



Université Abderrahmane Mira-Bejaia

Faculté de Technologie

Département des Mines et géologies

Memoire de Fin d'Etudes

En vue de l'obtention du Diplôme de Master en Mines
Option : Valorisation des Ressources Minérales

Présenté par

M^{elle} AMITOUCHE Nissa

M^{elle} FOUGHALI Yasmine

Thème

Contribution à l'étude des propriétés physico-mécaniques des plâtres α et β avec l'ajout des fibres et de super plastifiant. CETIM-Boumerdesse.

Soutenu le 27/ 06 /2016 devant le jury composé de:

Présidente: M^{me} AZIZOU.Z

Promoteur: M^r ARKOUB.H

Examineur: M^r AYADEN.I

Année Universitaire: 2015-2016

Remerciement

Ce n'est pas qu'il est difficile de remercier tous ceux qui ont participé de près ou de loin à ce travail, mais il faut avouer que les formules sont nombreuses et que le choix des bons mots a été toujours difficile. Entre vifs, sincères, profonds et je passe les obscures subtilités de la langue française, le choix de la formule de remerciements est difficile.

Nous commençons par remercier le dieu tout puissant, de nous avoir donné le courage et l'optimisme de finir ce travail.

*Nous tenons à remercier vivement notre promoteur **M^r: ARKOUB. H,** pour ses conseils, ses orientations et sa disponibilité durant l'élaboration de ce travail.*

*Nous adressons aussi nos sincères remerciements à l'ensemble de jury **M^R AYADEN** et **M^{me} AZIZOU** des enseignants de faculté de technologie de Béjaia qui nous ont accompagnés tout au long de notre formation.*

*Nous présentons nos chaleureux remerciements aux membres du Centre d'Etude Technologique Industriel des Matériaux de Construction (CETIM) pour leur aide pendant la durée du stage, en particulier : le chef du laboratoire Liants **M^r Bellal** aussi **M^r Amelal** et **M^{me} Ben sghir**.*

*Sans oublier les responsables de l'usine COLPA **M^r AIBA**, ainsi **Taàrabt** et enfin le responsable de la qualité **S.Kamel**.*

Nous remercions également toutes personnes ayant contribué de près ou de loin à la finalisation de ce travail.

...NISSA et YASMINE



Dédicaces

Il est des moments dans la vie où l'émotion et si intense que ceux qu'on aime nous viennent immédiatement à l'esprit.

C'est donc là une occasion de m'adresser à eux et leur faire part de mes sentiments :



A ma chère et tendre maman qui a souffert à m'élever sans jamais se plaindre et donnée de l'affection dans limite.

Je pense à mon père pour sa présence permanente, c'est en plus mon autre enseignant à domicile.

Mes frères Said et Mohamed que j'aime énormément, eux qui m'ont encouragé par le leur exemplarité.

A mes sœurs Samira et Dihia.

A mes chères amis Yacine et Brahim.

A ma chère monya .

Cette dédicace est aussi aux étudiants que j'ai côtoyés notamment :

Yasmine Foughali (ma binôme), imen, said, amel, ikram, malika hyate, sid ali, hamza, farah, nesrine, lynda, hafid, aimad et farida.

et sans oublier toute les gens que j'ai connu à la fac .

Enfin pour tous les gens qui m'estiment espérant bien que je n'ai oublié personne dans cette courte page.

Signé :

Amitouche Nissa .



Dédicaces

Et ne voilà-t-il pas une occasion pour dire quelques mots en guise de reconnaissance pour tout ceux et celles qui ,sans cesse veillaient jusqu'à l'aube pour qu'aujourd'hui nous soyons la,

*A toi très chère Maman Merci pour avoir veillé sur moi ;
A toi mon père, qui m'a aidé à chaque instant de ma vie sans limite Grand Merci ;
Sans oublier ;*

Ma chère grande mère

Mes chers frères : Imad Eddine et Safwan ; qui m'ont aidé pour avoir ce dont j'ai besoin.

Qui m'ont soutenu en moral et matériel pendant mes années d'études.

Mes chères sœurs ; Manal et Sirine ;

Et je tiens à dédier ce modeste travail à :

La Famille FOUGHALI et BOUGANAYA

*Mes copines surtout: Nissa (mon binôme), Ikram, malika hayet, Habiba, Fatima.K,
Fatima.O, Ines , Narimane,sarra,Amira,Naima, et beaucoup d'autres ...*

et sans oublier M^{eme} BENSGHIR Mouniya ,mon groupe VRM et toute les gens que j'ai connu à la fac .

Enfin pour Tous les gens qui m'estiment espérant bien que je n'ai oublié personne dans cette courte page.

Signé :

FOUGHALI Yasmine



SOMMAIRE

Liste de figures

Liste des tableaux

Abréviation

Introduction générale

Chapitre I : Le système $\text{CaSO}_4\text{-}2\text{H}_2\text{O}$

Introduction.....	1
1. Le gypse (la pierre à plâtre)	1
2. La structure cristalline du gypse	1
3. les différents types de gypse	2
3.1. Le gypse naturel	2
3.2. Le gypse de synthèse	3
4. Formation du gypse	3
5. Les propriétés principales du gypse	4
6. Les différentes phases du système $\text{CaSO}_4\text{-}2\text{H}_2\text{O}$	4
6.1. Les phases semihydrates α et β	4
6.2. Les anhydrites	6
6.3. Propriétés physico-chimiques des différentes phases	6
7. La décomposition du gypse	8
8. Cinétique de la décomposition du gypse	8
9. Bases physico-chimiques de l'hydratation	8
9.1 Les mécanismes possibles	8
9.1.1. La théorie colloïdale	9
9.1.2 La théorie de la cristallisation	11

SOMMAIRE

9.2. La réaction d'hydratation du plâtre	13
9.2.1. Les modificateurs de prise (accélérateurs et retardateurs)... ..	15
10. Comportement au feu d'une matrice de gypse	17
Conclusion	19

Chapitre II : Fabrication du plâtre – Essais sur produit fini.

Introduction	20
I. Fabrication du plâtre	20
1.1. L'extraction de gypse	20
1.2. Le concassage – le calibrage	20
1.3. La cuisson	21
1.3.1. La cuisson du plâtre bêta	22
1.3.2. La cuisson du plâtre alpha.	22
1.4. Broyage	24
1.4.1. Broyage standard	24
1.4.2. Le broyage/sélectage	24
1.5. L'homogénéisation et l'adjuvantation	24
1.6. Le contrôle et validation du produit	25
1.7. Le conditionnement et logistique	25
2. Caractéristiques des variétés alpha et bêta	25
3. Les types de plâtre	25
4. Cinétique d'hydratation du plâtre	28
5. Facteurs influents sur la prise et le durcissement	29

SOMMAIRE

5.1. Les adjuvants	29
5.1.1. Les accélérateurs de prise	29
5.1.2. Les retardateurs de prise	29
6. Variation du volume	29
II. Essais sur produit fini	30
1. Analyse chimique	30
2. Analyse minéralogique	31
2.1. Technique pétrographique	31
2.2. La technique de la diffraction RX (DRX)	31
1. Contrôle de production du plâtre (analyse des phases)	32
2. L'humidité	32
3. La dureté	33
4. La teneur en eau de cristallisation	33
5. Essais physiques	33
7.1. La finesse	33
7.1.1. Le poids spécifique	33
7.1.2. La surface spécifique de BLAINE (SSB).....	34
7.1.3. Analyse granulométrique	34
7.1.4. La masse volumique.....	34
7.2. L'eau de gâchage	34
7.3. Le temps de prise	34
7.3.1. Début de prise	35
7.3.2. Fin de prise	35

SOMMAIRE

8. Essais mécaniques	35
8.1. Résistances mécaniques à la rupture par flexion (R_f)	35
8.2. Résistances mécaniques à la rupture par compression (R_c).....	36
9. La résistance au feu	46
10. Influence des divers paramètres sur la résistance au feu	37
10.1. Type de plaques de plâtre utilisé pour l'intervention au feu	37
10.2. Epaisseur massique des plaques de plâtre	37
11. Résistance thermique	38
Conclusion.....	39

Chapitre III : Généralités sur les super plastifiants – Les fibres à plâtre.

Introduction	40
1. Qu'est-ce qu'un super plastifiant ?	40
1.1. Structure chimique des super plastifiants	41
1.2. Mécanisme de dispersion des super plastifiants	41
1.2.1. Adsorption	41
1.2.2. Répulsions électrostatiques et stériques interparticules	41
1.2.3. Mécanismes d'actions	42
2. Description du MEDAFLOW 30	43
2.1. Domaine d'application	43
2.2. Propriétés du MEDAFLOW 30.....	44
2.2.1. Sur le béton frais	44
2.2.2 Sur le béton durci	44

SOMMAIRE

2.3. Caractéristiques	45
2.4. Mode d'emploi	45
2.5. Dosage	45
2.6. Conditionnement de stockage	45
2.7. Délai de conservation.....	45
2.8. Précaution d'emploi	45
3. Les fibres naturelles	46
3.1. Généralités	46
3.2. Caractéristiques physiques et mécanique des fibres naturelles	47
3.3. Caractéristiques chimiques des fibres naturelles	47
3.4. Domaine d'utilisation	47
3.5. Traitement des fibres	48
4. Les principales propriétés des fibres naturelles	48
4.1. Les propriétés physiques	48
4.2. Les propriétés thermo physiques	48
5. Les fibres synthétiques	49
5.1. Généralités	49
5.2. Principaux avantages.....	50
5.3. Principales limitations	50
5.4. Compositions	50
6. Propriétés des fibres de verre	52
6.1. Remarques préliminaires	52
6.2. Propriétés générales	52

SOMMAIRE

6.3. Propriétés mécaniques des fibres	53
6.4. Le mat	53
6.4.1. Mats de fils coupés	54
6.4.2. Mats de fils continus	54
6.4.3. Mats de surface et Overlay	54
6.5. Domaine d'utilisation	54
6.5.1. En renforcement	55
6.5.2. En isolation	55
6.5.3. En optique	55
6.5.4. En télécommunication	55
6.6. Conditionnement et utilisation	56
6.6.1. Transport et Stockage	56
6.6.2. Hygiène et Toxicité	56
Conclusion	56

Chapitre IV . Protocoles expérimentaux

Introduction	57
1. Préparation de la matière première	57
1.1. Séchage de la matière première	57
1.2. Le concassage	57
1.3. La granulométrie du gypse	58
1.4. L'analyse chimique du gypse d'El Adjiba	58
1.5. L'analyse minéralogique du gypse	59

SOMMAIRE

2. Fabrication du plâtre	59
2.1. Fabrication du plâtre alpha ($\alpha - \text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$)	59
2.1.1. La cuisson de la matière première (le gypse).....	59
2.1.2. Séchage du plâtre humide obtenu	60
2.1.3. Broyage	61
2.2. Fabrication du plâtre bêta ($\beta - \text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$)	61
2.2.1. Broyage	62
3. Essais sur produit fini	62
3.1. L'analyse chimique de deux types de plâtre α et β	62
3.2. Analyse minéralogique	62
3.2.1. La technique de la diffraction X (DRX)	62
3.3. L'analyse des phases	62
3.3.1. Eau de cristallisation	62
3.3.2. Détermination de l'anhydrite soluble A III.....	63
3.3.3. Détermination de l'hémi-hydrate HH	63
3.3.4. Détermination du Dihydrate DH	64
3.3.5. Détermination de l'anhydrite difficilement soluble A II _s	65
3.3.6. Détermination de l'anhydrite insoluble A II _u	65
3.3.7. Détermination des impuretés	65
3.4. Essais physiques	65
3.4.1. Finesse	66
3.4.2. La masse volumique	68
3.4.3. Détermination du rapport (eau/plâtre)	70

SOMMAIRE

3.5. Détermination du temps de prise	71
3.6. Préparation des éprouvettes	71
3.7. Conservation des éprouvettes	72
3.8. Détermination de la dureté	73
3.9. Les essais mécaniques	73
3.9.1. Les résistances mécaniques à la rupture des plâtres α et β	73
3.10. Influence des ajouts sur les plâtres alpha et bêta	75
3.10.1. Ajout des Superplastifiants (Essai avec le MEDAFLOW 30)	75
3.11. La résistance mécanique à la rupture avec l'ajout des fibres	75
3.11.1. Ajouts des fibres de verre	75
3.11 .2. Ajouts des fibres naturelles	76
Conclusion.....	76

Conclusion générale.

Vu historique.

Lieu de stage

Recommandations.

Bibliographie.

Annexe

LISTE DES FIGURES

Figure I.1 : Projection de la structure cristalline du gypse sur le plan (001).....	1
Figure I.2 : Rose des sables.....	2
Figure I.3 : Albâtre	2
Figure I.4 : Sélénite	2
Figure I.5 : Mécanisme de formation de gypse au milieu marin lagunaire.....	3
Figure I.6 : Photos prises au MEB des deux formes de semi-hydraté.....	5
Figure I.7 : Solubilité des différentes phases du sulfate de calcium en fonction de la température.....	14
Figure I.8 : Faciès cristallographiques du gypse en présence d'adjuvants.....	16
Figure I.9 : Mécanisme schématisé de l'intervention au feu par les particules du gypse	18
Figure II.1 : Extraction du gypse à ciel ouvert	20
Figure II.2 : Concassage du gypse.....	21
Figure II.3 : Four de cuisson du gypse	21
Figure II.4 : Schéma de la déshydratation du gypse.....	24
Figure II.5 : Evolution de la cinétique d'hydratation du plâtre en fonction du temps	28
Figure II.6 : Schéma de la transformation du plâtre	28
Figure II.7 : Diffractomètre x	32
Figure II.8 : Mécanisme de la diffraction RX	32
Figure II.9 : Duromètre SHORE-A	33
Figure II.10 : La prise du plâtre	35
Figure II.11 : Essai rupture par flexion	36
Figure II.12 : Essai rupture par compression.....	36

LISTE DES FIGURES

Figure III.1 : Mécanisme d'action d'un super plastifiant	40
Figure III.2 : Potentiel zêta des particules de ciment en présence de super plastifiant	42
Figure III.3 : Schéma mécanisme d'action des super plastifiants sur les grains du ciment.....	43
Figure III.4 :Ecoulement au cône de Marsh ASTM C 939.....	44
Figure III.5 : Echantillon de fibre naturelle.....	46
Figure III.6 : Courbes contrainte déformation avant rupture de quelques fibres végétale.	48
Figure III.7 : Résistance à la traction des fibres de Dokar à l'état naturel en fonction de la longueur du spécimen de la fibre	48
Figure III. 8 : Fil de la fibre	49
Figure III.9 : Présentation des différents produits en verre textile	51
Figure III. 10 : Le mat	53
Figure IV.1 : Concasseur à mâchoires	58
Figure IV. 2. : L'autoclave	60
Figure IV.3: Broyeur à disque	61
FigureIV.4 : L'étuve	62
Figure IV.5 : Bain Marie	66
Figure IV.6 : Cellule de l'appareil du SSB	67
Figure IV.7 : Perméabilimètre de BILAN.....	68
Figure IV.8: La méthode non tassée	69
Figure IV.9 : La méthode tassée	70
Figure IV.10 : Méthode de saupoudrage.....	70
Figure IV.11 : Déroulement d'essais du temps de prise	71

LISTE DES FIGURES

Figure IV.12 : Déroulement de la confection des éprouvettes de plâtre.....	72
Figure IV.13 : Machine de flexion.....	74
Figure IV.14 : Machine de compression.....	75
Figure V.1 : Présentation graphique du taux de refus du gypse	78
Figure V.2 : Les différents constituants minéralogiques du gypse de Manhargypse.....	79
Figure V.3 :Diffractogramme de l'analyse minéralogique du gypse	79
Figure V.4 :Constituants chimiques du plâtre beta	80
Figure V.5 : Constituants chimiques du plâtre alpha	80
Figure V.6 :Diffractogramme de l'analyse minéralogique du plâtre α	81
Figure V.7 : Diffractogramme de l'analyse minéralogique du plâtre β	81
Figure V.8 : Présentation graphique du taux de refus du plâtre Bêta	84
Figure V.9 : Présentation graphique du taux de refus du plâtre alpha	85
Figure V.10 :Temps de prise des deux types de plâtres.....	87
Figure V.11 : Les résistances mécaniques à la flexion des plâtre Alpha et Bêta	88
Figure V.12 : Les résistances à la compression du plâtres alpha et Bêta	89
Figure V.13 : Résistance à la flexion des plâtres α et β + 0.5% de l'adjuvant.....	90
Figure V.14 : Résistance à la flexion des plâtres α et β + 1% de l'adjuvant	90
Figure V.15 : Résistance à la flexion des plâtres α et β + 2% de l'adjuvant	91
Figure V.16 : Résistance à la compression des plâtres α et β + 0.5% de l'adjuvant	92
Figure V.17 : Résistance à la compression des plâtres α et β + 1% de l'adjuvant	92
Figure V.18 : Résistance à la compression des plâtres α et β + 2% de l'adjuvant	92
Figure V.19 : Evolution de la résistance à la flexion après l'ajout des fibres de verre.....	94

LISTE DES FIGURES

Figure V.20 : Evolution de la résistance à la compression après l'ajout des fibres de verre pour le plâtre	95
Figure V.21 : Evolution de la résistance à la flexion après l'ajout des fibres naturelles pour le plâtre α et β	96
Figure IV.22 : Evolution de la résistance à la compression après l'ajout des fibres naturelles.....	97

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I.1 : Différences entre les sulfates de calcium semi hydratés α et β	5
Tableau I.2 : Les différentes phases du système $\text{CaSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ et leur caractéristiques physico-chimiques.....	7
Tableau II. 1 : Les caractéristiques des variétés plâtres Alpha et Bêta.....	27
Tableau II.2 : Valeurs nominales de conductivité thermique des liants à base de gypse et/ou plâtres pour enduit durcis.....	38
Tableau III.1: Evolution de la résistance du béton avec le MEDAFLOW 30	44
Tableau III.2 : Caractéristiques du MEDAFLOW 30	45
Tableau III. 3 : Propriétés mécaniques d'un matériau composé par 50% de fibres végétales et 50% de polypropylène (PP)	47
Tableau III. 4 : Composition des principaux types de verre de renforcement	50
Tableau V .1 : Résultats de l'analyse granulométrique	77
Tableau V. 2 : Les différents constituants minéralogiques de gypse	78
Tableau V. 3 : les différents constituants chimiques des plâtres (β , α).....	80
Tableau V. 4 : Eau de cristallisation de deux plâtres (β , α).....	81
Tableau V. 5 : Le taux des différentes phases	82
Tableau V.6 : la masse spécifique des deux types de plâtres.....	83
Tableau V. 7 : Résultats du SSB des deux types de plâtres	83
Tableau V. 8 : Résultats de l'analyse granulométrique des plâtres α et β	84
Tableau V.9 : la masse volumique des deux types plâtres	85
Tableau V.10 : Le rapport E/P des deux types de plâtres.....	86
Tableau V.11: Temps de prise des deux types de plâtre	87
Tableau V. 12 : les résistances à la flexion des plâtres (α , β) témoins	88

LISTE DES TABLEAUX

Tableau V. 13 : Les résistances à la compression des plâtres (α , β) témoins.....	89
Tableau V.14 : les résistances à la flexion des plâtres (α , β) + adjuvant en fonction de l'âge	90
Tableau V.15 : les résistances à la flexion des plâtres (α , β) + adjuvant.....	91
Tableau V.16 : Résultats de la résistance à la flexion après l'ajout des fibres de verre.....	93
Tableau V. 17 : Résultats de la résistance à la compression après l'ajout des fibres de verre	94
Tableau V.18 : Résultats de la résistance à la flexion après l'ajout des fibres naturelles	96
Tableau V.19 : Résultats de la résistance à la compression après l'ajout des fibres naturelles	97

LISTE D'ABREVIATIONS

CETIME : centre d'études et de services technologiques de l'industrie des matériaux de constructions.

SPA : Société Par Action.

SNMC : Société Nationale de Développement des Matériaux de Construction.

MO : Mode Opérateur.

NA : Norme algérienne.

PBC : Périodic Bond Chain.

MPa : Mega pascal.

COLPA : Cosider Lafarge Plâtre Algérie.

EN : Européenne Norme.

PGC : Plâtre Gros de Construction.

PFC : Plâtre fin de Construction.

THD : Plâtre pour enduit de très Hautes Dureté.

FX : Fluorescence x.

DRX : Diffraction des Rayons X.

AII : Anhydrite Soluble.

HH : Héli-Hydrate.

DH : Dihydrate.

PS : poids Spécifique.

SSB : surface spécifique de BLAINDE.

PV : procès verbale.

MV : Masse Volumique.

E/P : Eau / Plâtre.

DP : Début de prise.

FP : Fin de Prise.

LISTE D'ABREVIATIONS

RF : Résistance à la Flexion.

RC : résistance à la Compression.

NC :Naphtaline Sulfate.

E/C : Eau/Ciment.

PCE : Poly carboxylates d'Ethan.

UV : Ultra Violet.

RTM :Resin Transfer Molding.

S-RIM : Structural- Reaction Injection Molding.

GRP:GlassRenforcede plastic.

GRE: Glass Reinforced Epoxy.

PF: perte au feu.

EPMC : Entreprise de production de matériaux de construction.

EPE : Entreprise pour l'environnement.

GRG : Glassrenforcedgypsum.

CNERIB : Centre National d'étude et des Recherches intégrées du Bâtiments.

FPC : Formation Professionnelle Continue.

BAP : Branche d'Activité Professionnelle.

AFNOR : association Française de Normalisation.

ISO:Organisation International de Normalisation.

CSTB: Centre Scientifiqueet Technique du Batîment.

ATG:AnalyseThermogravimétrique.

ATD:Analyses Thermodifférentielles.

ASTM: American Society for Testing and Material.

Depuis l'antiquité, l'homme a toujours été préoccupé par l'amélioration de ses conditions de vie ; la recherche du confort est chez lui permanente et perpétuelle. De nombreux savants ont consacré beaucoup de leurs temps à la recherche. Les matériaux de construction ont, à cet égard, constitué un des thèmes d'importance.

Le sol et le sous-sol de notre pays regorgent de réserves significatives en minéraux qui sont insuffisamment ou pas du tout exploitées. Compte tenu des défis de l'Algérie dans le domaine de la construction, des études et des recherches sont engagées pour la réalisation de nouvelles unités de production (plâtrières, cimenteries, unités de production de chaux etc.).[1]

Notre étude portera sur l'un de ces matériaux, le plâtre en l'occurrence. Il s'agit d'une poudre blanche produite par la calcination du gypse.

L'importance du plâtre dans le domaine de la construction prend certes de plus en plus d'ampleur, mais représente un taux faible par rapport à d'autres liants, malgré qu'il présente de nombreux avantages (prix, légèreté, maniabilité, sécurité, propriété écologique etc.).

Le recours excessif au ciment, notamment pour les revêtements, se traduit par des coûts élevés des ouvrages ainsi que l'augmentation injustifiée de leur masse (le ciment étant bien plus lourd que le plâtre).

Le plâtre, qui est ainsi concurrencé, demeure peu compétitif malgré ses nombreux avantages. Cette situation cache naturellement des raisons plus ou moins objectives que nous nous sommes attelés à identifier.

C'est ainsi que deux contraintes essentielles concourent à ce déclassement du plâtre au profit du ciment. Il s'agit essentiellement de :

- Sa fragilité face à l'humidité.
- Ses performances en matière de résistance.

Pour la première cause, il s'agit de contrecarrer cette réputation par des procédés de communication modernes en insistant sur le caractère semi-aride de notre climat (avec des risques très limités) donc ; ce qui devrait objectivement encourager au recours à ce produit.

La seconde raison par contre est bien justifiée, il y a lieu de lever cette contrainte majeure, liée à la résistance en définissant un procès technique d'amélioration des performances en la matière.

INTRODUCTION GENERALE

L'objectif de ce travail, est la contribution à l'étude des propriétés physico-mécaniques des deux types de plâtre alpha (α) et bêta (β). En ayant recours à l'utilisation des ajouts comme les fibres de verre, les fibres naturelles et les adjuvants catalyseurs.

Dans le premier Chapitre, il est nécessaire de faire le point sur les connaissances actuelles sur le système $\text{CaSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$; c'est l'os de la structure du plâtre, et sur ses propriétés mécaniques. Les hypothèses déjà publiées sur l'influence de l'eau sur le comportement mécanique sont exposées et analysées. Des études complémentaires sur d'autres matériaux pouvant intéresser ce travail sont également considérées.

Dans le deuxième chapitre on a présenté le processus de fabrication du plâtre et sa mise en œuvre, ainsi que les essais et les techniques expérimentales utilisées pour le caractériser et le classer.

Le troisième chapitre présente quelques généralités sur les super plastifiants : leur mode d'action, leurs influences sur les propriétés physico-mécaniques, leurs structures chimiques, et leurs caractéristiques en générale, ainsi que la caractérisation des fibres à plâtres dont : les fibres de verre et les fibres naturelles.

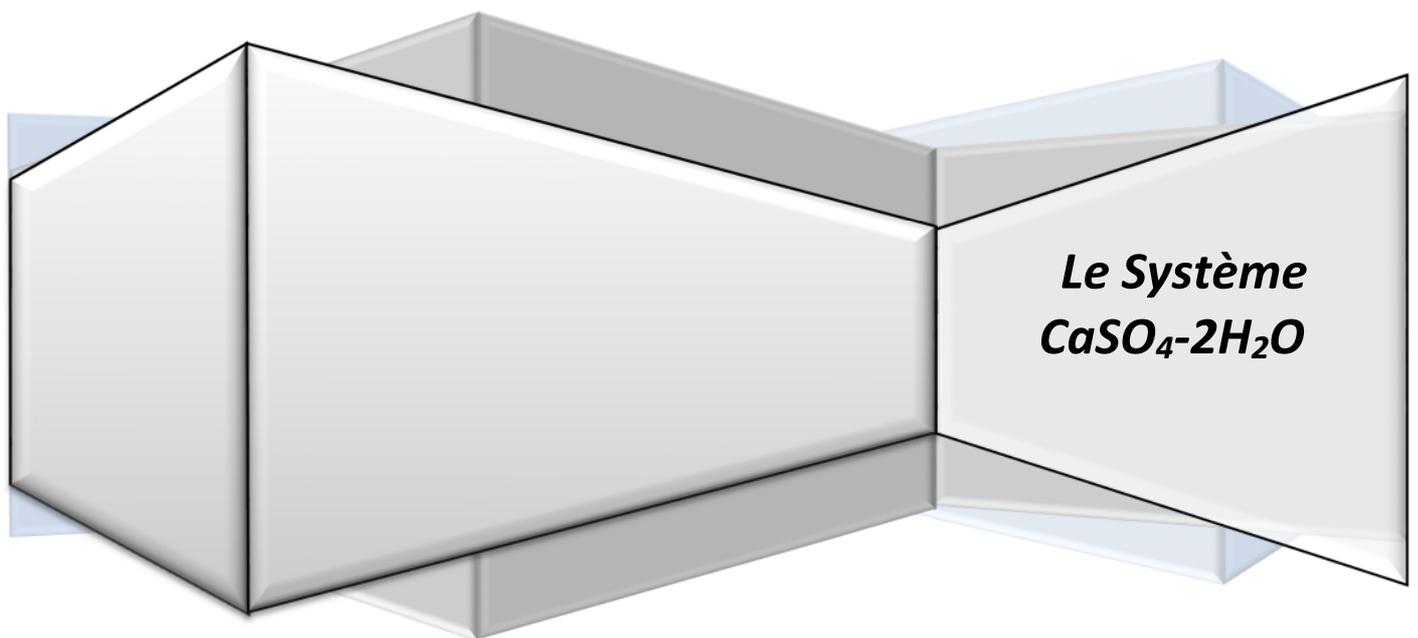
L'expérimentation est inscrite dans le quatrième et le cinquième chapitre, par des différents essais soit physiques, chimiques ou bien encore mécaniques dans le but d'obtenir des résultats souhaités, inscrits, représentés graphiquement et enfin, interprétés.

Une conclusion générale, termine ce mémoire en synthétisant les principaux résultats obtenus par notre travail.

Partie théorique



Chapitre 1 :



Introduction :

Dans ce chapitre on va décrire le système $\text{CaSO}_4\text{-2H}_2\text{O}$ ainsi que tout ces propriétés en générale et les différents phases de ce système (plâtre α et β) .

1. Le gypse (la pierre à plâtre) :

Définition :

La pierre à plâtre ou gypse naturel est un minéral formé par le sulfate de calcium di-hydraté. Dans sa structure cristalline il y a deux molécules d'eau reliée par une molécule de sulfate de calcium. Soumis à calcination (chauffage à 120-160 °C), il libère une partie de l'eau de cristallisation, en obtenant un semi hydrate de sulfate de calcium ou « gypse vif », qui peut être malaxé avec l'eau, il est solidifié de nouveau et cristallise, en reconstituant la roche originaire en son état naturel.[1]

2. La structure cristalline du gypse : La structure consiste en l'empilement de couches d'ions de calcium Ca^{2+} et sulfate.

La projection de la structure sur le plan (001) (figure I.1) donne une représentation assez nette de la microstructure :

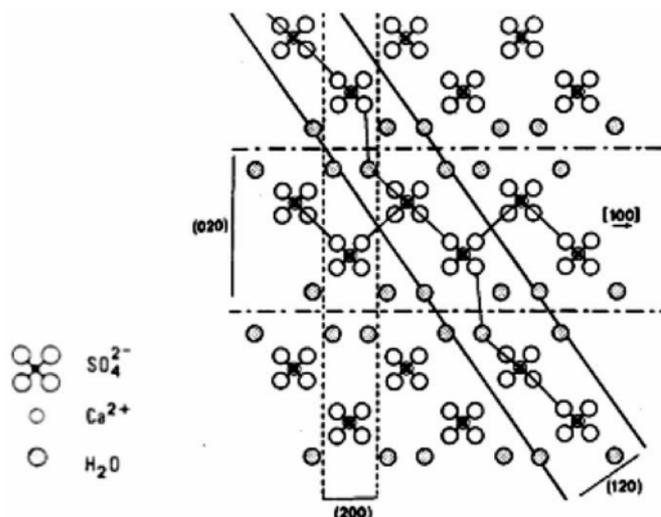


Figure I.1 : Projection de la structure cristalline du gypse sur le plan (001) .[1]

Dans la structure du gypse on retrouve deux types de liaisons chimiques :



Des liaisons ioniques (fortes) dans les feuillets $\text{Ca}^{2+}/\text{SO}_4^{2-}$ dues aux différences de charges électriques.

Des liaisons hydrogènes entre les molécules d'eau et les atomes d'oxygène des ions de sulfate. L'atome d'oxygène de la molécule d'eau étant relié à un ion de calcium, celles-ci sont beaucoup moins fortes que les liaisons ioniques Ca²⁺/SO₄²⁻.

3. Les différents types de gypse :

3.1. Le gypse naturel :

Le gypse appartient à la famille des évaporites qui sont les roches sédimentaires les plus solubles dans l'eau. On considère généralement que le gypse résulte de l'évaporation de l'eau des lagunes marines sursaturées. Les gisements les plus importants datent de l'ère secondaire ou tertiaire. Le gypse est présent en quantités relativement importantes dans la nature. Il existe de nombreux gisements dans le monde : en France, au Mexique, en Espagne.

