



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE ABOU-BEKR BELKAID - TLEMCCEN

MEMOIRE

Présenté à :

FACULTE DES SCIENCES – DEPARTEMENT DE CHIMIE

Pour l'obtention du diplôme de :

MASTER EN CHIMIE

Option: Chimie Physique et Analytique

Par :

M^{elle} GHERMAOUI Amina

Sur le thème

**Effets de certains métaux sur les propriétés physico-chimiques
des mortiers de ciment de Béni-Saf sans ou avec ajout de
pouzzolane.**

Soutenue publiquement le 29 Juin 2015 à Tlemcen devant le jury composé de :

Président:	Pr HAREK Yahia	Université Tlemcen
Examinatrice:	Pr. NAGADI Latifa	Université Tlemcen
Examineur:	Pr. DAHMANI Bénamar	Université Tlemcen
Encadreur:	Dr. BELHACHEMI Boucif	Université Tlemcen
Invité:	Mr. DAHMANE Otmane	Cimenterie Béni-Saf

*Laboratoire Spectrochimie et Pharmacologie Structurale(LSPS)
BP 119, 13000 Tlemcen - Algérie*

REMERCIEMENTS

*J'adresse en premier lieu ma reconnaissance à notre **DIEU** tout puissant, de m'avoir permis d'en arriver là, car sans lui rien n'est possible.*

*Le travail présenté dans ce mémoire a été réalisé au laboratoire de la cimenterie de Béni-Saf. C'est avec un grand et profond respect que je tiens à remercier tous ceux qui m'ont aidé et qui ont collaboré à la réalisation de ce mémoire de Master et plus particulièrement mon encadreur **Mr BELHACHEMI Boucif** Maître de conférences qui m'a tant soutenu, et qui a apporté son soutien, son aide et ses conseils au cours de ce travail et aussi pour les compléments de réflexion qu'il a proposé à la lecture de cet écrit.*

*Nous exprimons nos profonds remerciements à **Mr DAHMANE Otman**, responsable de Département Contrôle et Qualité de la cimenterie de Béni-Saf et **Mr CHIKH Miloud** Chef de service du Laboratoire de la cimenterie de Béni-Saf.*

*Je remercie très chaleureusement **M^{me} GHERMAOUI Najet** qui a ménagé efforts pour que ce mémoire puisse voir le jour.*

Je remercie tous les enseignants de mon cursus universitaire qui ont contribué à ma formation.

Je remercie les membres du jury,

***Mr HAREK Yahia** Professeur à l'Université Abou Bakr Belkaïd de Tlemcen-Algérie qui m'a fait l'honneur d'accepter de présider du jury.*

***Mlle NAGADI Latifa** Professeur au Département de Chimie Faculté des Sciences de l'Université Abou bekr Belkaïd Tlemcen pour d'avoir accepté d'examiner ce mémoire.*

***Mr DAHMANI Bénamar** Professeur au Département de Chimie Faculté des Sciences de l'Université Aboubekr Belkaïd Tlemcen et Directeur du laboratoire de Recherche Spectrochimie et Pharmacologie Structurale pour avoir accepté d'examiner ce travail.*

Je voudrais exprimer à toute ma famille, et plus particulièrement mes parents, ma profonde reconnaissance pour le soutien qu'ils m'ont apporté en toute circonstance, ainsi que pour leur patience et leur amour.

Pour finir, j'adresse mes remerciements à tous mes amis, mes collègues de travail, pour leurs encouragements et leur soutien moral. Sans oublier mes amies de ma promotion.

❖ *Je dédie cette mémoire à...*

À ma très chère mère

Affable, honorable, aimable : Tu représentes pour moi le symbole de la bonté par excellence, la source de tendresse et l'exemple du dévouement qui n'a pas cessé de m'encourager et de prier pour moi.

Ta prière et ta bénédiction m'ont été d'un grand secours pour mener à bien mes études. Je te dédie ce travail en témoignage de mon profond amour. Puisse Dieu, le tout puissant, te préserver et t'accorder santé, longue vie et bonheur.

À mon très cher Père

Aucune dédicace ne saurait exprimer l'amour, l'estime, le dévouement et le respect que j'ai toujours eu pour vous.

Rien au monde ne vaut les efforts fournis jour et nuit pour mon éducation et mon bien être. Ce travail est le fruit de tes sacrifices que tu as consentis pour mon éducation et ma formation.

À mon très cher frère Hakim

Mon cher frère qui m'est le père et la mère, les mots ne suffisent guère pour exprimer l'attachement, l'amour et l'affection que je porte pour vous. Mon ange gardien et mon fidèle compagnon dans les moments les plus délicats de cette vie mystérieuse. Je vous dédie ce travail avec tous mes vœux de bonheur, de santé et de réussite.

À mon très cher frère Mohamed

Mon cher petit frère présent dans tous mes moments d'examens par son soutien moral et ses belles surprises sucrées.

Je te souhaite un avenir plein de joie, de bonheur, de réussite et de sérénité. Je t'exprime à travers ce travail mes sentiments de fraternité et d'amour.

À tous les membres de ma famille, petits et grands

Veillez trouver dans ce modeste travail l'expression de mon affection.

À mes chères amies

Halima, khadidja, Nassima, Djamila, Waffaa, Houria, Sara, Badra, Hbibba et Fatima

À mes chers amis

En particulier Youcef qui m'a beaucoup aidé et m'a encouragé

Effets de certains métaux sur les propriétés physico-chimiques des mortiers de ciment de Béni-Saf sans ou avec ajout de pouzzolane

Sommaire

Résumé.....	9
Introduction	11
CHAPITRE I : GÉNÉRALITÉS SUR LA FABRICATION DU CIMENT	
1-Historique	14
2-Le ciment	14
3-Constituants de base du ciment	15
3.1- Matières premières	15
3.1.1- Calcaires	15
3.1.2-Argiles	16
3.1.3-Eléments argileux calcaires	17
3.2-Matériaux de correction	17
3.2.1-Minerais de fer (Fe_2O_3)	17
3.2.2-Le gypse	17
3.2.3-La bauxite	17
3.3 Les matières secondaires : Ajouts	17
3.3.1- La pouzzolane naturelle.....	18
3.3.2-Laitiers de hauts fourneaux	18
3.3.3- Les cendres volantes siliceuses (V) ou calciques (W)	18
3.3.4- Les Calcaires	19
3.3.5- Les schistes calcinés (T)	19
3.3.6-Les sulfates de calcium	19
3.3.7-Les fumées de silice (D)	19
3.4- Produit semi-fini : Le clinker	20
3.5-Les additifs	22
4-Processus de fabrication de ciment.....	22
4.1-Extraction	23
4.2-Concassage.....	24
4.3-Broyage du cru	26
4.4-Séparation.....	27
4.5- Homogénéisation	27

Effets de certains métaux sur les propriétés physico-chimiques des mortiers de ciment de Béni-Saf sans ou avec ajout de pouzzolane

4.6-Zone de cuisson.....	27
4.7-Stockage du clinker	29
4.8- Broyage clinker	29
4.9- Stockage, ensachage et expédition.....	30
5-Différents types de ciments	32

CHAPITRE II : CONTROLE DE QUALITE

1-Méthodes chimiques	34
1.1-Attaque par fusion.....	34
1.2-Attaque par acide perchlorique	35
1.2.1-Détermination de la silice (SiO_2)	36
1.2.2- Dosage pour la détermination des oxydes	36
1.2.2.1- Détermination de l'oxyde de calcium (CaO).....	36
1.2.2.2-Détermination de l'oxyde de magnésium (MgO).....	37
1.2.2.3-Détermination de l'oxyde de fer (Fe_2O_3).....	38
1.2.2.4-Détermination de l'alumine (Al_2O_3).....	38
1.2.3-Détermination de la chaux libre CaO_L	39
1.2.4-Détermination de la perte au feu (PAF)	39
1.2.5-Détermination du pourcentage de SO_3	39
1.2.6-Détermination des résidus insolubles	40
1.2.7-Détermination de la teneur des alcalins (K_2O , Na_2O)	40
2-Méthodes physiques.....	43
2.1-Mesure de la surface spécifique par la méthode Blaine.....	44
2.2- Mesure de la densité.....	46
2.3-Détermination du pourcentage des refus.....	46
2.4-La consistance normale	48
2.4.1-Définition.....	48
2.4.2-Pâte normale	48
2.4.3-Préparation de la pâte	49
2.4.4-Vérification de la consistance normale	49
2.5-Essais de prise	49
2.5.1-Début de prise.....	51
2.5.2-Fin de prise	51

Effets de certains métaux sur les propriétés physico-chimiques des mortiers de ciment de Béni-Saf sans ou avec ajout de pouzzolane

2.6-Essai d'expansion.....	51
2.7-Essais mécaniques (flexion–compression).....	53

CHAPITRE III : PARTIE EXPERIMENTALE

1-Préparation des échantillons de ciment	57
2-Préparation du mortier	58
3-Analyse chimique des échantillons.....	58
3.1-Par voie chimique.....	58
3.2-Par fluorescence X	59
4-Caractéristiques physiques des ciments préparés	60
4.1 Surface spécifique Blaine SSB.....	60
4.2-Refus sur tamis de 45 et 90 μ	60
4.3-Densité apparente	61
4.4-Expansion à chaud (mm).....	62
4.5-La consistance normale, temps de début de prise et de fin de prise	62
5-Résultats des résistances à la traction par flexion et à la compression.....	63
7- La variation de masse	64
8- Comparaison des résistances à l'âge de 28 jours des échantillons dans l'eau et dans les solutions acides H_2SO_4 à 6% et $HClO_4$ à 6%.....	65

CHAPITRE IV : INTERPRETATION DES RESULTATS ET CONCLUSION

1-Interprétation de l'expansion à chaud.....	68
2-Interprétation de la consistance normale et le temps de début et fin de prise	68
3-Résistances en fonction du pourcentage des métaux.....	68
4-Interprétation de Comparaison des résistances à l'âge de 28 jours des échantillons dans l'eau et dans les solutions acides H_2SO_4 à 6% et $HClO_4$ à 6%	70
Conclusions	71
Références.....	72

LES ANNEXES

ANNEXE I.....	76
ANNEXE II.....	80
ANNEXE III.....	81

Effets de certains métaux sur les propriétés physico-chimiques des mortiers de ciment de Béni-Saf sans ou avec ajout de pouzzolane

LISTE DES NOTATIONS

- C₃S** : Silicate tricalcique dénommé (alite), sa formule chimique est 3CaO, SiO₂.
- C₂S** : Silicate bi-calcique ou (bélite), sa formule chimique est 2CaO, SiO₂.
- C₃A** : Aluminates tricalciques ou (célite), sa formule chimique est 3CaO, Al₂O₃.
- C₄AF** : Ferro-aluminates tétra-calcique, de formule chimique 4CaO, Al₂O₃, Fe₂O₃.
- T** : Les schistes calcinés.
- D** : les fumées de Silice.
- H** : H₂O
- C** : CaO
- PAF** : Perte au feu.
- PZ** : Pouzzolane naturelle.
- RI** : Résidus insolubles.
- E/C** : Le rapport (eau/ ciment).
- Ri** : Pourcentage des refus cumulés.
- Ti** : Pourcentage des tamisats cumulés.
- SSB** : Surface spécifique Blaine.
- Mc** : Masse des refus cumulés (g)
- E/C** : Le rapport (eau/ ciment).
- Ri** : Pourcentage des refus cumulés.
- Ti** : Pourcentage des tamisats cumulés.
- SSB** : Surface spécifique Blaine.
- T** : Température.
- NA** : Normes algériennes.
- ΔM** : Variation de la masse de l'éprouvette

Effets de certains métaux sur les propriétés physico-chimiques des mortiers de ciment de Béni-Saf sans ou avec ajout de pouzzolane

FIGURES

- FIGURE 1.1** : Image d'une section polie d'un clinker réalisée au Microscope Electronique à Balayage.
- FIGURE 1.2** : Schéma de la fabrication du ciment.
- FIGURE 1.3** : Carrière d'extraction d'argile et de calcaire
- FIGURE 1.7** : Concassage des matières premières au niveau de la carrière.
- FIGURE 1.8** : Camion de transport de la carrière
- FIGURE 1.9** : Transporteurs mécaniques
- FIGURE 1.10** : Hall de pré-homogénéisation.
- FIGURE 1.11** : Broyeur
- FIGURE 1.12** : Le four rotatif.
- FIGURE 1.13** ; Schéma d'un four rotatif de cimenterie.
- FIGURE 1.14** : Les bulles de stockage du clinker de la cimenterie de Béni-Saf.
- FIGURE 1.15** : Broyeur cuit.
- FIGURE 1.16** : Silos de stockage de ciment.
- FIGURE 1.17** : Expédition.
- FIGURE 2.1** : Perleuse
- FIGURE 2.2** : Pastilleuse.
- FIGURE 2.3** : Analyseur RX.
- FIGURE 2.4** : Principe de fonctionnement de perméabilimètre de Blaine.
- FIGURE 2.5** : L'entonnoir.
- FIGURE 2.6** : les tamis de 90 μ et de 45 μ .
- FIGURE 2.7** : L'appareil Alpine.

Effets de certains métaux sur les propriétés physico-chimiques des mortiers de ciment de Béni-Saf sans ou avec ajout de pouzzolane

- FIGURE 2.8** : Appareil de Vicat muni de la sonde de consistance
- FIGURE 2.9** : Le malaxeur.
- FIGURE 2.10** : Appareil de Vicat muni de l'aiguille amovible.
- FIGURE 2.11** : Prismètre automatique multipostes.
- FIGURE 2.12** : Aiguille de Lechâtelier.
- FIGURE 2.13** : Essai de stabilité avec l'appareil de Lechatelier
- FIGURE 2.14** : Chambre humide
- FIGURE 2.15** : Malaxeur automatique.
- FIGURE 2.16** : Moules pour moulage des éprouvettes de mortier
- FIGURE 2.17** : Appareil à choc.
- FIGURE 2.18** : Appareil de flexion.
- FIGURE 2.19** : Appareil de compression.
- FIGURE 4.1** : Résistance à la flexion en MPa des échantillons (CPA) à différents pourcentages en Chrome(Cr) et en Zinc (Zn).
- FIGURE 4.2** : Résistance à la flexion en MPa des échantillons (CPJ) à différents pourcentages en Chrome(Cr) et en Zinc (Zn).
- FIGURE 4.3** : Résistance à la compression en MPa des échantillons (CPA) à différents pourcentages en Chrome(Cr) et en Zinc (Zn).
- FIGURE 4.4** : Résistance à la compression en MPa des échantillons (CPJ) à différents pourcentages en Chrome(Cr) et en Zinc (Zn).

Effets de certains métaux sur les propriétés physico-chimiques des mortiers de ciment de Béni-Saf sans ou avec ajout de pouzzolane

TABLEAUX

- Tableau 1.1** : Composition chimique élémentaire de la pouzzolane naturelle de Béni-Saf.
- Tableau 1.2** : Caractéristiques chimiques du laitier
- Tableau 1.3** : Caractéristiques chimiques de la fumée de silice.
- Tableau 1.4** : les types des différents ciments avec leurs compositions correspondantes
- Tableau 3.1** : Analyse chimique des échantillons (CPA) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn) par voie chimique.
- Tableau 3.2** : Analyse chimique des échantillons (CPJ) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et Zinc (Zn) par voie chimique.
- Tableau 3.3** : Analyse chimique des échantillons (CPJ) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn) par fluorescence X.
- Tableau 3.4** : Analyse chimique des échantillons (CPJ) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn) par fluorescence X.
- Tableau 3.5** : Surface spécifique Blaine des échantillons (CPA) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn).
- Tableau 3.6** : Surface spécifique Blaine des échantillons (CPJ) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn).
- Tableau 3.7** : Refus des échantillons (CPA) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn).
- Tableau 3.8** : Refus des échantillons (CPJ) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn).
- Tableau 3.9** : Densité apparente des échantillons (CPA) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn).
- Tableau 3.10** : Densité apparente des échantillons (CPJ) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn).
- Tableau 3.11** : Expansion à chaud des échantillons (CPA) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn).
- Tableau 3.12** : Expansion à chaud des échantillons (CPJ) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn).

Effets de certains métaux sur les propriétés physico-chimiques des mortiers de ciment de Béni-Saf sans ou avec ajout de pouzzolane

- Tableau 3.13** : Résultats des essais sur la pâte pure des échantillons (CPJ) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn).
- Tableau 3.14** : Résultats des essais sur la pâte pure des échantillons (CPJ) à différents pourcentage en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn).
- Tableau 3.15** : Résistance à la flexion en MPa des échantillons (CPA) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn).
- Tableau 3.16** : Résistance à la flexion en MPa des échantillons (CPJ) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn).
- Tableau 3.17** : Résistance à la compression en MPa des échantillons (CPA) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn).
- Tableau 3.18** : Résistance à la compression en MPa des échantillons (CPJ) à différents pourcentage en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn).
- Tableau 3.19** : La variation de masse des échantillons (CPA) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn) dans les solutions acides H_2SO_4 à 6% et $HClO_4$ à 6% en (g) à l'âge de 28 jours.
- Tableau 3.20** : La variation de masse des échantillons (CPJ) à différents pourcentage en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn) dans les solutions acides H_2SO_4 à 6% et $HClO_4$ à 6% en (g) à l'âge de 28 jours.
- Tableau 3.21** : Comparaison de résistance à la flexion à l'âge de 28 jours des échantillons (CPA) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn) dans l'eau et dans les solutions acides H_2SO_4 à 6% et $HClO_4$ à 6% en (MPa).
- Tableau 3.22** : Comparaison de résistance à la flexion à l'âge de 28 jours des échantillons (CPJ) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et Zinc (Zn) dans l'eau et dans les solutions acides à H_2SO_4 à 6% et à $HClO_4$ à 6% en (MPa).
- Tableau 3.23** : Comparaison de résistance à la comparaison à l'âge de 28 jours des échantillons (CPA) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et Zinc (Zn) dans l'eau et dans les solutions acides H_2SO_4 à 6% et $HClO_4$ à 6% en (MPa).
- Tableau 3.24** : Comparaison de résistance à la comparaison à l'âge de 28 jours des échantillons (CPJ) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et Zinc (Zn) dans l'eau et dans les solutions acides H_2SO_4 à 6% et $HClO_4$ à 6% en (MPa).
- Tableau A2.1** : Analyse chimique de Chrome en %
- Tableau A3.1** : Valeurs de la résistance à la compression des classes de ciments.
- Tableau A3.2** : Temps de début et de fin de prise des ciments

Résumé

Effets de certains métaux sur les propriétés physico-chimiques des mortiers de ciment de Béni-Saf sans ou avec ajout de pouzzolane

Résumé

Le ciment est un composant essentiel des matériaux cimentaires tels que le béton et le mortier. Il assure une fonction mécanique, car il lie le squelette granulaire, mais il est aussi en grande partie responsable de la tenue à long terme du matériau cimentaire. La conception d'un matériau cimentaire est extrêmement liée à l'environnement dans lequel il va être exposé durant sa durée de vie.

