectrale non destructive exploitant la photoluminescence des atomes dans le domaine des rayons X pour établir la composition élémentaire d'un échantillon. L'excitation des atomes généralement par un faisceau de rayons X ou par bombardement avec des électrons génère des radiations spécifiques après retour à l'état fondamental de l'atome. Le spectre de fluorescence X a l'avantage de dépendre très peu de la combinaison chimique de l'élément, ce qui offre une détermination précise, à la fois quantitative et qualitative.

2.8 Méthodes analytiques

2.8.1 Analyse par diffraction des rayonnements X (DRX)

2.8.1.1 Principe et mode opératoire

Le but de la DRX des poudres est de rassembler toutes les informations relatives à l'identification et à l'estimation des phases minéralogiques contenues dans l'échantillon ainsi de caractériser l'arrangement des réseaux cristallins. La méthode générale consiste à bombarder le matériau par un faisceau de rayons X monochromatique et parallèle à la longueur d'onde $1,54051 \text{ \AA}$, produit par une anticathode de cuivre, à mesurer l'angle par rapport au rayonnement incident des rayons X diffractés et l'intensité des rayonnements X diffractés au moyen d'un compteur à scintillation. Celui-ci tourne autour du même axe que l'échantillon mais à une vitesse double de celle de l'échantillon et à une vitesse double de déplacement du compteur (figure 2.19)

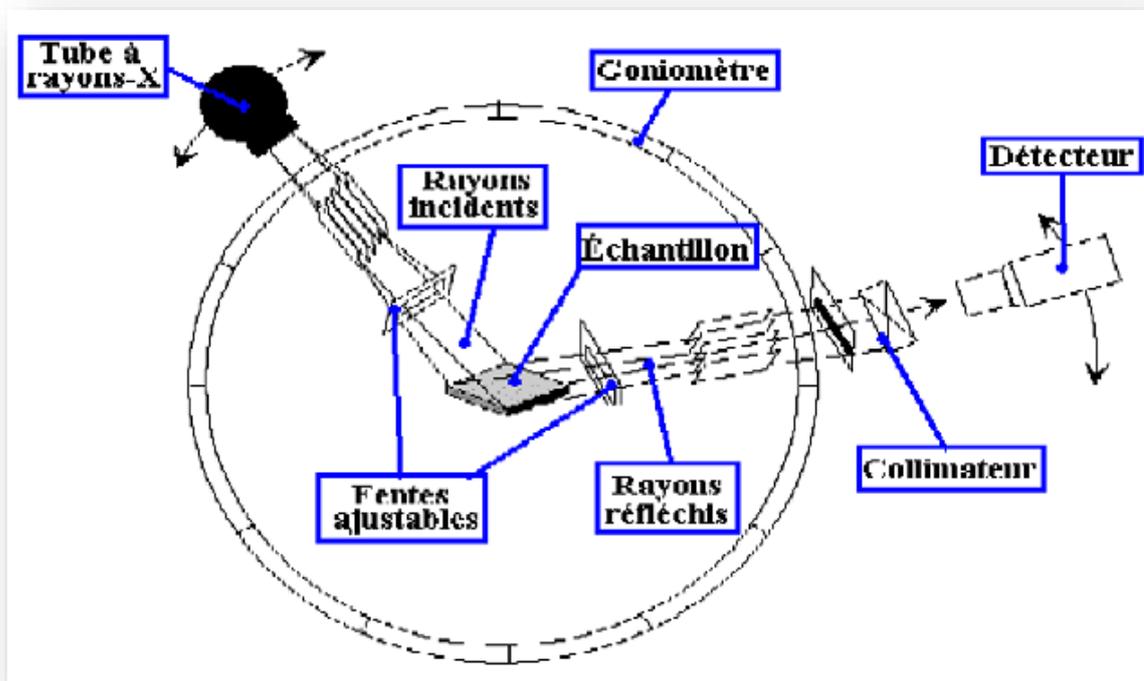


Figure 2.19 Schéma d'un spectromètre de diffraction des rayons X.

Les rayons diffractés se traduisent par la loi de Bragg suivante :

$$n\lambda = 2d \cdot \sin\theta \dots\dots\dots 2.2$$

Avec :

λ : La longueur d'onde du faisceau incident.

θ : L'angle entre le faisceau incident et les plans diffractant .

d: Distance inter réticulaire entre les plans diffractant.

n: L'ordre de diffraction.

La position des pics de diffraction permet l'identification des structures ou phase cristallines de l'échantillon analysé, l'un de principaux intérêts de cette méthode est la mesure précise d'intensité et la possibilité d'effectuer des estimations semi-quantitatives.

Les substances amorphes ne pourront pas être observées par cette technique.

2.8.2 Spectroscopie infrarouge transformée de Fourier (IRTF)

Dans cette étude, la spectrométrie IRestutilisée de façon complémentaire aux autres méthodes de caractérisations comme outil d'analyse minéralogique. La spectrophotométrie infrarouge est une méthode d'analyse non destructive pour l'échantillon, basée sur l'étude d'absorption par l'échantillon, ainsi une méthode d'analyse quantitative et à la fois qualitative. C'est une méthode d'analyse des environnements locaux quelque soit l'état physique du système étudié.

2.8.2.1 Principe

Dans les conditions normales de température et de pression (CNTP), les atomes et les groupements fonctionnels constituant la matière, sont animés de mouvement vibratoire. Si ces constituants sont exposés à un rayonnement électromagnétique dont la fréquence de vibrations proche de celle de l'une ou l'autre de leurs fréquences de vibrations propres, ils entrent en résonance, empruntant pour ce faire, de l'énergie dans le faisceau incident. Il y a alors absorption d'énergie. Sous l'effet d'un rayonnement électromagnétique infrarouge, les liaisons moléculaires absorbent une partie de cette énergie et vibrent selon des mouvements de différents types (vibration d'élongation ou de déformation).

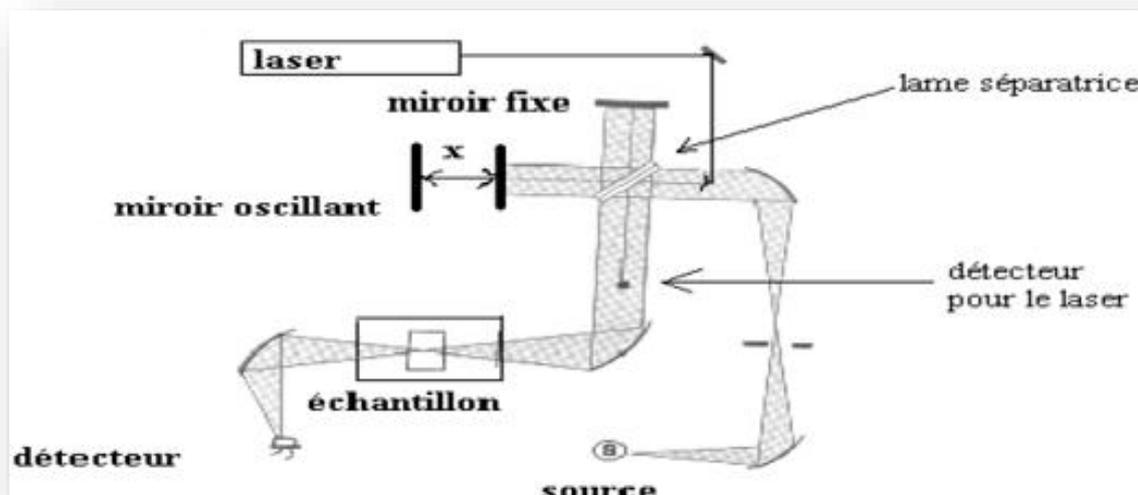


Figure 2.20 Schéma du principe de la spectroscopie IR.

Le spectre IR conduit à l'obtention d'un spectre pour chaque longueur d'onde, le rapport des intensités transmittance (T) qui est exprimée en pourcentage (%) sur les spectres que nous avons obtenus. De même les longueurs d'ondes ont été exprimées sous forme de nombre d'onde ν (cm^{-1}) sachant que $\nu = 1/\lambda$ (pour moyen IR : $400\text{-}4000\text{cm}^{-1}$).

Le domaine infrarouge, dans lequel se trouvent les énergies de vibration des liaisons moléculaires, est divisé en trois zones :

- Proche infrarouge : $\lambda = 0.8 \text{ à } 2.5 \text{ }\mu\text{m}$ (ou $\nu = 4000 \text{ à } 12500\text{cm}^{-1}$).
- Moyen infrarouge : $\lambda = 2.5 \text{ à } 25 \text{ }\mu\text{m}$ (ou $\nu = 400 \text{ à } 4000\text{cm}^{-1}$).
- Lointain infrarouge : $\lambda = 25 \text{ à } 1000 \text{ }\mu\text{m}$ (ou $\nu = 4000 \text{ à } 12500\text{cm}^{-1}$).

2.8.2.2 Mode opératoire

L'analyse IR s'effectue sur des pastilles de KBr fabriquées en représentant les proportions suivantes : 300 mg de KBr et 5mg de matériau finement broyé. La masse du mélange prélevée pour faire la pastille est de 30mg. Les analyses par spectroscopie infrarouge (IR) sont effectuées dans le laboratoire de génie des procédés de l'université A/Mira de Bejaia à l'aide d'un spectrophotomètre IR de type Affinity-1 SHIMADZU, représenté dans la figure 2.21



Figure 2.21 Image de l'appareil du spectrophotomètre IR

2.9 Conclusion

Après la présentation des différentes caractéristiques de nos constituants et les essais qui sont effectués sur l'ensemble des matériaux, nous présenterons dans le chapitre suivant les résultats obtenus.

Chapitre 3

Résultats et discussion

CHAPITRE 3

RESULTATS ET DISCUSSIONS

3.1 Introduction

Dans ce chapitre nous présenterons les résultats obtenues lors des essais expérimentaux menés sur, les matériaux cimentaires CKD et fibres métalliques ainsi que les résultats de la caractérisation des matériaux.

3.2 Analyse granulométrique

Une fois l'analyse granulométrique a été faite selon le protocole expérimental présenter dans le chapitre 2, les résultats sont présentés comme suit :

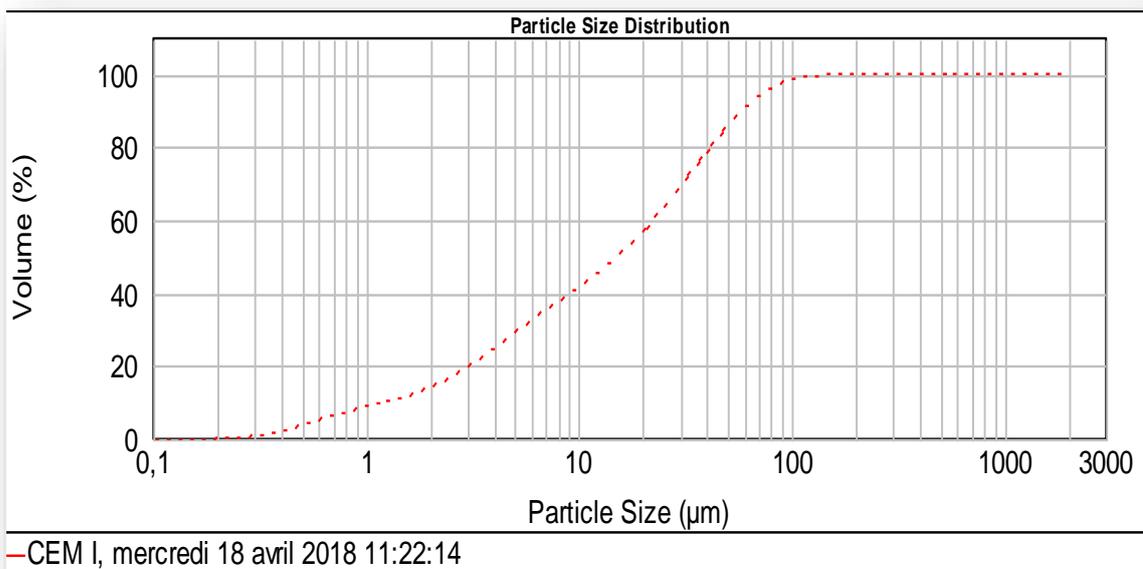


Figure 3.1 : graphe de la granulométrie de ciment portland (CEM1)

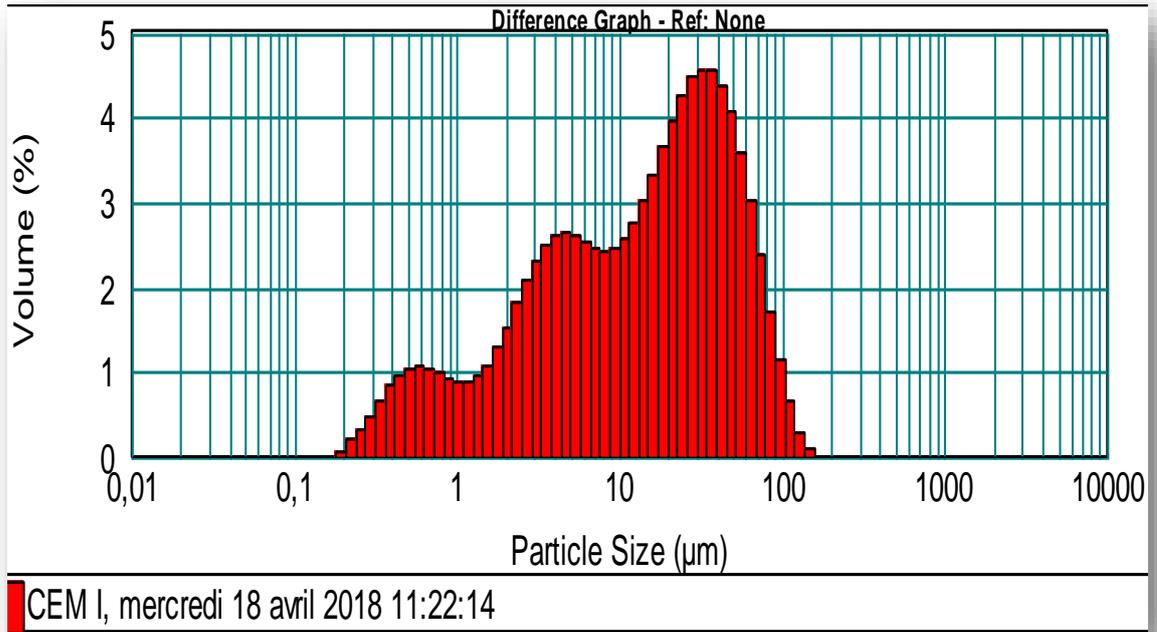


Figure 3.2 : Histogramme de la granulométrie du ciment portland (CEM1)