Le gypse cristallise dans le système monoclinique. À l'échelle moléculaire, il présente une structure feuilletée dans laquelle alternent une couche d'eau et deux couches de sulfate de calcium. Les principales variétés que l'on rencontre dans la nature sont :

- Sous forme macro-cristallisée : le gypse lamellaire, le fer de lance, le gypse lenticulaire, la rose des sables (figure I.2).

- Sous forme micro-cristallisée : l'albâtre, le gypse fibreux, le gypse albâtre (figure I.3), le gypse éolien, ou bien de sélénite (figure I.4).

Le gypse exploité dans l'industrie plâtrière est une roche micro-cristallisée à grains généralement fins (gypse saccharoïde). Il est rarement pur et se trouve mélangé à des impuretés en nombre et proportion variables d'une carrière à l'autre : argile, silice, dolomie, anhydrite, etc.



Figure I.2 : Rose des sables



Figure I.3 : Albâtre



Figure I.4 : Sélénite

3.2. Le gypse de synthèse :

Le gypse de synthèse est le produit d'une réaction chimique industrielle. Les principales sources de gypse chimique sont :

- La fabrication de l'acide phosphorique (phosphogypse) par attaque sulfurique du phosphate naturel.

- La fabrication d'autres acides minéraux (acide borique : borogypse, acide fluorhydrique : (fluorogypse) ou organiques : organo-gypses (acide citrique, tartrique, etc...)). La fabrication de l'oxyde de titane (TiO_2) conduit également à une production de gypse appelé titanogypse.

- La désulfuration des gaz et fumées : l'oxydation de l'anhydride sulfureux SO_2 (énanhydride sulfurique) puis sa réaction avec de la chaux, produit un gypse appelé désulfogypse.

Pour des raisons techniques et économiques, la production de gypse de synthèse est limitée. En effet, l'élimination des impuretés produites au cours de ce type de réaction nécessite des traitements chimiques coûteux..

4. Formation du gypse :

Le gypse est une roche sédimentaire évaporitique. Il se forme au niveau des lagunes et parfois des lacs salés des régions semi-arides (ex : Lacs du salar d'Uyuni en Bolivie). Dans les deux cas, de l'eau salée se retrouve piégée temporairement sans alimentation en eau douce. L'eau va alors s'évaporer rapidement. Ceci entraîne le dépôt des sels (Ca^{++} , sulfates) qui étaient dissous dans l'eau. On le classe donc, d'un point de vue chimique, dans les sels.

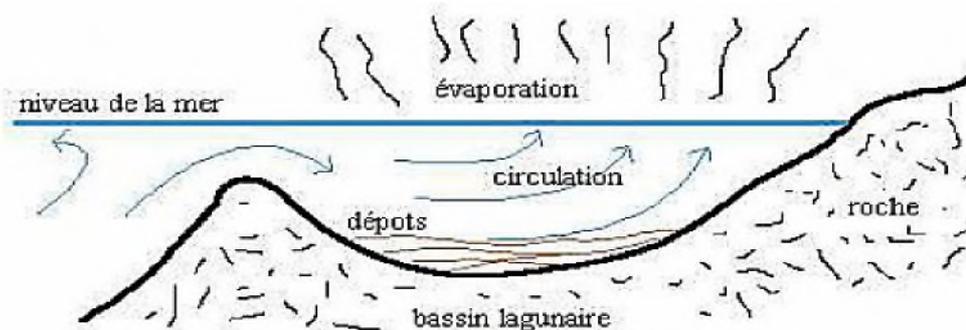


Figure I.5 : Mécanisme de formation de gypse au milieu marin lagunaire[3].

5. Les principales propriétés du gypse :

Le gypse est constitué essentiellement de Sulfate de Calcium à deux molécules d'eau de formules ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ce qui correspond à environ 79% de Sulfate de calcium associé à 20.93% d'eau. Le gypse commercial cependant, atteint rarement cette composition théorique. Non seulement il contient fréquemment des impuretés de diverses sortes telles que (calcaire, argile, sable, silice, Magnésie,..etc.), mais sa teneur en eau peut également varier s'il a été chauffé par des rayons du soleil tropical.

La norme Américaine ASTM spécifie qu'aucun matériau ne peut être considéré comme gypse s'il contient moins 64,5% en poids de ($\text{CaSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$). Quand il est suffisamment hydraté pour le gypse est incolore ou blanc, mais les impuretés changent sa couleur en gris, brun, rouge, ou parfois rose).

Le gypse est un peu soluble dans l'eau, sa solubilité passe par un maximum de 2.54 g/l à 35°C, il est soluble dans l'acide Chlorhydrate HCl dilué, aux températures ambiantes il est relativement insoluble dans l'acide sulfurique H_2SO_4 .

Les Chlorures de Sodium NaCl et de Magnésium MgCl augmentent considérablement sa solubilité dans l'eau. Mis à part sa relative instabilité vis-à-vis de l'eau, c'est une substance inerte résistante aux agents chimiques précoces.

Des essais de laboratoire ont montré qu'à 50°C en atmosphère sèche, le gypse se transforme relativement vite, en semi-hydrate. En deux ans un morceau d'un pouce d'épaisseur fut complètement transformé en semi-hydrate.

Portés à des températures comprises entre 110 et 150°C à 160°C, il perd environ 3/4 de son eau de cristallisation. [4]

6. Les différentes phases du système $\text{CaSO}_4\text{-} \text{H}_2\text{O}$:

6.1. Les phases semi hydratées (α et β) :

Le semi hydrate α est obtenu par cuisson du gypse $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ en autoclave sous une pression de 1 bar et une température comprise entre 105 et 110 °C. On parle dans ce cas de préparation par voie humide. Le semi hydrate α se présente sous forme de cristaux bien formés. Si par contre, le chauffage a lieu à l'air sec sans eau, on parle alors de préparation par voie sèche, on obtient la forme β du semihydrate. Le départ d'eau du gypse est violent et le

semi hydrate β cristallise mal. La figure I.7 permet de comparer les deux formes de semihydrate ainsi obtenues.



Figure I.6 : Photos prises au MEB des deux formes de semi-hydraté. [3]

Le semihydrate β se présente sous forme de particules floconneuses d'où un taux de porosité assez élevé, des propriétés mécaniques plus faibles et une plus grande surface spécifique que la forme α , ce qui entraîne une vitesse d'hydratation plus rapide pour le semihydrate β . Une étude menée par Lewry et Williamson pour un rapport eau/plâtre de 0,6 montre effectivement que la forme α présente une vitesse d'hydratation plus faible et un temps d'induction plus court que la forme β . C'est pour cette dernière raison que la forme β du plâtre est souvent préférée dans le milieu industriel.

D'un point de vue structural, les études par diffraction de rayons x ou par spectrométrie infrarouge n'ont révélé aucune différence entre ces deux structures.

Les principales différences entre les formes α et β du semihydrate sont récapitulées dans le tableau suivant :

Tableau I.1 : Différences entre les sulfates de calcium semi hydratés α et β .

Paramètres	α – semihydrate	β - semihydrate
Dimensions des cristaux	10 - 20 μm	1 - 5 μm
Porosité de la matrice	non poreuse	poreuse
Cinétique de prise	Faible	haute
Résistance finale	Haute	basse

6.2. Les anhydrites :

L'anhydrite naturelle de formule chimique CaSO_4 se rencontre dans les formations gypseuses et salifères, ou dans certains gîtes métallifères. On considère qu'elle s'est formée, comme le gypse, par évaporation de l'eau de mer, mais elle peut également résulter d'une déshydratation lente du gypse sous l'effet d'une pression importante lors de plissements géologiques.

L'anhydrite est aussi obtenue à des températures élevées lors de la cuisson du gypse. Selon la température de cuisson du gypse, on peut obtenir les anhydrites I, II ou III qui présentent des structures cristallographiques différentes.

6.3. Propriétés physico-chimique des différentes phases :

Le tableau 1 rassemble un certain nombre de données générales physiques et chimiques, concernant les différentes phases du système $\text{CaSO}_4\text{-} \text{H}_2\text{O}$, à l'exception de la phase dite anhydrite I, dont les caractéristiques sont assez mal connues et qui d'ailleurs, ne semble pas présenter beaucoup d'intérêt.

Tableau I.2 : Les différentes phases du système $\text{CaSO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$ et leur caractéristiques physico-chimiques.

Phase	$\text{CaSO}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$	$\text{CaSO}_4\cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$	$\text{CaSO}_4\cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$	CaSO_4 III	CaSO_4 II
Désignation	Sulfate de chaux di hydraté, Gypse	Sulfate de chaux semi hydraté	Sulfate de chaux, semi Anhydrite III	Sulfate de chaux Anhydrite II	
		Semi-hydrate α	Semi-hydrate β	Anhydre soluble	Anhydre naturel
Teneur en eau	20,92	6,2	6,2	0	0
Masse volumique	2.31	2.76	2,62-2.64	2,58	2 ,93-2,97
Masse moléculaire	74,5	52 ,4	55,4	52,8	64 ,4-45,8
Système cristallin	Monoclinique	Rhomboédrique	Hexagonal	Rhomboédrique	
Indice de réfraction	η_{1521}	1559	1501	1570	
	η_{1523}	1559	1501	1576	
	η_{1530}	1584	1546	1614	
Stabilité	Stable	Métastable	Métastable	Stable	
Préparation		Voie humide	Voie sèche		
Chaleur d'hydratation (25°)		-4 1 00Cal .mol .g ⁻¹	-4 600Cal .molg ⁻¹		
Chaleur spécifique molaire		16,95 ± 0.039T	11,48 ± 0.061 T		
Solubilité dans H ₂ O 3°C g/1 00sol		0,825	1,006		
Cristallisation		compacte	spongieuse		
Surface spécifique		faible	élevée		
Gâchage		Fort	faible		

7. La décomposition du gypse :

Cette première étude scientifique des phénomènes qui accompagnent la cuisson du plâtre peut être considérée comme remarquable si l'on pense que la chimie n'existait pas encore à l'époque. La déshydratation du gypse se fait en deux temps : les trois premiers quarts de l'eau combinée sont beaucoup plus faciles à éliminer que le dernier. Or, cette particularité importante de la transformation du gypse sous l'effet de la chaleur a échappé à bon nombre d'auteurs qui se sont occupés de la question pendant une centaine d'années à peu près toutes les connaissances que l'on avait sur le sujet.

Le gypse est en équilibre avec le semi-hydrate à la température de 107°C pour laquelle les tensions de vapeurs sont égales. Or, il ne faut pas perdre de vue cette température d'équilibre et non de déshydratation en phase solide en présence de vapeur d'eau. [6]

8. Cinétique de décomposition du gypse :

Cette étude est importante, car elle permet de définir les variables qui affectent la vitesse des réactions et de déterminer quantitativement les conditions optimales d'obtention d'un produit donnée de la réaction : elle permet en outre de préciser le mécanisme intime de la réaction grâce à l'étude des différentes étapes élémentaires nécessaires pour la produire. Elle présente donc un intérêt pratique indispensable. [6].

9. Bases physico-chimiques de l'hydratation :

Les produits issus de la déshydratation du gypse (semi-hydrate, anhydrite soluble, anhydrite insoluble) tendant, en présence d'eau, à retrouver leur degré d'hydratation initial par un processus que l'on appelle la prise du plâtre. Plusieurs mécanismes ont été envisagés pour décrire ce processus, que la chimie permet dorénavant de contrôler grâce à l'emploi de modificateurs de prise. [6]

9.1. Les mécanismes possibles :

Le mécanisme de la prise du plâtre décrit par Lavoisier restait malgré tout une énigme que de nombreux chercheurs ont tenté d'élucider au cours de ce dernier siècle, sans toutefois, y parvenir de manière absolue, ils sont divisés en deux groupes, à savoir les défenseurs de la théorie dite : « colloïdale » et ceux pour qui la prise du plâtre suit un processus dit « de cristallisation ».

La seconde de ces deux théories est la plus ancienne. On distingue trois étapes successives :

- Un phénomène chimique d'hydratation.
- Un phénomène physique de cristallisation.
- Un phénomène mécanique de durcissement.

La réaction chimique s'effectue selon l'équation donnée



Le processus physique de cristallisation s'explique en considérant que le gypse étant moins soluble que le semi-hydrate, une solution saturée de semi-hydrate est sursaturée par rapport au dihydrate. Le gypse précipite donc ce qui permet à la solution de dissoudre une nouvelle quantité de semi-hydrate de semi-hydrate, afin d'étayer sa théorie de dissolution-cristallisation, le Chatelier suit l'hydratation au microscope et constate que de fines aiguilles de gypse se forment au sein d'espace rempli d'eau.

C'est en 1909 que cette théorie fut mise en doute pour la première fois. Nous examinerons dans un premier temps les arguments avancés par les tenants de la théorie colloïdale. Le second paragraphe sera consacré aux conclusions des travaux entrepris par les défenseurs de la théorie de cristallisation, généralement admise à l'heure actuelle. [6]

9.1.1. Théorie colloïdale :

De nombreux auteurs ont prétendu, que la prise initiale du plâtre suivait un processus colloïdale, cela parce que l'épaississement de la pâte a lieu avant la montée rapide en température et que, de ce fait, la prise initiale n'était pas due à la cristallisation du gypse. [6]

La première théorie colloïdale sur le durcissement des ciments. Il a semblé probable, à l'époque, qu'une telle théorie pouvait s'appliquer à la prise du plâtre. Quelques années plus tard, suivi par une préparation un gel à partir du gypse par précipitation d'une solution aqueuse par l'alcool, et puis suggèrerions que l'eau est absorbée par le semi-hydrate sous une « forme colloïdale ». [6]

l'épaississement de la pâte n'est pas dû à une appréciable cristallisation du dihydrate. La prise selon lui se fait en deux temps.

Mise en contact chimique des réactifs par absorption de l'eau, favorisée par la structure cristalline poreuse du semi-hydrate, donc son énorme surface, et accompagnée d'une contraction de volume de la suspension et d'une faible augmentation de température :

- Réaction chimique exothermique entre les deux réactifs, accompagnée d'une forte élévation de température.
- Après examen de l'influence de modificateur sur prise, Neville conclut que l'effet de l'accélérateur n'est pas dû à l'augmentation de la stabilité du semi-hydrate, mais à la nature colloïdale du mélange. Par contre, le retardateur empêcherait la formation de gel. Dans ce cas, il admet que le processus de prise est la dissolution, hydratation, cristallisation.
- Le phénomène de la prise est plus complexe que celui décrit par le Chatelier et envisage trois étapes :
- La dissolution, pendant laquelle la liqueur se sature progressivement des divers éléments solubles.
- La colloïdation pendant laquelle tous les produits de la réaction chimique se forment à l'état colloïdal. Elle correspond au début de la prise.

La cristallisation, pendant laquelle les gels transforment en agrégats de gros cristaux c'est la période de durcissement.

Il faut noter que tout les expériences portaient des solutions très diluées (5 à 10g de semi-hydrate dans 100 cm^3 d'eau). Et agitées vivement il n'est pas évident que le phénomène décrit par lui soit pour un plâtre gâché dans des proportions normales de son utilisation.

C'est sur des solutions encore plus diluées (2 à 5%) effectuent des mesures de viscosité et considèrent que l'augmentation coïncide avec le progrès de la réaction. Ils comparent leur résultat à ceux obtenus avec la gélatine et concluent à un processus colloïdal.

En 1927, il est démontré par des mesures thermométriques que la période d'induction est celle pendant laquelle un gel se forme par adsorption d'eau à la surface des particules de semi-hydrate et empêche la réaction chimique de se produire. Les propriétés inhibitrices de ce gel seraient fonction des adjuvants. La période d'induction se terminerait par la cristallisation de ce gel. [6]

Après une longue période qui n'a pas vu aucune publication étayer la théorie colloïdale, H.C Fischer, en 1953, définit un mécanisme de la prise du plâtre en quatre étapes :

- L'eau est adsorbée sur le semi-hydrate par les forces résiduelles inhérentes à sa structure cristalline.
- L'eau entre dans les fins capillaires du semi-hydrate et s'y maintient à l'état physisorbé ; il en résulte une structure de gel qui correspond à la prise initiale.
- Un gonflement se produit et l'eau pénètre dans les espaces intermoléculaires ou interioniques.
- L'hydratation, qui s'accompagne d'une forte élévation de température et de la formation de cristaux de gypse. Ces cristaux grossissent et s'entremêlent pour former une masse compacte qui détermine la prise finale.

Les derniers résultats sont sujets à des interprétations différentes. En effet, R. Pièce soutient que l'examen attentif des courbes d'analyse thermique différentielle de Fischer ne laisse nullement conclure à l'inexistence du gypse dans la phase initiale de la prise car la réaction endothermique qui, selon ce dernier, correspond à la volatilisation de l'eau physisorbée. Peut parfaitement correspondre à la déshydratation du gypse.

Cette dernière affirmation est en accord avec les résultats qui ont prouvé l'existence de gypse pendant la prise initiale, par ATD, ATG et par rayons X. [6]

Enfin, nous terminerons ce premier paragraphe par qu'aucun auteur n'a pu donner jusqu'à présent une interprétation satisfaisante du mécanisme de la prise et du durcissement du plâtre du fait de la lacune qui existe dans l'explication de la formation, à partir du semi-hydrate ou l'anhydrite, d'une solution d'où le gypse précipite. Hansen propose une théorie originale qui mérite d'être examinée en détail. Elle repose sur une réaction de type solide-liquide ; les ions H^+ et OH^- entrent dans le réseau cristallin de semi-hydrate pour former le dihydrate. [6]

Dans le cas de particules ultrafines de semi-hydrate la pénétration des ions jusqu'au centre est facile et celles-ci se convertissent immédiatement en gypse. Par contre les plus grosses particules se recouvrent d'une couche d'hydrate qui empêche la pénétration des ions H^+ et OH^- et qui est la cause de la période d'induction. [6]

9.1.2. Théorie de la cristallisation :

Des investigations visant à démontrer la véracité des hypothèses avancées par Le Chatelier se sont poursuivies parallèlement à celles précédemment.

Un examen microscopique montra que le gel présumé était en fait constitué de cristaux en forme d'aiguilles et qu'il devait être considéré comme un feutre de cristaux. Le terme de gel devant s'appliquer aux systèmes formés de particule ultramicroscopiques.

De plus, le fait que la prise s'accélère par des germes introduits sous forme de gypse pulvérisé n'est pas conciliable avec l'idée d'un complexe d'adsorption de nature colloïdal.

Il semble que la première étude sérieuse faite en microscopie optique et électrique ait été réalisée en 1952. Il ressort de leurs travaux que :

- La prise du plâtre s'effectue par un processus de solution-recristallisation.
- Bien que leur taille puisse varier, le même type de cristaux est formé selon que l'on opère en solution diluée ou sur pâte normale.
- L'addition d'accélérateurs ou de retardateurs affecte la vitesse de dissolution de semihydrate.
- Aucun indice ne laisse supposer la formation d'une phase colloïdale. [6]

Les rayons x , ainsi que l'ATD et l'ATG, ont permis de montrer qu'il y a formation de dihydrate pendant la prise (jusqu'à 8%). La légère augmentation de température pendant cette période attribuée par Neville à la chaleur de mouillage, correspond, l'hydratation d'une faible quantité de semi-hydrate.

En 1955, une méthode originale a été utilisée, pour démontrer que la transformation de semi-hydrate en dihydrate ne pouvait avoir lieu sans que le solide passe en solution. Ces deux chercheurs ont utilisé du semi-hydrate marqué au calcium 45 et au soufre 35 ont mesuré la quantité d'isotope radioactif présent dans la solution et dans les phases solides. Ils ont ainsi prouvé qu'une mise en solution précède la formation du gypse et que la solution reste sursaturée par rapport au dihydrate pendant la durée de la transformation. Jeandot arrive à cette conclusion par l'analyse chimique de la phase liquide pendant l'hydratation. [6]

Schiller a tenté d'interpréter mathématiquement les phénomènes de dissolution et de cristallisation en considérant que le processus d'hydratation est déterminé par trois considérations suivantes :

- Conservation à la masse.
- Diffusion des ions calcium et sulfate.
- Relation entre masse déposée sur nouvelles particules et leur vitesse de croissance

Nous terminerons ce paragraphe en mentionnant les récents travaux de Magnan. Cet auteur décrit quatre stades successifs dans le processus d'hydratation :

- Dissolution des phases anhydres et formation d'un système ionique saturé vis-à-vis de ces phases et sursaturé en dihydrate ; formation d'hydrate primaire contenant plus d'eau que la stœchiométrie, mal formés et peu stables.
- Période d'induction pendant laquelle les hydrates primaires se stabilisent pour agir en tant que germes de nucléation.
- Croissance des germes, apparition de nouvelles surfaces sur les grains d'anhydres, production de nouveaux ions et hydrates primaires, croissance importantes de cristaux de dihydrate.

Baisse du taux d'anhydres et de la vitesse d'hydratation.

Ce processus peut se rapprocher, dans le cas d'hydratation de plâtre particulièrement rapide, de la réaction topo chimique .[6]

9.2. La réaction d'hydratation du plâtre (autrement dit la « prise » du plâtre) :

La première étude de la prise du plâtre est due à Lavoisier en 1768. Dès cette époque, Lavoisier parle d'un processus de cristallisation. Il dit : « Si, après avoir enlevé au gypse son eau par le feu, on la lui rend, il la reprend avec avidité, il se fait une cristallisation subite et irrégulière, et les petits cristaux qui se forment se confondant les uns avec les autres, il en résulte une masse très dure ».

Un mécanisme en 1887, fondé sur un phénomène de dissolution - précipitation. Le principe de ce mécanisme repose essentiellement sur la différence de solubilité entre le semihydrate et le dihydrate (gypse). Les courbes de solubilité dans l'eau du gypse et des semi hydrates α et β sont données (Figure 8). [2]

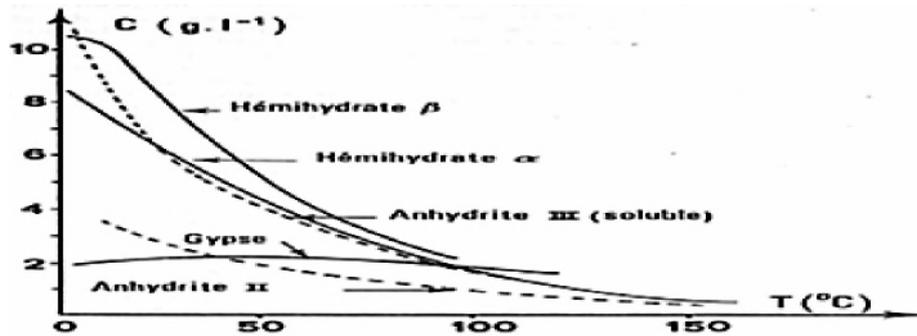


Figure I.7 : Solubilité des différentes phases du sulfate de calcium en fonction de la température [2].

Du fait de la plus grande solubilité des semihydrates ($9,00 \text{ g.L}^{-1}$) à température ambiante, la solution en équilibre avec le plâtre est en sursaturation par rapport au gypse. Les ions Ca^{2+} et SO_4^{2-} provenant du semihydrate se déposent sur les germes de gypse et les cristaux croissent. Pour Le Châtelier, les deux phénomènes (dissolution et précipitation) sont simultanés.

Cependant, des techniques contemporaines (calorimétrie, conductimétrie,...) ont montré l'existence d'une phase de latence juste après la dissolution de semihydrate, ce qui a conduit de nombreux auteurs à développer des modèles plus élaborés.

Les différences avec la théorie de Le Châtelier sont subtiles, mais permettent de rendre compte de la période de latence ; on considère ici que c'est un équilibre de solubilité qui fixe la teneur en semihydrate de la solution, et non un équilibre dynamique résultant de la compétition entre la dissolution et la précipitation. Le système se stabilise alors, et cette compétition n'intervient que plus tard, après la germination du gypse.

Une autre théorie, dite "colloïdale" et due à Michaelis, propose un mécanisme selon lequel la période de latence correspondrait à la formation d'un hydrate supérieur, précurseur du dihydrate, autour des particules de semi hydrate en cours de dissolution. Cette couche d'eau adsorbée est à rapprocher d'une structure gel qui est ensuite le siège de la germination du gypse.

La prise du plâtre est une réaction du type dissolution - germination - croissance, elle est donc très sensible au milieu dans lequel elle se produit. La présence de défauts, tels que la présence d'impuretés dans le récipient de gâchage ou d'impuretés extérieures, est à l'origine des germes de dihydrate. Aussi, l'utilisation d'un malaxeur à grande vitesse peut broyer des

cristaux de gypse fraîchement formés et favoriser la formation de nouveaux germes. La seconde notion à prendre en compte, afin de comprendre ce phénomène de germination-croissance, est celle de « diamètre critique ».

Le « diamètre critique » est le diamètre qui permet au germe de gypse de ne pas disparaître lors de perturbations locales de saturation (gradient de concentration en Ca^{2+} et SO_4^{2-} par exemple). Ces perturbations peuvent intervenir au cours de l'ajout d'accélérateur ou de retardateur. En effet, lorsqu'une baisse de saturation en ions Ca^{2+} et SO_4^{2-} aura lieu, le germe tendra à passer en solution pour re-saturer la solution autour de lui. S'il est trop petit il disparaîtra, s'il a un diamètre suffisant, il diminuera et se remettra à croître lorsque la saturation aura repris.

Les faciès des cristaux, leur enchevêtrement, la nature et la quantité de contacts intercrystallins et donc les propriétés mécaniques du matériau final sont largement influencés par les conditions de température et de pH, la présence d'adjuvants, etc. [2]

9.2.1. Les modificateurs de prise : accélérateurs et retardateurs de prise :

L'hydratation du plâtre passe par la mise en solution de semihydrate suivie d'une cristallisation du dihydrate en solution sursaturée. La cinétique de ce processus peut être modifiée, par l'addition dans l'eau de gâchage ou dans le plâtre, de composés minéraux ou organiques qui agissent sur la solubilité des phases anhydres ou sur leur vitesse de dissolution.

Industriellement, les retardateurs et accélérateurs sont utilisés pour contrôler les temps de prise. Les retardateurs peuvent former un complexe avec le semihydrate, ralentissant ainsi sa dissolution, et se déposent sur les sites de croissance des cristaux. La forme finale des cristaux de gypse peut varier énormément d'une aiguille élancée à des cristaux tubulaires ou cubiques. La Fig.13, présente différents faciès de cristaux de gypse obtenus en présence de retardateurs. [5]

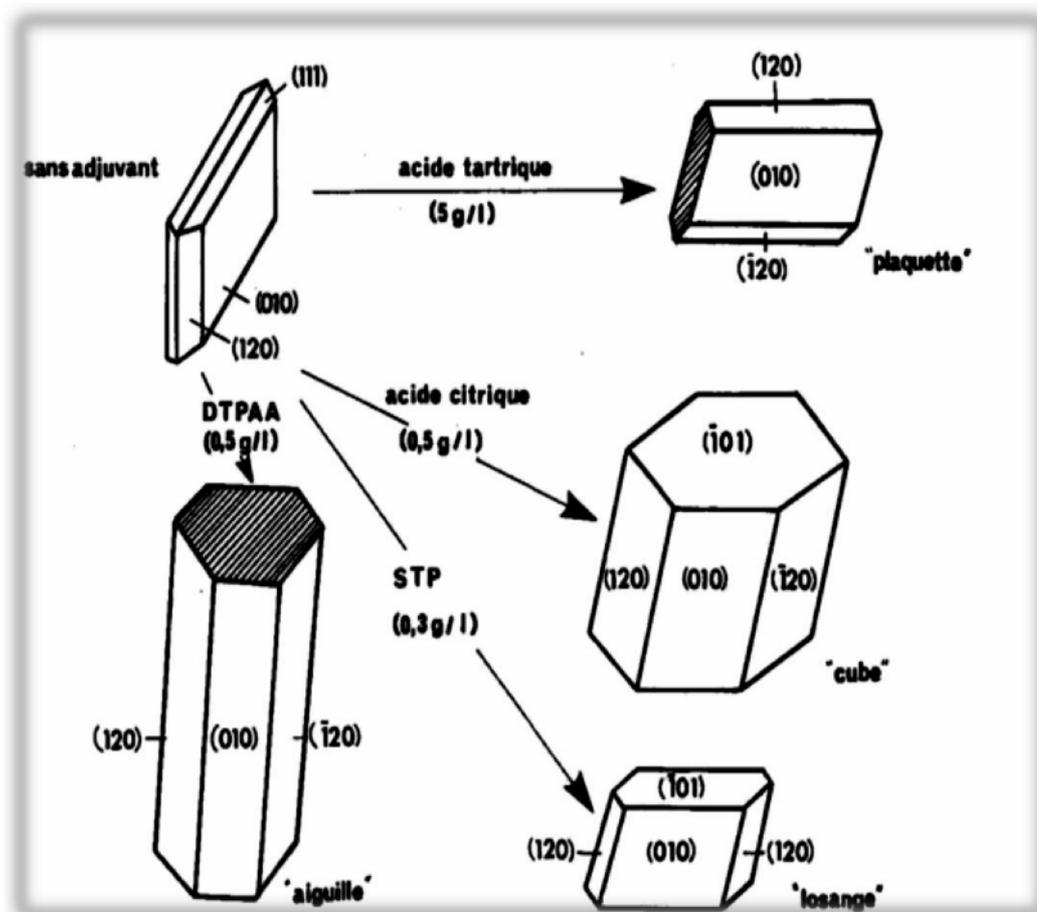


Figure I.8 : Faciès cristallographiques du gypse en présence d'adjuvants. [5]

Les retardateurs de prise les plus utilisés dans l'industrie plâtrière sont les acides carboxyliques type acide citrique ou acide malique. L'acide citrique est connu pour son pouvoir retardateur, que l'on attribue à deux phénomènes : le dépôt de citrate de calcium à la surface des grains de semihydrate, gênant la germination hétérogène, et l'adsorption sélective d'un complexe sur les cristaux de gypse en train de croître.

Aussi, d'autres paramètres tels que le taux de gâchage ou la granulométrie influent sur la durée d'hydratation.

La matrice à base de plâtre hydraté (gypse) du composite à mettre au point doit principalement jouer un rôle de barrière thermique à chaud. Intéressons-nous au comportement au feu d'une matrice gypse. [5]

10. Comportement au feu d'une matrice gypse :

L'une des propriétés les plus caractéristiques du gypse est son comportement remarquable au feu, qui a été reconnu et éprouvé de tout temps. Cette protection a pu autrefois être obtenue grâce à de larges garnissages de plâtre remplissant complètement les intervalles séparant les éléments de construction. L'excellent comportement du plâtre au feu résulte de plusieurs propriétés :

Le gypse est incombustible. Il est classé A1 sans essai, par décision de la commission européenne du 4 octobre 1996 établissant la liste des produits appartenant aux classes à « aucune contribution à l'incendie » lorsqu'il ne contient pas plus de 1 % en masse ou en volume de matière organique répartie de manière homogène

- Il est mauvais conducteur de la chaleur. Il a une conductivité thermique relativement faible ($\lambda = 0,2$ à $0,6 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) pour un matériau de construction.
- Il oppose une action antagoniste au développement du feu. En effet, sous l'action de la chaleur, le gypse subit une transformation chimique (déshydratation) résultant d'une réaction endothermique. Cette réaction, en même temps qu'elle absorbe de la chaleur et en neutralise les effets destructeurs, libère de l'eau.

