

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي



**Faculté des Sciences
Département de Chimie**

**Laboratoire de Recherche
Spectrochimie et Pharmacologie Structurale**

**MEMOIRE DU MASTER ACADEMIQUE
EN CHIMIE**

Option : Chimie Physique et Analytique

**Sujet : Comportement des mortiers à base d'un ciment portland
et ciment composé de Béni-Saf dans un milieu agressif.**

Soutenue par **HADDOU Houria** le **29 juin 2015** devant le Jury composé de :

Président:	Pr : LARABI Lahcène	Université Tlemcen
Examineur:	Pr : NEGADI Amina	Université Tlemcen
Examineur:	Dr : SELLES Chaouki	Université Tlemcen
Encadreur:	Dr : BELHACHEMI Boucif	Université Tlemcen
Invité:	Mr : DAHMANE Otmane	Chef Département Contrôle et qualité Cimenterie Béni-Saf

Année Universitaire 2014/2015

REMERCIEMENTS

- ❖ Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à **Mr BELHACHEMI Boucif** Maître de conférences classe A au Département de Chimie Faculté des Sciences de l'Université Aboubekr Belkaïd Tlemcen pour avoir accepté la charge de m'encadrer.
- ❖ Je le remercie vivement pour l'aide scientifique précieuse et tous les conseils qu'il a pu me fournir pendant la durée de ce mémoire. Son enthousiasme, son dynamisme, sa générosité et sa grande patience m'ont chaque fois permis de rebondir dans les moments difficiles.
- ❖ J'adresse mes vifs remerciements à **Mr LARABI Lahcène** Professeur au Département de Chimie Faculté des Sciences de l'Université Aboubekr Belkaïd Tlemcen pour l'honneur qu'elle me fait en acceptant de présider ce jury.
- ❖ Je suis très honorée que **Mlle NEGADI Amina** Professeur au Département de Chimie Faculté des Sciences de l'Université Aboubekr Belkaïd Tlemcen pour avoir accepté d'examiner ce travail.
- ❖ Mes remerciements s'adressent également à **Mr SELLES Chaouki** Professeur au Département de Chimie Faculté des Sciences de l'Université Aboubekr Belkaïd Tlemcen pour l'honneur qu'il m'a fait en acceptant d'examiner ce travail.
- ❖ J'aimerais témoigner ma profonde reconnaissance à **Mr DAHMANE Otmane** Responsable Département Contrôle et Qualité de la cimenterie de Béni-Saf pour m'avoir initié aux techniques d'analyse et expliquer patiemment toutes les notions qui s'y rapportent.
- ❖ Je remercie également l'ensemble du personnel du laboratoire de la cimenterie de Béni-Saf.

Dédicaces

- ❖ Avec l'aide de Dieu, nous avons pu réaliser ce modeste travail que je dédie:
- ❖ A mes chers parents sur qui j'ai pu compter et me ressourcer d'affection et de bénédiction durant toute ma vie ;
- ❖ A toutes les personnes qui me sont chères ;
- ❖ A mes chers frères et ami(e)s qui m'ont beaucoup soutenu et encouragé.
- ❖ A tous qui m'ont aidé et m'ont aimé.

HADDOU Houria

TABLE DES MATIERES

RESUME.....	9
INTRODUCTION.....	11
CHAPITRE I	
GENERALITES SUR LA FABRICATION DU CIMENT	
1. Historique et origine de ciment.....	14
2. Le ciment : définition.....	14
3. Constituants de base de ciment.....	15
3.1 Matières premières	15
3.1.1 Calcaire	15
3.1.1.1 Calcaire dur	15
3.1.1.2 Calcaire mou (craie).....	15
3.1.2 Argile	15
3.2 Matériaux de correction	16
3.2.1 Minerai de fer (Fe_2O_3).....	16
3.2.2 Bauxite.....	16
3.2.3 Le calcaire sableux	16
3.2.4 Sable	16
3.2.5 Le gypse	16
3.3 Les matières secondaires : Ajouts	16
3.3.1 Pouzzolane	16
3.3.2 Le laitier	17
3.3.3 Les cendres volantes	17
3.3.4 Les schistes calcinés	17
3.3.5 Fumées de silice	17
3.3.6 Fillers	18
3.4 Produit semi –fini	18
4. Procédé de fabrication de ciment.....	19
4.1. Extraction et préparation des matières premières	20
4.2. La cuisson	23
4.3 Stockage du clinker	24
4.4 Broyage ciment	24

Comportement des mortiers à base d'un ciment portland et ciment composé de Béni-Saf dans un milieu agressif

4.5 Stockage ciment	25
5. Classification normalisée des ciments	25
6. La nomenclature du ciment	26

CHAPITRE II

METHODES D'ANALYSE ET CONTROLE DE QUALITE

1. Méthodes chimiques.....	28
1.1 Attaque par fusion alcaline	28
1.2 Attaque par acide	28
1.2.1 Dosage pour la détermination des oxydes	29
1.2.1.1 Détermination de l'oxyde de calcium (CaO)	29
1.2.1.2 Détermination de l'oxyde de magnésium (MgO)	29
1.2.1.3 Détermination de l'oxyde de fer (Fe ₂ O ₃)	30
1.2.1.4 Détermination de l'alumine (Al ₂ O ₃):	30
1.2.2 Détermination de la silice (SiO ₂) « NA 233 »	31
1.2.3 Détermination de la chaux libre CaO ₁	31
1.2.4 Détermination de la perte au feu (PAF) « NA 235 »	31
1.2.5 Détermination du pourcentage de SO ₃ :	32
1.2.6 Détermination des résidus insolubles « NA 236 »	32
1.2.7 Détermination de la teneur des alcalins (K ₂ O, Na ₂ O)	33
2. Méthodes physiques	33
2.1 Mesure de la surface spécifique par la méthode Blaine «NA 231»	33
2.1.1 But.....	33
2.1.2 Principe.....	33
2.1.3 Appareillage	34
2.1.4 Mode opératoire	34
2.2 Mesure de la densité « NA 229 »	35
2.2.1 But	35
2.2.2 Mode opératoire	35
2.3 Détermination du pourcentage des refus « NA 229 »	36
2.3.1 But	36
2.3.2 Mode opératoire	36
2.4 La consistance normale	37
2.4.1 Définition	37

Comportement des mortiers à base d'un ciment portland et ciment composé de Béni-Saf dans un milieu agressif

2.4.2 Pâte normale	37
2.4.3 Préparation de la pâte	38
2.4.4 Vérification de la consistance normale « NA 229 »	38
2.5 Essais de prise « NA 230 »	39
2.5.1 Définition	39
2.5.2 Principe de l'essai	39
2.5.3 Début de prise	39
2.5.4 Fin de prise	39
2.6 Prisomètre automatique multiple	40
2.7 Essai d'expansion « NA 232 »	40
2.7.1 Définition :	40
2.7.2 Mode opératoire	41
2.8 Essais mécaniques (flexion-compression) « NA 234 »	41
2.8.1 Définition	41
2.8.2 Préparation de mortier normal	41
3. Spectrométrie de fluorescence X.....	43
3.1. Définition	43
3.2. Principe	43
3.3 Application en Cimenterie	44

CHAPITRE III

PARTIE EXPERIMENTALE

1. Analyse chimique des deux types de ciments CPA et CPJ.....	46
1.1 Par voie chimique	46
1.2 Par fluorescence X	46
2. Analyse physique des deux types de ciments CPA et CPJ.....	47
3. Caractéristiques des solutions utilisées :	47
4. Préparation des solutions d'acide sulfurique(H_2SO_4) et d'acide Perchlorique ($HClO_4$):...48	
5. Préparation du mortier.....	50
6. Procédure expérimentale.....	50
7. Résistances chimique et mécaniques	51
7.1. Résistance à l'attaque chimique	51
7.2. Résistances mécaniques	52

CHAPITRE IV

INTERPRETATION DES RESULTATS ET CONCLUSION

1. Interprétation de l'analyse chimique des deux types de ciments CPA et CPJ :	54
2. Interprétation de l'analyse physique des deux types de ciments CPA et CPJ.....	54
3. Interprétation des Résultats relatifs à l'attaque chimique:.....	55
3.1. Résistance à l'attaque chimique des éprouvettes des mortiers de ciment CPA immergées dans différents milieux	55
3.2. Résistances à l'attaque chimique des éprouvettes des mortiers de ciment CPJ immergées dans différents milieux	56
4. Interprétation des Résultats relatifs à la compression	57
4.1. Résistances à la compression des éprouvettes des mortiers de ciment CPA immergées dans différents milieux	57
4.2. Résistances à la compression des éprouvettes des mortiers de ciment CPJ immergées dans différents milieux	57
5. Interprétation des Résultats relatifs à la flexion.....	58
5.1. Résistances à la flexion des éprouvettes des mortiers de ciment CPA immergées dans différents milieux	58
5.2. Résistances à la flexion des éprouvettes des mortiers de ciment CPJ immergées dans différents milieux	59
6. Observation visuelle des éprouvettes	61
CONCLUSION.....	64
BIBLIOGRAPHIE.....	65
ANNEXES.....	69

ABREVIATIONS

CPA-CEMI : Dénomination normalisée d'un ciment portland sans ajout.

CPJ-CEM II : Dénomination normalisé d'un ciment portland avec ajout.

C3S : Silicate tricalcique dénommé (alite), sa formule chimique est $3\text{CaO}, \text{SiO}_2$.

C2S : Silicate bi-calcique ou (bélite), sa formule chimique est $2\text{CaO}, \text{SiO}_2$.

C3A : Aluminates tricalciques ou (célite), sa formule chimique est $3\text{CaO}, \text{Al}_2\text{O}_3$.

C4AF : Ferro-aluminates tétra-calcique, de formule chimique est $4\text{CaO}, \text{Al}_2\text{O}_3, \text{Fe}_2\text{O}_3$.

E.D.T.A : Ethylène diamine tétra acétique.

PAF : Perte au feu.

SSB : Surface spécifique Blaine.

RI : Résidus insolubles.

E/C : Le rapport (eau/ ciment).

V : Les cendres volantes siliceuses.

W : Les cendres volantes calciques.

PZ : Pouzzolane naturelle.

NA : Normes algériennes.

NF : Normes françaises.

C : CaO .

S : SiO_2 .

P.E : poids d'échantillon.

PAN : Peroxyde azotique naphthol indicateur coloré de l'oxyde d'alumine.

LES FIGURES

Figure I.1 : La pouzzolane de Béni-Saf.

Figure I.2 : Nodules de clinker de Béni-Saf de taille environ 20 mm.

Figure I.3 : Micrographie de clinker montrant ses quatre phases cristallines principales.

Figure I.4 : La fabrication du ciment –les étapes principales du processus par voie sèche.

Figure I.5 : Gisement calcaire.

Figure I.6 : Gisement argile.

Figure I.7: Transport par dumpers.

Figure I.8: Transport par tapis.

Figures I.9: Hall de pré-homogénéisation.

Figure I.10 : Broyeur.

Figure I.11: Silos d'homogénéisation.

Figure I.12 : Préchauffeur.

Figure I.13: Four rotatif .

Figure I.14: Le refroidisseur.

Figure I.15 : Le clinker.

Figure I.16: Broyeur cuit.

Figure I.17: Silos de stockage de ciment.

Figure II.1 : Le perméabilimètre de Blaine.

Figure II.2 : L'entonnoir.

Figure II.3 : Un tamis de 90 μ .

Figure II.4 : Appareil alpine.

Figure II.5 : L'appareil de Vicat.

Figure II.6 : Le malaxeur.

Figure II.7 : L'aiguille de Vicat.

Figure II.8 :Prisomètre automatique multipostes.

Comportement des mortiers à base d'un ciment portland et ciment composé de Béni-Saf dans un milieu agressif

Figure II .9 : Aiguille Lechâtelier.

Figure II.10 : Chambre humide.

Figure II.11 : Malaxeur automatique.

Figure II .12 : Appareil à choc.

Figure II.13 : Moule cubique et prismatique.

Figure II .14 : Appareil de flexion.

Figure II.15 : Appareil de compression.

Figure II.16: Emission de fluorescence X.

Figure II.17:l'analyseur de FX.

Figure IV.1 : Résistances à l'attaque chimique de CPA en fonction de l'âge.

Figure IV.2 : Résistances à l'attaque chimique de CPJ en fonction de l'âge.

Figure IV.3 : Résistances à la compression de CPA en fonction de l'âge.

Figure IV .4 : Résistances à la compression de CPJ en fonction de l'âge.

Figure IV.5 : Résistances à la flexion de CPA en fonction de l'âge.

Figure IV .6 : Résistances à la flexion en fonction de l'âge.

Figure IV.7 : Etat d'éprouvette après immersion de 28 jours dans l'eau potable.

Figure IV.8 : Etat d'éprouvette après immersion de 28 jours dans H₂SO₄ à 2 %.

Figure IV.9 : Etat d'éprouvette après immersion de 28 jours dans H₂SO₄ à 6%.

Figure IV.10 : Etat d'éprouvette après immersion de 28 jours dans HClO₄ à 2%.

Figure IV.11 : Etat d'éprouvette après immersion de 28 jours dans HClO₄ à 6%.

LES TABLEAUX

Tableau I.1: Types de ciments et constituants.

Tableau II .1: La masse de ciment en fonction du pourcentage de la pouzzolane.

Tableau III.1 : Analyse chimique des deux types de ciment CPA et CPJ par voie chimique.

Tableau III.2 : Analyse chimique des deux types de ciment CPA et CPJ par fluorescence x.

Tableau III.3: Analyse physique des deux types de ciments CPA et CPJ.

Tableau III.4 : Résultats des masses de H_2SO_4 .

Tableau III.5: Résultats des volumes de H_2SO_4 .

Tableau III.6 : Résultats des masses de $HClO_4$

Tableau III 7 : Résultats des volumes de $HClO_4$

Tableau III.8: Résistance à l'attaque chimique des éprouvettes des mortiers de ciment CPA et CPJ immergées dans les différents milieux.

Tableau III.9: Résistances à la flexion et à la compression des éprouvettes des mortiers de ciment CPA immergées dans les différents milieux.

Tableau III.10: Résistances à la flexion et à la compression des éprouvettes des mortiers de ciment CPJ immergées dans les différents milieux.

RESUME

RESUME

Le ciment, produit stratégique et incontournable pour le développement de tout pays, est un liant de première importance. A cet effet, ses caractéristiques intrinsèques et les conséquences des milieux environnants sur ces dernières doivent être bien connues.

Pour ce faire, ce travail traite de l'étude de comportement des mortiers à base d'un ciment portland et ciment composé de Béni-Saf dans un milieu agressif.

Les caractéristiques physico-chimiques (surface spécifique Blaine, densité, pourcentage des refus, temps de prise, expansion et détermination des différents oxydes) ainsi que les essais de mesure de perte de masse (attaque chimique des milieux agressifs) et les résistances à la traction par flexion et à la compression aux différentes âges et pour différents milieux ont été déterminés durant notre séjour dans le laboratoire de la cimenterie de Béni-Saf.

Mots clés : mortier, ciment composé, ciment portland, milieu agressif, résistances, flexion, compression.

INTRODUCTION

INTRODUCTION

Les travaux de construction effectués dans des milieux agressifs posent des problèmes de durabilité dus aux attaques chimiques dont un des agents peut être l'acide.