L'addition de quantité de Zinc (Zn) et Chrome (Cr) dans le ciment portland peut absorber une quantité de ces métaux. Cette absorption conduit à une augmentation du temps de prise et une diminution de résistance des ciments pour le Zinc. Il peut piéger le Chrome avec un temps de prise court et de hautes résistances.

L'expérimentation a porté sur des mortiers à différents pourcentages en Zinc et en Chrome (2, 4 et 6%). on a déterminé :

- Les résistances physiques telles que les résistances à la traction par flexion et la compression sur des éprouvettes à différents pourcentages en métaux et aux âges 2, 7, 28 et 90 jours.
- Les résistances chimiques telles que la résistance à l'agressivité (durabilité) des milieux constitués de solutions acides à 6% en H_2SO_4 et 6% en $HClO_4$.

Mots Clés : Clinker, gypse, Chrome, Zinc, ciment CPJ-CEM II A, mortier, résistances, compression, flexion, durabilité.

INTRODUCTION

Effets de certains métaux sur les propriétés physico-chimiques des mortiers de ciment de Béni-Saf sans ou avec ajout de pouzzolane

INTRODUCTION

L'industrie cimentière met aujourd'hui à la disposition de l'utilisateur un grand nombre de ciments qui présentent des caractéristiques précises et adaptées à des domaines d'emploi déterminés. La gamme étendue de compositions, de résistances, de vitesse de prise et de durcissement répond aux usages très divers qui sont faits de béton sur chantier ou en usine.

Exigences climatiques, résistances à des agents agressifs, autant de paramètres qui impliquent de choisir le ciment le plus approprié. Pour faire ce choix, il importe de connaître les caractéristiques spécifiques des différents types de ciments prévus par la normalisation.

Les réactions du ciment Portland en présence d'eau ou "hydratation" produisent des composés hydratés qui permettent de lier les différentes particules de ciment et de granulat ce qui confère au béton ces qualités de résistance mécanique. Ces réactions s'accompagnent d'effets secondaires qui peuvent produire des dégradations du matériau lorsqu'ils ne sont pas pris en compte. L'un de ces effets est la chaleur dégagée lors de ces réactions d'hydratation dont la grandeur dépend de la composition du ciment. La dynamique des réactions d'hydratation va dépendre de nombreux facteurs tels que finesse de mouture, composition, ajout d'éléments secondaires (gypse par exemple). Ces propriétés liées aux réactions d'hydratation doivent permettre de pouvoir travailler le produit béton jusqu'à sa mise en forme. Elles doivent aussi permettre au produit de durcir dans un temps suffisamment court pour pouvoir poursuivre les travaux de construction.

L'addition de Zinc et Chrome dans le ciment portland comme ajout en présence de gypse modifie la composition minéralogique de mortier et transforme la réaction de l'hydratation de ciment.

Le but de notre travail est l'étude des effets des métaux (Zinc et Chrome) sur des mortiers de ciment de Béni-Saf sans ou avec ajout de pouzzolane. Les essais effectués sont les suivants :

- Analyse physico-chimique des divers échantillons selon la norme NA 442.
- Résistances à la traction par flexion et la compression sur des éprouvettes à différents pourcentage en métaux (Zinc et Chrome) à 2, 7, 28 et 90 jours.
- Résistance à l'agressivité des milieux environnants (solution acides à 6% en H_2SO_4 et en $HClO_4$).

Ce travail s'est déroulé dans le laboratoire de la cimenterie de Béni-Saf, nous en remercions très vivement le responsable ainsi que toute l'équipe. Ce séjour dans le milieu industriel nous a permis de voir de près et de manipuler.

CHAPITRE I :
GÉNÉRALITÉS SUR LA FABRICATION DU CIMENT

1-Historique :

Dans la préhistoire et au début l'antiquité les maçonneries étaient soit liées à l'argile, soit réalisées sans liant, comme les murs pélagiques de Grèce ou les murs incas [1]. A Babylone, les maçonneries de briques étaient liées au bitume. Les Egyptiens utilisèrent pour les pyramides, notamment, un plâtre grossier produit par cuisson d'un gypse (sulfate de calcium) impur. Les Grecs furent parmi les premiers constructeurs employant la chaux obtenue par cuisson du calcaire (carbonate de chaux). Les Romains se servirent beaucoup de la chaux dans leurs constructions, mais améliorèrent ce liant dès le 1^{er} siècle avant J.-C en l'additionnant de pouzzolane soit naturelle comme les cendres volcaniques actives, soit artificielles comme les briques pilées. Ils obtinrent ainsi un liant hydraulique, appelé ciment romain, qui est en fait intermédiaire entre une chaux et un véritable ciment. Celui-ci permit de construire de grands ouvrages hydrauliques, tel le pont du Gard, ou maritimes tels les ports. Aucun progrès ne fut accompli sur les liants pendant le moyen âge, dont les principales constructions-cathédrales-doivent leur réussite surtout aux progrès réalisés dans l'art de tailler et d'assembler les pierres. [2]

C'est seulement au XVIII^e siècle, les procédés de cuisson s'améliorent, que des chaux hydrauliques, intermédiaires entre les chaux et les ciments, furent produits. En 1756 l'Anglais Smeaton, en mélangeant celles-ci avec des pouzzolanes, obtint un mortier aussi dur que la pierre de portland. Cette élaboration fut reprise par ses successeurs. Ainsi fut introduit progressivement dans le langage l'appellation de ciment portland. En 1817, le français Louis Vicat, étudiant scientifiquement et non plus empiriquement, comme ses prédécesseurs, les chaux hydrauliques, découvrit les principes chimiques des ciments et définit leurs règles de fabrication. Aussi en est-il considéré comme l'inventeur. [2]

En 1824, l'Anglais Aspdin prit un brevet pour la fabrication d'un ciment de portland mais celui-là comportait encore beaucoup de points obscurs, C'est seulement en 1845 que l'Anglais Johnson indiqua de façon précise les règles de fabrication de ce produit.

A la fin du XIX^e siècle, en France. Le Chatelier étudia la composition chimique des divers constituants des ciments ; son œuvre fut perfectionnée et achevée par l'américain Bogue au XX^e siècle.

En 1890, on comprit l'intérêt du laitier granulé ajouté au ciment, et après 1945, celui des cendres volantes. Les ciments spéciaux sont d'invention plus récente : le ciment alumineux fut découvert par J-Bied, en 1908.

2-Le ciment :

Le ciment est un liant hydraulique, c'est-à-dire une matière inorganique finement moulue qui, gâchée avec de l'eau, forme une pâte qui fait prise par suite des réactions et processus d'hydratation et qui après durcissement, conserve sa résistance et sa stabilité même sous l'eau. [4]

Dans le langage courant, le terme de ciment peut être source de confusion lorsqu'il est utilisé pour désigner à la fois : [3]

- La poudre de ciment (par exemple telle qu'elle est commercialisée en sac).
- La pâte de ciment au moment de son gâchage à l'eau.
- Le produit obtenu après durcissement

Dans tout ce qui suit, on distinguera ces différents états en appelant : [3]

- Ciment anhydre : (sans eau) la poudre de ciment avant son gâchage à l'eau.
- Ciment hydraté : les composés, insolubles dans l'eau, obtenus par combinaison chimique de l'eau avec le grain de ciment anhydre.
- Pâte fraîche de ciment : le mélange d'eau et de ciment anhydre avant que l'hydratation n'ait conduit à en faire un solide appelé pâte de ciment durcie.

L'expression de : "pâte de ciment durcissant" sera utilisée pour désigner la pâte de ciment dans sa transformation d'un état plus ou moins fluide en un état solide.

3- Constituants de base du ciment :

On peut théoriquement fabriquer du ciment portland à partir de matériaux quelconques renfermant chaux, silice, alumine et fer.

En pratique, les possibilités sont beaucoup plus limitées car on est obligé de choisir, pour des raisons évidentes, des matières premières faciles à extraire, traiter, et combiner.

On peut utiliser aussi comme appoint des sous produits d'autres industries tels le laitier de hauts fourneaux ou les cendres des centrales thermiques [5].

3.1- Matières premières :

On classe habituellement les matières premières naturelles en :

- Calcaire : plus de 80% de CaCO_3 .
- Argile : moins de 40% de CaCO_3 .
- Eléments argilo- calcaires : de 40% à 80% de CaCO_3 . [5]

3.1.1- Calcaires :

Les calcaires peuvent être de pureté et de duretés variables, ils proviennent du dépôt de CaCO_3 contenu dans les eaux de mer ou des lacs, dépôts provoqués par précipitation chimique ou réalisés par l'intermédiaire d'organismes vivants (mollusques, algues).

Certains de ces dépôts soumis à une pression et à une température suffisante, ont donné des calcaires cristallins. [5]

Les principales impuretés rencontrées dans les calcaires sont :

➤ La silice

La silice est la forme naturelle du dioxyde de silicium (SiO_2) qui entre dans la composition de nombreux minéraux. Elle existe à l'état libre sous différentes formes cristallines, amorphes ou combinées. Dans les silicates, les groupes SiO_2 sont liés à d'autres éléments (Al, Fe, Mg, Ca, Na, K).

➤ La magnésie

La magnésie est un élément dangereux du fait de son expansion ultérieure possible au sein du ciment hydraté. Les calcaires ne doivent pas contenir plus de 5% de magnésie. [5]

➤ Le fer

Le fer rencontre le plus souvent sous forme d'oxyde Fe_2O_3 ou de pyrite Fe_2S (le maximum permis est de 2% dans ce dernier cas). Le fer joue un rôle utile de fondant. [5]

➤ Les alcalis

Tels que soude et potasse sont volatilisés au moment de la clinkérisation et se retrouvent surtout dans les poussières du four, lesquelles sont actuellement souvent recyclées. Les alcalis peuvent provoquer certaines difficultés au cours de la fabrication du ciment (formation d'anneaux dans le four, modification de certaines caractéristiques physique du ciment).

Les calcaires dits « purs » contiennent au moins 95% de CaCO_3 et les impuretés mentionnées ci-dessus jouent alors un rôle mineur. [5]

3.1.2-Argiles :

Les argiles sont constituées essentiellement de silice, d'alumine et de fer et constituent par là même le complément indispensable du calcaire. Elles peuvent être classées de plusieurs manières. On distingue ainsi :

- les argiles résiduelles provenant de la décomposition sur place de roches existantes, du fait d'agents physico-chimiques.
- les argiles transportées et déposées sous l'effet des mers, des cours d'eau, des glaciers, du vent.

Les argiles utilisées en cimenterie sont des argiles communes qui peuvent être constituées par des mélanges des groupes énumérés. De plus les argiles résiduelles contiennent souvent des fragments des roches qui leur ont donné naissance et qui risquent de les rendre impropres à la fabrication du ciment (silex, quartz, sous forme de nodules, de sable,....etc.).

Là encore les impuretés telles que magnésie, soufre, soude, potasse, doivent être en quantité très limitée.

D'une manière générale, le coût de la préparation des matières premières croît avec le nombre de constituants à mélange. [5]

3.1.3-Eléments argileux calcaires :

Ils contiennent les éléments principaux nécessaires à la fabrication du ciment mais doivent être corrigés par des apports de calcaire ou d'argile afin de faire leur dosage.

Certains calcaires argileux renferment naturellement les divers constituants du ciment portland en proportion voulu. Ces « pierres à ciments » sont évidemment très rare. [5]

3.2-Matériaux de correction :

3.2.1-Minerais de fer (Fe_2O_3) : [6,7]

Le minerai de fer est une roche contenant du fer, généralement sous la forme d'oxydes, comme la bauxite.

Les minerais de fer ont une teneur en fer variable selon le minéral ferrifère, sachant également que l'isomorphisme, presque toujours présent dans les minéraux naturels, réduit la teneur théorique.

3.2.2-Le gypse : [8]

Est une espèce minérale composée de sulfate dihydraté de calcium de formule $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Le mot gypse désigne ainsi à la fois une espèce chimique et une roche.

Le gypse est le minerai qui permet de fabriquer le plâtre. Il entre aussi dans la composition des ciments.

La mine de Naica permet de voir des cristaux géants de ce minéral dépassant 11 mètres de long.

3.2.3-La bauxite : [10]

Est une roche latéritique blanche, rouge ou grise, caractérisée par sa forte teneur en alumine Al_2O_3 et en oxydes de fer. Cette roche constitue le principal minerai permettant la production d'aluminium.

Elle se forme par altération continentale en climat chaud et humide. De structure variée, elle contient dans des proportions variables des hydrates d'alumine, de la kaolinite, de la silice et des oxydes de fer qui lui confèrent souvent une coloration rouge.

3.3 Les matières secondaires : Ajouts

3.3.1- La pouzzolane naturelle : [11]

La pouzzolane naturelle utilisée est d'origine volcanique extraite du gisement de Bouhamidi situé au sud de Béni-Saf. Le gisement est représenté par une montagne de forme conique appelée El-Kalcoul situé à la côte absolue de 236 m. Cette pouzzolane est essentiellement formée de scories et de pierres ponce bien stratifiées, de couleur variant du rouge au noir.

La composition chimique de la pouzzolane naturelle après broyage est montrée dans le tableau I.1

Tableau I.1 : Composition chimique de la pouzzolane naturelle de Béni-Saf. [11]

%CaO	%SiO ₂	%AlO ₃	%FeO ₃	%SO ₃	%K ₂ O	%Na ₂ O	%MgO	%Cl	%CaCO ₃
12.36	42.95	16.32	9.49	0.01	1.39	3.00	4.20	0.00	10.75

La surface spécifique de Blaine de la pouzzolane naturelle de Béni-Saf est: $SSB = 4326 \text{ cm}^2/\text{g}$.

La masse volumique absolue de la pouzzolane naturelle de Béni-Saf est : $\rho = 2.49 \text{ g/cm}^3$

3.3.2-Laitiers de hauts fourneaux :

Ce sont des sous-produits de fabrication de la fonte. Ils sont formés de constituants non ferreux, de fondants et de cendres de coke. Ils peuvent être utilisés comme granulats dans le béton. Leur composition en oxydes et leur structure vitreuse obtenue par trempe à l'eau leur confèrent des propriétés hydrauliques latentes, ce qui permet d'envisager leur utilisation en tant qu'addition cimentaires [13]

Tableau I.2 : Caractéristiques chimiques du laitier [14]

%SiO ₂	%CaO	%Al ₂ O ₃	%Fe ₂ O ₃	%MgO	
35.85	37.22	5.08	7.77	3.55	
%MnO	%Na ₂ O	%K ₂ O	%T ₁ O ₂	%P ₂ O ₅	%PAF
2.02	0.12	0.27	0.17	0.09	1.74

3.3.3- Les cendres volantes siliceuses (V) ou calciques (W) : [15]

Elles sont recueillies dans les centrales thermiques fonctionnant au charbon et sont généralement utilisées pour la finesse de leurs particules, ce qui accroît leur réactivité. Pour qu'une variété de cendres volantes à faible teneur en calcium puisse avoir des propriétés liantes optimales, elle doit avoir un pourcentage de matière non liante inférieure à 5%, une teneur en Fe₂O₃ inférieure ou égale à

10 % et celle en CaO qui doit être très faible. La teneur en aluminosilicate doit être comprise entre 40-90 % de particules d'un diamètre équivalent inférieur à 45 μ m. Il existe trois types de classe de cendres volantes : les cendres volantes de classe C (proviennent de la lignite et sont riches en CaO), les cendres volantes de classes F (pauvres en CaO, proviennent de la combustion de la houille et sont les plus utilisées pour l'élaboration des géo-polymères à cause de leur faible teneur en CaO) et les cendres volantes de classe N qui sont des aluminosilicates naturels ou synthétiques dont la somme des oxydes de silicium, aluminium et de fer est supérieure à 70 % et le taux de SO₃ est inférieur à 4%.

3.3.4- Les Calcaires : [15]

Sont obtenus après un broyage fin de roches naturelles présentant une teneur en carbonate de calcium (CaCO₃) supérieure à 75%. Ces additions ne participent pas à la création de résistances mécaniques du ciment durci.

3.3.5- Les schistes calcinés (T) : [15]

Acquièrent des propriétés hydrauliques et pouzzolaniques lorsqu'ils sont activés thermiquement. C'est notamment le cas des schistes houillers brûlés dans les chaudières à une température d'environ 800°C. Les schistes calcinés contiennent principalement du silicate bi calcique (C₂S) et de l'aluminate mono calcique (CA) ainsi que des petites quantités de chaux libre (CaO_L), de sulfate de calcium et de silice. Ces ajouts finement broyés ont de fortes propriétés hydrauliques couplées à des propriétés pouzzolaniques.

3.3.6- Les sulfates de calcium : [15]

Sont incorporés au ciment principalement sous forme de gypse. Ils doivent être ajoutés en faibles quantités aux constituants du ciment en vue de réguler la prise lors de son hydratation. Ils sont introduits à hauteur de 5% sous forme de gypse (CaSO₄, 2H₂O), de l'hémihydrate (CaSO₄, ½ H₂O) ou de l'anhydrite (sulfate de calcium anhydre CaSO₄) ou tout mélange de ceux-ci.

3.3.7- Les fumées de silice (D) : [16]

C'est un sous-produit de la fabrication du silicium récupéré dans le système de dépoussiérage des fumées. D'un point de vue chimique, la fumée de silice est composée essentiellement de silice, sa teneur varie selon le type d'alliage produit. Les particules de la fumée de silice se présentent sous forme sphérique avec des diamètres allant de 0.1 μ m à 1 ou 2 μ m, de telle sorte qu'une particule de fumée de silice est 100 fois plus petite qu'un grain de ciment.

Tableau I.3 : Caractéristiques chimiques de la fumée de silice. [18]

%SiO ₂	%CaO	%Al ₂ O ₃	%FeO ₃	%MgO	%Na ₂ O	%K ₂ O	%PAF
87.3	0.4	1.0	4.4	0.3	0.2	0.6	0.6

3.4- Produit semi-fini : Le clinker

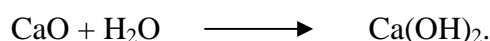
Résultant de la cuisson d'un mélange composé d'environ 80% de calcaire et de 20% d'argile (clinkérisation), le clinker prend la forme de granules durs avant d'être finement broyé pour entrer dans la composition d'un ciment. Le clinker possède des propriétés hydrauliques : il réagit avec l'eau pour former des hydrates stables et insolubles. [1]

❖ Composition chimique du clinker : [5]

De la composition chimique des matières premières et de leurs proportions dans le mélange, on déduit la nature des éléments chimiques présents dans le ciment portland et leurs concentrations.