A l'état sec, le gypse dont le principal constituant est le dihydrate de formule CaSO₄, 2H₂O, contient environ 20 % en masse d'eau chimiquement liée. Pour libérer cette eau, ce qui se produit en cas d'incendie, il faut rompre la liaison moléculaire et, pour cela, fournir sous forme de chaleur une énergie importante, environ 711 kJ par kilogramme de plâtre. Il faut ensuite vaporiser cette eau, et pour cela, dépenser encore une énergie d'environ 544 kJ pour 200 g d'eau contenue dans 1 kg de plâtre initial, soit en tout quelques 1 255 kJ par kilogramme de plâtre. Tant que toute l'eau n'est pas libérée et vaporisée, la température du plâtre reste inférieure à 140 °C, température caractéristique du critère d'isolation défini par la réglementation.

Enfin, sous l'action du feu, le gypse ne donne naissance à aucun gaz ou vapeur de caractère toxique, corrosif ou asphyxiant, aucune fumée, ni aucun produit de décomposition combustible ou susceptible d'activer la combustion jusqu'à une température voisine de 1400 °C, température à laquelle la décomposition du sulfate a lieu.

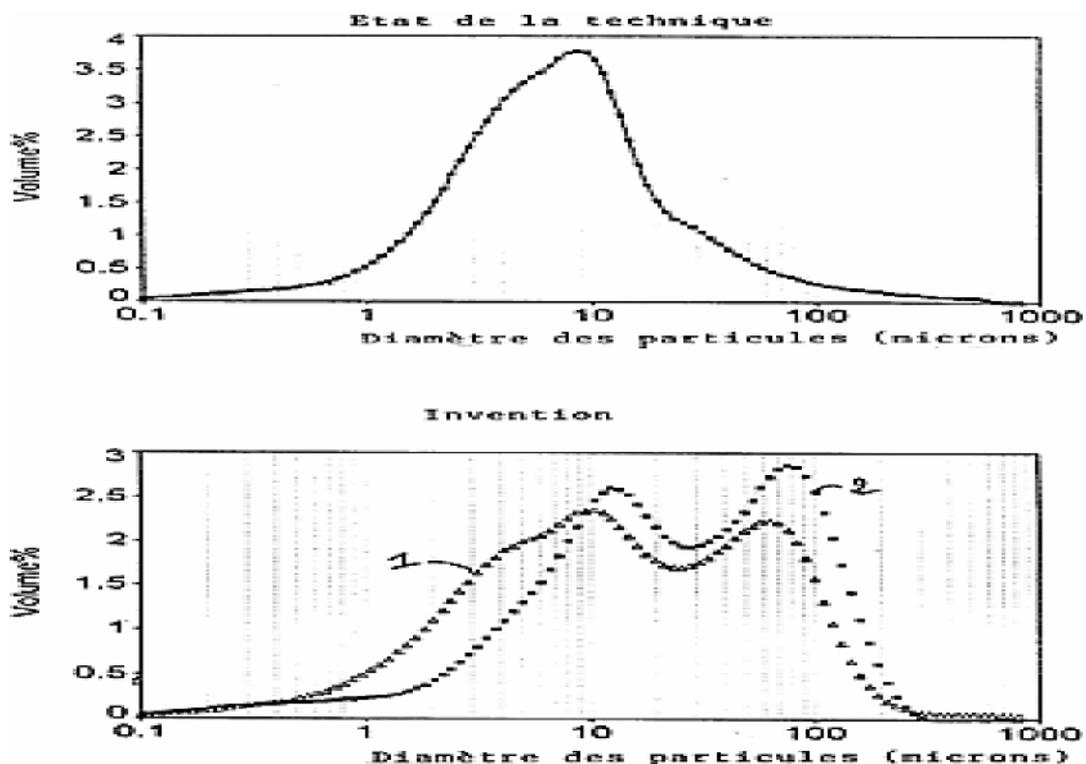
Malgré ces nombreux avantages les matériaux uniquement à base de gypse ne permettent pas de garantir l'intégrité des ouvrages d'art. [5]

En effet, sous l'action de la chaleur, le départ de 20% d'eau du matériau entraîne inévitablement de nombreuses fissures qui provoquent l'effondrement de la structure. La matrice gypse présente donc de nombreuses qualités mais elle doit être renforcée par des charges thermiques et mécaniques afin d'élaborer un composite conservant son intégrité à haute température.

L'invention concerne un procédé de fabrication et un matériau comportant une matrice de gypse allégée au moyen d'agrégats poreux de cristaux de silicates de calcium hydratés. Ces agrégats comportent une partie interne dans laquelle les cristaux sont lâchement enchevêtrés et une couche externe plus dense.

Le matériau permet de réaliser des éléments de construction coupe-feu qui combinent une faible densité et une bonne résistance au feu, c'est-à-dire un temps R_f prolongé durant lequel la température de la face de l'élément de construction non-exposée au feu est inférieure à 140°C au-dessus de la température ambiante, mesurée suivant la norme ISO 834.

[5]



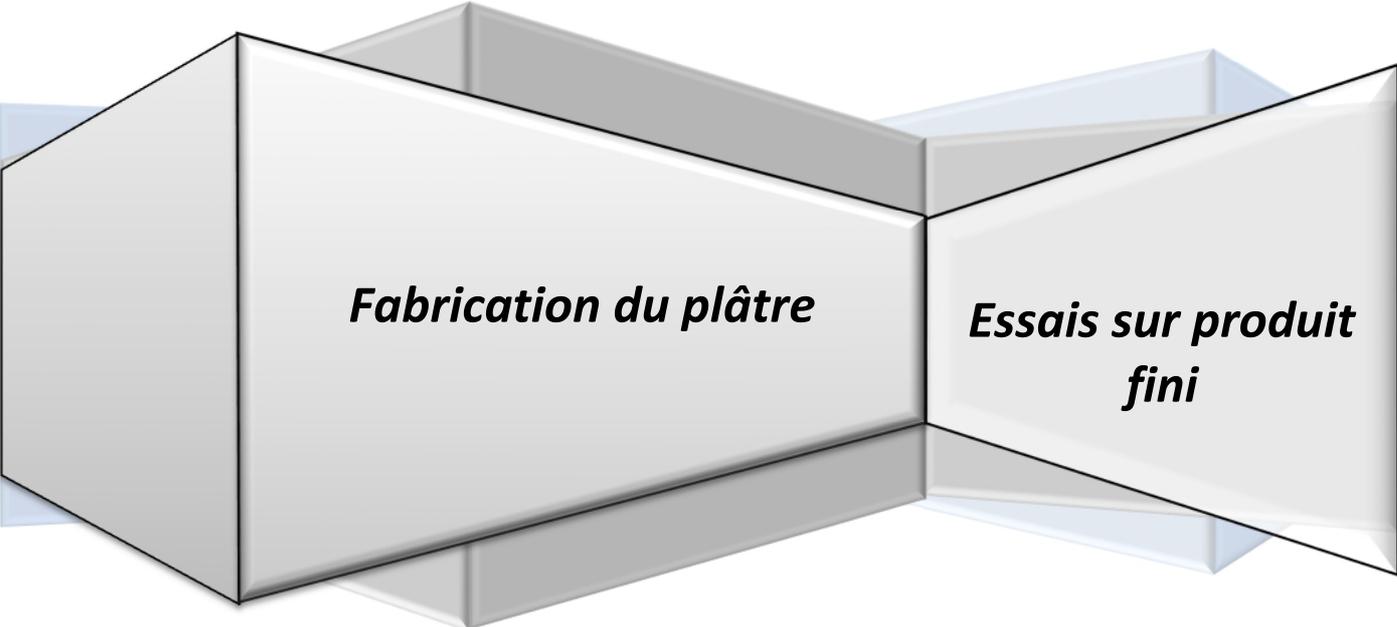
Figures I.9 : Mecanisme schimatique de l'intervention au feu par les particules du gypse.

[5]

Conclusion :

D'après ce chapitre on constate que le plâtre α et β sont deux phase différents de système $\text{CaSO}_4\text{-}2\text{H}_2\text{O}$ a l'échelle microscopique, ces deux phase vont subir plusieurs étapes pour leur fabrication.

Chapitre 2 :



Fabrication du plâtre

***Essais sur produit
fini***

I

Fabrication du plâtre

Introduction :

La fabrication de plâtre est une étape très importantes dans notre étude pour obtenir les deux types α et β , pour cela on va présenter dans ce chapitre tous les étapes nécessaires en commençant de l'extraction de la matière première jusqu'à l'obtention de produits fini, ainsi que tous les essais physiques mécaniques et chimique qu'on doit appliquer dans la partie expérimentale.

1. Fabrication du plâtre :

1.1. L'extraction de gypse (matière première) :

Le plâtre provient du gypse, un minéral essentiellement composé de sulfate de calcium hydraté. Il peut être extrait à ciel ouvert ou en carrière souterraine. Dans le cas de l'usine COLPA, c'est la carrière de (Manhargypse) qui fournit le gypse, très réputé pour sa pureté, sa blancheur et sa régularité de teneur en humidité, qualités indispensables à la production des plâtres de spécialité.



Figure II.1 : Extraction du gypse à ciel ouvert. [7]

1.2Le concassage - calibrage :

Le concassage a pour but de réduire le gypse extrait de la carrière en produits plus fin. Généralement, après un concassage, il ne subsiste plus de blocs dont la dimension est supérieure à 100 mm. Ce gypse devient donc transportable sur des bandes par exemple, et peut être envoyé en usine pour le traitement ultérieur. [7]

De très nombreux types de concasseurs existent sur le marché et peuvent traiter jusqu'à (1 200 à 1 300 t/h).

Voici quelques types de concasseur utilisés dans l'industrie, leur principe peut être retenu dans le cadre de cette étude.



Figure II.2 : Concassage du gypse. [7]

1.3. La cuisson :

Elle permet d'obtenir, par une déshydratation plus ou moins poussée du gypse, les divers éléments constitutifs du plâtre.

La déshydratation du gypse est la base de la fabrication des plâtres. Il est connu que suivant les conditions dans lesquelles s'opèrent cette déshydratation, les caractéristiques des plâtres obtenus seront différentes.

La déshydratation des gypses est donc en fonction de la température, de la durée de cuisson, de la nature du gypse, de la granulométrie mais également d'autres paramètres comme la pression de vapeur d'eau.



Figure II.3 : Four de cuisson du gypse (Photo prise le 09/03/2016).

On procède à la cuisson suivant deux principes essentiels :

- ✚ La cuisson en voie sèche (destinée pour la fabrication du plâtre bêta).
- ✚ La cuisson en voie humide (destinée pour la fabrication du plâtre Alpha).

1.3.1. La cuisson du plâtre Bêta :

Après un premier broyage, la poudre fine calibrée est cuite à raison de 5 t par heure, dans des fours de type “four Beau” qui opèrent une cuisson indirecte du gypse placé dans une virole en rotation au-dessus de brûleurs à fioul.

1.3.2. La cuisson du plâtre Alpha :

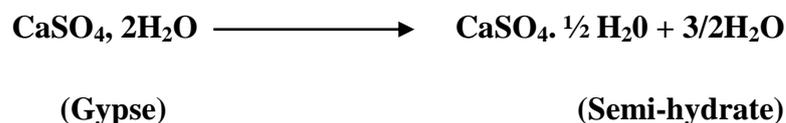
On dépose les pierres de gypse, précédemment triées, dans des paniers que l'on descend ensuite dans des autoclaves (sorte de “Cocotte-Minute”). La cuisson s'effectue à une pression pouvant aller jusqu'à 10 bars. Les caractéristiques du plâtre ainsi obtenu permettent un gâchage avec peu d'eau (5 à 6 fois moins qu'avec du plâtre Beta) pour un matériau offrant alors des résistances mécaniques beaucoup plus élevées.

✚ **Processus de cuisson du plâtre :**

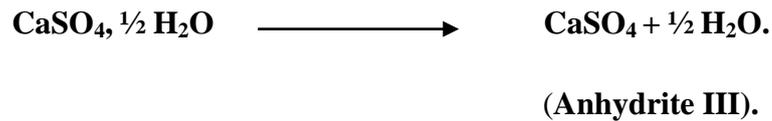
▪ **Déshydratation du gypse :**

Dans les 20,93% d'eau que contient le gypse, 5,20% sont fortement combinés et correspondent à $\frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$, tandis que 15,73% sont faiblement combinés et correspondent à $\frac{3}{2} \text{H}_2\text{O}$.

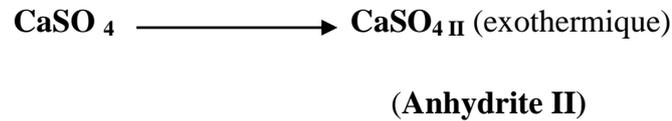
Par l'action plus au moins prolongée de la chaleur en atmosphère de la vapeur d'eau dégagée par la cuisson on obtient entre 110°C et 160°C, élimination de l'eau faiblement combinée, ce qui laisse le semi-hydrate $\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$, l'élément essentiel du plâtre.



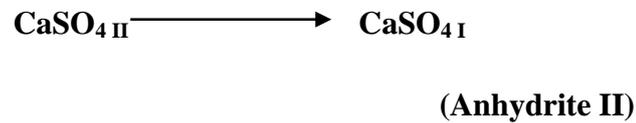
Lorsqu'on porte le gypse à des températures plus élevées environ 200°C, on rencontre une nouvelle transformation anhydre dans laquelle le semi-hydrate donne du sulfate de calcium CaSO_4 anhydre CaSO_4 . Ce sulfate anhydre connu sous le nom d'anhydrite soluble ou anhydrite III.



Si on continue à chauffer, le sulfate anhydre précédent, subit entre 220°C et 350°C, une nouvelle transformation qui, sans qu'elle modifie sa composition, conduit à une anhydrite



A température encore plus élevée, aux environs 1225°C, on note un phénomène endothermique correspondant à une nouvelle transformation (sans modification de composition) celle de l'anhydrite II en anhydrite I ($\text{CaSO}_{4\text{I}}$) [17].



Au-delà de 1450°C, l'anhydrite I, se dissocie en CaO (chaux vive) et SO_2 . Cette décomposition peut également se produire à une température plus basse dans un milieu oxyde réducteur (dès 880°C si le four est fortement ventilé).



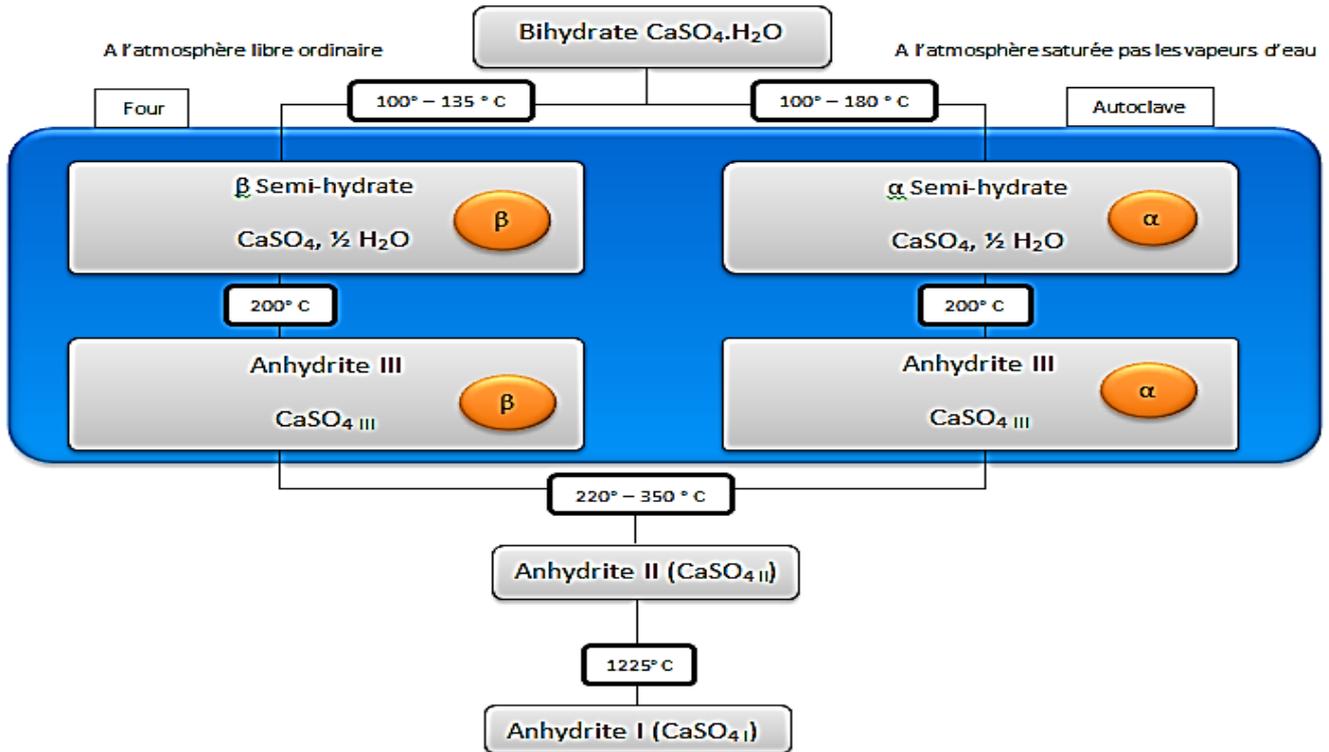


Figure II.4 : Schéma de la déshydratation du

1.4. Le broyage:

Après la cuisson, les pierres sont broyées selon 2 principes :

1.4.1. Le broyage standard :

Le plâtre est réduit en particules de 200 μm grâce à un système de marteaux en rotation à l'intérieur d'un tamis (garantie d'une granulométrie maximale).

1.4.2. Le broyage/sélectage :

Comme dans le broyage standard, le plâtre est broyé par des marteaux en rotation puis aspire à travers une "cage d'écureuil" en rotation. Selon son poids (donc sa taille), le grain de plâtre, soumis à 2 forces opposées (centrifuge et aspiration), traverse ou non la cage d'écureuil.

1.5. L'homogénéisation et l'adjuvantation :

Au niveau de COLPA, on dénombre 5 mélangeurs. Aux mélanges de plâtres Beta (dans des proportions très variables selon l'usage que l'on souhaite faire du produit final),

On ajoute des adjuvants. Ces derniers donneront au matériau une cinétique particulière, une expansion spécifique, une fluidité contrôlée et autres caractéristiques précises. Tout au long du processus, le plâtre fait l'objet de nombreux prélèvements et contrôles. Cela permet de corriger le produit et de l'améliorer jusqu'à ce qu'il colle parfaitement au cahier des charges du client.

1.6. Le contrôle et la validation des produits :

En amont (à l'extraction), l'humidité et la pureté du gypse font l'objet de contrôles périodiques. Ensuite, des échantillons sont prélevés tout au long du processus de fabrication et contrôlés par le laboratoire qualité de l'usine qui se consacre totalement à ce travail. Ces contrôles permettent la validation définitive des produits finis ainsi que le pilotage des paramètres de conduite des procédés de cuisson, de broyage et de mélange. Ils sont garants de la qualité des plâtres mis en vente. [7]

1.7. Le conditionnement et la logistique :

L'usine dispose de plusieurs silos repartis sur différents postes de chargement en vrac qui permettent une logistique en flux tendu. Les expéditions en vrac représentent plus de 50 % de la production, le reste se faisant en Big Bags^R et en sacs. [7]

2. Les caractéristiques des variétés Alpha et Bêta :

- ✚ La variété Alpha est compacte et cristalline et peu soluble dans l'eau.
- ✚ La variété Bêta est floconneuse et présente des fissures écaillée et elle est plus soluble dans l'eau que le composé Alpha.
- ✚ La variété Alpha basse pression, présente un état de cristallisation intermédiaire.

3. Les types des plâtres :

Depuis une trentaine d'années, grâce à l'évolution des techniques de fabrication, l'industrie du plâtre est à même de fournir une gamme étendue de produits.

Le choix de conditions de fabrication permet de diversifier entre certaines limites, les propriétés de ces produits : c'est ainsi que l'on distingue :

- a) Des plâtres en poudre pour utilisation sur chantier.
- b) Des plâtres pour la préfabrication.
- c) Des plâtres pour les arts et l'industrie.

a) Les plâtres utilisés sur chantier :

- a.1) Plâtres de construction : proprement dit : normes EN 13279-1.
- a.2) Plâtres gros de construction PGC n°1 ou n°2 tamis mailles 0.4 mm ; 20% < refus < 40%
- a.3) plâtre fin de construction PFC n°1 ou n°2 tamis mailles 0.4 mm ; refus <15%.

Ces plâtres se gâchent généralement dans un rapport eau/plâtre à raison de 1. Ce type de plâtre sert pour la construction des cloisons, des murs, des enduits finaux et mouleurs.

b) Les plâtres destinés à des emplois spéciaux :

b.1) Plâtres pour enduits de très hautes dureté (THD) : norme BF-B-2303. Ils se distinguent essentiellement par une dureté élevée et un emploi facile avec un taux de gâchage moins élevé que les plâtres de construction.

b.2) Plâtres pour support lisse : béton

b.3) Plâtres de surfacage correction des défauts de surface.

b.4) Plâtres à projeter : malaxage, transport, projection mécanique.

b.5) Plâtres de réglage du sol : sous couche de revêtement de sol.

b.6) Plâtre pour projection spéciales contre les incendies.

b.7) Plâtres à briqueter pour montage de cloison.

c) Les plâtres pour la préfabrication :

Se caractérisent par un durcissement rapide.

d) Les plâtres à mouler pour l'industrie :

Ce sont des plâtres constitués en général essentiellement de semi-hydrate, on trouve :

d.1) Plâtres à mouler pour staff : destiné à la décoration.

d.2) Plâtres à mouler pour stuc.

d.3) Plâtres pour l'industrie céramique : moule et coulage, de calibrage, matrice pour de nombreuses industries, tuilerie, « porcelainerie », carrosserie et matières plastiques.

d.4) Plâtres pour l'art dentaire : il s'agit de semi-hydrate, il est gâché avec 30 à 50 parties d'eau pour 100 de plâtre.

d.5) Plâtres pour bandes plâtrées : est un semi-hydrate pur avec accélération de prise (temps de prise 4min). [17]

Il existe d'autres caractéristiques (voir le tableau) :

Tableau II. 1 : Les caractéristiques des variétés plâtres Alpha et Bêta

Essais	La variété Alpha (α)	La variété Bêta (β)
Nature de la variété	Silice cristalline	Solide microporeux
Solubilité dans l'eau (en [g] de $\text{CaSO}_4/100$ cm^3 à 20°C)	Solubilité faible	Solubilité élevée (0.74)
Taux de gâchage	Peu élevé 30-40% Mélange fluide	Très élevée atteint les 70%
Consistance normale (cm^3 d'eau/100g de semi- hydrate)	35	90
Expansion (mm/m)	2.8	1.6
Temps de prise (min)	5 – 8 min	-Temps d'attente : 3mn. -Temps d'emploi : 18 mn. -Temps de dressage : 30mn. -Temps total : 30mn.
Chaleur d'hydratation (cal. Mol/g) à 25°C	4100	4600
Résistance à la traction à l'état sec (Kgf/cm^2)	66	13
Résistance à la compression à l'état sec (Kgf/cm^2)	240	56

4 .Cinétique d'hydratation du plâtre :

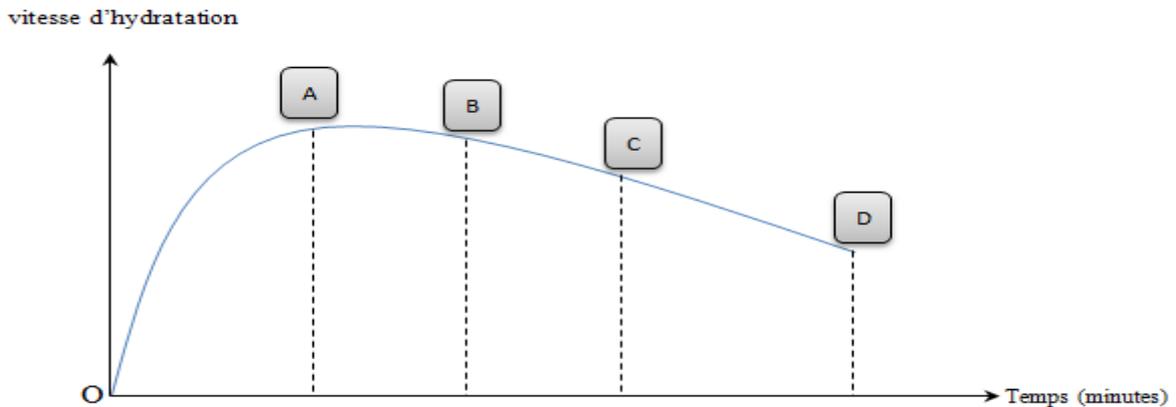


Figure II.5 : Evolution de la cinétique d'hydratation du plâtre en fonction du temps

OA : C'est la période rapide qui caractérise la dissolution du plâtre dans l'eau, cette période dure à peu près 4 min.

AB : C'est la période de saturation, elle caractérise la diminution de la vitesse de dissolution de plâtre.

BC : C'est la période de la saturation du plâtre le point B caractérise le début de prise du plâtre et le point C, c'est la fin de prise.

CD : C'est la période de cristallisation qui caractérise le durcissement du plâtre et la formation de sa structure cristalline durcis CaSO_4 .

Voici un schéma de la transformation du plâtre :

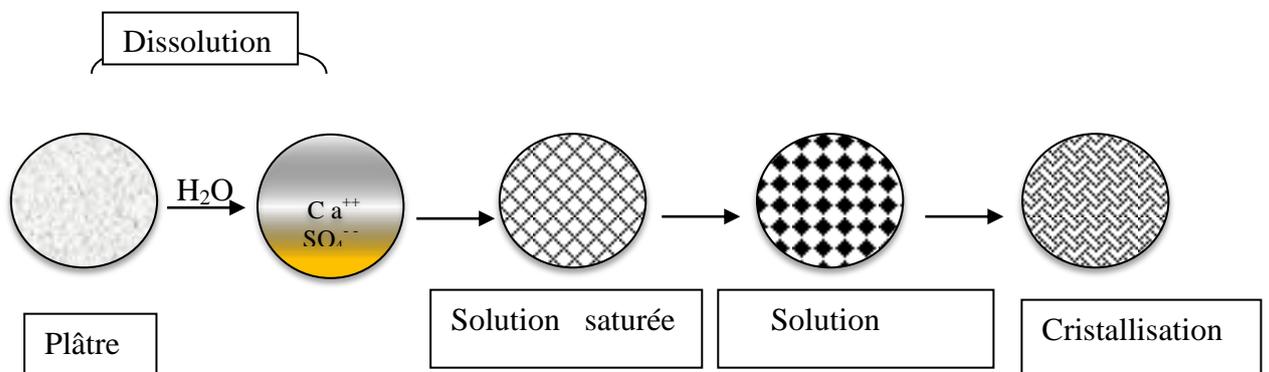


Figure II.6 : Schéma de la transformation du plâtre

5. Facteurs influents sur la prise et le durcissement :

Les temps de prise et de durcissement varient évidemment avec la nature du plâtre (présence en plus du semi-hydraté d'incuits, de surcuits ...), et avec sa finesse. Les autres paramètres importants sont les suivants :

- + Quantité et nature de l'eau : plus la quantité d'eau est importante plus la prise est lente.
- + Les impuretés contenues dans l'eau peuvent modifier beaucoup les temps de prise.
- + Mode et durée de malaxage.
- + Température : l'eau chaude agit comme retardateur de prise.
- + Adjuvants.

5.1. Les adjuvants :

5.1.1. Les accélérateurs de prise :

- + Le sulfate hydraté $\text{CaSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$.
- + La pluparts des acides courants (HCl , H_2SO_4 , HNO_3).
- + Le sulfate d'Alumine et de Potasse ($[\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3]$, $[\text{K}_2\text{SO}_4]$)
- + Les Aluns
- + Le chlorure de Sodium (NaCl).

5.1.2. Les retardateurs de prise :

- + Les phosphates.
- + Acides organiques, et leurs sels solubles (acide citrique et citrates).
- + La gélatine, la colle, la caséine.
- + Les Borax.
- + Les déchets résultants de la dégradation de protéines animales ou végétales.
- + La chaux.

6. La variation de volume :

On constate expérimentalement que le plâtre augmente de volume surtout aux premières heures, mais il peut après plusieurs jours ou plusieurs semaines de séchage, prendre un léger retrait par rapport au gonflement maximum atteint.

Cette propriété le fait utiliser pour le moulage, car en gonflant le plâtre peut pénétrer dans tous les détails du moule, il y a lieu de distinguer, comme le propose CHASSEVENT, les variations de volume dues à :

- ✚ L'hydratation des plâtres et qui sont d'origine chimique.
- ✚ Conditions extérieures et qui sont d'origine physique (variation d'hygrométrie de température).

Il se produit, lors de l'hydratation, une augmentation du volume apparent dû au développement des cristaux de gypse lors de la prise.

- ✚ Après prise et jusqu'à l'hydratation complète. Le gonflement final varie en moyenne de 0,3% à 1,5%, il est plus important si lors de la prise les éprouvettes sont recouvertes d'un film d'eau.
- ✚ Le coefficient de dilatation thermique des plâtres est de de l'ordre de 15 à 20 μ/m par $^{\circ}C$.

Remarque :

La porosité des plâtres est d'autant plus élevée que la quantité d'eau de gâchage a été plus forte et qu'elle a pu s'échapper lors du séchage.

Cette porosité en fait un bon isolant thermique. Ainsi, les plâtres provoquent une corrosion à l'égard de certains métaux, surtout à l'état frais lorsqu'il est humide, à l'instar de : l'acier, le plomb, et le zinc contenant des impuretés.

✚ **Essais sur le produit fini :**

1. Analyses chimiques :

Analyse chimique avant que la roche ne soit extraite de la carrière et que le gypse soit cuit, deux problèmes se posent aux chimistes.

- D'abord quelle est la composition chimique idéale d'un gypse ?
- Ensuite, quelle combinaison des phases donnera les plâtres alpha et bêta, à la fois la plus économique et la meilleure ?

La composition chimique influe sur la qualité du plâtre et pour la déterminer, on utilise surtout la « Fluorescence x », vue sa rapidité et sa précision.

- **Principe de la méthode par Fluorescence x :**

Cette analyse, est une technique non destructive pour l'élément. Elle est qualitative et quantitative. Elle sert à l'identification et au dosage de tous les éléments à partir du numéro atomique « 9 » qui représente le Fluore dans leurs combinaisons les plus diverses.

L'échantillon à analyser est irradié par des rayons de haute intensité. De ce fait, ils émettent un rayonnement de Fluorescence spécifique à chacun d'eux. Par réflexion sur un cristal analyseur, ce rayonnement sera décomposé en raies spectrales dont l'intensité mesurée sera le reflet de l'identité et de la concentration des éléments analysés.

2. Analyse minéralogique :

Pour l'examen microscopique des plâtres on utilise généralement :

2.1 Technique pétrographique :

On utilise le microscope électronique pour étudier la forme et les dimensions des cristaux formés.

Elle consiste à déterminer la composition minéralogique selon les propriétés optiques des minéraux, en utilisant la lumière réfléchie sur les lames minces immergées dans une huile d'indice de réfraction convenable.

2.2 La technique de la diffraction X (DR-X) :

Cette méthode, nous a révélé la composition minéralogique de notre produit, la procédure trouve son principal emploi dans la détermination des minéraux et chaque corps cristallin, produit un spectre qui rend compte de sa structure interne et qui, par suite, est caractéristique de cette substance.