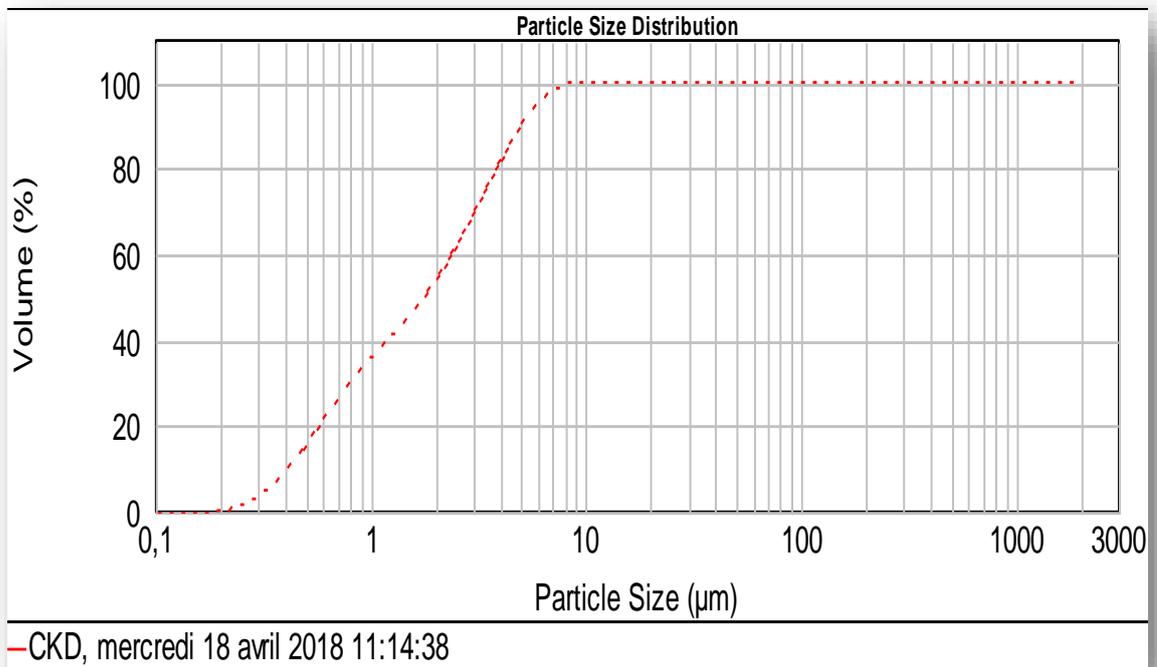


Figure 3.3 : Graphe de la granulométrie des CKD

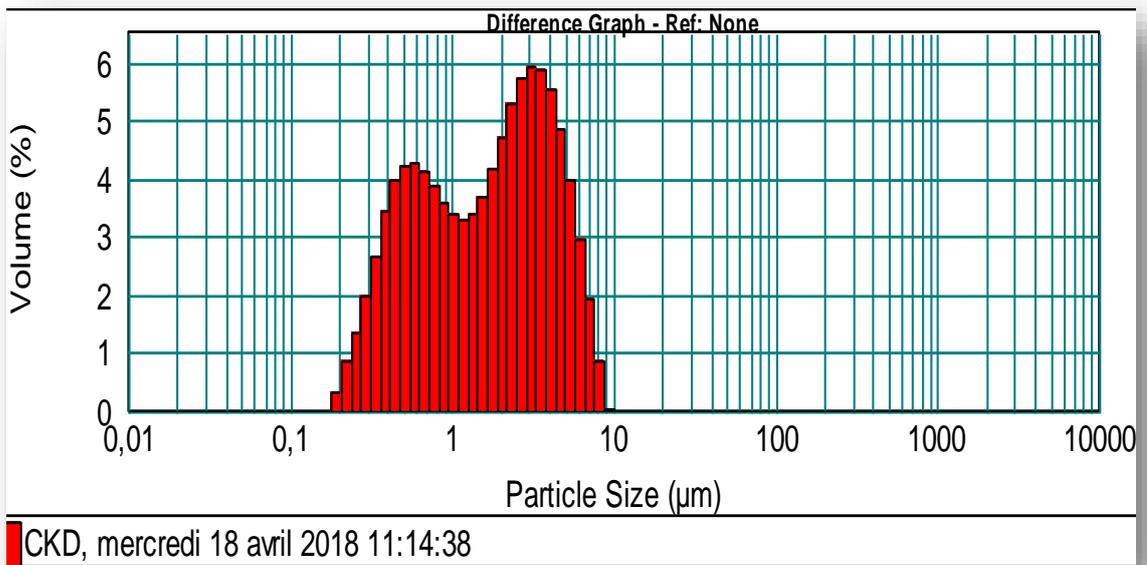


Figure 3.4 : Histogramme de la granulométrie de CKD

Les graphes et les histogrammes montrent que le ciment et les CKD sont bien gradués et bien étalés.

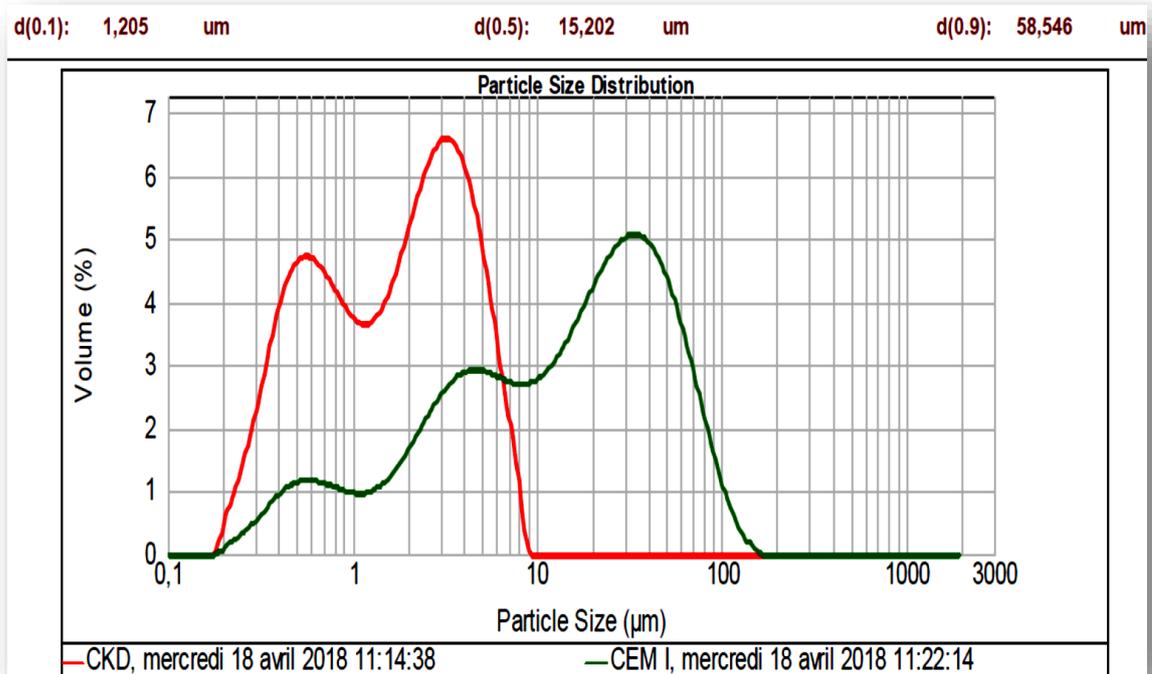


Figure 3.5 : graphe de la superposition ciment-CKD

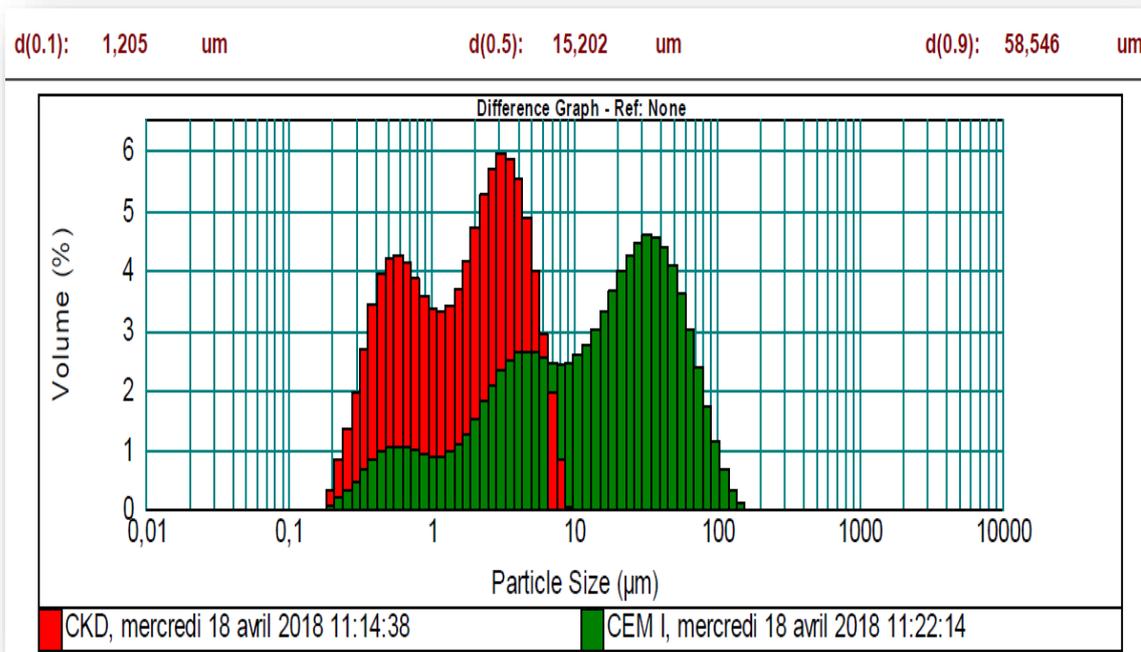


Figure 3.6 : Histogramme de la superposition ciment-CKD

Tableau 3.1 La caractérisation physique des CKD et Ciment Portland

	A.S.S (m ² /g)	MP.S.P [3 ; 2] (µm)	MP.V.D [4 ; 3] (µm)	d (10%) (µm)	d (50%) (µm)	d (90%) (µm)
CEM I	1.88	3.188	23.542	1.205	15.202	58.546
CKD	6.28	0.958	2.257	0.409	1.765	4.969

A.S.S : Aire en surface spécifique, MP.V.D : Moyenne pondérale en surface D [3 ; 2], MP.V.D : Moyenne pondérale en fonction du volume D [4 ; 3].

D’après la superposition de ciment-CKD on a remarqué que la finesse des CKD est supérieure à celle de ciment.

Le tableau 3.1 reprend les principaux résultats de la caractérisation physique de ciment portland et CKD étudiés. Les valeurs obtenues indiquent que les produits sont caractérisés dans la majorité des cas, par une grande finesse. On peut également observer que les CKD sont plus fins que le ciment Portland d’ont l’étude fait objet.

Les diamètres d10, d50 et d90 sont déterminés au moyen de la granulométrie laser Mastersizer 2000 (Malvern Instrument), en condition humide. La vitesse de

circulation de la suspension dans le circuit ainsi que le temps d'ultra-sons sont paramétrés de manière à optimiser la dispersion des particules. La concentration solide de la suspension est limitée pour éviter les erreurs de mesure induites par l'apparition des phénomènes de diffusion multiple. En raison de l'hétérogénéité minéralogique des matériaux de l'étude et du caractère biréfringent de la calcite, le calcul d'un indice de réfraction moyen semble fortement aléatoire. Les distributions granulométriques ont par conséquent été calculées en utilisant l'approximation de Fraunhofer. Les faibles valeurs des diamètres médians d_{50} obtenus (inférieure à 20 μm pour CEM I et CKD) laisse présager que des erreurs de mesure importantes pourraient toucher la fraction fine de la courbe granulométrique. Cette remarque permettrait alors d'expliquer la faible dispersion des d_{10} mesurés (tous compris entre 1 et 2 μm).

Dans le cas de la mesure de la surface spécifique par perméabilimétrie, la constante de Kozeny « k » a préalablement été estimée au moyen d'un ciment Portland de référence, dont les caractéristiques physiques sont certifiées par la National Institute of Standards and Technology (NIST) [66]. On constate que les CKD sont caractérisés par des surfaces spécifique $S_{S,koz}$ comprises entre 2 et 1 cm^2/g . Les CKD sont généralement caractérisés par une surface spécifique plus grande que le ciment Portland [67].

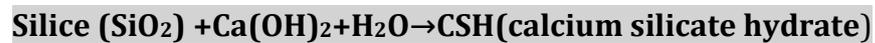
3.3 Résultats de l'essai de prise

Le temps de début et de fin de prise a été mesuré pour quatre pates de ciment avec des différents pourcentages de CKD en variant le rapport E/C. Les résultats obtenus sont présentés comme suit :

Tableau 3.2 les résultats de temps de prise

	DP				FP			
	PT	P5%	P10%	P15%	PT	P5%	P10%	P15%
E/C =0,28	165	195	120	165	375	345	315	315
E/C =0,30	270	195	225	300	495	420	405	390
E/C =0,35	180	225	225	165	270	435	450	480
E/C =0,40	245	210	195	180	320	525	415	400
E/C =0,45	260	210	195	150	345	285	270	240
E/C =0,50	210	235	180	195	390	315	360	375

Le but de cette variation de rapport E/C c'est d'étudier l'influence sur nos échantillons (voir figure 3.7). D'après les histogrammes on voit nettement que les temps de début et de fin de prise diminuent avec l'augmentation de la quantité des CKD. Cela s'explique par le fait que la réaction est précipitée à court terme. Ce qui veut dire aussi que la cinétique d'hydratation du liant devient de plus en plus rapide en fonction de l'augmentation de l'ajout (CKD) par rapport à la pâte cimentaire. Par conséquent les cristaux de C-S-H (responsables du durcissement de la pâte) existent en quantité non hydratée aux très jeunes âges.



D'après la (figure 3-7) on a remarqué que par l'addition progressive de l'ajout le besoin en eau augmente sensiblement et cela due à l'absorption d'une quantité d'eau par les CKD.

Après cette étude on a estimé que le rapport E/C=0.35 présente une meilleure réponse au temps de prise (début et fin).

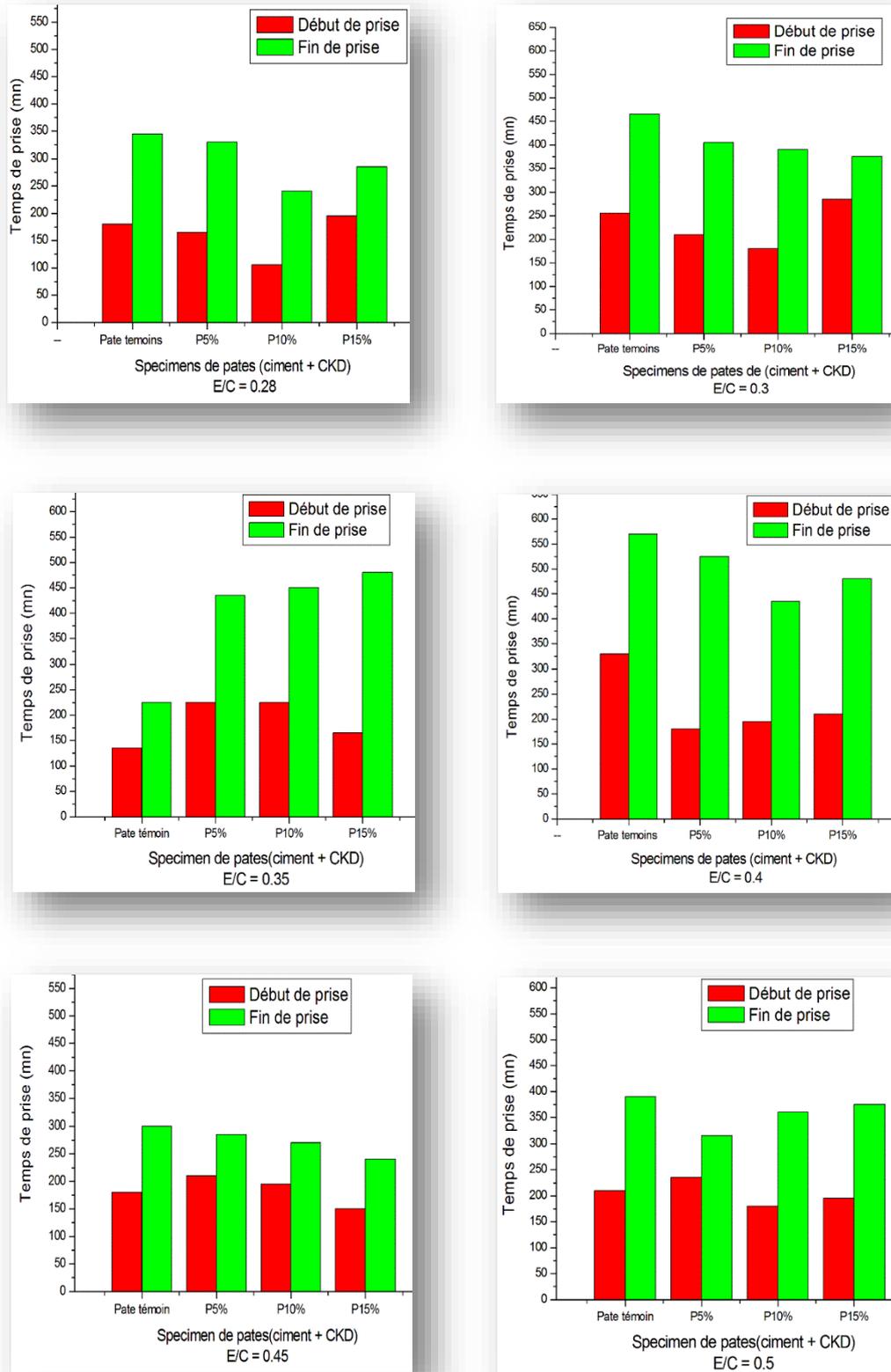


Figure 3.7 Les histogrammes des Temps de début et fin de prise

3.4 Résistance mécanique des matériaux

Une fois les formulations des éprouvettes ont été confectionnées selon la norme XP X31-212 [68] (voir chapitre 2), les matériaux obtenus après une période de cure de 7, 14 et 28 jours ont subis le teste de résistance à la traction par flexion et à la compression. La figure 3.9 représente l'évolution des résistances des formulations confectionnées.