Dans le but d'augmenter la banque des données, cette étude considère l'attaque acide sulfurique (H_2SO_4) et perchlorique ($HClO_4$) à différentes concentrations sur un mortier confectionné à partir d'un ciment composé ou un ciment portland, et de sable avec un rapport eau/ciment (E/C) égal à 0,5.

Après avoir effectué les essais d'identification des ciments (portland CPA et composé CPJ) selon les normes Algériennes et internationales , nous nous sommes intéressés à la mesure :

- De l'attaque chimique se traduisant par les variations de masse des échantillons ayant subi de différents séjours d'immersion dans des milieux agressifs de concentrations différentes en H_2SO_4 (à 2% et 6%) et en $HClO_4$ (à 2% et 6%).
- Des résistances mécaniques des mortiers à la traction par flexion et à la compression après leur immersion dans ces milieux agressifs au terme de 2, 7, 28 et 90 jours.
- Aussi, cette étude va nous permettre de comparer le degré de l'agressivité des deux acides et par suite savoir à partir de quelle concentration de ces acides les milieux présentent des dangers se traduisant par la perte de masse et diminution des résistances à la flexion et à la compression.

CHAPITRE I
GENERALITES SUR LA FABRICATION
DU CIMENT

1. Historique et origine de ciment :

Pendant la préhistoire et depuis l'antiquité, on utilisait de la terre argileuse comme liant pour maçonner les pierres. Lors de la construction des pyramides, les égyptiens utilisèrent un plâtre obtenu par cuisson d'un gypse [1].

Plus tard, les Grecs et les Romains furent les premiers à utiliser de la chaux; produit obtenu par la cuisson du calcaire, dans leur construction. Ils améliorèrent le liant en y ajoutant des pouzzolanes; particules très fines d'origine naturelle. Ils obtiennent ainsi le ciment romain [2].

Ce liant fut utilisé sans grandes modifications jusqu'à 1756, date à laquelle l'anglais Smeaton, lors de la construction du phare d'Eddystone, mélangea des chaux hydrauliques et des pouzzolanes, il obtint ainsi le premier liant artificiel, avec lequel il prépara un mortier qu'il présenta comme étant ainsi dur que la pierre de Portland (région située à la presqu'île du Dorsetshire près de Weymouth).

En 1817, l'ingénieur français Louis Vicat, suivi au début des années 1820 par Treussart ainsi que par Pavin de Lafarge, mettent au point les formules des ciments actuels, préparés dans des fours verticaux.

Les premières cimenteries apparaissent vers 1850; c'est-à-dire que le ciment est un matériau relativement récent.

L'industrie des ciments est vite devenue une industrie de masse traitant des quantités énormes de matériaux. De nos jours, la production mondiale dépasse largement le milliard de tonnes par année [2].

2. Le ciment : définition

Le ciment est une poudre minérale fine obtenue au terme d'un processus de fabrication très précis. Mélangée à de l'eau, cette poudre forme une pâte qui se fige et durcit, même sous l'eau. Selon la composition et la finesse de la poudre, les propriétés du ciment ne sont pas les mêmes [3].

En Algérie, la production de ciment est une industrie de base. L'état a consenti de très importants investissements pour le développement de la filière. Cependant, en raison de la forte demande accentuée par le programme de la relance économique (autoroutes, un million de logements, autres équipements publics), l'offre reste insuffisante, et pour remédier à cela les autorités ont décidé d'investir pour augmenter la capacité de production qui était de 11,6 millions de tonnes pour la porter à 17,6 millions de tonnes en 2012 [4].

3. constituants de base de ciment :

3.1 Matières premières :

Les matières premières nécessaires à la fabrication du ciment sont le calcaire et l'argile à des proportions variées. Les matières premières sont extraites des parois rocheuses d'une carrière à ciel ouvert par abattage à l'explosif ou par ripage au bulldozer. La roche est reprise par des dumpers vers un atelier de concassage.

3.1.1 Calcaire :

Le calcaire est généralement extrait de la carrière. Il peut rentrer dans des proportions allant jusqu'à 75 % de la masse totale du mélange cru [5].

Le calcaire est une roche sédimentaire produite par des organismes vivants ; par exemple les coquilles.

Le calcaire est formé essentiellement de calcite qui peut contenir plus de 99,9 % de CaCO_3 .

Les calcaires contiennent souvent des fossiles (débris de coquilles, de squelettes d'organismes coloniaux,...) qui sont liés par un ciment calcaire [6].

Le calcaire peut être identifié car il peut être dissout par les acides tels que l'acide chlorhydrique en solution ou par l'acide éthanoïque contenu dans le vinaigre ou encore par l'acide tartrique. Il forme alors de l'hydroxyde de calcium Ca(OH)_2 et du gaz carbonique CO_2 [7].

- On classe les calcaires comme suit :

3.1.1.1 Calcaire dur :

On attribue ce nom au calcaire contenant un minimum 80 % de CaCO_3 et un maximum de 5 % de MgCO_3 . Les calcaires durs sont imperméables à l'eau [8].

3.1.1.2 Calcaire mou (craie) :

Le calcaire mou contient un maximum de 90 % en CaCO_3 [9]. Les calcaires mous sont poreux, et perméables à l'eau.

3.1.2 Argile :

L'argile recouvre toutes les petites particules formées par les processus d'érosion ou d'altération des roches, c'est-à-dire aussi bien du sable (SiO_2), des oxydes (comme l'oxyde ferrique Fe_2O_3 qui donne la couleur rouge à certains sols), des carbonates comme la calcite, que tout autre minérale. Les argiles sont de bons catalyseurs [10].

3.2 Matériaux de correction :

Des correcteurs, minerai de fer qui apporte Fe_2O_3 , bauxite pour Al_2O_3 , calcaire pour CaO , sable pour SiO_2 sont ajoutés pour atteindre la composition souhaitée du cru et le gypse ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) qui est un retardateur de prise est broyé avec le clinker.

3.2.1 Minerai de fer (Fe_2O_3) :

Il existe des gisements de minerai de fer. A titre d'exemple les cimenteries de l'ouest Algérien sont alimentées par le minerai de Béni-Saf[9].

3.2.2 Bauxite :

La bauxite, minerai naturel utilisé pour produire l'aluminium, et l'un des éléments métalliques les plus abondants de la croûte terrestre. La bauxite extraite est transformée par affinage en alumine, qui est ensuite transformée en aluminium par électrolyse[11].

3.2.3 Le calcaire sableux :

Les calcaires sableux sont d'origine détritique. Leur composition est forte variable en fonction des roches dont elles sont issues. Ils contiennent beaucoup de silices [9].

3.2.4 Sable :

Le sable est fait de grains minéraux tous petits (pas plus de deux millimètres). C'est de la roche effritée par l'érosion [12].

3.2.5 Le gypse :

Le gypse est un minerai que l'on trouve dans la nature, c'est une substance blanche utilisée en cimenterie comme retardateur de prise du ciment [6,13].

3.3 Les matières secondaires : Ajouts

3.3.1 Pouzzolane :

La pouzzolane est une roche naturelle constituée par des scories (projections) volcaniques basaltiques ou de composition proche. Elle est généralement rouge ou noire, avec toutes les teintes intermédiaires, exceptionnellement grise [6].

La pouzzolane est constituée principalement par la silice, de l'alumine et d'oxyde de fer[14].



Figure I.1 : La pouzzolane de Béni-Saf.

La pouzzolane est deux types :

➤ **Pouzzolane naturelle :**

Produit d'origine volcanique essentiellement composé de silices, d'alumine et d'oxyde de fer et ayant naturellement des propriétés pouzzolaniques[9, 15].

➤ **Pouzzolane artificielle :**

Les pouzzolanes artificielles peuvent être obtenues à partir des argiles ayant subi un traitement thermique approprié pour leur assurer les propriétés pouzzolaniques[14, 9].

3.3.2 Le laitier :

Le laitier se compose principalement de silice (SiO_2), chaux (CaO), alumine (Al_2O_3) et d'oxyde de magnésium (MgO)[9].

3.3.3 Les cendres volantes :

Elles contiennent principalement de la chaux réactive (CaO), de la silice réactive (SiO_2) et de l'alumine (Al_2O_3).[9].

3.3.4 Les schistes calcinés :

Ce sont des schistes que l'on porte à une température d'environ 800 °C dans un four spécial. Finement broyés, ils présentent de fortes propriétés hydrauliques et aussi pouzzolaniques[9].

3.3.5 Fumées de silice :

Les fumées de silice sont un sous-produit de l'industrie du silicium et de ses alliages. Elles sont formées de particules sphériques de très faible diamètre (de l'ordre de 0,1 μm) [9].

3.3.6 Fillers :

Ce sont des constituants secondaires des ciments, donc ils ne peuvent jamais excéder 5 % en masse dans la composition du ciment [9].

3.4 Produit semi –fini :

Le clinker est un mélange de calcaire CaCO_3 (~75 %) et d'argile (~25 %) ayant subi une cuisson à 1450 °C au sein d'un long four métallique isolé par des briques réfractaires [16].

le clinker obtenu à la sortie du four à la suite de la cuisson des matières premières constituées principalement de calcaire, d'argile et de matières de correction, est un matériau hydraulique se présentant sous la forme de petits nodules très durs [13].



Figure I.2 : Nodules de clinker de Béni-Saf de taille environ 20 mm.

Ces nodules comportent quatre phases cristallines synthétisées lors de la cuisson par notation cimentière [16]:

- Silicate tricalcique également dénommé (alite), C_3S dont la formule chimique $3\text{CaO}, \text{SiO}_2$.
- Silicate bi-calcique ou (bélite), C_2S , de formule chimique $2\text{CaO}, \text{SiO}_2$.
- Aluminate tricalcique ou (célite) C_3A , de formule chimique $3\text{CaO}, \text{Al}_2\text{O}_3$.
- Ferro-aluminate tétra-calcique C_4AF , de formule chimique est $4\text{CaO}, \text{Al}_2\text{O}_3, \text{Fe}_2\text{O}_3$ [13].

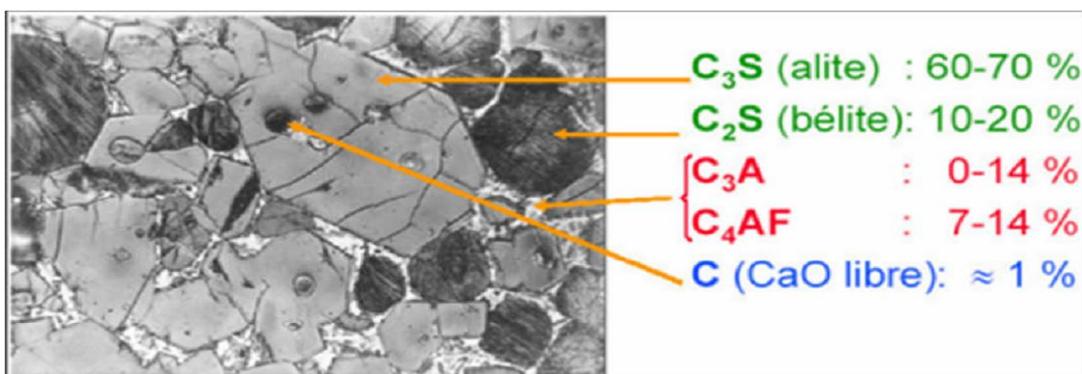


Figure I.3 : Micrographie de clinker montrant ses quatre phases cristallines principales [15].

CHAP. I/ GENERALITES SUR LA FABRICATION DU CIMENT

Le clinker contient encore en faible quantité, sous forme de solution solide ou pris dans des combinaisons complexes, des alcalis (Na_2O , K_2O), diverses traces de métaux [9].

Le clinker comporte également :

- La chaux libre provient de la décarbonation du calcaire. Elle ne doit pas se trouver à plus de 2 % dans le clinker afin d'éviter son expansion en présence d'eau [15].
- De l'oxyde de magnésium MgO , encore appelé périclase, qui non combiné peut être à l'origine d'une expansion par réaction avec l'eau, ce qui influe défavorablement sur la stabilité du ciment durci [9].

4. Procédé de fabrication de ciment :

La fabrication du ciment comporte tout d'abord une extraction du calcaire et de l'argile dans des grandes carrières, bien équipées mécaniquement [18].

Il existe quatre types de processus différents, la voie humide, la voie sèche, et deux processus intermédiaires appelés voie semi-humide et voie semi- sèche, et il y a des phases communes à tous ces processus [19].

Nous allons par la suite décrire la voie sèche car c'est la voie la plus utilisée et la plus économique.

Plan de processus de la cimenterie de Béni-Saf :

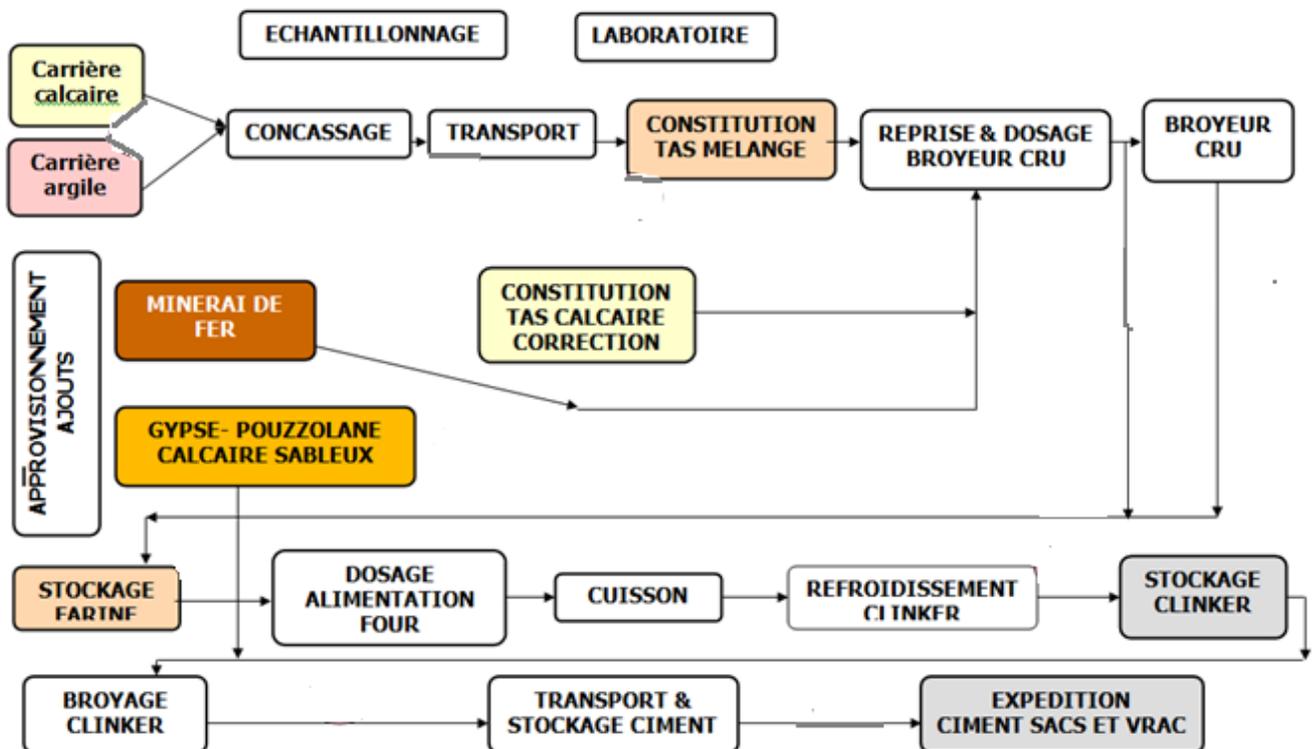


Figure I.4 : La fabrication du ciment –les étapes principales du processus par voie sèche.