On peut considérer que tout diffractomètre x est une sorte « d'empreinte digitale » spécifique qui permet de distinguer un minéral

Pour reconnaître un corps à partir de son diffractogramme. On dispose d'un fichier de carte signalétique et de livre où les minéraux sont classés en fonction de leurs trois raies les plus importantes. Cette méthode est essentiellement qualitative.



Figure II.7 : Diffractomètre X

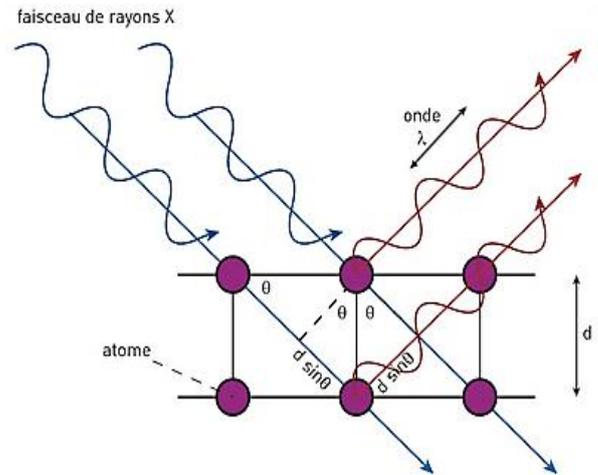


Figure II.8 : Mécanisme de la diffraction RX

3. Contrôle de production du plâtre (analyse des phases) :

Pour chaque plâtre on procède une analyse de phase dont les composants à déterminer sont :

- ❖ Anhydrite soluble AII.
- ❖ Hémi-hydrate (HH).
- ❖ Eau de cristallisation.
- ❖ Dihydrate (DH)
- ❖ Anhydrite difficilement soluble AII_s.
- ❖ Anhydrite insoluble (AII_u).
- ❖ Impuretés.

4. L'humidité :

Il s'agit de la teneur en eau libre obtenue par pesées d'un échantillon avant M_0 après M_1 séchage en étuve ventilé réglé à 40 – 45°C, température évitant la déshydratation. L'humidité s'exprime par la relation :

$$H (\%) = \frac{M_0 - M_1}{M_1} \times 100$$

Il est tout à fait possible de se trouver dans une situation telle que $M_1 - M_0 > 0$.

Dans ce cas, le produit contient de l'anhydrite soluble, et $H = 0$, il ne peut pas y avoir d'anhydrite soluble et présence de l'humidité.

5. La dureté :

Les duromètres sont des appareils de poche présentant un poinçon chargé par un ressort taré. La profondeur de pénétration du poinçon dans le matériau est affichée sur un cadran gradué de 0 à 100 points SHORE-A.



Figure II.9 : Duromètre SHORE-A.(photo prise le 21/05/2016)

6. Teneur en eau de cristallisation :

Il s'agit ici de déterminer la perte au feu (350 – 400°C), à cette température, toutes les formes hydratées de CaSO_4 sont transformées en anhydrite II.

Cette perte au feu se fera en creuset couvert afin d'éviter la projection dans l'étude et la reprise de l'humidité à la sortie.

7. Essais physiques :

7.1. La finesse :

7.1.1. Le poids spécifique P_s :

La masse spécifique d'un matériau est sa masse par unité de volume sans tenir compte des vides, et des capillaires, elle s'exprime par g/cm^3 . Et cela en utilisant un densimètre le Chatelier.

7.1.2. La surface spécifique de BLAINE (SSB) :

Elle se calcule en fonction du temps que met un volume d'air constant sous une pression déterminée ainsi que la température, à travers une couche de plâtre tassée dans des conditions définies, et cela en utilisant un perméabilimètre de BLAINE. [17]

7.1.3. L'analyse granulométrique :

C'est l'étude de la distribution des particules solides d'après leurs dimensions.

Elle consiste à déterminer le pourcentage des éléments solide à différentes grosseurs.

Elle est effectuée par tamisage. Diamètre à 800 μ m, 400 μ m, 200 μ m, 100 μ m. [17]

7.1.4. La masse volumique M_v :

La masse volumique des matériaux de construction à une importance pratique extrêmement grande. Il faut en effet connaître cette masse pour calculer la stabilité des matériaux en tenant compte de leur propre poids. [9]

La masse volumique est également indispensable aux calculs concernant les transports des matériaux. Il existe deux types de cette grandeur :

- La masse volumique tassée
- La masse volumique non tassée.

7.2 L'eau de gâchage :

Ce paramètre détermine la quantité d'eau nécessaire pour le gâchage de plâtre, pour cela on utilise un vase de 33 ml et 66 ml de hauteur, dans lequel on verse 100 ml d'eau distillé. Cette opération dure deux minutes environ selon la norme d'AFNOR.

C'est ainsi qu'on détermine le rapport Plâtre/Eau (E/P), ce rapport à une conséquence direct sur les propriétés rhéologiques et mécaniques du produits mis en œuvre. [9]

7.3. Le temps de prise :

Il consiste à déterminer, à l'aide d'un couteau, le temps de début de prise est le temps, en minutes, au bout duquel les bords d'une fente pratiquée à l'aide d'un couteau à travers une galette de plâtre, cessent de se rapprocher. [9]



Figure II.10 : La prise du plâtre(photo prise le 21/06/2016)

7.3.1. Début de prise (DP) :

C'est le moment où le plâtre commence à cristalliser (le sillon tracé par une lame de couteau dans une galette de plâtre ne se referme plus).

7.3.2. Fin de prise (FP) :

C'est le moment où la pâte de plâtre n'est plus utilisable, le plâtre achève son durcissement (un pouce fermement appliqué sur la surface ne laisse plus de trace, ou bien on utilise une tige métallique).

8. Essais mécaniques :

Les essais mécaniques sont des caractéristiques les plus importantes, car elles déterminent la classe d'un plâtre grâce aux contraintes de rupture à la traction par flexion, et à la contrainte de rupture par compression d'un liant.

8.1. Résistances mécanique à la rupture par flexion (R_f) :

On détermine la résistance à la flexion pour 2h, 24h et 7j avec la formule suivante :

$$R_f = \frac{3 F \times L}{2b \times h^2} ; \text{Kgf/cm}^2$$

F : la force appliquée.

L : la longueur entre les deux appuis ; en (cm).

h : hauteur de l'éprouvette, en (cm).

b : la base de l'éprouvette, en (cm). [9]

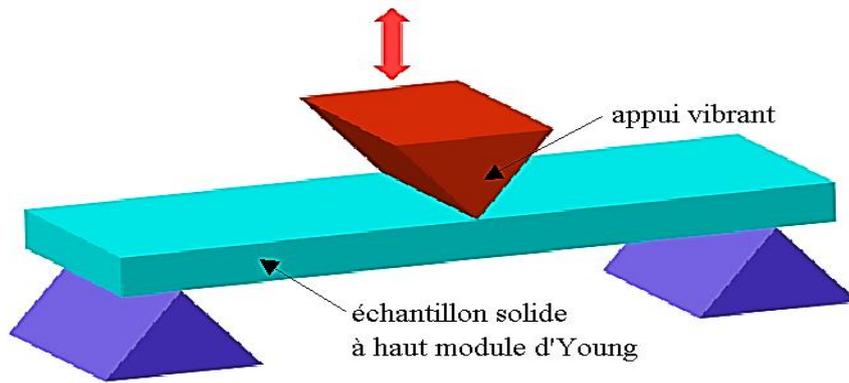


Figure II.11 : Essai rupture par flexion. [9]

8.2. Résistances mécanique à la rupture par compression :

On détermine la résistance mécanique à la compression sur les deux moitiés d'éprouvette de l'essai de flexion, dans une presse hydraulique. On applique l'expression mathématique suivante : [9]

$$R_c = \frac{P}{S} ; (\text{kgf/cm}^2)$$

P : Charge maximale supportée par l'éprouvette en KN.

S : la section de l'échantillon (en cm²).

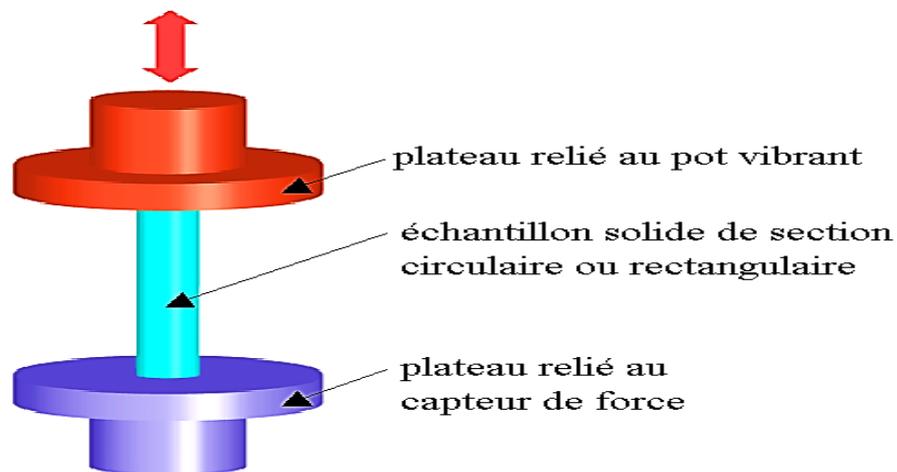


Figure II.12 : Essai rupture par compression[9]

9. La résistance au feu :

Toute construction nécessite d'assurer la sécurité des biens et des personnes contre le feu dont les conséquences peuvent être catastrophiques. Il est nécessaire de respecter les

différents règlements qui imposent des exigences particulières aux bâtiments selon leurs destinations.

La réglementation contre l'incendie se réfère à deux critères essentiels : la réaction au feu pour les produits et la résistance au feu pour les ouvrages. Ils se mesurent par des PV d'essais réalisés en laboratoire qui en précisent les classements. Par exemple : pour les cloisons, il existe un essai de résistance au feu qui en détermine son classement anciennement appelé « coupe-feu ».

10. Influence des divers paramètres sur la résistance au feu :

10.1. Type des plaques de plâtre utilisé pour l'intervention au feu :

Les plaques de plâtre à âme en fibre de verre assurent une meilleure résistance au feu que celles ne contenant pas ce matériau. Cela s'explique ainsi : plus la plaque de plâtre est légère, plus elle a tendance à se fissurer, et plus elle présente de fissures, plus elle est susceptible de se désintégrer lors d'un incendie. La fibre de verre contenue dans l'âme empêche la plaque de plâtre de se décomposer. Lorsqu'il y a plus d'une épaisseur de plaques de plâtre de chaque côté de la cloison, la présence de fibre de verre dans l'âme a moins d'influence.

Dans le cas des cloisons porteuses munies de plaques de plâtre légères ordinaires, la présence de fibre de verre dans l'âme a augmenté de 25%, l'indice de résistance au feu d'une cloison comportant une seule épaisseur de plaques de plâtre (épaisseur massique de 7,35 kg/m²) sur chaque côté, par rapport à une cloison de même type mais sans fibre de verre (épaisseur massique de 7,27 kg/m²). [8]

10.2. Epaisseur massique des plaques de plâtre :

La résistance au feu des cloisons comportant des plaques de plâtre ordinaires augmente en proportion de l'épaisseur massique de celles-ci.

Lors des essais auxquels ont été soumis des cloisons non porteuses comportant deux épaisseurs de plaques de plâtre ordinaires sur chaque côté (2 x 2), celles dont l'épaisseur massique était plus grande (7,82 kg/m², par rapport à 7,35 kg/m²) ont permis d'obtenir un degré de résistance au feu légèrement plus élevé.

Note :

La résistance au feu s'applique à un système assemblé, non à un produit isolé.

Dans les conditions d'utilisation finale, les plâtres de construction et enduits à base de plâtre atteignent des niveaux de résistance au feu spécifiques. Le cas échéant, ils doivent être soumis à essai et classés selon l'EN 13501-2. [8]

11. Résistance thermique :

Si nécessaire, la résistance thermique du système assemblé de liants à base de gypse et/ou plâtres pour enduit en condition d'utilisation finale doit être calculée selon une équation de l'EN ISO 6946:1996.

Les valeurs nominales de conductivité thermique nécessaires à ce calcul figurent au Tableau 2.

Lorsque la quantité de granulats présente dans les plâtres pour enduit et/ou liants à base de gypse est suffisante pour entraîner un écart significatif par rapport aux valeurs du Tableau 2, la conductivité thermique doit être déterminé selon l'EN 12664.

Tableau II.2 : Valeurs nominales de conductivité thermique des liants à base de gypse et/ou plâtres pour enduit durcis

Masse volumique kg/m³	Conductivité thermique à 23 °C et 50 % d'humidité relative W/ (m·K)
600	0.18
700	0.22
800	0.26
900	0.30
1000	0.34
1100	0.39
1200	0.43
1300	0.47
1400	0.51
1500	0.56

Les valeurs du Tableau II.2 sont issues de l'EN 12524. Les valeurs de référence concernent le matériau sec, utilisé en intérieur. Lorsque le matériau est humide, ces valeurs doivent être ajusté selon l'EN ISO 10456. [9]

Conclusion :

D'après ce chapitre on conclue que le proses suce de la fabrication de plâtre est très important pour obtenir un plâtre de qualité et on a arrivé a déterminer tous les essais nécessaire applicable sur ce plâtre afin d'étudié ces propriétés.

II

Essai sur produit fini

Chapitre 3 :

***Généralités sur les
Superplastifiants***

***Les
Fibres à plâtre***

Introduction :

Afin de réaliser notre travail on a proposé plusieurs adjuvants (super plastifiant, fibres synthétiques et fibres naturelles) dans le but d'étudier les propriétés de notre plâtre a ces ajouts.

1. Qu'est-ce qu'un super plastifiant ?

C'est un Adjuvant qui permet d'augmenter très nettement l'ouvrabilité d'un béton y compris les plâtres, sans ajout d'eau, ou de diminuer la quantité d'eau pour augmenter les résistances mécaniques sans modifier l'ouvrabilité du mélange cimentier (béton, plâtre...).

Les fluidifiants interagissent avec les particules du ciment et celles des fines en s'adsorbant à leur surface pour diminuer le phénomène de floculation. La grande fluidité des bétons autoplaçants est assurée par des dosages relativement important en fluidifiants. La capacité de remplissage d'un BAP croit avec le dosage en fluidifiant jusqu'à un maximum au-delà duquel le phénomène de ségrégation apparaît. l'utilisation d'un super plastifiants à faible perte d'étalement est essentielle pour la confection de béton autoplaçants. Certains fluidifiants comme le FPC (fluidifiant constitué d'un mélange de étalements deux polymères de structure très complexe permettent d'atteindre des étalements de 250 mm sans ségrégation, ce qui n'est pas le cas avec PC (polymère de type polycarboxylate) et NC (naphtalène sulfonate) par exemple. [10]

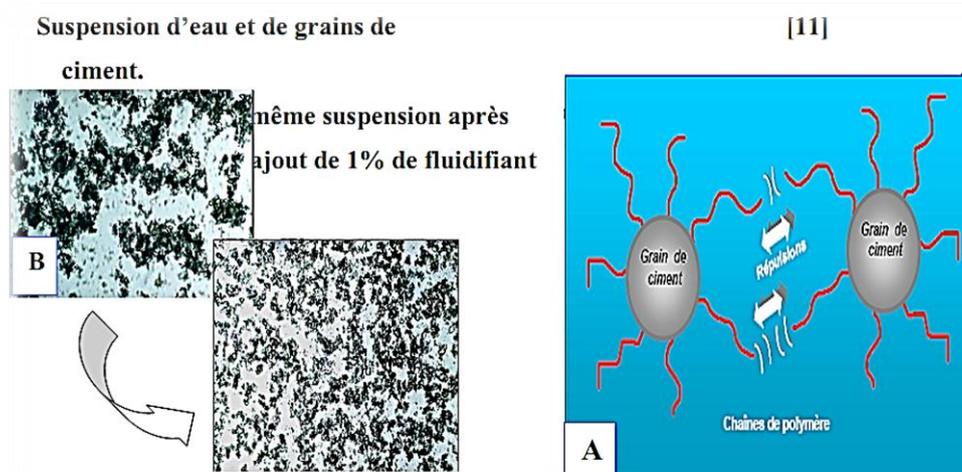


Figure III.1 : Mécanisme d'action d'un super plastifiant. [11]

1.1. Structure chimique des super plastifiants :

Les super plastifiants sont généralement des poly-électrolytes anioniques. L'efficacité de dispersion dépend de la fonctionnalité du poly-électrolyte. De sa masse moléculaire moyenne, de sa polydispersité et de sa densité de charge. [10]

1.2. Mécanisme de dispersion des super plastifiants :

1.2.1. Adsorption :

Les super plastifiants sont généralement introduits dans l'eau de gâchage avant le mélange avec le ciment. Au moment où les grains de ciment entrent en contact avec l'eau. Les molécules de super plastifiant participent à la saturation des charges de surface au même titre que les autres ions présents en solution.

Plusieurs mécanismes d'adsorption des super plastifiants entrent en jeu. De charge négative, ces polymères peuvent s'adsorber sur les sites positifs des grains de ciment par simple attraction électrostatique. De plus. Il est possible pour les super plastifiants de se fixer sur les sites négatifs via une complexion avec les ions calcium présents en solution. Ce mécanisme revêt une importance particulière due à la rapidité de l'hydratation du ciment. Ainsi, une grande partie des interactions super plastifiant/ciment font intervenir la couche d'hydrates présente sur la surface des gains de ciment.

1.2.2. Répulsions électrostatiques et stériques inter particules :

L'adsorption des super plastifiants à la surface des particules de ciment est à l'origine d'un potentiel de surface important, comme en témoigne les courbes de potentiel zêta montrées à la (figure 2). Le potentiel est négatif en raison de la charge négative portée par les super plastifiants. Les doubles couches électriques résultant de ce potentiel occasionnent répulsion électrostatique entre les grains de ciment. Plus le potentiel de surface est élevé, plus la force de répulsion est grande. Une densité de charge importante du polymère permet une adsorption forte et une bonne répulsion électrostatique, un potentiel zêta de -15 mV est suffisant pour garder la dispersion stable, ce qui n'est pas difficile à atteindre avec les super plastifiants . [10]

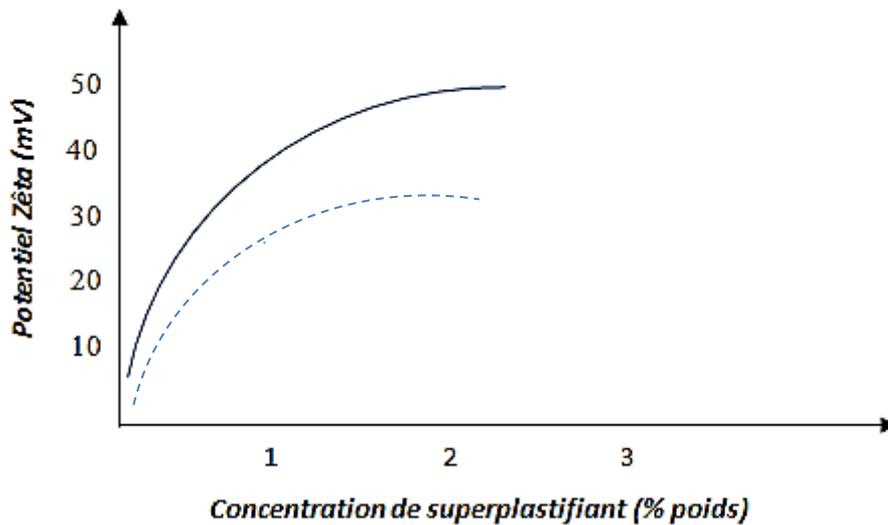


Figure III.2 : Potentiel zêta des particules de ciment en présence de super plastifiant [10].

La concentration ionique dans les coulis de ciment est amplement supérieure à la concentration critique nécessaire pour provoquer la coagulation des particules.

Ce fait pour expliquer que la dispersion des grains de ciment est principalement due aux répulsions stériques.

Cette répulsion s'explique par la difficulté pour les chaînes de polymères de s'enchevêtrer lorsque les particules s'approchent. Cela résulte de la perte d'entropie engendrée lorsque les chaînes s'entremêlent. Et de la pression osmotique créée par l'augmentation de la concentration en polymères entre les deux particules. Les molécules de superplastifiant constituent alors des barrières physiques entre les particules pour empêcher la coagulation.

Une augmentation de l'épaisseur de la couche adsorbée et de la densité des chaînes des polymères améliorent la dispersion. Ainsi, Les polymères de grande masse moléculaire accentuent la répulsion stérique. [10]

1.2.3. Mécanismes d'actions :

Plusieurs mécanismes d'adsorption régissant le mode d'action des dispersants sont possibles :

- Les super plastifiants s'adsorbent sur la surface des particules et changent ainsi leurs propriétés interfaciales dans les suspensions : la charge des particules devient très négative et les particules n'ont plus tendance à s'agglomérer.

- ✚ Les polymères adsorbés à la surface peuvent empêcher le rapprochement des particules entre elles par encombrement stérique surtout si les chaînes polymériques sont suffisamment longues.
- ✚ L'adsorption d'une couche de polymère peut agir comme lubrifiant en permettant un meilleur glissement des particules, les unes par rapport aux autres. Les suspensions peuvent ainsi s'écouler plus aisément et elles deviennent plus maniable. [11]

2 .Description du MEDAFLOW 30 :

Le MEDAFLOW 30 est un super plastifiant haut réducteur d'eau de la troisième génération. Il est conçu à base de polycarboxylates d'Ether qui améliorent considérablement les propriétés des bétons et les mortiers de très haute qualité.

En plus de sa fonction principale de superplastifiant, il permet de diminuer la teneur en eau du béton d'une façon remarquable.

MEDAFLOW 30 ne présente pas l'effet retardateur. [12]

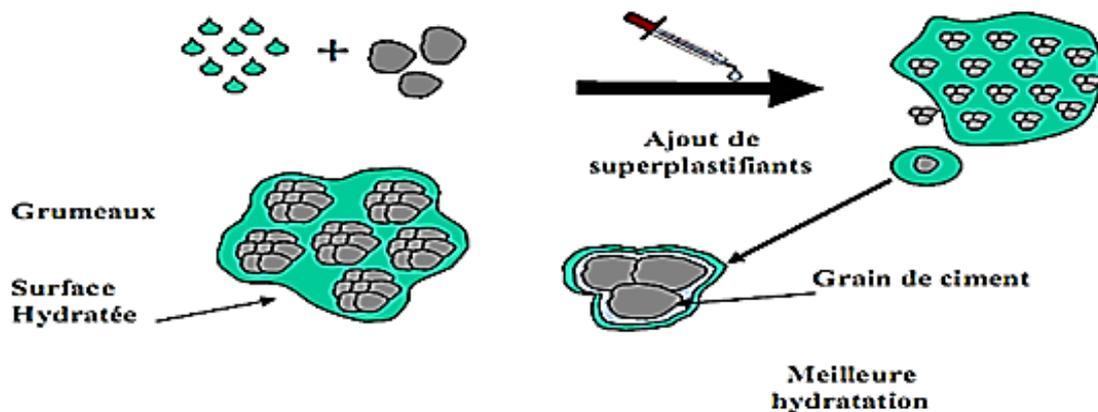


Figure III.3 : Schéma mécanisme d'action des super plastifiants sur les grains du ciment.[12]

2.1. Domaine d'application :

- Bétons à hautes performances.
- Bétons auto-plaçant.
- Bétons pompés.
- Bétons précontraints.
- Bétons architecturaux.

2.2. Propriétés du MEDAFLOW 30 :

Grâce à ses propriétés le MEDAFLOW 30 permet :

2.2.1. Sur le béton frais :

- Obtention d'un rapport E/C très faible.
- Amélioration considérable de la fluidité.
- Une très bonne maniabilité.
- Elimination de la ségrégation.
- Faciliter de mise en œuvre du béton.

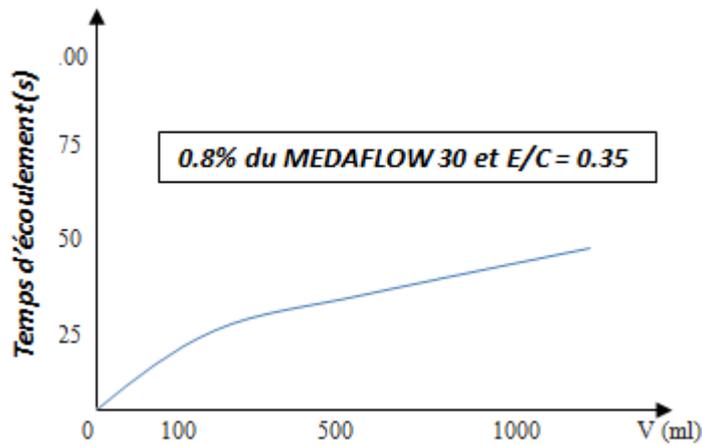


Figure III. 4 : Écoulement au cône de Marsh ASTM C939)

2.2.2. Sur le béton durci :

- Augmentation des résistances mécaniques à jeune âge et à long terme (voir le tableau).
- Diminuer la porosité.
- Augmentation de la durabilité.
- Diminuer le retrait et le risque de la fissuration.

Tableau III.1: Evolution de la résistance du béton avec le MEDAFLOW 30.

Désignation	Rc (MPa)		
	3J	7J	28J
MEDAFLOW 30 (1.4%)	39,2	54,7	62,2

2.3. Caractéristiques :

Tableau III.2 : Caractéristiques du MEDAFLOW 30.

Aspect	Liquide
Couleur	Brun clair
pH	6 – 6,5
Densité	1 ,07 ± 0,01
Teneur en Chlore	< 0,1g/l
Extrait sec	30%

2.4. Mode d'emploi :

Le MEDAFLOW 30 est introduit dans l'eau de gâchage, il est recommandé d'ajouter l'adjuvant dans le béton après que 50 à 70% d'eau de gâchage ait déjà été introduite.

2.5. Dosage :

Introduire 0.5 à 2% du poids de ciment soit 0.46 à 1.85 litre pour 100 Kg de ciment.

Le dosage doit être déterminé sur chantier en fonction de type de béton des effets recherchés.

2.6. Conditionnement de stockage :

Le MADAFLOW 30 est conditionné en bidon de 10 Kg, fût et de 210 Kg et 240 Kg, cubitinaire 1100 Kg.

2.7. Délai de conservation :

Une année dans son emballage d'origine à l'abri du gel de la chaleur ($5^{\circ}\text{C} < t < 35^{\circ}\text{C}$), lors d'exposition du produit au soleil, sa couleur est sujette à changer de ton.

2.8. Précaution d'emploi :

Manipulation non dangereuse. PV d'essais conforme aux normes, établi par le CNERIB en avril 2005. [12]

Note :

Les produits à base de poly carboxylates d'Ether (PCE), exposée aux UV, changent dans la couleur mais sans aucun incident sur les propriétés et les effets de l'adjuvant.

3. Les fibres naturelles :

3.1. Généralités :

L'incorporation des fibres dans le plâtre est réalisée afin d'améliorer sa résistance à la traction et de diminuer sa fragilité. L'hypothèse importante est que les fibres permettent l'arrêt du mécanisme de fissuration, en retardant le départ de la fissure et en la contrôlant une fois qu'elle apparaît. La résistance à la flexion d'un plâtre renforcé avec des fibres végétales augmente pour différents pourcentages en masse de 1% à 3%, ensuite diminue pour 4%. Sur des plâtres renforcés par différents pourcentages en masse de fibres cellulosiques, montrent que la résistance à la flexion atteint un maximum entre 8 et 10%. Au-delà de 10%, elle chute à cause d'une mauvaise répartition des fibres. L'étude de l'effet de la longueur des fibres sur les propriétés mécaniques des plâtre renforcés avec des fibres de cellulose, que le module d'élasticité dépend seulement des modules d'Young des constituants, de leurs volumes et de la distribution des fibres dans la matrice. Les composites renforcées par différentes longueurs de fibres cellulosiques montrent que l'énergie de rupture croît avec l'augmentation des longueurs de fibres, elle peut atteindre 40 fois celle de la matrice.



Figure III.5 : Echantillon de fibre naturelle.[15]

3.2. Caractéristiques physiques et mécanique des fibres naturelles :

Généralement une fibre végétale ou naturelle est caractérisée physiquement par son diamètre, sa densité, sa teneur en eau et son pourcentage d'absorption d'eau. Elle est caractérisée mécaniquement par sa résistance à la traction, son élongation à la rupture et son module d'élasticité. [15]

3.3. Caractéristiques chimiques des fibres naturelles :

Les fibres naturelles sont caractérisées par leur composition chimique qui influence énormément sur leur durabilité et spécialement dans les milieux alcalins. La composition chimique des fibres végétales est formée de trois principaux constituants à savoir : la cellulose, l'Hémicellulose et la lignine. [15]

3.4. Domaine d'utilisation :

L'utilisation des fibres végétales dans le domaine pratiqué est très ancienne. A titre d'exemple, la première utilisation des fibres végétales a été dans le domaine de textile et de production des cordes, ensuite dans la production de matériaux de construction composites à base de fibres naturelles est l'un des domaines les plus récemment exploités. En effet, plusieurs chercheurs révèlent que le renforcement d'une matrice à base de résine ou de plastique par des fibres naturelles donne de bon résultat tant sur le plan économique que sur le plan mécanique. [15]

Tableau III. 3 : Propriétés mécaniques d'un matériau composé par 50% de fibres végétales et 50% de polypropylène (PP)

Fibre/Matrice	Résistance à la traction (MPa)	Module de traction (GPa)	Résistance à la flexion (MPa)	Module de flexion (MPa)
Ramie/PP	34,67	3,43	29,33	3,02
Jute/PP	15,66	2,4	23,97	2,5
Curaua/PP	46,58	3,78	33,1	2,51

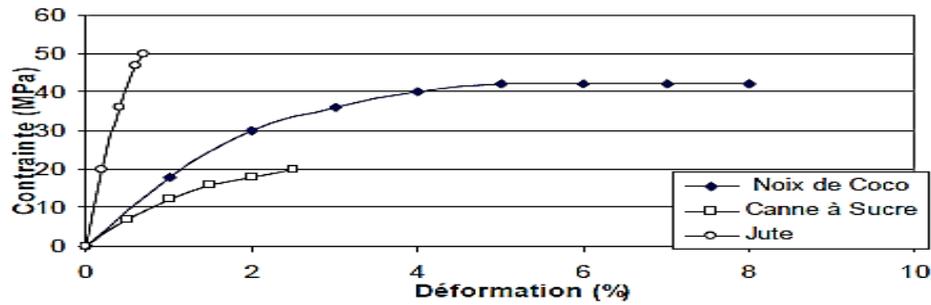


Figure III.6. : Courbes contrainte déformation avant rupture de quelques fibres végétales. [15]

3.5. Traitement des fibres :

Les plaquettes de fibres sont séparées en fibres individuelles dans l'eau, pour faciliter le défibrage. Les fibres individuelles sont bien lavées dans l'eau pour enlever les impuretés et la couches de lignine qui entourent la fibre qui gênent l'adhérence. Ensuite, elles sont coupées aux longueurs voulues.

4. Les principales propriétés des fibres naturelles :

4.1. Les propriétés physiques :

- Diamètre (mm).
- Densité absolue (Kg/m^3).
- Teneur en eau naturelle (%).
- Densité apparente (Kg/m^3).

4.2. Les propriétés thermo physiques :

- La conductivité.
- La diffusivité thermique.
- Résistance thermique spécifique.

