
Influence des fillers de calcite sur le comportement des mortiers au jeune age

Messaoudene Ibrahim^{1*}, Jauberthie Raoul², Nacéri Abdelghani¹

¹Laboratoire Géo matériaux, Université Mohamed Boudiaf – 28000 M'sila, Algérie

²Laboratoire Génie Civil Génie Mécanique –EA 3913 – Institut National des Sciences Appliquées – UEB – 35043 Rennes Cedex, France

Raoul.Jauberthie@insa-rennes.fr

* ibramessa99@yahoo.fr

RÉSUMÉ. Dans des études précédentes, nous avons montré que la substitution partielle du ciment Portland par des fillers de laitier granulé et poudre de marbre, permet de développer de nouveaux liants hydrauliques ayant des performances mécaniques importantes en plus de leurs avantages économiques et écologiques. Ce travail rapporte l'étude de l'influence sur le comportement des mortiers au jeune age (28 jours), d'une substitution partielle de ciment Portland (CEM I) par 10 % de fillers de calcite de marbre. Des mesures du retrait et du gonflement mais aussi des résistances mécaniques ont été effectuées. L'évolution des phases cristallines est suivie par diffraction X et la quantité de Portlandite ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) formée après 28 jours a été déterminée de façon indirecte par analyses thermiques gravimétrique et différentielle (ATG et ATD). La microstructure étudiée au moyen du MEB montre une densité accrue du mortier avec des fillers de calcite, ce qui explique sa résistance mécanique élevée (plus de 50MPa), celle ci est légèrement au dessous d'un ciment Portland seul.

ABSTRACT. In previous studies, we showed that partial substitution of Portland cement by fillers of granulated slag and marble enables the development of new cementing with significant mechanical performance in addition to their economic and ecological benefits. This work reports the study of the influence on the behavior of mortars at early age (28 days) of a partial substitution of Portland cement (CEM I) by 10% of marble calcite fillers. Measurements of shrinkage and expansion, but also mechanical strength, were carried out. The evolution of crystalline phases is followed by XRD and the amount of Portlandite ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) formed after 28 days was indirectly determined by gravimetric and differential thermal analysis (GTA and DTA). The microstructure studied by SEM shows increased density of the mortar with calcite fillers, which explains its high mechanical strength (over 50MPa); this one is slightly below a Portland cement alone.

MOTS-CLÉS : fillers de calcite, retrait, gonflement, résistance mécanique, microstructure.

KEYWORDS : calcite fillers, shrinkage, expansion, mechanical resistance, microstructure.

1. Introduction

Récemment, l'utilisation de la poudre de marbre (PM) comme matériau de remplacement a été étudiée. (Agarwal et al., 2006) ont démontré que la présence de poudre de marbre dans la matrice cimentaire améliore la résistance à la compression au jeune âge. (Topçu et al., 2009) ont précisé l'effet de filler de la poudre de marbre. La maniabilité des bétons n'est pas affectée mais la résistance mécanique diminue pour une grande quantité de poudre de marbre (200 kg/m³). Selon d'autres auteurs, l'incorporation de 8 % de poudre de marbre a comme conséquence une réduction des résistances des mortiers. Cependant, une augmentation significative des résistances est observée par l'incorporation de brique broyée (22 %) en plus de la poudre de marbre (Kavas et al., 2008).

Le marbre est une roche métamorphique résultant de la transformation d'un calcaire pur. Le degré de pureté du marbre est responsable de sa couleur et de son aspect : il est blanc si la roche dont il provient était uniquement composée de calcite (100 % CaCO₃). Mis en œuvre dans la construction et la décoration, le marbre se révèle être une matière noble et durable très recherchée. Une grande quantité de poudre est générée lors de la découpe. Son utilisation en remplacement du calcaire, dans la production de ciment, dans la mesure où elle n'altère pas trop les caractéristiques du béton, permettra de réduire l'impact de sa mise en décharge.

Afin de réduire la consommation d'énergie et d'émissions de CO₂ et augmenter la production, les fabricants de ciment utilisent des additions minérales telles que le laitier, la pouzzolane et le calcaire (Kenai et al., 2004). C'est dans ce sens que cette partie expérimentale étudie l'influence sur le comportement des mortiers au jeune âge, d'une substitution partielle de ciment Portland, par des fillers de marbre.