4.1. Extraction et préparation des matières premières:

Le calcaire et l'argile sont extraits par manutention mécanique une fois la roche abattue à l'explosif ou par ripage au niveau de deux carrières [20].

Les blocs obtenus sont transportés vers l'atelier de concassage et réduits dans des éléments d'une dimension maximale de 25 mm. Ces concasseurs sont situés parfois sur les lieux même de l'extraction.



Figure I.5 : Gisement calcaire [21].



Figure I.6 : Gisement argile [22].

Le mélange (calcaire et l'argile) concassé est ensuite acheminé vers la cimenterie pour entamer la succession de phases qui le transforment en ciment. Ce transport se fait de diverses manières selon l'éloignement de la cimenterie [23].



Figure I.7: Transport par dumpers [24].



Figure I.8: Transport par tapis [25].

Arrivée à l'usine, le mélange concassé est stocké dans des hangars de préhomogénéisation[21]

.



Figures I.9: Hall de pré-homogénéisation [25].

CHAP. I/ GENERALITES SUR LA FABRICATION DU CIMENT

Le mélange préhomogénéisé corrigé avec différents ajouts (calcaire pur, fer, bauxite) est broyé dans un broyeur pour l'obtention d'une poudre fine, appelée cru ou farine, prête à la cuisson et Stockée dans des silos d'homogénéisation.



Figure I.10 : Broyeur [25].



Figure I.11: Silos d'homogénéisation[25].

4.2. La cuisson :

La farine avant d'atteindre le four, passe dans une tour appelée préchauffeur. Tout au long de son parcours jusqu'au four, la farine passe des cyclones obligeant la matière à circuler dans le sens opposé aux gaz chauds issus du four permettant une bonne homogénéisation des constituants et surtout une décarbonatation.

Les différentes phases de la cuisson sont les suivants :

- 1- vaporisation de l'eau à $t = 100^{\circ}\text{C}$
- 2- Départ de l'eau combinée des argiles à $t = 450^{\circ}\text{C}$
- 3- Dissociation de CaCO_3 (décarbonatation complète) à pression atmosphérique à $t = 894^{\circ}\text{C}$ selon :
$$\text{CaCO}_3 \rightleftharpoons \text{CaO} + \text{CO}_2$$
- 4- Combinaison de la chaux obtenue (CaO) avec les éléments argileux qui se sont dissociés ($\text{SiO}_2, \text{Al}_2\text{O}_3, \text{Fe}_2\text{O}_3$) $t = 1450^{\circ}\text{C}$ (clinkérisation) pour obtenir le clinker.



Figure I.12 : Préchauffeur [25]



Figure I.13: Four rotatif [25]

4.3 Stockage du clinker :

A la sortie du four, le clinker subit un refroidissement brutal appelé « trempe » dans un refroidisseur.



Figure I.14: Le refroidisseur [25]



Figure I.15 : Le clinker [26].

Le clinker (granules 0-----25 mm) à sa sortie du four et du refroidisseur est stocké pour être repris pour la fabrication du ciment.

4.4 Broyage ciment :

Le clinker additionné de gypse ($\text{CaSO}_4, 2\text{H}_2\text{O}$) comme retardateur de prise avec une proportion qui ne dépasse pas 5% et éventuellement de produit secondaires (pouzzolane, calcaire...) sont broyés dans des broyeurs ciment pour obtenir le produit fini qui est le ciment.



Figure I.16: Broyeur cuit [25]

4.5 Stockage ciment :

Le ciment fabriqué est ensuite stocké dans des silos et prêt à être vendu soit par sacs ou en vrac.



Figure I.17: Silos de stockage de ciment [25]

5. Classification normalisée des ciments :

La classification des ciments est faite de deux manières : soit d'après leur composition chimique, soit d'après leur classe de résistance [17].

CHAP. I/ GENERALITES SUR LA FABRICATION DU CIMENT

Tableau I.1: Types de ciments et constituants [27].

Designation	Notation	Clinker	Laitier de haut fourneau	Fumées de silice	Pouzzolanes naturelles	Cendres volantes		Schistes calcinés	Calcaires	Constituants secondaires
						Siliceuses	Calciques			
Ciment portland	CPA-CEM I	95-100	/	/	/	/		/	/	0-5
Ciment portland composé	CPJ-CEM II/A	80-94	6-20							
	CPJ-CEM II/B	65-79	21-35							
Ciment de haut fourneau	CHF-CEM III/A	35-64	36-65	/	/	/	/	/	/	0-5
	CHF-CEM III/B	20-34	66-80	/	/	/	/	/	/	0-5
	CHF-CEM III/C	05-19	81-95	/	/	/	/	/	/	0-5
Ciment pouzzolanique	CPZ-CEM IV/A	65-90	/	10-35			/	/	/	0-5
	CPZ-CEM IV/B	45-64	/	36-55			/	/	/	0-5
Ciment au laitier et aux cendres	CLC-CEM V/A	40-64	18-30	/	18-30		/	/	/	0-5
	CLC-CEM V/B	20-39	31-50	/	31-50		/	/	/	0-5

6. La nomenclature du ciment :

Une nomenclature régit le nom des ciments, afin de donner des indications sur sa composition, simplement à partir de son nom.

➤ Exemple du ciment de Béni-Saf :

CPJ - CEM II / A 42,5 R

- Le premier chiffre romain **II** indique le type de ciment.
- La lettre majuscule suivante **A** indique la proportion des constituants.
- Les chiffres **42,5** indiquent la classe de résistance.
- Enfin, la dernière lettre indique la résistance (soit **R** au jeune âge ou soit **N** normale).

CHAPITRE II
METHODES D'ANALYSE ET CONTROLE
DE QUALITE

1. Méthodes chimiques :

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 alcaline :

L'attaque par fusion alcaline est utilisée uniquement pour la matière non cuite ; c'est-à-dire le cru dont le mode opératoire est le suivant :

- On prend un creuset en platine propre et sec, et on dépose 1 g de matière crue puis on ajoute une mesure de carbonate double de sodium (le bicarbonate). On mélange et on couvre avec une deuxième mesure (jouant le rôle d'un fondant) , et on remet le couvercle en platine pour éviter de perdre notre matière au cours de la calcination dans le four à la température de 1000 °C pendant 20 minutes.
- Ensuite, on refroidit la base du creuset avec de l'eau distillée et puis on le met dans un bécher de 600 ml et on ajoute 20 ml de l'acide chlorhydrique (HCl) pur et un peu d'eau distillée.
- Une fois la matière enlevée du creuset, le faire sortir en le rinçant. On ajoute 10 ml de HCl et 15 ml d'eau distillée. On met le bécher dans le bain de sable jusqu'à évaporation à sec (le séchage complet) ; mais dans le laboratoire de la cimenterie, ils mettent sur la plaque chauffante pour réduire le temps.
- Enfin, On prépare une fiole de 500 ml et on filtre, et lavé plusieurs fois le filtre.
- Puis on complète la fiole jusqu'au trait de jauge avec de l'eau distillée pour le dosage des oxydes qu'ils seront détaillés dans le cas de l'attaque par acide et on recueille le filtre pour avoir la Silice.

1.2 Attaque par acide :

L'attaque par acide est utilisée pour la matière cuite ; à savoir le clinker et le ciment dont le mode opératoire [9] est le suivant :

- 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 baguette, 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.
- La solution chaude est filtrée dans une fiole jaugée de 500 ml puis on complète avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge et on recueille le filtre pour avoir la Silice.

1.2.1 Dosage pour la détermination des oxydes :

1.2.1.1 Détermination de l'oxyde de calcium (CaO) :

- Prendre 50 ml de la solution filtrée dans un bécher, et on ajoute 40 ml de NaOH à 2N pour maintenir un pH entre 12 et 13. On verse ensuite 15 ml de tri-éthanol-amine pour masquer le Fe_2O_3 et Al_2O_3 . On ajoute une pincée de l'indicateur coloré ; la calcéine qui donne une couleur verte.
- On titre avec E.D.T.A (éthylène diamine tétra acétique) jusqu'au la disparition complète de la couleur verte et l'apparition d'une couleur violette ; soit le volume V_{CaO} (ml) de l'E.D.T.A versé.

Le pourcentage du CaO est déterminé selon la formule suivante :

$$\% \text{ Cao} = V_{\text{Cao}} \times T_{\text{cao}}$$

Tel que :

% CaO : Le pourcentage de la chaux.

T_{cao} :Titre en Cao (son calcul est donné dans l'annexe 1).

V_{Cao} :Le volume d'EDTA nécessaire pour doser le Cao.

1.2.1.2 Détermination de l'oxyde de magnésium (MgO) :

- On prend 50 ml de la même solution, on lui ajoute 20 ml de tri-éthanol-amine ($C_6H_{15}O_3N$) et quelques gouttes d'indicateur de MgO qui donne une couleur violette.
- Verser ensuite 10 ml de NH_4OH pour avoir un pH de 10 à 11 et titrer avec l'E.D.T.A ; soit V_{Mgo} le volume d'E.D.T.A versé.

Le pourcentage d'oxyde de magnésium est déterminé selon la formule suivant :

$$\% \text{ MgO} = V_{\text{Mgo}} \times T_{\text{Mgo}}$$

Tel que :

% MgO : Le pourcentage de l'oxyde de magnésium.

T_{Mgo} :Titre en MgO (son calcul est donné dans l'annexe 1).

V_{MgO} : Le volume d'EDTA nécessaire pour doser le MgO.

1.2.1.3 Détermination de l'oxyde de fer (Fe_2O_3) :

- On prend 50 ml de la solution filtrée et on ajoute 3 gouttes de bromophénol.

Ensuite, on verse du NH_4OH jusqu'à l'apparition d'une teinte bleue fugitive. Le dépassement de la teinte bleue provoque la précipitation de l'oxyde d'alumine Al_2O_3 .

- On ajoute 20 ml de l'acide chlorhydrique HCl à N/10 pour obtenir le pH de 1,5 ; pour que le Fe_2O_3 soit le seul à être complexé, on ajoute 15 ml de solution pH 1,5, ajouter 15 à 20 gouttes d'acide salicylique qui donne une coloration violette.

Chauffer la solution jusqu'à 40-50 °C pour préciser le dosage de Fe_2O_3 .

- On titre avec E.D.T.A jusqu'à l'apparition de la couleur jaune ; soit $V_{Fe_2O_3}$ le volume d'E.D.T.A versé.

Le pourcentage de l'oxyde de fer est déterminé selon la formule suivante :

$$\%Fe_2O_3 = V_{Fe_2O_3} \times T_{Fe_2O_3}$$

Tel que :

$\%Fe_2O_3$: Le pourcentage de l'oxyde de fer.

$T_{Fe_2O_3}$: Titre en Fe_2O_3 (son calcul est donné dans l'annexe 1).

$V_{Fe_2O_3}$: Le volume d'EDTA nécessaire pour doser le Fe_2O_3 .

1.2.1.4 Détermination de l'alumine (Al_2O_3):

- On prend 50 ml de la solution ayant servie pour le dosage du fer, on ajoute l'acétate d'ammonium jusqu'au virage bleu à pH 3,6. Ensuite, on ajoute 5 ml d'acide acétique dont le pH se trouve fixé à 3,6.
- On ajoute 10 gouttes de complexonate de cuivre pour complexer l'alumine Al_2O_3 , puis ajouter 10 gouttes de peroxyde azotique naphthol (PAN) qui donne la couleur rose violacée.
- Laisser sur la plaque chauffante jusqu'à ébullition pour accélérer la vitesse de complexation de l'alumine.
- On titre ensuite avec l'E.D.T.A jusqu'au virage jaune persistant, la couleur violette réapparaît tant qu'il reste de l'alumine non complexée.

Le pourcentage de l'alumine est déterminé selon la formule suivante :

$$\% Al_2O_3 = V_{Al_2O_3} \times T_{Al_2O_3}$$

Tel que :

% Al₂O₃: Le pourcentage de l'alumine.

T_{Al₂O₃}: Titre en Al₂O₃ (son calcul est donné dans l'annexe 1).

V_{Al₂O₃}: Le volume d'EDTA nécessaire pour doser le Al₂O₃.

1.2.2 Détermination de la silice (SiO₂) « NA 233 » :

- On pèse un creuset en platine propre et sec (P₁). Ensuite, on met le papier filtre et son contenu dans le creuset et puis on laisse dans le four à température d'environ 1000 °C pendant 1 heure.
- Retirer le creuset et faire refroidir et on prend sa pesée (P₂).

Le pourcentage de la silice est déterminé selon la formule suivante :

$$\% \text{SiO}_2 = (P_2 - P_1) \times 100 / P. E$$

P.E : poids d'échantillon.

1.2.3 Détermination de la chaux libre CaO_L:

- On pèse 1 g de matière (clinker ou ciment), puis mettre dans un erlen propre et bien séché. Ajouter ensuite 50 ml d'éthylène glycol et on chauffe notre solution à 90 °C, puis on filtre (filtre moyen).
- On ajoute à la solution filtrée quelques gouttes de bleu de méthylène ; qui donne la couleur bleu et on titre avec HCl jusqu'à l'apparition de la couleur jaune.

Le pourcentage de la chaux libre est déterminé selon la formule suivante :

$$\% \text{CaO}_L = T \times V_{\text{CaO}_1}$$

T : titre de HCl.

1.2.4 Détermination de la perte au feu (PAF) « NA 235 » :

- On prend une capsule en platine propre et sèche puis on met 2 g de matière cuite.
On pèse l'ensemble ; soit P₁.
- Ensuite, On met la capsule en platine dans un four à moufle pour la calcination à température de 1000 °C pendant 1 heure.
- On sortie la capsule en platine et on la pèse froide ; soit P₂.

La P.A.F est déterminée selon la formule suivante :

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

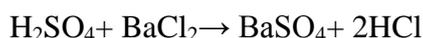
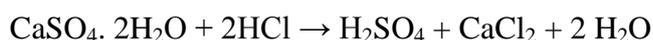
1.2.5 Détermination du pourcentage de SO₃:

- On pèse 1 g de matière (clinker ou ciment). Ensuite, on ajoute 20 ml d'eau distillée et 15 ml de HCl N/2. On porte à l'ébullition. Puis, on filtre cette solution dans un bécher (filtre rapide).
- On ajoute 15 ml de BaCl₂ (100 g/l) ; pour former un précipité de SO₃.
- Ensuite, on chauffe la solution et puis on la filtre (filtre lent). On pèse un creuset en platine propre et sec (P₁).
- Mettre le filtre et son contenu dans le creuset. Ensuite, on calcine au four à 1000 °C pendant 30 minutes puis retirer le creuset et laisser refroidir. On pèse (P₂).