D'ans cette étude, les résultats obtenus à l'âge de 7 jours de cure démontre que la pâte cimentaire a une résistance à la compression moins que celles avec substitution des CKD et elle reste meilleure que les pâtes avec ajout des fibres métalliques par occurrence à 14 et 28 jours de cure montrent que la pâte cimentaire présente une résistance meilleure que celle présentées par les pâtes cimentaires avec substitution des CKD et même avec ajout des fibres métalliques. Il a été observé que les pâtes cimentaires présentent une résistance élevées à 28 jours de cure ; elles sont de l'ordre de 65,5 MPa par rapport aux autres échantillons.

On observe que plus on rajoute la quantité des CKD et/ou des fibres métalliques la résistance diminue cela peut être attribué à :

L'aspect quantitatif et qualitatif des CKD et les fibres :

La diminution de résistance qui est due à l'augmentation du pourcentage des CKD qui absorbe la quantité d'eau déterminée pour l'hydratation des ciment, une faible résistance qui est à l'origine d'une hydratation non achevée notamment dans la formulation du C-S-H qui est responsable de la résistance.

L'ajout des fibres perturbent d'avantage l'hydratation de ciment qui est déjà perturbée par l'ajout des CKD ce qui provoque la chute de la résistance, l'hydratation ne se fait pas d'une manière uniforme puisque les grains des fibres sont plus grands que les grains de ciment et CKD ne présente aucune adhérence entre eux.

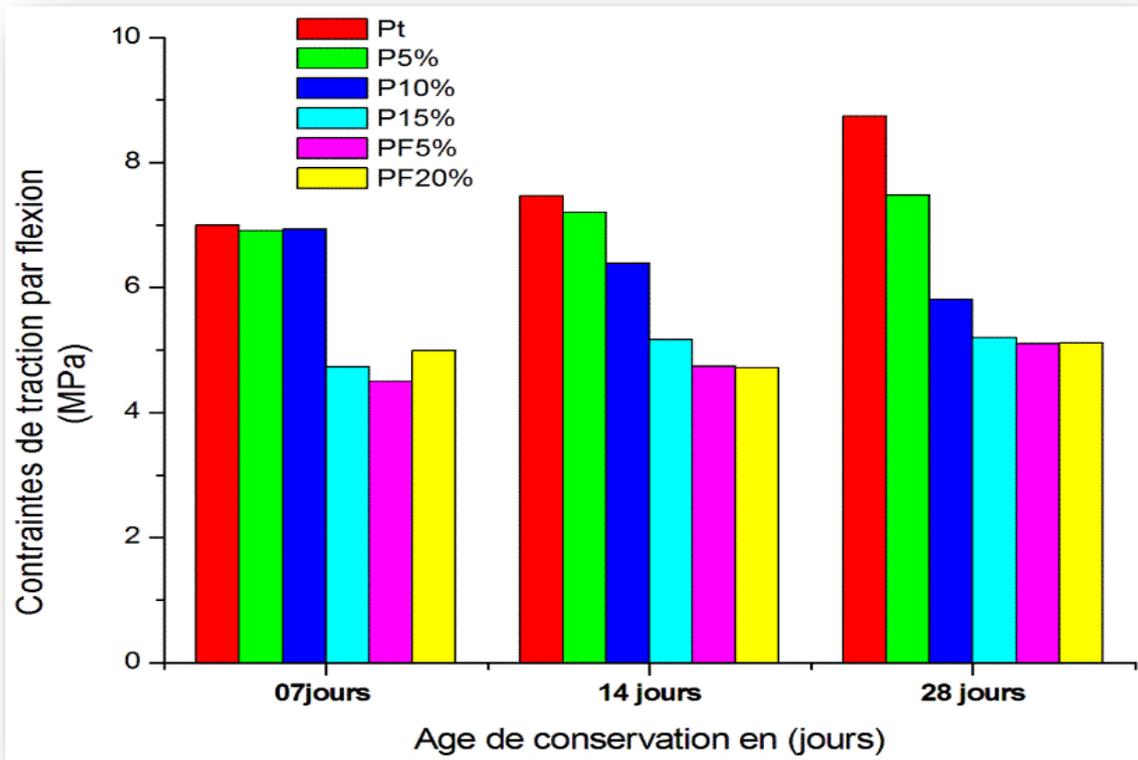


Figure 3.9 a résistance à la traction par flexion

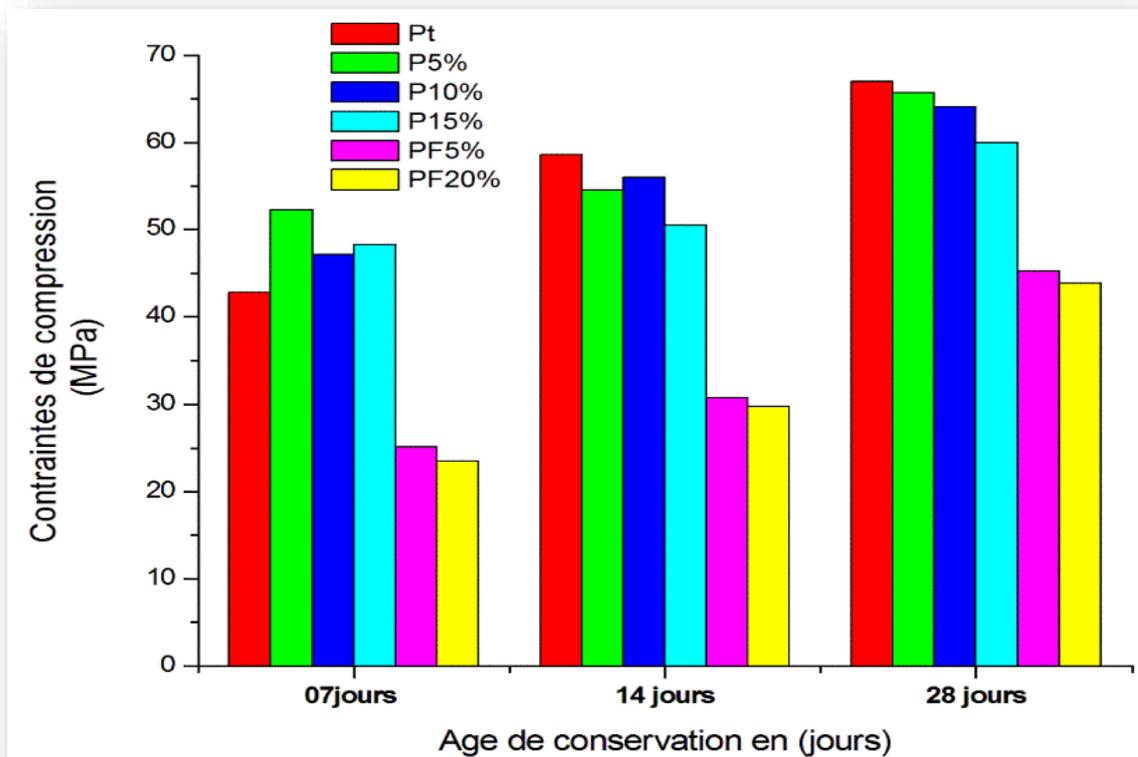


Figure 3.9 b résistance à la compression

3.5 Analyses chimiques

3.5.1 Méthodes classiques d'analyses

Les analyses chimiques par la méthode classique ont été réalisées au niveau du laboratoire de la cimenterie de Sour El Ghoulane.

3.5.1.1 Analyse de ciment et CKD

La comparaison de la composition des poussières avec celle du ciment portland montre quelques similitudes telles que la teneur faible en magnésium et celle enregistrée pour la chaux libre. Par contre, la teneur en chaux est plus élevée dans le cas des poussières. La perte au feu est élevée par rapport à celle du ciment en raison de l'abondance en carbonates sous forme de calcite, de dolomite ou de carbonate de potassium. Par ailleurs, les teneurs en autres composantes dans le ciment portland sont importantes par rapport à celle de ciment (voir tableau 3.3).

Tableau 3.3 L'analyse de ciment portland et CKD

	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	CaO libre	SO ₃	PAF	R.I
CEM I	20.94	4.66	3.87	63.71	0.71	0.79	2.07	0.78	0.85
CKD	11.62	4.02	2.01	44.15	1.43	2.06	0.58	1.77	1.52

3.5.1.2 Analyse des échantillons de 28 jours

A partir de ces résultats (tableau 3.3), on constate que les teneurs de la plupart des composantes dans l'échantillon de 10% sont plus importantes que celui de P15 %.

Tableau 3.4 L'analyse des échantillons à 28 jours

	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	CaO libre	P.A.F	RI
P10% - 28J	18.37	4.32	3.17	54.23	1.87	8.1	0.58	2.05
P15% - 28J	18.02	4.41	3.03	53.02	2.31	7.89	0.45	2.74

3.5.1.3 Analyse de la chaux libre et résidus insolubles

En parallèle, l'analyse révèle la présence de valeurs élevées en chaux libre dans les différents échantillons vue la variation de la substitution en CKD.

Par contre, la quantité des résidus insolubles augmentent on augmentant le pourcentage de substitution des CKD.

Tableau 3.5 l'analyse de la chaux libre et R.I

Echantillon	CaO libre %	R.I
P5% de 7 jours	12.66	1.57
P10% de 7 jours	11.16	2.34
P15% de 7 jours	10.20	2.26
P5% de 14 jours	12.75	1.35
P10% de 14 jours	11.40	2.13
P15% de 14 jours	10.20	2.64
P5% de 28 jours	8.70	1.61
P10% de 28 jours	8.10	2.05
P15% de 28 jours	7.89	2.74

IR : Résidus insolubles, P.A.F : Pertes de masse, F.L : Free line (chaux libre)

D'après le diagramme de Rankine, le clinker est un mélange artificiel et ses oxydes peuvent être dosés en quantité optimale de manière à saturer en chaux (CaO) les oxydes acides (SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3). Il en résulte une composition aux tolérances assez strictes, titrant environ [69] :

- 65 % en CaO
- 20 % en SiO_2
- 10 % en Fe_2O_3 et Al_2O_3

Tous les matériaux utilisés dans la fabrication du ciment pour leur potentiel hydrauliques ou pouzzolaniques peuvent aussi être représentés dans ce diagramme triangulaire (figure 3.10).

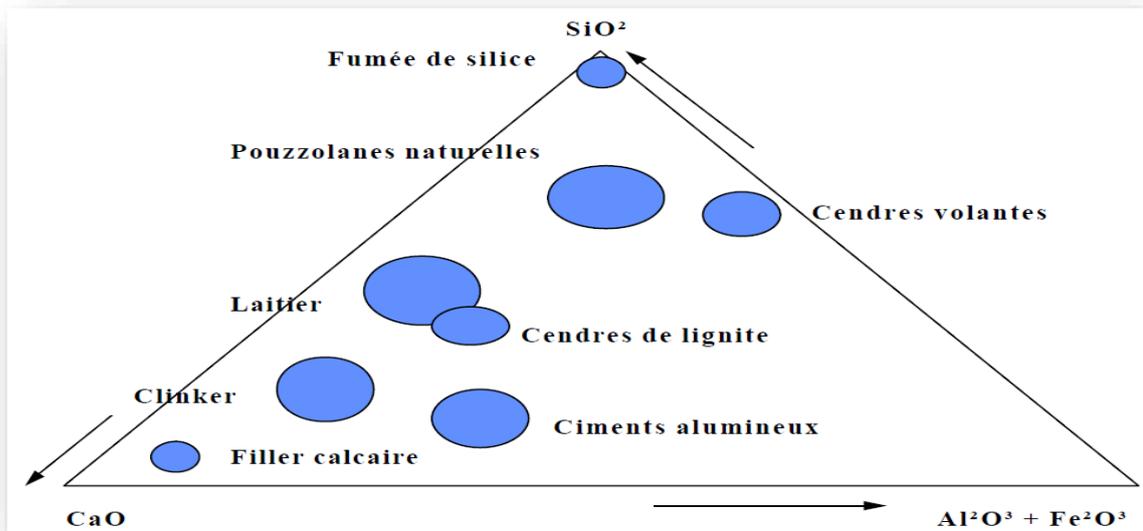


Figure 3.10 Le diagramme de Rankin

Le clinker, très riche en chaux, s'hydrate rapidement au point de requérir un régulateur. Il libère pendant l'hydratation une quantité importante de chaux qui ne se combine pas toujours sous forme d'hydrate et reste disponible pour d'autres réactions avec d'autres composants du ciment. La chaux résiduelle produite par les réactions d'hydratation constitue une réserve d'alcalinité dans le béton qui est une barrière efficace contre la corrosion des armatures. La chaux résiduelle peut aussi réagir avec des agents extérieurs comme l'anhydrite carbonique de l'air ou des sels dissous dans le milieu ambiant, qui auraient pu pénétrer à l'intérieur de la masse durcie par le réseau de pores ou de fissures, et détruire progressivement par attaque chimique ou dissolution des composants hydratés du béton [69].

D'après ces deux références, on peut justifier la diminution de la chaux libre dans nos échantillons avec l'augmentation de la substitution des CKD. On a remarqué une faible teneur en CaO vue qu'il est un refus de la fabrication de ciment. Aussi ce qui justifie l'augmentation des résidus insolubles vis-à-vis de l'augmentation de la substitution des CKD qui sont intégralement appliquées en tenant compte de la chaux non-combinée, ou présente dans le régulateur de prise ou de la silice non combinée (résidu insoluble).

3.5.2 Essai d'expansion à chaux et à froid

Le gonflement est un phénomène de variation volumétrique affectant les mélanges juste après leur hydratation. Dans le cas d'une expansion faible, il permet

le confinement et l'étanchéité en améliorant les propriétés rhéologiques tandis qu'à des changements volumétriques élevés, un endommagement de la structure peut être observé par l'apparition de fissures à la surface [18].

Les mélanges à base des CKD présentent une expansion rapide et élevée avec une stabilisation au bout de 4 jours. Ceci est lié à la teneur en chaux libre qui continue à s'hydrater en Portlandite. Cette dernière engendre un gonflement par son volume plus grand que celui de la chaux libre mais ce phénomène est limité aux premiers jours. En effet, la vitesse élevée d'hydratation de la chaux et l'effet thermique résultant et catalysant la réaction, sont deux facteurs essentiels à l'épuisement rapide de cette source d'expansion. L'expansion générée dans le cas d'un système riche en chaux libre peut être comparable au gonflement suite à l'hydratation du MgO contenu dans des mélanges [70].