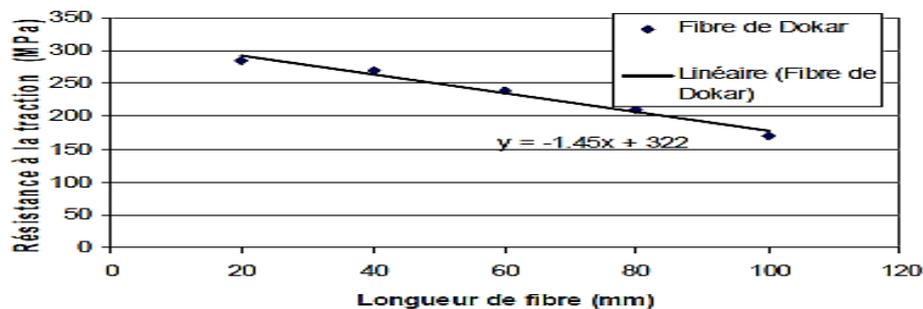


Figure III.7 : Résistance à la traction des fibres de Dokar à l'état naturel en fonction de la longueur du spécimen de la fibre. [15]

5. Les fibres synthétiques :

5.1. Généralités :

Il y a eu, dans le passé, des études sur de nombreux types de verre dans le but d'associer à leurs caractéristiques de renforcement (caractéristiques mécaniques) d'autres caractéristiques spécifiques, techniques ou économiques .

Le terme fibres de verre désigne à la fois les fibres utilisées comme isolant thermique, bien connues parce qu'elles sont apparentes dans de nombreuses utilisations courantes, et celles utilisées comme renforts que nous traiterons, peu visibles dans leurs applications finales parce que le plus souvent associées à des matrices organiques pour donner ce que l'on appelle communément des composites. Tenant compte de la présentation et de l'adaptation des fibres de renfort aux méthodes de transformation textiles, la normalisation française a retenu, pour distinguer ces dernières, le terme générique verre textile.

La principale application des fibres de verre textile est le renforcement des plastiques. Cependant, et en particulier au cours de la dernière décennie, leur champ d'applications s'est élargi à d'autres matrices (ciment, plâtre, bitume...)

Les fibres de verre de diverses qualités sont de loin les renforts les plus courants. Leur procédé d'élaboration par filage du verre en fusion permet d'obtenir des fibres de 5 à 15 μm de diamètre. Leur résistance à la rupture en traction ou flexion est d'autant plus élevée que leur diamètre est faible. Un diamètre de quelques microns autorise un rayon de courbure de quelques dixièmes de millimètres. [13]

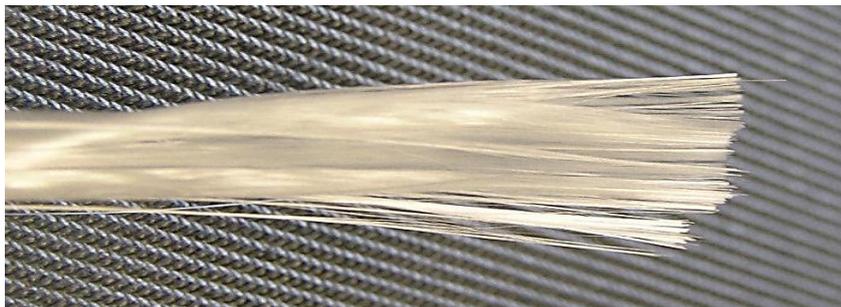


Figure III. 8 : Fil de la fibre

5.2. Principaux avantages :

- ✓ Bonne résistance thermique et électrique;
- ✓ bonne résistance aux agents chimiques et à l’humidité;
- ✓ bonne compatibilité avec les matrices organiques;
- ✓ faible coût.

5.3. Principales limitations :

- Caractéristiques mécaniques moyennes, notamment la rigidité élastique.
- Tenue au choc médiocre.

5.4. Compositions :

Les compositions des fibres de verre de renforcement résultent toujours d’un compromis technico-économique entre les propriétés spécifiques recherchées, l’aptitude au fibrage dans des conditions industrielles et les prix admissibles au niveau des applications.

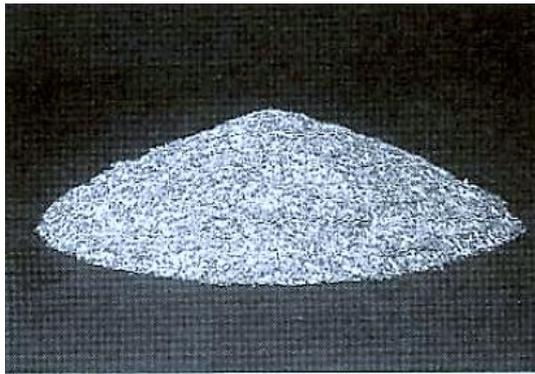
Des exemples de compositions sont donnés dans le tableau 4.

Ces compositions sont toujours susceptibles de variations d’un producteur à l’autre ou même de réajustements dans le temps chez un même producteur. Cela peut entraîner parfois des écarts de propriétés et, lorsqu’une grande précision sur les caractéristiques est recherchée, il y a lieu de consulter les fournisseurs. [14]

Tableau III. 4 : Composition des principaux types de verre de renforcement

Principaux constituants		Composition massique (%)							
		Verre E (1)	Verre D (2)	Verre A (1)	Verre C (1)	Verre R (5)	Verre S (3)	Verre AR (4)	Verre E-CR (3)
Silice	SiO ₂	53 à 56	73 à 74	70 à 72	60 à 65	58 à 60	64 à 65	60 à 63	52 à 56
Alumine	Al ₂ O ₃	12 à 16	Traces	0,5 à 2,5	2 à 5,5	23,5 à 25,5	24 à 25	0,3 à 0,7	10 à 16
Chaux	CaO	} 21 à 24	} 0,5 à 0,6	5 à 10	12 à 14	} 14 à 17	}	0,6 à 5,2	18 à 25
Magnésie	MgO			1 à 4	1 à 3			10 à 11	0,05
Oxyde de bore	B ₂ O ₃	5 à 9	22 à 23	0 à 0,5	2 à 5,5	0,05
Fluor	F	0 à 1
Oxyde de sodium	Na ₂ O	} ≈ 1	1,3	12 à 15	8 à 10	} 0 à 1	}	14,8 à 15,8	} ≈ 1
Oxyde de potassium	K ₂ O		1,5	1 à 2,5	
Oxyde de zirconium	ZrO ₂	15,8 à 19,5
Oxyde de fer	Fe ₂ O ₃	} 1	} 0,1 à 0,2	Traces	0,05	0 à 0,5
Oxyde de titane	TiO ₂			0,05 à 0,07	0 à 3

(1) D’après les analyses de produits commerciaux de différentes origines.
 (2) D’après des documentations techniques de Vetrotex.
 (3) D’après des documentations techniques d’Owens Corning.
 (4) D’après les analyses des produits d’Owens Corning et des produits Nippon Electric Glass.
 (5) D’après la norme NF L 17-751 d’avril 1992.



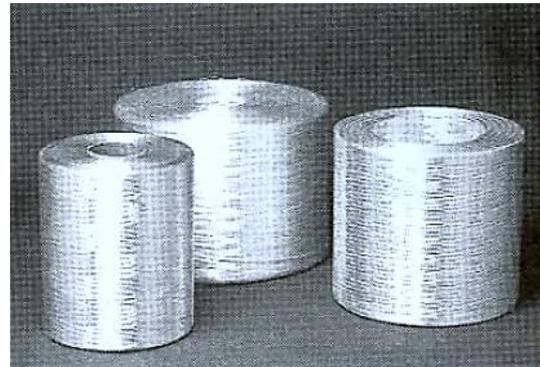
(a) fils coupés



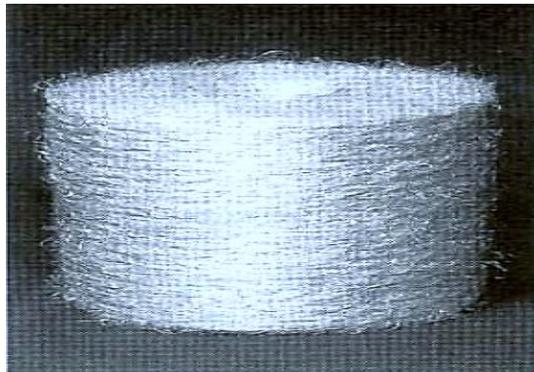
(b) fibres broyées



(c) mat à fils continus



(e) stratifil (roving)



(f) stratifil (roving) bouclé



(g) fils textiles sur tube support (cops)

Figure III.9 : Présentation des différents produits en verre textile. [13]

6. Propriétés des fibres de verre :

6.1. Remarques préliminaires :

La mesure des propriétés des fibres de verre de renforcement est un problème assez complexe, qui nécessite quelques commentaires préalables.

- ✚ Certaines propriétés, qui ne sont pas mesurables directement sur filaments mais sur le verre en masse, ne prennent pas en compte différentes transformations liées au fibrage et les valeurs trouvées sont donc à considérer comme approchées.
- ✚ Certaines caractéristiques, évaluées sur filaments, peuvent varier en fonction du diamètre du filament mesuré.
- ✚ Les propriétés peuvent être mesurées à différents stades :
 - Directement à la sortie de l'outil de fibrage (filière) avant ensimage ; c'est ce qu'on appelle propriétés sur les filaments vierges.
 - Sur des produits intermédiaires (fils de base) ou commerciaux (fils, stratifils, etc..) ou encore sur des filaments prélevés à partir de ceux-ci ; les valeurs trouvées intègrent alors l'influence de tous les paramètres de production et de manipulation
 - Enfin, au niveau de l'usage final, c'est-à-dire sur le composite (en ramenant les valeurs à la seule section de verre concernée) ; dans ce cas, les valeurs trouvées intègrent en plus l'influence des paramètres de moulage et les propriétés de la matrice.
- ✚ Les méthodes et les conditions de mesure des propriétés des fibres de faibles diamètres ont une influence beaucoup plus grande sur les résultats que pour les matériaux en masse.

Par conséquent, toute indication chiffrée de caractéristique n'a de valeur que rapportée à un énoncé précis de toutes les conditions opératoires et, bien entendu, les comparaisons n'ont de sens que pour des conditions identiques.

6.2. Propriétés générales :

Les caractéristiques indiquées dans le tableau III. 4 sont, suivant les cas, soit celles mesurées sur filament, soit celles mesurées sur verre en masse. Il n'a pas été possible de disposer de valeur d'origine unique et les méthodes de mesure ne sont pas toutes connues, ni

probablement identiques. Les chiffres ne sont donc à considérer que comme des ordres de grandeur et les comparaisons terme à terme doivent être abordées avec prudence.

6.3. Propriétés mécaniques des fibres :

Ce sont en fait les propriétés mécaniques des fibres de verre de renforcement qui sont à l'origine du considérable développement des composites dans tous les domaines industriels. Si le verre en masse est symbole de fragilité, fibré sous forme de filaments de très faible diamètre, eux-mêmes associés parallèlement sous forme de fils, il est doué d'une résistance supérieure à celle des meilleurs aciers connus. Néanmoins, sauf rares exceptions, les fibres de verre textile ne sont pas conçues pour travailler nues ; leurs propriétés à ce stade sont sensibles à la dégradation (par exemple à l'abrasion). [13]

6.4. Le mat :

Les mats sont des nappes constituées de filaments ou de fils de base, continus ou coupés, généralement distribués de façon aléatoire dans le plan et maintenus ensemble par un système de liage approprié. Ils sont présentés en rouleaux sur tubes supports dans une très large gamme de masses surfaciques, de largeurs et de qualités fonction des différentes applications.

La désignation est du type : code – 450 –125.

Le code producteur identifie l'ensemble des caractéristiques spécifiques (ensimage, liant, etc.), 450 la masse surfacique en grammes par mètre carré et 125 la largeur en centimètres.



Figure III. 10 : Le mat (photo prise le 21/04/2016)

6.4.1. Mats de fils coupés :

Ils sont constitués de fils de base coupés, de longueurs comprises entre 25 et 100 mm.

Les propriétés des mats sont fonctions des caractéristiques :

Des fils de base (masse linéique, ensimage, longueur de coupe) ;

Du système de liage qui peut être soit chimique avec un liant organique (liquide ou en poudre, soluble ou non par la résine d'imprégnation), soit mécanique par aiguilletage.

Les masses surfaciques standards vont de 100 à 900 g · m⁻².

6.4.2. Mats de fils continus :

Elles sont constituées de fils de base continus. Ces mats sont obtenus directement sous les filières de fibrage. Les paramètres variables (masse surfacique, largeur) sont sensiblement les mêmes que ceux des mats de fils coupés.

Ces mats sont caractérisés par un volume apparent plus important et une **grande déformabilité par étirage** des fils bouclés.

Inaptes au moulage au contact, ils sont très bien adaptés aux procédés de moulage entre moule et contre-moule avec résine liquide : RTM (Resin Transfer Molding), S-RIM (Structural-Reaction Injection Molding), de compression de plaques à la presse, de renforcement des mousses et de pultrusion. Ces procédés font l'objet d'articles spécialisés dans la rubrique **Plasturgie** du présent traité. Certaines qualités peuvent être préformées par thermoformage.

6.4.3. Mats de surface et Overlay :

Ils sont constitués de filaments coupés ou continus, répartis en nappe et liés. Leur structure est de ce fait beaucoup plus fine et les masses surfaciques sont faibles (quelques dizaines de grammes par mètre carré). Les mats de surface sont en général très liés et peu déformables, les Overlay peu liés et très déformables.

Les mats de surface et les Overlay sont utilisés dans les différents procédés de moulage pour améliorer les qualités de surface des pièces (aspect, résistance au vieillissement, à la corrosion, etc.). [13]

6.5. Domaine d'utilisation :

La fibre de verre trouve des applications en renforcement, isolation et optique. La première application est de loin la plus importante : la fibre de verre est alors utilisée pour

renforcer les bétons ou les polymères en vue de fabriquer des matériaux composites. Ceux-ci sont alors capables de se substituer à l'acier ou au carton. Le matériau composite résultant, connu sous le nom de glass-reinforced plastic (GRP) souvent appelé « fibre de verre » en langage courant. [13]

6.5.1. En renforcement :

La fibre de verre est utilisée comme armature dans des matériaux composites à résine généralement thermodurcissables, polyester, vinylester ou encore époxy (« fibre de verre époxy », GRE). Dans ces matériaux, comme pour le béton armé, les deux matériaux se complètent, compensant les faiblesses de l'autre. Les fibres apportent la résistance en traction alors que la matrice leur permet de supporter des charges de compression. On utilise soit le moulage au contact, soit le moulage par compression dans la plupart des cas. Mais avec l'arrivée de nouvelles machines ainsi que de nouvelles normes concernant la santé de nouveaux moyens de mise en œuvre apparaissent. Dans les deux cas précédent, l'utilisation de moules requiert l'utilisation d'un modèle.

6.5.2. En isolation : (la laine de verre)

Depuis la montée en puissance des politiques d'économie énergétique, la fibre, par ses qualités d'isolation, est un partenaire obligé. Pour ce cas de figure, la fabrication est menée par encollage des fibres par une résine synthétique. Le produit fini aura la forme de panneaux rigides ou de matelas souples pour protéger murs et plafonds, ou encore la forme de coquilles pour isoler les tuyaux. [16]

6.5.3. En optique :

Les fibres de verres, grâce à leur souplesse, leur transparence et leur excellente capacité de transmission de la lumière, sont jointes en faisceau et utilisées comme fibres optiques. L'utilisation reine est certainement l'endoscopie : un canal permet d'éclairer, par exemple les bronches, tandis qu'un autre canal renvoie la lumière réfléchi sur les bronches au praticien (ou à un support informatique). [16]

6.5.4. En télécommunication :

On peut également l'utiliser dans les applications télécom, en traduisant le signal utile sans impulsions électriques, mais avec des impulsions lumineuses. Mais les grandes distances exigent une pureté et une résistance mécanique parfaites, sans quoi une trop grande dispersion de la lumière conduit à une perte du message. [16]

6.6. Conditionnement d'utilisation :

6.6.1. Transport. Stockage :

La fibre de verre textile est sensible à l'humidité et à l'abrasion. Les emballages des producteurs en tiennent compte : laisser les produits dans leurs emballages d'origine jusqu'à leur utilisation est la meilleure protection. S'ils ne sont pas complètement utilisés, il faut les réemballer. Il faut également éviter toute exposition à l'eau (pluie, fuite accidentelle, etc.) car, même séché à nouveau, le produit peut voir ses propriétés notablement modifiées. De même, par temps froid, il faut éviter les condensations, laisser revenir le produit emballé à la température du local de travail pendant un temps suffisant. Et enfin il faut assurer une bonne rotation des stocks. [16]

6.6.2. Hygiène. Toxicité :

Il est maintenant reconnu officiellement que les produits commerciaux en fibres de verre textile n'engendrent aucun risque de fibrose pulmonaire. Seules des démangeaisons cutanées ou une irritation des voies respiratoires peuvent se manifester dans les premiers temps de manipulation. Elles disparaissent très vite.

Dans les cas difficiles, des crèmes de protection dermique et des masques anti-poussières protégeront les individus particulièrement sensibles ou exposés.

Les fibres de verre textile par elles-mêmes ne présentent aucune toxicité et peuvent être utilisées dans les applications en contact avec les aliments. Néanmoins, du fait des traitements qui pourraient éventuellement leur être appliqués, il y a lieu de consulter tous les intervenants dans leur chaîne de production. [16]

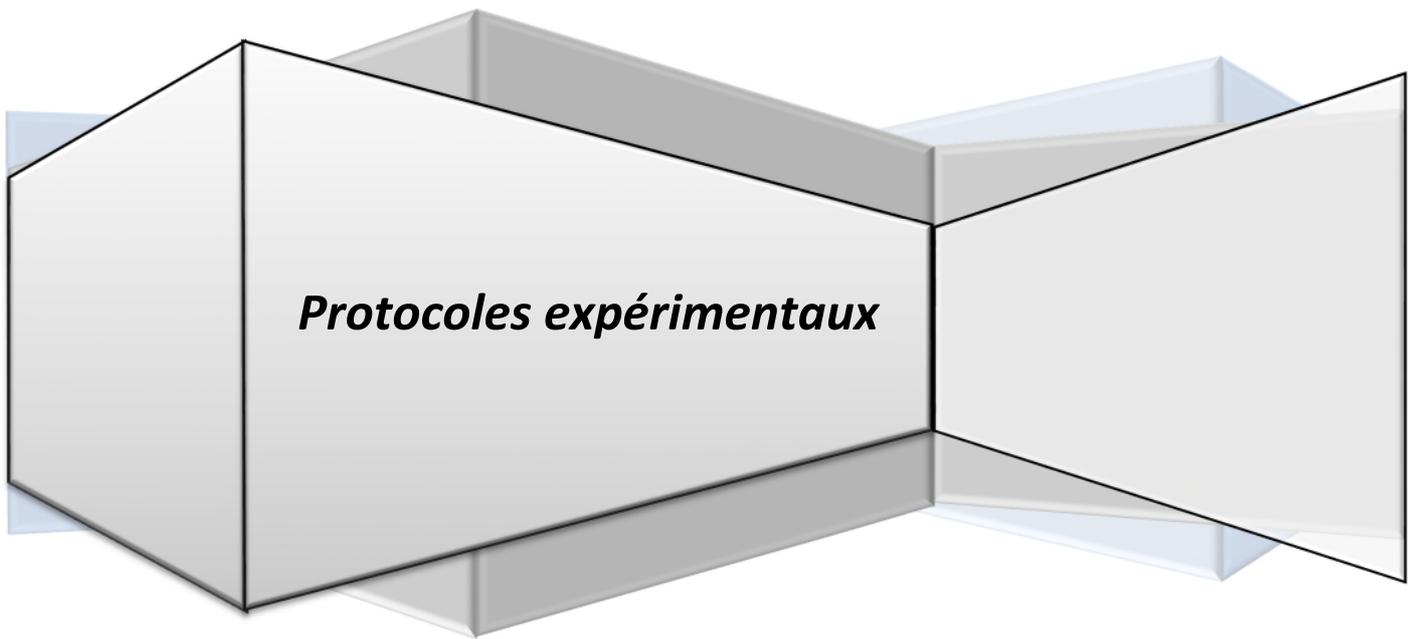
Conclusion :

D'après ce chapitre on conclue que l'utilisation des déférentes ajout consiste a déterminer des pourcentage spécifiques car chaque ajouta des propriétés différents et leurs comportement avec le plâtre est défirent aussi.

Partie pratique



Chapitre 4 :



Introduction :

Pour réaliser notre étude on va procéder tout d'abord à la préparation de la matière première. Dans ce chapitre on va proposer tous les protocoles et les techniques possibles pour fabriquer et étudier les deux types de plâtre.

1. Préparation de la matière première :

Le gypse prélevé est stocké au niveau du service traitement des échantillons, puis on lui fait subir le traitement suivant :

- Séchage dans une étuve à une température de 40°C à 45°C pendant trois (03) jours.
- Concassage à un diamètre égal à (15 mm à 20 mm) dans un concasseur à mâchoires.
- Une partie du mélange est broyée à une granulométrie inférieure à 1 mm à l'aide d'un broyeur à disque.
- Puis finissage dans un broyeur à boulets à une granulométrie de 80 à 63 μ (pour les analyses chimiques).

1.1. Séchage de la matière première :

Tout au début, on prélève une quantité de gypse dont les dimensions anarchiques qui ne dépassent pas les 50 mm (passé auparavant au concassage primaire), ensuite, on dépose le tout dans une étuve réglée à une température (40° - 45°C) durant 3 jours.

1.2. Le concassage :

- On effectue un concassage, dont le mécanisme de l'opération c'est que les blocs de gypse soient écrasés entre deux mâchoires cannelées l'une fixe et l'autre animée d'un mouvement alternatif, les dimensions de ces blocs doivent être (≤ 20 mm).

- Par la suite, prenons une partie du mélange qui sera broyée à une granulométrie inférieure à (01 mm) à l'aide d'un broyeur à disque.

- Puis, on procède au finissage dans un broyeur à boulet à une granulométrie de (80 μ m – 63 μ m) L'échantillon obtenu est destiné à l'analyse chimique.



Figure IV.1 : Concasseur à mâchoires (Photo prise le 24/04/2016).

1.3. La granulométrie du gypse : (EN 13279-2)

- **L'objectif de l'opération :**

L'analyse granulométrique consiste à déterminer la distribution dimensionnelle des grains constituant un granulat dont les dimensions sont comprises entre (0.63/16 mm).

- **Principe d'essai :**

L'essai consiste à prélever 5000g sur l'échantillon de laboratoire conservé hermétiquement et les passer à travers une série de tamis dans l'ordre suivant :

0.63 --- 3.15 --- 5 --- 6.3 --- 8 --- 10 --- 12.5 --- >16 (mm)

1.4. L'analyse chimique du gypse d'El Adjiba : (NF B 12401) :

Elle est régie par un ensemble de normes :

-Le pH est mesuré par une électrode de verre (NF T 90-008) ; le titre alcalimétrique est déterminé par volumétrie avec un acide minéral dilué (NF EN ISO 9963-1) ;

-Les sulfates sont dosés par gravimétrie sous forme de sulfate de baryum (NF T 90-009) ;

-Le magnésium et le calcium sont déterminés par absorption atomique (SAA) [NF T 90-005]

- Les ions chlorure sont dosés par une solution de nitrate d'argent (NF T 90-014) ;

-Les hydrocarbures peuvent être analysés par spectrométrie infrarouge (T 90-114) ou par chromatographie en phase gazeuse après une extraction par un solvant approprié.

Il est également possible de doser les principaux anions inorganiques (chlorures, nitrates, sulfates,...) par chromatographie ionique.

L'analyse chimique ne pourra être faite que sur des liqueurs obtenues par l'attaque de l'échantillon par des acides dilués. La dissolution de la poudre sera facilitée par une surface spécifique élevée. Il sera convenable de rebroyer le produit jusqu'à ce que le tout passe au tamis de 0,1 mm (norme NF B 12401).

Le plâtre peut contenir un peu d'anhydrite soluble. Il faut donc l'étaler à l'air en couche mince pour transformer l'anhydrite III instable en demi-hydrate.

Le plâtre ou gypse, seront ensuite séchés en étuve ventilée, dont la température sera réglée 40° - 50° C.

L'analyse par fluorescence x nous a donné la composition chimique de la matière première (gypse).

1.5. L'analyse minéralogique du gypse :

Elle a pour objet l'identification et le dosage des minéraux constitutifs du matériau. Son processus est très différent de celui de l'analyse chimique qui ne donne que la composition élémentaire des matériaux, exprimée en oxydes, à l'exception de quelques cas où les teneurs de certaines espèces minérales peuvent être calculées directement à partir des données de l'analyse élémentaire (chlorures alcalins, carbonates de calcium).

L'analyse minéralogique utilise les résultats de plusieurs méthodes instrumentales qui sont utilisées pour caractériser un minéral par :

- Sa structure cristalline (répartition des atomes dans des réseaux géométriques), qui est mise en évidence par la diffraction de rayons x ;
- Son réseau cristallin, qui peut être extrait du spectre de diffraction de rayons x obtenu sur l'échantillon pulvérulent (méthode de Debye et Scherrer).

2. Fabrication du plâtre :

2.1. Fabrication du plâtre alpha (voie humide) :

2.1.1. La cuisson de la matière première (le gypse) :

La cuisson du gypse se fait dans un autoclave du laboratoire, c'est un appareil de cuisson à vapeur sous pression de (2 à 12) atmosphère. Il est constitué de par :

- ✚ Chauffage.
- ✚ Mano-régulateur.
- ✚ Manomètre de contrôle.
- ✚ Ventilateur.

- + Soupape de sortie.
- + Soupape de décharge.
- + Etanchéité de couvercle.
- Remplir d'eau en conformité avec les indicateurs donnés en matière de la charge du liquide.
- Le gypse concassé à un diamètre ($\varnothing = 5 - 16$ mm), empilé dans des cannières, et introduire à l'intérieur de l'autoclave.
- On fixe une pression de la vapeur d'eau, l'intensité de la pression et la durée d'application de cette pression sont en fonction de la dimension du gypse.
- On choisit toujours un optimum entre grosseur du grain, pression et durée d'autoclavage.
- Introduire un thermomètre dans le tube protecteur de ce dernier.
- Lorsque le traitement dans l'autoclavage est terminé on met hors action les deux circuits du chauffage, puis on ouvre les trous du ventilateur et on le met en circuit.
- De cette façon, l'autoclave va se refroidir de sorte qu'après environ 2h. La pression peut être réduite à la pression atmosphérique.



Figure IV.2. : L'autoclave(photo prise le 24/04/2016).

2.1.2. Séchage du plâtre humide obtenu :

Après le traitement du gypse, on pose notre plâtre humide dans un bac et le mettre dans une étuve à une température 155°C pendant 2h.



Figure IV.3 : Broyeur à disque (Photo prise le 24/04/2016)

2.1.3. Broyage :

Après le refroidissement, notre plâtre subi un dernier broyage à l'aide d'un broyeur à disque, pour le mettre en conformité avec les caractéristiques de sa catégorie.

2.2. Fabrication du plâtre bêta ($\beta - \text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$) (voie sèche)

Principe :

Elle s'opère sous pression atmosphérique ou sous une faible pression partielle de vapeur d'eau. C'est la plus courante, elle conduit à la fabrication d'hémi-hydrate Bêta, pour la température inférieure à 200°C et de circuit au-dessus de 350°C . La méthode par voie sèche regroupe la majorité des procédés de cuisson utilisés pour produire les plâtres courants qu'ils soient de préfabrication ou de construction

- Une fraction de gypse mesurée entre (5-16mm) Le gypse doit être posé dans une étuve à une température inférieure à 200°C pendant 4h.



FigureIV.4 : l'étuve Photo prise le 24/04/2016.

2.2.1. Broyage :

Le plâtre bêta va être broyé entre (0,3 – 0,5mm), selon la demande de la clientèle.

3. Essais sur produit fini :

3.1. L'analyse chimique de deux types de plâtre (α et β) :

La fluorescence X, nous a donné la composition chimique des deux plâtres obtenus.

3.2Analyse minéralogique :

3.2.1. La technique de la diffraction X (DRX) :

L'analyse par diffraction des Rayons X apporte des informations sur la composition minéralogique de notre produit mais aussi sur sa structure cristalline.

3.3. L'analyse des phases : (Norme Internationale MO)

3.3.1. Eau de cristallisation :

Il s'agit de déterminer la perte au feu à 350°C. à cette température, toutes les formes hydratées de CaSO_4 sont transformées en anhydrite II. Cette perte au feu se fera en creuset couvert afin d'éviter les projections dans l'étuve et la reprise d'humidité à la sortie.

- Prélever une quantité de 4g de plâtre à analyser est exactement pesée dans un creuset en porcelaine, la pesée est désignée (A_3).

-Faire chauffer dans un four à moufle à 400 °C jusqu'à poids constant, puis on les refroidit dans un dessiccateur, par la suite.

-Peser le poids substantiel ainsi obtenu est désigné par x_3 .

$$K_{H_2O} = \left(\frac{1 - x_3}{a_3} \right)$$

Avec :

x_3 : la masse initiale de l'échantillon.

a_3 : la masse de l'échantillon après refroidissement.

3.3.2. Détermination de l'anhydrite soluble AIII :

Il faut considérer ce produit comme une étape intermédiaire dans la transformation du semi-hydrate en anhydrite II. Avec cette formule on pourra déterminer le taux de l'anhydrite III :

$$(\%) A_{III} = 1511 (b - 1)$$

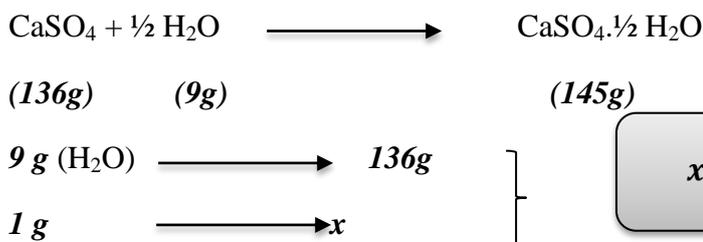
$$\text{Avec : } b = \frac{b_1}{a_1}$$

b : le rapport entre les deux poids.

b_1 : le poids substantiel obtenu.

a_1 : la prise d'essai.

- Le facteur donné « 1511 » est déterminé de la manière suivante :



$$x = \frac{136}{9} = 15,11$$

Et pour 100% en H_2O , on a $15,11 \times 100 = 1511$.

3.3.3. Détermination de l'hémi-hydrate HH :

On les appelle différemment « hémi-hydrate » de formule $\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$, il s'agit du plâtre pur, il renferme encore 6.2% d'eau en poids.

$$(\%) HH = 537 (C - 4b + 3)$$

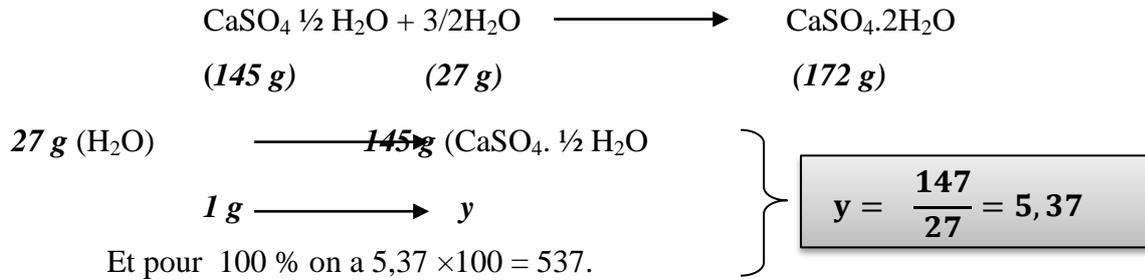
Où : $C = C_2 / a_2$

a_2 : la prise d'essai.