Le pourcentage de SO₃ est donné par la formule suivante :

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

Vérification de la formule :



$$233,23 \text{ g} \rightarrow 80 \text{ g}$$

$$P_x \rightarrow m_{\text{SO}_3}$$

$$m_{\text{SO}_3} = P_x \times 80 / 233,23$$

D'où : %SO₃ = m_{SO₃}/masse d'échantillon ; avec : la masse d'échantillon = 1 g

Alors : %SO₃ = P_x × 100 × 80 / 233,23 = 34,3 × (P₂ - P₁) ; Tel que : P_x = P₂ - P₁

1.2.6 Détermination des résidus insolubles « NA 236 » :

- Après la première filtration du SO₃, et avant d'ajouter le BaCl₂ dans la solution (filtra), on retire le papier filtre et son contenu dans un bécher propre et on le déchire. Puis, on ajoute 5 g de bicarbonate de sodium et on verse 150 ml d'eau distillée. On laisse le bécher sur la plaque chauffante jusqu'à l'ébullition.
- Ensuite, on filtre la solution (filtre rapide) et puis on rince le papier filtre avec 25 ml de HCl et 25 ml d'eau distillée, on rince à nouveau avec de l'eau distillée pour débarrasser tous les chlorures présents sur le filtre.
- Ensuite, on pèse un creuset en platine propre et sec et on note (P₁). On met le papier filtre dans le creuset en platine et on met dans le four à température de 1000° C pendant 20 minutes.

- Puis on retire le creuset et on laisse le creuset se refroidit et puis on pèse le creuset et on note (P_2).

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

1.2.7 Détermination de la teneur des alcalins (K_2O , Na_2O) :

- On utilise le photomètre à flamme. On l'étalonne avec d'eau distillée puis on prend un bécher propre qu'on remplit avec notre solution contenue dans la fiole jaugée de 500 ml. Lire la valeur affichée sur le photomètre.

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 :

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

Coefficient de Na_2O et K_2O :

D'après la courbe d'étalonnage de photomètre à flamme, on détermine les coefficients suivants :

- Coefficient de Na_2O = 0,01578012.
- Coefficient de K_2O = 0,00237896.

2. Méthodes physiques :

2.1 Mesure de la surface spécifique par la méthode Blaine «NA 231» [9] :

2.1.1 But :

Détermination de la finesse du ciment ou bien le degré de broyage.

2.1.2 Principe :

La finesse du ciment est mesurée en observant le temps mis par un volume fixé d'air pour traverser un lit de ciment compact à une porosité spécifique à 0,5.

2.1.3 Appareillage :



Figure II.1 : Le perméabilimètre de Blaine.

2.1.4 Mode opératoire :

- On place la grille au fond de la cellule et on applique sur cette grille au moyen d'une tige à face intérieure pleine un disque neuf de papier filtre. Puis, on verse le liant dans la cellule en utilisant un entonnoir, en donnant quelques secousses à la cellule pour niveler la couche supérieure du liant.
- Ensuite placer sur celle-ci un autre disque neuf de papier filtre, et 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 et on retire le piston lentement.
- Roder la cellule et placer sur son ajustage en appliquant un léger mouvement de rotation pour répartition de la vaseline, on veuille 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 le niveau du liquide atteigne le trait supérieur. Fermer le robinet, mettre en marche un chronomètre sensible (cinquième de seconde) quand le niveau du liquide atteint le deuxième trait. On l'arrête quand le niveau atteint le troisième trait.
- on note le temps écoulait et la surface spécifique du Blaine.

Selon la formule suivante :

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

Avec :

S : Surface spécifique (cm²/ 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)

La masse à peser est déterminée en fonction du pourcentage de la pouzzolane ajouté.

Tableau II .1: La masse de ciment en fonction du pourcentage de la pouzzolane.

% Pouzzolane	Masse de ciment
10 %	2,97 g
15 %	2,95 g
20 %	2,88 g

2.2 Mesure de la densité « NA 229 » [28] :

2.2.1 But :

La détermination du poids réel du ciment rempli dans les sacs.

- Si la densité est supérieure à 1 ; donc le sac doit contenir plus que son poids réel de 50 kg.
- Si la densité est inférieure à 1 ; donc le sac doit contenir moins de 50 kg.

2.2.2 Mode opératoire :

On prend le poids du pot métallique vide (P₁). Avec un entonnoir, on remplit le pot avec du ciment non tassé, et on pèse (P₂)

La densité est donnée par la formule suivante :

$$\text{Densité} = P_2 - P_1$$



Figure II.2 : L'entonnoir.

2.3 Détermination du pourcentage des refus « NA 229 » [28] :

2.3.1 But :

La détermination du pourcentage des refus de ciment se fait après le broyage. Les refus sont déterminés pour contrôler l'état de fonctionnement du broyeur et le degré du broyage.

2.3.2 Mode opératoire :

On pèse 100 g de ciment. Ensuite, à l'aide d'un pinceau, on tamise sur un tamis de 90 μ .

Les particules au dessus du tamis représentant le pourcentage du refus.



Figure II.3 : Un tamis de 90 μ .

Au niveau de laboratoire de la cimenterie de Béni-Saf , on utilise l'appareil alpine qui nous donne le pourcentage de refus automatiquement.



Figure II.4 : Appareil alpine.

2.4 La consistance normale [9] :

2.4.1 Définition :

La consistance normale caractérise la propriété rhéologique des pâtes. Elle est déterminée par la méthode décrite par la norme « NA 229 » qui consiste en la détermination de la quantité d'eau qu'il faut ajouter à une quantité de ciment préalablement pesée pour obtenir une pâte ciment dite normale.

2.4.2 Pâte normale :

La pâte normale est une pâte de consistance normale ; c'est-à-dire telle qu'en opérant avec l'appareil de Vicat.



Figure II.5 : L'appareil de Vicat.

La lecture donnant l'épaisseur de la pâte restant entre l'extrémité de la sonde et le fond du moule quand celle-ci cesse de s'enfoncer sous son propre poids. Cette épaisseur doit être de $5 \text{ mm} \pm 1$.

2.4.3 Préparation de la pâte :

On pèse 500 g de ciment, on verse dans un récipient du malaxeur, puis on ajoute l'eau préalablement déterminée par des tâtonnements successifs de manière à réaliser la consistance normale.



Figure II .6 : Le malaxeur.

2.4.4 Vérification de la consistance normale « NA 229 » :

L'appareil de Vicat, est un plateau nu ayant été muni d'une sonde de consistance. Placer immédiatement le moule rempli de la pâte dans l'axe de la sonde, laisser descendre cette dernière perpendiculairement à la surface de 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. Conserver l'éprouvette dans l'armoire humide pour la détermination des temps de prise du ciment.

2.5 Essais de prise « NA 230 » [9] :

2.5.1 Définition :

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

2.5.2 Principe de l'essai :

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

2.5.3 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 ne s'enfonce pas jusqu'au fond c'est-à-dire s'arrête à une distance du fond du moule supérieure à $4 \text{ mm} \pm 1$.



Figure II.7 : L'aiguille de Vicat.

2.5.4 Fin de prise :

C'est le temps qui sépare le début de gâchage de ciment jusqu'au moment où la sonde portant l'aiguille ne s'enfonce plus dans la pâte.

L'essai de prise est normalement effectué sur un mortier normale, il peut être effectué sur pâte normale, il est exécuté sur éprouvette conservée dans une armoire humide. Cette méthode décrite précédemment n'est pas utilisée maintenant dans le laboratoire d'essais physiques de

la cimenterie de Béni-Saf, car il dispose d'un nouveau équipement appelé prisomètre automatique multiple.

2.6 Prisomètre automatique multiple [9] :

Le temps de prise d'un ciment ou d'un mortier est déterminé par l'observation de la pénétration d'une aiguille dans une pâte de consistance normalisée. Le prisomètre automatique CONTROLAB-PERIER permet d'effectuer cet essai de pénétration simultanément sur 6 moules gérés indépendamment les uns des autres. Durant l'essai, le prisomètre est piloté automatiquement par un micro ordinateur compatible fourni avec l'appareil.

Grace au logiciel installé sur cet ordinateur « application prisomètre », l'utilisateur peut rentrer les données de l'essai, lancer un essai de début et fin de prise, suivre son déroulement à l'écran sur une courbe.

Les résultats de pénétration (temps de début de prise, temps de fin de prise, courbe de la profondeur de pénétration en fonction du temps), sont automatiquement stockés dans un fichier à chaque pénétration. Quand les pénétrations d'un poste sont terminées l'impression d'un rapport d'essai est proposée. On peut alors relancer un nouvel essai sur le poste libéré.



Figure II.8 :Prisomètre automatique multipostes.

2.7 Essai d'expansion « NA 232 » [28] :

2.7.1 Définition :

Le moule d'expansion est de la forme cylindrique de 30 mm de diamètre et 30 mm de hauteur, constitués par une feuille de laiton (épaisseur 0,5 mm), comportant deux aiguilles longues de 15 cm (aiguilles Lechâtelier) soudées de chaque côté de la fente.

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



Figure II .9 : Aiguille Lechâtelier.

2.7.2 Mode opératoire :

- On met la pâte préparée sur une plaque de verre et on remplit le moule d'expansion, puis on couvre avec une deuxième plaque de verre.
- On conserve les aiguilles dans l'armoire humide pendant 24 heures.
- Ensuite, on enlève les aiguilles de l'armoire humide et on marque l'écartement entre les deux aiguilles, et les met dans un bain marie à température 100 °C pendant 3 heures.
- Ensuite, on mesure l'écart (pendant la confection du moule). La variation de l'écartement représente l'expansion à chaud.

2.8 Essais mécaniques (flexion-compression) « NA 234 » [28] :

2.8.1 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.

2.8.2 Préparation de mortier normal :

- On pèse 450 g de ciment, on introduit dans le récipient du malaxeur, et on ajoute 225 ml d'eau et on verse 1350 g de sable normalisé dans le malaxeur et on met le malaxeur en marche.
- Ensuite, on verse le mélange dans le moule à l'aide d'une spatule et on met le moule dans l'appareil à choc pour dégager les bulles d'air et on racle la surface du moule.
- Après, on met le moule dans la chambre humide pendant 24 heures.

CHAP. II/ METHODES D'ANALYSE ET CONTROLE DE QUALITE

- Ensuite on fait le démoulage et on conserve les éprouvettes dans des casiers remplis par l'eau ; pour faire la casse de 2 jours, 7 jours et même de 28 jours et 90 jours dans notre étude.



Figure II.10 : Chambre humide.



Figure II.11 : Malaxeur automatique



Figure II .12 : Appareil choc.



Figure II.13 : Moule cubique et prismatique.



Figure II.14 : Appareil de flexion.



Figure II.15 : Appareil de compression.

3. Spectrométrie de fluorescence X :

3.1. Définition :

La spectrométrie de Fluorescence X (SFX ou FX) ou en anglais X Ray Fluorescence (XRF) est une technique d'analyse élémentaire qui permet de :

- Qualifier les éléments chimiques présents dans un échantillon c'est-à-dire connaître les éléments constituant l'échantillon (exemple : Calcium, Silicium, Aluminium, Fer...)
- Quantifier les éléments présents c'est-à-dire connaître leur teneur (exemple : 70% de calcium, 8% de silicium...)

3.2. Principe :

Le faisceau de rayons X (radiations électromagnétiques de longueurs d'onde comprises entre 0,01 nm et 10,0 nm) vient exciter les atomes présents dans l'échantillon à analyser.

Sous cette influence, les électrons du cortège électronique peuvent être arrachés du niveau d'énergie E_X sur lequel ils sont situés. La place libre est alors susceptible d'être comblée par des électrons situés sur un niveau d'énergie supérieure E_Y ($E_X < E_Y$).

Ces transitions s'accompagnent de l'émission de photons (rayonnement de fluorescence).

Chaque transition d'un niveau d'énergie de départ vers un niveau d'énergie d'arrivée laisse vacant par l'électron éjecté une place et à chaque couche correspond une série de raies.

La figure II.16 suivante donne les différentes étapes du principe de fonctionnement de l'appareil de Fluorescence X :

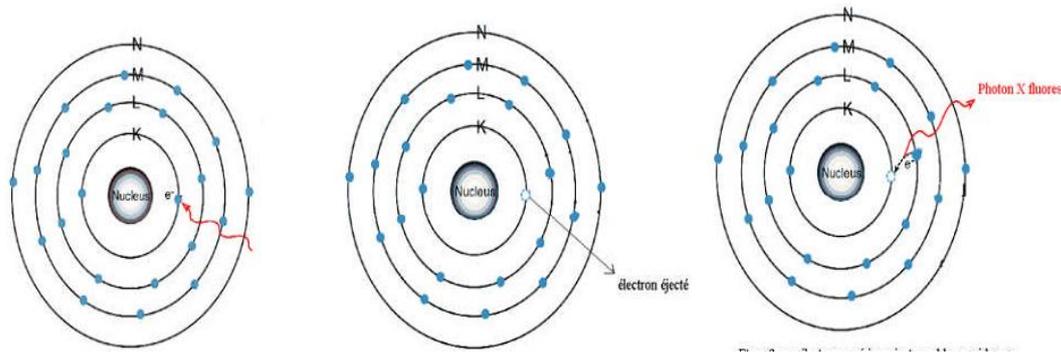


Figure II.16: Emission de fluorescence X

Etape 1 : bombardement de l'échantillon avec le faisceau de rayons x.

Etape 2 : éjection de l'électron et apparition d'un vide ; c'est l'état excité.

Etape 3 : un électron supérieur vient combler ce vide avec émission d'un photon x ; c'est la stabilisation.

3.3. Application en Cimenterie :

La spectrométrie de fluorescence X est une méthode d'analyse élémentaire c'est-à-dire qu'elle nous permet de déterminer les concentrations en éléments purs. Cependant, les éléments sont souvent présents sous la forme de composés. Il est donc souhaitable de connaître les pourcentages de ces composés plutôt que d'éléments comme c'est le cas de la détermination de la composition minéralogique des clinkers de cimenterie. Cette concentration en composés est calculée, en général par le logiciel d'analyse, à partir des concentrations en élément et des formules chimiques.



Figure II.17: l'analyseur de FX

CHAPITRE III
PARTIE EXPERIMENTALE

CHAP. III/ PARTIE EXPERIMENTALE

1. Analyse chimique des deux types de ciments CPA et CPJ:

1.1 Par voie chimique:

Ces analyses sont réalisées au laboratoire d'essais chimiques .

Les résultats obtenus qui correspondent à chaque type de ciment sont affichés dans le tableau ci- après :

Tableau III.1 : Analyse chimique des deux types de ciment CPA et CPJ par voie chimique.

Constituants	CPA	CPJ
% SiO ₂	19.42	24.52
% AL ₂ O ₃	5.67	5.70
% Fe ₂ O ₃	2.90	3.26
% CaO	60.87	54.12
% MgO	1.03	1.07
% K ₂ O	0.42	0.85
% Na ₂ O ₃	0.29	0.47
% SO ₃	2.64	2.02
% PF	3.00	2.11
% CaO _L	1.26	0.87
% RI	2.50	4.97

1.2 Par fluorescence X :

Les résultats obtenus par fluorescence X sur les deux types de ciment sont regroupés dans le tableau III.2 suivant :

Tableau III.2 : Analyse chimique des deux types de ciment CPA et CPJ par fluorescence X.

Constituants	CPA	CPJ
% SiO ₂	20.58	26.53
% AL ₂ O ₃	5.02	5.65
% Fe ₂ O ₃	3.51	3.25
% CaO	64.25	55.93
% MgO	0.73	1.04
% K ₂ O	0.48	0.58
% Na ₂ O ₃	0.20	0.48
% SO ₃	2.46	2.16

2. Analyse physique des deux types de ciments CPA et CPJ :

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

Les résultats des deux types de ciment sont donnés par le tableau III.3 suivant :

Tableau III.3 : Analyse physique des deux types de ciments CPA et CPJ.