Le clinker portland comprend les oxydes suivant : CaO, SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃, MgO, TiO₂, Na₂O, K₂O, MnO₂.

- **CaO** : Il est lié avec SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃, à l'état libre, il provoque une inégalité de changement de volume du ciment lors de l'hydratation (expansion).



La résistance du ciment augmente en cas d'augmentation du pourcentage de CaO lié, cependant, la stabilité chimique diminue en milieu agressif. La teneur de CaO est de 63% à 67% dans le clinker.

- **SiO₂** : Il réagit avec CaO en donnant les silicates de calcium; un pourcentage élevé donne beaucoup de C₂S parce qu'il réagit avec tout le CaO, dans ce cas le ciment durcit lentement, sa résistance augmente à long terme.

L'augmentation de C₂S donne une grande durabilité au ciment et surtout au milieu agressif, sa teneur est de 21% à 24%.

- **Al₂O₃** : Il contribue à la prise et au durcissement rapide du ciment, cependant, une haute teneur en Al₂O₃ donne un ciment très sensible à la corrosion sulfatée, sa teneur est de 4 à 7%.

- **Fe₂O₃** : Il joue le rôle de fondant, il diminue considérablement la température de cuisson du clinker, il contribue à l'augmentation de la stabilité chimique dans les eaux sulfatées, sa teneur est de 2.5% à 4%.

- **MgO** : Une quantité élevée en MgO à l'état libre se trouve sous forme de périclase, provoque l'augmentation de volume lors de l'hydratation, sa teneur est inférieure à 5%.

- **TiO₂** : Sa teneur est inférieure à 0.5%, il provient des argiles.

- **MnO₂**: Il fait partie du clinker au cas où le laitier de haut fourneau est utilisé comme matières secondaire, sa teneur est 1.5%.

- **P₂O₅** : Se trouve sous forme d'impureté dans la composition du clinker, à une teneur de 1 à 2%, il ralentit le processus de durcissement du ciment, sa teneur est de 0.2 à 0.3%.

- **Na₂O et K₂O**: Une partie des alcalis se volatilise lors de la cuisson, sa composition est de 0.5 à 1%. Les alcalis provoquent la diminution de la résistance du ciment, parce qu'ils ralentissent l'hydratation des principaux minéraux.

La silice, l'alumine et le fer donnent à la cuisson un caractère acide, contrairement à la chaux qui est plutôt basique.

Ces proportions permettent de prévoir les qualités ultérieures du ciment.

Les oxydes dans le clinker doivent être liés en composés définis appelés minéraux.

❖ Composition minéralogique du clinker : [5]

- **Silicate tricalcique : Alite « C₃S » : 40 à 65%.**

Le « C₃S » se trouve en très grande proportion dans le « CPA ». C'est l'élément actif du ciment artificiel. Il confère au ciment les résistances initiales à 28 jours de durcissement. Au microscope, il apparaît dans le clinker sous forme de grains de mêmes dimensions, à couleur bien marquée.

- **Silicate bicalcique : Bélite « C₂S » : 8 à 35%.**

Il confère au ciment des résistances moins élevées que le « C₃S » ; mais développe les résistances à long terme. Son aptitude au broyage est moins bonne que celle de « C₃S », car sa dureté est plus grande. Au microscope, il apparaît sous forme de grains arrondis.

- **Aluminate tricalcique : Céliste : « C₃A » : 1 à 13%.**

Il confère au ciment une très bonne résistance initiale à 1 ou 2 jours de durcissement. Mais par la suite, il influe très peu sur cette dernière.

Il est sensible aux eaux de mer à cause des sulfates qu'il contient. Il forme avec les sulfo-aluminates de chaux, les sels de Candlot, souvent très expansifs. La réaction d'hydratation est fortement exothermique.

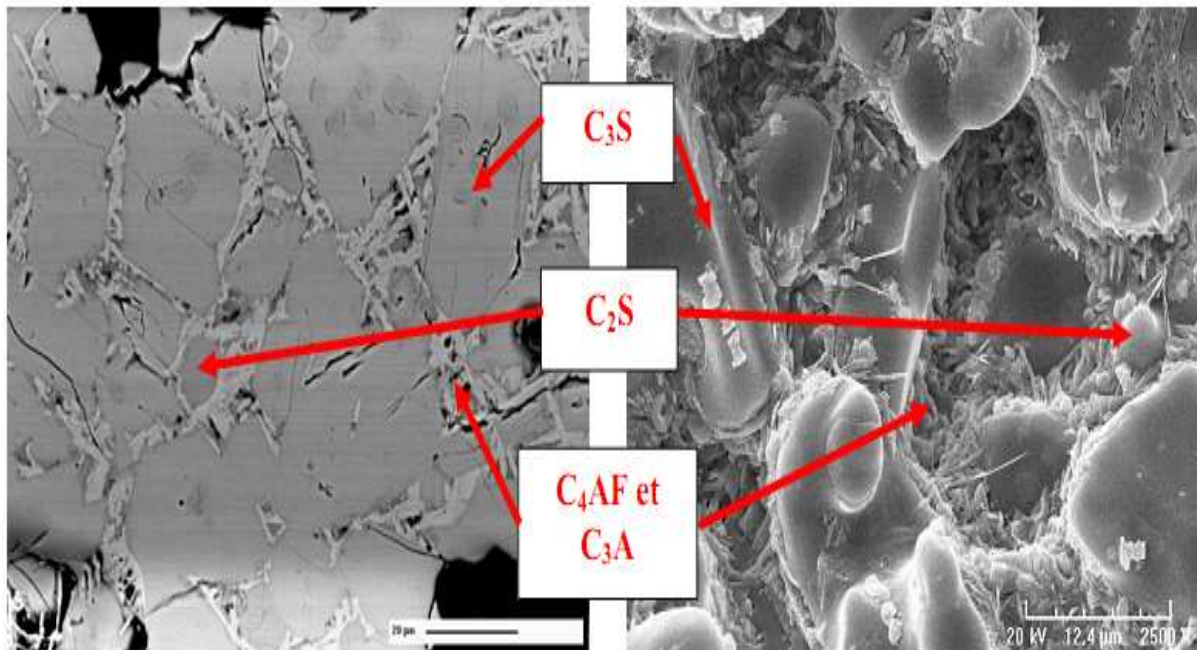


Figure I.1 : Image d'une section polie d'un clinker réalisée au Microscope Electronique à Balayage en électrons rétrodiffusés [19]

3.5-Les additifs : [15]

Sont des constituants minéraux ou organiques ajoutés pour améliorer la fabrication ou les propriétés finales du ciment hydraté. La quantité totale des additifs doit être inférieure ou égale à 1% en masse de ciment. Pour les additifs organiques, la proportion de l'extrait sec doit être inférieure ou égale à 0.5% en masse de ciment.

4-Processus de fabrication de ciment :

La préparation du cru au cours de laquelle on réalise le mélange homogène du calcaire, d'argile de sable et de minerai de fer, peut être réalisée suivant quatre procédés différents : la voie sèche, semi - sèche, semi - humide et humide.

➤ Fabrication du ciment par voie sèche

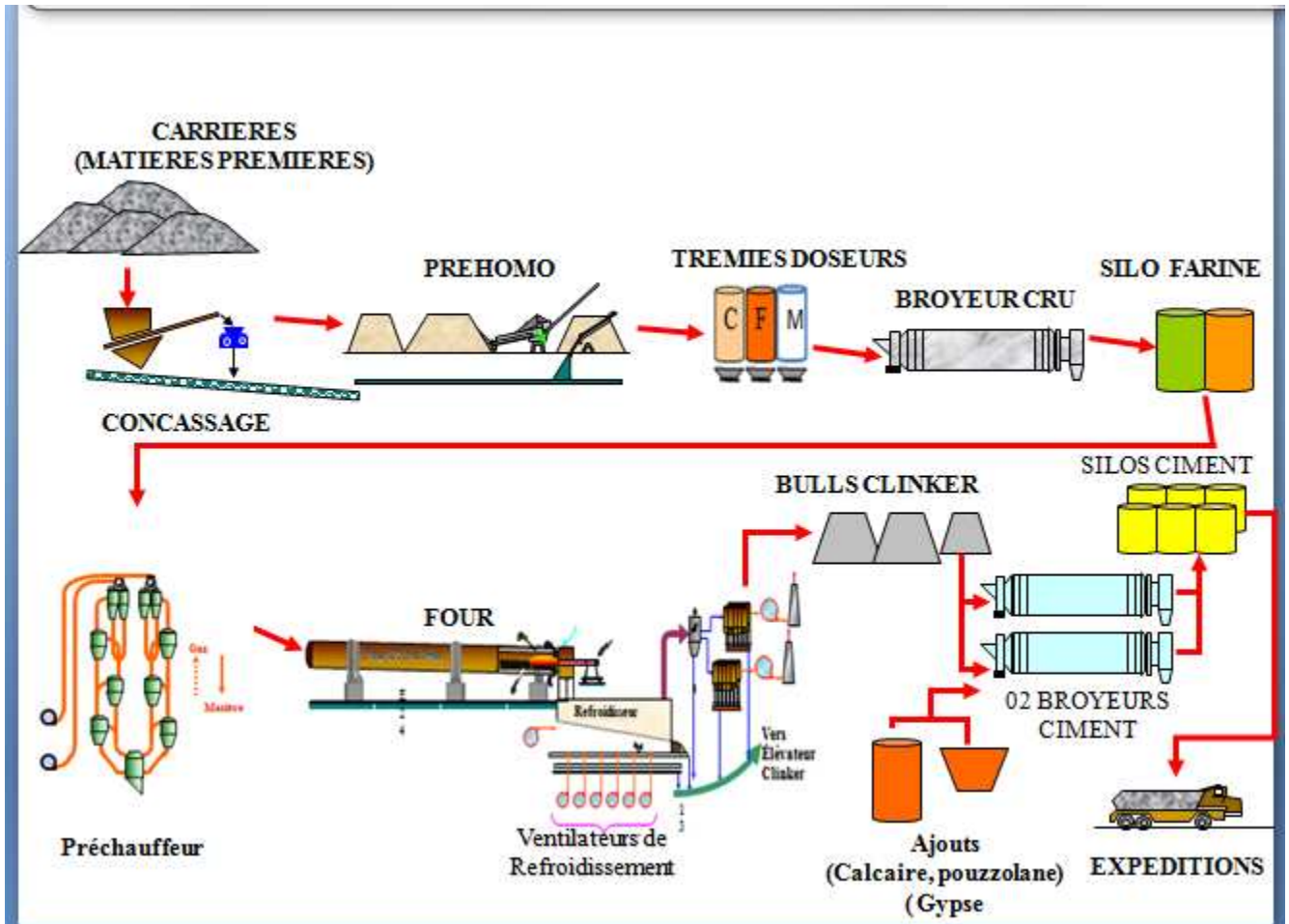


Figure I.2 : Schéma de la fabrication du ciment. [19].

4.1-Extraction :

Les matières premières sont extraites des parois rocheuses d'une carrière à ciel ouvert par abattage à l'explosif ou à la pelle mécanique ou encore par ripage aux bulldozers. La roche est reprise par dumpers vers un atelier de concassage. [2]



Figure I.3 : Carrière d'extraction d'argile et de calcaire

4.2-Concassage :

Les matières sont concassées en carrière (1800m environ du site de l'usine) au début de 1200 t/h pour une granulométrie finale de 0 à 25 mm. [2]



Figure I.4: Concassage des matières premières au niveau de la carrière.



Figure I.5: Camion de transport de la carrière



Figure I.6: Transporteurs mécaniques



Figure I.7: Hall de pré-homégnéisation

4.3-Broyage du cru :

Le broyage et le séchage du cru sont réalisés à un débit de 270 t/h dans un broyeur à sortie centrale de 5m de diamètre et de 13.9 m de longueur, avec un compartiment de séchage et deux compartiments de broyage. [2]



Figure I.8 : Broyeur cru.

4.4-Séparation :

Cette phase consiste, suivant le type de séparateur utilisé, à envoyer au broyeur de particules broyées et à récupérer les particules fines contenues dans les gaz.

4.5- Homogénéisation :

La farine crue est homogénéisée en continu dans des silos, à cône central de mélange, d'une capacité unitaire de 10000 t. Pour accroître l'efficacité de l'homogénéisation, ces silos sont alimentés et soutirés simultanément.

4.6-Zone de cuisson:

La ligne de cuisson est constituée par :

- Un préchauffeur
- Un four rotatif
- Un refroidisseur

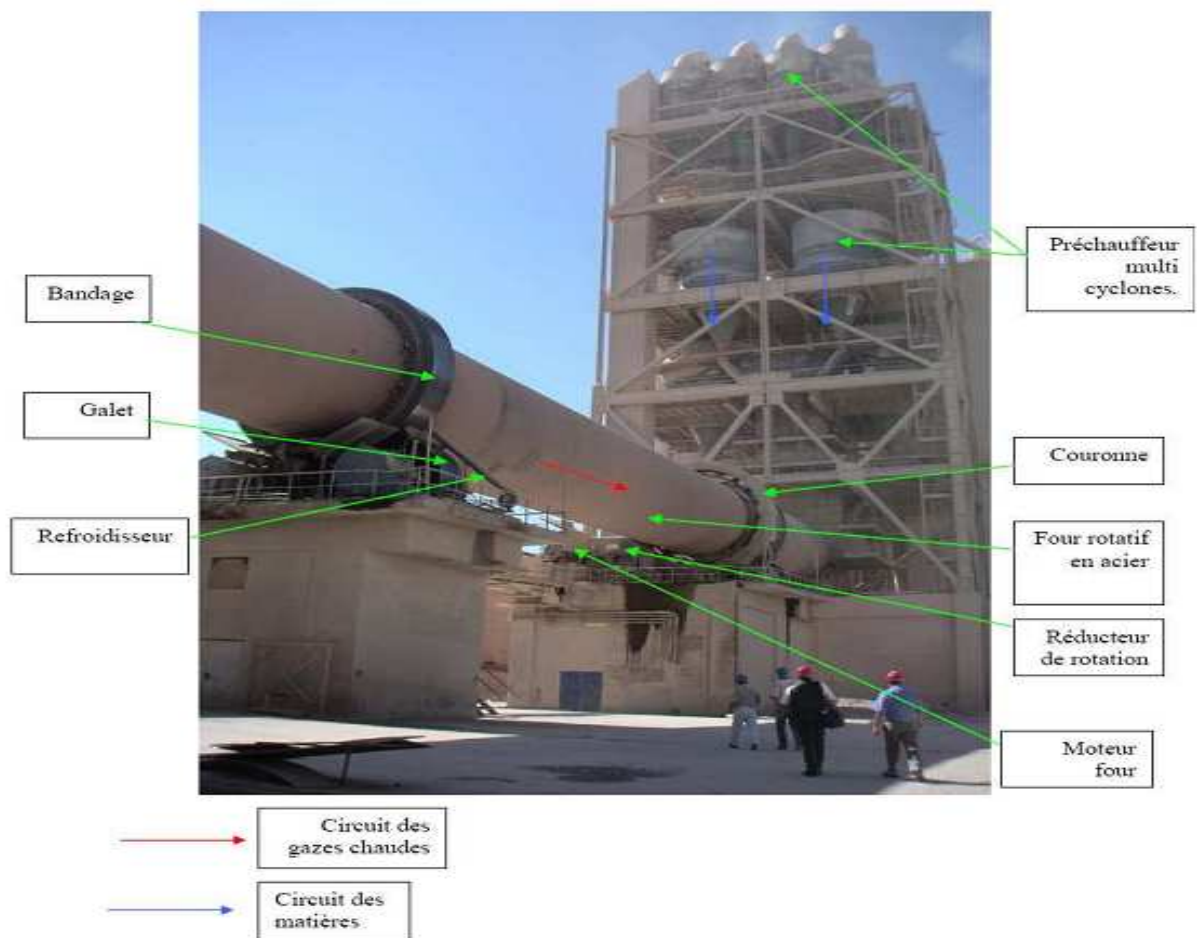


Figure I.9 : Le four rotatif.

- **Préchauffeur ou cyclones: [21]**

Les gaz réchauffent la poudre crue qui circule dans les cyclones en sens inverse, par gravité. La poudre s'échauffe ainsi jusqu'à 800 °C environ et perd donc son gaz carbonique (CO₂) et son eau.

C'est un échangeur à contre courant destiné à préchauffer la farine avant son entrée dans le four, en récupérant la chaleur des gaz sortant du four environ à 100°C, par le fait que l'argile et le calcaire ont la même densité (2.70 g/cm³), un exhausteur monté sur les cyclones aspire les gaz de combustions et la farine, faisant une tornade qui garantit que tous les grains du cru subissent la chaleur de gaz.

- **Four rotatif: [21]**

Le four constitué par une virole cylindrique de 90 m de long et de 5.6 m de diamètre protégée par de la brique réfractaire, incliné selon un angle de 1 à 4 degrés par rapport à l'horizontale. Le mélange cru est chargé à l'extrémité supérieure, le combustible et l'air comburant étant brûlé à l'extrémité inférieure.

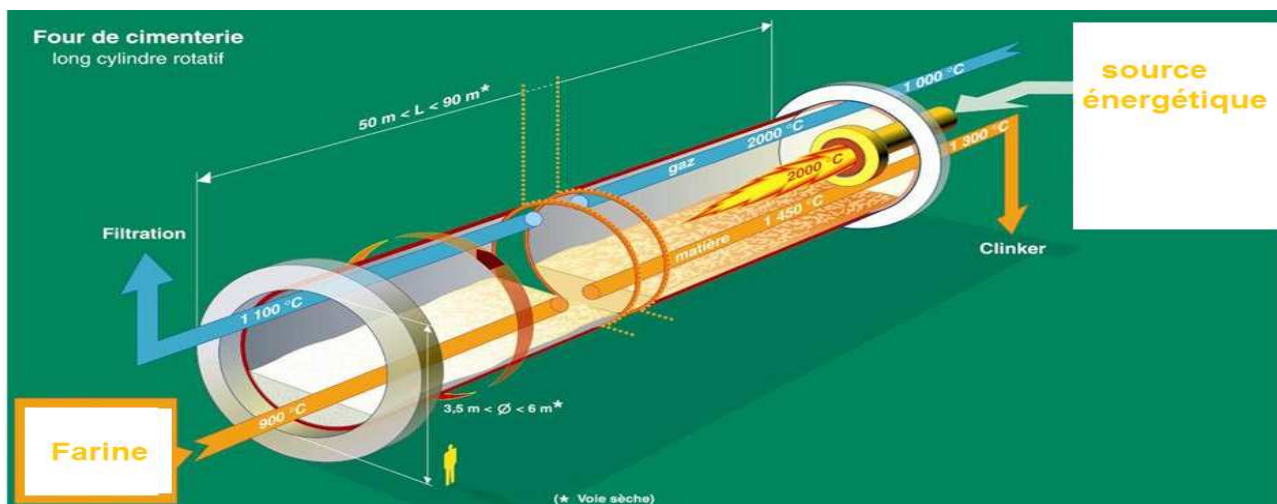


Figure 1.10: Schéma d'un four rotatif de cimenterie. [19]

- **Refroidisseur:**

Le refroidisseur a pour rôle d'abaisser la température du clinker tombant du four à une température d'environ 1135°C jusqu'à 80-100°C.