2. Préparation des mélanges

La poudre de marbre provient d'une unité industrielle de Bordj Bou Arréridj, elle est composée uniquement de calcite (100 % CaCO₃) (Messaoudene et al., 2010). Le ciment utilisé est un CEM I 52,5 (Lafarge-France), sa composition minéralogique est présentée dans le tableau 1. La poudre de marbre est broyée au moyen d'un vibro - broyeur à disque et tamisée à 80 μm, ensuite elle est soigneusement mélangée au ciment suivant les proportions arrêtées dans le tableau 2.

Tableau 1. Composition minéralogique du ciment CEM I (% massique)

C ₃ S	C ₂ S	C ₃ A	C ₄ AF
65,30	18,60	4,35	7,14

Tableau 2. *Composition des mélanges (% massique)*

Mélanges	CEM I	Filler de Marbre (PM)
1	100	0
2	90	10

3. Essais sur mortiers

Deux mortiers sont étudiés dans ce travail expérimental : mortier 1 (référence) à base du ciment CEM I et mortier 2 à base du liant binaire : 90 % CEMI + 10 % PM. Le mortier est réalisé conformément à la norme EN 196-1, (mortier normal : sable normalisé, eau/liant = 0,5 et ciment/sable = 1/3). La taille des éprouvettes retenue est 4x4x16cm³. Les échantillons sont démoulés après 24h..

3.1. Mesures du retrait et du gonflement

Il s'agit d'évaluer le retrait et le gonflement que provoque le ciment sur des éprouvettes de mortier normal conformément à la norme NFP15-433. On compare à différents temps (7, 14 et 28 jours), la variation de longueur d'une éprouvette 4x4x16cm³, par rapport à sa longueur au moment du démoulage, soit 24h après la confection. Lors du suivi du retrait total, les corps d'épreuve sont conservés en salle climatisée à 20°C ± 2°C et une humidité relative (HR) à 50% ± 5 %. Pour le suivi du gonflement, ils sont maintenus dans d'eau à la température de 20° C ± 1°C. D'après les résultats obtenus (figures 1 et 2), on peut affirmer que les deux ciments provoquent pratiquement le même retrait à toutes les échéances. En revanche, le gonflement provoqué par le ciment CEM I est plus élevé que celui dû au ciment avec 10 % de fillers de marbre.

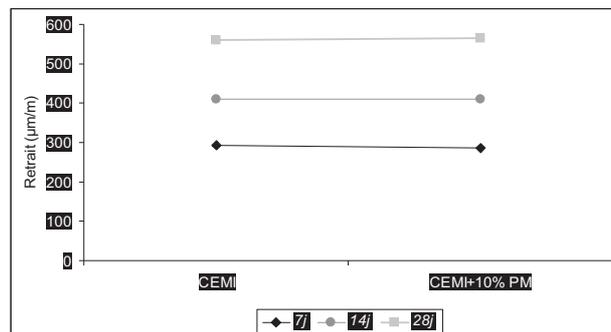


Figure 1. *Influence de fillers de marbre sur le retrait du mortier*

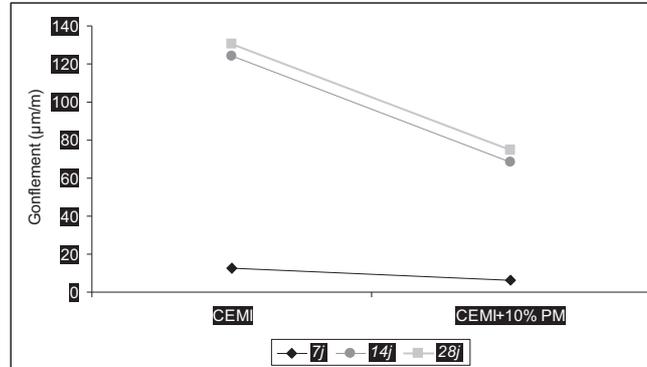


Figure 2. Influence de fillers de marbre sur le gonflement du mortier

3.2. Résistances en compression

La figure 3 présente la moyenne des résistances en compression et les densités à 28 jours des deux mortiers. Malgré la densité similaire, la résistance du ciment CEM I est légèrement plus grande que celle d'un ciment avec ajout de 10 % de fillers de marbre (résistance diminuée de l'ordre de 10 %). Cela peut être expliqué par la faible réactivité du marbre. Malgré cela, la résistance est supérieure à 50MPa.