C_2 : poids ainsi obtenu après le refroidissement.

C: le rapport des poids.

- Le facteur donné : « 537 » est déterminé comme suit :



3.3.4. Détermination du Dihydrate DH :

Il s'agit du gypse resté incuit après la cuisson du plâtre, ou du plâtre réhydraté ultérieurement par pollution. (Sac mouillé).

$(\%) DH = (Pf_{400} - K_{H_2O}) \times 477,8$

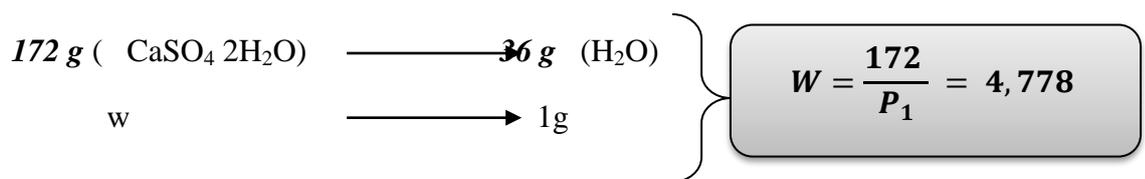
Pf : perte au feu à 400°C

KH₂O : l'eau de cristallisation

D'où le :

$PF_{400} = \frac{P_1 - P_2}{P_1} \times 100$

Le facteur « 4,778 » est déterminé comme suit :



Et pour 100% on a $4.778 \times 100 = 477.8$

3.3.5. Détermination de l'anhydrite difficilement soluble A II_s :

L'Anhydrite II est également appelé insoluble, car la cinétique d'hydratation est lente, d'autant plus lente qu'elle a été obtenue à des températures élevées.

$$(\%) AII_S = 378 (d - c)$$

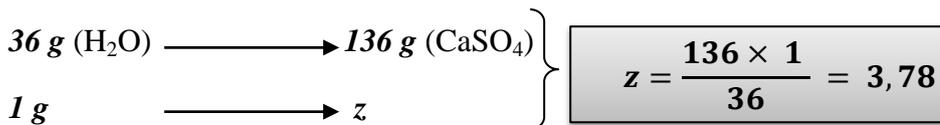
Où : $d = d_4 / a_4$

d : le rapport entre les deux poids

d_4 : le poids obtenu après le séchage à 40-45 °C.

a_4 : la prise d'essai.

C : Le coefficient donné « 378 » est obtenu de cette façon.



Et pour 100% on a $3.78 \times 100 = 378$

3.3.6. Détermination de l'anhydrite insoluble AII_u :

On obtient l'anhydrite insoluble AII_u par cette formule mathématique :

$$(\%) AII_U = 1,70 [(\%) \text{SO}_3 - 0,588 \times (\%) AIII + \% A II_S] - 0,552 \times (\%) HH - 0,465 \times (\%) DH]$$

$$\text{CaSO}_4 / \text{SO}_3 = 136/80 = 1,70$$

$$\text{SO}_3 / \text{CaSO}_4 = 80/136 = 0,588$$

$$\text{SO}_3 / \text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O} = 80/145 = 0,552$$

$$\text{SO}_3 / \text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = 80 / 172 = 0,465$$

3.3.7. Détermination des impuretés:

$$(\%) imp = [100\% - (\%) DH + \% AIII + (\%) HH + (\%) AII_S +$$

3.4. Essais physiques:

3.4.1. Finesse:**a) Poids spécifique P_s :**

- Notre prise d'essai c'est de peser 50 g de plâtre. Ensuite on remplit un densimètre jusqu'au premier trait avec du benzène.
- Mettre le densimètre dans le bain thermostatique à température constante ($20 \pm 2^\circ\text{C}$).
- Le remplissage du benzène dans le densimètre sera éventuellement corrigé après la stabilisation de la température puis, introduire la poudre du plâtre pesé.
- Agiter doucement le densimètre en le faisant tourner pour éliminer l'air entrainé par la poudre.
- Remettre à nouveau le densimètre dans le bain thermostatique, continuer à agiter doucement, jusqu'à stabilisation du niveau.

$$P_s = \frac{M}{V} \text{ (g/cm}^3\text{)}$$

P_s : poids spécifique, en g/cm^3 .

M : la masse introduite dans le densimètre, en(g).

V : le volume du liquide déplacé en cm^3



Figure IV.5 : Bain Marie. (Photo prise le 25/04/2016)

b) Surface spécifique de Blaine (SSB): (NF P 15442)

- Peser à 0,01 g près une masse de plâtre, telle que le contenu du son volume V après la cellule ; sa porosité égale à 0,50 g.

- Appliquer sur cette grille au moyen d'une tige un disque de papier filtre .verser le liant dans la cellule pour niveler la couche supérieure du liant, puis placer sur celle-ci un autre disque de papier filtre.

- Tasser avec précaution au moyen d'un piston en évitant la remontée de la poudre au-dessus du papier filtre jusqu'à ce que le collier vienne buter contre la cellule.

- Retirer le piston doucement, vérifier le niveau du liquide du manomètre qui doit affleurer au trait inférieur.

- Fermer le robinet, mettre en marche un chronomètre sensible, quand le niveau du liquide atteint le 2^{ème} trait puis l'arrêter, quand le niveau atteint le 3^{ème} trait. Noter le temps écoulé ainsi que la température de la pièce.

$$SSB = K \frac{\sqrt{e^3} \sqrt{T}}{P_s (1 - e)n} ; \quad (\text{cm}^2 / \text{g})$$

P_s : poids spécifique des grains déjà déterminé précédemment.

K : constante de l'appareil = 2.4282.

e : porosité de la couche tassée. = 0.5

P_s : poids spécifique.

n : viscosité de l'air à la température d'essai, n= 0.0013487

T : temps écoulé (secondes).



Figure IV.6 : Cellul de l'appareille de SSB (Photo prise le 26/04/2016).



Figure IV.7. : Perméabilimètre de BLAINE.(photos prise le 25/04/2016)

c) Analyse granulométrique sur tamis :

L'analyse granulométrique consiste à déterminer la distribution dimensionnelle des grains constituant un granulat dont les dimensions sont comprises entre **0.100** et **0.800 mm**.
On appelle :

- **Refus** sur un tamis : la quantité de matériau qui est retenue sur le tamis.
- **Tamisât** (ou **passant**) : la quantité de matériau qui passe à travers le tamis.

L'essai consiste à fractionner au moyen d'une série de tamis un matériau en plusieurs classes granulaires de tailles décroissantes.

- Prélever une quantité suffisante de plâtre sécher dans une capsule pendant 2 h.
- Refroidir dans un dessiccateur.
- On pèse avec précision (plâtre $\beta = 25g$; plâtre $\alpha = 25g$)
- Introduire dans des tamis, diamètre 800μ , 400μ , 200μ , 100μ .
- Tamiser à l'aide d'un pinceau, jusqu'à l'absence de particules passant à travers les mailles de tamis.
- Récupérer soigneusement le refus sans aucune perte, peser de nouveau avec précision, cette masse notée M_2

3.4.2. La masse volumique :

a) La masse volumique non tassée :

- On place un entonnoir à trépieds sur lequel se trouve un tamis dont l'ouverture de maille est de 2mm. On prend un récipient d'un litre et on pèse P_1 .

- On met le récipient sous l'entonnoir et on passe l'échantillon à travers le tamis, quand le récipient est rempli, on rase la partie supérieure par une règle, puis on pèse P_2 .

$$Q = P_2 - P_1 \quad ;(\text{g/l})$$

Avec :

P_1 : La masse de récipient.

P_2 : La masse du récipient+ plâtre.



Figure IV.8 : La méthode tassée (photos prise le 10/04/2016).

b) La masse volumique tassée :

- On tare une éprouvette graduée de 250 ml sur une balance technique.
- On fait remplir l'éprouvette par l'échantillon jusqu'à 200 ml .
- On pèse le matériau P_1 .
- Après, on place l'éprouvette sur la table à secousse et on la tasse avec 100 coups.
- On mesure le volume V_1 de la matière.

$$Mv_t = \frac{P_1}{V_1} \quad ;(\text{g /l})$$

P_1 : poids d'échantillon contenant dans l'éprouvette.

P_2 : le volume déplacé.



Figure IV.9 : La méthode non tassée(Photo prise le 10/06/2016).

3

.4.3 Détermination du rapport (eau/plâtre) : (EN 13279-2)

➤ **Par la méthode de saupoudrage :**

- On prend 100 ml d'eau dans un bécher de 250 ml, puis on la tare sur une balance technique.
- On saupoudre le plâtre dans le bécher pendant 30 secondes jusqu'à ce que le niveau de plâtre soit à 50 ml, et pendant la deuxième 30 secondes atteindre 100 ml et on continue l'opération jusqu'à ce que la quantité d'eau soit absorbée par le plâtre et cela pendant la deuxième minute.

Le rapport eau/plâtre R s'obtient à l'aide de la formule :

$$R = \frac{M_0}{M_1}$$

Avec :

M_0 est la masse de l'eau, en grammes ;

M_1 ; la masse de l'eau et la masse de plâtre, en grammes.



Figure IV.10 : méthode de saupoudrage (Photos prise le 10/06/2016)

3.5. Détermination du temps de prise : (EN 13279-2)

- Nous déterminons le temps de début de prise en découpant des fentes dans la galette.
- Ensuite on nettoie le couteau et le sèche après chaque découpe. Les fentes doivent être pratiquées dans des intervalles de temps ne dépassant pas 1/20 du temps de prise escompté.
- Utiliser deux galettes pour les découpes préalables, la troisième étant réservée à la découpe d'essai.
- Le temps de début de prise t_i est obtenu au moment où les bords d'une fente découpée au temps t_i cessent de se rapprocher.

- **Étapes du déroulement de l'essai :**

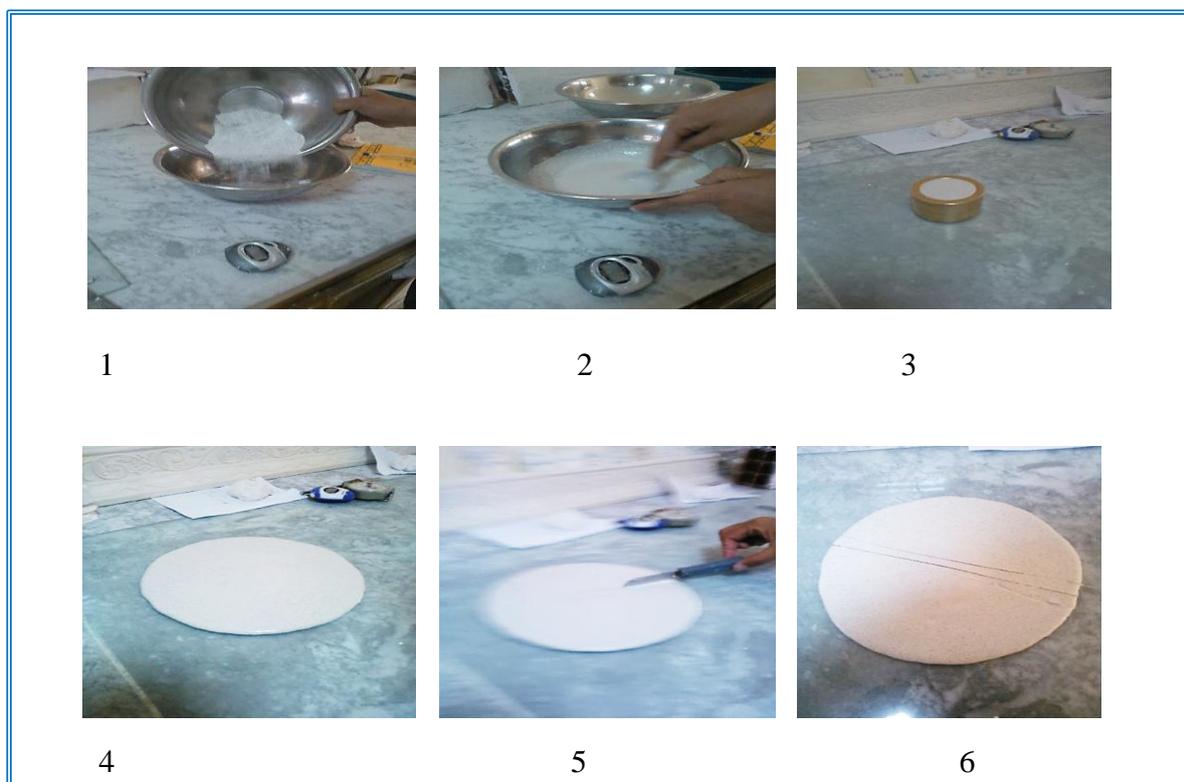


Figure IV.11 : Déroulement d'essais du temps de prise (photo prise le 12/04/2016).

3.6. Préparation des éprouvettes : (EN 13279-2)

La confection des éprouvettes avec des dimensions de 4×4×16 a pour but de déterminer les essais mécaniques à la rupture par flexion et par compression.

Les étapes suivies sont :

- Préparer le mélange qui se comporte de 1000 kg de plâtre et la quantité d'eau correspondante à cette masse d'après l'eau de gâchage.
- Verser l'eau dans le récipient.
- Mettre le malaxeur en marche à la vitesse V_1 pendant 1 min.
- Verser au fur et à mesure la matière.
- Changer la vitesse du malaxeur V_2 pendant 2 min.
- Verser le tout dans le moule.
- Faire subir les moules à des chocs continus afin d'assurer le bon remplissage.
- Démouler le moule après 2h.



Figure IV.12 : Déroulement de la confection des éprouvettes de plâtre(photo prise le 26/04/2016).

3.7. Conservation des éprouvettes :

Les nombre total des éprouvettes pour chaque mélange est de 3, on les conserve dans l'atmosphère du laboratoire suivant les démarches suivantes :

Premier âge : exposer l'éprouvette à l'air libre pendant 02h puis la mettre dans l'étuve à une température 40° - 45°C jusqu'à un poids constant (environ 3 jours).

Deuxième âge : exposer l'éprouvette à l'air libre pendant 24h puis la mettre dans l'étuve à une température 40° - 45°C jusqu'à un poids constant (environ 03 jours).

Troisième âge : exposer l'éprouvette à l'air libre pendant 07 jours puis la mettre dans l'étuve à une température 40° - 45°C jusqu'à un poids constant (environ 03 jours).

3.8. Détermination de la dureté :

Principe :

Les duromètres sont des appareils de poche présentant un poinçon chargé par un ressort taré. La profondeur de pénétration du poinçon dans le matériau est affichée sur un cadran gradué de 0 à 100 points SHORE-A.

- Effectuer la détermination sur les deux surfaces longitudinales de l'éprouvette (par exemple : les deux faces se trouvant en contact avec le moule).

- Appliquer la charge perpendiculairement à la surface d'essai, dans un plan passant par l'axe latéral, et en trois points distants entre eux du quart de la longueur. Les points extrêmes peuvent toutefois se situer au moins à 20 mm des extrémités.

- Appliquer une charge de 10 N, puis augmenter cette valeur dans les 2 s pour atteindre 200 N 10 N. Maintenir cette charge pendant 15 s puis mesurer la profondeur de l'empreinte.

3.9. Les essais mécaniques :

3.9.1. Les résistances mécaniques à la rupture des plâtres α et β : (EN 13279-2)

a) La résistance mécanique de rupture par flexion (R_f) :

Principe :

L'essai de flexion est effectué sur prisme (4×4×16) cm. Le prisme est placé dans une machine automatique de flexion, et est soumis à une charge croissante jusqu'à sa rupture.

$$R_f = \frac{3FL}{2b \times h^2}$$

R_f : Résistance à la flexion (N/mm²).

F : La force appliquée. (N).

L : La distance entre les appuis (mm)

b : L'arête de la section carrée de prisme (mm)

h : Hauteur de l'éprouvette.



Figure IV.13 : Machine de flexion (photo prise le 02/05/2016).

a) La résistance mécanique à la rupture par compression :

Principe :

- Déterminer la résistance à la compression en appliquant une charge sur la partie brisée du prisme qui a été utilisée pour déterminer la résistance à la flexion.
- Disposer les éprouvettes entre les plaques en acier, de sorte que les faces du prisme qui collaient aux parois du moule soient en contact avec les plaques sur une section de 40 mm × 40 mm.
- Laisser la plaque supérieure s'incliner jusqu'à ce que le contact entre l'éprouvette et la plaque soit parfait. L'axe de rotation de la plaque supérieure passe par le centre des surfaces sur lesquelles la compression s'exerce.
- Appliquer la charge jusqu'à rupture de l'éprouvette.

$$R_c = \frac{F_c}{S}$$

R_c : la résistance mécanique à la compression (N/mm²).

F_c ; charge à la rupture (N).



Figure IV.14 : Machine de compression(photo prise le 02/05/2016) .

3.10. Influence des ajouts sur les plâtres alpha et bêta :

3.10.1. Ajout des Super plastifiant (Essai avec le MEDAFLOW 30) :

Dans cette étape on a ajouté dans notre plâtre, des quantités de super plastifiant de type MEDAFLOW 30 qui appartient aux poly carboxylates, mais d'une manière choisie exprimée en pourcentage qui suit : **0.5%, 1%** et **2%** par rapport à la quantité d'eau versée

- **Résistance mécanique à la flexion et la compression après l'ajout du superplastifiant (Medaflow 30) :**

Maintenant, on prépare nos éprouvettes dans les mêmes conditions qu'auparavant, juste on a ajouté des pourcentages de super plastifiant (**0,5%, 1%, et 2%**), on prend en considération la diminution de la quantité d'eau correspondante.

3.11. La résistance mécanique à la rupture avec l'ajout des fibres :

3.11.1. Ajouts des fibres de verre :

Dans cette étape on a ajouté dans notre plâtre, des quantités de fibres de verre, mais d'une manière choisie exprimée en pourcentage qui suit : **2%, 2.5%** et **3%** par rapport à la masse de plâtre utilisée, on suit les étapes :

- Prendre 1 Kg de plâtre de construction (beta) et 1 Kg de plâtre alpha.
- Découper les fibres de verre entre 3-4cm environ chaque fil
- Mélanger des quantités suivant l'ordre : 2%,2.5% et 3% de fibres avec la poudre de plâtre d'une façon à être à bien homogénéiser ensemble

- Puis on procède à ajouter de l'eau pendant 2'30'', et enfin on obtient un mélange en état liquide.

- On fait verser le mélange dans le moule à plâtre pour obtenir des éprouvettes désirées.

- On démoule le tout.

- Conserver les éprouvettes dans les temps conseillé(2h,24h et 7 jours).

- Procéder au test de flexion et puis à la compression.

3.11.2. Ajouts des fibres naturelles :

Dans cette étape on a ajouté dans notre plâtre, des quantités de fibres naturelles, mais d'une manière choisie exprimée en pourcentage qui suit : **2%**, **2.5%** et **3%** par rapport à la masse de plâtre utilisé.

- Prendre 1 Kg de plâtre de construction bêta, et 1 Kg de plâtre alpha.

- Découper les fibres naturelles entre 3-4 cm environ chaque fil

- Mélanger des quantités suivant l'ordre : 2%,2.5% et 3% de fibres avec la poudre de plâtre d'une façon à bien homogénéiser l'ensemble

- Puis on procède à l'ajout de l'eau pendant 2'30'', et enfin on obtient un mélange à état liquide.

- On fait verser le mélange dans le moule à plâtre pour obtenir des éprouvettes désirées.

- On démoule le tout.

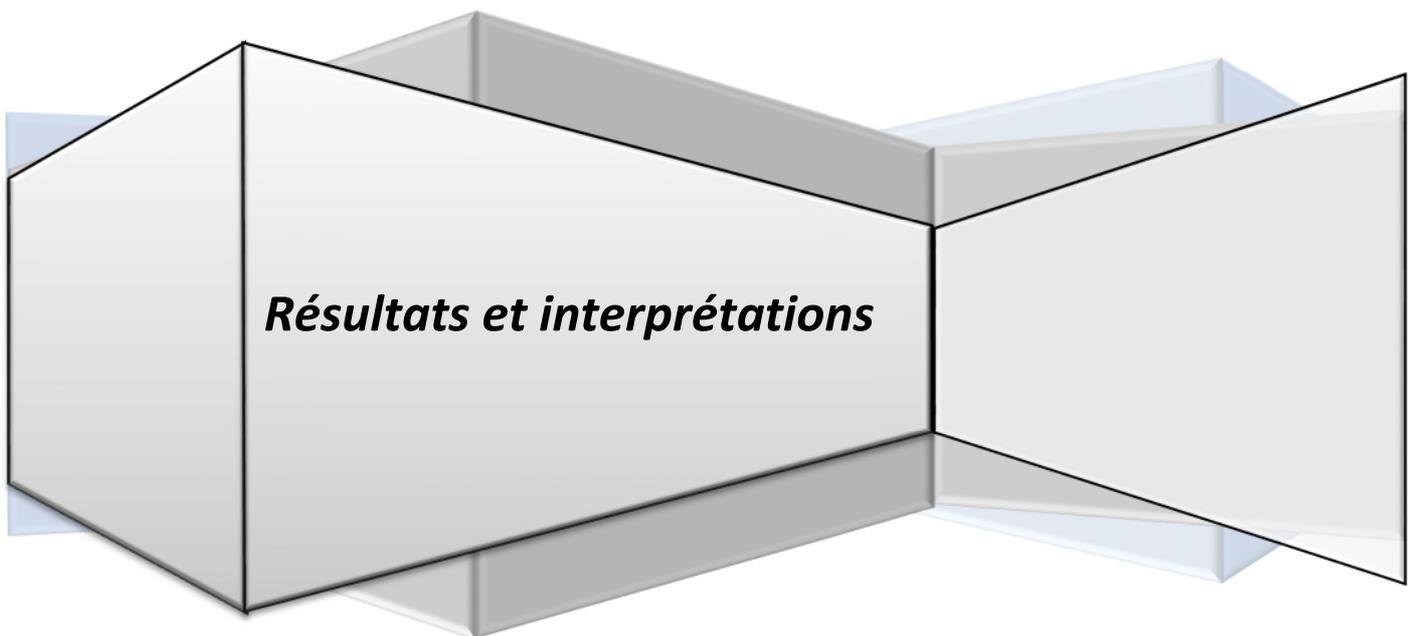
- Conserver les éprouvettes dans les temps conseillés(2h ,24h, 7 jours) .

- Procéder au test de flexion et puis à la compression.

Conclusion :

d'après ce chapitre on est arrivé a faire une description pour tout les protocoles qu'on va utilisé dans la partie expérimentale.

Chapitre 5 :



Introduction :

Dans ce chapitre on a enregistré tous les résultats obtenu au cours de notre travaille, ainsi que leurs interprétations .

1. Préparation de la matière première**1.1 La granulométrie du gypse : (EN 13279-2)****Tableau V.1 : Résultats de l'analyse granulométrique**

\emptyset des tamis (mm)	Refus (g)	Refus (%)	Refus cumulé (g)
>16.00	374	7,48	374
12.50	992	19,84	1364
10	1245	24,9	2609
8,00	594	11,88	3203
6 ,30	287	5,74	3490
5,00	323	6,46	3813
3,15	108	2,16	3921
0,63	336	6,72	4257
<063	741	14,82	5000

Présentation graphique :

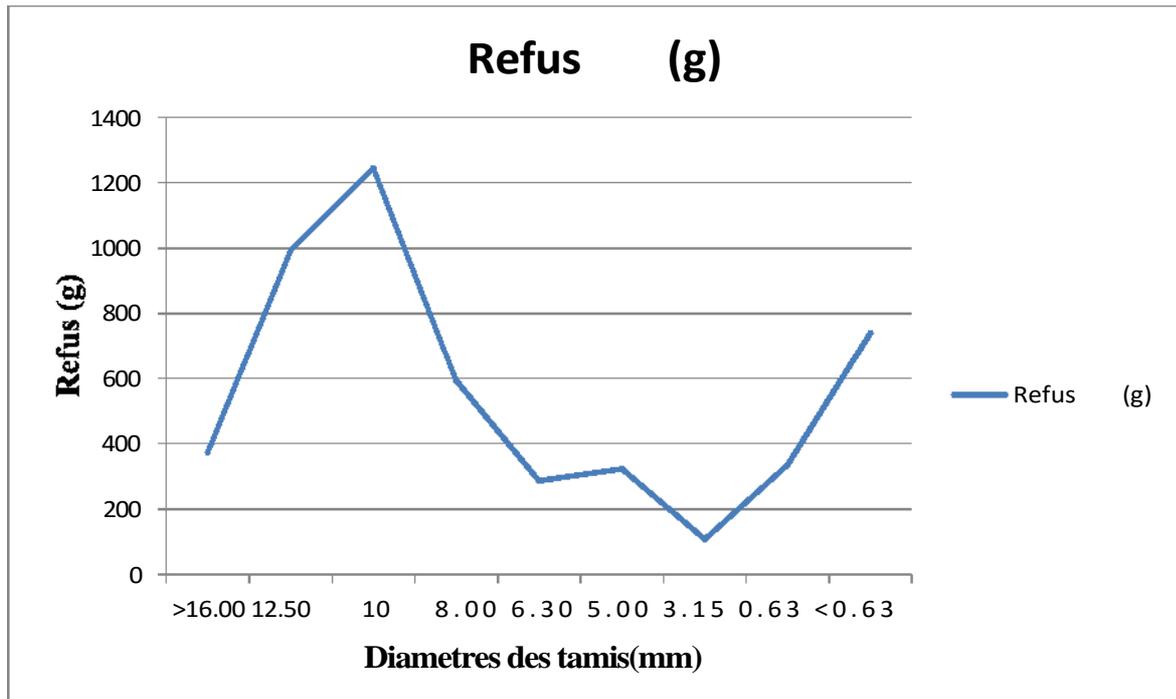


Figure V.1 : Présentation graphique du taux de refus du gypse

• Interprétation

Les résultats montrent que la répartition granulométrique de gypse contenant de zone :

La zone dont les grosses particules sont dominant [16-8] mm ; Au-delà de 8 mm c'est la zone des particules fines.

1.2. L'analyse chimique du gypse d'El Adjiba : (NF B 12401)

Tableau V. 2 : Les différents constituants minéralogiques de gypse.

Perte au feu (%)	Somme des constitutions (%)	SiO ₂ (%)	Al ₂ O ₃ (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	CaO (%)	MgO (%)	SO ₃ (%)	K ₂ O (%)	Na ₂ O (%)	P ₂ O ₅ (%)	TiO (%)
23,220	100	0,87	0,29	0,16	34,05	2,56	37,8	0,05	0,92	0,01	0,01

- **Représentation graphique des résultats obtenus**

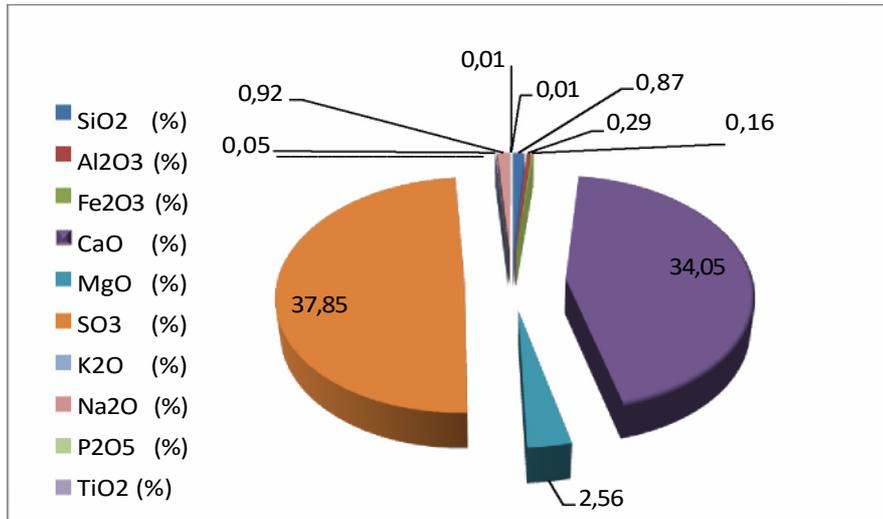


Figure V.2 : Les différents constituants minéralogiques du gypse de Manhargypse

- **Interprétation**

- ✚ La pureté élevée du gypse de « Manhargypse » en $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (81 %) nous permet d'envisager son traitement pour la fabrication du plâtre.
- ✚ La teneur en Fe_2O_3 sous forme de trace confère au gypse un degré blancheur satisfaisant.
- ✚ La dureté du matériau est conforme à la matière première utilisée pour le plâtre.

1.3. L'analyse minéralogique du gypse : DRX (figure V.3)

- **Interprétation des résultats :**

Ce qu'il faut retenir dans ce Diffractogramme c'est que notre gypse est dolomitisé tout au long du parcours des pics obtenus, et d'un autre côté la pureté de ce gypse se situe avec un taux de 81% ce qui signifie que ce gypse est de très bonne qualité.