Il est équipé d'une batterie de ventilateurs fournissant l'air de refroidissement. [21]

4.7-Stockage du clinker :

La manutention du clinker est réalisée par des transporteurs métalliques vers les deux stocks polaires principaux de capacité unitaire de 30000 t un troisième stock de 3000 est réservé pour les incuits.

L'extraction de clinker est assurée par des extracteurs vibrants.



Figure 1.11: Les bulles de stockage du clinker de la cimenterie de Béni-Saf.

4.8- Broyage clinker :

Il est réalisé en continu dans des broyeurs alimentés à partir des stocks de clinker et des différents constituants et ajouts.

Le broyage a pour objectif, d'une part de réduire les granulats de clinker en poudre, d'autre part, de procéder à l'ajout du gypse (dont le rôle est de réguler le phénomène de prise), ainsi qu'à celui des éventuels autres constituants (pouzzolane, calcaire de correction) ce qui permet d'obtenir les différents types de ciments normalisés. [5]



Figure I.12: Broyeur cuit. [2]

3.9- Stockage, ensachage et expédition :

A la sortie du broyeur, le ciment est transporté vers des silos de stockage, pour être soit ensaché soit expédié en vrac. L'ensachage, qui dans les pays industrialisés ne représente qu'environ 30% de la production de ciment, s'effectue dans des sacs en papier à l'aide de machines capables de remplir de 2000 à 4000 sacs par heure.

La livraison en vrac est assurée par camions. [5]



Figure I-13 : Silos de stockage de ciment.



Figure I.14: Expédition. [2]

5-Différents types de ciments :

Tableau 1.4 : Les types des différents ciments avec leurs compositions correspondantes

Notation	Classeur K	Matière de Haut Fourneau S	Fusées de sable	Pozzolane naturelles	Crautes volantes			Ciments secondaires
					Calcaires siliceux	Calcaires W	Sables calcaires T	
		D	Z	V		L		
CP4-CEM I	95-100	-	-	-	-	-	-	0,5
CPJ-CEM II/A	80-94	↔			6-20			↔
CPJ-CEM II/B	65-79	↔			31-35			↔
CEP-CEM III/A	35-64	36-65	-	-	-	-	-	0,5
CEP-CEM III/B	20-34	66-80	-	-	-	-	-	0,5
CEK-CEM III/C	5-19	81-95	-	-	-	-	-	0,5
CFZ-CEM IV/A	65-90	-	↔	10-35				0,5
CFZ-CEM IV/B	45-64	-	↔	36-65				0,5
CLC-CEM IV/A	40-64	18-30	-	-				0,5
CLC-CEM IV/B	20-39	31-60	-	↔	31-50			0,5

**CHAPITRE II :
CONTROLE DE QUALITE**

CHAPITRE II : CONTROLE DE QUALITE

1-Méthodes chimiques :

On détermine ces éléments par voie chimique classique ou par fluorescence RX.

➤ Par voie chimique classique:[9]

Les méthodes classiques d'analyse chimique utilisées au niveau de la cimenterie de Béni-Saf selon la norme « NA 442 » sont de deux types :

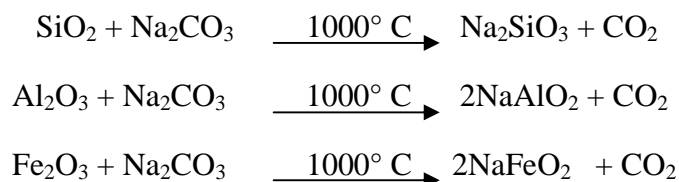
✚ Attaque par fusion

✚ Attaque par acide

1.1-Attaque par fusion:[9]

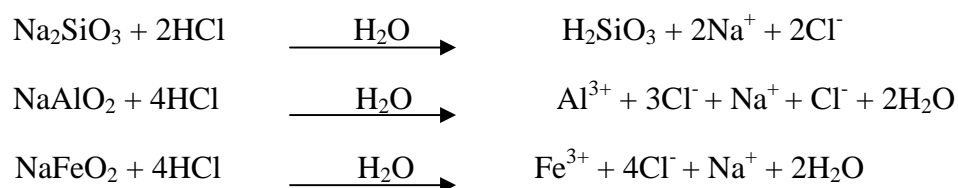
L'échantillon de masse égale à 1g (± 0.05 g) est broyé puis introduit dans un creuset en platine, Mettre une mesure d'hydrogène carbonate de sodium, le tout est mélangé et couvrir avec une deuxième mesure d'hydrogène carbonate de sodium et couvrir le creuset avec un couvercle en platine. Puis placés dans le four à une température de 1000°C pendant 20 minutes au minimum.

Le mélange subit alors les transformations chimiques suivantes:



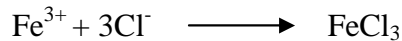
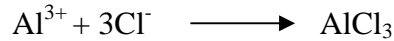
La totalité de la silice, de l'Alumine et du Fer se trouve sous forme de silicate, Aluminate et Ferrite sodium.

Après le retrait du four de l'échantillon, on laisse refroidir un petit moment. Ensuite, on le met (creuset avec le contenu) dans un bécher de 500 ml, on dilue environ avec 5 ml d'eau distillée chaude et attaque avec 25 ml d'HCl pur. Après l'attaque complète de la matière, on retire creuset du bécher après l'avoir bien lavé, il y aura formation de Chlorure d'Aluminium et de Fer et d'acide silique conformément aux réactions chimiques suivantes :



CHAPITRE II : CONTROLE DE QUALITE

On porte le bécher sur le bain sable afin de polymériser la silice (acide silicique), jusqu'à séchage, à ce moment la silice est totalement polymérisée en produit gélatineux $\text{HSiO}_2 - \text{HSiO}_2 - \text{HSiO}_2 - \text{HSiO}_2 - \dots$ et les métaux en sels.



Ensuite on ajoute environ 100 ml d'eau distillé chaude et 10 ml d'HCl pur, on porte un petit moment à ébullition les éléments sont mis en solution donc on obtient :

- l'acide silicique (H_2SiO_3) polymérisée.
- $\text{AlCl}_3 + \text{HCl} + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{Al}^{3+} + 3\text{Cl}^- + \text{H}_2\text{O}$
- $\text{FeCl}_3 + \text{HCl} + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{Fe}^{3+} + 3\text{Cl}^- + \text{H}_2\text{O}$

On filtre dans une fiole de 500 ml lavée préalablement à l'eau distillée, sur un filtre moyen, acide silicique (H_2SiO_3) polymérisé restera dans le filtre (précipité) et les autres éléments (Alumine, Fer, Chaux, et Magnésium et Sulfate) passent en solution sous forme ionique (Al^{3+} , Fe^{3+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , SO_4^{2-}) bien lavé le bécher avec l'eau distillée très chaude, vérifier a ce que riens ne reste dans le fond de bécher, ensuite de filtre 5 à 6 fois jusqu'à disparition complète de Chlore .

L'opération est terminée, la solution est refroidie sous un terrent d'eaux, on ajuste la fiole de 500 ml au trait de jauge, donc la solution est prête pour le prélèvement des aliquates (prise d'essai) pour la détermination des éléments Al^{3+} , Fe^{3+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , SO_4^{2-} .

1.2-Attaque par acide perchlorique : « NA 442 »

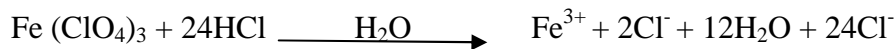
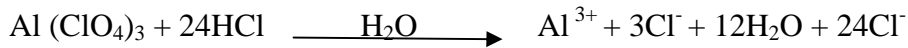
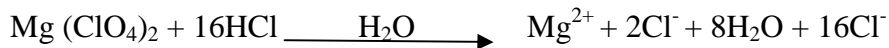
L'attaque directe par HClO_4 se fait en général seulement pour les ciments portland et les clinkers.

Après avoir étuvé l'échantillon à analyser et préparer la verrerie nécessaire, bécher de 500 ml, agitateur en verre, verre de montre, entonnoir, filtre moyen, creuset en platine.

Nous procéderons comme suit :

- ❖ On pèse 2g de matière cuite et la faire introduire dans un bécher sec de 500 ml. Ajouter ensuite 10 ml d'acide perchlorique et quelques gouttes d'eau distillée. Avec une agitateur en verre, remuer jusqu'à ce que le produit soit bien solubilisé dans l'acide. Mettre l'ensemble sur un bain de sable jusqu'à séchage complet de la solution. On le retire lorsqu'on n'observe plus les fumées blanches qui se dégagent.
- ❖ Après séchage complet, on ajoute environ 150 ml d'eau distillée tiède et 10 ml d'acide chlorhydrique pur dans le bécher et on le laisse chauffer sur une plaque chauffante; on obtient en solution:

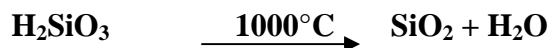
CHAPITRE II : CONTROLE DE QUALITE



- ❖ En suite filtration sur un filtre moyen.
- ❖ laver le filtre avec l'eau distillée bouillante aussi que le bécher.
- ❖ S'assurer que rien n'est resté dans cette dernière (petit grain de silice), et jusqu'à disparition des chlorure sur le filtre (essai au vitrioles d'argent AgNO_3 , car de la détermination de la silice seulement) le filtrat est recueilli dans une fiole de 500 ml et servira à la détermination des 4 oxydes pour complexométrie.

1.2.1-Détermination de la silice (SiO_2) : [5]

- Peser le creuset vide préalablement lavé et calciné.
- Introduire le filtre contenant le gel de silice dans le creuset. Après séchage et calcination à 1000°C pendant 1 heure, il y aura décomposition de l'acide silicique comme suit :



- Retirer le creuset du four, laisser refroidir dans un dessiccateur contenant le silicagel, ensuite le peser afin de déterminer le pourcentage en SiO_2 conformément à la formule suivante :

$$\% \text{SiO}_2 = (\text{P}_2 - \text{P}_1) \times 100$$

- P_1 : poids du creuset vide.
- P_2 : poids du creuset après calcination.

1.2.2- Dosage pour la détermination des oxydes :

1.2.2.1- Détermination de l'oxyde de calcium (CaO) :

Principe :

Le dosage de CaO est effectué par complexométrie au moyen de l'E.D.T.A après masquage des ions gênant en présence de la calcine, comme indicateur.

CHAPITRE II : CONTROLE DE QUALITE

Mode opératoire :

- Mettre un barreau aimanté dans le bécher contenant le filtra, le mettre sur agitateur électrique.
- Ajouter de l'ammoniac 50% qui donne la couleur jaune.
- Ajouter 40ml de NaOH 2N pour avoir un pH entre 12 et 13.
- Verser 15ml de triéthanolamine pour masquer le Fe_2O_3 et Al_2O_3 .
- Ajouter l'indicateur de CaO. la calcine qui donne une couleur verte. Titrer avec E.D.T.A jusqu'au virage violet, soit le volume V nécessaire pour le dosage de la chaux.

$$\%CaO = V \text{ (ml)}_{E.D.T.A_{CaO}} \text{ versé} \times \text{coefficient de CaO}$$

- %CaO : Le pourcentage de la chaux.
- $V \text{ (ml)}_{E.D.T.A_{CaO}}$: Le volume d'EDTA nécessaire pour doser CaO.
-

1.2.2.2-Détermination de l'oxyde de magnésium (MgO) :

Principe :

Le dosage de la somme (CaO+MgO) est effectué par complexometrie au moyen d'E.D.T.A après masquage des ions en présence de MgO à pH=10,5. La teneur en MgO se déduit par différence.

Mode opératoire :

- Prendre le même volume que pour la chaux
- Ajouter 20 ml de Triéthanolamine pour masquer Fe_2O_3 et Al_2O_3
- Verser 10 ml de NH_3 pour avoir un pH de 10 à 11
- Ajouter quelques gouttes d'indicateur de MgO qui donne une couleur violette
- Titrer avec l'E.D.T.A jusqu' au virage incolore et prendre le volume.

$$\%MgO = (V_{MgO} - V_{CaO}) \times \text{coefficient MgO}$$

- V_{MgO} : volume E.D.T.A versé pour le titrage de MgO.
- V_{CaO} : volume E.D.T.A versé pour le titrage de CaO.

CHAPITRE II : CONTROLE DE QUALITE

1.2.2.3-Détermination de l'oxyde de fer (Fe_2O_3) :

Principe de la méthode:

Le dosage de l'oxyde de fer est effectué par complexometrie au moyen de l'acide éthylène-diamine-tétra-acétique (E.D.T.A) en présence d'acide salicylique comme indicateur.

Mode opératoire :

Prendre 50 ml de la solution, on ajoute 3 gouttes de bromophénol, on verse de NH_4OH jusqu'apparition d'une teinte bleu fugitif (le dépassement de la teinte bleu provoque la précipitation de Al_2O_3). On ajoute 20 ml d' HCl à N/10 pour obtenir pH 1.5. Ajouter 15 ml de solution pH 1.5 (seul le Fe_2O_3 est complexé). Ajouter 15 à 20 gouttes d'acide salicylique qui donne une coloration violette. Chauffer jusqu'à 40-50° pour déterminer le Fe_2O_3 . Verser l'E.D.T.A jusqu'à décoloration de la teinte violette.

$$\% \text{Fe}_2\text{O}_3 = V \text{ ml EDTA}_{\text{Fe}_2\text{O}_3} \times \text{Coefficient de Fe}_2\text{O}_3$$

- % Fe_2O_3 : Le pourcentage de l'oxyde de fer.
- $V \text{ ml EDTA}_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$: Le volume d'EDTA nécessaire pour doser le Fe_2O_3

1.2.2.4-Détermination de l'alumine (Al_2O_3) :

Principe de la méthode :

- Le dosage de l'oxyde d'aluminium par complexometrie au moyen de D'EDTA
- L'indicateur étant composé de cuivre et de peridyl azotique naphтол (P.A.N)

Mode opératoire :

- Sur la solution ayant servie à doser Fe_2O_3 , on ajoute : acétate d'ammonium jusqu'au virage bleu de bromophénol à pH=3.6. Addition de 5ml d'acide acétique par effet tampon le pH se trouve fixé à 3,2.
- Pour complexer Al_2O_3 on ajoute 3 gouttes de Complexonate de cuivre ne fausse pas le dosage.
- 10 gouttes de P.A.N qui donne la couleur rose violette avec les ions Al_2O_3 libre. Porte à ébullition pour accélérer la vitesse de complexations d' Al_2O_3 .
- Titrer avec L'EDTA jusqu'à virage jaune persistant, la coloration violette apparaît tant qu'il reste de l'alumine non complexée.
- La teneur en oxyde d'aluminium est exprimée en % Al_2O_3 (masse) est par la formule :

$$\% \text{Al}_2\text{O}_3 = V_{\text{EDTA}_{\text{Al}_2\text{O}_3}} \times \text{coefficient de Al}_2\text{O}_3$$

CHAPITRE II : CONTROLE DE QUALITE

1.2.3-Détermination de la chaux libre CaO_L :

- peser 1g de matière (clinker, ciment)
- le mettre dans un erlen propre, sécher
- Ajouter 25 ml d'alcool absolu
- Ajouter 05 ml de glycérine
- Ajouter quelques gouttes de phénophtaléine
- Connecter l'erlen à un réfrigérant pour récupérer les gaz volatiles
- Le mettre sur une plaque chauffante jusqu'à apparition d'une coloration violette
- Titrer par l'acétate d'ammonium, répéter l'opération jusqu'à ce qu'il ne reste plus de coloration.

$$\% \text{CaO}_L = T \times V$$

- T : titre d'acétate d'ammonium.
- V : volume d'acétate d'ammonium versé.

1.2.4-Détermination de la perte au feu (PAF) : [5]

Le pourcentage de H_2O , CO_2 dégagé pendant la calcination est déterminé selon le protocole expérimental suivant :

- Peser une quantité 2 g d'échantillon et l'introduire dans un creuset en platine (P_1).
- Mettre le creuset dans le four pendant une heure, puis dans un dessiccateur pendant 10 min.
- Peser le creuset (P_2) et calculer le pourcentage de la PAF selon la formule suivante :

$$\text{PAF} = (P_1 - P_2) \times 100/2$$

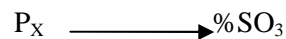
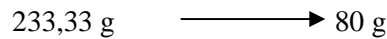
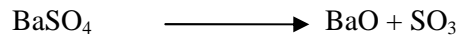
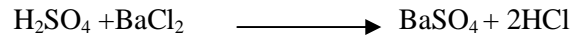
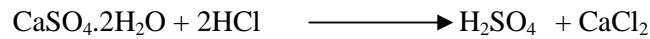
1.2.5-Détermination du pourcentage de SO_3 :

- Peser 1g de ciment
- Ajouter 20ml d'eau distillée et 15ml de HCl N/2
- Porter à l'ébullition
- Filtrer la solution dans un bécher (filtre rapide)
- Ajouter 15ml de BaCl_2 (100g/l)
- Chauffer et filtrer (filtre lent)
- Peser un creuset P_1
- Mettre le filtre et son contenu dans le creuset, ensuite calciner au four à 1000°C , pendant 30 min, retirer le creuset, laissé refroidir puis peser P_2 .

$$\% \text{SO}_3 = (P_2 - P_1) \times 34,3$$

CHAPITRE II : CONTROLE DE QUALITE

Vérification de la formule :



$$\diamond \% \text{SO}_3 = P_x \cdot 80 / 233,23 = (P_2 - P_1) \cdot 80 \cdot 100 / 233,23 = (P_2 - P_1) \cdot 34,3$$

1.2.6-Détermination des résidus insolubles :

- Peser 1 g de ciment.
- Ajouter 20 ml d'eau distillée et 15 ml de HCl N/2.
- Porter à l'ébullition.
- Filtrer la solution dans un bécher (filtre rapide)
- On met le papier filtre avec son contenu dans un bécher, on ajoute ensuite 100 ml d'eau distillée + 5g de bicarbonate de sodium.
- Chauffer jusqu'à l'ébullition
- Déchirer le papier filtre avec une spatule.
- Faire une 2^{ème} filtration (filtre moyen), rincer ensuite avec 25 ml d'acide HCl et 25 ml d'eau distillée.
- Peser un creuset P₁.
- Mettre le papier filtre déchiré et son contenu dans le creuset, ensuite calciner au four à 1000°C pendant 30 min, retirer le creuset, laisser refroidir puis peser P₂.

$$\% \text{résidus insolubles} = (P_2 - P_1)$$

1.2.7-Détermination de la teneur des alcalins (K₂O, Na₂O) :

- Prendre un creuset en platine que l'on introduit 1g de matière à analyser, ajouter :
- 10 ml d'eau distillée
- 30gouttes de H₂SO₄ + 10 ml d'acide fluorhydrique (HF) concentré
- Mettre le creuset au bain de sable jusqu'à dégagement complète de fumés.
- Mettre le creuset dans bécher de 400 ml.
- Laver bien le creuset pour qu'il ne reste aucune trace de la matière
- Ajouter à la solution 20ml de H₃PO₄ ½ (10 ml de H₃PO₄ et 10 ml de H₂O)

CHAPITRE II : CONTROLE DE QUALITE

- Faire passer la solution à l'appareil dit photomètre de flamme, ce dernier indique le pourcentage de K_2O et Na_2O sur l'écran.