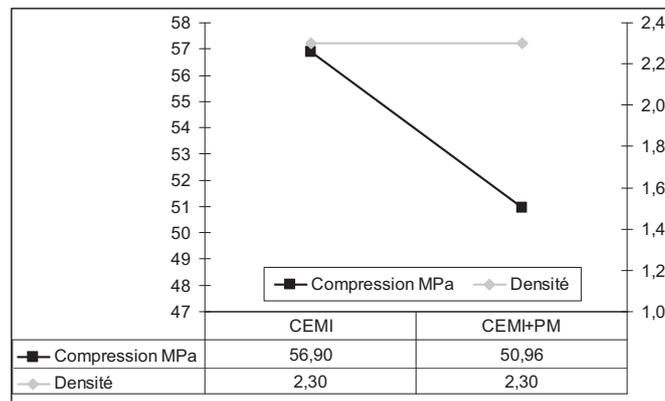


Figure 3. Résistance en compression et densité des mortiers

L'énergie dissipée avant la ruine de l'échantillon, caractérisée par l'aire sous la courbe charges déplacements, est diminuée (tableau 3). Cela est en bonne corrélation avec les résistances mécaniques. La figure 4 représente les courbes contraintes déformations en compression (déformation du bâti comprise). La comparaison des raideurs des deux courbes n'est donc que qualitative : raison pour laquelle le module élastique n'est pas donné. Cette comparaison montre que le module d'élasticité est légèrement diminué pour un mortier à base de ciment composé de fillers de marbre.

Tableau 3. Aire sous la courbe charges déplacements

Mortier	Mortier 1	Mortier 2
Aire (kN.mm)	54	49

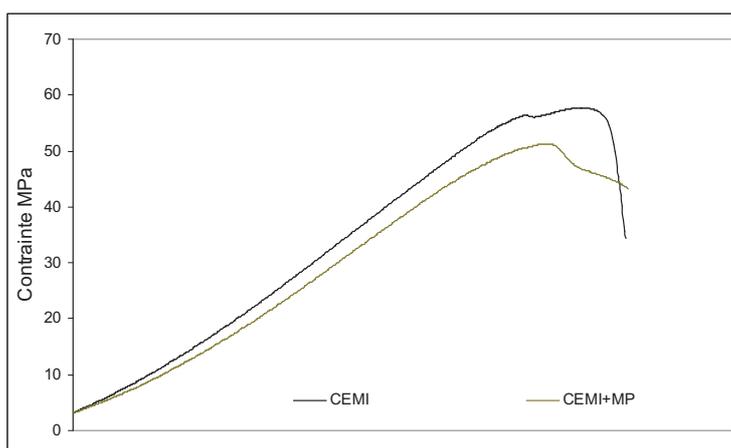


Figure 4. Courbes contraintes déformations en compression

3.3. Microstructure interne

La microstructure étudiée au MEB montre une densité accrue du mortier. Cela est dû aux fillers de calcite mis en évidence par la présence de carbonates (figure 5). Les carbonates observés n'ont pas l'aspect, pour leur grande majorité, des marbres broyés initiaux. Ils se présentent souvent sous forme classiquement appelée 'dents de cochon'. Ceci semble prouver que le marbre initial a servi de germe pour le développement de la carbonatation de la Portlandite. La présence de germes de

calcite cristallographiquement avec peu de défauts doit accroître la cinétique de carbonatation de la Portlandite.

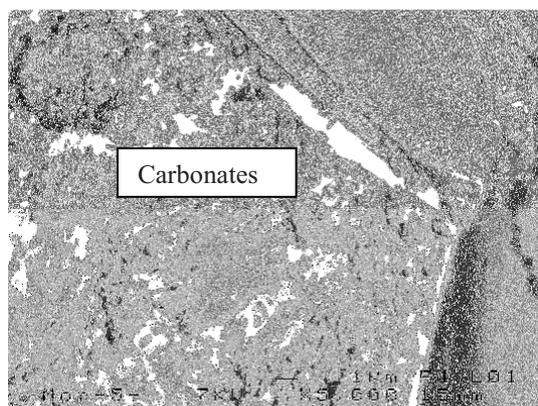


Figure 5. Observation au MEB de la microstructure interne des éprouvettes de mortier 2