2. Essais sur produit fini

2.1. L'analyse chimique de 2 types de plâtre

Counts

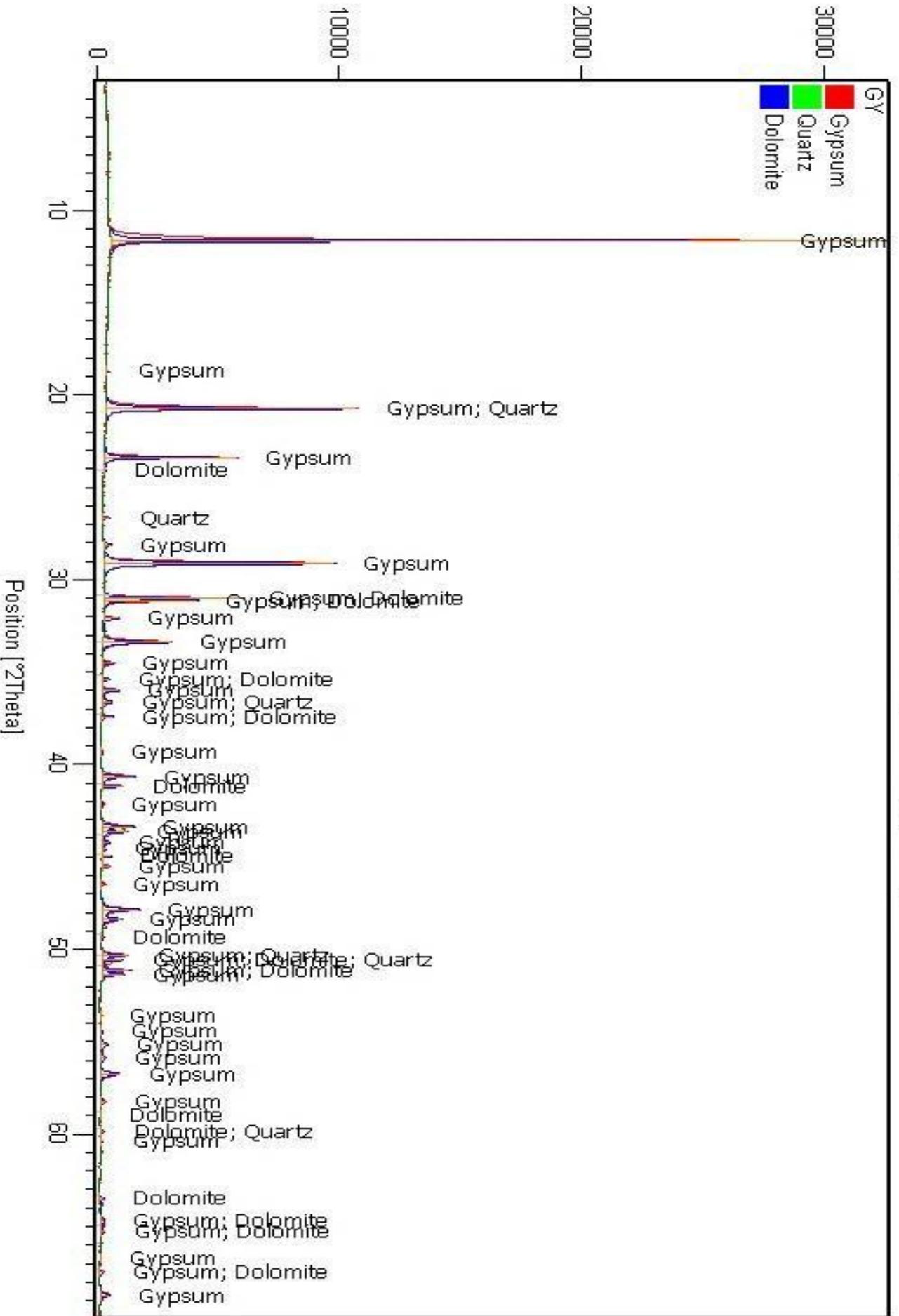


Figure V. 3 : Diffractogramme de l'analyse minéralogique du Gypse

Tableau V. 3 : les différents constituants chimiques des plâtres (β , α)

	Plâtre alpha	Plâtre bêta
Éléments constituants	Taux de constitution (%)	Taux de constitution (%)
Perte au feu	14,10	10,38
SiO ₂	1,38	0,84
Al ₂ O ₃	0,42	0,26
Fe ₂ O ₃	0,05	0,02
CaO	38,90	40,16
MgO	4,03	1,42
SO ₃	39,50	46,40
K ₂ O	0,07	0,06
Na ₂ O	1,53	0,44
P ₂ O ₅	0,01	0,02
TiO ₂	0,02	0,01

s **Présentation graphique :**

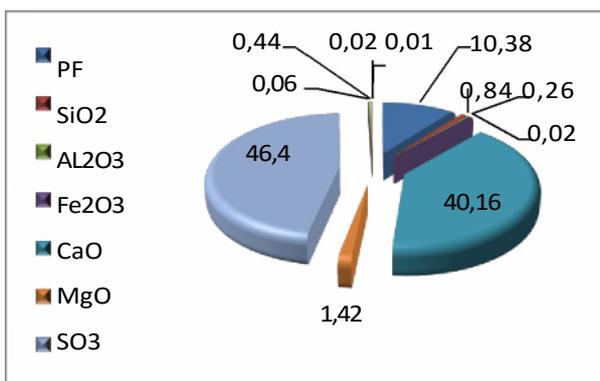


Figure V.4 : Constituants chimiques du plâtre bêta

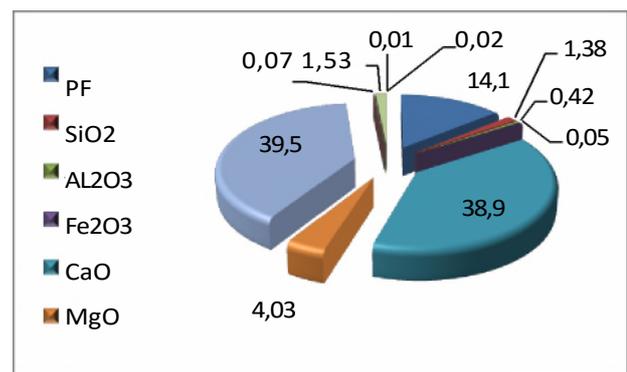


Figure V.5 : Constituants chimiques du plâtre alpha

• Interprétation des résultats

L'analyse chimique nous donne une idée du contenu minéralogique, mais ne renseigne pas sur les types de plâtre devant lequel on se trouve. Ce plâtre est demi-hydrate, un plâtre anhydre, ou mélange des deux, et dans ce cas en quelle proportion ?

L'examen optique montre des formes différentes pour alpha et bêta.

- Qualité alpha : ce plâtre cuit en présence de vapeur saturante, ou une solution aqueuse sera nettement cristallin : grains transparents, biréfringents donc visible entre nicols croisés.
- Qualité bêta : cette espèce cuite en voie sèche ne présentera plus les spectres des cristaux, se seront des grains plutôt arrondis, sombres et striés.

2.2. Analyse minéralogique :

3.2.1. La technique de la diffraction X (DRX) (figure V.6 et figure V.7)

Interprétation des résultats : (les deux diffractogrammes)

Ce diffractogramme nous révèle que les pics représentent une grande majorité en quantités de Bassanite (c.-à-d. : le plâtre pure) ce qui nous apporte que les plâtres α et β ont une pureté située aux environs de 83% du côté du plâtre β et 80% de celle du plâtre α en semi-hydrate pur (selon le calcul des phases qui suit ci-après), seules quelques traces d'incuit résultantes de la cuisson incomplète.

2.3. / IIEKELYNHCEEN SKINEEN : (Norme Internationale MO)

2.3.1. Eau de cristallisation :

Tableau V. 4 : Eau de cristallisation de deux plâtres (β , α).

	Eau de cristallisation KH_2O en (%)
3IIM11\$IEDEE1)	4.90
3 litillyrIEFE)	6.53

Counts

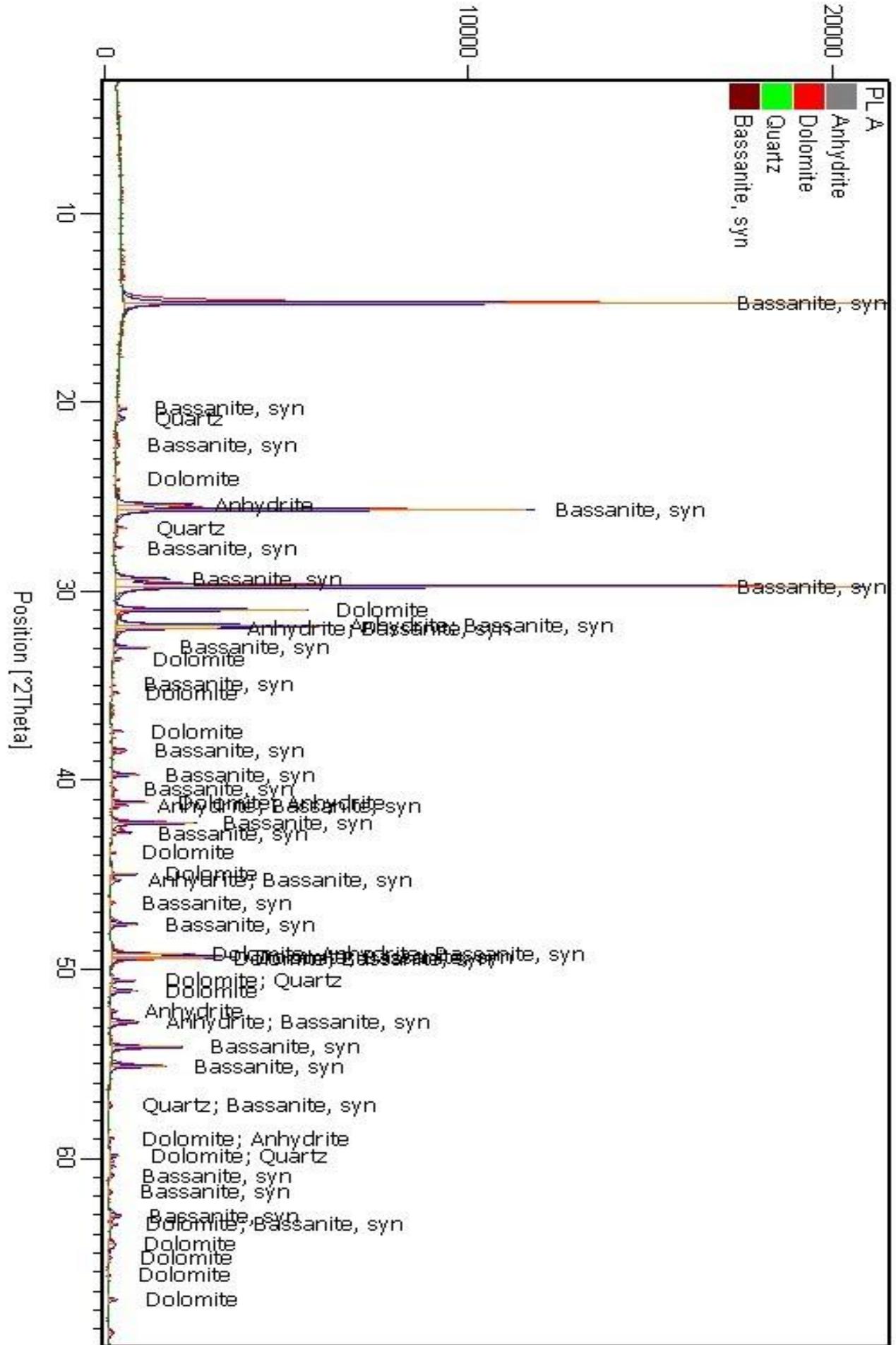


Figure V.6 : Diffractogramme de l'analyse minéralogique du plâtre α

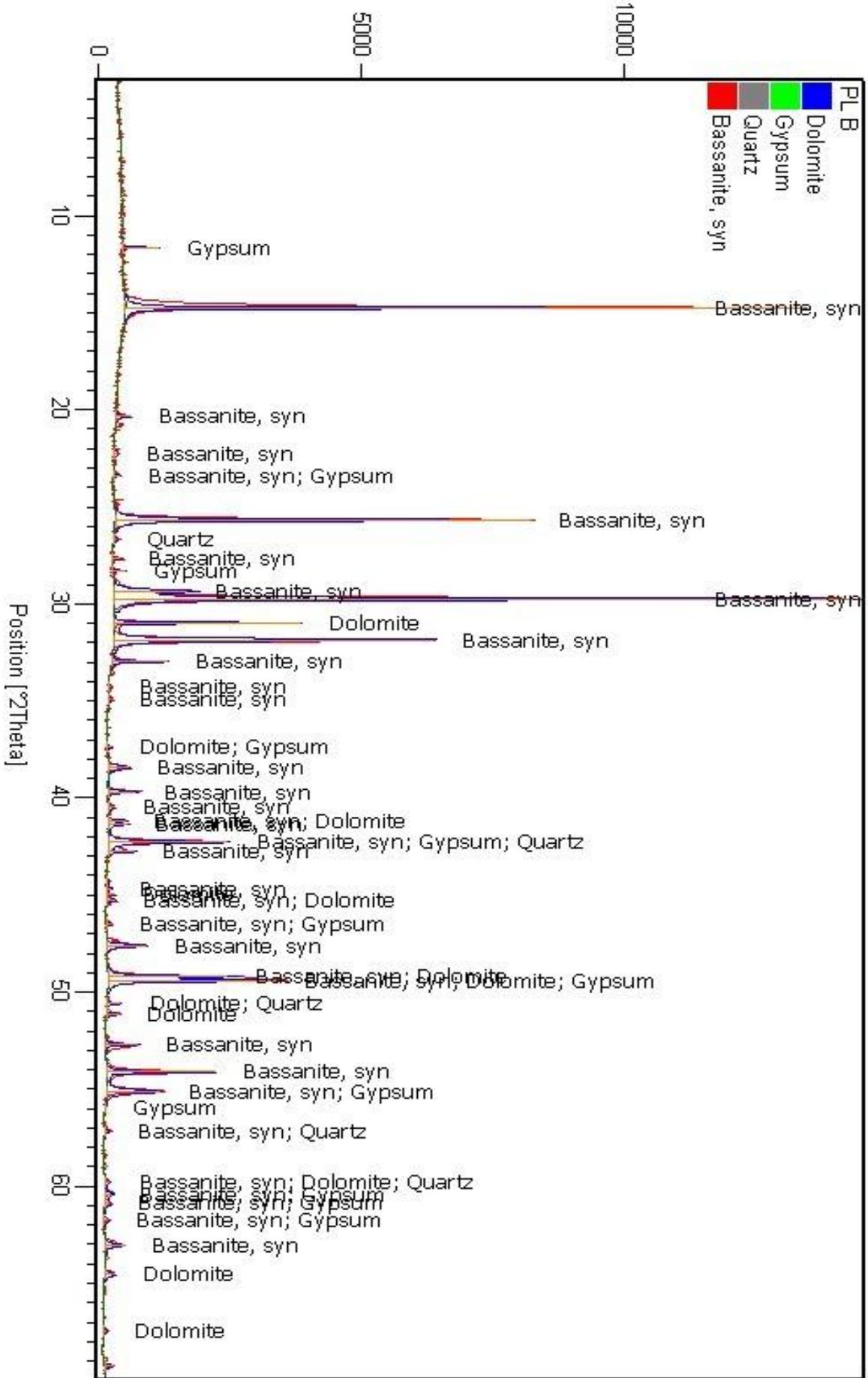


Figure V.7 : Diffractogramme de l'analyse minéralogique du plâtre β

- **Interprétation des résultats:**

L'eau de cristallisation est proportionnelle à la température de cuisson, car la température favorise le départ en eau des plâtres.

L'eau de cristallisation montre que la température de cuisson à l'intérieure du gypse était suffisante pour l'obtention de l'hémi-hydrate recherché.

2.3.2. Détermination de différentes phases de plâtre :

Tableau V. 5 : Le taux des différentes phases.

Phases en (%)	DH	HH	A _{III}	A _{IIIS}	A _{IIU}
Plâtre L	4,82	83	1,65	3,85	3,37
Plâtre TJI	1,13	80	2,65	7,50	6,03

- **Interpretation:**

L'analyse des phases montre les minéraux formés au cours du cycle de traitement thermique choisi.

La présence d'un taux d'incuit (DH= 4.82%) dans le plâtre β et supérieure au taux dans le plâtre α , peut s'explique par des conditions de cuisson dans l'autoclave.

Comme on remarque que le taux d'anhydrite soluble et insoluble est plus dominant dans de plâtre α .

4. Essais physiques:

4.1.Finesse:

a) Poids spécifique Ps :

Tableau V.6 : la masse spécifique des deux types de plâtres.

Essais	Masse du plâtre (g)	Volume deplace (g)	Ps (g/cm ³)
31M11-11	50	19,3	2,59
31M11-11	50	20,3	2,46

- **Interprétation :**

Selon les résultats obtenus on constate que le plâtre α est plus léger que le plâtre β .

b) Surface spécifique de Blaine (SSB): (NF P 15442)

Tableau V. 7 : Résultats du SSB des deux types de plâtres.

Type de plâtre	Poids spécifique (g/cm ³)	Temps écoulé (sec)	S.S.B (cm ² /g)
31M11-11	2,46	90	5039,10
31M11-11	2,59	18	2064,44

- **Interprétation des résultats :**

D'après la norme NF P 15442, intitulée « mesure de la surface spécifique par perméabilimètre de BLAINE » on constate que le SSB des deux types du plâtre est conforme :

SSB (plâtre alpha : 5000 - 8000 cm²/g)

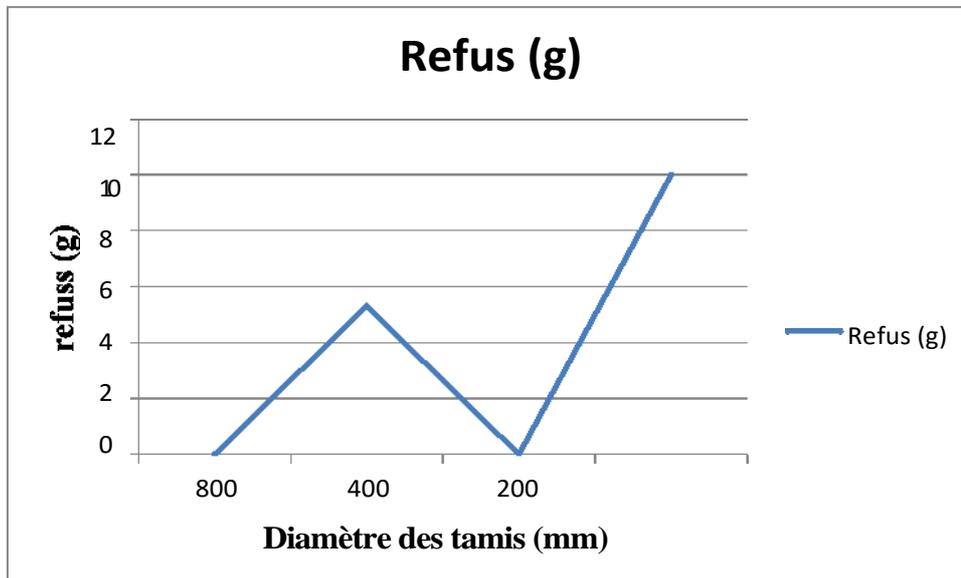
SSB (plâtre bêta : 2000 - 5000 cm²/g)

c) Analyse granulométrique sur tamis :

Tableau V. 8 : Résultats de l'analyse granulométrique des plâtres α et β .

Type du Plâtre	Diamètre des tamis en μm	Refus cumulé (g)	Refus (g)	Refus en (%)	ϵ des refus en (%)
Plâtre β	800	00	00	00	00
	400	5,3	5,3	21,2	21,2
	200	14,8	9,5	38	59,2
	100	24,8	10	40	99,2
Plâtre α	800	00	00	00	00
	400	6,83	6,83	27,32	27,32
	200	13,84	7,01	28,04	55,36
	100	24,9	11,06	44,24	99,6

Figure V.8 : Présentation graphique du taux de refus du plâtre Bêta.



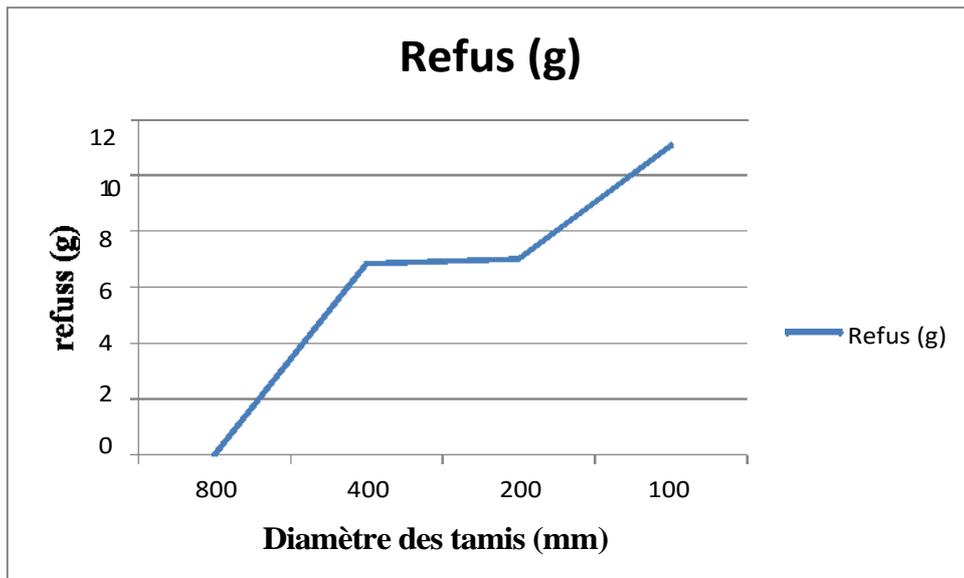


Figure V.9 : Présentation graphique du taux de refus du plâtre

- **Interprétation des résultats** D'après les graphes, on remarque que le plâtre α est plus fin que le plâtre β .

4.2. La masse volumique

Tableau V.10 : la masse volumique des deux types plâtres

Type du plâtre	Masse volumique en (g/l)	
	Tassée	Non tassée
Plâtre β	1450	1056
Plâtre α	1230	829.7

- **Interprétation**

La masse volumique tasser et non tasser de plâtre β est supérieur à celle de α . Ceci s'explique par la légèreté du plâtre α par rapport au plâtre β .

4.3. Détermination du rapport (E/P) : (EN 13279-2)

Tableau V.11 : Le rapport E/P des deux types de plâtres.

	Masse du plâtre alpha α (g)	La masse d'eau (g)
Essai 1	188	100
Essai 2	187	100
Essai 3	186	100
	Moyenne : 187	Moyenne : 100
	E/P = 0,53	

	Masse du plâtre brta β (g)	La masse d'eau (g)
Essai 1	120	100
Essai 2	120	100
Essai 3	130	100
	Moyenne : 123.33	Moyenne : 100
	E/P = 0,81	

- **Interprétation :**

Le rapport E/P du plâtre β est supérieur à celle de plâtre α pour même quantité d'eau, car le plâtre α est plus fin que le plâtre β .

4.5. Détermination du temps de prise : (EN 13279-2)

Tableau V.12: Temps de prise des deux types de plâtre.

Type de plâtre	Début de prise (min)	Fin de prise (min)
Plâtre alpha	3' 50''	9' 40''
Plâtre bêta	8' 40''	19'

Histogramme du délai de prise :

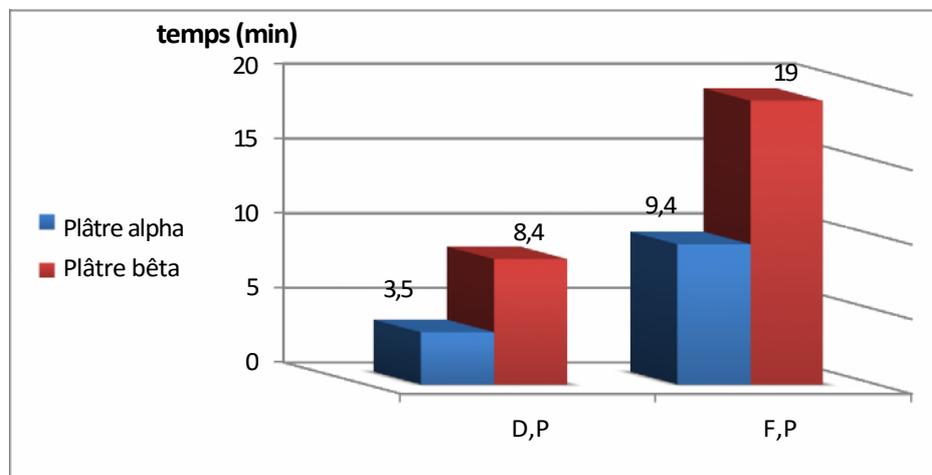


Figure V.10 : Temps de prise des deux types de plâtres. .

Interprétation :

Le taux d'anhydrite dans le plâtre α étant supérieur à celle de plâtre β . Il est logique que la prise soit plus rapide dans le cas de plâtre α , car l'anhydrite joue le rôle de régulateur de prise.

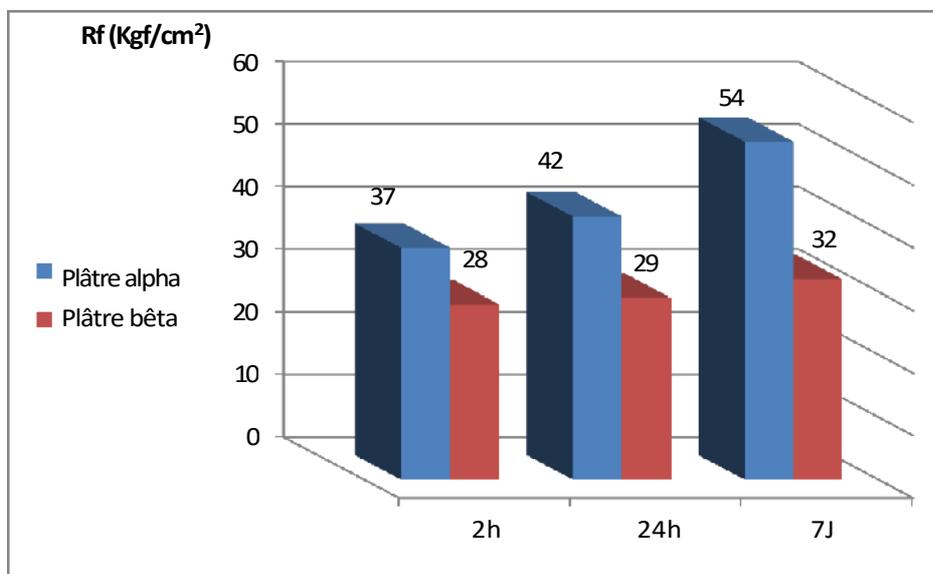
4.6. Les essais mécaniques :

4.6.1. Les résistances mécaniques à la rupture des plâtres α et β : (EN 13279-2)

La résistance mécanique de rupture par flexion (R_f) :

Tableau V. 13 : les résistances à la flexion des plâtres (α , β) témoins.

Essais	Résistance à la flexion (Kgf/cm ²)		
	2h	24h	7J
Plâtre bêta	28	29	32
Plâtre alpha	37	42	54

**Représentation graphique :****Figure V.11** : Les résistances mécaniques à la flexion des plâtre Alpha et**• Interprétation :**

on constate que la résistance à la flexion du plâtre α augment avec l'âge. Par contre pour le plâtre β présente une faible variation avec l'âge.

Ceci peut être expliqué par la structure cristalline de plate α

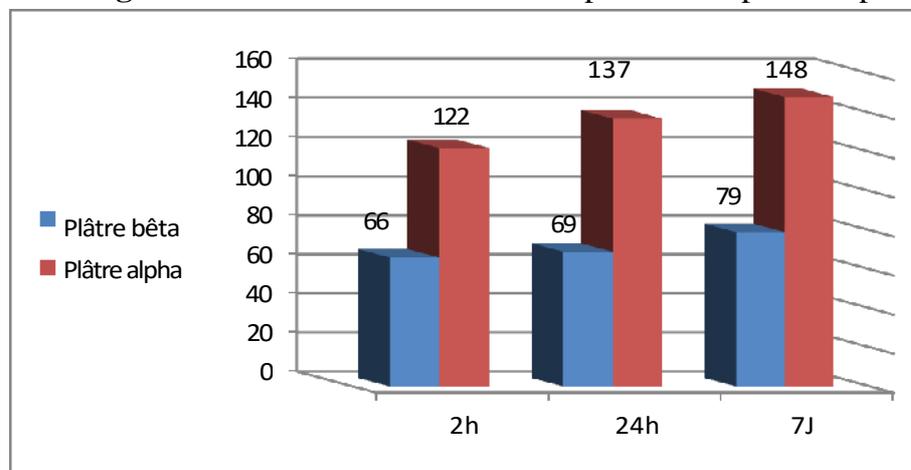
a) La résistance mécanique à la rupture par compression :

Tableau V. 14 : Les résistances à la compression des plâtres (α , β) témoins.

Essais	Résistance à la compression (Kgf/cm ²)		
	2h	24h	7J
Plâtre bêta	66	69	79
Plâtre alpha	122	137	148

Présentation graphique :

Figure V.12: Les résistances à la compression du plâtres alpha et bêta.



• **Interprétation :**

Les variations des résistances à la compression pour les deux types de plâtres similaires aux résistances à la flexion.

Le plâtre α étant plus résistant.

5. Les essais mécaniques :

5.1. Résistance mécanique à la flexion et la compression après l'ajout du superplastifiant (Medaflo 30) :

Et puis on effectue des essais de résistances mécaniques à la flexion et la compression pendant des durées bien déterminées 2h, 24h et 7J on obtient les résultats suivants :

a) La résistance à la flexion :

Tableau V.15 : les résistances à la flexion des plâtres (α , β) + adjuvant en fonction de l'âge.

Essai	Résistance à la flexion (Kgf/cm ²)								
	2h			24h			7J		
	0.5 %	1 %	2 %	0.5 %	1 %	2 %	0.5 %	1 %	2 %
Plâtre alpha	38	32.5	31	45	32.8	32	57	39	33.5
Plâtre bêta	29	32.5	30	45	32.8	31	50	33	32.5

Histogramme de la résistance à la flexion :

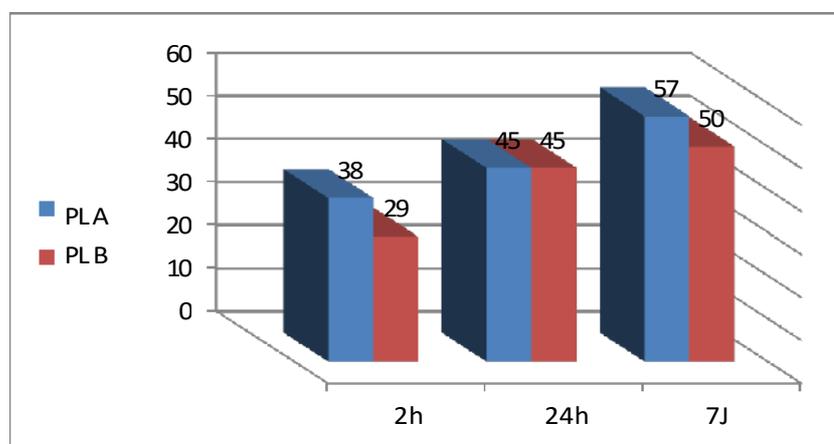


Figure V.13 : Résistance à la flexion des plâtres α et β + 0.5% de l'adjuvant.

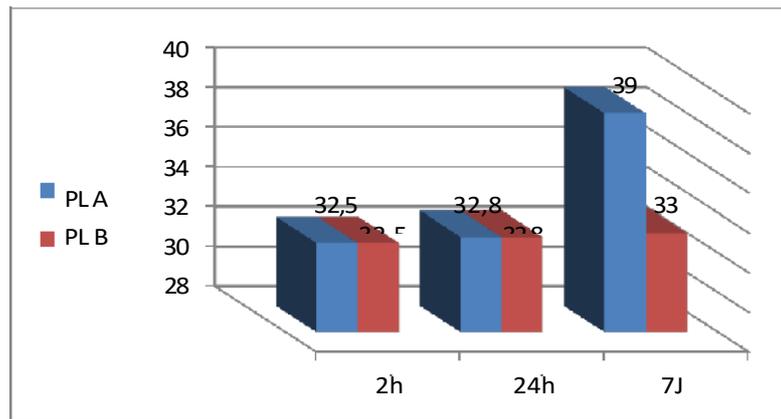


Figure V.14 : Résistance à la flexion des plâtres α et β + 1% de l'adjuvant.

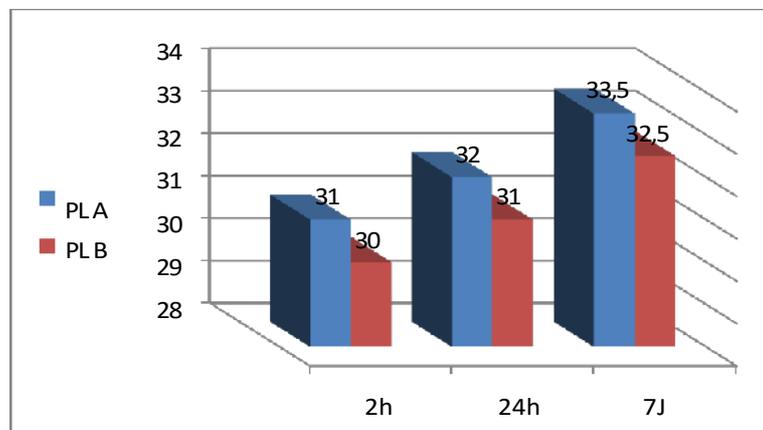


Figure V.15 : Résistance à la flexion des plâtres α et β + 2% de l'adjuvant

a) La résistance à la compression :

Tableau V.16 : les résistances à la flexion des plâtres (α, β) + adjuvant.