❖ Le pourcentage de K_2O est déterminé avec la formule suivante :

$$\% K_2O = \text{Valeur affichée} \times \text{Coefficient de } K_2O$$

❖ Le pourcentage de Na_2O est déterminé avec la formule suivante :

$$\% Na_2O = \text{Valeur affichée} \times \text{Coefficient de } Na_2O$$

➤ Par fluorescence des RX : [5]

Pour faire les analyses avec les RX on utilise soit des perles soit des pastilles

- **Préparation des perles :**

On mélange 0.9 g d'échantillon avec 9 g de fondant (66% de $Li_2B_4O_7$ + 34% de $LiBO_2$) et on le met dans la perleuse (figure II.1).



FIGURE II.1 : Perleuse [5].

CHAPITRE II : CONTROLE DE QUALITE

Cette méthode ne prend pas beaucoup de temps, puisque il suffit de broyé 10 g de l'échantillon à une granulométrie inférieure à $63 \mu\text{m}$ et on ajoute 1g de fondant pour évité les fissures et on le met dans une pastille. Cette dernière subite une force de 150 K.N a l'aide d'une pastilleuse automatique. (Figure II.2)



FIGURE II.2: Pastilleuse.

CHAPITRE II : CONTROLE DE QUALITE

En dernière étape on procède à l'analyse par fluorescence X en utilisant le programme correspond à l'échantillon à analysés soit la perle, soit la pastille dans l'analyseur de fluorescence des rayons X (figure II.3).

Les résultats d'analyse des différents éléments sont exprimés en pourcentage.



FIGURE II.3 : Analyseur RX.

2-Méthodes physiques :

Les essais physiques sont principalement réalisés sur le ciment (mesure de la finesse par tamisage alpine), sur la pâte c'est-à-dire : ciment plus eau (mesure de la consistance normalisée, du temps de prise et de la stabilité) ainsi que sur le mortier (résistances mécaniques : à la compression et à la flexion). [5]

CHAPITRE II : CONTROLE DE QUALITE

2.1-Mesure de la surface spécifique par la méthode Blaine : « NA442 »

But :

Pour la détermination de la finesse du ciment ou bien le degré de broyage

Principe :

La finesse du ciment est mesurée en observant le temps mis un volume fixé d'air pour traverser un lit de ciment compact à une porosité spécifique à 0.5

Mode opératoire :

Placer la grille au fond de la cellule, appliquer sur cette grille au moyen d'une tige à face intérieure plein un disque neuf de papier filtre .Verser le liant dans la cellule en utilisant un entonnoir. Donner quelques légères secousses à la cellule pour niveler couche supérieure du liant .puis placer sur celle –ci un autre disque neuf de papier filtre .Tasser avec précaution au moyen du piston en évitant la remontée de la poudre au dessus du papier filtre jusqu'à ce que le collier vienne buter contre le haut de la cellule. Retirer le piston lentement.

Vérifier le niveau du liquide du manomètre qui doit affleure au trait inférieur

Enduire de vaseline la partie.

- L'unité de la surface spécifique de Blaine est cm^2/g normes NA442/2000 :
- Ciment sans ajouts 2900 à 3000 cm^2/g
- Ciment avec ajouts > 3500 cm^2/g (paramètre technologique)

Rodé de la cellule et la placer sur son ajustage de lui imprimant un léger mouvement de rotation pour répartition la vaseline .Veiller au cours de cette opération à ne pas altérer le tassement de la couche.

-Aspirer lentement au moyen de la poire l'air du tube jusqu'à ce que niveau du liquide atteigne la trait supérieur .Fermer le robinet .Mettre en marche un chronomètre sensible cinquième de seconde quand le niveau du liquide atteint le deuxième trait .l' arrêter quand le niveau atteint le troisième trait

Noter le temps écoulait de la :

$$S = K \sqrt{e} \cdot \sqrt{t} / \rho (1-e) \sqrt{\mu}$$

- S : surface spécifique (cm^2/g).
- K : constante de l'appareil.
- e : porosité de la couche tassée (0.5).
- ρ : Masse volumique des grains.
- μ : Viscosité de l'air à la température d'essai (en poises).

CHAPITRE II : CONTROLE DE QUALITE

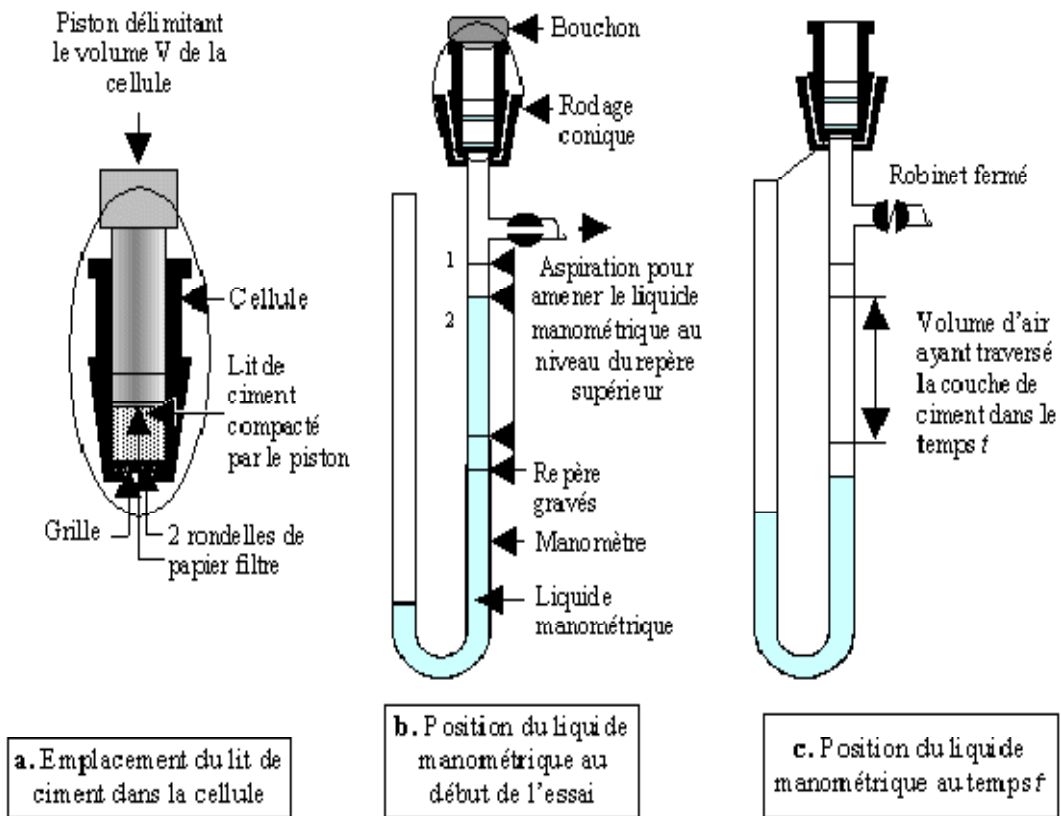


Figure II.4: Principe de fonctionnement de perméabilimètre de Blaine [5]

CHAPITRE II : CONTROLE DE QUALITE

2.2- Mesure de la densité :

But :

On mesure la densité du ciment, pour déterminer le poids réel du ciment rempli dans les sacs.

Si la densité est supérieure à 1 (densité > 1) donc le sac doit contenir plus que son poids réel de 50kg.

Si la densité est inférieure à 1 (densité < 1) donc le sac doit contenir moins de 50 kg.

Mode Opératoire :

- Prendre le poids du pot métallique vide d'un $\text{dm}^3 \longrightarrow P_1$
- Remplir le pot avec du ciment non tassé.
- Peser $\longrightarrow P_2 \longrightarrow \text{Densité} = P_2 - P_1$



Figure II.5 : L'entonnoir.

2.3-Détermination du pourcentage des refus :

But :

Elle a pour but de déterminer le pourcentage des refus le ciment après le broyage.

Les refus sont déterminés pour contrôler l'état de fonctionnement du broyeur et le degré du broyage.

CHAPITRE II : CONTROLE DE QUALITE

Mode Opérateur :

- Peser 100 g de ciment
- Tamiser à l'aide d'un pinceau un sur un tamis de 45 μ puis tamis de 90 μ .
- Les particules au dessus du tamis représentant le pourcentage des refus.



Figure II.6: les tamis de 90 μ et de 45 μ .

- L'appareil Alpine donne automatiquement le pourcentage des refus.



Figure II.7 : L'appareil Alpine.

CHAPITRE II : CONTROLE DE QUALITE

2.4-La consistance normale :

2.4.1-Définition :

La consistance normale caractérise la propriété rhéologique des pâtes.

Elle est déterminée par la méthode décrite par la norme NFP.15.402 et consiste en la détermination de la quantité d'eau qu'il faut ajouter à une quantité de ciment préalablement pesé pour obtenir une pâte ciment dite normale.

2.4.2-Pâte normale :

Définition :

La Pâte normale est une pâte de consistance normale ; c'est-à-dire tel qu'en opérant avec l'appareil de vicat, la lecture donnant l'épaisseur de la pâte restante entre l'extrémité de la seconde et le fond du moule quand celle-ci a cessé de s'enfoncer sous son propre poids est de $5 \text{ mm} \pm 1$

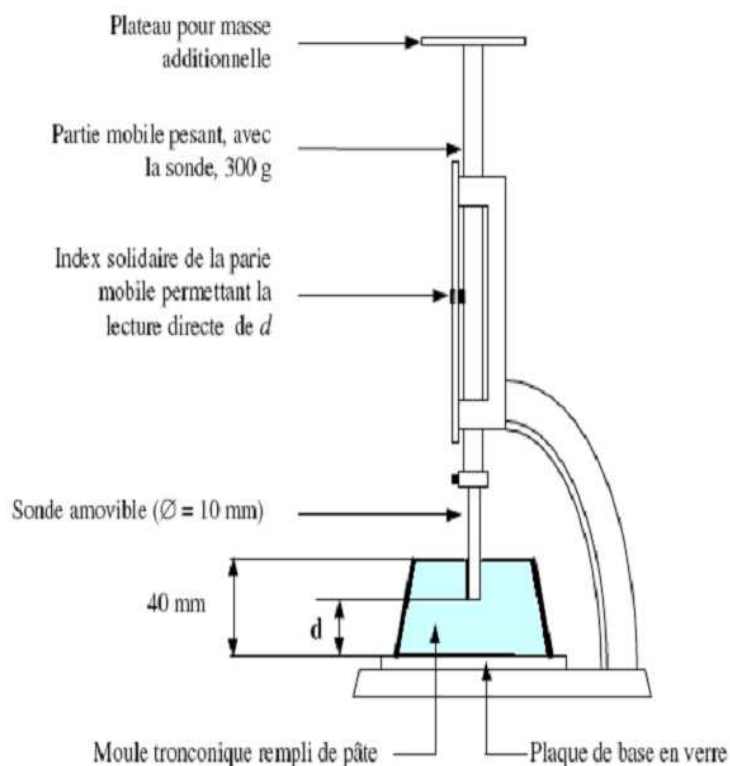


Figure. II.8: Appareil de Vicat muni de la sonde de consistance [5]

CHAPITRE II : CONTROLE DE QUALITE

2.4.3-Préparation de la pâte :

Verser dans le récipient du malaxeur la quantité d'eau préalablement déterminé par des successifs de manière à réaliser la consistance normale. Lui ajoutes 500g de ciment dans le moule tronconique.



Figure II.9 : Le malaxeur.

2.4.4-Vérification de la consistance normale :

L'appareil de Vicat, plateau nu, ayant été muni de la sonde de consistance, placer immédiatement le moule rempli de la pâte dans l'axe de la sonde, laissés descendre cette dernière perpendiculairement à la surface de la pâte et l'immobiliser à son contact, marquer un temps d'arrêt puis abandonner la sonde à elle-même sans vitesse initiale.

Procéder à la lecture d'épaisseur de la pâte, quand la sonde a cessé de descendre sous son propre poids.

Placer l'éprouvette dans l'armoire humide pour raison de déterminer les prises du ciment.

2.5-Essais de prise :

Définition:

On utilisé l'essai de prise pour déterminer le temps de prise, c'est à dire qui s'écoule entre l'instant ou le liant a été mis en contact avec l'eau de gâchage et le début de prise et fin de prise.

CHAPITRE II : CONTROLE DE QUALITE

Principe de l'essai :

On détermine le début de prise ou fin de prise à l'aide de l'aiguille de Vicat s'enfonçant dans un moule tronconique rempli de pâte.

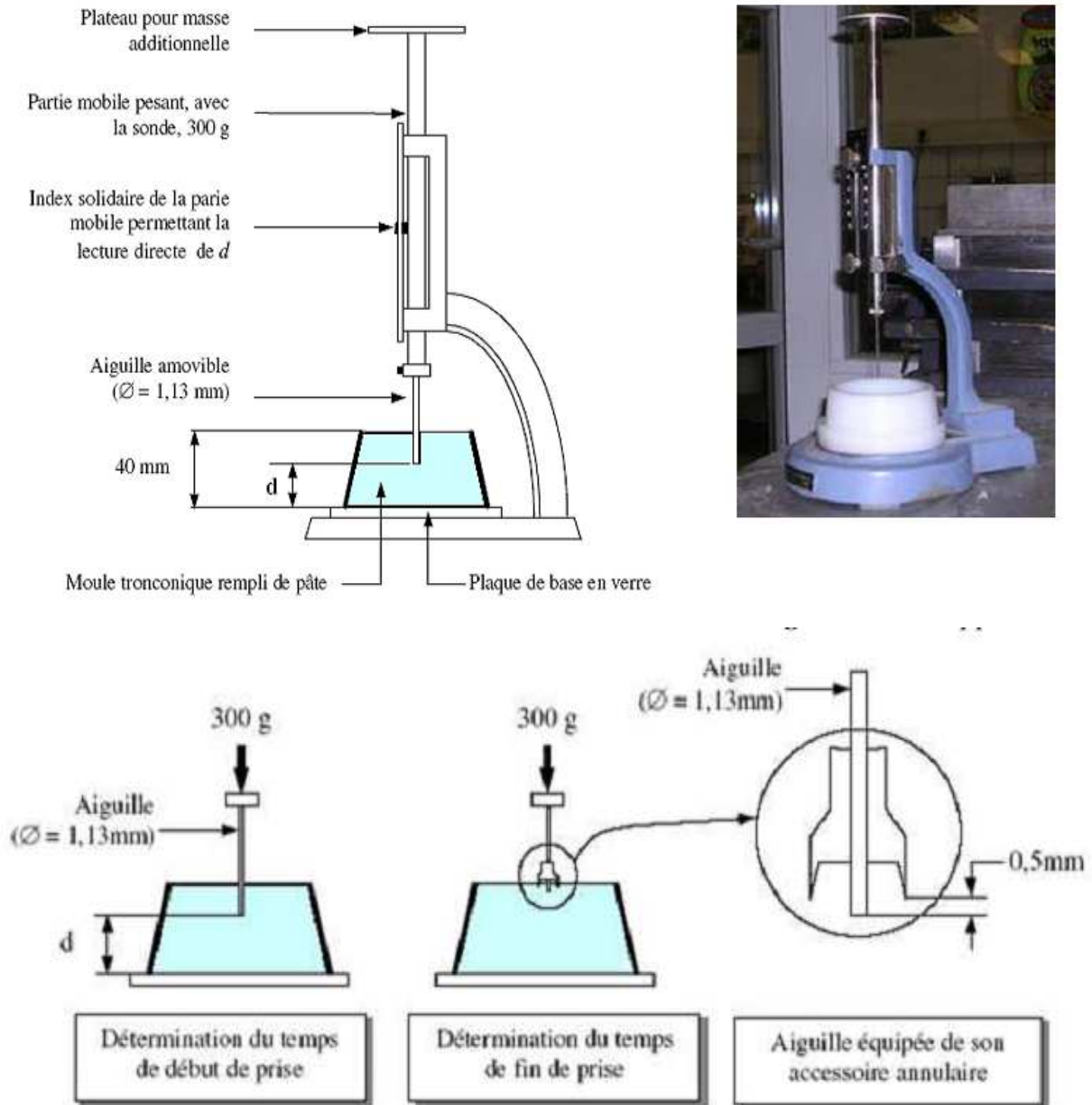


Figure II.10: Appareil de Vicat muni de l'aiguille amovible [5].

Dans le laboratoire d'essais physiques de la cimenterie de Béni Saf, il dispose d'un équipement appelé « Prismètre automatique multiposte. »

CHAPITRE II : CONTROLE DE QUALITE



Figure II.11: Prisomètre automatique multipostes.

2.5.1-Début de prise :

Le début de prise est l'intervalle de temps qui s'écoule entre l'instant du début de gâchage et celui où l'aiguille de Vicat s'arrête à une distance du fond du moule supérieur à $4 \text{ mm} \pm 1$

2.5.2-Fin de prise :

C'est la période qui sépare le début de gâchage de ciment jusqu'au moment où la sonde porte-aiguille ne s'enfonce plus la pâte.

NB : L'essai de prise est normalement effectué sur pâte normale, il est exécuté sur moule tronconique.