4. Analyse par diffraction X

La figure 6 correspond aux diagrammes de diffraction X à 28 jours sur poudre de mortier passant en totalité au tamis de 50 μ m. La composition minéralogique est pratiquement identique pour les deux mortiers : les produits d'hydratation du ciment (CSH et CH) et le quartz (Q) qui représente le sable. Une approche grossière de la quantité de Portlandite (CH) peut être réalisée par la comparaison des intensités des pics de diffraction X (tableau 4). La quantité de Portlandite est considérablement diminuée pour le mortier 2 (CEMI+PM). Le diagramme (mortier 2) montre également la diffraction de la calcite (C). La Portlandite libérée lors de l'hydratation du ciment CEM I peut, en présence de CO₂, augmenter la quantité de calcite. Cette dernière pourrait être la somme de la calcite du marbre initial et une deuxième génération croissant sur les germes initiaux. Ces observations confortent les remarques précédentes : la carbonatation de la Portlandite se fait de façon préférentielle au contact des particules de marbre. La cristallinité du marbre est nettement meilleure que la cristallinité des calcaires habituellement utilisés en fillers, la croissance sur ces germes est améliorée.

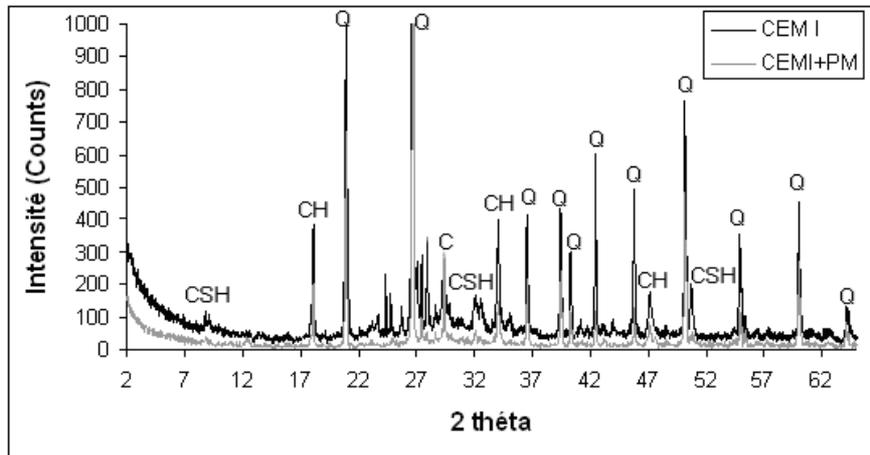


Figure 6. Diagrammes de diffraction X des mortiers (rayonnement $ka. Cu$)

Tableau 4. Intensité des pics (counts) relatifs à la Portlandite

Distance entre plans (d_{hkl}) Å	Mortier 1	Mortier 2
4,90	340,47	194,71
2,62	330,47	133,44
1,92	137,89	63,03

5. Analyse thermique

On a quantifié de façon indirecte par analyses thermiques gravimétrique et différentielle la quantité de Portlandite présente dans le mortier (figures 7 et 8). Les analyses thermiques sont effectuées de 25°C à 600°C pour le mortier de référence et à 950°C pour le mortier 2 (rampe de 5°C/min). Les résultats confirment les intensités trouvées par diffraction X. En effet, la quantité de Portlandite dans le mortier 2 est diminuée de 70 % par rapport au mortier de référence. La perte de masse vers 430°C correspond à la décomposition de la Portlandite suivant la réaction : $Ca(OH)_2 \rightarrow CaO + H_2O$. La perte de masse observée à 700°C (mortier 2) correspond à la décarbonatation de la calcite du marbre qui donne naissance à la chaux vive (CaO) suivant la réaction : $CaCO_3 \rightarrow CaO + CO_2$. La quantité de Portlandite présente dans chaque type de mortier est déterminée dans le tableau 5.