Ciment			
Essais		CPA	CPJ
Temps de prise (min)	Début	132	170
	Fin	204	250
E/C (%) E : Eau (ml) C : consistance (mm)		22.0	25.60
S.S.B (Surface Spécifique Blaine) (cm ² /g)		3231	3670
Expansion à chaud (mm)		0.5	0.0
Refus	90 μ (%)	2.87	4.2
	45 μ (%)	17.24	18.02
Densité		1.014	1.037

3. Caractéristiques des solutions utilisées :

Les deux solutions sont deux acides minéraux : sulfurique (H₂SO₄) et perchlorique (HClO₄) à 2% et 6% respectivement.

- Caractéristiques d'acide sulfurique(H₂SO₄):

La provenance : PROLABO

La pureté : 95%

Masse molaire : 98.079 g/mol

La masse volumique : 1.84 g/cm³

- Caractéristiques d'acide perchlorique(HClO_4) :

La provenance : PROLABO

La pureté : 70%

Masse molaire : 100.46 g/mol

La masse volumique : 1.67 g/cm³

4. Préparation des solutions d'acide sulfurique(H_2SO_4) et d'acide Perchlorique (HClO_4):

On commence par calculer les volumes de H_2SO_4 et HClO_4 nécessaires à la préparation des solutions de 5L d'environ à 2% et 6% pour chacun acide.

Après tous les calculs des volumes nécessaires, on mesure ces volumes à l'aide d'une éprouvette.

On introduit ensuite ces volumes dans la fiole de 5L, et on complète jusqu'au trait de jauge avec l'eau distillée.

On laisse les solutions au repos afin d'être bien homogénéiser (une agitation sur agitateur magnétique est favorable). Ensuite, on les transpose dans les bidons, et on a ainsi les solutions désirées.

- **Le calcul de la masse H_2SO_4 :**

A titre d'exemple, pour une solution de 2% de H_2SO_4 , on a :

$$m_{\text{H}_2\text{SO}_4} / (m_{\text{H}_2\text{SO}_4} + m_{\text{H}_2\text{O}}) = 2\% = 0.02$$

$$m_{\text{H}_2\text{SO}_4} = 0.02 \times (m_{\text{H}_2\text{SO}_4} + m_{\text{H}_2\text{O}})$$

$$1\text{L d'eau} \longrightarrow \text{pèse environ } 1000 \text{ g}$$

$$5\text{L} \longrightarrow \text{pèse } 5000 \text{ g}$$

$$m_{\text{H}_2\text{O}} = 5000\text{g, donc :}$$

$$0.98 \times m_{\text{H}_2\text{SO}_4} = 100$$

$$m_{\text{H}_2\text{SO}_4} = 100 / 0.98 = 102.04 \text{ g}$$

$m_{\text{H}_2\text{SO}_4} = 102.04\text{g}$
--

De la même manière, on calcule $m_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ pour l'autre concentration, et on obtient ainsi le tableau suivant :

CHAP. III/ PARTIE EXPERIMENTALE

Tableau III.4 : Résultats des masses de H₂SO₄.

Concentration de H ₂ SO ₄ (%)	2	6
Masses calculées de H ₂ SO ₄ (g)	102.4	319.14

• **Le calcul du volume H₂SO₄ :**

A titre d'exemple, pour une solution de 2% de H₂SO₄, on a :

La masse volumique de H₂SO₄ est de 1.84 kg/l $\Rightarrow \rho = 1.84 \text{ g/cm}^3$

La pureté est de 95%

On a : dans 1L \longrightarrow 1.84Kg

$$m_{\text{H}_2\text{SO}_4} / (m_{\text{H}_2\text{SO}_4} + m_{\text{H}_2\text{O}}) = 0,02$$

Après tout calcul fait on trouve $m_{\text{H}_2\text{SO}_4} = 102,04\text{g}$ (calculé précédemment).

Pour une pureté de 95%, on peut écrire :

Dans : 100g (solution) \longrightarrow 95 g H₂SO₄

m (solution) \longrightarrow 102,4 g H₂SO₄

$$m(\text{solution}) = 107.41\text{g}$$

On a $\rho = m/v \longrightarrow V_{\text{H}_2\text{SO}_4} = m/\rho = 107.41/1.84 = 58.37 \text{ ml}$.

$$V_{\text{H}_2\text{SO}_4} = 58.37\text{ml}$$

Le tableau suivant donne les volumes calculés pour les deux concentrations:

Tableau III.5 : Résultats des volumes de H₂SO₄.

Concentration de H ₂ SO ₄ (%)	2	6
Volumes de H ₂ SO ₄ (ml) calculés	58.37	182.57

De la même manière, on calcul $m(\text{HClO}_4)$ et $V(\text{HClO}_4)$ pour les deux concentrations, et on obtient ainsi les deux tableaux suivants :

Tableau III.6 : Résultats des masses de HClO₄

Concentration de HClO ₄ (%)	2	6
Masse calculée de HClO ₄ (g)	102.4	319.14

On sait que :

La masse volumique de HClO₄ est de 1,67 kg/l $\Rightarrow \rho = 1.67 \text{ g/cm}^3$

La pureté est de 70%

Tableau . III 7 : Résultats des volumes de HClO₄

Concentration de HClO ₄ (%)	2	6
Volume calculé de HClO ₄ (g)	87.28	273.002

5. 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.

6. Procédure expérimentale:

Les échantillons d'essais sont des éprouvettes prismatiques (4×4×16 cm³).

Après démoulage des mortiers, ces éprouvettes sont divisées :

- Celles qui sont immergées dans des solutions de concentrations différentes (2 et 6 % en H₂SO₄, 2 et 6% en HClO₄) pour des séjours 2 ; 7 ; 28 et 90 jours.
- Et celles qui sont immergées dans l'eau potable pour des séjours 2 ; 7 ; 28 et 90 jours.

Le jour de l'essai, les parties attaquées des éprouvettes sont nettoyées avec de l'eau puis on les laisse sécher.

Après une demi-heure, on évalue :

- La résistance à l'attaque chimique selon la variation de masse par :

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

M1 et M2 étant respectivement les masses avant et après immersion dans le milieu considéré.

- Les résistances mécaniques à la compression et à la traction par flexion.

7. Résistances chimique et mécaniques :

Cette étude expérimentale nous a permis d'obtenir des résultats concernant l'estimation de la durabilité des mortiers à l'attaque chimique dans un milieu agressif à différents pourcentages d'acide H₂SO₄ et d'acide HClO₄ pour des séjours différents d'une part et d'autre part les résistances mécaniques à la compression et à la flexion.

A titre comparatif, les mêmes essais ont été effectués sur des échantillons témoins (le milieu est l'eau potable).

7.1 . Résistance à l'attaque chimique:

Les résultats relatifs à l'attaque chimique des éprouvettes sont donnés par le tableau III.8 suivant :

Tableau III.8: Résistance à l'attaque chimique des éprouvettes des mortiers de ciment CPA et CPJ immergées dans différents milieux.

Résistances à l'attaque chimique. milieu	variation de masse ΔM (%) pour CPA				variation de masse ΔM (%) pour CPJ			
	2j	7j	28j	90j	2j	7j	28j	90j
Eau potable	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Solution H ₂ SO ₄ à 2%	0.51	1.21	1.38	2.01	1.02	2.81	4.55	6.83
Solution H ₂ SO ₄ à 6%	1.17	4.50	10.20	12.53	2.09	5.89	17.30	20.47
Solution HClO ₄ à 2%	0.17	1.03	1.26	2.21	0.94	1.70	2.09	4.35
Solution HClO ₄ à 6%	1.22	2.42	4.73	6.14	1.73	3.55	7.26	9.06

CHAP. III/ PARTIE EXPERIMENTALE

7.2. Résistances mécaniques:

Les résultats des résistances à la flexion et à la compression aux âges 2, 7, 28 et 90 jours des éprouvettes immergées dans l'eau potable (témoins) et de celles immergées dans les quatre solutions (H_2SO_4 à 2% et 6% et $HClO_4$ à 2% et 6%) sont fournis par les tableaux III.9 et III.10 suivants :

Tableau III.9: Résistances à la flexion et à la compression des éprouvettes des mortiers de ciment CPA immergées dans différents milieux.

Résistances milieux	Résistance à la flexion (MPa)				Résistance à la compression (MPa)			
	2j	7j	28j	90j	2j	7j	28j	90j
Eau potable	4.27	5.26	5.93	6.23	17.12	29.68	49.37	52.8
Solution H_2SO_4 à 2%	3.94	5.15	7.69	9.15	15.94	21.25	38.43	40.16
Solution H_2SO_4 à 6%	4.08	3.87	3.82	2.48	14.50	14.37	12.50	10.22
Solution $HClO_4$ à 2%	3.96	5.26	7.54	8.90	14.37	26.30	43.70	46.09
Solution $HClO_4$ à 6%	3.82	5.01	6.85	7.92	13.43	25.00	37.50	40.25

Tableau III.10: Résistances à la flexion et à la compression des éprouvettes des mortiers de ciment CPJ immergées dans différents milieux.

Résistances milieux	Résistance à la flexion (MPa)				Résistance à la compression (MPa)			
	2j	7j	28j	90j	2j	7j	28j	90j
Eau potable	4.06	6.23	7.75	9.32	16.56	34.37	48.43	52.87
Solution H_2SO_4 à 2%	3.62	6.02	6.20	7.71	13.50	30.46	38.40	41.65
Solution H_2SO_4 à 6%	3.96	3.74	3.22	2.36	14.62	12.50	10.62	8.44
Solution $HClO_4$ à 2%	4.02	6.08	6.25	7.87	15.31	31.25	38.75	40.88
Solution $HClO_4$ à 6%	3.81	5.17	5.83	6.92	13.75	28.12	36.25	38.76

CHAPITRE IV
INTERPRETATION DES RESULTATS ET
CONCLUSION

1. Interprétation de l'analyse chimique des deux types de ciments CPA et CPJ :

La composition chimique est un facteur déterminant pour la résistance des ciments aux agents agressifs.

- Les résultats se trouvent dans les fourchettes de la norme Algérienne NA«442» (voir Annexe II).
- L'addition du pouzzolane augmente le pourcentage des oxydes (SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , MgO , K_2O , Na_2O_3), et en conséquence le taux de SO_3 diminue (voir Tableau III.1).
- On voit que le pourcentage en teneur d'anhydride sulfurique (SO_3) est inférieur à 4% ;ceci est conforme à la norme NF EN 197-1.
- Le pourcentage de silice (SiO_2), pour CPA et CPJ, est inversement proportionnel au pourcentage de chaux (CaO) car il dépend de la matière ajoutée pouzzolane (voir Tableau III.1).
- La perte au feu (PAF) dépend aussi de la matière ajoutée, quand l'ajout est la pouzzolane comme c'est le cas de CPJ ; la perte au feu est moins importante par rapport au CPA (voir Tableau III.1).
- Le pourcentage de MgO , dans les deux ciments est inférieur à 2% Ceci est dû à la matière première qui ne contient pas beaucoup de magnésium (voir Tableau III.1).

2. Interprétation de l'analyse physique des deux types de ciments CPA et CPJ :

Les résultats d'analyse sont conforme à la norme Algérienne NA « 442 ». Cependant, nous notons ce qui suit :

- La consistance normalisée (E/C) diffère d'un ciment à l'autre (sans ou avec l'ajout de pouzzolane); ce qui va se traduire sur le temps de prise qui reste conforme à la norme NA « 442 » (voir Annexe II).
- On note que l'ajout de pouzzolane dans le ciment augmente le temps de début et fin de prise (voir Tableau III.3).
- Les ciments se présentent sous forme de poudre finement divisée. Cette finesse est une caractéristique importante car lors du gâchage, plus la surface de ciment en contact avec l'eau est grande plus l'hydratation est rapide et complète.
- Les surfaces spécifiques par la méthode de Blaine diffèrent d'un ciment à l'autre tout en restant dans les fourchettes de la norme NA « 442 » (voir Tableau III.3).

CHAP. IV/ INTERPRETATION DES RESULTATS ET CONCLUSION

- Concernant l'expansion à chaud, nos résultats, pour les deux ciments sont conformes à la norme « NA 232 » qui mentionne qu'elle ne doit pas dépasser 1 mm (voir Tableau III.3).
- Concernant le refus sur tamis 90 μm , il est acceptable pour les deux ciments suivant la norme EN 459-1 qui exige un refus inférieur à 15 % (voir Tableau III.3).

3. Interprétation des Résultats relatifs à l'attaque chimique:

3.1. Résistance à l'attaque chimique des éprouvettes des mortiers de ciment CPA immergées dans différents milieux :

Les résultats de la variation de la résistance à l'attaque chimique des mortiers en fonction du temps sont représentés sur la figure ci-dessous.

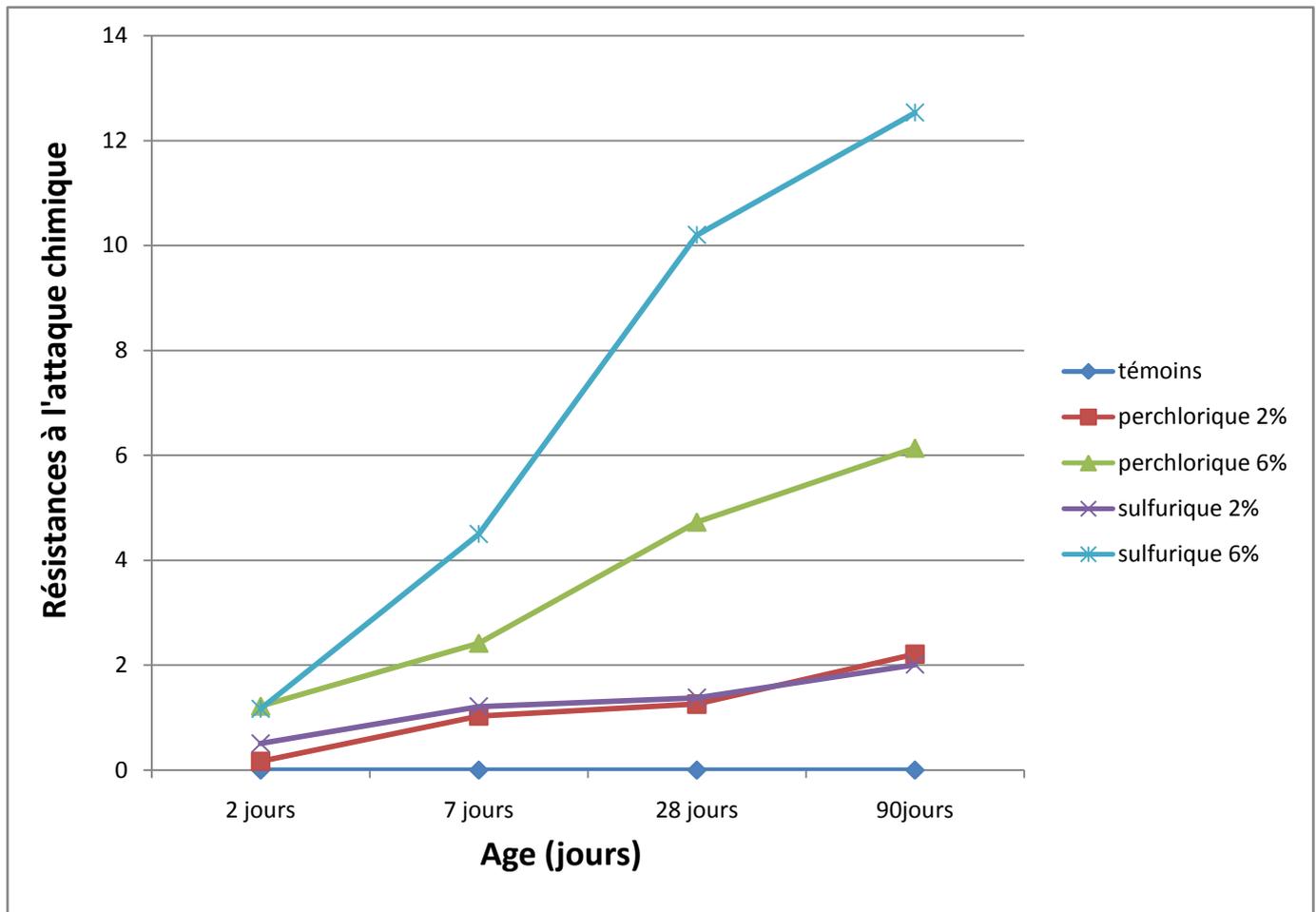


Figure IV.1 : Résistances à l'attaque chimique de CPA en fonction de l'âge.