2.6-Essai d'expansion :

Définition :

Elle comporte deux essais effectués sur des éprouvettes de pâte pure, cylindrique de 30 mm de diamètre et 30 mm de hauteur, conservées dans leurs moules constitués par une feuille de laiton (épaisseur 0.5 mm). Ces moules fendus selon une génératrice, comportant deux aiguilles longues de 15 cm (Aiguille Lechatelier) soudée de chaque côté de la fente.

La variation de l'écartement initial de ces aiguilles renseignera sur la valeur du gonflement.

L'essai de déformation à chaud décèle la présence de chaux vive libre CaO_L surcuit et de magnésie expansives (MgO).

CHAPITRE II : CONTROLE DE QUALITE



Figure II.12: Aiguille de Le châtelier.

Mode opératoire :

- Remplir le moule d'expansion par la pâte préparée.
- Mettre sur plaque de verre et arroser la surface à l'aide d'une truelle.
- Couvrir d'une plaque de verre.
- Conserver les aiguilles dans l'armoire humide pendant une journée.
- Après 24 heures, enlever les aiguilles de l'armoire humide, on marque l'écartement entre les deux aiguilles et les mettre dans un bain marie de température 100 ° C, pendant 3 heures.
- Ensuite, on mesure après cette durée l'écart (pendant la confection du moule). La variation de l'écartement représente l'expansion à chaud.

CHAPITRE II : CONTROLE DE QUALITE

Stabilité = C-A

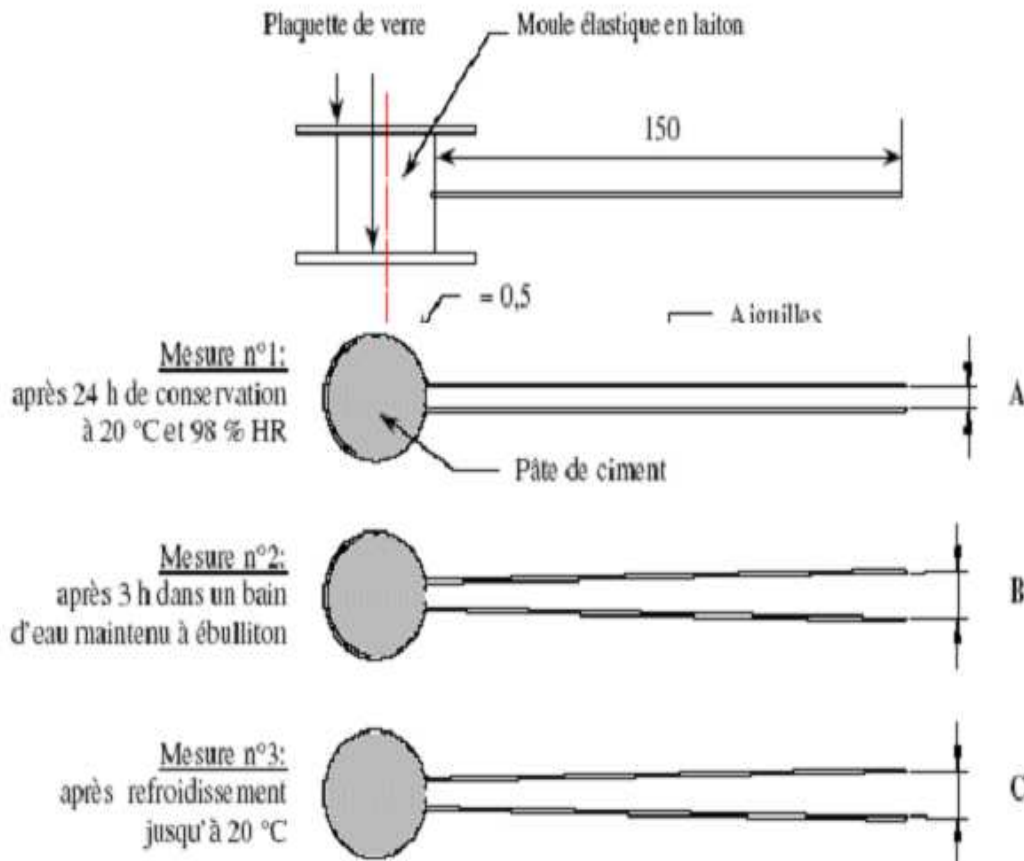


Figure II.13: Essai de stabilité avec l'appareil de Le chatelier[5].

2.7-Essais mécaniques (flexion-compression) :

Définition :

Ils ont pour but de mesurer les résistances aux différentes contraintes au bout d'un certain temps.

Les essais de flexion et de compression permettent de déterminer la contrainte de rupture à la traction par flexion et la compression des liants hydrauliques.

Préparation de mortier normal

- Le malaxeur étant en position de fonctionnement.
- Verser 225 ml d'eau dans le récipient et ajoutez 450 g de ciment

CHAPITRE II : CONTROLE DE QUALITE

- Mettre le malaxeur en marche à la vitesse lente pendant une minute dans les 30 derniers seconds puis introduire 1350 g de sable normalisé sec.
- Mettre le malaxeur à la vitesse rapide pendant 30 seconds après arrêter le mouvement pendant 90 seconds, reprendre le mélange pendant 2 mn à la vitesse rapide.
- Ensuite, mélange est versé dans le moule à l'aide d'une spatule, et peut être bien tassé, après un doublet de choc en utilisant l'appareil à choc. Le mortier est mit dans la chambre humide à température $(20 + 1) ^\circ\text{C}$ et 90% d'humidité
- Après 24 heures, on fait le démoulage et on conserve les éprouvettes dans le bain d'eau.
- L'éprouvette pour 2 jours, 1 éprouvette pour 7 jours et 1 éprouvette pour 28 jours.



Figure II.14: Chambre humide [5].
automatique.



Figure II.15: Malaxeur

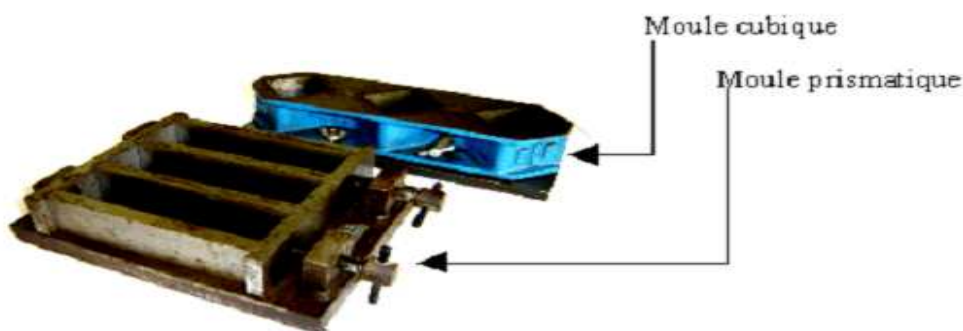


Figure II.16: Moules pour moulage des éprouvettes de mortier [5].

CHAPITRE II : CONTROLE DE QUALITE



Figure II.17: Appareil à choc.



Figure II.18: Appareil de flexion.



Figure II.19: Appareil de compression.

**CHAPITRE III :
PARTIE EXPERIMENTALE**

CHAPITRE III : PARTIE EXPERIMENTALE

1-Préparation des échantillons de ciment :

On prépare nos échantillons à partir de deux types de ciment :

- Le premier ciment sans ajout CPA CEM I obtenu de la cimenterie de Béni Saf : clinker : 95 à 100%, gypse : 0 à 5%, et ajout 0% qui est utilisé comme un échantillon témoin. Puis selon, un calcul bien déterminé, on arrive à préparer les ciments de différents pourcentages des métaux chrome (Cr) et zinc (Zn) (2%, 4% et 6%).
- Le deuxième ciment avec ajout CPJ CEM II obtenu de la cimenterie de Béni Saf : clinker : 85 à 90%, gypse : 0 à 5%, et ajout 10% de pouzzolane, on utilise (CPJ) comme un échantillon témoin. Puis selon un calcul bien déterminé, on arrive à préparer les ciments de différents pourcentages des métaux chrome (Cr) et zinc (Zn) (2%, 4% et 6%).

Donc, on a 14 échantillons, de chaque type de ciment, pesant 2 kg chacun.

Exemple de calcul :

1-Pour zinc pur :

$$\begin{array}{l} 2000 \text{ g} \longrightarrow 100\% \\ X \longrightarrow 2\% \\ X = 40 \text{ g} \end{array}$$

Donc, pour préparer 2 Kg de ciment à 2% de zinc nous devons prélever 1960 g de ciment et 40 g de Zinc. Puis à l'aide d'un malaxeur, on mélange l'ensemble pendant 1 jour pour avoir un échantillon représentatif.

Même procédure est appliquée pour les autres échantillons.

2-Pour Le Chrome à 98% :

$$\begin{array}{l} 2000 \text{ g} \longrightarrow 100\% \\ X \longrightarrow 2\% \\ X = 40 \text{ g} \\ 98 \longrightarrow 100 \\ 40 \longrightarrow X \\ X = 40.82 \text{ g} \end{array}$$

Donc, pour préparer 2 Kg de ciment à 2% de Chrome, nous devons prélever 1959.18 g de ciment et 40.82 g de Chrome. Puis à l'aide d'un malaxeur, on mélange l'ensemble pendant 1 jour pour avoir un échantillon représentatif.

CHAPITRE III : PARTIE EXPERIMENTALE

2-Préparation du mortier :

Le mortier normal est un mortier qui sert à définir certaines caractéristiques de ciment et notamment la résistance à la compression. Ce mortier est réalisé conformément à la norme EN 196-1. C'est le mélange d'éléments secs (1350 g de sable normalisé et 450 g de ciment) avec un rapport E/C = 0.5.

N.B : L'eau de gâchage est une eau potable de robinet de la région de Béni-Saf.

3-Analyse chimique des échantillons :

3.1-Par voie chimique :

Ces analyses sont réalisées au laboratoire d'essais chimiques de Béni-Saf et sous la surveillance des employés de la cimenterie.

Les résultats obtenus qui correspondent à chaque échantillon sont affichés dans les tableaux suivants :

Tableau 3.1 : Analyse chimique des échantillons (CPA) à différents pourcentages en Chrome(Cr) et en Zinc (Zn) par voie chimique.

	CPA témoin	CPA 2%Zn	CPA 4%Zn	CPA 6%Zn	CPA 2%Cr	CPA 4%Cr	CPA 6%Cr
CaO	62.98	62.81	62.56	62.37	62.96	62.76	62.19
SiO₂	20.42	20.38	20.37	20.32	20.39	20.37	20.34
Al₂O₃	5.30	5.28	5.25	5.22	5.27	5.26	5.24
FeO₃	3.60	3.55	3.54	3.50	3.58	3.54	3.52
MgO	0.75	0.70	0.69	0.50	0.87	0.77	0.72
Na₂O	0.30	0.28	0.25	0.22	0.26	0.24	0.23
K₂O	0.28	0.27	0.25	0.21	0.26	0.23	0.22
SO₃	2.42	2.41	2.40	2.37	2.38	2.36	2.33
CaO_L	0.96	0.38	0.28	0.18	0.92	0.88	0.68
RI	0.92	0.90	0.89	0.88	0.91	0.88	0.86
PAF	1.20	2.14	1.22	0.50	0.21	0.19	0.14

CHAPITRE III : PARTIE EXPERIMENTALE

Tableau 3.2: Analyse chimique des échantillons (CPJ) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn) par voie chimique.

	CPJ témoin	CPJ 2%Zn	CPJ 4%Zn	CPJ 6%Zn	CPJ 2%Cr	CPJ 4%Cr	CPJ 6%Cr
CaO	56.59	56.21	55.41	53.90	56.10	55.03	53.91
SiO₂	25.10	24.91	24.72	24.48	25.09	25.07	24.87
Al₂O₃	5.89	5.79	5.61	5.59	5.89	5.86	5.69
FeO₃	3.21	3.19	3.12	3.09	3.18	3.52	3.28
MgO	1.07	1.04	1.03	1.01	1.04	1.01	0.98
Na₂O	0.50	0.49	0.45	0.42	0.49	0.47	0.43
K₂O	0.60	0.55	0.50	0.49	0.58	0.56	0.53
SO₃	2.42	2.41	2.40	2.37	2.38	2.36	2.33
CaO_L	1.10	0.99	0.97	0.95	1.08	0.98	0.96
RI	7.90	6.20	6.12	6.08	7.98	7.96	7.94
PAF	2.91	2.08	1.89	1.22	0.75	0.48	0.20

3.2-Par fluorescence X:

Les résultats obtenus par fluorescence X sur les échantillons (CPA et CPJ) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn) sont regroupés dans les tableaux suivant :

Tableau 3.3 : Analyse chimique des échantillons (CPJ) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn) par fluorescence X.

	CPA témoin	CPA 2%Zn	CPA 4%Zn	CPA 6%Zn	CPA 2%Cr	CPA 4%Cr	CPA 6%Cr
CaO	61.78	61.63	61.51	61.24	61.76	61.92	60.98
SiO₂	19.96	19.25	19.22	19.19	19.91	20.22	20.21
Al₂O₃	4.91	3.98	3.83	3.82	4.82	4.25	4.24
FeO₃	3.21	3.19	3.12	3.09	3.18	3.52	3.28
MgO	0.70	0.67	0.62	0.52	0.58	0.48	0.31
Na₂O	0.29	0.25	0.21	0.18	0.22	0.19	0.17
K₂O	0.22	0.20	0.18	0.16	0.18	0.16	0.15
SO₃	2.41	2.32	2.30	2.28	2.30	2.21	2.09

CHAPITRE III : PARTIE EXPERIMENTALE

Tableau 3.4 : Analyse chimique des échantillons(CPJ) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn) par fluorescence X.

	CPJ témoin	CPJ 2%Zn	CPJ 4%Zn	CPJ 6%Zn	CPJ 2%Cr	CPJ 4%Cr	CPJ 6%Cr
CaO	56.41	55.97	55.32	55.18	56.39	56.38	56.36
SiO ₂	24.96	24.38	24.21	24.12	24.94	24.93	24.90
Al ₂ O ₃	5.21	5.23	5.12	5.09	5.19	5.17	5.12
FeO ₃	3.09	3.22	3.18	3.08	3.02	3.01	2.91
MgO	0.98	0.96	0.94	0.93	0.96	0.92	0.91
Na ₂ O	0.49	0.47	0.46	0.45	0.47	0.45	0.43
K ₂ O	0.58	0.54	0.52	0.51	0.56	0.52	0.49
SO ₃	2.18	2.13	2.11	2.20	2.15	2.14	2.13

4- Caractéristiques physiques des ciments préparés :

Les analyses ont été effectuées dans le laboratoire des essais physiques de la cimenterie de Béni-Saf.

4.1 Surface spécifique Blaine SSB :

Les tableaux suivants donnent les surfaces spécifiques Blaine des différents échantillons.

Tableau 3.5: Surface spécifique Blaine des échantillons (CPA) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn).

Ciment	CPA témoin	CPA 2%Zn	CPA 4%Zn	CPA 6%Zn	CPA 2%Cr	CPA 4%Cr	CPA 6%Cr
SSB (cm ² /g)	3230	3111	3081	3018	2954	2885	2856

Tableau 3.6 : Surface spécifique Blaine des échantillons (CPJ) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn).

Ciment	CPJ témoin	CPJ 2%Zn	CPJ 4%Zn	CPJ 6%Zn	CPJ 2%Cr	CPJ 4%Cr	CPJ 6%Cr
SSB (cm ² /g)	4016	3945	3645	3618	3645	3618	3374

4.2- Refus sur tamis de 45 et 90 μ :

Les résultats sont rassemblés dans les tableaux ci-après :

CHAPITRE III : PARTIE EXPERIMENTALE

Tableau 3.7: Refus des échantillons (CPA) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn).

Ciment	CPA témoin	CPA 2%Zn	CPA 4%Zn	CPA 6%Zn	CPA 2%Cr	CPA 4%Cr	CPA 6%Cr
Refus de 45μ (%)	16.15	18.08	18.61	19.02	18.32	18.63	21.16
Refus de 90μ (%)	3.2	3.32	3.48	3.44	3.68	4.23	5.04

Tableau 3.8: Refus des échantillons (CPJ) à différents pourcentage en Chrome(Cr) et Zinc (Zn).

Ciment	CPJ témoin	CPJ 2%Zn	CPJ 4%Zn	CPJ 6%Zn	CPJ 2%Cr	CPJ 4%Cr	CPJ 6%Cr
Refus de 45μ (%)	16.30	18.48	18.72	19.44	18.70	19.72	21.40
Refus de 90μ (%)	3.2	3.4	3.56	3.58	3.76	4.64	5.52

4.3-Densité apparente :

Les résultats sont fournis par les tableaux suivant :

Tableau 3.9 : Densité apparente des échantillons (CPA) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn).

Ciment	CPA témoin	CPA 2%Zn	CPA 4%Zn	CPA 6%Zn	CPA 2%Cr	CPA 4%Cr	CPA 6%Cr
Densité	1.075	1.078	1.080	1.092	1.086	1.092	1.109

Tableau 3.10 : Densité apparente des échantillons (CPJ) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn).

Ciment	CPJ témoin	CPJ 2%Zn	CPJ 4%Zn	CPJ 6%Zn	CPJ 2%Cr	CPJ 4%Cr	CPJ 6%Cr
Densité	1.012	1.025	1.039	1.085	1.065	1.076	1.08

CHAPITRE III : PARTIE EXPERIMENTALE

4.4-Expansion à chaud (mm) :

Les tableaux ci-après résumant les résultats obtenus.

Tableau 3.11 : Expansion à chaud des échantillons (CPA) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn).

Ciment	CPA témoin	CPA 2%Zn	CPA 4%Zn	CPA 6%Zn	CPA 2%Cr	CPA 4%Cr	CPA 6%Cr
Expansion (mm)	0.5	0	0	0.5	0	0	0

Tableau 3.12 : Expansion à chaud des échantillons (CPJ) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn).

Ciment	CPJ témoin	CPJ 2%Zn	CPJ 4%Zn	CPJ 6%Zn	CPJ 2%Cr	CPJ 4%Cr	CPJ 6%Cr
Expansion (mm)	0	0	0	0	0	0	0

4.5-La consistance normale, temps de début de prise et de fin de prise :

La consistance normale est la quantité d'eau nécessaire pour préparer une pâte normale.

Tableau 3.13 : Résultats des essais sur la pâte pure des échantillons (CPA) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn).

Ciment		CPA témoin	CPA 2%Zn	CPA 4%Zn	CPA 6%Zn	CPA 2%Cr	CPA 4%Cr	CPA 6%Cr
Temps De Prise (min)	Début	136	255	11775	2408	122	119	108
	Fin	207	311	2075	2708	195	188	175
E/C (%)		25.16	24.7	24.4	23.96	26.16	26.76	33.75
E		125.8	123.5	122	119.8	130.8	133.8	135
C		5	55	5	5	5	5	4

CHAPITRE III : PARTIE EXPERIMENTALE

Tableau 3.14 : Résultats des essais sur la pâte pure des échantillons (CPJ) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn).

