

N°d'ordre : 02/2010-M/GC

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE**  
**Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique**

**UNIVERSITE DES SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE HOUARI BOUMEDIENE**

**FACULTE DE GENIE CIVIL**



## **MEMOIRE**

Présenté pour l'obtention du diplôme de **MAGISTER**  
**EN GENIE CIVIL**

Spécialité : Construction

Par : Mme LAAKRI Meriem

Thème

**EVOLUTION DE LA PRISE ET DU DURCISSEMENT  
DES BETONS FORMULES À BASE DE LAITIER DE  
HAUT FOURNEAU**

Soutenu publiquement le 07/10/2010, devant le jury composé de:

Mme F. KHARCHI	Professeur à l' USTHB	Présidente
Mr M.N. OUDJIT	Maître de conférences A à l'USTHB	Directeur de thèse
Mr A.BRAHMA	Maître de conférences A à l'université Saad Dahlab	Examineur
Mr S. HADDADI	Maître de conférences A à l'USTHB	Examineur
Mr S.M. ELHASSAR	Maître de conférences A à l'USTHB	Examineur

## REMERCIEMENTS

*Tout d'abord, je remercie vivement mon directeur de thèse Monsieur Mohamed Nadjib OUDJIT, maître de conférences A à l'USTHB pour sa contribution à l'élaboration de cette thèse et pour sa constante disponibilité, qui a permis de mener à bien ce travail de recherche.*

*Mes remerciements vont aussi à Madame F. KHARCHI de m'avoir fait l'honneur de présider ce jury.*

*Je voudrai remercier tout naturellement messieurs : A.BRAHMA Professeur, à l'université Saad Dahlab Blida, Mr S. HADDADI maître de conférences A à l'USTHB et Mr S.M. EL HASSAR maître de conférences A à l'USTHB pour l'intérêt qu'ils portent à ce travail en acceptant d'en être les rapporteurs.*

*Je remercie également Monsieur DJAADOUN du département science de la terre (USTHB), qui a effectué toutes les analyses par DRX, ainsi que Madame Y. BELAROUSSI du (CTDA) pour les essais de MEB.*

*Je tiens à exprimer ma reconnaissance à A.ABD EL HAFIDI qui a fait renaître en moi l'envie de poursuivre mes études.*

*Mes sincères remerciements vont à toutes les personnes qui m'ont accompagnées durant ces années de thèse, en particulier les membres de l'équipe, K. ABDELLI, K. ARROUJ, F. ZENATI pour l'aide précieuse qu'ils m'ont apportés, ainsi qu'à mes amis(es) de la « promotion 2000 VOA » pour leurs soutient constant.*

*Mes pensées les plus chaleureuses vont à ma famille qui ma toujours encouragé et soutenu dans tous les moments difficiles de ma vie.*

## **Résumé**

*Ces dernières années, les effets de la pollution se font ressentir de plus en plus, et les conséquences sur l'environnement risquent d'être dramatiques.*

*Afin de préserver l'équilibre fragile de notre écosystème et soutenir un développement durable, les chercheurs dans le domaine de l'industrie cimentière agissent essentiellement sur les trois points suivants :*

- 1. Amélioration de l'efficacité énergétique des cimenteries ou leur modernisation.*
- 2. Utilisation des combustibles autres que le combustible fossile.*
- 3. Utilisation des matières premières de substitution pour la fabrication de clinker où on procède à des ajouts au clinker (laitier, fumée de silice, cendre volante...)*

*Notre contribution s'inscrit dans ce troisième axe sus cité. La démarche adoptée consiste à la substitution pondérale de 10% à 30% d'un ciment portland, par du laitier vitrifié provenant des Hauts fourneaux d'El Hadjar (Annaba) en présence de 10% de fumée de silice.*

*Nos résultats expérimentaux montrent que l'incorporation du laitier améliore les performances physico-chimique et mécanique des bétons tant à l'état frais que durci qui se traduisent par :*

- Une densification de la matrice cimentaire due à la réactivité pouzzolanique du laitier, mise en évidence par D.R.X et MEB,*
- Des diminutions des valeurs du retrait et du gonflement*
- Une augmentation d'ouvrabilité sur béton frais*
- Un gain de MPa en termes de résistances mécaniques*

*Outre l'impacte écologique (réduction de CO<sub>2</sub> gaz à effet de serre (GES)), l'utilisation de ce sous produit offre un gain économique certain tout en garantissant une meilleure durabilité des ouvrages en béton.*

*Mots clés : Hydratation, Prise, Ciment Portland, Laitier de Haut Fourneau, Bétons Hautes performances, réactivité pouzzolanique, retrait, gonflement, durabilité.*

## ***ABSTRACT***

*In recent years, the effects of pollution are felt more and more, and the environmental consequences may be dramatic.*

*To preserve the delicate balance of our ecosystem and support sustainable development, researchers in the field of cement industry act essentially on three points:*

- 1. Improving the energy efficiency of cement or its modernization.*
- 2. Use of fuels other than fossil fuel.*
- 3. Use of alternative raw materials for the manufacture of clinker by the addition to the clinker of (slag, silica fume, fly ash ...)*

*Our contribution is in the third line quoted above. The approach involves replacing the weight by 10% to 30% of Portland cement by slag from blast furnaces vitrified El Hajar (Annaba) in the presence of 10% silica fume.*

*Our experimental results show that the incorporation of slag improves physico-chemical and mechanical performance of fresh concrete, as well as hard, leading to:*

*- A densification of the cement matrix due to pozzolanic reaction of slag, as evidenced by XRD and SEM,*

- Decreases in values of shrinkage and swelling*
- An increase workability of fresh concrete*
- A gain of MPa in terms of mechanical strength*

*Besides the environmental impact (reduction of greenhouse gas emissions (GHG)), the use of this product offers as an economic gain some while ensuring better durability of concrete structures.*

*Keywords: Hydration, Setting, Portland cement, slag, High Performance Concrete, pozzolanic reactivity, shrinkage, Expansion, Durability.*

## ملخص

في السنوات الأخيرة، نرى آثار التلوث أكثر وأكثر، وعواقبه على البيئة قد تكون وخيمة. من أجل المحافظة على التوازن الدقيق لنظامنا البيئي ودعم التنمية المستدامة، يعمل الباحثون في مجال صناعة الاسمنت على ثلاث نقاط أساسية:

1. تحسين كفاءة استخدام الطاقة في مصانع الاسمنت أو تحديث تلك المصانع.
2. استخدام أنواع أخرى من الوقود عوض عن وقود الحفريات.
3. استخدام المواد الخام البديلة لصناعة الكلنكر، حيث نقوم حالياً بإدخال الإضافات علي الكلنكر، مثل (الخبث، دخان السيليس، والرماد المتطاير...)

مساهمتنا بهاد العمل تدخل في إطار السطر الثالث المذكورة أعلاه، هذا النهج يقوم على تعويض نسبة من وزن الأسمنت البورتلاندي ب 10 % إلى 30 % من الخبث المزجج المتحصل عليه من الأفران العالية لمركب الحجار(عنابة)، بالإضافة الي 10 % من دخان السيليس.

نتائجنا التجريبية تبين أن إدراج الخبث يؤدي إلي تحسين ملموس للأداء الفيزيائي،الكيميائي والميكانيكي للخرسان سواء في حالته الصلبة أو اطرية و يتمثل ذلك في:

- تكتيف عجينة الاسمنت نتيجة للتفاعل البورتلاندي للخبث التي بينتها نتائج تحاليل أشعت اكس والمكركوب المسح الالكتروني.
- يقلل من قيمة التقلص والانتفاخ
- زيادة من قابلية العمل بالخرسانة الطازجة.
- اكتساب ميقاباسكال من حيث القوة الميكانيكية

إلى جانب الأثر البيئي (الحد من انبعاث غازتاني أكسيد الكربون المتسبب في الاحتباس الحراري فان استخدام، هذا المنتج يقدم مكاسب اقتصادية مع ضمان متانة أفضل للمنشآت الخرسانية.

كلمات مفتاحيه: التمييه، القبض، الاسمنت البرتلاندي، خبث الفرن العالي، الخرسانة عالية الأداء، التفاعل البوزولاني، الانكماش، الانتفاخ، الاستدامة.