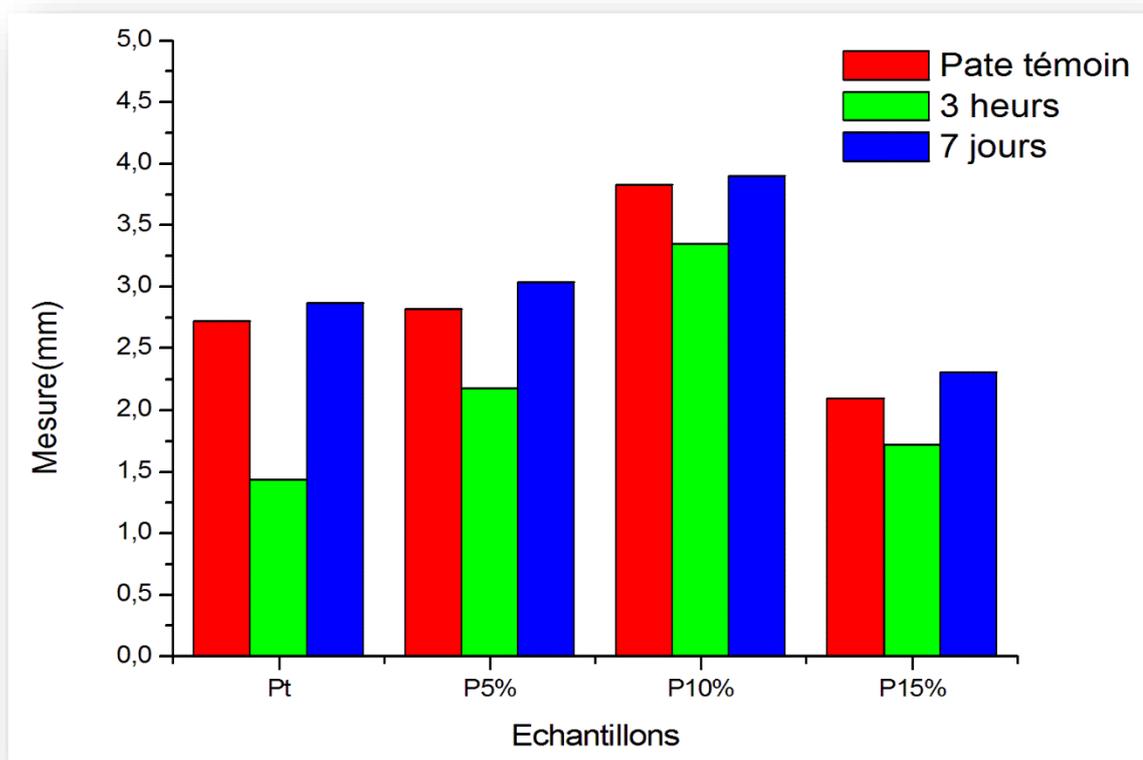


Figure 3.11 Histogramme des résultats d'essai chatelier

D'après la figure 3.11 on a remarqué une augmentation d'expansion de la chaux vis-à-vis l'augmentation de la substitution des CKD par rapport à la pâte témoin ce qui confirme l'existence de la chaux dans nos échantillons (voir tableau 3.6).

➤ **Remarque**

Les résultats obtenus pour la formulation de P15% ne sont pas représentatifs vue l'utilisation d'un moule non fiable, pour cela il est recommandé de revoir l'essai et confirmer cette augmentation.

Tableau 3.6 Les mesure d'essais de Chatelier

Echantillon	Mesure(A) (mm)	Mesure(B) (mm)	Mesure(C) (mm)
Pt	2.72	1.44	2.87
P5%	2.82	2.18	3.04
P10%	3.83	3.35	3.90
P15%	2.10	1.72	2.31

Mesure A (Après 24h) ; Mesure B (Après 3h) ; Mesure C (Après 7 jours)

Nos échantillons représentent une teneur faible en chaux. La stabilisation rapide des mélanges est peut être en relation avec le taux relativement faible en sulfates et le caractère rapide de l'expansion par la Portlandite.

Ce phénomène est contrebalancé par la réaction pouzzolanique amorçant, ainsi, le développement du gel de C-S-H dont le rôle est de contrecarrer cette expansion [18].

3.6 Méthode automatique par les rayons X :

L'étude sur la variabilité chimique a été menée sur 15 échantillons par la fluorescence X en considérant des paramètres chimiques représentatifs de la réactivité, incluant la teneur en silice, (alumine oxyde ferrique) et la chaux libre (tab 3.6).

D'autres remarques supplémentaires peuvent être faites telles que :

-La teneur élevée en CaO des échantillons dont un pourcentage non négligeable correspond à la chaux libre ;

-La teneur augmente en silice à la présence des fibres et CKD ;

-La perte au feu augmente quand on rajoute la quantité des CKD ;

-La teneur en fer évolue avec les ajouts des fibres métalliques et diminue en substitution des CKD ;

-La chaux se stabilise à l'âge de 28 jours de cure.

Tableau 3.7 Analyse chimique par Fluorescence X

Echantillon	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CAO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	CL	CaO libre	PAF
P 5 % 7 jours	18,60	4,02	9,33	58,15	1,61	1,90	0,43	0,09	0,02	1,91	3,94
P 10 % 7 jours	18,58	4,29	3,39	59,10	1,77	1,64	0,49	0,10	0,03	1,94	8,67
P 15 % 7 jours	18,07	4,07	3,38	58,89	1,58	1,76	0,48	0,08	0,03	1,97	9,69
PF 20 % 7 jours	18,57	3,97	9,19	57,60	1,59	1,94	0,39	0,09	0,02	2,00	4,64
PF 5 % 7 jours	18,72	4,28	3,40	59,16	1,78	1,74	0,48	0,10	0,03	2,00	8,31
P 5% 14 jours	19,01	4,05	3,44	60,24	1,63	1,93	0,42	0,09	0,03	2,00	7,16
P 10% 14 jours	18,74	4,11	3,42	60,14	1,66	1,81	0,45	0,09	0,03	2,01	7,54
P 15 % 14 jours	18,23	4,06	3,35	59,70	1,58	1,75	0,44	0,08	0,03	2,00	8,78
PF 20 % 14 jours	18,79	4,00	10,62	58,02	1,64	1,94	0,36	0,08	0,02	1,95	2,58
PF 5% 14 jours	18,38	4,00	10,75	57,60	1,61	1,86	0,39	0,08	0,03	1,99	3,31
p 5% 28 jours	18,86	4,28	3,39	59,67	1,79	1,66	0,49	0,10	0,02	1,97	7,77
P 10% 28 jours	18,66	4,29	3,43	59,64	1,79	1,62	0,47	0,09	0,02	1,92	8,07
P 15 % 28 jours	18,45	4,31	3,40	59,59	1,77	1,60	0,47	0,09	0,03	1,87	8,42
PF 20% 28 jours	18,44	4,23	12,81	56,70	1,78	1,62	0,43	0,10	0,02	1,87	2,00
PF 5% 28 jours	18,62	4,24	14,49	56,29	1,80	1,62	0,36	0,09	0,01	1,81	0,67

A titre d'illustration, les teneurs en alumine et en oxyde ferrique dépendent surtout de la carrière fournissant la matière première à la cimenterie. Par contre, la chaux et la silice amorphe sont des paramètres régis essentiellement par l'origine et par les conditions qui règnent dans le four lors de la production pour une même cimenterie. Cette variabilité a nécessairement des retombées à plus grande échelle en influençant le comportement vis-à-vis du gonflement et de la stabilisation des CKD, en raison de l'importance en chaux libre et en silice (silicate) amorphe [49].

✓ Comparaison

Cette comparaison des analyses chimique des échantillons étudiés montre que, pour la même substitution, le taux de pourcentage est presque le même pour

tous les échantillons, cela montre que la méthode automatique confirme les résultats de la méthode classique juste quelques différences qui sont attribuées à plusieurs paramètres.

3.7 Méthodes Analytiques

3.7.1 Analyses par diffraction des rayonnements X (DRX)

L'analyse des spectres de DRX sur les échantillons montre un système polyphasique comprenant comme phases majoritaires Portlandite, la calcite, la silice, la chaux libre, et comme phases secondaires, présentes selon les échantillons considérés, l'ettringite, l'anhydrite, l'arcanite et parfois la dolomite [18]. La calcite et la dolomite ont pour source le calcaire incomplètement brûlé dans le four de cuisson et dont les fines particules ont été entraînées par le cycle du flux gazeux [18].

3.7.1.1 Composition minéralogique

Ces dernières phases sont souvent stables issues de la cuisson de clinker à 1450 °C qui subit une trempe qui fige sa structure à quatre composés qui sont présentées dans le tableau 3.8 :

- Deux phases silicates : silicate bicalcique (C_2S) et silicate tricalcique (C_3S) ;
- Deux phases aluminates : aluminate tricalcique (C_3A) et aluminoferrite ;
- 95.59% de la chaux dans les échantillons qui se présente comme constituant majeur ;
- L'existence de la perte au feu en faibles quantités dans le ciment.

Tableau 3.8 Composition minéralogique du ciment et indices de qualités

Compositions minéralogique du ciment	
LFS	95.59
MS	2.45
PAF	1.20
C_3S	60.12
C_2S	14.62
C_3A	5.80
C_4AF	11.76

LFS : Limite facteur saturation de la chaux, MS : Module silicique, PAF : Perte au feu

3.7.1.2 Analyse minéralogique des échantillons de 7 jours de cure

L'analyse DRX des échantillons sélectionnés montre la présence de la portlandite Ca(OH)_2 , calcite, l'arnite, ettringite ($\text{CaO}_2\text{Al}_2\text{O}_3$) qui sont le résultats de réactions d'hydratations.