Ciment		CPJ témoin	CPJ 2%Zn	CPJ 4%Zn	CPJ 6%Zn	CPJ 2%Cr	CPJ 4%Cr	CPJ 6%Cr
Temps De Prise (min)	Début	145	275	2661	2775	135	130	120
	Fin	230	320	3025	3095	225	220	210
E/C (%)		25.8	25.3	24.96	24.70	26.56	27	27.4
E		129	126.5	124.8	123.5	132.8	135	137.8
C		5	5	5	5	5	5	5

5-Résultats des résistances à la traction par flexion et à la compression :

Les éprouvettes sont d'abord destinées à l'essai de traction par flexion puis à la compression.

Les résultats des résistances à la traction par flexion et à la compression à 2, 7, 28 et 90 jours sont donnés par les tableaux suivants :

Tableau 3.15 : Résistance à la flexion en MPa des échantillons (CPA) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn).

Ciment	CPA témoin	CPA 2%Zn	CPA 4%Zn	CPA 6%Zn	CPA 2%Cr	CPA 4%Cr	CPA 6%Cr
2 Jours	3.87	2.65	0	/	4.12	4.91	5.11
7 Jours	5.28	3.22	1.64	/	6.21	6.47	6.94
28 Jours	6.86	4.49	2.75	/	7.56	8.23	8.91
90 Jours	8.45	6.83	5.42	/	8.98	9.54	9.81

Tableau 3.16 : Résistance à la flexion en MPa des échantillons (CPJ) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn).

Ciment	CPJ témoin	CPJ 2%Zn	CPJ 4%Zn	CPJ 6%Zn	CPJ 2%Cr	CPJ 4%Cr	CPJ 6%Cr
2 Jours	4.44	3.38	1.65	/	4.78	5.24	5.66
7 Jours	5.48	4.22	2.18	/	6.24	6.65	7.16
28 Jours	6.95	5.54	4.37	/	7.75	8.71	8.96
90 Jours	8.81	7.78	5.68	/	9.24	9.78	9.98

CHAPITRE III : PARTIE EXPERIMENTALE

Tableau 3.17 : Résistance à la compression en MPa des échantillons (CPA) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn).

Ciment	CPA témoin	CPA 2%Zn	CPA 4%Zn	CPA 6%Zn	CPA 2%Cr	CPA 4%Cr	CPA 6%Cr
2 Jours	22.63	18.38	0.00	/	24.80	28.88	38.75
7 Jours	40.69	31.25	9.38	/	42.81	45.94	48.33
28 Jours	51.56	45.62	35.50	/	53.66	56.25	60.63
90 Jours	82.23	67.25	47.50	/	85.50	87.63	92.25

Tableau 3.18 : Résistance à la compression en MPa des échantillons (CPJ) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn).

Ciment	CPJ témoin	CPJ 2%Zn	CPJ 4%Zn	CPJ 6%Zn	CPJ 2%Cr	CPJ 4%Cr	CPJ 6%Cr
2 Jours	28,6	20.98	8.13	/	30.75	34.06	39.56
7 Jours	39,94	35.23	18.75	/	48.13	52.10	58.98
28 Jours	56.00	48.75	39.50	/	60.00	63.88	71.50
90 Jours	85,25	71.13	52.44	/	89.75	93.88	96.08

7- La variation de masse :

La résistance à l'attaque chimique selon les variations de masse est donnée par :

$$\Delta M = \frac{M_1 - M_2}{M_1} \times 100$$

Où M1 et M2 était respectivement les masses avant et après immersion dans les solutions acides H₂SO₄ à 6% et HClO₄ à 6%.

Tableau 3.19 : la variation de masse des échantillons (CPA) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et Zinc (Zn) dans les solutions acides H₂SO₄ à 6% et HClO₄ à 6% en (g) à l'âge de 28 jours.

(*) : CPA sans ajout de métaux.

Ciment	CPA témoin (*)	CPA 2%Zn	CPA 4%Zn	CPA 6%Zn	CPA 2%Cr	CPA 4%Cr	CPA 6%Cr
HClO₄ à 6%	5.66	5.74	5.85	/	5.12	5.08	5.05
H₂SO₄ à 6%	10.13	10.24	10.52	/	10.10	10.08	10.04

CHAPITRE III : PARTIE EXPERIMENTALE

Tableau 3.20 : la variation de masse des échantillons (CPJ) à différents pourcentages en Chrome(Cr) et en Zinc (Zn) dans les solutions acides H_2SO_4 à 6% et $HClO_4$ à 6% en (g) à l'âge de 28 jours.

Ciment	CPJ témoin (*)	CPJ 2%Zn	CPJ 4%Zn	CPJ 6%Zn	CPJ 2%Cr	CPJ 4%Cr	CPJ 6%Cr
$HClO_4$ 6%	5.56	5.67	5.71	/	5.10	5.06	5.01
H_2SO_4 6%	10.11	10.14	10.32	/	10.09	10.06	10.02

8- Comparaison des résistances à l'âge de 28 jours des échantillons dans l'eau et dans les solutions acides H_2SO_4 à 6% et $HClO_4$ à 6%:

Tableau 3.21 : Comparaison de résistance à la flexion à l'âge de 28 jours des échantillons (CPA) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn) dans l'eau et dans les solutions acides H_2SO_4 à 6% et $HClO_4$ à 6% en (MPa).

Ciment	CPA témoin	CPA 2%Zn	CPA 4%Zn	CPA 6%Zn	CPA 2%Cr	CPA 4%Cr	CPA 6%Cr
eau	6.86	4.49	2.75	/	7.56	8.23	8.91
$HClO_4$ 6%	5.41	3.03	1.55	/	6.43	7.22	7.87
H_2SO_4 6%	3.82	2.64	1.22	/	3.86	3.98	4.24

Tableau 3.22 : Comparaison de résistance à la flexion à l'âge de 28 jours des échantillons (CPJ) à différents pourcentage en Chrome (Cr) et Zinc (Zn) dans l'eau et dans les solutions acides H_2SO_4 à 6% et $HClO_4$ à 6% en (MPa).

Ciment	CPJ témoin	CPJ 2%Zn	CPJ 4%Zn	CPJ 6%Zn	CPJ 2%Cr	CPJ 4%Cr	CPJ 6%Cr
eau	6.95	5.54	4.37	/	7.75	8.71	8.96
$HClO_4$ 6%	6.43	5.09	3.35	/	6.45	7.24	8.89
H_2SO_4 6%	4.92	3.74	2.67	/	3.88	4.28	4.68

CHAPITRE III : PARTIE EXPERIMENTALE

Tableau 3.23 : Comparaison de résistance à la comparaison à l'âge de 28 jours des échantillons (CPA) à différents pourcentage en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn) dans l'eau et dans les solutions acides H_2SO_4 à 6% et $HClO_4$ à 6% en (MPa).

Ciment	CPA témoin	CPA 2%Zn	CPA 4%Zn	CPA 6%Zn	CPA 2%Cr	CPA 4%Cr	CPA 6%Cr
Eau	51.56	45.62	35.50	/	53.66	56.25	60.63
$HClO_4$ 6%	32.75	29.09	25.87	/	35.81	42.94	49.21
H_2SO_4 6%	29.5	26.47	21.12	/	32.31	34.9	37.77

Tableau 3.24 : Comparaison de résistance à la comparaison à l'âge de 28 jours des échantillons (CPJ) à différents pourcentage en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn) dans l'eau et dans les solutions acides H_2SO_4 à 6% et $HClO_4$ à 6% en (MPa).

Ciment	CPJ témoin	CPJ 2%Zn	CPJ 4%Zn	CPJ 6%Zn	CPJ 2%Cr	CPJ 4%Cr	CPJ 6%Cr
Eau	56.00	48.75	39.50	/	60.00	63.88	71.50
H_2SO_4 6%	35.75	30.98	26.85	/	37.81	43.94	51.21
$HClO_4$ 6%	30.5	27.47	22.12	/	35.35	36.9	39.77

N.B : à 6% Zn le mortier préparé à trois éprouvettes au moment de démoulage les trois éprouvettes détruit.

CHAPITRE IV : INTERPRETATION DES RESULTATS ET CONCLUSION

Chapitre IV : INTERPRETATION DES RESULTATS

CHAPITRE IV : INTERPRETATION DES RESULTATS ET CONCLUSION

1-Interprétation de l'expansion à chaud :

D'après les tableaux 3.11 et 3.12, l'ajout des métaux Zn et Cr n'influe pas sur l'essai d'expansion à chaud. On note que la valeur obtenue respecte la norme NA 442/2000.

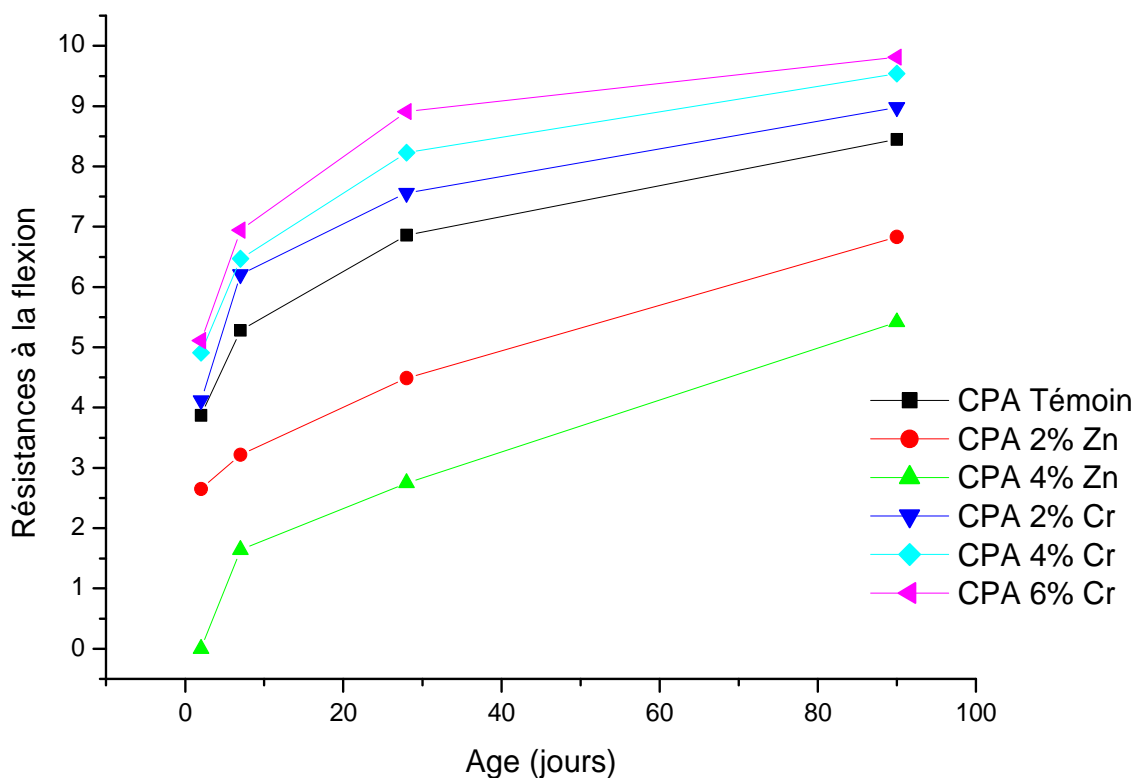
2-Interprétation de la consistance normale et le temps de début et fin de prise :

On a constaté que l'augmentation du pourcentage de Zinc augmente les temps de prise. A titre d'exemple, on est arrivé à un temps de prise de 3 jours. Par contre le Chrome diminue légèrement les temps de prise qui respectent les normes.

3-Résistances en fonction des pourcentages :

Les résultats sont représentés sur les figures suivantes :

Figure 4.1 : Résistance à la flexion en MPa des échantillons (CPA) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn).



CHAPITRE IV : INTERPRETATION DES RESULTATS ET CONCLUSION

Figure 4.2 : Résistance à la flexion en MPa des échantillons (CPJ) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn).

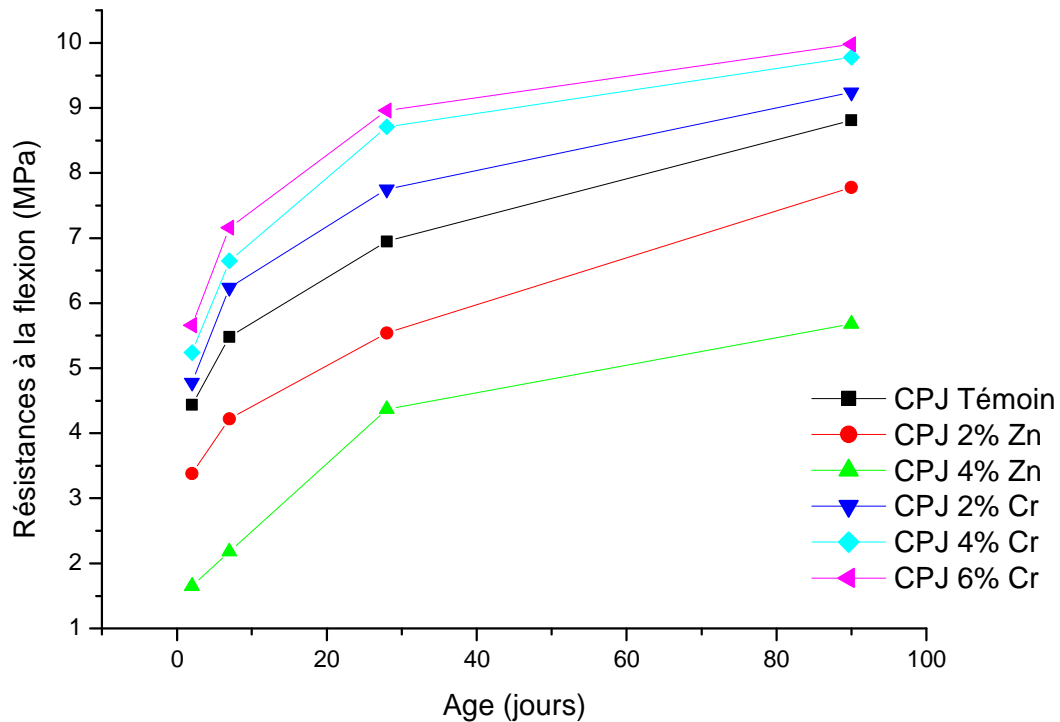
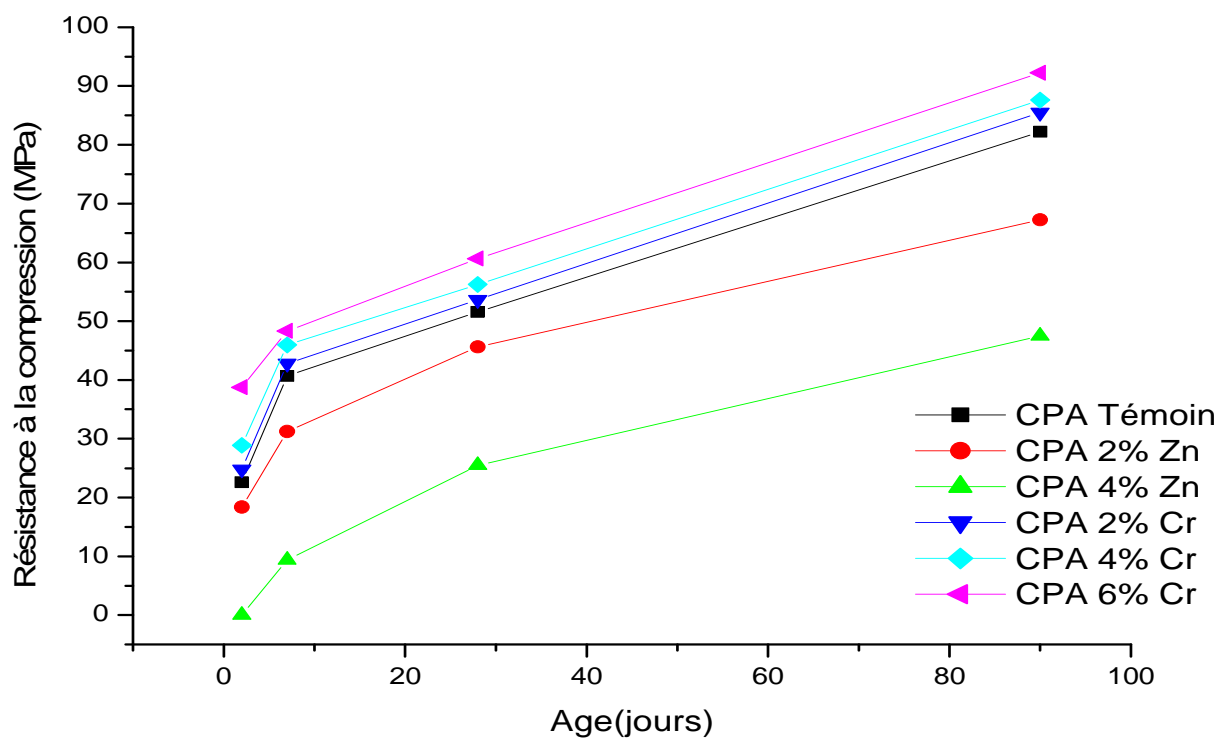
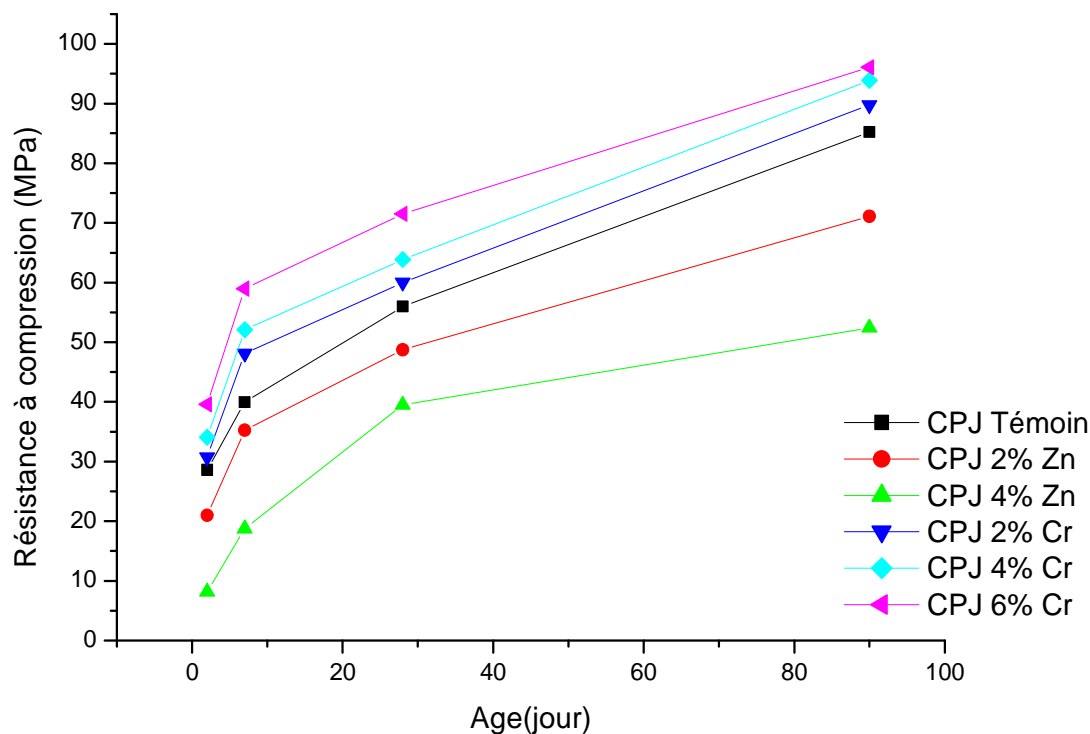


Figure 4.3 : Résistance à la compression en MPa des échantillons (CPA) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn).