## SOMMAIRE

<b>LISTE DES FIGURES</b>	9
<b>LISTE DES TABLEAUX</b>	12
<b>LISTE DES ABREVIATIONS</b>	13
<b>ANNEXES</b>	14
<b>INTRODUCTION GENERALE</b>	15
<b><u>PREMIERE PARTIE : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE</u></b>	17
<b>CHAPITRE I GENERALITE SUR LES BETONS ET SES CONSTITUANTS</b>	18
I.1. Introduction	19
I.2. Les ciments Portland	19
I.2.1 Fabrication du ciment	19
I.2.1.1 Les procédés de fabrication	19
I.2.1.2. Phases de fabrication	20
I.2.2. Différents types de ciment	21
I.2.3. Composition du ciment	22
I.2.3.1. Le clinker	22
I.2.3.2. Le gypse	24
I.2.4 Finesse de mouture d'un ciment	26
I.2.5. Ajouts cimentaires	26
I.2.5.1 Laitier de haut fourneau	27
I.2.5.2. Pouzzolane	27
I.2.5.3. Cendres volantes	27
I.2.5.4. Fillers	27
I.3. Propriétés des ajouts cimentaires dans le béton	28
I.3.1. Effet filler	28
I.3.2. Effet Pouzzolanique	28
I.4. Adjuvants chimiques	28
I.4.1. Les superplastifiants	28
I.4.1.1. Mode d'action des superplastifiants	28
I.4.1.1.1. Adsorption à la surface des particules	29
I.4.1.1.2. Dispersion par répulsion électrostatique	29
I.4.1.1.3. Dispersion par répulsion stérique	30
I.4.1.1.4. Blocage des sites réactifs	30
I.4.1.2. Effet des superplastifiants sur le béton frais	31
I.4.1.3. Effet sur le béton durci	31
I.4.1.4. Effet du dosage	31
I.4.2. Compatibilité ciment/superplastifiants	31
I.5. L'eau dans le béton	32
I.5.1. Dosage en eau	34
I.6. Les granulats	34
I.6.1 Caractéristiques des granulats	35
I.6.1.1 Classe granulaire	35
I.6.1.2. Granulométrie	35
I.6.1.3. Propreté des granulats	35
I.6.1.4. Forme et dureté	35
I.6.1.5. Absorption d'eau	36

I.6.2. Effet de la dimension maximale des granulats	36
I.6.3. Interface pâte de ciment-granulats	36
I.6.4. Réaction alcalis-granulats	36
I.7. Propriétés du béton	37
I.7.1. La maniabilité du béton	37
I.7.2. Ressuage et ségrégation	37
I.7.3. La cure du béton	38
<b>CHAPITRE II PRISE ET DURCISSEMENT DU CIMENT</b>	<b>39</b>
II.1. Introduction	40
II.2. Théories de la prise et du durcissement	40
II.2.1. Théorie cristalloïdale de Le Chatelier	40
II.2.2. Théorie de Michaelis dite topochimique	40
II.3. Hydratation du ciment	40
II.3.1. Mécanisme d'hydratation du ciment	40
II.3.2. Hydratation des principaux constituants du ciment	42
II.3.2.1. L'hydratation du C <sub>3</sub> S	42
II.3.2.2. Hydratation du C <sub>2</sub> S	44
II.3.2.3. Hydratation du C <sub>3</sub> A	44
II.3.2.4. Hydratation du C <sub>4</sub> AF	46
II.3.3. Degré d'hydratation	46
II.3.4. Chaleur d'hydratation	46
II.3.5. Cinétique d'hydratation	47
II.4. Le retrait	48
II.4.1. Principaux paramètres agissant sur le retrait	48
II.4.2. Différents types de retrait	49
II.4.2.1. Retrait thermique	49
II.4.2.2. Retrait plastique (avant prise)	49
II.4.2.3. Retrait de carbonatation	49
II.4.2.4. Retrait de dessiccation (séchage)	50
II.4.2.5. Retrait endogène	50
II.4.2.6. Méthodes de mesure du retrait	52
II.4.2.6.1. Méthode dilatométrique (chimique)	52
II.4.2.6.2. Méthode d'essai volumétrique	53
II.4.2.6.3. Méthode d'essai linéique	53
II.5. Le gonflement	53
<b>CHAPITRE III CIMENT AU LAITIER</b>	<b>55</b>
III.1 Introduction	56
III.2. Les laitiers de hauts fourneaux :	56
III.2.1 Obtention et traitement du laitier de haut fourneau	56
III.2.1.1. Granulation	56
III.2.1.2. Bouletage	56
III.3.2. Principales formes de laitier	56
III.3.2.1. Laitier cristallisé	56
III.3.2.2. Laitier vitrifié, granulé ou bouleté	56
III.3.3. Composition chimique du laitier	57
III.3.4. Activité hydraulique du laitier	57
III.3.5. Evaluation de l'hydraulicité du laitier	58
III.3.6. L'activation du laitier :	59
III.3.6.1. Rôle de l'activant	59

III.3.6.2. Modes d'activation et produits d'hydratation	59
III.3.6.2.1. Activation alcaline	59
III.3.6.2.2. Activation sulfatique	60
III.3.6.2.3. Activation calcio-sulfatique ou (sудо-sulfatique)	60
III.3. Hydratation du laitier	60
III.4. Influence du laitier comme ajout cimentaire :	61
III.4.1. Influence du laitier sur la rhéologie	61
III.4.2. Influence du laitier sur la chaleur d'hydratation	62
III.4.3. Influence du laitier sur le développement des résistances	64
III.4.4. Influence sur la microstructure	65
III.4.5. Durabilité des ciments au laitier	66
III.4.6. Résistance aux sulfates	67
III.4.7. Résistance aux ions chlorures	67
III.4.8. Réactions alcali-granulat	68
III.4.9. Effet sur le retrait et le gonflement	68
<b><u>DEUXIEME PARTIE : ETUDE EXPERIMENTALE</u></b>	69
<b>CHAPITRE IV : IDENTIFICATIONS DES CONSTITUANTS DU BETON</b>	70
IV.1. Introduction	71
IV.2. Ciment Portland	71
IV.3. Laitier	72
IV.4. Fumée de silice	73
IV.5. La chaux	75
IV.6. Les granulats pour béton	75
IV.7. Adjuvant pour les mortiers et bétons	77
VI.8. Conclusion	77
<b>CHAPITRE V : ESSAIS SUR PATE</b>	78
V.1. Introduction	79
V.2. Compositions des mélanges anhydres	79
V.3. Essais de consistance	79
V.4. Essai de prise	80
V.5. Essais au MEB	84
V.6. Essais de diffractométrie au rayon X	85
V.6.1. Evolution de l'hydratation des pâtes de chaux	85
V.6.2. Evolution de l'hydratation des pâtes de ciment	86
V.7. Conclusion	88
<b>CHAPITRE VI : ESSAIS SUR MORTIER</b>	90
VI.1. Introduction	91
VI.2. Détermination du dosage en superplastifiant	91
VI.3. Confection du mortier	92
VI.4. Conservation des éprouvettes	92
VI.5. Essais de retrait et de gonflement	92
VI.5.1. Essais de retrait	93
VI.5.1.1. Retrait endogène	93
VI.5.1.2. Retrait total	94

VI.5.2. Essais de gonflement	96
VI.6. Conclusion	97
<b>CHAPITRE VII : ESSAIS SUR BETON</b>	<b>98</b>
VII.1. Formulation du béton	99
VII.2. Essais sur béton à l'état frais	99
VII.2.1. Masse volumique du béton frais	99
VII.2.2. Essai d'affaissement au cône d'Abrams « slump test »	99
VII.3. Essais sur béton à l'état durci :	100
VII.3.1. Masse volumique du béton à l'état durci	100
VII.3.2. Essais de compression	101
VII.3.3. Essai de traction	102
VII.4. Conclusion	104
<b>CONCLUSION GENERALE</b>	<b>105</b>
<b>RECOMMANDATIONS</b>	<b>105</b>
<b>BIBLIOGRAPHIE</b>	<b>106</b>
<b>ANNEXES</b>	<b>111</b>

## LISTE DES FIGURES

### PREMIERE PARTIE : SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

#### CHAPITRE I : GENERALITE SUR LES BETONS ET SES CONSTITUANTS

Figure (I.1) : Sulfate alcalin	24
Figure (I.2) : Solubilité de différentes formes de sulfate de calcium dans l'eau distillée à 20C°	25
Figure (I.3) : Influence du rapport aluminat/sulfate sur la prise et la Rhéologie	26
Figure (I.4) : Charges opposées sur la surface des grains de ciment provoquant la floculation	29
Figure (I.5) : Adsorption d'un polymère à la surface d'une particule	29
Figure (I.6) : Répulsion électrostatique entre deux particules	30
Figure (I.7) : Encombrement stérique	30
Figure (I.8) : Blocage des sites réactifs par les molécules de superplastifiant	30
Figure (I.9) : Compatibilité ciment/superplastifiant/sulfate de calcium	32
Figure (I.10) : Relation entre la résistance à la compression et le rapport E/C	33
Figure (I.11) : Relation entre la porosité et le rapport E/C pour différents degrés d'hydratation	33
Figure (I.12) : Microstructure du béton (1- béton poreux avec un rapport E/C élevé ; 2- béton compact à faible rapport E/C.)	34