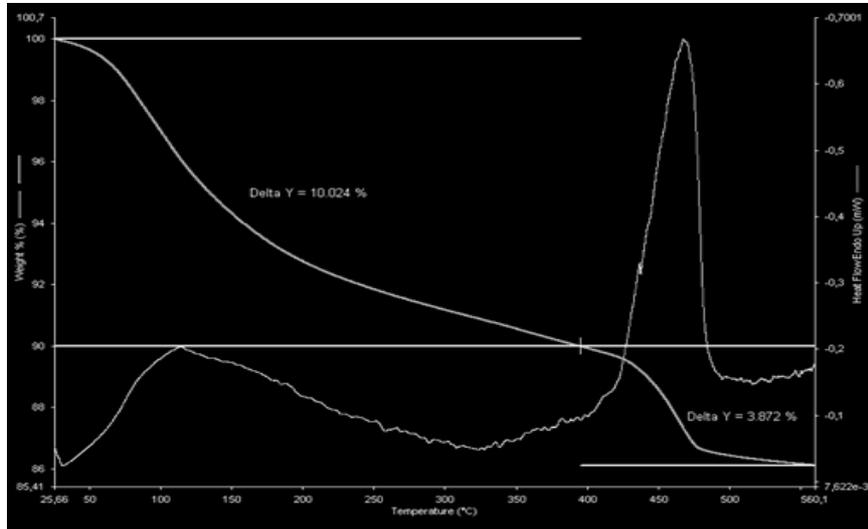


Figure 7. ATG & ATD de poudre du mortier 1

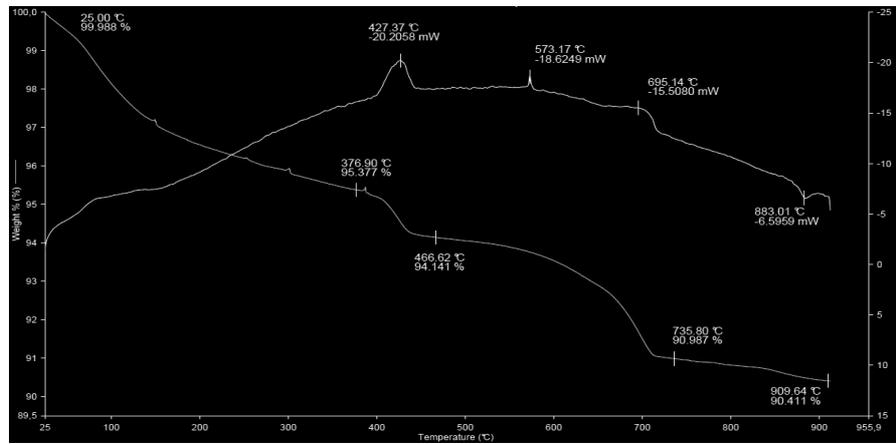


Figure 8. ATG & ATD de poudre du mortier 2

Tableau 5. Quantité de portlandite dans le mortier (% massique)

Type de mortier	Mortier1	Mortier2
Ca(OH) ₂	16	5

6. Conclusions

Les essais sur mortiers montrent que le retrait n'est pas influencé par la présence de 10% de fillers de calcite de marbre et, au contraire, le gonflement est plus faible avec cet ajout.

Si la densité est inchangée, la résistance en compression diminue légèrement, cela peut être expliqué par la faible réactivité du marbre.

Les analyses physico-chimiques, diffraction X et analyses thermiques mettent, elles aussi, clairement en évidence la diminution de quantité de Portlandite lorsque le ciment contient des fillers de marbre. Le gonflement souvent attribué à la Portlandite, est donc plus faible à cause de la quantité de Portlandite plus faible.

Tout laisse penser que les fillers de marbre servent de germes sur lesquels vont se fixer les calciums libérés lors de l'hydratation des composés anhydres du ciment. Les cristaux de calcite vont croître, la basicité du milieu diminue, le gonflement du mortier est plus faible. Ceci corrobore les observations de (Goven et al., 2003) qui remarquent : "La calcite du marbre semble introduire une carbonatation plus importante du ciment hydraté". Néanmoins les résistances mécaniques sont légèrement diminuées par l'incorporation de cette poudre de marbre mais sont acceptables dans les utilisations courantes.

7. Bibliographie

- Agarwal S.K., Gulati D., «Utilisation of industrial wastes and unprocessed micro-fillers for making cost effective mortars», *Construction and Building Materials*, vol. 20, 2006, p. 999-1004.
- Govin A., Grosseau P., Guilhot B., Guyonnet R., «Etude physico-chimique d'un composite ciment-bois Durant les premières heures d'hydratation», *Journées Annuelles du Groupe Français de Céramique*, 26-28 mars 2003, Montpellier, France.
- Kavas T., Olgun A., «Properties of cement and mortar incorporating marble dust and crushed brick», *Ceramics-Silikaty*, vol. 52, n°1, 2008, p.24-28.
- Kenai S., Soboyejo W., Soboyejo A., «Some engineering properties of limestone concrete», *Mater Manuf Process*, vol. 19, n°5, 2004, p.949-61.
- Messaoudene I., Jauberthie R., Molez L., Nacéri A., «Ecological and economical mortars made with dune sand and cements in combination with local mineral additions», *Agricultural Engineering International : CIGR Journal*, vol.12, n°3, 2010, p.38-47.
- Topçu I.B., Bilir T., Uygunoglu T., «Effect of waste marble dust content as filler on properties of self-compacting concrete», *Construction and Building Materials*, vol.23, 2009, p.1947-1953.