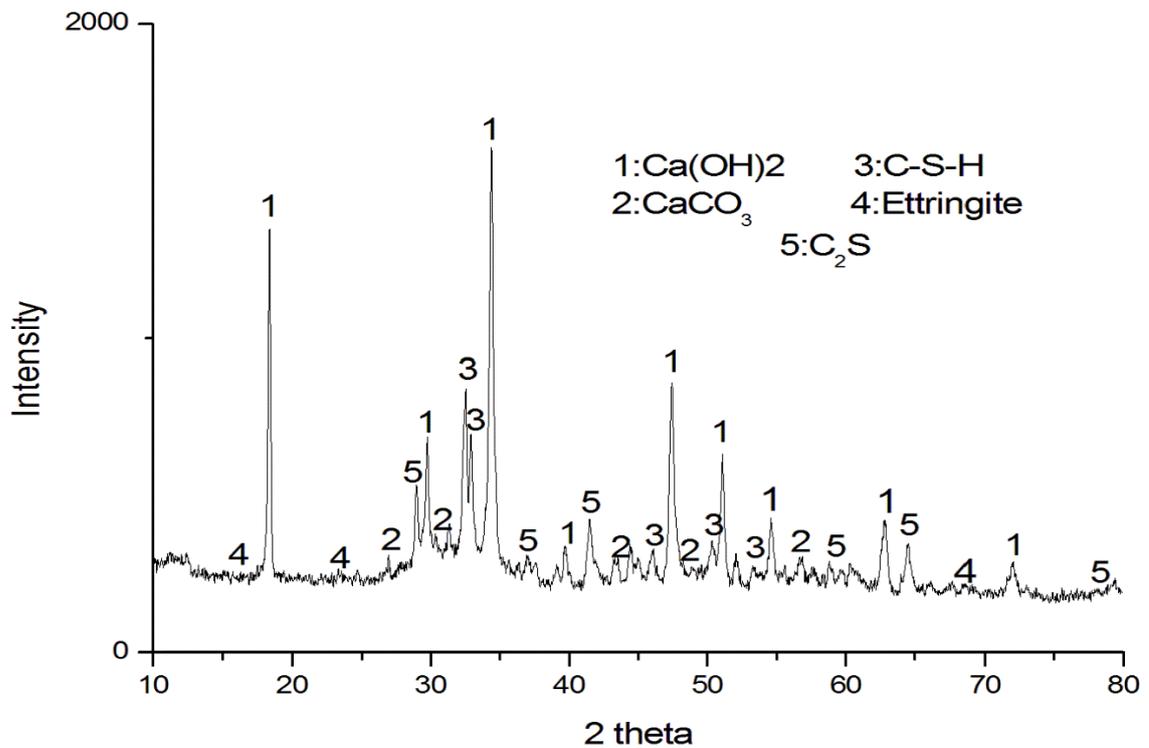


Figure 3.12 Spectrogramme DRX pour (5%) de 7 jours

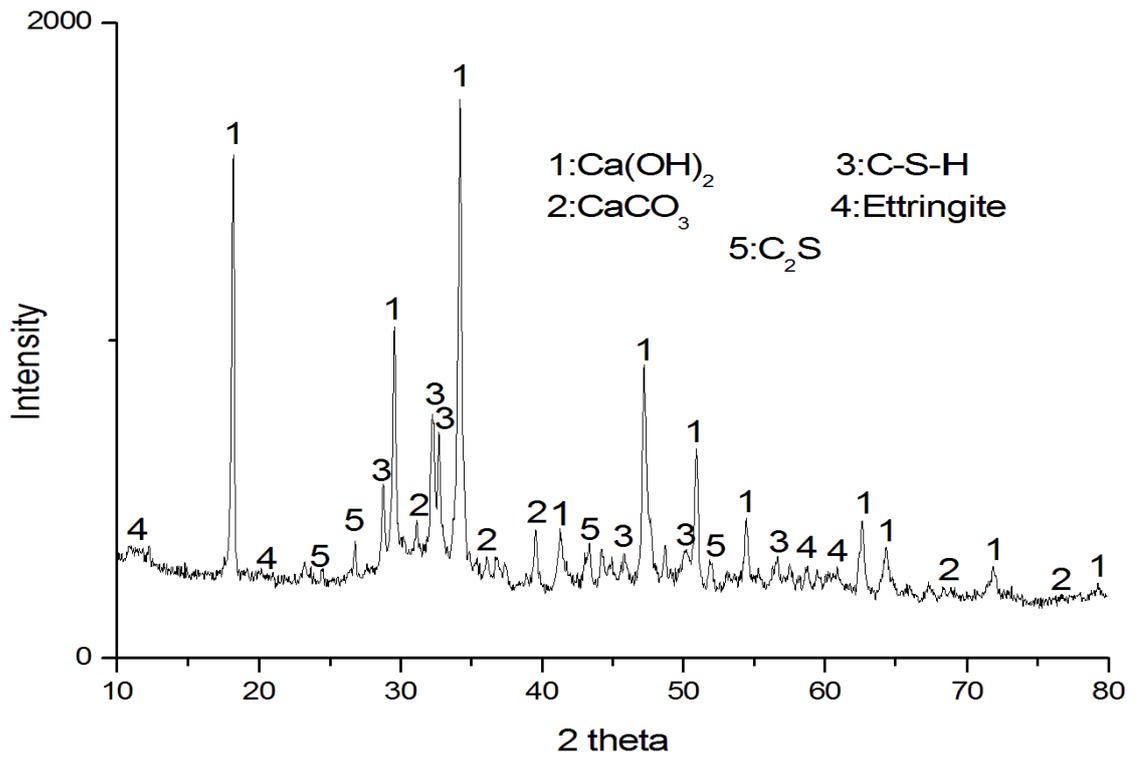


Figure 3.13 Spectrogramme DRX pour (10%) de 7 jours

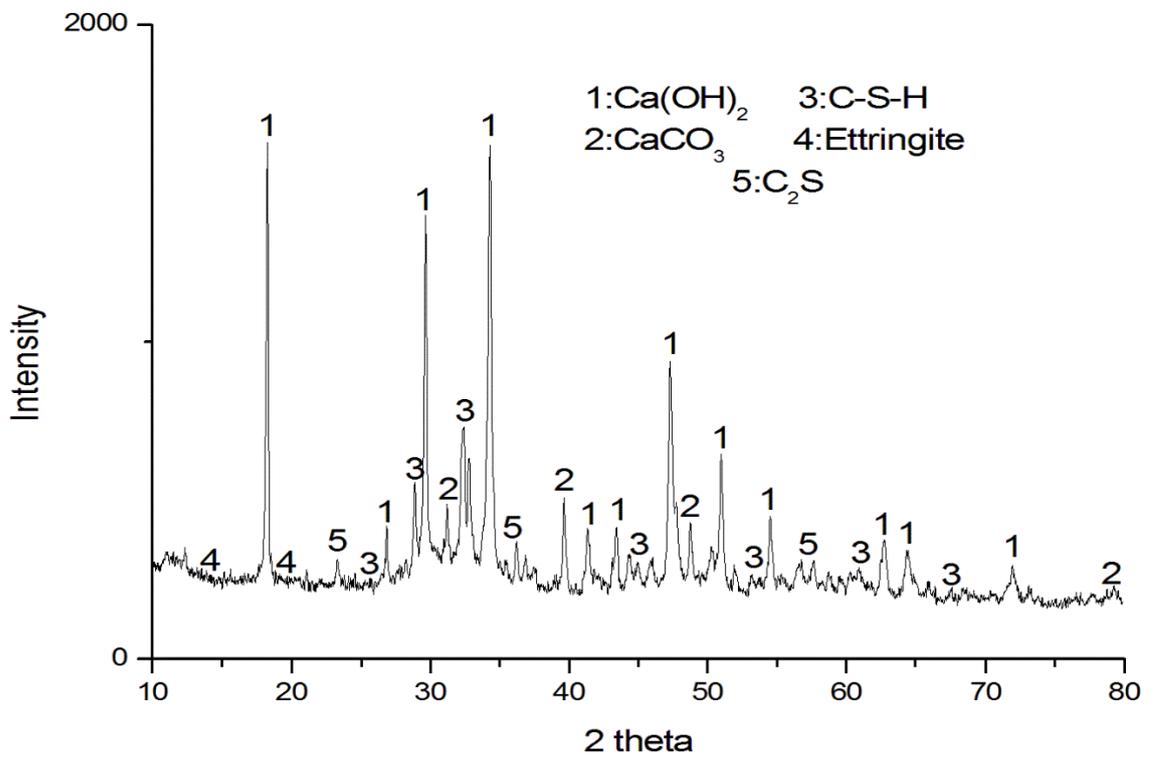


Figure 3.14 Spectrogramme DRX pour (15%) de 7 jours

3.7.1.3 Analyse minéralogique des échantillons de 14 jours de cure

Le spectre DRX obtenu pour les échantillons de 14 jours (figure 3.14 jusqu'à 3.16) indique l'existence de deux phases majoritaires : la portlandite ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) détecté en quantité importante à $2\theta = 34,17$ et les carbonates de calcium (CaCO_3) à $2\theta = 29,40^\circ$.

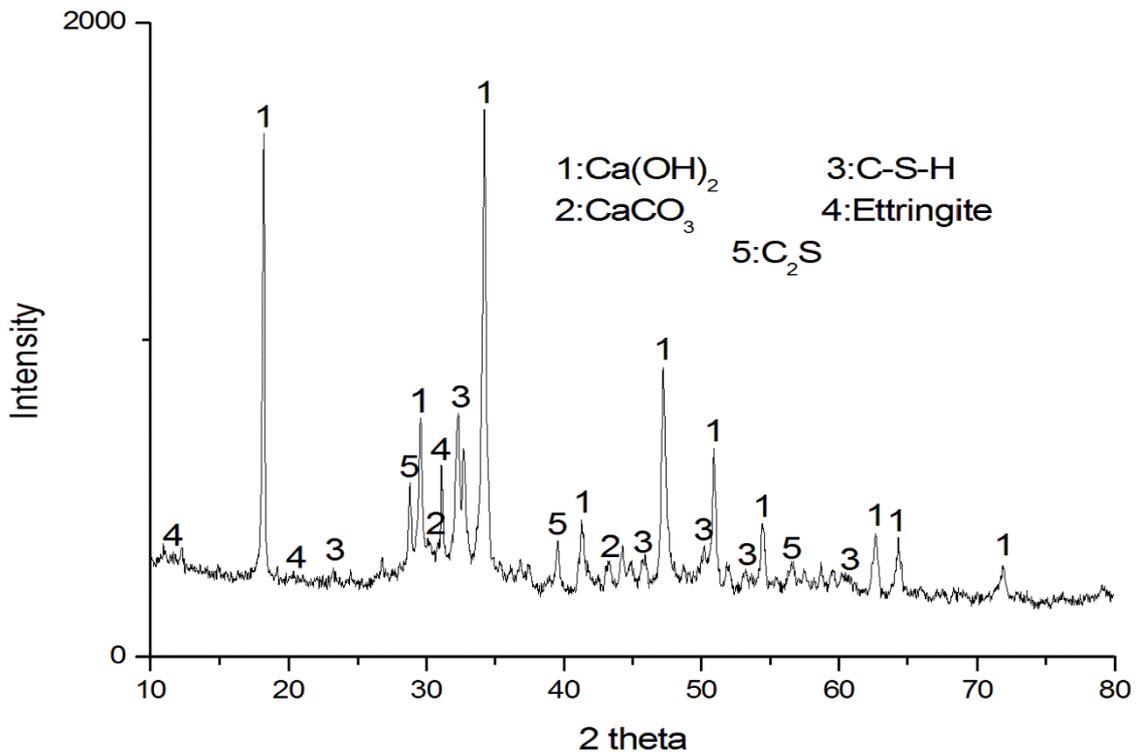


Figure 3.15 Spectrogramme DRX pour (5%) de 14 jours

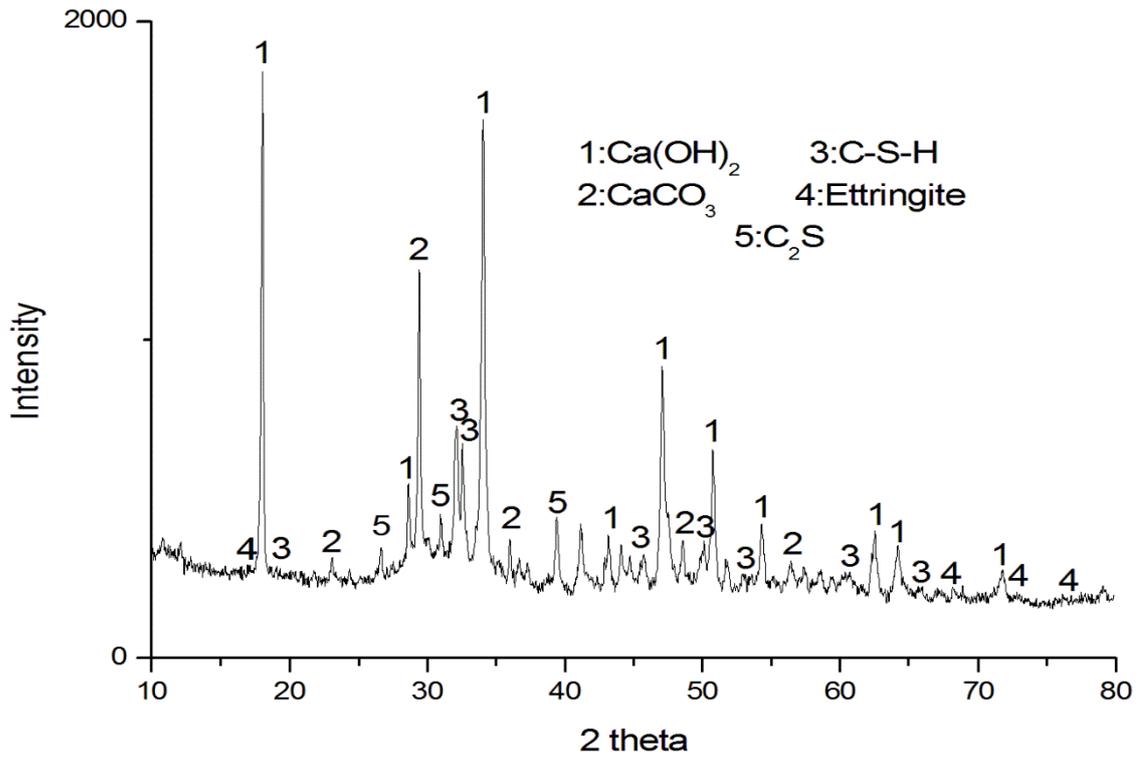


Figure 3.16 Spectrogramme DRX pour (10%) de 14 jours

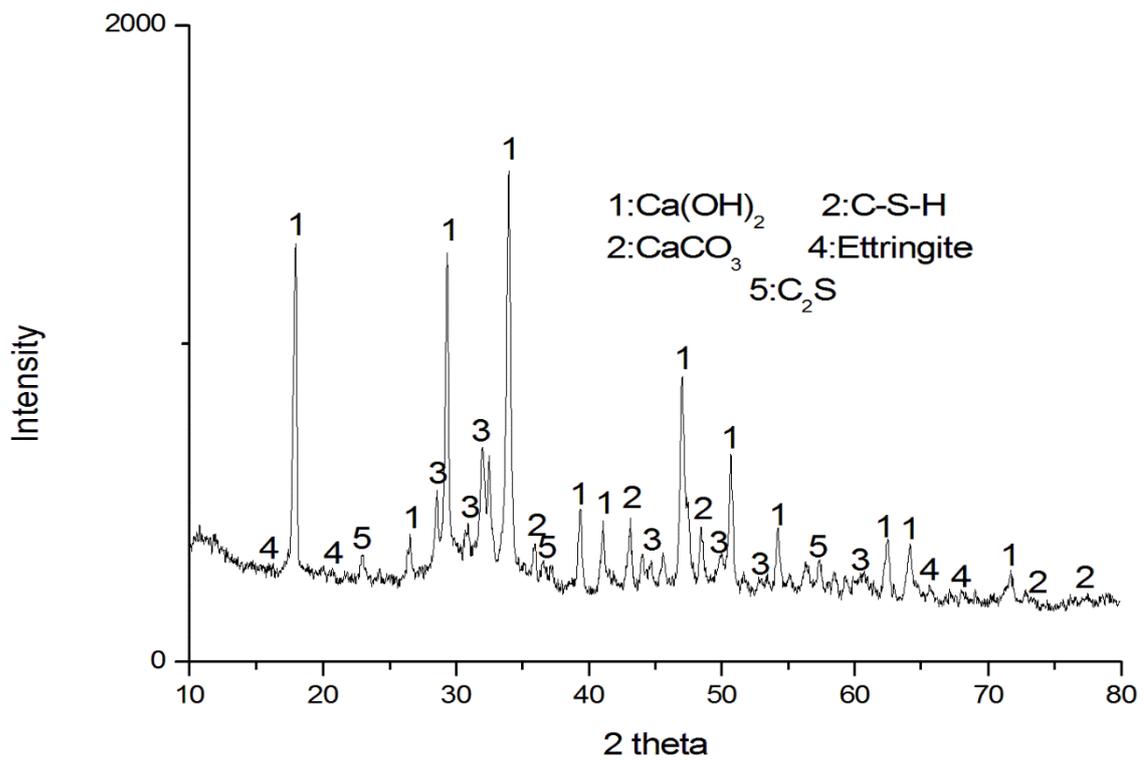


Figure 3.17 Spectrogramme DRX pour (15%) de 14 jours

3.7.1.4 Analyse des échantillons de 28 jours

D'après le spectre DRX obtenu pour nos échantillons, les principaux constituants sont détectés à des valeurs d'angles de diffraction différentes :

$\text{Ca}(\text{OH})_2$: Portlandite à $2\theta = 18.085^\circ$, 34.228° , 47.218° , 50.912° .

- CaCO_3 : Calcite à $2\theta = 29.427^\circ$, 39.541° , 42.948° et 60.709° .

- $\text{Ca}_3\text{Al}_2(\text{OH})_{12}$: Ettringite à $2\theta = 16.692^\circ$, 38.920° , 44.280° et 65.827° .