#### CHAPITRE II : PRISE ET DURCISSEMENT DU CIMENT

Figure (II.1) : Courbe typique de calorimétrie isotherme d'un ciment	41
Figure (II.2) : Type C-S-H en fonction de la variation du rapport Ca/Si et des concentrations d'hydroxyde de calcium de la solution en équilibre	43
Figure (II.3) : Mécanisme d'hydratation du C <sub>3</sub> S	44
Figure (II.4) : Cristaux d'Ettringite vue au MEB.	45
Figure (II.5) : Vitesse d'hydratation des constituants du ciment	48
Figure (II.6) : Accroissement de la résistance des minéraux du ciment portland	48
Figure (II.7) : Bilan volumétrique à 0%, 50% et 100% d'hydratation avec échange avec l'extérieur, selon Neville	51
Figure (II.8) : L'auto-dessiccation, une conséquence du retrait chimique	51
Figure (II.9) : Différence entre les retraits chimique et externe en fonction du temps	52
Figure (II.10) : Mesure du retrait chimique par la méthode dilatométrique	52
Figure (II.11) : Mesure du retrait endogène par la méthode linéique	53
Figure (II.12) : Microscopie Electronique à Balayage Ettringite massive (expansive)	54

#### CHAPITRE III : CIMENT AU LAITIER

Figure (III.1) : Diagramme ternaire indiquant la composition du ciment portland et du laitier à un système ternaire chaux- silice-alumine	57
Figure (III.2) : Effet des conditions d'hydrations du laitier sur la réactivité du laitier	58
Figure (III.3) : Structure schématique d'un grain de laitier hydraté dans une pâte de ciment portland	61
Figure (III.4) : Influence du dosage en laitier sur la fluidité et la perte de fluidité des pâtes de ciment.	62
Figure (III.5) : Variation du flux de chaleur de mortier à base de ciment portland avec différents pourcentages d'ajouts de laitier	63
Figure (III.6) : Variation du flux de chaleur de quatre variétés de mortier à base de ciment au laitier mélanger / co-broyé)	63
Figure (III.7) : Résistances à la compression de mortier en fonction des teneurs en laitier à finesse différente	64
Figure (III.8) : Résistance à la compression des ciments en fonction de la quantité de laitier	65

Figure (III.9) : Grain de laitier hydraté à 40C°, pendant 24 heures ayant développé des C-S-H de Type II en formes de « nids d'abeilles »	66
Figure (III.10) : Cristaux d'Ettringite dans le laitier	66
Figure (III.11) : Cristaux de monosulfoaluminate de calcium hydraté (MSA) dans le laitier	66
Figure (III.12) : Relation entre le coefficient de diffusion des ions chlores et le pourcentage en laitier	67
Figure (III.13) : Gonflement d'un mortier à base de ciment portland et de laitier	68

## **DEUXIEME PARTIE : ETUDE EXPERIMENTALE**

### **CHAPITRE IV : IDENTIFICATION DES CONSTITUANTS**

Figure (IV.1) : Diffractogramme X du ciment anhydre	72
Figure (IV.2) : Diffractogramme X du laitier anhydre	73
Figure (IV.3) : Diffractogramme x de la fumée de silice anhydre	74
Figure (IV.4) : Diffractogramme x de la chaux naturelle.	75
Figure (IV.5) : Courbes granulométriques des Gravier.	76
Figure (IV.6) : Courbe granulométriques des sables.	76

### **CHAPITRE V : ESSAIS SUR PATE**

Figure (V.1) : Consistance normale des pâtes P0, P10, P20, P30.	80
Figure (V.2) : Effet de l'ajout de laitier sur le temps prise.	81
Figure (V.3) : Variation du temps de fin de prise en fonction du temps de début de prise.	82
Figure (V.4) : Evolution du cisaillement en fonction du temps pour le témoin et la pâte avec 10% de laitier	83
Figure (V.5) : Evolution du cisaillement en fonction du temps pour le témoin et la pâte avec 20% de laitier	83
Figure (V.6) : Evolution du cisaillement en fonction du temps pour le témoin et la pâte avec 30% de laitier	84
Figure (V.7) : Pâte témoin	85
Figure (V.8) : Pâte avec 20% de laitier	85
Figure (V.9) : Pâte avec 30% de laitier	85
Figure (V.10) : Diffractogrammes X des mélanges en pâte de chaux ( $\theta = 20^{\circ}\text{C}$ ; HR= 100% ; t=35jours)	85
Figure (V.11) : Diffractogrammes X de la pâte témoin à 7jours, 28jours et 90 jours.	87
Figure (V.12) : Diffractogrammes X de la pâte à base de 10% laitier à 7jours, 28jours et 90 jours.	87
Figure (V.13) : Diffractogrammes X de la pâte à base de 20% laitier à 7jours, 28jours et 90 jours.	88
Figure (V.14) : Diffractogrammes X de la pâte à base de 30% laitier à 7jours ; 28jours ; 90 jours.	88

### **CHAPITRE VI : ESSAIS SUR MORTIER** 90

Figure (VI.1) : Courbe donnant le point de saturation en superplastifiant.	91
Figure (VI.2) : Retrait endogène des Mortiers.	93
Figure (VI.3) : Retrait Total des Mortiers	94
Figure (VI.4) : Perte en eau des Mortiers (retrait Total).	95
Figure (VI.5) : Différence entre retrait total et endogène du mortier témoin.	95
Figure (VI.6) : Différence entre retrait total et endogène du mortier M10.	95
Figure (VI.7) : Différence entre retrait total et endogène du mortier M20.	96
Figure (VI.8) : Différence entre retrait total et endogène du mortier M30.	96

Figure (VI.9) : Gonflement des Mortiers.	97
Figure (VI.10) : Absorption d'eau des Mortiers.	97

## **CHAPITRE VII : ESSAIS SUR BETON**

Figure (VII.1) : Affaissement en fonction du pourcentage de laitier.	100
Figure (VII.2) : Résistances à la compression des bétons.	102
Figure (VII.3) : Dispositif pour l'essai de rupture par fendage.	102
Figure (VII.4) : Résistances en traction des bétons.	103

## **LISTE DES TABLEAUX**

### **PREMIERE PARTIE SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE**

#### **CHAPITRE I : GENERALITE SUR LES BETONS ET SES CONSTITUANTS**

Tableau (I.1) : Valeurs usuelles dans lesquelles s'inscrivent les compositions des crus de cimenteries.	20
Tableau (I.2) : Pourcentage des différents ajouts correctifs utilisés en France.	20
Tableau (I.3) : Analyse chimique du ciment Portland	22

#### **CHAPITRE II : PRISE ET DURCISSEMENT DU CIMENT**

Tableau (II.1) : Chaleur d'hydratation des constituants du ciment Portland	47
--	----

#### **CHAPITRE III : CIMENT AU LAITIER**

Tableau (III.1) : Produits d'hydratation du laitier	60
---	----

### **DEUXIEME PARTIE : ETUDE EXPERIMENTALE**

#### **CHAPITRE IV : IDENTIFICATION DES CONSTITUANTS DU BETON**

Tableau (IV.1) : Composition chimique du ciment.	72
Tableau (IV.2) : Composition minéralogique du ciment.	72
Tableau (IV.3) : Composition chimique du Laitier.	72
Tableau (IV.4) : Composition chimique de la fumée de silice	73
Tableau (IV.5) : Principales caractéristiques physiques des granulats.	77

#### **CHAPITRE V : ESSAIS SUR PATE**

Tableau (V.1) : Composition des mélanges anhydres.	79
Tableau (V.2) : Consistance normale des pâtes.	80
Tableau (V.3) : Temps de début et de fin de prise	81

#### **CHAPITRE VI : ESSAIS SUR MORTIER**

Tableau (VI.1) : Opérations de malaxage du mortier	92
Tableau (VI.2) : Composition des mortiers	92

#### **CHAPITRE VII : ESSAIS SUR BETON**

Tableau (VII.1) : Proportions des granulats pour béton.	99
Tableau (VII.2) : composition du béton témoin.	99
Tableau (VII.3) : Masse volumique du béton	100
Tableau (VII.4) : Affaissement des bétons frais	100
Tableau (VII.5) : Masse volumique des bétons durcis	101
Tableau (VII.6) : Résistance à la compression des bétons	101
Tableau (VII.7) : Résistances à la traction des bétons	103