3.2. Résistances à l'attaque chimique des éprouvettes des mortiers de ciment CPJ immergées dans différents milieux :

Les résultats de la variation de la résistance à l'attaque chimique des mortiers en fonction du temps sont représentés sur la figure ci-dessous.

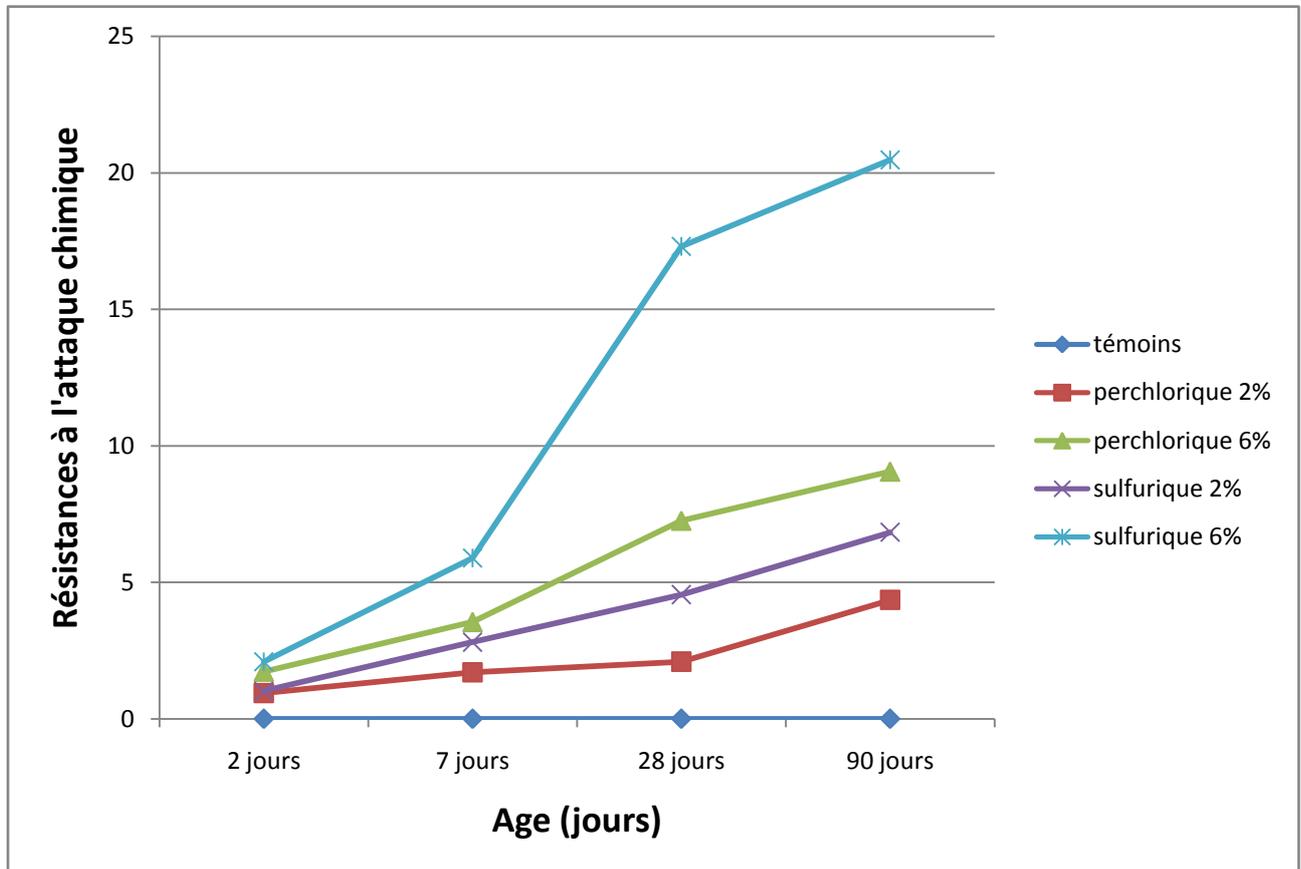


Figure IV.2 : Résistances à l'attaque chimique de CPJ en fonction de l'âge.

On remarque que les résistances à l'attaque chimique en fonction de l'âge des mortiers conservés dans les deux acides à différentes concentrations évoluent progressivement dans le temps surtout pour l'acide sulfurique à 6% une évolution rapide.

L'apparition de la couche blanche sur les éprouvettes annonce le début de dépôt de composés expansifs provoquant ainsi l'expansion et l'éclatement du mortier.

mais pour les mortiers conservés dans l'eau potable, on a une stabilisation.

Ce qui veut dire que les agents agressifs contenus dans les acides réagissent avec les phases hydratées du mortier en provoquant une déstabilisation.

4. Interprétation des Résultats relatifs à la compression:

4.1. Résistances à la compression des éprouvettes des mortiers de ciment CPA immergées dans différents milieux :

Les résultats de la variation de la résistance à la compression des mortiers en fonction du temps sont représentés sur la figure ci-dessous.

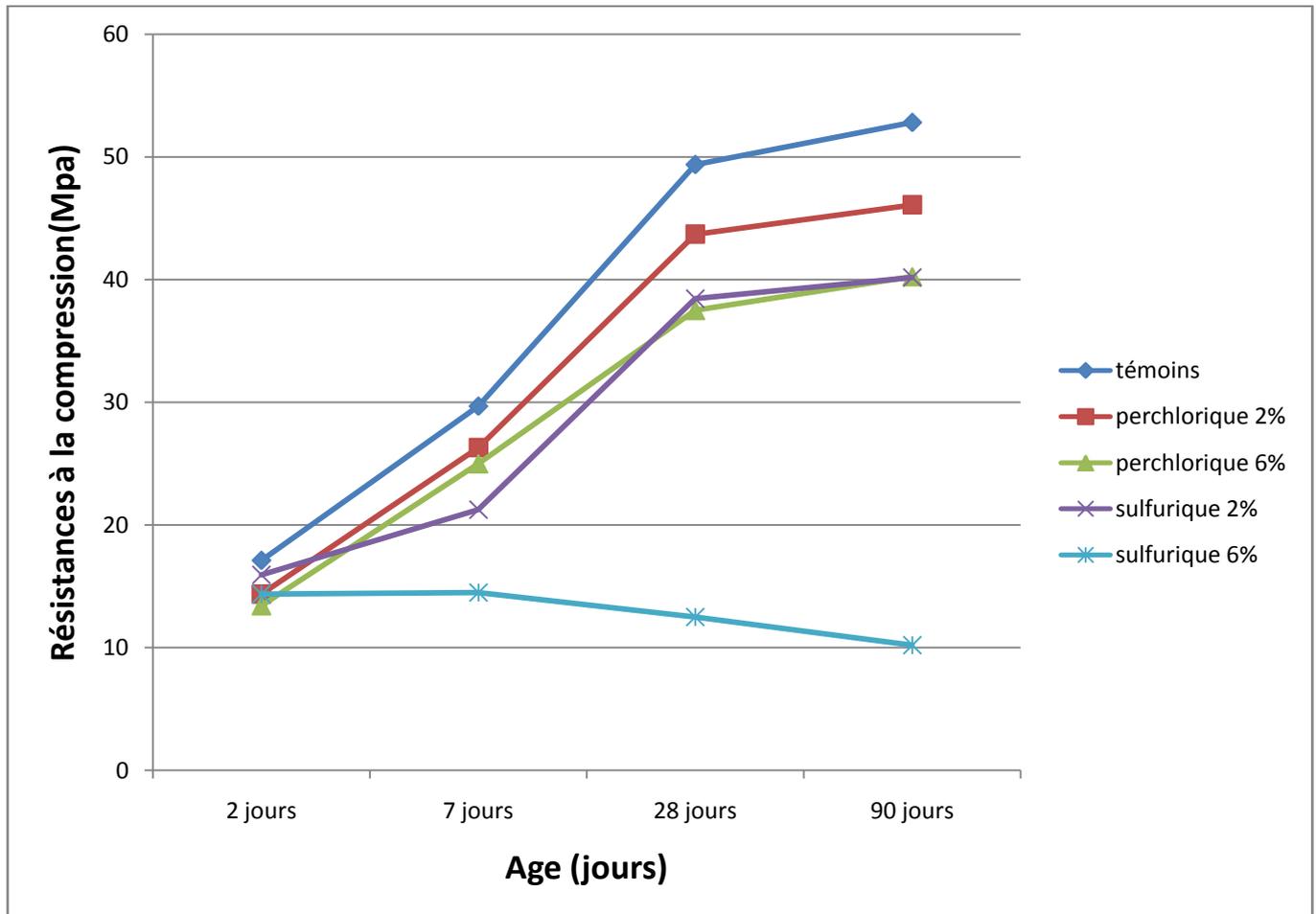


Figure IV.3 : Résistances à la compression de CPA en fonction de l'âge.

4.2. Résistances à la compression des éprouvettes des mortiers de ciment CPJ immergées dans différents milieux :

Les résultats de la variation de la résistance à la compression des mortiers en fonction du temps sont représentés sur la figure ci-dessous.

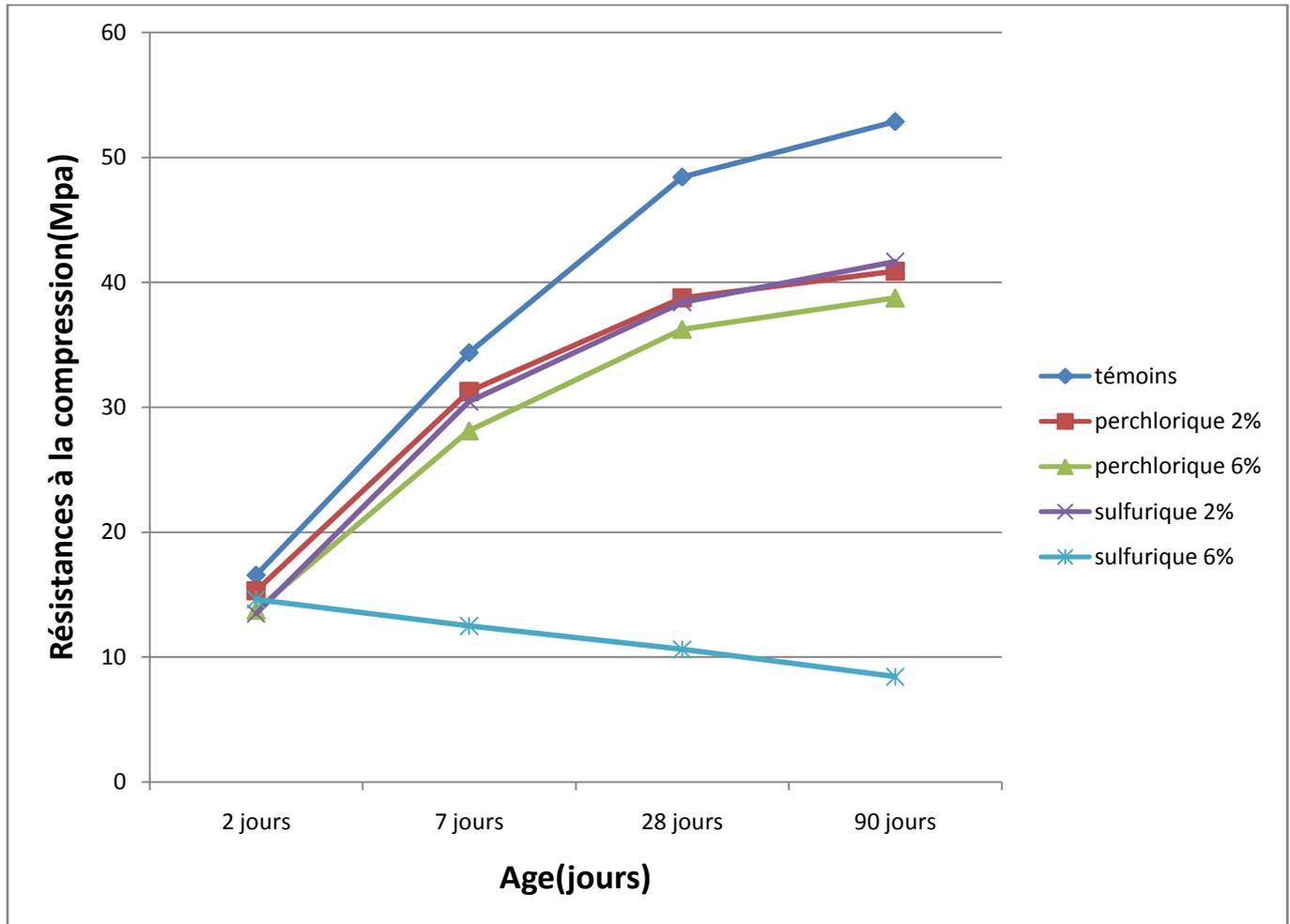


Figure IV .4 : Résistances à la compression de CPJ en fonction de l'âge.

5. Interprétation des Résultats relatifs à la flexion:

5.1. Résistances à la flexion des éprouvettes des mortiers de ciment CPA immergées dans différents milieux :

Les résultats de la variation de la résistance à la flexion des mortiers en fonction du temps sont représentés sur la figure ci-dessous.