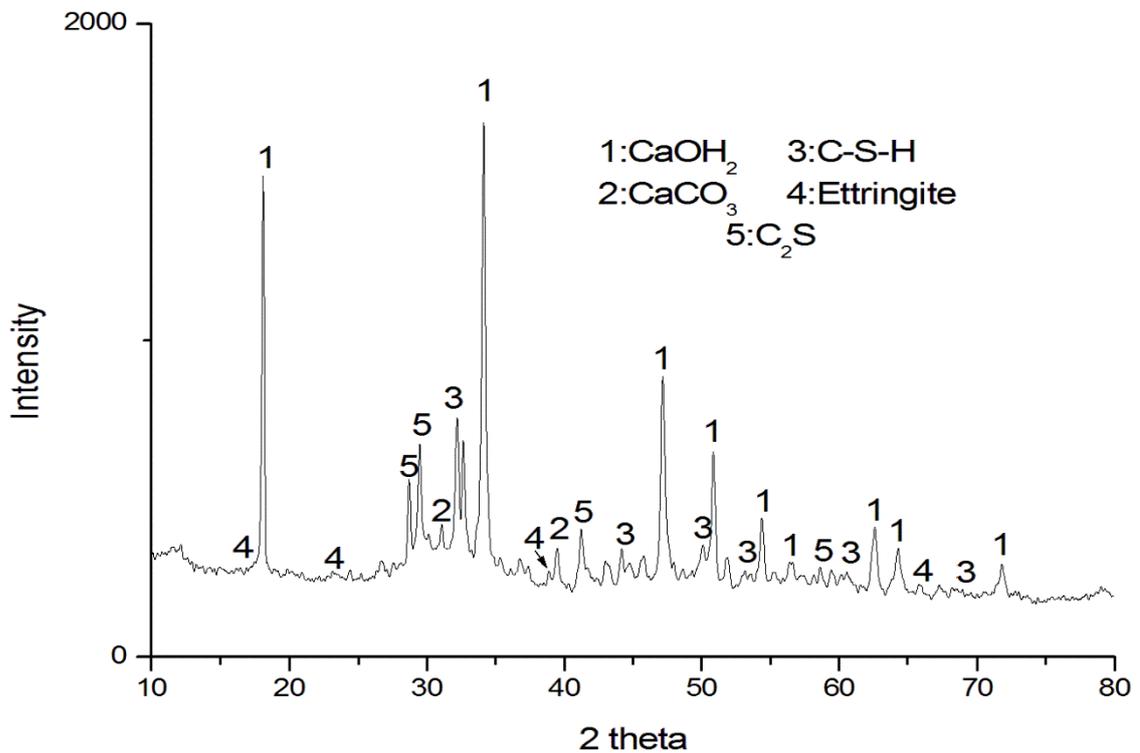


Figure 3.18 Spectrogramme DRX pour (5%) de 28 jours

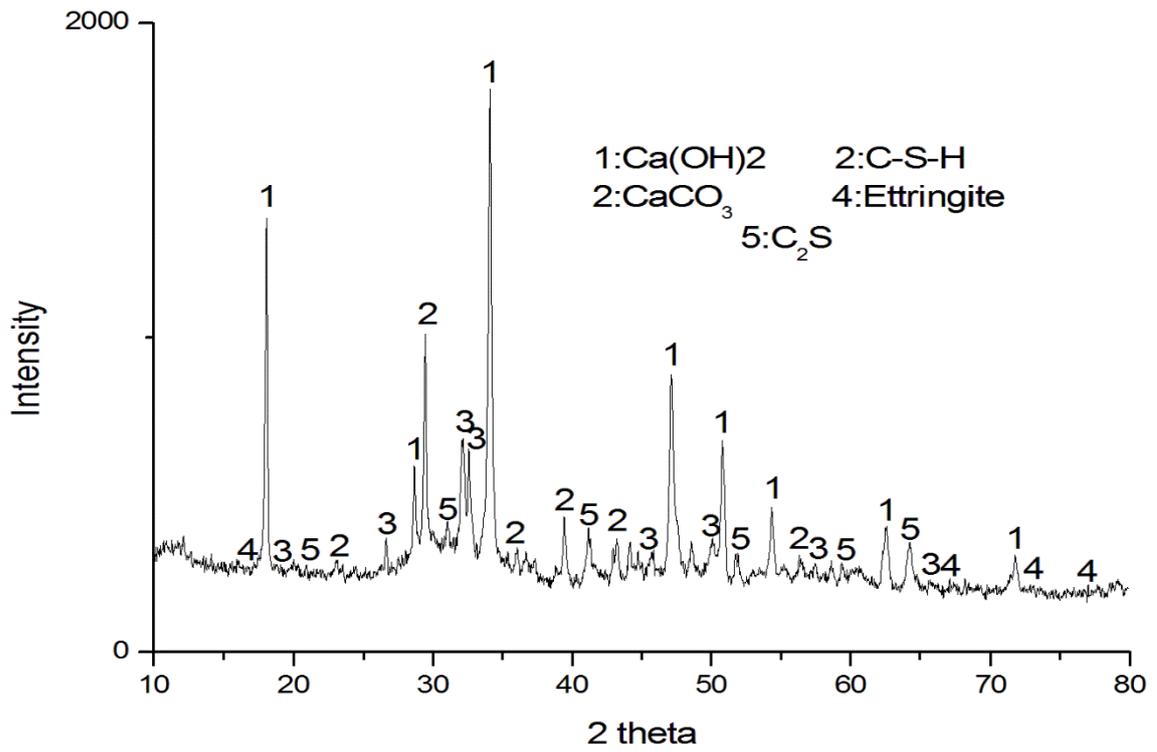


Figure 3.19 Spectrogramme DRX pour (10%) de 28 jours

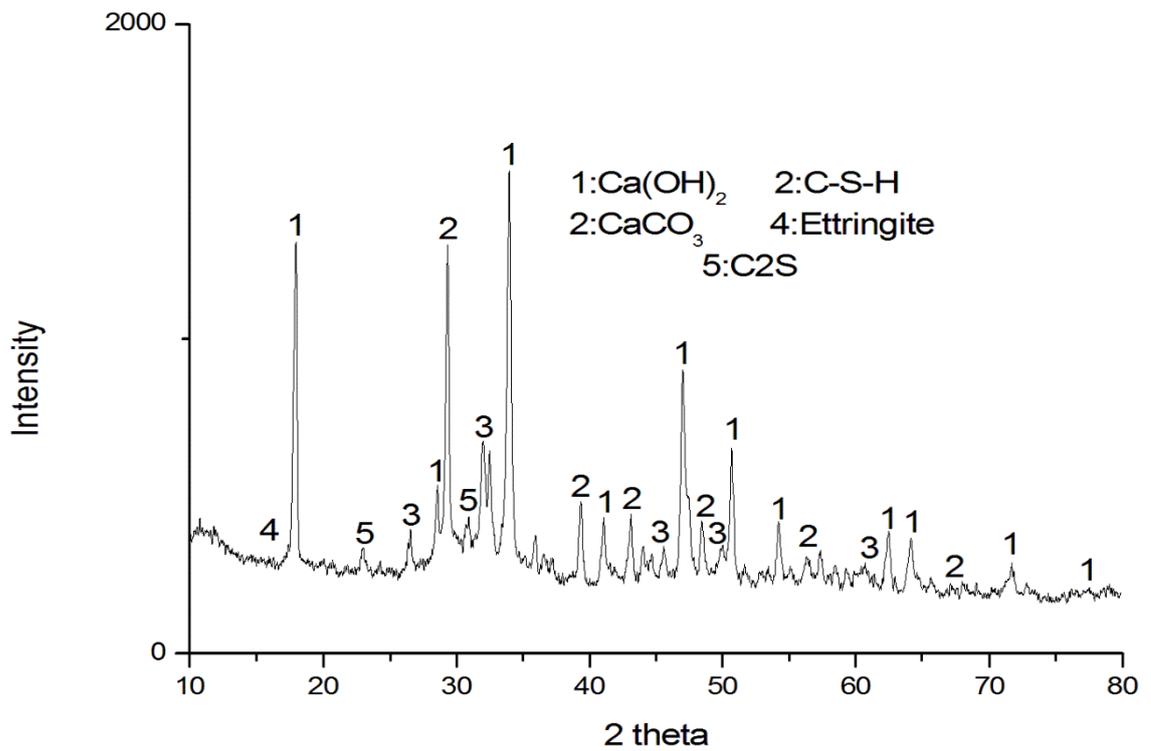


Figure 3.20 Spectrogramme DRX pour (15%) de 28 jours

3.7.1.5 Superposition des spectrogrammes des échantillons de 28 jours

L'hydratation des échantillons pendant 28 jours fait apparaître des pics caractéristiques de la Portlandite, de l'ettringite et de la calcite (figure 3.19). En se basant sur l'intensité des raies les plus importantes de chaque phase minéralogique des mélanges considérés, une comparaison systématique peut être établie.

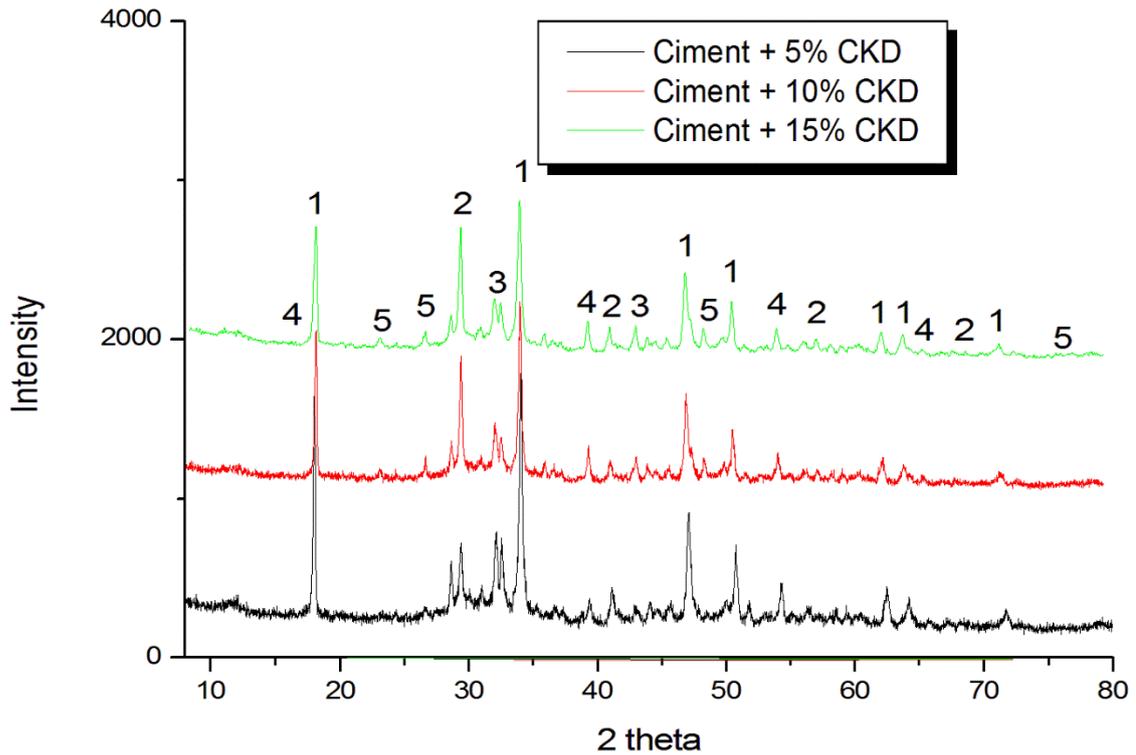


Figure 3.21 Superposition des spectre DRX pour (5% 10% et 15%) de 28 jours

Le tableau 3.9 présente les phases identifiées dans les échantillons et après 28 jours d'hydratation.

Tableau 3.9 Identification des minéraux

Numéro	Référence	Nom	Formule chimique
1	00-044-1481	Portlandite	$\text{Ca}(\text{OH})_2$
2	00-005-0586	Calcite	CaCO_3
3	00-009-0351	Silicate de calcium hydratée	C-S-H
4	00-024-0217	Ettringite	$\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{OH}_{12}$
5	00-033-1161	Silicate bécalgique	C_2S

3.7.1.6 Superposition du spectrogramme de la formulation estimée

Le spectre DRX obtenu pour la formulation de P5% des différentes durées indique l'existence de la calcite de la Portlandite de l'Ettringite et du silicate de calcium hydraté (C-S-H) sur les mêmes pics qui sont détectés à des mêmes valeurs d'angles de diffraction (voir figure 3.22).

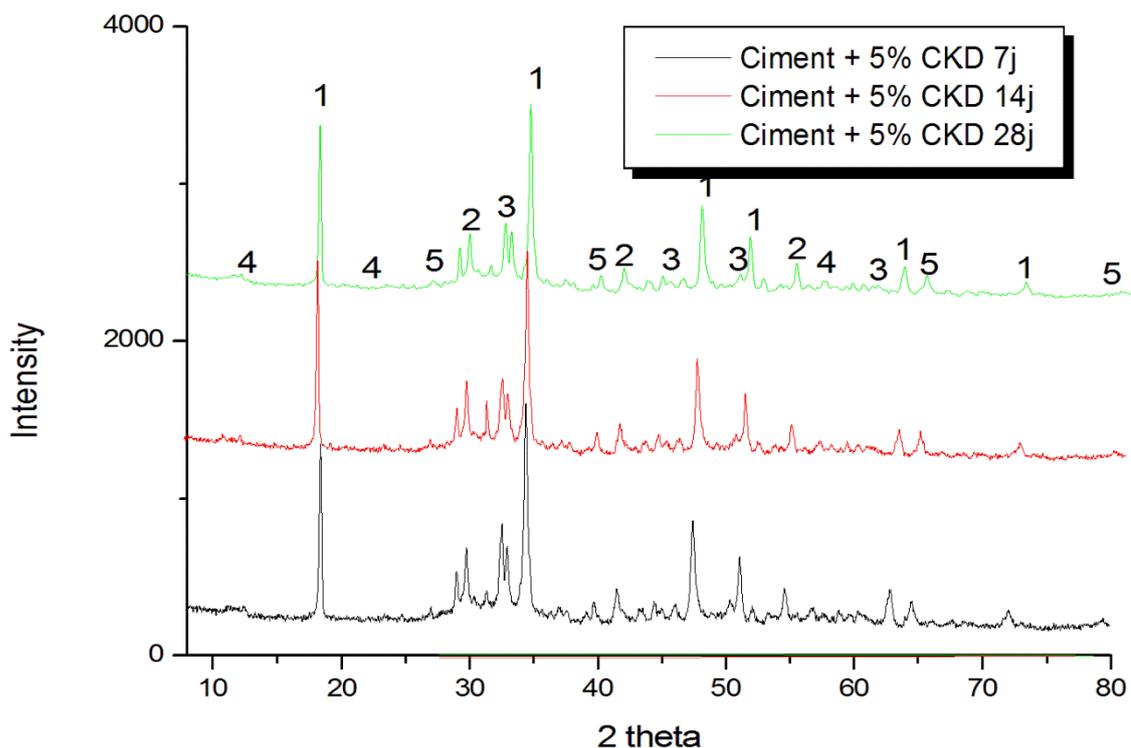


Figure 3.22 Superposition des spectre DRX pour 5% de (7 14 et 28 jours)

Afin de mieux illustrer les nouvelles phases formées dans la meilleure formulation (P5%) qui présente une meilleure résistance à la compression qui se développe avec l'âge. Des phases ont été observées grâce un système polyphasique

et l'hydratation de cette formulation montre les constituants essentiels tel que de la largeur à mi-hauteur de la raie principale qui caractéristique de la Portlandite. Ces produits d'hydratation néoformés sont présents sous forme d'ettringite qui se manifeste avec une cristallinité après 7 14 et 28 jours d'hydratation et d'autres phases plus complexes. À titre d'exemple, la syngénite ($K_2SO_4 \cdot CaSO_4 \cdot H_2O$) ne se forme que dans des conditions où la concentration en arcanite (K_2SO_4) est très importante (16.6 g/l) [71].

Le tableau 3.10 présente les phases identifiées dans la formulation (P5%) après 7 14 et 28 jours d'hydratation.

Tableau 3.10 Identification des minéraux de P5%

Numéro	Référence	Nom	Formule chimique
1	00-044-1481	Portlandite	$Ca(OH)_2$
2	00-005-0586	Calcite	$CaCO_3$
3	00-009-0351	Silicate de calcium hydraté	C-S-H
4	00-024-0217	Ettringite	$Ca_3Al_2(OH)_{12}$
5	00-033-1161	Silicate bécalcique	C_2S

3.7.2 Spectroscopie infrarouge transformée de Fourier (IRTF)

Additivement à l'analyse par DRX, la technique IRTF nous apporte des réponses complémentaires intéressantes. L'identification des différentes bandes d'absorption a été réalisée à l'aide des tables de vibration de Mollah [71] et Silva [73].

3.7.2.1 Analyses Infra-Rouge(IRTf) des échantillons de 28 jours

La figure 3.23 montre les différentes bandes de vibrations obtenues lors de cette analyse. Une recherche bibliographique a été réalisée afin d'identifier les différentes bandes d'adsorption du spectre.