## LISTE DES ABREVIATIONS

BHP : Béton haute performance	26
BTHP : Béton très haute performance	26
$f_{c28}$ : Résistance moyenne en compression	33
$K_g$ : Paramètre dépendant de la qualité des granulats	33
$R_{c28}$ : Classe vraie du ciment	33
$e$ : Poids de l'eau	33
$c$ : Poids du ciment	33
P0 : Pâte témoin sans laitier	79
P10 : Pâte avec 10 pourcent de laitier.	79
P20 : Pâte avec 20 pourcent de laitier.	79
P30 : Pâte avec 30 pourcent de laitier.	79
$t_p$ : Temps de début de prise (min)	83
Ett : Ettringite	85
PVC: Polychlorure de vinyle	85
LC37 : pâte avec 30 % laitier et 70% de chaux	85
LC55 : pâte avec 50 % laitier et 50% de chaux	85
LC73 : pâte avec 70 % laitier et 30% de chaux	85
SpHR : superplastifiant hautement réducteur en eau.	91
Sp : superplastifiant	92
M0 : mortier témoins sans laitier.	92
M10 : mortier avec 10 pourcent de laitier.	92
M20 : mortier avec 20 pourcent de laitier.	92
M30 : mortier avec 30 pourcent de laitier.	92
B0 : Béton témoin sans laitier.	100
B1 : Béton avec 10 pourcent de laitier.	100
B2 : Béton avec 20 pourcent de laitier.	100
B3 : Béton avec 30 pourcent de laitier.	100

## ANNEXES

<b>Annexe 1 :</b>	111
Tableau (1) : Types de ciment courant	111
<b>Annexe 2 :</b>	112
Figure (1) : Image de clinker en microscopie électronique à balayage : Cristal de Bérite	112
Figure (2) : Image de clinker en microscopie optique (section polie)	112
Figure (3) : Pâte de ciment hydratée 7 jours : $\text{Ca(OH)}_2$ et C-S-H (MEB 7000 X)	112
<b>Annexe 3 :</b>	113
Processus d'hydratation d'une pâte de ciment.	113

## INTRODUCTION GENERALE

La production de clinker Portland nécessite la décarbonatation du calcaire, processus entraînant la formation de chaux CaO et d'émission de dioxyde de carbone CO<sub>2</sub>. Il est admis qu'une tonne de clinker génère en moyenne une tonne de CO<sub>2</sub>. Selon le World Business Council for Sustainable Development [WBCSD], si les pratiques actuelles ne changent pas, les émissions de CO<sub>2</sub> liées à l'industrie du ciment devraient être quadruplées d'ici 2050.

Le secteur de la construction dans le monde utilise depuis de nombreuses années des ajouts cimentaires dans les ouvrages en béton, tels que les fines calcaires, les pouzzolanes naturelles, et les résidus industriels, comme les cendres volantes et le laitier. En faisant varier les pourcentages d'ajouts, on pourrait obtenir différents types de ciments, avec les propriétés physico-mécaniques demandées par l'utilisateur [2].

L'introduction des ajouts dans la production des ciments peut résoudre en grande partie le problème d'approvisionnement, et réduire les importations de ce produit de grande consommation nationale.

Le laitier de haut fourneau, sous-produit de l'industrie sidérurgique constitue un réel problème, il se présente sous forme de roches ou de sables granulés, occupant d'importantes aires de stockage. Selon certaines études l'emploi du laitier dans la production des bétons conventionnels et à haute performance, permet d'améliorer la plupart des propriétés du béton frais et durci, surtout en présence de superplastifiant et de fumée de silice. Le laitier permet une meilleure maniabilité du ciment [5]. D'autres aspects, tels que la résistance au gel/dégel et le retrait, font encore l'objet de débats [4].

Le recyclage de ce résidu industriel en cimenterie offre bien des avantages, outre l'économie de matière et d'énergie, son utilisation présente un intérêt écologique considérable, par la réduction des gaz à effet de serre.

A travers cette étude on vise la valorisation du laitier, pour l'élaboration de ciments qui peuvent être utilisés dans la formulation de béton de qualité, répondant aux normes, et aux exigences actuelles de bâtir dans le respect de l'environnement.

Le travail présenté, consiste à suivre l'évolution de la prise et du durcissement, ainsi que d'autres phénomènes qui accompagnent l'hydratation des ciments, tels que le retrait aussi bien endogène qu'exogène et le gonflement, qui peuvent réduire la durabilité des bétons.

Nous avons scindé notre travail en deux parties. La première partie, est consacrée à l'étude et synthèse bibliographique sur le comportement des matériaux à l'état anhydre, frais et durci.

La deuxième partie concerne l'identification physico-chimique, minéralogique et mécanique des matériaux utilisés. Elle traite aussi des essais expérimentaux liés aux comportements des pâtes, mortiers et bétons, à base de laitier et de fumée de silice sous forme de substitution au ciment (binaire et ternaire). Dans cette partie nous avons testé des bétons à hautes performances, contenant des

pourcentages allant de 10% à 30% de laitier vitreux en remplacement du ciment, en présence de 10% de fumée de silice, et de superplastifiant hautement réducteur d'eau pour les bétons et les mortiers. Enfin, une conclusion générale et recommandations ont été émises, sur l'amélioration du comportement lié aux effets du laitier, sur la rhéologie et les performances mécaniques des bétons hautes performances, aussi bien à court qu'à long terme.

**PREMIERE PARTIE**  
**SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE**

**CHAPITRE I**  
**GENERALITE SUR LES BETONS ET SES CONSTITUANTS**

# CHAPITRE I

## GENERALITE SUR LES BETONS ET SES CONSTITUANTS

### **I.1. Introduction :**

Connu depuis le XIXe siècle comme matériau de construction, le béton est un mélange de ciment, d'eau et de granulats. Les progrès techniques ont permis son évolution et sa diversification, en agissant sur sa composition par ajouts de minéraux ou d'adjuvant chimique ; on obtient des bétons qui correspondent à notre besoin, des bétons à hautes ou très hautes, des bétons autoplaçants, des bétons résistants aux sulfates etc.

Pour mieux comprendre les propriétés de ce matériau et son comportement, nous allons nous pencher dans ce chapitre sur certaines de ses particularités et sur les différents ingrédients qui le constituent.

### **I.2. Les ciments Portland :**

Les anciens savaient fabriquer un liant non hydraulique. Les romains sont parvenus à en fabriquer un, en mélangeant de la chaux grasse et de la cendre volcanique. En 1812, Louis Vicat montra qu'il fallait que la matière première soit mélangée à une certaine proportion d'argile et donna au rapport argile/chaux le nom <<d'indice d'hydraulicité>> [1].

Le ciment est donc un mélange de calcaire (80% environ) et d'argile (20% environ), ces matériaux sont successivement extraits en carrière, préparés et homogénéisés, le mélange ainsi obtenu est appelé cru de cimenterie. La cuisson, à 1450 C° de ce cru, donne le clinker de ciment Portland [2]. C'est en 1824 que l'anglais Apsdin a obtenu un brevet pour le mélange d'argile et calcaire qu'il appela « ciment Portland » que nous connaissons aujourd'hui [1].

#### **I.2.1 Fabrication du ciment :**

##### **I.2.1.1 Les procédés de fabrication :**

Suivant l'état des matériaux et suivant certaines considérations économiques, on adopte l'un des procédés suivants pour la fabrication du ciment [1]:

- Voie humide : le cru est malaxé dans de grands bassins, avec suffisamment d'eau (de 25 à 40 %) pour constituer une pâte. Ce procédé est simple, mais implique une consommation importante d'énergie ; la pâte est introduite en amont des fours rotatifs (tube cylindrique incliné de 3 à 4%). On distingue quatre zones, de l'amont vers l'aval du four: les zones de déshydratation, de décarbonatation, de cuisson et de refroidissement. Au fur et à mesure de l'avancement de la matière, les propriétés de la pâte se modifient, elle s'épaissit.
- Voie semi humide : Elle débute comme la précédente, puis le cru est débarrassé d'une partie de son eau dans des filtres-presses.
- Voie sèche : le cru est introduit dans le four après être partiellement décarbonaté par préchauffage, et passe dans le précalcinateur pour être séché s'il y a lieu, puis broyé très finement après avoir été homogénéisé, et éventuellement corrigé chimiquement dans de grands silos équipés d'un malaxeur pneumatique; il est introduit sous forme pulvérulente dans le four.
- Voie semi-sèche : avant son introduction dans le four, le cru passe dans un granulateur, à la sortie, il est humidifié, d'où la formation de granules sphériques. Par rapport à la voie humide, la voie semi sèche offre l'intérêt de réduire la consommation calorifique de la cuisson.

### I.2.1.2. Phases de fabrication :

La fabrication du ciment se réduit aux trois opérations suivantes [1]:

- **La préparation du matériau** : La préparation du cru, qui consiste à réaliser un mélange homogène de calcaire, d'argile et éventuellement de matériaux comme ajouts correctifs, dans des proportions permettant d'obtenir un clinker à la composition chimique qui respecte les limites précisées dans le tableau (I.1) [3]:

Tableau (I.1): Valeurs usuelles dans lesquelles s'inscrivent les compositions des crus de cimenteries:[3]

Oxydes	Teneurs limites %	Teneurs moyennes %
CaO	60/69	65
SiO <sub>2</sub>	18/24	21
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4/8	6
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1/8	3
MgO	<5	2
K <sub>2</sub> O, Na <sub>2</sub> O	<2	1
SO <sub>2</sub>	<3	1

Le tableau suivant indique les compositions en pourcentages de différents ajouts correctifs utilisés en France [3].