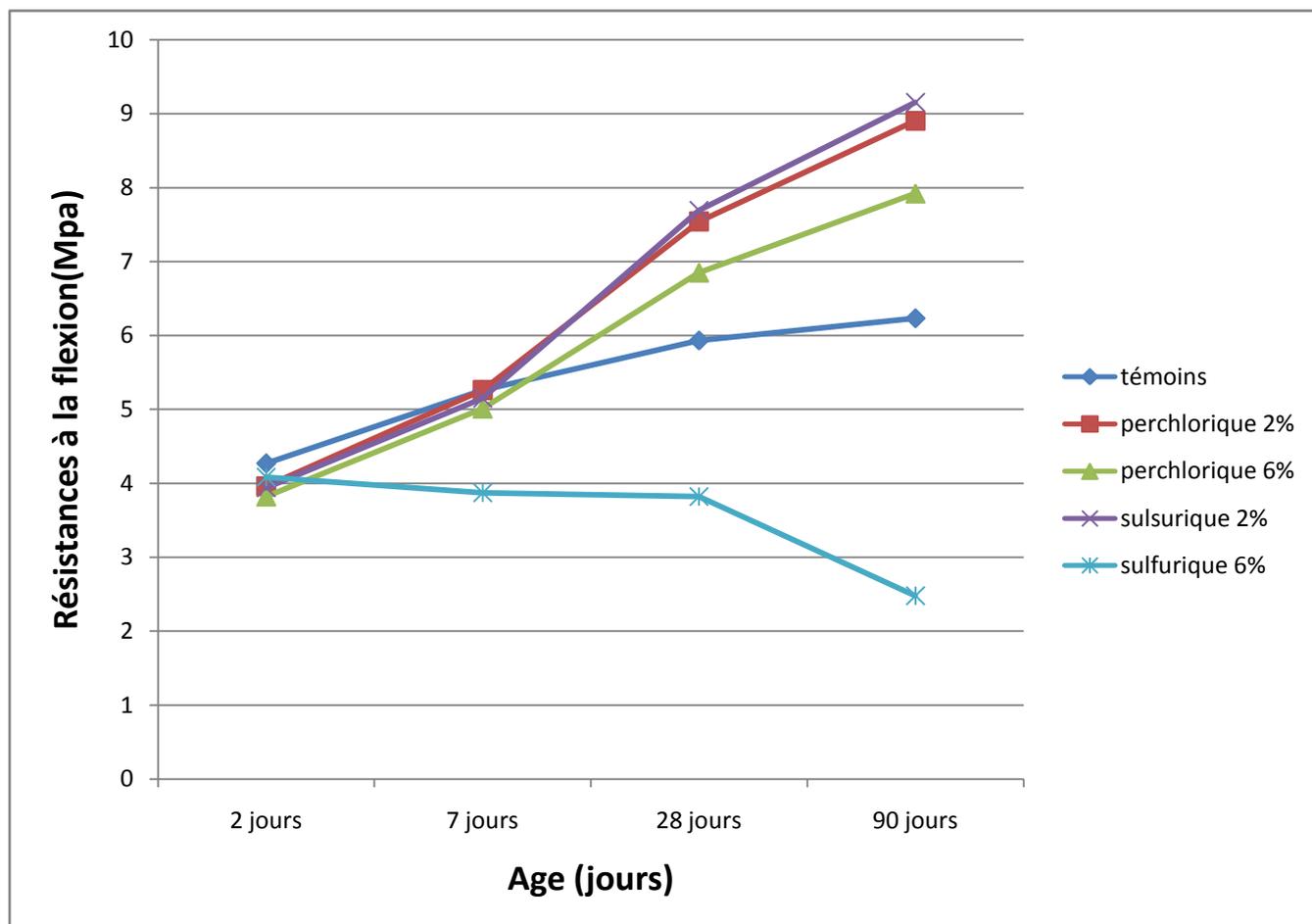


Figure IV.5 : Résistances à la flexion de CPA en fonction de l'âge.

5.2. Résistances à la flexion des éprouvettes des mortiers de ciment CPJ immergées dans différents milieux :

Les résultats de la variation de la résistance à la flexion des mortiers en fonction du temps sont représentés sur la figure ci-dessous.

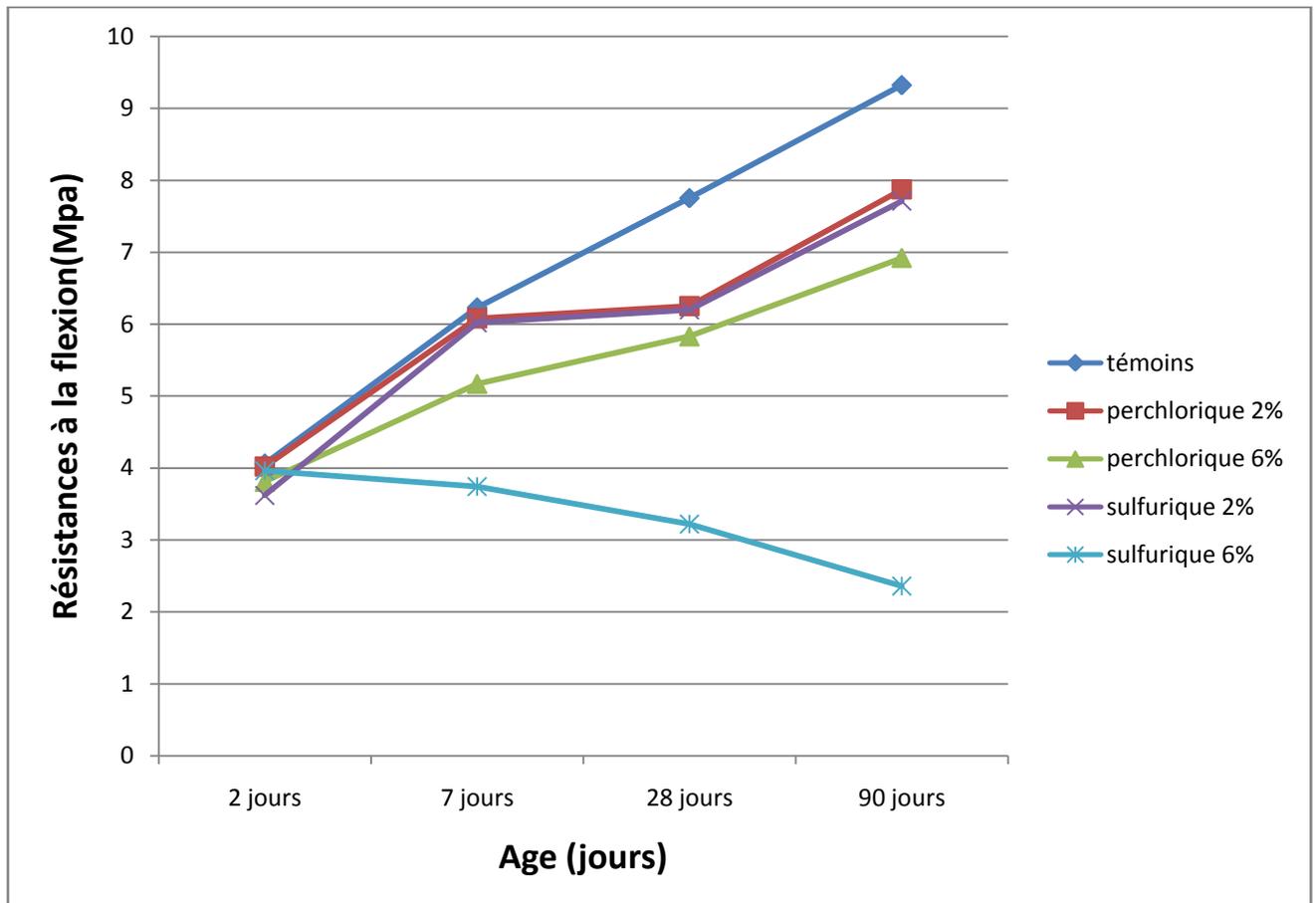


Figure IV .6 : Résistances à la flexion de CPJ en fonction de l'âge.

- L'analyse des courbes montre qu'il y a une augmentation de la résistance à la flexion et à la compression pour les quatre milieux (témoins ; sulfurique 2% ; perchlorique 2% ; perchlorique 6%),

Sauf que pour l'acide sulfurique à 6% il y a une diminution de la résistance à la flexion et à la compression.

6. Observation visuelle des éprouvettes :

L'attaque chimique des éprouvettes étant illustrée sur les figures (IV.7) à (IV.11) suivantes :

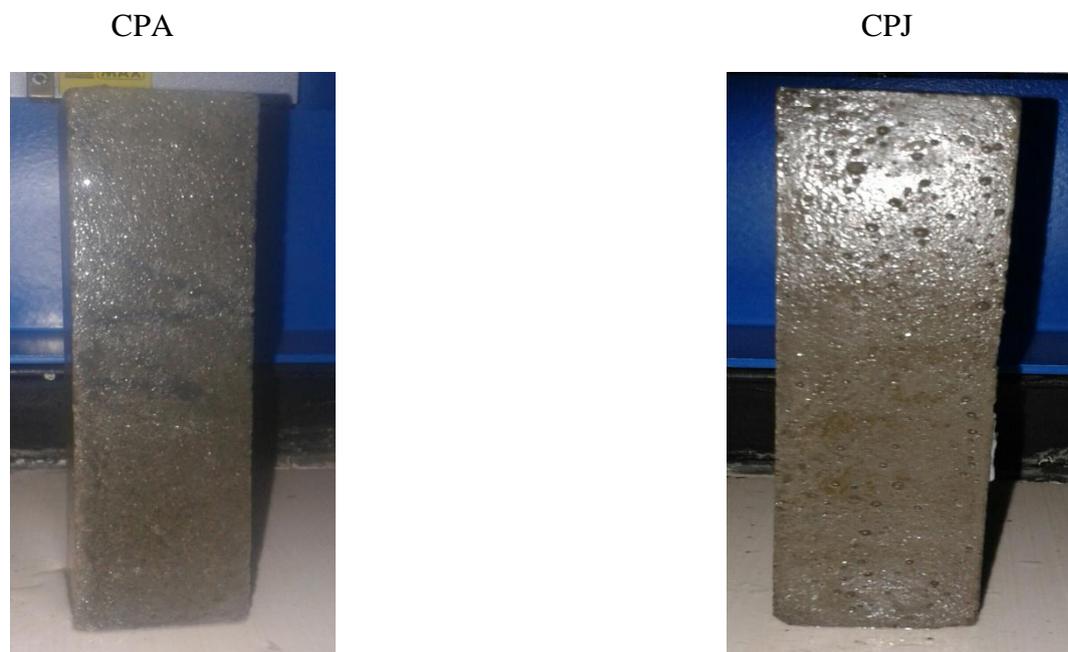


Figure IV.7 : Etat d'éprouvette après immersion de 28 jours dans l'eau potable.



Figure IV.8 : Etat d'éprouvette après immersion de 28 jours dans H_2SO_4 à 2 %.



Figure IV.9 : Etat d'éprouvette après immersion de 28 jours dans H_2SO_4 à 6 %.

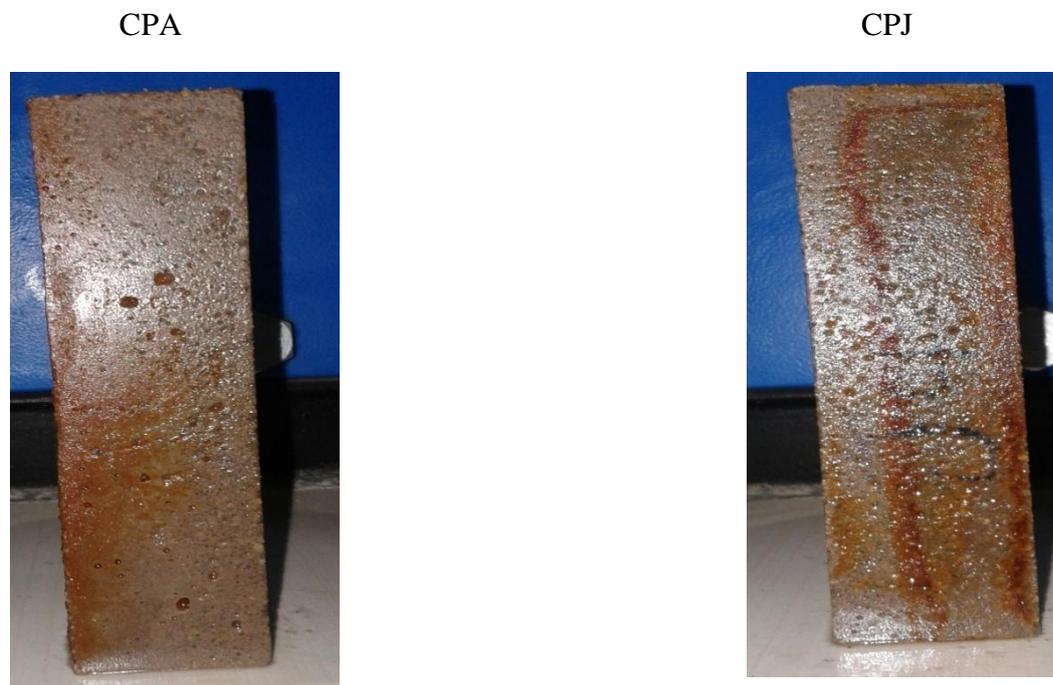


Figure IV.10 : Etat d'éprouvette après immersion de 28 jours dans $HClO_4$ à 2%.

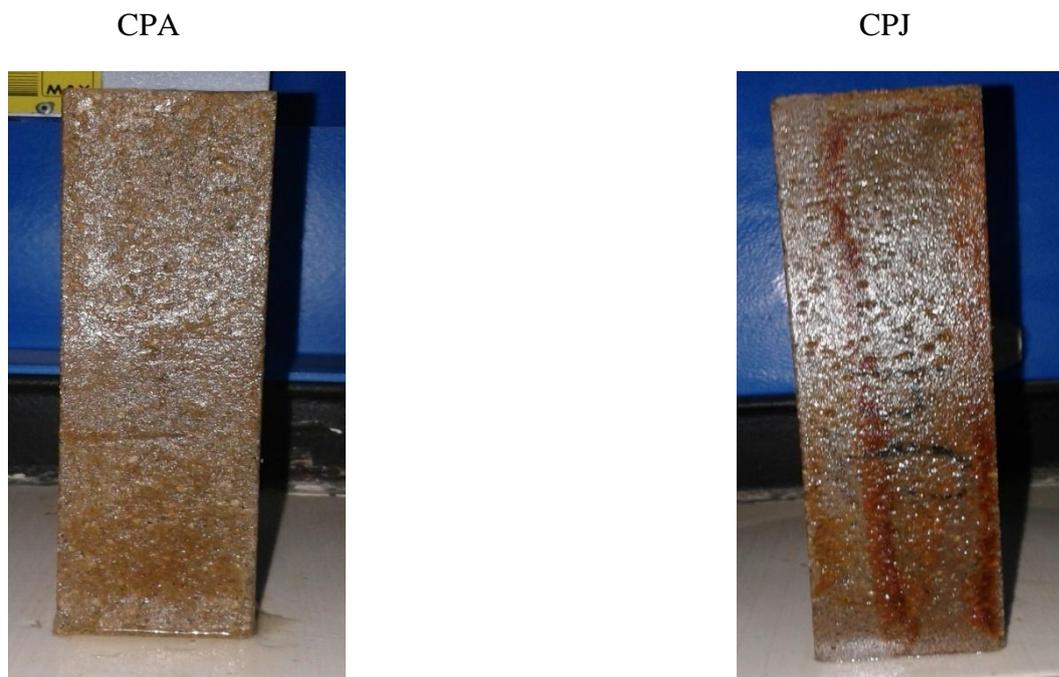


Figure IV.11 : Etat d'éprouvette après immersion de 28 jours dans HClO_4 à 6%.