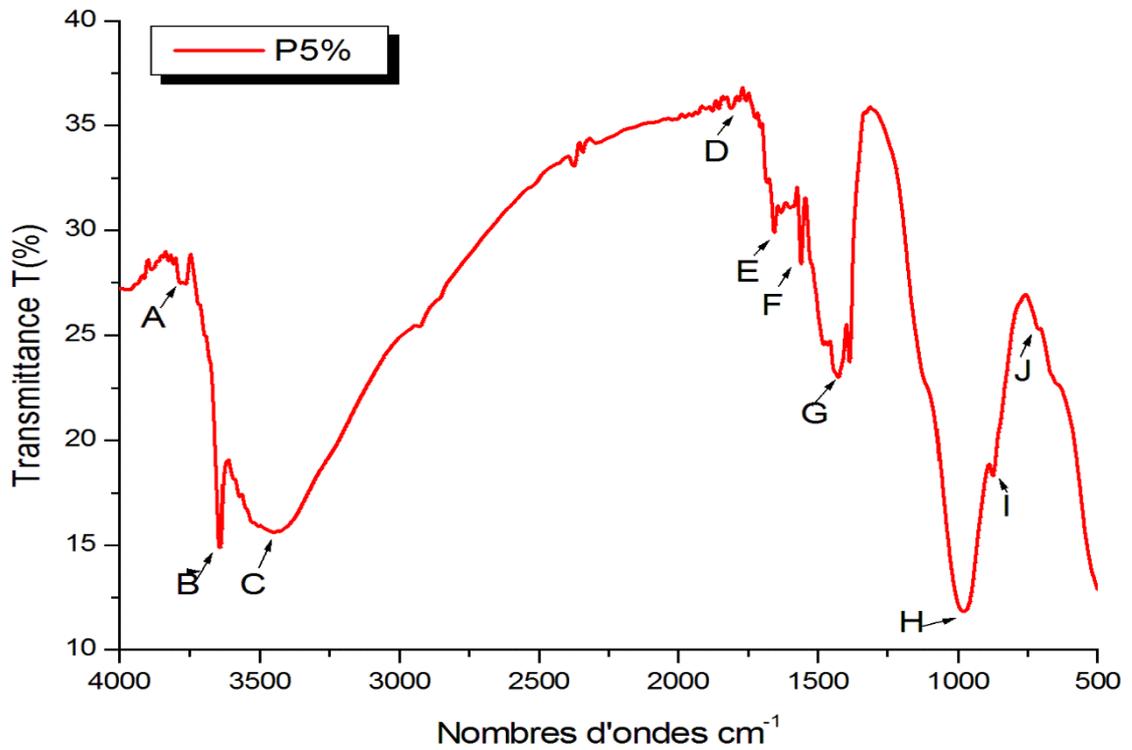


Figure 3.23 Spectre IR pour 5% CKD de 28 jours de cure

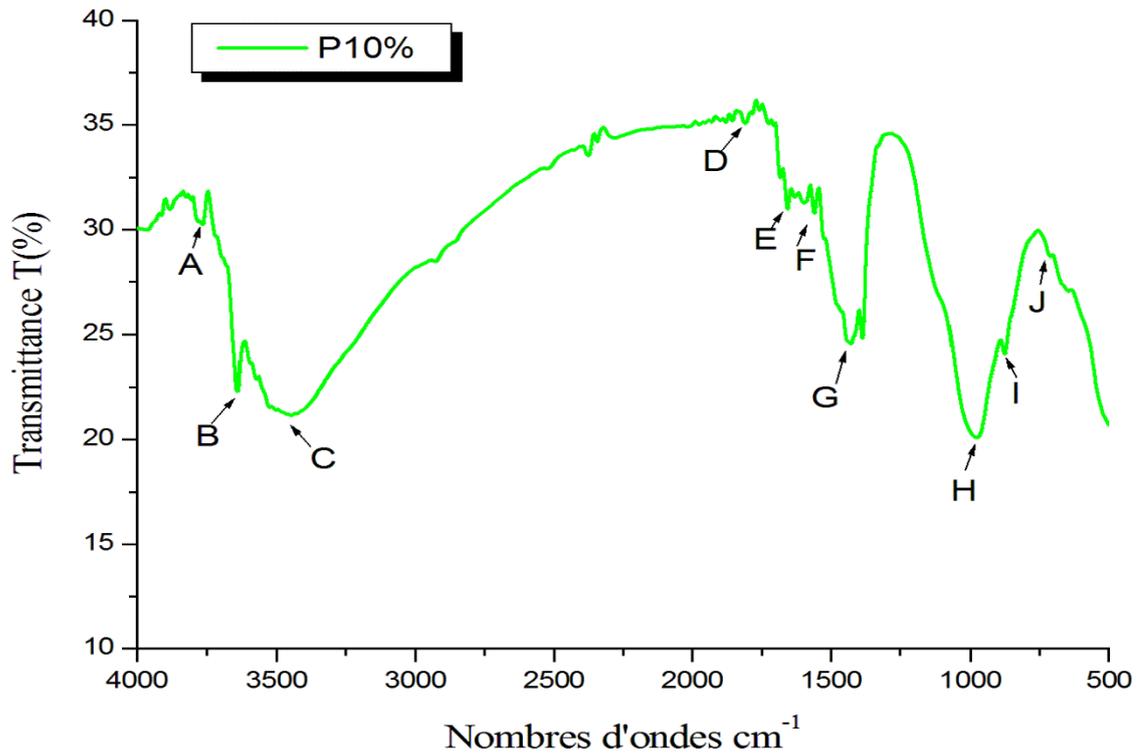


Figure 3.22 Spectre IR pour de 10% CKD de 28 jours de cure

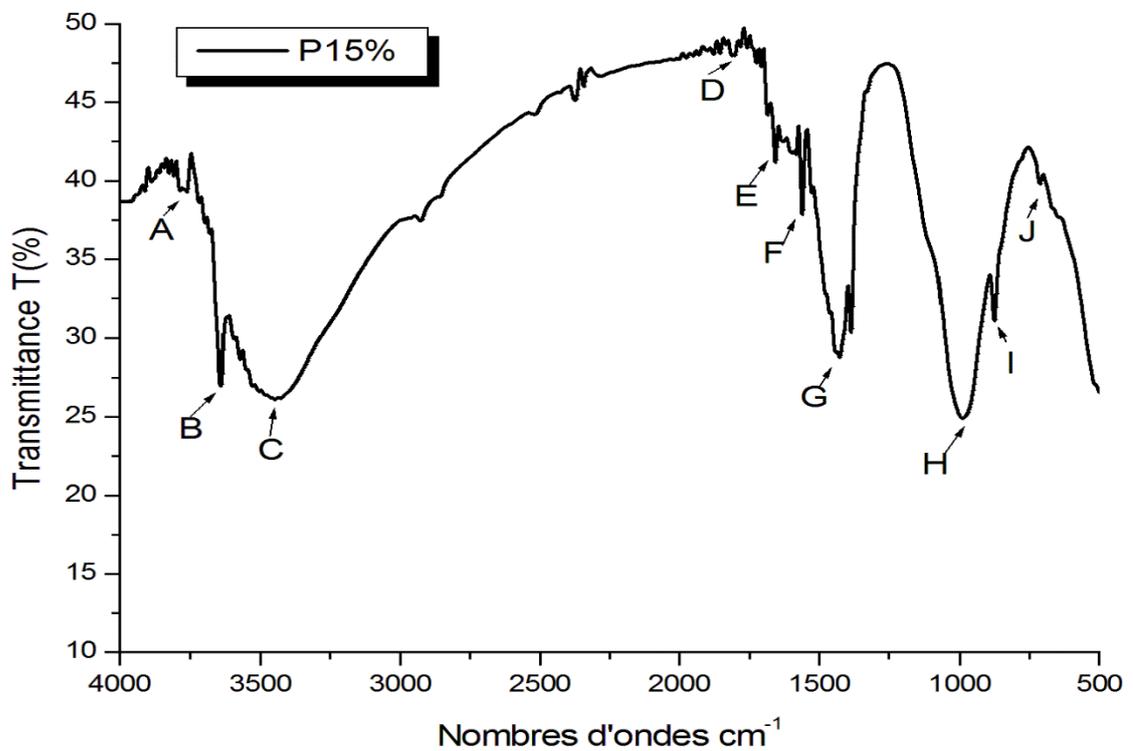


Figure 3.23 Spectre IR pour de 15% CKD de 28 jours de cure

3.7.2.2 Analyse de la superposition des trois échantillons de 28 jours

Premièrement, aucune différence majeure dans la forme des bandes pour les trois matériaux n'apparaît sur la (figure 3.24). Les différences d'intensités observées entre les matrices sont dues à l'épaisseur plus ou moins importante de la pastille analysée.

D'après les spectres IR, nous observerons la présence principale des bandes correspondant à la vibration de la liaison O-H (Ca(OH)_2) à une hydratation de deux phases silicates qui ont conduit à la formation de silicates de calcium hydratés (C-S-H) issue de clinker comme suit:

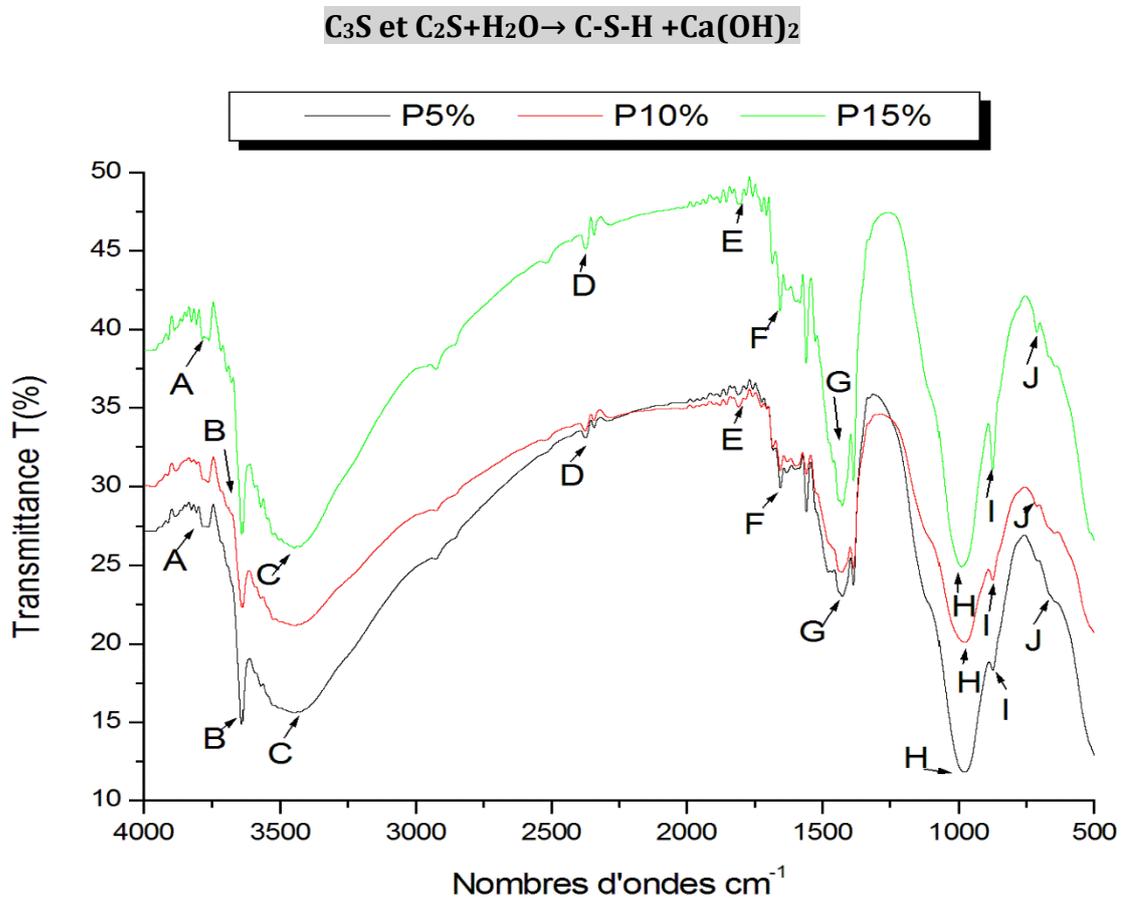


Figure 3.24 La superposition des spectres de IR de P5% P10% et P15%

Le tableau 3.11 présente les résultats d'identification des spectres IR obtenus pour la superposition des échantillons de 28 jours de cure.

Tableau 3.11 Superposition des spectres IR pour P5% P10% et P15%

Légendes	Identification des bandes	Nombres d'ondes (cm ⁻¹)
A	O-H portlandite Ca(OH) ₂	3790
B	O-H portlandite Ca(OH) ₂	3649
C	H ₂ O	3466
D	Si-O	1815
E	O-H	1657
F	CaCO ₃	1551
G	C-S-H	1447
H	S-O	975
I	C ₃ S	852
J	CaSO ₄	712

Interprétation des spectres IRTF des ciments échantillons de 28 jours permet d'obtenir les informations suivantes :

Détection du chaux hydraté (Ca(OH)₂) : une large bande d'absorption vers 3790 à 3649 cm⁻¹ (ν OH), accompagnée d'une bande vers 3466 cm⁻¹(H₂O), qui correspondent respectivement aux modes de vibrations de valence et de déformation de la liaison Si-O. De plus, la forte intensité de la bande vers 1815 cm⁻¹ révèle un taux bien défini d'eau [74].

Nous pouvons lire un épaulement vers 1447 cm⁻¹, accompagné d'une bande variable vers 1451 cm⁻¹ caractéristique des modes de vibrations d'élongation des liaisons C-O. Ces bandes d'absorption sont révélatrices de la présence de carbonate de calcium (CaCO₃), qui est certainement due à une légère carbonatation du ciment. Apparition de C-S-H sur une bande de 1447 cm⁻¹ qui est le résultat de la réaction d'hydratation [73].

Détection d'ettringite : une bande d'absorption vers 975 cm⁻¹(δ Si-O), qui correspondent respectivement aux modes de vibrations de valence et de déformation de la liaison Si-O des phases siliceuses C₂S et C₃S, ainsi que des

harmoniques vers 2930 cm^{-1} , 2853 cm^{-1} significatives de la présence du clinker [75].

Détection du gypse (CaSO_4) sur spectre de deux doublets à 712 cm^{-1} correspondent aux élongations de la liaison S-O des sulfates (SO_4^{2-}), caractéristiques de la présence du gypse.

3.8 Conclusion

La présentation des caractéristiques des matériaux utilisés, la composition des mélanges et les procédures expérimentales nous ont permis de mieux analyser les résultats et d'avoir une meilleure compréhension de l'influence des paramètres étudiés à savoir les taux de CKD et de fibres métalliques ajoutés et le rapport E/C sur le comportement mécanique des échantillons confectionnés à base de ciment portland.

Les résultats obtenus dans ce chapitre peuvent mener aux conclusions suivantes :

-La bonne graduation et le bon étalement permet de voir une finesse des CKD supérieure à celle de ciment grâce à une superposition granulométrique ;

-Selon l'essai de prise on constate que les CKD sont moins hydratées ce qui précipite le temps de début et fin de prise ;

-Les valeurs maximales des résistances sont obtenues à 5% de CKD pour les échantillons confectionnés avec un rapport E/C = 0.35 à 28 jours de cure par rapport à ceux de 7 et 14 jours, du fait qu'elle présente une bonne résistance à la compression et à la traction par flexion ;

-L'analyse chimique des échantillons par la méthode classique nous a permis d'identifier la similitude entre les composants des CKD et ciment portland, aussi une forte teneur en chaux et une faible teneur en résidus dans le ciment contrairement au CKD ce qui provoque l'expansion rapide. Cette analyse a été confirmée par la fluorescence X.

-L'analyse des échantillons par DRX nous a permis d'identifier les principales phases du ciment (Portlandite, C-S-H et ettringite) détectées pour la meilleure formulation (P5%) sur les mêmes pics, le taux d'absorption de ces différentes phases

a été identifiées par l'analyse IR d'où on a constaté le taux élevé d'absorption du C-S-H qui est le responsable de la résistance qui diminue par la substitution des CKD vue l'hydratation non achevée du silicates de calcium.

Conclusion Générale

CONCLUSION GENERALE

Tel que mentionnée en introduction, l'objectif principalement visé par cette étude est la détermination de l'effet de l'ajout des CKD récupérés de la cimenterie Sour El Ghoulane Algérie et les fibres métalliques issus d'usinage des pièces métalliques sur le comportement des matériaux cimentaires.

Le ciment portland a fait ses preuves au domaine de la construction, mais on cherche toujours un matériau qui donne un comportement meilleur, pour cet objectif nous avons essayé d'améliorer le comportement physicomécanique de ce dernier par l'utilisation des CKD et fibres métalliques.

D'une manière générale, nous pouvons dresser un bilan des principales conclusions dégagées après l'analyse des résultats obtenus :

Les résultats de l'analyse granulométrique par laser des CKD ont montrés que ces particules sont fines vue sa graduation et son étalement, d'où le fait qu'elles sont plus fines que le ciment.

La variation des rapports E/C pour déterminer le temps de prise nous a permis de prendre le rapport E/C = 0.35 qui donne un meilleur temps de prise.

L'analyse des résistances à la compression des pâtes cimentaires avec substitution des CKD en fonction du rapport E/C, a permis de quantifier distinctement l'effet physique lié aux variations du besoin en eau, et l'effet chimique lié aux modifications du processus d'hydratation du ciment dans le mélange. Ainsi, il apparaît que la formulation de P5% présente une meilleure résistance à la compression par rapport à 10% et 15 % et ceux avec addition des fibres métalliques.

L'utilisation des fibres métalliques révèle une faible résistance à la flexion par traction, à l'âge de 28 jours de cure la résistance de la pâte cimentaire reste meilleure par rapport aux autres échantillons, aussi une graduation descendante des

pourcentages substituées et de l'addition des fibres, cela signifie que ces mélanges ne présentent pas un avantage pour avoir un bon comportement, ce qui confirme notre choix sur la meilleure formulation (P5%).

L'analyse chimique de nos échantillons montre un taux de chaux élevé et en silice à la présence des CKD et des fibres ce qui justifie leurs expansion. L'hydratation des différents formulations par les techniques de caractérisation a permis de mettre en évidence que dans les différents échantillons, la Portlandite est le constituant qui présente le taux le plus élevé et elle donne naissance à des d'autres phases complexes.