Tableau (I.2): Pourcentage des différents ajouts correctifs utilisés en France.

Ajouts	CaO	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Cendres volantes	1 à 8	43 à 32	22 à 32	4 à 15
Cendres de pyrite	0.7 à 19	6 à 25	2 à 16	62 à 87
Bauxite	2 à 4	15 à 22	44 à 58	10 à 16
Gaize de Couvrot	7.5	67.2	7.9	2.9
Laitiers	43 à 50	26 à 32	12 à 30	0
Schistes de Trélazé	1.9	47.8	23.8	10.5

- **Cuisson/refroidissement** : La cuisson du cru dans le four, permet un ensemble de réactions physico-chimiques, endothermiques et exothermiques à très hautes températures, qui conduit à la formation des minéraux artificiels constituant le clinker : C'est les réactions de clinkerisation.

A la fin de la cuisson, et indépendamment du mode mis en œuvre, on procède au refroidissement du clinker dans le but d'abaisser sa température, pour être dans des conditions normales de transport et de manutention. Le refroidissement joue un rôle important sur la forme et la réactivité des constituants du clinker, car un refroidissement non rapide (trempe) transforme le C<sub>3</sub>S en C<sub>2</sub>S avec libération de chaux libre, ce C<sub>2</sub>S est sous ces formes les moins hydrauliques ; la cinétique du refroidissement joue aussi un rôle sur la broyabilité [3].

• **Le broyage** : C'est l'opération qui permet d'obtenir le produit final, elle a pour but d'accroître la réactivité du clinker par l'augmentation de sa surface spécifique, et par création de défauts de cristaux en surface des grains. Ce traitement développe les propriétés hydrauliques du ciment et lui confère ses principales propriétés rhéologiques [3].

Le rendement d'une opération de broyage est défini par le rapport de réduction, quotient des valeurs caractérisant les granulométries de départ et d'arrivée.

La broyabilité d'un ciment est fonction des structures cristallines et des textures de ses constituants [5].

### **I.2.2. Différents types de ciment :**

Les normes européennes distinguent plusieurs types de ciment, il sont classés d'une part en fonction de l'absence ou de la présence de constituant secondaire, et d'autre part, suivant la nature et les proportions, du ou des constituants secondaires [3.4], selon la norme [NF EN 197-1] (voir tableau en annexe1) on distingue cinq types de ciments [3]:

- CEM I: ciment Portland (CPA).
- CEM II: ciment Portland composé (CPJ).
- CEM III : ciment de haut fourneau.
- CEM IV : ciment pouzzolanique.
- CEM V : ciment composé.

Les divers types de ciment comportent des types et sous-types qui sont différenciés en fonction de leur teneur en clinker et leur classe de résistance.

Les lettres A, B et C précisent la teneur en clinker des ciments courants.

- un nombre (32,5 ou 42,5 ou 52,5) indique leur classe de résistance (valeur minimale spécifiée de la résistance à la compression mesurée à 28 jours et donnée en N/mm<sup>2</sup> ou MPa).
- les lettres N ou R donnent les classes de résistance à court terme (2 ou 7 jours). N : résistance à court terme ordinaire et R : résistance à court terme élevée.
- CEM I : (pas de lettre) 95 à 100 % de clinker
- CEM II/ A : 80 à 94 %
- CEM II/ B : 65 à 79 %
- CEM III/ A : 35 à 64 %, le complément étant du laitier (plus éventuellement des constituants secondaires)
- CEM III/ B : 20 à 34 %, le complément étant du laitier (plus éventuellement des constituants secondaires)
- CEM III/ C : 5 à 19 %, le complément étant du laitier (plus éventuellement des constituants secondaires)

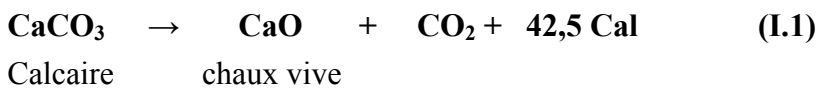
### I.2.3. Composition du ciment :

Les ciments sont issus du broyage des granules de clinker et de gypse, et éventuellement un ou deux constituants secondaires. Les composés minéralogiques principaux du ciment sont donc ceux du clinker à partir duquel il a été fabriqué [3].

#### I.2.3.1. Le clinker:

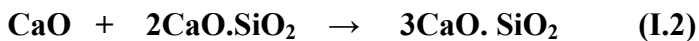
Le clinker est le produit obtenu après cuisson et refroidissement du cru, il est constitué par les nouvelles espèces formées au cours des réactions de clinkerisation, qui se résument comme suit [3.4]:

- A 100°C : Evaporation de l'eau libre.
- Entre 450 et 550°C : Evaporation de l'eau de constitution des argiles.
- A partir de 650°C : Formation de divers aluminates et ferrite de calcium.
- A partir de 750°C : décomposition du calcaire (carbonate de calcium) au niveau des foyers de précalcination selon la réaction de décarbonatation suivante :



La décomposition est complète à 1000°C, à pression atmosphérique.

- Vers 800°C : Formation du silicate bicalcique (2CaO, SiO<sub>2</sub>).
- A partir de 1250°C environ, le silicate tricalcique appelé (3CaO, SiO<sub>2</sub>) commence à apparaître à partir de chaux libre et Bélite suivant la réaction :



- A 1450°C, les aluminates sont sous forme liquide alors que les silicates sont solides. Lors du refroidissement rapide, les aluminates créent une phase solide interstitielle entre les grains d'alite et de Bélite, composée de ferroaluminate tétracalcique (4CaO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) [4].

L'analyse chimique d'un clinker de ciment portland révèle les teneurs massiques moyennes des oxydes suivantes :

Tableau (I.3) : Analyse chimique du ciment Portland [4]

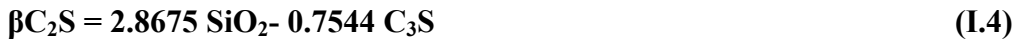
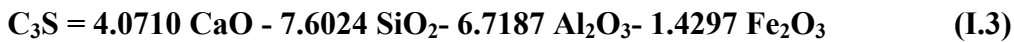
Eléments	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	SO <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O
%	19-25	2-9	62-67	1-5	0-3	1-3	0-6	0-2

La combinaison de ces oxydes nous donne les phases minérales majeurs du clinker, les cristaux formés ne sont pas purs [2.3.4].

**Remarque :** En chimie des ciments, et afin d'abréger les notations, les composés primaires sont représentés par :

**C = CaO, S = SiO<sub>2</sub>, A = Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, F = Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, M = MgO,  $\hat{S}$  = SO<sub>3</sub>, H = H<sub>2</sub>O, N = Na<sub>2</sub>O, K = K<sub>2</sub>O,  $\hat{C}$  = CO<sub>2</sub>** [3]

La composition minéralogique du ciment peut être établie, en considérant les résultats de son analyse chimique et en utilisant les équations de Bogue [6.7.8] :



Ces équations reposent sur certaines hypothèses simplificatrices : il n'y a pas d'impuretés dans le ciment, et les produits chimiques dans le four sont stables.

Il existe un ensemble de méthodes, rapides et précises d'analyse des ciments, des méthodes chimiques, celles-ci font appel, soit à des combinaisons moléculaires (gravimétrie, thermométrie) soit à la formation de complexes (colorimétrie, complexométrie) et des méthodes physiques (Spectroscopie d'émission, Spectrométrie de fluorescence X (S.F.X), absorption atomique) basées sur l'état électronique imposé à l'atome (excitation, ionisation, état fondamental) [7].

- Phases minérales majeurs :

- **Alite** : C'est une forme impure de  $C_3S$  qui constitue une des phase principales du ciment (50 à 70%) [9], c'est essentiellement cette phase qui confère sa résistance au ciment, en particulier à court terme, elle contient jusqu'à 4 % d'oxydes étrangers [2.3.4.9.10].

Entre la température ambiante et  $1100C^\circ$ , le  $C_3S$  se cristallise sous sept formes allotropiques (3 tricliniques différentes, 3 monocliniques et 1 rhomboédrique) [9].

- **Bélite** : Forme impure de  $C_2S$  (constitue entre 15 à 30% du ciment Portland) : il existe au moins quatre variétés polymorphiques de  $C_2S$  ( $\alpha$ ,  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ ), On rencontre en majeure partie la forme  $\beta C_2S$  et qui lors d'un refroidissement lent, peut se transformer en  $\gamma C_2S$  qui n'a aucune propriété hydraulique, [9] la transformation est accompagnée d'une augmentation de volume de 10%, cette phase contribue à la résistance à long terme [2.3.4].

- **Célite** : Mélange de deux phases : le  $C_3A$  et  $C_4AF$  (5 à 10%) de la composition du ciment Portland), elles sont liquides à la température de formation du clinker et au cours du refroidissement, elles constituent une phase interstitielle, qui cristallise entre les cristaux de  $C_3S$  et  $C_2S$  [9.10].