Essai	Résistance à la compression (Kgf/cm ²)								
	2h			24h			7J		
	0.5 %	1 %	2 %	0.5 %	1 %	2 %	0.5 %	1 %	2 %
Plâtre alpha	110	83	71	138	84	75	150	89	78
Plâtre bêta	74	58	54	80	62	58	90	69	63

Histogramme de la résistance à la compression :

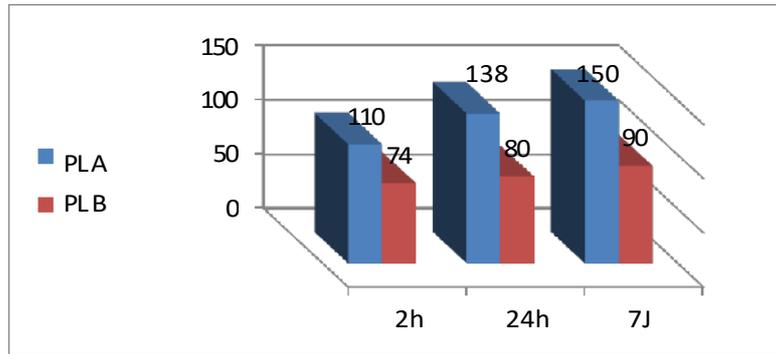


Figure V.16 : Résistance à la compression des plâtres α et β + 0.5% de l'adjuvant.

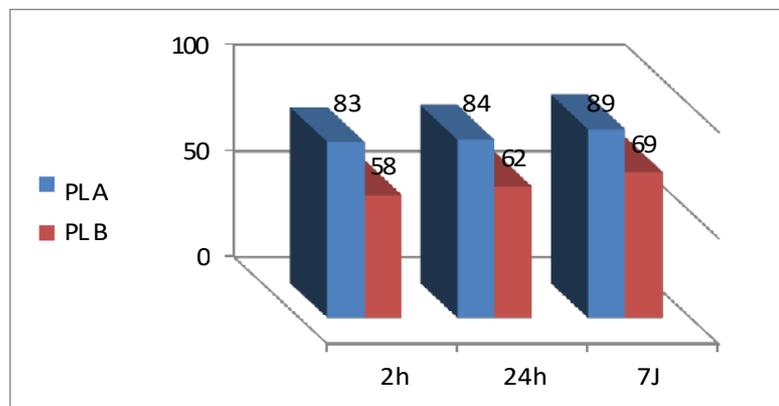


Figure V.17 : Résistance à la compression des plâtres α et β + 1% de l'adjuvant.

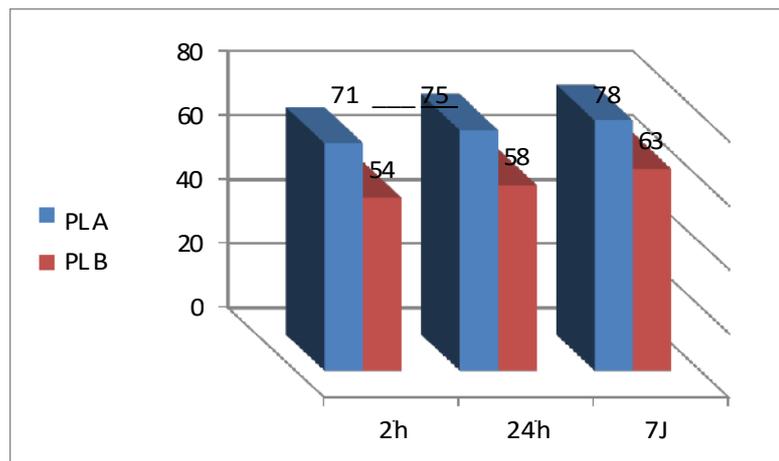


Figure V.18 : Résistance à la compression des plâtres α et β + 2% de l'adjuvant.

▫ Interprétations générales :

La résistance des deux types de plâtres α et β que soit à la flexion ou à la compression, chutent au-delà de 0.5 % d'ajout de Medaflow 30.

Globalement, on note aussi que les résistances avec l'ajout de Medaflow 30 sont augmentées pour le plâtre β , néanmoins elles restent inférieures à celles obtenues avec le plâtre α .

Les résistances obtenues au bout de 07 jours sont identiques aux témoins.

Dans l'industrie, le Medaflow 30 est utilisé pour augmenter la résistance du béton.

Selon nos résultats, son utilisation comme ajout dans le plâtre n'est pas satisfaisant.

5.2. La résistance mécanique à la rupture avec l'ajout des fibres :

5.2.1. Ajouts des fibres de verre :

a) Résistance mécanique à la flexion :

Tableau V.17 : Résultats de la résistance à la flexion après l'ajout des fibres de verre.

Essai	Résistance à la flexion (Kgf/cm ²)								
	2h			24h			7J		
	2 %	25 %	3 %	2 %	2.5 %	3 %	2 %	2.5 %	3 %
Plâtre alpha	31	35	39.1	33	45. 3	49	42	52	59.3
Plâtre bêta	20	29	35	22	39	40	23.6	47	48

Représentations graphiques :

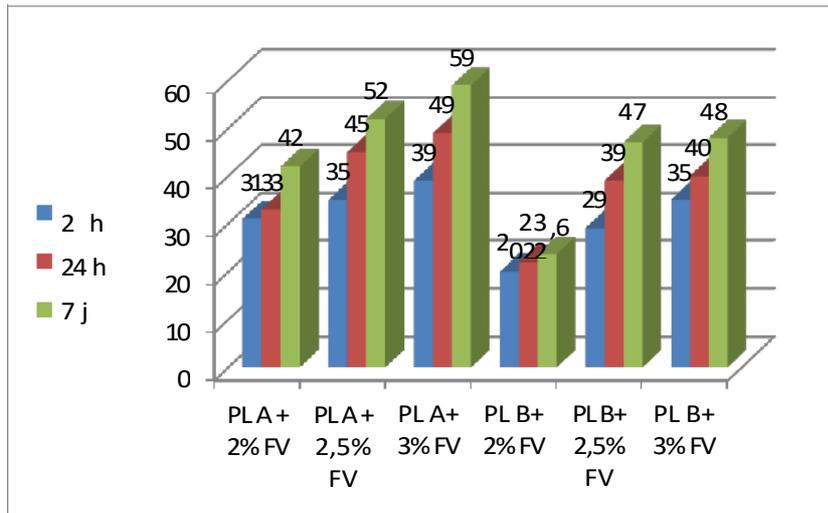


Figure V.19 : Evolution de la résistance à la flexion après l'ajout des fibres de verre.

a) Résistance mécanique à la compression :

Tableau V. 18 : Résultats de la résistance à la compression après l'ajout des fibres de verre.

Essai	Résistance à la compression (Kgf/cm ²)								
	2h			24h			7J		
	2 %	2.5 %	3 %	2 %	2.5 %	3 %	2 %	2.5 %	3 %
Plâtre alpha	115	120	127	124	127	138	130	134	156
Plâtre bêta	51	62	72	62	69	78	70	74	80

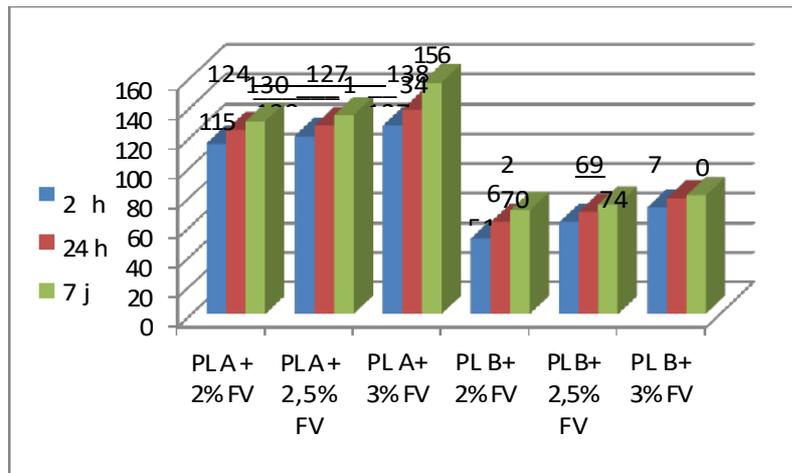
Représentation graphique :

Figure V.20 : Evolution de la résistance à la compression après l'ajout des fibres de verre pour le plâtre α et β .

- **Interprétation des résultats :**

La résistance à la flexion et à la compression augmente en fonction des pourcentages de fibres utilisées, et pour les deux plâtres, les meilleurs résultats étant obtenus au bout de 07 jours avec 03% d'ajout de fibres.

Le plâtre α présente de meilleures résistances que le plâtre β , que ce soit à la flexion ou à la compression.

Néanmoins, les résistances à la flexion et à la compression ne présentent pas d'améliorations significatives par rapport au témoin.

5.2.2. Ajouts des fibres naturelles :

Les résultats sont inscrits dans les tableaux ci-dessus :

a) Résistance à la flexion :

Tableau V.19 : Résultats de la résistance à la flexion après l’ajout des fibres naturelles.

Essai	Résistance à la flexion (Kgf/cm ²)								
	2h			24h			7J		
	2 %	2,5 %	3 %	2 %	2,5 %	3 %	2 %	2,5 %	3 %
Plâtre bêta	23,1	19,7	17,5	25	22,1	19	27	23	20
Plâtre alpha	30	29,2	26	39	35,3	30	43,1	40	35

Représentations graphiques :

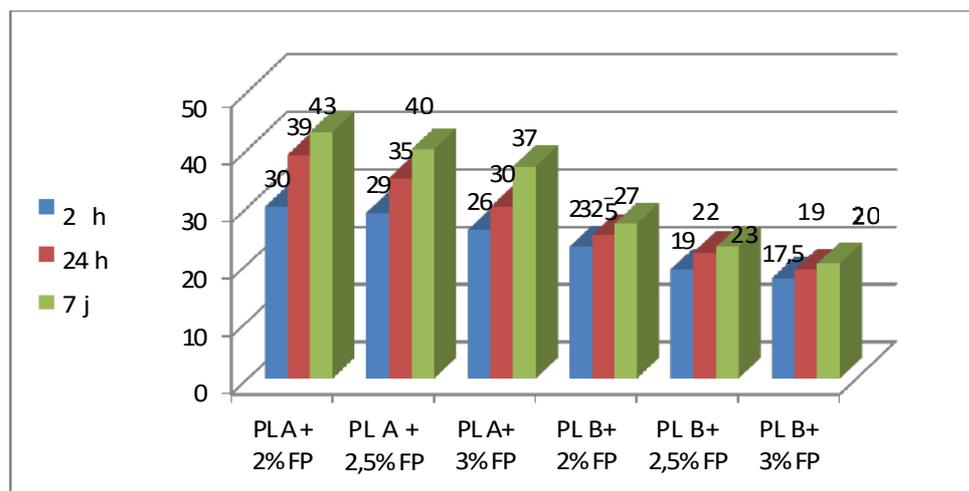


Figure V.21 : Evolution de la résistance à la flexion après l'ajout des fibres naturelles pour le plâtre α et β .

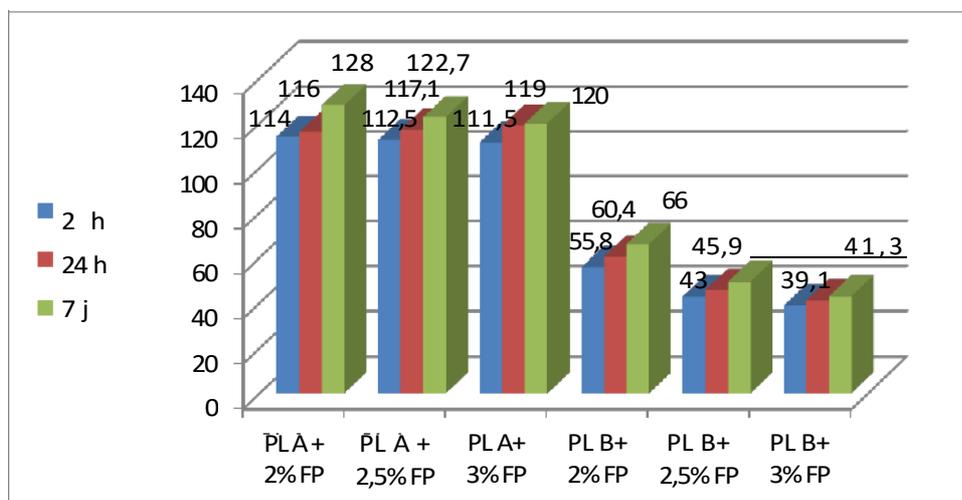
b) Résistance à la compression :

Tableau V.20 : Résultats de la résistance à la compression après l'ajout des fibres naturelles.

Essai	Résistance à la compression (Kgf/cm ²)								
	2h			24h			7J		
	2 %	2.5 %	3 %	2 %	2.5 %	3 %	2% %	2.5 %	3 %
Plâtre bêta	5.8	54.3	39.1	60.4	45.9	41.3	66	49.5	43
Plâtre alpha	14	112.5	111.5	116	117.1	119	128	122.7	120

Représentation graphique :

Figure IV.22: Evolution de la résistance à la compression après l'ajout des fibres naturelles.



- **Interprétations des résultats :**

L'ajout des fibres naturelles n'a pas permis d'améliorer ni la résistance à la flexion ni celle à la compression. De sorte qu'au bout de 07 jours et 3% d'ajout, les résistances obtenues sont très inférieure à celle du témoin.

Conclusion :

Les resultats obtenu dans cette partie sons pas significatives, donc on peut conclue que l'utilisation de ces adjuvants apparemment n'a aucun effet .

CONCLUSION

Dans le cadre de la préparation de notre mémoire de fin d'étude, nous avons suivi un stage au niveau de CETIM (Boumerdes), où on nous a proposé de prendre en charge l'étude sur le comportement du plâtre renforcé par ajout des fibres (naturelles et synthétiques) et super plastifiant.

Pour mener à bien ce travail, nous avons suivi un stage au niveau de l'unité de production de plâtre COLPA de Bouira, pour s'informer du processus d'extraction du gypse et de la chaîne de production du plâtre. Le gypse ramené de COLPA, nous a servi dans la fabrication des plâtres α et β utilisés dans notre étude.

Les principaux résultats sont comme suit;

Globalement les résultats des tests mécaniques (flexion et compression) chutent au-delà de 0.5% d'ajout d'adjuvants de Medaflow 30.

L'ajout de Medaflow 30 augmente le temps de prise à 90%.

Le MEdaflow 30 joue un rôle d'augmentation de résistance dans le béton, mais dans le plâtre, il n'a apparemment aucun effet (les résultats ne sont pas significatifs) .

L'ajout de fibres naturelles n'a pas pu influent négativement sur les résistances mécaniques pour les deux plâtres.

L'ajout des fibres de verre augmente légèrement la résistance à la flexion et à la compression des deux types de plâtres. Néanmoins, les résistances à la flexion et à la compression ne présentent pas d'améliorations significatives par rapport au témoin.

Nous espérons que les résultats de notre travail vont inciter approfondir la connaissance des mécanismes fondamentaux qui régissent le comportement de plâtre et à lui chercher de nouvelles applications.

RECOMMANDATIONS

Nous préconisons pour les promotions à venir d'accentuer leurs efforts sur les points suivants :

- ✓ Utiliser des superplastifiants et des fluidifiants appropriés au plâtre spécialement, afin de répondre aux exigences des normes relatives aux ajouts dans le plâtre..
- ✓ Approfondir les études sur la caractérisation des fibres et la manière de concevoir des plâtres fibrés à usage spécial selon le domaine d'utilisation.
- ✓ Compréhension des mécanismes d'adhérences fibre-plâtre-superplastifiant afin d'améliorer cette adhérence.
- ✓ Etudier les possibilités de traitement des fibres naturelles avant utilisation

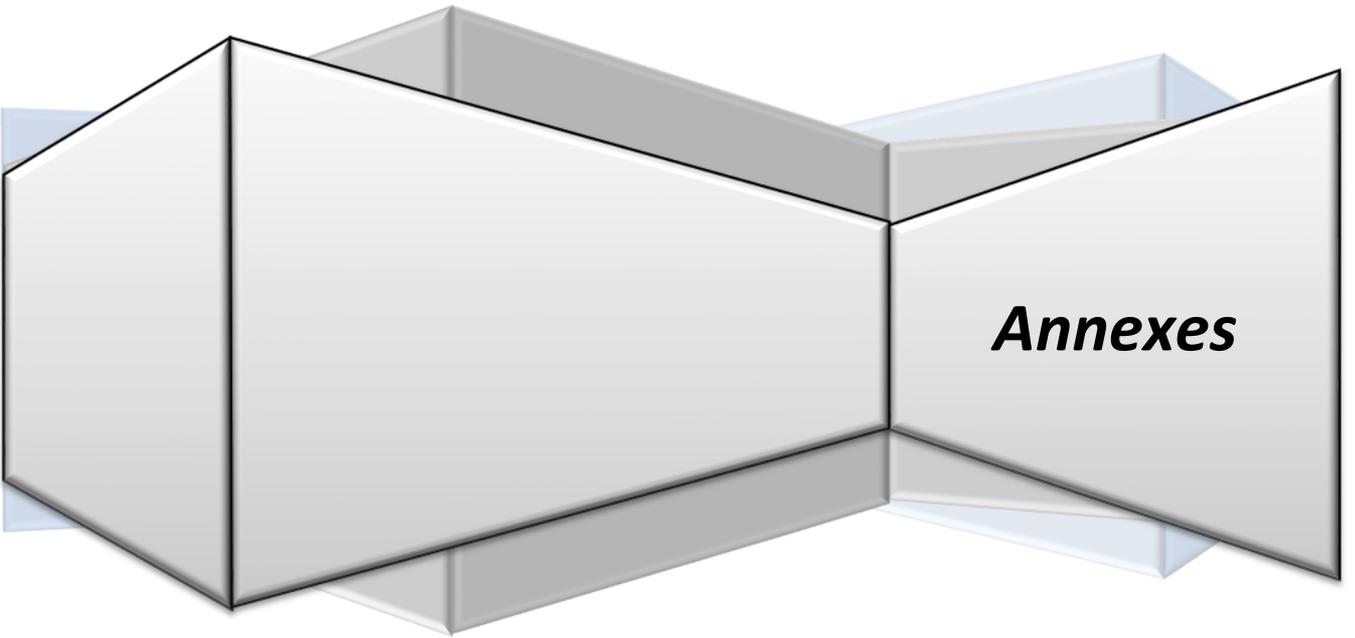
RECOMMANDATIONS

Nous préconisons pour les promotions à venir d'accentuer leurs efforts sur les points suivants :

- ✓ Utiliser des superplastifiants et des fluidifiants appropriés au plâtre spécialement, afin de répondre aux exigences des normes relatives aux ajouts dans le plâtre.
- ✓ Approfondir les études sur la caractérisation des fibres et la manière de concevoir des plâtres fibrés à usage spécial selon le domaine d'utilisation.
- ✓ Compréhension des mécanismes d'adhérences fibre-plâtre-superplastifiant.
afin d'améliorer cette adhérence.
- ✓ Etudier les possibilités de traitement des fibres naturelles avant utilisation.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] CANNABRIC Canada Ojeda Fiche technique gypse naturel. UNE 102031/ 82 ;, 8 E-18500 Guadix (Granada).
- [2] Sylvain MEILL E, Thèse Doctorat de: Etude de comportement du plâtre pris en relation avec sa microstructure – Institut National des Sciences appliquées du Lyon - année 2001.
- [3] A. ABREAL , LE GYPSE... Plus qu'un minéral, un minéral
- [4] Jacques VIEILL EFON Coh. ORSTOM ,Contribution à l'amélioration de l'étude analytique des sols gypseux, par, série. Pedal. vol. XVII, no 3, 1979 : 195-223.
- [5] Céline MARTIAS, Thèse Doctorat , Synthèse et caractérisation de matériaux composites à base de sulfate de calcium destinés à la protection incendie- Extha - Université du Sud Toulon Var - Le 14 octobre 2011.
- [6] Edt-EYROLLES ,le plâtre ; physico-chimie – Fabrication et emplois , 1982.
- [7] Secret de fabrication du plâtre - Le plâtre industriel- L'Entrevous - numéro 23 – page 13.
- [8] IRC (Institut de recherche en construction),Résistance au feu des cloisons en plaques de plâtre publié par : – page 1.
- [9] AFNOR, NF EN 13279,Plâtres et enduits à base de plâtre pour le bâtiment, diffusé par -1 octobre 2005.
- [10] Djematène Fares,Bousebaine Redouane ,MFE–Etude de l'influence de la teneur en fibres métallique sur les caractéristiques rhéologique et physico-mécaniques des bétons autoplaçants fibrés, Juillet 2012 -
- [11]Recommandation [AFGC] << béton autoplaçant >>.
- [12] Notice technique – M EDAFLOW 30 diffusé par Granitex- page 1.
- [13]Daniel GUILLON,ENSAM ,Fibres de verre de renforcement ; (École Nationale Supérieure des Arts et Métiers) Responsable du Développement des Composites Vetrotex International, Branche Isolation et Renforcement de Saint-Gobain.
- [14]AFSSET ,Caractéristiques et utilisation des fibres céramiques réfractaires et des fibres de verre à usage spécial – Fiche 3- diffusée par :, page 9.
- [15] M. CHIKH, B. AGOUDJIL Métrologie et Modélisation des Transferts dans les Composites Naturels à Faible Coût pour l'Isolation Thermique dans le Bâtiment en Algérie par : - Université Hadj Lakhdar, Batna -Workshop sur les Energies Renouvelables et leurs Applications, WERA'10, Batna, 28 et 29 Septembre 2010.
- [16] Page Wikipédia – Fibre de verre – mise à jour Juin 2011.
- [17] MFE : Fabrication du plâtre alpha à haute résistance à partir du gypse de Ghardaïa.
Juillet 1991.



Annexes

Annexe A

La granulométrie :

- Peser et examiner toutes les particules dures retenues sur le tamis.



Tableau de palier de cuisson de notre gypse :

Type de plâtre	Pression d'autoclavage (Bars)	Température (°C)	(durée de cuisson (h))
<i>Plâtre α</i>	5	165	4
<i>Plâtre β</i>	-	187	6

L'analyse des phases

1. Détermination de l'anhydrite soluble AIII :

- Prélever une quantité de 5 g de plâtre est exactement pesé sur une balance de précision dans un creuset en porcelaine ou de préférence dans une capsule en verre avec couvercle.
- La pesé en gramme est désignée par « a₁ »
- Le plâtre est soigneusement humecté avec 5 ml d'éthanol (C₂H₅OH à 80%) et ensuite entreposé dans une étuve à (40 – 50) °C, jusqu'à poids constante (3 jours environ).
- On laisse refroidir dans un dessiccateur puis on pèse, le poids substantiel ainsi obtenu est désigné par « b₁ ».

2. Détermination de l'hémi-hydrate HH :

- Prenons une quantité 5 g de plâtre sont exactement pesés dans un creuset en forme large, la pesée en gramme est désignée par «a₂».

On ajoute au plâtre de l'eau distillée goutte à goutte avec une burette, jusqu'au moment où toute la surface de gypse soit également imprégnée.

- Le récipient avec le plâtre imprégné est immédiatement mis dans une étuve à 450°C et séché jusqu'au poids constant (3 jours).

- On laisse refroidir dans un dessiccateur puis on pèse. Le poids ainsi obtenu est désigné par « C₂ ».

3. Détermination du Di hydrate DH :

- On pèse une quantité de 5g de plâtre alpha dans un creuset en porcelaine, la pesée est désignée par « P₁ ».

- On les fait chauffer dans un four à moufle à 400°C pendant 1 heure puis on le refroidit dans un dessiccateur et on pèse.

- Le poids ainsi obtenu est désigné par «P₂», puis on calcule la perte au feu à 400°C désignée par Pf₄₀₀.

4. Détermination de l'anhydrite difficilement soluble A II_s :

- Prendre une masse 5g de plâtre à analyser est exactement pesée dans une capsule en porcelaine.

- La pesée en gramme est désignée par « a₄ ».

- On humecte la surface du plâtre par l'eau distillée à l'aide d'une pipette goutte à goutte jusqu'à ce que le plâtre soit imprégné.

- La capsule avec le plâtre imprégné est immédiatement mis dans un dessiccateur (t=20°C pendant trois (03) jours)

- Puis sécher dans une étuve à une température de 45°C environ trois (03) jours. On laisse refroidir dans un dessiccateur puis on pèse.

Le poids ainsi obtenu est désigné par « d₄ ».

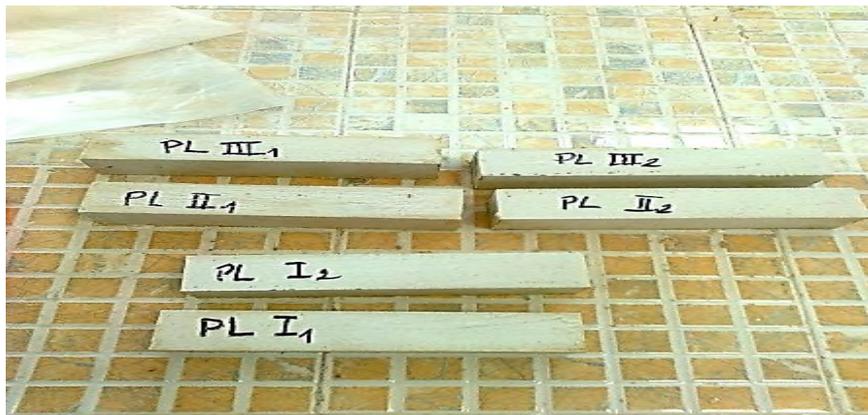
5. Détermination de l'anhydrite insoluble : A II_u :

$$(\%) AII_u = 1,70 [(\%) SO_3 - 0,588 \times (\%) AIII + \% A II_s] - 0,552 \times (\%) HH - 0,465 \times (\%) DH]$$

Annexe B

Confection des galettes de plâtre :

- On mélange une quantité de 200g du plâtre bêta avec la quantité d'eau suffisante.
- Puis on fait noter le moment où a lieu le premier ajout de plâtre dans l'eau (t_0) suivant ces délais qui suit :
- Délais de saupoudrage dans le récipient : 15 sec.
- On laisse la poudre noyée dans l'eau sans la malaxer durant : 1min et 15 sec.
- Puis on fait mélanger la poudre avec l'eau à l'aide d'une spatule pendant : 30sec.
- Ensuite on laisse la pâte se reposer pendant : 30 sec.
- On fait mélanger pour une seconde fois le tout, durant 30sec.
- Maintenant, on procède à un versement du mélange dans un cylindre pendant 15 sec, et juste après on enlève le cylindre pour avoir une galette de plâtre.



Annexes B .1 : confection des éprouvettes

<i>Type de plâtre</i>	<i>Quantité du plâtre (g)</i>	<i>Quantité d'eau versée (ml)</i>	<i>Rapport E/P appliqué</i>
<i>Plâtre alpha α</i>	<i>200</i>	<i>106</i>	<i>0,53</i>
<i>Plâtre bêta β</i>	<i>200</i>	<i>162</i>	<i>0,81</i>

Détermination de la dureté

<i>Type de plâtre</i>	<i>Dureté (SHORE-A) [points]</i>
<i>Plâtre alpha</i>	<i>80</i>
<i>Plâtre bêta</i>	<i>45</i>

Résumé :

Le plâtre qui est pourtant un produit familier dans le domaine de la construction, occupe malheureusement une place mineure dans notre pays en dépit de ses qualités mondialement reconnues et en dépit aussi d'un climat (semi-aride) qui devrait encourager à son recours lorsqu'on sait que l'humidité est l'un de ses principaux ennemis.

S'il est majoritairement utilisé dans le domaine de la construction, le plâtre offre néanmoins des utilisations diverses et parfois spéciales, comme la chirurgie dentaire, l'orthopédie, le moulage etc....

Le souci de rendre ce matériau compétitif et concurrentiel, a toujours préoccupé les spécialistes et les professionnels activant dans ce créneau et désireux d'en améliorer les performances.

C'est en effet la principale raison qui nous a motivés à orienter notre projet sur une étude de la qualité du plâtre, à travers les indicateurs essentiels le caractérisant à savoir :

- La fluidité.
- L'ouvrabilité.
- La résistance mécanique à la rupture (par flexion et compression).
- La résistance physique (fissuration).
- La résistance au feu.

A ce titre trois expériences ont été menées consistant respectivement en des ajouts suivants :

- Fibre synthétique (fibre de verre).
- Ajout chimique (adjuvants-super plastifiants)
- Fibre naturelle (fibre naturelles)

Les résultats obtenus révèlent que l'ajout synthétique à travers la fibre de verre incorporée, change complètement le comportement mécanique du matériau et augmente considérablement sa résistance à la flexion et à la compression, comme il améliore son seuil de fissuration.

L'agent chimique pour sa part, les super plastifiants en l'occurrence, intervient pour assurer une bonne fluidité du matériau et influe sensiblement sur ses propriétés physiques mais également mécaniques.

La troisième expérience qui a consisté en l'ajout de fibre naturelles n'a malheureusement pas pu donner de résultats fiables, car celle-ci n'a pas satisfait à une condition : cette fibre n'a pas subi de traitement a priori, alors que cette opération est une exigence préalable pour satisfaire aux conditions de l'expérience en question.

Mots clé : Plâtre, résistance mécanique à la rupture par flexion, résistance mécanique à la rupture par compression, Fluidité, fissuration, super plastifiants, fibre de verre, fibre naturelles.

Abstract:

The plaster which is however a product familiar in the field of construction, unfortunately occupies a minor place in our country in spite of its universally recognized and in spite also of a climate (semi-arid) which should encourage with recourse when it is known that moisture.

If it is mainly used in the field of construction, the plaster offers nevertheless various and sometimes special uses, like the dental surgery, orthopedics, molding etc.....

The concern of making this material competitive and competing always worried the specialists and the professionals activating in this creneau and eager to improve the performances of them.

It is indeed the main reason which motivated us to direct our project towards a study of improvement of the plaster, through the essential indicators characterizing it namely:

- Fluidity.
- Workability.
- Strength to the rupture (by flexion and compression).
- Physical strength (cracking).
- Fire resistance.

For this reason three experiments were undertaken consisting respectively into cubes following additions:

- Synthetic fiber (glass fiber).
- Chemical addition (additives-super plasticizers).
- Natural fiber (fiber natural).

The results obtained reveal that the synthetic addition through glass fiber incorporated, completely mechanical behavior of material and increase considerably its strength and to compression, like it improving its threshold of cracking.

The chemical agent for its part, the super plasticizers in fact, intervenes to ensure a good fluidity of material and influences its physical properties appreciably but also mechanical.

The third experiment which consisted of the fiber addition of date palm unfortunately could not give results, because this one did not satisfy a condition: this fiber did not undergo treatment a priori, whereas this operation is a preliminary requirement to satisfy the conditions with experiment in question.

Keywords:

Plaster, mechanical strength to the rupture by flexion, mechanical strength to the rupture by compression, fluidity, cracking, super plasticizers, glass fiber natural.