L'analyse par DRX a montré les principales phases présentes dans nos matériaux à savoir : la Portlandite, calcite, silice, C-S-H, CAO...etc. Cette analyse a été accompagnée par l'analyse IR qui a confirmé le taux majoritaire des principales phases détectées sur les matériaux cimentaires.

En guise de perspective, il serait intéressant de travailler sur une méthode d'optimisation d'une formulation des matériaux cimentaires pour un pourcentage <5% de CKD et un autre ajout tel que les cendres volantes riche en silice plus un adjuvant d'une manière à avoir un bon comportement en prenant plusieurs indicateurs sur le plan expérimental, et cela afin de confirmer avec certitude le paramètre ayant le plus d'influence sur le comportement physico-mécanique.

BIBLIOGRAPHIE

[1] : GUIMER, T. «Contribution de l'addition minérale sur les caractéristiques physico-mécaniques des liants et mortiers». Thèse Doctorat Université de Biskra Algérie 2007.

[2] : BOUZEROURA, M. «Influence des déchets (fibres métalliques et boues) sur le comportement des bétons et mortiers». Thèse Doctorat Université de Bejaia Algérie 2017.

[3] : OUARET, S. BOUNCEUR, N. «valorisation des fibres métalliques (fibres bcr) dans les bétons». Université de Bejaia. 2013.

[4] : MOUDILOU, E., «Cinétiques et mécaniques de relargage et des métaux lourds présents en traces dans les matrices cimentaires». CTG, Italcementi. Université d'orleans. Thèse d'état, Décembre. 2000.

[5] : AFNOR. Ciment-partie 1 : Compositions, spécifications et critères et conformité des ciments courants EN 197-1. 2000.

[6] : KHOUAN, F.LEBDIRI, Z. «Caractérisation et utilisation de poussières de four de ciment CKD dans la Stabilisation/Solidification des déchets de l'unit B.C.R Bourdj-Menaïel Boumerdès».2016.

[7] : Etapes de la fabrication de ciment, clé5d8828.

[8] : CHARRON, C : L'industrie de ciment, données générales. Ecole thématique "matériaux cimentaires", Septembre 2008.

[9] : DREUX G. et FESTA J., «Nouveau guide du béton et de ces constituants», 8 édition, édition Eyrolles, p.409.1998.

- [10] : HASSAN K.E, GABERA J.G. and MALIEHE R.S., «The effet of mineral admixtures on the proprties of high performance concret». Cement and Concret Research, vol.22, p.267-371,2000.
- [11] : KHAYAT K. Les ciments. Béton Canada. Technologie du béton, 1995.
- [12] : GUETTALA. S Contribution à l'étude de l'influence de l'ajout du sable finement broyé au ciment, sur les performances physico-mécaniques, la déformabilité & la durabilité du béton, Thèse de Doctorat de l'université de Biskra Algérie, 2012.
- [13] : BYFORS K., Influence of silica fume and flysh on chloride diffusion and PH values in cement paste. Cement and Concret Research, vol.17 (1), p.115-130,1987.
- [14] : TAYLOR H.F.W., Cement chimistry, Academic Press, London, 1990.
- [15] : VERNET C. Introduction to Portland cement chimistry, In P. Colombet and A.R. Grimmer, editor, Application of NMR spectroscopy to cement science, Cordon and Breach, London, pages 29-53. 1994.
- [16] : ABSI, E. béton de fibres, synthèse des études et recherches réalisées au CEBTP, Annales de l'ITBTP N°520, 1994.
- [17] DAMIDOT D., NONAT A., BARRET P., BERTRANDIE D., ZANNI H. and RASSEM R., «C₃ Shydratation in diluted and stirred suspensions, 3.NMR study of C-S-H precipitated during the two kinetic steps» Advance in cement Research, vol.7 (25), p.1-8,1995.
- [18] : HATIMI I.D., «Contrebutions à l'étude physico-chimique de la consolidation des poussières de four de cimenterie par des cendres volantes». Université de Scherbook (Québec), Canada, 1999.
- [19] : TAYLOR, H. F. W. The reactivity of cernent compounds with water, Proc. 10th intl React Solids, Dijon, Elsevier, Amsterdam, 1984.
- [20] : TAYLOR, H. F. W. Proposed structure for calcium silicate hydrate gel, Journal of Arnencan Ceramic Society, vol. 69, N°6, 464-467. 1986.
- [21] : REGOURD, M. L'hydratation du ciment Portland. " Le béton hydraulique " Paris. Presses de l'école nationale des ponts et chaussées, 5 13p. 1982.

- [22] : BEAUDOIN, I. I., BROWN P. W. The structure of hardened cement paste. Materials research laboratory, the Pennsylvania University, U.S.A, p.485-517. 1992.
- [23] : PASCAL, P. Nouveau traité de chimie minérale, tome IV p. 529 et 435. 1958.
- [24] : HARD, R. 1. The kinetics of hydration of calcium sulfate hemihydrate : a critical comparison of the models in the literature. Cement and Concrete Research, vol. 21, N°25, p. 885-895. 1994.
- [25] : MANDER, J. E., SKALNY J., Calcium alkali sulfates in clinker. Ceram. Bull., vol. 56, N°11, p. 987-990. 1977.
- [26] : FRIGIONE, G., Gypsum in cement in advances in cement Technology, S. N. Ghosh, ED., Pergamon Press Ltd., Oxford. 1983.
- [27] : SUZUKI, K., ITO, S., MSHMAWA, Y., SHINNO., Effect of Na, K and Fe on the formation of C_2S . Cement concrete research, Vol. 16, N°6, p. 885-892. 1986.
- [28] : REGOURD, M., CHROMY, S., HJORTH, L., MORTUREUX, B., CUMIER, A., Polymorphisme des solutions solides du sodium dans l'aluminate tricalcique, Journal of Applied Crystallography, vol. 6, N°5, p. 355-364. 1973.
- [29] : MEHTA, P. K., Stability of ettringite on heating. Journal of American ceramic society, vol. 55, N°1/2, p. 55-56. 1972.
- [30] : MOORE, A. E., TAYLOR, H. F. W., Crystal structure of ettringite-Acta cryst B26, p 386-393. 1970.
- [31] : LACHAUD R., Thaumasite et ettringite dans les matériaux de construction, Annales de l'institut technique du bâtiment et des travaux publics, Paris, N°3 70, p. 1-7. 1979.
- [32] : MEHTA, P. K., Mechanism of expansion associated with ettringite formation, Cement and concrete research, vol. 3, N°1, 1973.
- [33] : DIVET, L., Synthèse bibliographique : Activité sulfatique dans les bétons consécutifs l'oxydation des pyrites contenues dans les granulats. Bulletin de liaison des laboratoires des ponts et chaussées. N° 201. P.45-63. 1996.
- [34] : BENSTED, J., VARMA, S. P., "Studies of thaumasite" Part II : Silicates industriels (Belgique) vol. 34, N°1, p. 11-19. 1974.

- [35] : GHOUZLANE S., «Conception et caractérisation des géotechnique des barrières environnementales à base des poussières de four de cimenterie et des cendres volantes». Université de Scherbook (Québec), Canada, 1997.
- [36] : SAMET, B. «Effets des paramètres de cuisson sur la distribution des alcalis et sur l'hydratation des ciments», Thèse de doctorat ès sciences appliquées, Université de Sherbrooke Québec, Canada, P200. 1995.
- [37] : BUCCHI, R. « Features on the rôle of minor compounds in cernent clinker», Part II, World Cernent Technology., vol. 12, N°6, p. 258-273. 1981.
- [38] : TAGNIT-HAMOU A., SARKAR, S. L. « The influence of varying sulfur content on the microstmcture of commercial clidcers and the properties of cernent», World Cemcni Technology, vol. 2 1, N° 9, p.389. 1990.
- [39] : Gupta et Cicerone.1998.
- [40] : CPCA (Association Canadienne du Ciment Portland). An Analysis of Selected Trace Metals in Cernent and Kiln Dust, USA., p35. 1992.
- [41] : BENJAMIN, W., KRAMER, H., G.W., Caractérisation of U.S. cernent kiln dust, Bureau of mines, US Department of Interior. 1982.
- [42] : LAI, G.-C., NOSIRI, T. et NAKANO, K.4., « Studies of the stability of C₂S and the mechabism of stabilization». Cernent and Concrete Research, vol.16, N°4, p.587-601. 1986.
- [43] : WOERMANN, E. HAHN, T. EYSEL, W. «The substitution of alkalies in tricalcium silicate». Cernent Concrete Research, vol.9, N°6, p. 701-711. 1979.
- [44] : MILLER, C.T., BENSCH, D.G., COLONY, D.C. « Use of cernent-kiln dust and fly ash in pouzzolanic concrete base courses». Transportation Research Record 754, Transportation research board national academy of sciences, p. 36-41. 1980.
- [45] : BHATTY, M.S.Y., «Use of cernent kiln dust in blended cements-aikali-aggregate reaction expansion». World Cernent, vol. 16, N°10, p. 386,388-390,392. 1985.
- [46] :RHOUZLANE,S.«Caractérisation géotechnique des barrières environnementales à base de poussières de four de cimenterie et de cendres volantes».These de doctorat. Faculté desz sciences appliquées,Université de Sherbrooke,P215.1997.

- [47] : RHOUZLANE, S., BELLALOU, A., BALLIW, G., LEVAQUE, J. G. «Investigation on the stabilization and consolidation of cement kiln dust using mineral admixtures. Soumis à la revue Environmental and Engineering Geoscience». 1998.
- [48] : VINCENT, A. «Entreposage des déchets de cimenterie en carrière rocheuse», rapport de stage GR 93-09-03, Université de Sherbrooke, Québec, Canada.
- [49] : ROUIS M, J. «Conception et Caractérisation de barrières hydrogéologiques à partir des poussières de four de cimenterie», Université de Sherbrooke, 1991.
- [50] : COLLINS R, J. «Kiln Dust-fly Ash Système for Highway Bases and Subbases», Report FHWA/RD-82/167, 1983.
- [51] : BALLIVY «Perméabilité et résistance au lessivage de poussières de four de cimenterie d'Alpena», ciment Canada Lafarge, 1987.
- [52] : DHANAM L. « Mix-design of soil-fly ash for canal lining, Proceedings seventh international ash utilization conference», Orlando Florida (USA), vol. 1, p. 3-7, 1985.
- [53] : COLLINS R, J et Emery J.J, «Kiln Dust-fly Ash Système for Highway Bases and Subbases», Report FHWA/RD-82/167, 1983.
- [54] : NAPLIERALA R., «Stabilization of the Subsoil with the Dust from the Kilns for Portland Cement Clinker Burning» Cement-Wapno-Gips, 1983.
- [55] : BAGHDADI Z, A. «The Potential of cement kiln dust for the Stabilization OF Dune Sand in highway Construction, Building and Environment », 1990.
- [56] : McCOY W, J. « Use of Cement kiln Dust for soil consolidation, Lehigh Portland cement, Allentown, Pennsylvania », USA, 1971.
- [57] : ZAMAN M., «Soil Stabilization using Cement Kiln Dust», in 7th International Conference on Expansive soils, Dallas, Texas, USA, 1992.
- [58] : BELLALOU, A «Stabilisation des résidus miniers acides par les poussières de four de cimenterie». Colloque NEDEM, 29-30 oct, Rouyn-Noranda (Québec), vol. 2, p.217-230-1996.
- [59] : ROUIS J. «Use of the Cement residual Kiln Dust landfill liner», Cement Industry to Waste Management, CPCA Conference, 1992.
- [60] : SAYAH A, I., «Stabilisation of expansive clay using cement kiln dust», University of Oklahoma, USA, 1993.

- [61] : NICHOLSON, J. P «Mixture for pavement bases and like», U.S.Patent 4, 018,617.
- [62] : BALLNY, G ; ROCIIS, J. BRETON, D.,(1992) «Use of cernent residu kiln dust as landfill liner,Cernent industry solutions to waste management»,C.P.C.A Conférence, Calgary, p.99.
- [63] : PAILLERE, M.A «Le béton de fibres métalliques état actuel des connaissances», Annales de l'ITBTP N ° 515 ,1993.
- [64] : Moussaceb, K. «Optimisation du système de gestion de l'homogénéisation du cru et du processus technologique de fabrication de ciment dans le système carrière usine de fabrication»,2007
- [65] : BENRAGOUBA F, ALLOU S. « Automatisation et supervision d'une station D'ensachage de la cimenterie de Sour el Ghozlane par API s7-300». 2016.
- [66] : National Institu Of Stanndards And Technology
- [67] : Michel, F, Courard, L «GEMME - Matériaux de Construction, Département de Géorressources, Géotechnologies et Matériaux de Construction, Université de Liège, Belgique».
- [68] : AFNOR, NF X316211 «Caractérisation du déchet –Essai de lixiviation d'un dechet solide initialement massif ou généré par un procédé de solidification» ,2012.
- [69] : Article sur chimie de ciment. «<http://www.scaek.dz/documents/14.pdf>»
- [70] : QIAN, G., XU, G., LI, A. « The effects of autoclave temperature on the expansion and hydrothermal products of high MgO blended cements. Cernent and Concrete Research», vol. 28, no 1, p. 1-6, 1998.
- [71] : HANSEN, PRESSLER (1947) Ind. Eng. Chem. 1280 p.
- [72] : MOLLAH, MY.KESMEZ, M.COCKE, DL.An x-ray difraction (XRD) and transform infrared spectroscopic (FT-IR) investigation of the long-term effect of the solidification/stabilization (S/S) of aresenic (V) in portland cement type-V.The Science of Total Environment 325 :255-262,2004.

[73] : SILVA, DA. ROMAN, HR. GLEIZE, PJP. « Evidences of chemical interction between EAV and hydrating Portland cement.Cement and Concrete Research » 32 :1383-1390,2002.

[74] : FARCAS. F, TOUZE. Ph.« Infrared Fourier Transform (IRFT) spectrometry.A valuable technique for carактерizing cement ».

[75] : DIVET, L RANDRIAMBOLOLONA R. « Delayed ettringiteformation : the effect of températute and basicity on the interaction of sulfate ans C-S-Hphase.Cement and Concrete Research», vol 28, p 357-363

ANNEXES

Directive 019

Paramètres	Concentration maximale acceptable d'un échantillon instantané à l'effluent non dilué (moyenne arithmétique mensuelle) (mg/l)
Arsenic total	0,5
Cuivre total	0,3
Nickel total	0,5
Plomb total	0,2
Zinc total	0,5
Fer total	3,0
Cyanures totaux	1,5
Cyanures disponibles	0,1
Matières totales en suspension	25,0
Hydrocarbures	15,0
PH	Valeurs autorisées de 6,5 à 9,5



Direction générale

Département qualité

FICHE TECHNIQUE CEM I

➤ Analyse		Résultats
% perte aux feux		1.93
% SO ₃		2.06
%CaO _l		0.84
Refus (45 μm) voie humide		18.40
SSb (g/cm ²)		3244
La densité ρ (g/m ³)		3.4782
➤ Analyse complète		
Analyse		Résultats
% SiO ₂		21.29
%CaO		64.68
% Al ₂ O ₃		4.72
%Fe ₂ O ₃		3.49
%MgO		0.44
%LSF		95.89
%MS		2.59
%MA		1.35
%C ₃ S		60.61
%C ₂ S		15.36
%C ₄ AF		6.60
%C ₃ A		10.61
➤ Analyse physique		
Age de conservation	flexion	Compression(Mpa)
1jr	4.50	19.85
2jrs	5.56	28.10
7jrs	6.49	45.65
14jrs	5.86	50.20
28jrs	7.05	57.10
60jrs	6.39	65.67
➤ Délai de prise		
Début de prise		110 minutes
Fin de prise		295 minutes
➤ Expansion		00 mm
➤ Consistance normale		25.8 %