L'aluminate tricalcique  $C_3A$  possède la vitesse de réaction la plus importante [2.9].

La présence d'alcalis (surtout le sodium) modifie la symétrie cristalline du  $C_3A$ , selon la quantité totale dissoute dans le réseau cristallin, le  $C_3A$  peut être cubique orthorhombique, ou monoclinique (moins fréquent dans le ciment), le  $C_3A$  orthorhombique stabilisé par la présence de sodium est moins réactif que le  $C_3A$  cubique [9].

Le Ferroaluminate tétracalcique  $C_4AF$  est une solution solide de  $C_2$  ( $A_{1-x}F_x$ ) ou généralement (x) est voisin de 0.5, les formes  $C_6A_2F$  et  $C_4AF$  sont les plus courantes dans le ciment [5]. Le  $C_4AF$  joue un rôle peu important dans la réaction de durcissement, et confère au ciment sa couleur grise caractéristique [3.4].

Les vues en microscopie électronique de cristaux d'Alite, de Bélite,  $C_3A$ ,  $C_4AF$  et de grains de  $CaO$  libre, sont données en annexe 2. [3]

- **Les constituants mineurs :**

Le clinker contient aussi de faibles proportions de la chaux libre  $CaO$ , d'oxyde de magnésium périclase ( $MgO$ ), ainsi que des impuretés qui peuvent modifier ses propriétés [3.4] ; ces composés mineurs proviennent généralement des matières premières du combustible, et parfois des réfractaires,

ou des équipements [9], L'oxyde de magnésium (MgO) non combiné est aussi à l'origine d'une réaction expansive par réaction avec l'eau. Sa teneur dans le clinker doit être inférieure à 5% [3.4].

Les oxydes alcalins  $\text{Na}_2\text{O}$  et  $\text{K}_2\text{O}$  sont à des teneurs inférieures à 1%, mais jouent un rôle important lors de la clinkérisation, et notamment en favorisant la formation de  $\text{C}_3\text{S}$ , et lors de l'hydratation du ciment [4].

La quantité d'ion  $\text{Na}^+$  dans le  $\text{C}_3\text{A}$  dépend du rapport  $\text{Na}^+/\text{SO}_3^-$  que l'on retrouve dans le four, des sulfates alcalins sont formés et déposés sur le clinker figure (I.1), situés soit près du  $\text{C}_3\text{S}$  et du  $\beta\text{C}_2\text{S}$ , ou intimement associés à la matrice interstitielle [4].

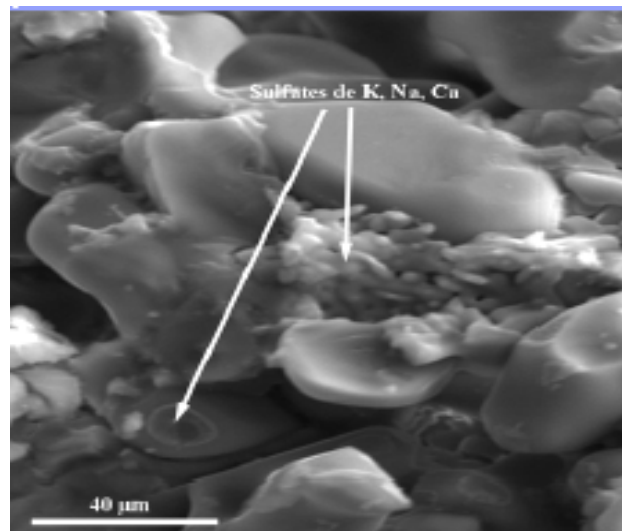


Figure (I.1) : Sulfate alcalin [11]

La cristallisation des minéraux du clinker est fonction de la composition (structure et texture des composants, présence d'impuretés), de la finesse du cru, du mode de fabrication, de la température, et de la durée de cuisson, et aussi du type de combustible utilisé [4.10]. Ces facteurs font que deux ciments de compositions chimiques très voisines peuvent avoir des comportements très différents [4.9].

#### **I.2.3.2. Le gypse :**

C'est le sulfate de calcium qui permet de réguler la prise, et en particulier le contrôle de l'hydratation des aluminates tricalciques voir figure (I.3) [3.4], en effet, en présence d'eau et de sulfate de calcium, le  $\text{C}_3\text{A}$  se recouvre d'une fine couche plus ou moins perméable d'Ettringite empêchant ainsi la poursuite de l'hydratation du  $\text{C}_3\text{A}$  [9, 10]. Au cours du broyage avec le clinker et à une température de  $100\text{C}^\circ$  à  $150\text{C}^\circ$ , le gypse se déshydrate partiellement pour donner de l'hémihydrate ou plâtre, il est admis par la plupart des spécialistes que l'hémihydrate serait à l'origine de la fausse prise du ciment [1.7].

Cependant, le calcul de la quantité d'ions  $\text{SO}_4^{2-}$  nécessaire pour former l'Ettringite n'est pas chose facile, et la solubilité de tous les sulfates dans le clinker ou dans le ciment varie beaucoup. On peut cependant dire, qu'en règle générale, les sulfates alcalins se solubilisent plus rapidement que certaines formes de sulfate de calcium, la figure (I.2) montre la solubilité dans le temps des différentes formes de sulfate de calcium à  $20\text{C}^\circ$ . [12]

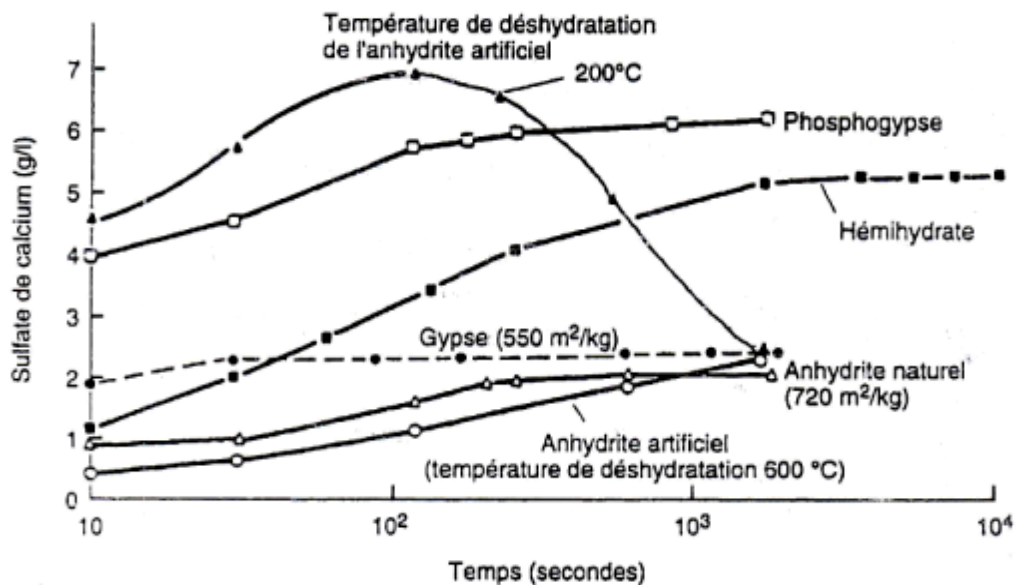


Figure (I.2) : Solubilité de différentes formes de sulfate de calcium dans l'eau distillée à 20°C° [12].

Les travaux de Locher et col [13], expliquent les différentes possibilités de réaction du système C<sub>3</sub>A/sulfate et ses conséquences sur le comportement rhéologique du béton, en tenant compte de la réactivité du C<sub>3</sub>A et de la disponibilité des ions sulfates. Ces travaux montrent aussi, que la quantité de C<sub>3</sub>A qui réagit dès les premiers instants, en absence ou en présence d'ion sulfate, reste constante pendant la période dormante, de même M. Regourd [14] a constaté par diffraction des rayons X, que l'hydratation du C<sub>3</sub>A qui réagit avant la prise est faible. Aussi, le sulfate n'est pas seulement un retardateur de l'hydratation du C<sub>3</sub>A, il peut parfois modifier le type d'hydrate formé [9].

La teneur en gypse (représentée par la teneur en SO<sub>3</sub>) est déterminée en fonction des teneurs en Alcalis soluble (Na<sub>2</sub>O ; K<sub>2</sub>O), en C<sub>3</sub>A et de la surface spécifique Blaine du clinker, elle est donnée par les deux formules suivantes :

- Formule de LERCH (formule statique ne tenant pas compte de la finesse du clinker) :

$$\% \text{SO}_3 = 0.093. \% \text{C}_3\text{A} + 1.71. \% \text{Na}_2\text{O} + 0.94. \% \text{K}_2\text{O} + 1.23 \quad (\text{I.7})$$

- Formule de JIRKO : (formule ne tenant pas compte de la teneur en alcalis) :

$$\% \text{SO}_3 = 6.810^{-5}. \text{B}. \% \text{C}_3\text{A} \quad (\text{I.8})$$

Avec B : surface spécifique Blaine en cm<sup>2</sup>/g [6].