CHAPITRE IV : INTERPRETATION DES RESULTATS ET CONCLUSION

Figure 4.4 : Résistance à la compression en MPa des échantillons (CPJ) à différents pourcentages en Chrome (Cr) et en Zinc (Zn).



On a remarqué que, par rapport au témoin les résistances mécaniques (flexion et compression) diminuent avec l'augmentation du pourcentage de Zinc d'une part et augmentent proportionnellement avec le pourcentage de Chrome d'autre part.

4-Interprétation de Comparaison des résistances à l'âge de 28 jours des échantillons dans l'eau et dans les solutions acides H_2SO_4 à 6% et $HClO_4$ à 6%:

D'après les tableaux 3.22 à 3.24, les résistances mécaniques (flexion et compression) diminuent dans les milieux agressifs et cette diminution est beaucoup plus importante dans le cas de la solution H_2SO_4 .

Conclusion

Il en ressort de cette étude que les pourcentages de Chrome et de Zinc influent sur les propriétés physiques et mécaniques des mortiers de ciment.

Nous avons constaté que :

- L'augmentation du pourcentage de Zinc augmente les temps de prise. A titre d'exemple, (tableaux 3.13 et 3.14), les temps de prise dépassent 3 jour. Par contre, le Chrome diminue légèrement les temps de prise qui respectent les normes.
- Un mortier CPA ou CPJ contenant du Zinc à 2%, sa résistance à la compression satisfait les normes. On a trouvé que la résistance à la compression du CPA à 2% en Zinc est égale 45.62 MPa à 28 jours et CPJ à 2% en Zinc est égale 48.75 MPa.

On remarque que ces valeurs sont bien supérieures à la norme qui est de 42.5 MPa. Par contre, pour les mortiers soit CPA ou CPJ à 4% de Zinc, les résistances sont inférieures à la norme. Et pour 6% de Zinc, les mortiers ne font pas de prise.

- Pour les mortiers CPA et CPJ à 2, 4 et 6% en Chrome, les résistances mécaniques (flexion et compression) respectent les normes et on constate que l'augmentation du pourcentage de Chrome augmente les résistances (tableaux 3.15 à 3.18). A titre d'exemple, l'ajout de 6% de Chrome donne une résistance supérieure au double de la norme.

Références

Effets de certains métaux sur les propriétés physico-chimiques des mortiers à base de sans ou avec ajout de pouzzolane de Béni- Saf

Références

- [1] : **Nicolas BUR** ; « Etude des caractéristique physico-chimique de nouveaux bétons éco-respectueux pour leur résistance à l’environnement dans le cadre du développement durable »; Thèse du doctorat; Université de Strasbourg Discipline, 5 septembre 2012.
- [2] : **Ben inak Chouaib Amine**, « processus de fabrication du ciment, et gestion des poussières » ; Mémoire fin étude, Université Badji Mokhtar Annaba, 2014
- [3] : **C. Avenier, B. Rosier, D. Sommain**; « Ciment naturel »; Grenoble, Glénat éd. ISBN10 : 2723461580, 176 p ; 2007.
- [4] : **S. Catinaud**; « Durabilité à long terme de matériaux cimentaire, avec ou sans fillers calcaires, en contact avec des solutions salines »; Thèse du doctorat; Université de LAVAL Canada; décembre 2000.
- [5] : **BENGUEDOUAR Afeff** ; « Synthèse et caractérisation de silicates de calcium hydrates (C.S.H) hybrides », Mémoire Magister en chimie, Université de YAOUNDE I ,2013
- [6] : Le Centre d’information sur l’eau Paris France;
<http://www.cieau.com/toutpubl/sommaire/texte/4/contenu/423.htm>, 2009.
- [7] : **J. Beauchamp**; **Mécanique des roches et des sols**; Cours en ligne; Université de Picardie Jules Verne; <http://www.u-picardie.fr/~beaucham/eadaa/mecasol.htm> ; septembre 2003.
- [8] : Le site web : <http://fr.wikipedia.org/wiki/Gypse>, 22/04/2015
- [9] : **R. Chihaoui, H. Khelafi, M. Mouli, Y. Senhadji** ; « Effets de la pouzzolane naturelle sur la durabilité des mortiers exposés aux attaques sulfatiques »; Conference on Sustainable Built Environment Infrastructures in Developing Countries, Oran (Algeria) - October 12-14, 2009
- [10] : Le site web: <http://fr.wikipedia.org/wiki/Bauxite>, 20/04/2015
- [11] : **Kaid N**; « Contribution à l’étude des caractéristiques physico-chimiques des mortiers pouzzolaniques », Mémoire de Magistère en Génie civil, USTMB d’Oran, Algérie, 2000
- [12] : Le site web : <http://fr.wikipedia.org/wiki/Pouzzolane>, 20/04/2015
- [13] : **Hamami A.E.** ; «Vers une prédiction de la perméabilité au gaz à partir de la composition des matériaux cimentaires», Thèse de doctorat de l’Université de La Rochelle, France, 2009
- [14] : **Mr. BESSENOUCI Mohammed Zakaria** ; « Impact et contribution thermo énergétique des matériaux de construction à base pouzzolaniques dans l’habitat », Mémoire de magister en physique, Université ABOU BAKR BELKAID Tlemcen, 2009/2010.

Effets de certains métaux sur les propriétés physico-chimiques des mortiers à base de sans ou avec ajout de pouzzolane de Béni- Saf

- [15] : **TCHAKOUTE KOUAMO Hervé** ; « Elaboration et caractérisation de ciments Géopolymères à base de scories volcaniques » Thèse de doctorat en Chimie Inorganique, Université de YAOUNDE I, 08 Mai 2013
- [16] : **Mr BELLIFA Soufyane** ; « évolution de la porometrie des pates autoplaçantes », Université ABOU BEKR BELKAID – Tlemcen, Magister en Génie civil, 15/03/2012
- [17] : **Mr. BESSENOUCI Mohammed Zakaria** ; « Impact et contribution thermo énergétique des matériaux de construction à base pouzzolaniques dans l’habitat », Mémoire de magister en Matériaux et énergies renouvelables, Université ABOU BAKR BELKAID Tlemcen, 2009/2010.
- [18] : **Mouna BOUHIDEL épouse MEKAHLI** ; « Application d’analyse du cycle de vie (ACV) pour un développement durable : cas des cimenteries algériennes », Mémoire de Magister en HYGIENE et sécurité industrielle, Université EL-HADJ LAKHDAR BATNNA, 2009
- [19] : **Cyril Guérandel** ; « Etude de la qualité du piégeage des matières organiques par la matrice cimentaire vis-à-vis de la lixiviation », Thèse de Doctorat en Chimie analytique, l’Université Paul Verlaine – Metz, 23 Novembre 2009
- [20] : **Elodie Romilliat** ; « Etude des modes d’action d’agents de mouture sur le broyage du clinker », Thèse de Doctorat en Génie des Procédés Université Jean Monnet de Saint-Etienne, le 20 janvier 2006.
- [21] : **B. Bounabe Ayache**; « Automatisation du stackeur et le moteur four; Rapport de stage à ERCE et SCHB ; Université de Paul Cézanne Aix Marseille 3; <http://www.bhautomation.fr/Download/Automaticiens/Automatisation-stackeur-four-imiterie-DG.pdf> , 2006-2007
- [22] : **Laib M & Merouani A** ; « Gestion et modes de traitement des différents types de déchets (gazeux, solide, liquide) générés par le processus de production dans la cimenterie de Hamma Bouziane. » Mémoire de fin d’étude, Université Mentouri de Constantine. 2011

LES ANNEXES

Effets de certains métaux sur les propriétés physico-chimiques des mortiers de ciment de Béni-Saf sans ou avec ajout de pouzzolane

ANNEXE I :

Complexométrie: Détermination du titre de chaque oxyde.

L'ionogramme de la solution EDTA (Acide Éthylène Diamine tétraacétique ou sel disodique $C_{10}H_{10}N_2NA_2O_8 \cdot 2H_2O$) réagit dans tous les cas, avec ion-gramme du métal sans tenir compte de la valence.

Par exemple:

Une solution EDTA à 0.1M = 0.1 0,1 mol/l $\approx 0,1 \times 372,24$ g/l

Donc une solution EDTA 0.1 M correspond à une solution contenant 37.224 g/l ; ce qui signifie que:

1 ml de cette solution contient $37.224 \cdot 10^{-3}$ g d'EDTA.

Comme : 372.24 g réagit avec 40g de Ca.

$$37.224 \cdot 10^{-3} \text{ g réagit avec X g de Ca.}$$

$$\text{Donc: } X = (37.224 \cdot 10^{-3} \cdot 40) / 372.24$$

$$X = 40 \cdot 10^{-4} \text{ g de Ca.}$$

Et 56g de CaO réagit avec: 40g de Ca.

$$40 \cdot 10^{-4} \text{ g de Ca réagit avec Y g de CaO}$$

$$\text{Donc : } Y = (56 \cdot 40 \cdot 10^{-4}) / 40$$

$$Y = 56 \cdot 10^{-4} \text{ g de CaO.}$$

Ainsi : on a montré par les calculs que 1 ml de solution EDTA 0.1M réagit avec 0.0056g de CaO.

Dans les analyses de ciment, on a utilisé une solution de EDTA plus faible, de façon que :

1 ml de solution EDTA réagit avec 0.002g de CaO.

On essaye de refaire le calcul pour remonter à la concentration de ladite solution d'EDTA.

La concentration de cette solution sera donc :

$$\begin{array}{l} 0.0056 \text{ g de CaO} \quad \text{contient} \quad 0.0040 \text{ g de Ca} \\ 0.002 \text{ g de Ca} \quad \quad \text{contient} \quad Z \end{array}$$

$$Z = (0.002 \cdot 0.004) / 0.0056 = 0.1428 \cdot 10^{-2} \text{ g de Ca.}$$

Effets de certains métaux sur les propriétés physico-chimiques des mortiers de ciment de Béni-Saf sans ou avec ajout de pouzzolane

Comme :

$3772.24 \cdot 10^{-4}$ g EDTA réagit avec $40 \cdot 10^{-4}$ g de Ca.

V réagit avec $14.28 \cdot 10^{-4}$ de Ca

$$V = (372.24 \cdot 10^{-4} \cdot 14.28 \cdot 10^{-4}) / 40 \cdot 10^{-4} = 132.89 \cdot 10^{-4} \text{ g}$$

Donc : 1 ml de cette solution contient $132.89 \cdot 10^{-4}$ g = 13.289 mg.

Calculons les quantités des différents oxydes qui correspondent à 1 ml de cette solution d'EDTA :

Pour CaO :

1 ml de cette solution correspond à 0.002 g de CaO.

Pour Al₂O₃ : ($M_{Al} = 27$; $M_O = 16$; $M_{Al_2O_3} = 102$ g/mol).

372.24 g d'EDTA \longrightarrow 27 g de Al

$132.98 \cdot 10^{-4}$ \longrightarrow $X = (132.89 \cdot 10^{-4} \cdot 27) / 372.24$

$$X = 9.64 \cdot 10^{-4} \text{ g}$$

$X = 0.00096$ g de Al.

Comme : 102 g de Al₂O₃ \longrightarrow 54 g de Al.

$X_{Al_2O_3}$ \longrightarrow 0.00096.

$$X_{Al_2O_3} = (102 \cdot 0.00096) / 54 = 0.00181 \text{ g de Al}_2\text{O}_3.$$

Pour Fe₂O₃ : ($M_{Fe} = 55.58$; $M_{Fe_2O_3} = 159.7$ g/mol).

372.24g d'EDTA \longrightarrow 55.85 de Fe.

$132.89 \cdot 10^{-4}$ \longrightarrow $X_{Fe} = (132.89 \cdot 10^{-4} \cdot 55.85) / 372.24$

$$= 0.00199 \text{ de Fe.}$$

Comme : 159.7 g de Fe₂O₃ \longrightarrow 111.7 g de Fe.

$X_{Fe_2O_3}$ \longrightarrow 0.00199

$$X_{Fe_2O_3} = (0.00199 \cdot 159.7) / 111.7$$

$$X_{Fe_2O_3} = 0.00285 \text{ g de Fe}_2\text{O}_3.$$

Effets de certains métaux sur les propriétés physico-chimiques des mortiers de ciment de Béni-Saf sans ou avec ajout de pouzzolane

Pour MgO: ($M_{Mg} = 24.31 \text{ g}$; $M_{MgO} = 40.31 \text{ g/mol}$)

372.24 d'EDTA \longrightarrow 24.31 de Mg

$$132.89 \cdot 10^{-4} \longrightarrow X_{Mg} = (132.89 \cdot 10^{-4} \cdot 24.31) / 372.24$$

$$= 8.86 \cdot 10^{-4} \text{ g}$$

$$= 0.00087 \text{ g de Mg.}$$

Comme : 40.31 g de MgO \longrightarrow 24.31 g de Mg

$X_{MgO} \longrightarrow 0.00087 \text{ g.}$

$$X_{MgO} = (40.31 \cdot 0.00087) / 24.31$$

$$= 0.00144 \text{ g de MgO.}$$

En Résumé :

1 ml de cette solution EDTA (13.289g/l) correspond à :

- 0.002 g = 2.00 mg de CaO.
- 0.00144 g = 1.44 mg de MgO.
- 0.00285 g = 2.85 mg de Fe_2O_3 .
- 0.00181 g = 1.81 mg de Al_2O_3 .

Calculs des titres de chaque oxyde :

Si : $T_{CaO} = \text{Titre} = 1 \longrightarrow$ Le volume de la solution EDTA est 60 ml nécessaire du dosage.

Si: $T_{CaO} \neq 1 \longrightarrow$ Le volume de la solution EDTA est V ml pour le dosage de CaO

On a: $1 \cdot 60 = T_{CaO} \cdot V \text{ ml } T_{CaO} = 60 / V \text{ ml.}$

Ainsi:

- T_{CaO} (titre en CaO) = $60 / V \text{ ml.}$
- T_{MgO} (titre en MgO) = $(1.44 \cdot T_{CaO}) / 2 = 0.72 \cdot T_{CaO}$.
- $T_{Fe_2O_3}$ (titre en Fe_2O_3) = $(2.85 \cdot T_{CaO}) / 2 = 1.425 \cdot T_{CaO}$.
- $T_{Al_2O_3}$ (titre en Al_2O_3) = $(1.81 \cdot T_{CaO}) / 2 = 0.905 \cdot T_{CaO}$.

Donc le pourcentage des différents oxydes sont :

- ✓ % CaO = $T_{CaO} \cdot V_1$: Volume EDTA pour doser CaO.
- ✓ % MgO = $T_{MgO} \cdot (V_2 - V_1)$ avec V_2 : Volume EDTA pour doser MgO.
- ✓ % Fe_2O_3 = $T_{Fe_2O_3} \cdot V_3$ avec V_3 : Volume EDTA pour doser Fe_2O_3 .
- ✓ % Al_2O_3 = $T_{Al_2O_3} \cdot V_4$ avec V_4 : Volume EDTA pour doser Al_2O_3 .

Effets de certains métaux sur les propriétés physico-chimiques des mortiers de ciment de Béni-Saf sans ou avec ajout de pouzzolane

ANNEXE II :

1-Zinc :

Le Zinc est un métal brillant blanc bleuâtre, fragile aux températures ordinaires, malléable aux températures comprises entre 100 et 150 °C, un bon conducteur d'électricité. Le Zinc porté au rouge brûle dans l'air avec dégagement d'une fumée blanche d'oxydes, présente des propriétés électriques, thermiques, optiques peu communes et qui n'ont pas été entièrement étudiées.

Le Zinc qu'on a utilisé comme ajout avec notre ciment, est un poudre fine et pur de masse atomique $M=65.38$.

2-Chrome :

Le chrome est un C'est un métal dur de couleur bleu blanc. Il est soluble dans HCl et H₂SO₄ mais pas dans HNO₃, H₃PO₄ ou HClO₄ grâce à la formation de couches protectrices. Il résiste à l'oxydation de l'air. Le Chrome qu'on a utilisé comme ajout avec notre ciment, est une poudre 98% pur.

Tableau A2.1 : Analyse chimique de Chrome en %

% Cr	% Al	%Fe	% P	% Si	% S	% C
98	0.2	0.3	0.01	0.1	0.025	0.02

Effets de certains métaux sur les propriétés physico-chimiques des mortiers de ciment de Béni-Saf sans ou avec ajout de pouzzolane

ANNEXE III :

Tableau A3.1 : Valeurs de la résistance à la compression des classes de ciments.

Classe	Résistance à la compression (MPa)			
	Résistance au jeune âge		Résistance normal	
	2 jours	7 jours	28 jours	
32,5	/	/	> 32,5	< 52,5
32,5 R (*)	> 13,5	/		
42,5	> 12,5	/	>42,5	< 62,5
42,5 R (*)	> 20	/		
52,5	> 20	/	> 52,5	
52,5 R (*)	> 30			

(*) La lettre R indique que le ciment a une résistance élevée au jeune âge.

Tableau A3.2 : Temps de début et de fin de prise des ciments.

Classe	Temps de début de prise (min)
32,5	> 90
32,5 R	
42,5	> 60
42,5 R	
52,5	
52,5 R	