CONCLUSION :

Les résultats obtenus dans cette étude nous ont permis d'aboutir aux conclusions suivantes :

- Les caractéristiques des deux ciments ont été déterminées en utilisant les méthodes classiques physico-chimiques.
- les résistances à la flexion et à la compression sont sensibles aux milieux dans lesquels les éprouvettes ont été conservées ;
 - Evolution des résistances à la flexion et à la compression pour les mortiers immergés dans l'eau potable, et l'acide sulfurique à 2% et l'acide perchlorique à (2 et 6%).
 - Diminution appréciable de ces résistances pour les mortiers immergés dans l'acide sulfurique à 6%.
- l'importance du degré d'agressivité du milieu acide sur la durabilité des mortiers. Nous constatons qu'il y a une altération totale des éprouvettes et une perte de masse importante accompagnée par un changement de coloration qui est dû aux réactions chimiques entre le liant hydraulique et les milieux acides.

L'attaque chimique, constatée visuellement, est beaucoup plus significative pour les éprouvettes immergées dans l'acide sulfurique à 6%.

- les conséquences de l'attaque par les acides peuvent être très importantes. D'abord, la formation de produits expansifs entraîne bien souvent des problèmes de fissuration et d'altération du béton. Par la suite la dissolution de ces produits, ce qui influe sur la résistance.
- L'ensemble de ces effets peut éventuellement réduire significativement la durée de vie des ouvrages en béton.
- Il reste à suivre l'évolution de ces altérations pour des durées d'immersion plus longues afin de suivre leur comportement.
- En plus de ces résultats obtenus, cette étude m'a donnée l'occasion pour pénétrer le monde du travail à l'aide du séjour pratique effectué au sein du laboratoire de la cimenterie de Béni-Saf. Nous les remercions très vivement.

BIBLIOGRAPHIE

BIBLIOGRAPHIE

- [1] :Le site web : www.perso.médiafiltre.com/web/master_gp/ciment.ntm. Mai 2015.
- [2] : **Y. Chérait, Z. Nafa**,« Elément de matériaux de construction et essai », Direction de la publication universitaire de GUELMA ; 2007.
- [3] :Le site web : <http://www.vicat.fr/fr/Activites/Ciment/Qu-est-ce-que-le-ciment>. Juin 2015.
- [4] : **A. C. D. E** ; Production et perspective, Rapport de gestion, Exercice 2009, Mai 2010, 112 p.
- [5] :**Christophe Charron** « L'industrie du ciment ; Données générales. Ecole thématique « matériaux cimentaires », 21 au 24 septembre 2008, Holcim, P.17-69.
- [6] : **Amina Sidi Aïssa, Leila Sidi Yakoub**« Optimisation du taux des incuits pour la fabrication de ciment CPj CEM I A/42,5 », Diplôme DEUA en chimie industrielle, Département de chimie, Université Abou-BakrBelkaïd, 2007/2008, P.4.
- [7] : **BoucifBelhachemi, Nasr Eddine Hassaïne** « Etude d'un milieu agressif acide sur un mortier à base de ciment composé », Communication Science &Technologie (COST) N°10 Janvier 2012, P37-44.
- [8] : **Fatima Zahra Hasni, Ahmed El-Bouslemti** « Influence de la composition minéralogique du clinker sur la qualité de ciment », Diplôme DEUA en chimie industrielle, Département de chimie, Université Abou-BakrBelkaïd, 25 novembre 2007, P.7-8.
- [9] :**Mohammed Amine Benhadda** « La durabilité du mortier à base de ciment de Béni-Saf vis-à-vis de milieux basiques NaOH et NH₄OH », Diplôme d'ingénieur d'état en chimie industrielle, Génie des procédés, Université Abou-BakrBelkaïd, 2011/2012, P.2-13.
- [10] : **Claudine Noguera** « Les argiles ». CNRS-UPMC Institut des Nanosciences de Paris, UMR 7588,140 rue de Lourmel, 75015 Paris, France, des nanomatériaux modernes, au passé millénaire, N° 2, 2010, P.98-101.
- Claudine.noguera@insp.jussieu.fr.

Comportement des mortiers à base d'un ciment portland et ciment composé de Béni-Saf dans un milieu agressif

[11] : **Rio Tinto Alcan** «Navire d'déchargeant de l'aluminium ». Colombie-Britannique, www.riotintoalcan.com . Date de consultation (02/2013).

[12] : **Pablo Picasso**. Dossiers rallye, N°5, France, 11 novembre 2004.

[13] : **Abdelkader Ameer** « Influence de l'ajout pouzzolane sur la résistance du ciment de la cimenterie de Saïda », Diplôme d'ingénieur d'état en chimie et génie des procédés, Département de chimie, Université Abou-BakrBelkaïd, 13/11/2006, P.13.

[14] : **Jacques Frachebourg** « Contribution à l'étude de quelques pouzzolanes naturelles et artificielles en vue de la fabrication des ciments de pouzzolanes », Ingénieur chimiste diplômé EPUL, Ecole polytechnique, Université de Lausanne, ST-MAURICE, 6 octobre 1965, P.8-10.

[15] : **Elodie Romilliat** « Étude des modes d'action d'agents de mouture sur le broyage du clinker », Génie de procédés, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, Université Jean Monnet de Saint-Etienne. N°d'ordre : 396GP, France, 20janvier 2006, P.3-8.

[16] : **Cyril Guérandel** « Étude de la qualité du piégeage des matières organiques par la matrice cimentaire vis-à-vis de la lixiviation », Chimie analytique : Université Paul Verlaine –METZ, 23 novembre 2009.

[17] : **Yousef Slimani** « La durabilité d'un mortier a base de ciment de Béni-Saf en solutions basiques, acide et neutre », Diplôme d'ingénieur d'état en chimie et génie des procédés, Département de chimie, Université Abou-BakrBelkaïd, 13/04/2010, P.29-31-40.

[18]:Lafarge Amérique du Nord, 2013,Ciment Fabrication du ciment.

[19] : **Jacques Vecoven; Holcim ; CNRS ;** Centre national de la recherche scientifique ; L'industrie du ciment données générales ; ATIH (Association techniques de l'industrie des liants hydrauliques ; Ecole thématique « matériaux cimentaire » du 25 au 30 septembre 2005.

[20]: Société de Ciment de Ain El Kbir ; dirgem@scack.dz; web : www.erce-dz.com; 2008.

[21]:Site web: SOS-planete.

Comportement des mortiers à base d'un ciment portland et ciment composé de Béni-Saf dans un milieu agressif

[22]: www.amidesneuneus.free.fr.

[23]: Christophe Charon Holcim ; L'industrie du ciment, Données générales ; Ecole Thématique « Matériaux cimentaire » du 21 au 26 septembre 2008 ; ATIH : Association technique de l'industrie des liants hydraulique ; France.

[24] : Photos de la cimenterie de Beni Saf SCIBS ; Mars 2015.

[25] : **Holcim**, Guide pratique ; « Concevoir et mettre en œuvre des bétons durables » ; Une publication de **Holcim** Belgique, S.A.

[26] : Mode opératoire MOP/MAPO Beni Saf ; Version A SCIBS BP 22 Beni Saf 2013.

[27] : Journal officiel de la république Algérienne, N° 40. 2 juillet 2003.

[28] : S.CI.BS. Système management qualité, Analyse chimique et physique, 19 p.

ANNEXES

Annexe I : Complexométrie Détermination du titre E.D.T.A

L'ion-gramme de la solution EDTA (Acide Ethylène Diamine Tétra acétique ou sel disodique $C_{10}H_{10}N_2Na_2O_8, 2H_2O$) réagit dans tous les cas, avec ion-gramme du métal sans tenir compte de la valence.

Par exemple, Une solution EDTA à 0,1 M = 0,1 mol/l = $0,1 \times 372,24$ 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 $37,224 \times 10^{-3}$ g d'EDTA

réagissent

Comme :

372,24 g	→	40 g de Ca
$37,224 \times 10^{-3}$ g	→	$x = 37,224 \times 10^{-3} \times 40 / 372,24$
		$x = 40 \times 10^{-4}$ g de Ca

Et :

56 g de CaO	→	40 g de Ca
y	→	40×10^{-4} de Ca
		$y = 56 \times 40 \times 10^{-4} / 40 = 56 \times 10^{-4}$ g de CaO

Ainsi, on a montré par les calculs que 1 ml de solution EDTA 0,1 M réagit avec 0,0056 g de CaO.

Dans les analyses de ciments, on utilise une solution d'EDTA plus faible, de façon que :
réagit

1 ml de solution EDTA → 0,002 g 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 :

contient

0,0056 g de CaO	→	0,0040 g de Ca
0,002 g de CaO	→	$z = 0,002 \times 0,004 / 0,0056$
		$z = 0,1428 \times 10^{-2}$ g de Ca

Comme :

$372,24 \times 10^{-4}$ EDTA	→	$40g \times 10^{-4}$ Ca
v	→	$14,28 \times 10^{-4}$ de Ca
		$v = 372,24 \times 10^{-4} \times 14,28 / 40 = 132,89 \times 10^{-4}$ g

Donc : 1 ml de cette solution d'EDTA contient $132,89 \times 10^{-4}$ g = 13,289 mg.

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

pour CaO

→ 1 ml de cette solution correspond à 0,002 g de CaO

Comportement des mortiers à base d'un ciment portland et ciment composé de Béni-Saf dans un milieu agressif

Pour Al_2O_3

$$\begin{aligned} \longrightarrow (M_{Al} &= 27; M_O = 16; M_{Al_2O_3} = 102 \text{ g/mol}) \\ 372,24 \text{ g d'EDTA} &\longrightarrow 27 \text{ g de Al} \\ 132,89 \times 10^{-4} &\longrightarrow x_{Al} = 132,89 \times 10^{-4} \times 27 / 372,24 \\ &= 9,64 \times 10^{-4} \text{ g} \\ &= 0,00096 \text{ g de Al} \end{aligned}$$

Comme :

$$\begin{aligned} 102 \text{ g de } Al_2O_3 &\longrightarrow 54 \text{ g de Al} \\ X_{Al_2O_3} &\longrightarrow 0,00096 \\ X_{Al_2O_3} &\equiv 102 \times 0,00096 / 54 = 0,00181 \text{ g de } Al_2O_3 \end{aligned}$$

pour Fe_2O_3

$$\begin{aligned} \longrightarrow (M_{Fe} &= 55,85 ; M_{Fe_2O_3} = 159,7 \text{ g/mol}) \\ 372,24 \text{ g d'EDTA} &\longrightarrow 55,85 \text{ de Fe} \\ 132,89 \times 10^{-4} &\longrightarrow x_{Fe} = 132,89 \times 10^{-4} \times 55,85 / 372,24 \\ &= 0,00199 \text{ de Fe} \end{aligned}$$

Comme :

$$\begin{aligned} 159,7 \text{ g de } Fe_2O_3 &\longrightarrow 111,7 \text{ g de Fe} \\ X_{Fe_2O_3} &\longrightarrow 0,00199 \\ X_{Fe_2O_3} &= 0,00199 \times 159,7 / 111,7 = 0,00285 \text{ g de } Fe_2O_3 \end{aligned}$$

pour MgO

$$\begin{aligned} \longrightarrow (M_{Mg} &\equiv 24,31 ; M_{MgO} \equiv 40,31 \text{ g/mol}) \\ 372,24 \text{ d'EDTA} &\longrightarrow 24,31 \text{ de Mg} \\ 132,89 \times 10^{-4} &\rightarrow x_{Mg} \equiv 132,89 \times 10^{-4} \times 24,31 / 372,24 \\ &= 8,86 \times 10^{-4} \text{ g} = 0,00087 \text{ g de Mg} \end{aligned}$$

Comme :

$$\begin{aligned} 40,31 \text{ g de } MgO &\longrightarrow 24,31 \text{ g de Mg} \\ x_{MgO} &\longrightarrow 0,00087 \\ x_{MgO} &= 40,31 \times 0,00087 / 24,31 = 0,00144 \text{ g de } MgO \end{aligned}$$

En résumé :

1 ml de cette solution EDTA (13,289 g/l) correspond à :

$$\begin{aligned} 0,002 \text{ g} &= 2,00 \text{ mg de CaO} \\ 0,00144 \text{ g} &= 1,44 \text{ mg de MgO} \\ 0,00285 \text{ g} &= 2,85 \text{ mg de } Fe_2O_3 \\ 0,00181 \text{ g} &= 1,81 \text{ mg de } Al_2O_3 \end{aligned}$$

Calcul des titres de chaque oxyde :

Si $T_{CaO} \equiv \text{titre} = 1$

→ Le volume de la solution EDTA = 60 ml nécessaire au dosage de CaO.

Comportement des mortiers à base d'un ciment portland et ciment composé de Béni-Saf dans un milieu agressif

Si $T_{CaO} \neq 1$

→ Le volume de la solution EDTA est V_{ml} pour le dosage de CaO.

On a : $1 \times 60 = T_{CaO} \times V_{ml} \rightarrow T_{CaO} = 60 / V_{ml}$

Ainsi :

$$T_{CaO} \text{ (titre en CaO)} = 60 / V_{ml}$$

$$T_{MgO} \text{ (titre en MgO)} = 1,44 \times T_{CaO} / 2 = 0,72 \times T_{CaO}$$

$$T_{Fe_2O_3} \text{ (titre en Fe}_2O_3) = 2,85 \times T_{CaO} / 2 = 1,425 \times T_{CaO}$$

$$T_{Al_2O_3} \text{ (titre en Al}_2O_3) = 1,81 \times T_{CaO} / 2 = 0,905 \times T_{CaO}$$

Donc les pourcentages des différents oxydes sont :

$$\%CaO = T_{CaO} \times V_1$$

avec V_1 : le volume EDTA pour doser CaO

$$\%MgO = T_{MgO} \times (V_2 - V_1)$$

avec V_2 : le volume EDTA pour doser MgO

$$\% Fe_2O_3 = T_{Fe_2O_3} \times V_3$$

avec V_3 : le volume EDTA pour doser Fe_2O_3

$$\% Al_2O_3 = T_{Al_2O_3} \times V_4$$

avec V_4 : le volume EDTA pour doser Al_2O_3

Annexe II : Les normes

Le journal officiel de la république Algérienne N°40 du 2 juillet 2003 mentionne les spécifications techniques et les règles applicables aux ciments. Il est pris comme référence.

Tableau A2.1 : 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	/	/	$\geq 32,5$	$\leq 52,5$
32,5 R (*)	$\geq 13,5$	/		
42,5	$\geq 12,5$	/	$\geq 42,5$	$\leq 62,5$
42,5 R (*)	≥ 20	/		
52,5	≥ 20	/	$\geq 52,5$	/
52,5 R (*)	≥ 30	/		

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

Tableau A2.2 : Temps de début 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	

**Comportement des mortiers à base d'un ciment portland et ciment composé de Béni-Saf
dans un milieu agressif**

Tableau A2.3 : Composition chimique des ciments.

Propriété	Type de ciment	Classe de résistance	Exigence (%)
Perte au feu (PAF)	CPA-CEM I CHF-CEM III CLK-CEM III	Toutes classes	≤ 5
Oxyde de magnésium (MgO)	CPA-CEM I	Toutes classes	≤ 5
Résidu insoluble	CPA-CEM I CHF-CEM III CLK-CEM III	Toutes classes	≤ 5
Sulfate (SO ₃)	CPA-CEM I CPJ-CEM II	32,5 32,5 R 42,5	$\leq 3,5$
	CPZ-CEM IV CLC-CEM V	42,5 R 52,5 52,5 R	≤ 4
	CHF-CEM III	Toutes classes	