Disponibilité $C_3A$ dans le clinker	Disponibilité de sulfates dans la solution	Temps d'hydratation			Cristallisation des hydrates →
		10 min	1 heure	3 heures	
		basse	basse		
haute	haute				Ettringite
haute	basse				$C_4AH_{13}$
basse	haute				$C\bar{S}H_2$

Figure (I.3): Influence du rapport aluminat/sulfate sur la prise et la Rhéologie [15]

#### I.2.4 Finesse de mouture d'un ciment :

La surface spécifique des ciments produits en usine est mesurée à l'aide de la méthode Blaine, elle varie entre 2500 et 3600  $cm^2/g$ .

Pour des poudres dont la surface spécifique dépasse 10000  $cm^2/g$ , on utilise généralement la méthode B.E.T car la méthode Blaine n'est plus valable. Les dimensions moyennes des grains d'un ciment influent largement sur le degré d'hydratation, on estime que l'augmentation de la surface spécifique d'un ciment permet d'augmenter ses résistances mécaniques [10], les résistances sont précoces et élevées, mais par contre, les risques de retrait et par conséquent de fissuration sont plus accrus. La finesse de mouture a également une action sur l'exothermie des réactions d'hydratation [16].

Dans les bétons à faible rapport E/C, cette augmentation de finesse conduit à l'augmentation de la compacité de la pâte. Par ailleurs, si la proportion de grains de ciment ultrafins devient importante, la prise risque d'être instantanée dès le gâchage, on est donc conduits à limiter la finesse du broyage même dans le cas des BHP ou des BTHP, car la granulométrie est complétée par l'incorporation des ajouts minéraux très fins (fumée de silice). La surface spécifique Blaine doit être de l'ordre de 3500 à 4000  $cm^2/g$  [4].

La finesse de broyage évolue linéairement avec le temps jusqu'à une certaine limite, au-delà de laquelle celle-ci diminue, c'est dû au phénomène d'agglomération des fines, sa manifestation correspond à une phase non productive du broyage. D'où une perte inutile d'énergie [5].

#### I.2.5. Ajouts cimentaires:

Il sont connus sous bien d'autres appellations constituants secondaires ou encore additions minérales, ce sont des matériaux à caractère inerte ou pouzzolanique ou hydraulique latent, qui peuvent améliorer certaines propriétés du béton, tant à l'état frais (consistance, ouvrabilité...), qu'à l'état durci

(résistance, perméabilité..), ils sont ajoutés dans des quantités qui n'affectent pas la durabilité du béton et ne provoquent pas la corrosion des armatures [17].

Le choix d'un ajout par rapport à un autre dépend en général de la disponibilité locale et du coût de revient, leur incorporation dans le ciment présente un intérêt technique et un intérêt économique et environnemental [4].

#### **I.2.5.1. Laitier de haut fourneau :**

Sous produit de l'industrie de la fonte [2.9.6.18], le laitier peut faire l'objet d'un broyage préalable séparé avant d'être ajouté au clinker. Il convient dans ce cas de procéder à une homogénéisation avec le clinker, l'incorporation au clinker avant broyage permet d'obtenir des liants hydrauliques mieux homogénéisés et plus réactifs [1], cet ajout suscite un intérêt particulier dans le cadre de notre étude, nous reviendrons plus en détail sur le laitier dans la suite du document.

#### **I.2.5.2. Pouzzolane :**

Se sont des produits naturels, d'origine volcanique, essentiellement composés de silice, d'alumine et d'oxyde de fer. Elles sont employées en cimenterie pour leur propriétés pouzzolaniques [9], tout comme les laitiers, les pouzzolanes peuvent faire l'objet d'un broyage préalable séparé avant d'être ajouté au clinker, il convient dans ce cas de procéder à une homogénéisation avec le clinker [3.10].

#### **I.2.5.3. Cendres volantes :**

Poudre grise noirâtre résidu de centrales thermiques, les cendres sont produites aux environs de 1500°C constituées d'une matière minérale vitreuse contenant en majeure partie de la silice et de l'alumine [7]; leur finesse est de 1 µm à 200 µm, ce sont des pouzzolanes artificielles [1], l'addition au clinker se fait avant le broyage afin d'obtenir un mélange bien homogénéisé [3].

#### **I.2.5.4. Fillers :**

Ce sont des poudres aux grains très fins (inférieur à 80 µm microns pour les fillers calcaires ; et de 0.01 et 100 µm pour les fumées de silices) leur rôle principal est le remplissage, selon la norme [NF p15-301], les fillers sont des « matières inorganiques minérales ou artificielles » spécialement sélectionnées, qui après une préparation appropriée, en fonction de leur granulométrie, améliore les propriétés physiques du ciment telles que ouvrabilité ou le pouvoir de rétention d'eau.

Les fillers peuvent être inertes, ou présenter des propriétés faiblement hydrauliques, hydrauliques latentes ou pouzzolanique ; toutefois aucune exigence n'est requise à cet égard » [6]. Tout comme les cendres volantes, l'addition des fillers se fait avant le broyage des constituants du ciment afin d'obtenir un mélange bien homogénéisé [3].

**Les fumées de silice** sont un peu à part ; Elle est issue du dépoussiérage des fours électriques élaborant du silicium, ferro-silicium ou d'autres alliages renfermant de la silice qui réagit avec la chaux libérée par le ciment pour donner des Silicate de calcium hydratés (rôle pouzzolanique). Elle se présente sous forme d'ultra fines particules, vitreuses, de diamètre moyen de l'ordre de 0.1 µm, cinquante fois moindre que celles du ciment courant. Leur surface spécifique est de 20m<sup>2</sup>/g [BET], cette finesse très élevée lui confère un rôle filler très important [19]. Dans un béton haute performance avec fumée de silice, la matrice est plus dense, et parfaitement homogène. La porosité capillaire est réduite et discontinue [6].

Elles ne sont pas tellement employées en temps qu'ajout dans le cadre de ciment normalisés, mais plutôt avec des dosages appropriés aux besoins. Produit très performant mais relativement cher et délicat d'emploi, il est réservé à la fabrication de matériaux spéciaux tels que les Bétons très Hautes performances [10]. L'optimum économique du dosage en fumée de silice se situerait aux alentours de 10% par rapport au poids de ciment [20.19].

### **I.3. Propriétés des ajouts cimentaires dans le béton :**

#### **1.3.1. Effet filler :**

Une caractéristique importante du béton frais est sa porosité  $e+v$  (somme du dosage en eau  $e$  pur nécessaire pour avoir cette consistance et de la teneur en air occlus  $v$  dans le béton, après mise en place). Si l'on fait varier le dosage en éléments fins du béton, on observe l'existence d'un dosage optimal pour lequel la porosité du béton frais est minimale ; ce qui veut dire que l'effet filler rentre dans la granularité optimale des bétons.

#### **1.3.2. Effet Pouzzolanique :**

On appelle « réaction pouzzolanique » la réaction chimique en solution de la silice ( $\text{SiO}_2$ ) provenant de la dissolution d'une poudre Siliceuse et de l'hydroxyde de calcium  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  produit par l'hydratation du ciment, cette réaction donne un silicate de calcium hydraté (C-S-H) pratiquement insoluble dans l'eau [21].

### **I.4. Adjuvants chimiques :**

Les adjuvants chimiques sont utilisés depuis très longtemps, un emploi judicieux d'adjuvant bien choisi permet d'apporter une amélioration importante à certaines caractéristiques des coulis, mortier et béton [1]. Pour déterminer la quantité d'adjuvants à utiliser, on ajoute habituellement la masse d'ajout cimentaire à celle du ciment [22]. Depuis 1960, les adjuvants se multiplient, et se diversifient. Les types d'adjuvants existants sont [1] :

- Les adjuvants modifiant la rhéologie et la teneur en air des matériaux (Les plastifiants réducteur d'eau ; Les fluidifiants (superplastifiant) ; Entraîneur d'air)
- Les adjuvants modifiant la prise et le durcissement (accélérateurs, retardateurs de prise).
- Les adjuvants modifiant la résistance aux actions physiques et chimiques (Hydrofuges ; Anti-gel, par-gel, anti-gélifs ; Produit de cure)
- adjuvants pour coulis d'injection [1.6]

#### **I.4.1. Les superplastifiants:**

Les propriétés dispersantes des polymères de synthèse sont connues depuis les années 30, mais ce n'est que dans les années 70 que l'on a commercialisé ces produits [9.18.23]. Les plus couramment utilisés sont les sels de sodium, de calcium, ou de la polynaphtalène sulfoné, et les sels de sodium de la polymélanine. Les copolymères acrylate-ester ou polyacrylates ont récemment été introduits sur le marché [9]. Grâce au superplastifiant, l'eau n'est plus le seul ingrédient du béton permettant de contrôler la rhéologie du béton [24]. Dans le cadre de cette étude, on s'intéressera essentiellement au superplastifiant, puisque c'est ce type d'adjuvant qui nous sert dans notre présent travail.

##### **I.4.1.1. Mode d'action des superplastifiants :**

La surface libre des grains de ciment contient des charges électriques, les charges opposées s'attirent. Au contact de l'eau, les particules s'agglomèrent en flocculant et l'eau est emprisonnée figure (I.4), et

ne contribue plus à la fluidité de la pâte de ciment [23.25.26]. Les superplastifiants tout comme les réducteurs d'eau ordinaires, sont adsorbés à la surface des grains de ciment, empêchant ces derniers de se flocculer [4.9].

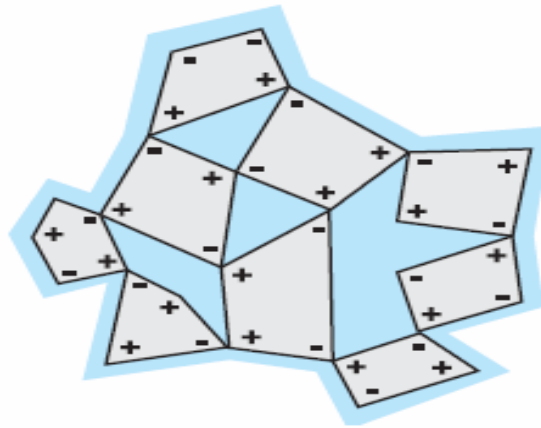


Figure (I.4): Charges opposées sur la surface des grains de ciment provoquant la floculation [17.23.25.26]

Parmi les propriétés fonctionnelles des superplastifiants qui agissent sur la fluidité et sur l'hydratation des pâtes de ciment, on peut en citer quatre [9].

#### I.4.1.1.1. Adsorption à la surface des particules :

Se fait par fixation des molécules de superplastifiants [23.25] cela modifie les forces d'interaction de van der Waals, et les forces électrostatiques si elles sont ionisées dans le liquide, la quantité adsorbée est d'autant plus importante que la masse moléculaire du polymère est élevée et qu'il y a plus d'ions  $\text{Ca}^{2+}$  dans la solution interstitielle.

L'état d'adsorption et l'épaisseur de la couche formée dépendent du type de ciment, du type de polymère et de sa masse molaire [27].

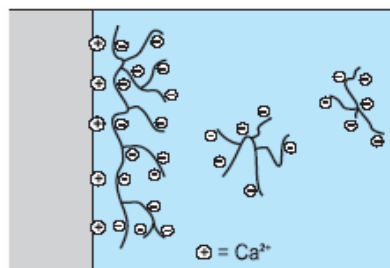


Figure (I.5) : Adsorption d'un polymère à la surface d'une particule [17.23.25.26]

#### I.4.1.1.2. Dispersion par répulsion électrostatique :

La dispersion et la floculation des particules dépendent des forces électrostatiques et les forces de van der Waals mises en jeu. Le potentiel zêta ( $\xi$ ) est fonction de la densité de la couche adsorbée et du nombre de groupes hydrophiles par unité de volume [9]. En l'absence de superplastifiant le potentiel zêta des  $\text{C}_3\text{S}$  et  $\text{C}_2\text{S}$  est négatif, contrairement à celui des  $\text{C}_3\text{A}$  et  $\text{C}_4\text{AF}$  qui est positif, c'est ce qui accélère l'agglomérations des particules de ciment; en présence des superplastifiants toutes les

particules du ciment ont un potentiel négatif, cela conduit à leur dispersion dans la solution, d'où la fluidité des pâte de ciment au jeune âge [28].

L'adsorption des polymères chargés négativement sur les surfaces faiblement chargées augmente la force de répulsion de double couche entre les particules qui se repoussent [9].

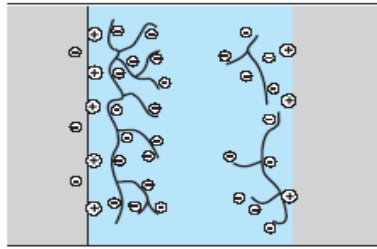


Figure (I.6) : Répulsion électrostatique entre deux particules [17.24.25.26]

#### I.4.1.1.3. Dispersion par répulsion stérique :

La répulsion stérique joue un rôle clé dans l'action des superplastifiants [29], en raison de l'accroissement de la densité de la couche adsorbée, il se crée une répulsion entre les particules [9]. La structure moléculaire des superplastifiants (sous forme de longue chaîne), fait que les molécules fixées les unes aux autres, forment des spirales avec des ramifications dans différentes directions, elles s'enroulent entre les grains de ciment, et empêchent leur rapprochement comme le montre la figure (I.7) [24.26].

Les polymères avec chaîne (polyéthylène oxide) induisent une plus grande dispersion [29].

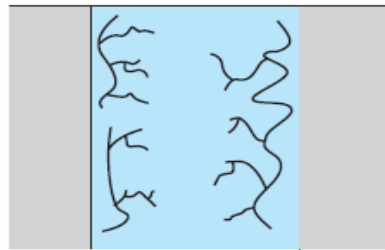


Figure (I.7) : Encombrement stérique [17. 23.25.26.]

#### I.4.1.1.4. Blocage des sites réactifs :

En s'adsorbant, la partie polaire de la molécule du superplastifiant peut réagir et inhiber chimiquement un site réactif spécifique sur un grain de ciment. La figure (I.8) illustre ce phénomène [23.26], des études ont montré que l'adsorption de la plupart des superplastifiants par les particules de ciment est plus élevée pour le  $C_3A$  et le  $C_4AF$  que pour le  $C_3S$  et le  $C_2S$  [27.28], en effet, l'adjuvant se retrouve en quantité insuffisante, pour neutraliser tous les sites actifs libérés à la suite de la dispersion des grains de ciment [9].

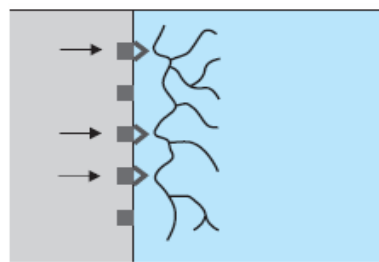


Figure (I.8) : Blocage des sites réactifs par les molécules de superplastifiant [17.24.25.26].

#### **I.4.1.2. Effet des superplastifiants sur béton frais :**

Les superplastifiants sont incorporés généralement pour modifier les propriétés à l'état frais et plus spécialement pour augmenter la maniabilité pour un faible rapport E/C [30], la réduction d'eau pour une même ouvrabilité varie souvent de 5 à 15% [1.6], l'incorporation de superplastifiant influence clairement sur le processus d'hydratation, et spécialement sur l'évolution des hydrates [30.31].

D'après V. Morina [32], le retrait initial augmente avec le dosage en superplastifiants, ce dernier est produit avant les principales réactions chimiques, il est en partie compensé par l'augmentation de volume causé par l'emprisonnement d'air (entraîné), induit par l'adjuvant durant le malaxage. Un retrait tardif peut aussi se produire lorsqu'on augmente le dosage des adjuvants, et peu causer des fissurations dans le matériau.

#### **I.4.1.3. Effets sur béton durci :**

Selon Venuat [1], pour un béton courant la diminution de 1% du dosage en eau augmente les résistances mécaniques de 1%, la diminution de la teneur en eau a comme conséquence une diminution de l'absorption capillaire, donc une augmentation de la pérennité des bétons, L'adhérence pâte de ciment/granulat et souvent augmentée.

#### **I.4.1.4. Effet du dosage :**

Le dosage de superplastifiant varie de 0.2 à 0.5% du poids du ciment, [1.10], le dosage optimum et la perte de fluidité varie d'un superplastifiant à un autre, ce phénomène peu être un facteur critique, qui évalue les performances du béton [33].

La fluidité augmente avec le rapport E/C mais pas toujours avec le dosage en superplastifiant, le travail effectué par L.Agull et al, ont déterminé l'existence d'un pourcentage optimum de superplastifiant, appelé point de saturation au-delà duquel aucune augmentation significative sur la fluidité ne se manifeste, l'augmentation du dosage provoque une perte de fluidité, ces résultats confirment ceux d'Aitcin sur l'effet négatif d'un accès de dosage [33], qui conduit à une prise rapide de la pâte [6].

#### **I.4.2. Compatibilité ciment/superplastifiants :**

La difficulté principale dans la formulation des bétons adjuvantés consiste à choisir le couple ciment/superplastifiant le plus efficace, qui permet d'obtenir une réduction d'eau maximale, une bonne ouvrabilité et une rhéologie satisfaisante pendant le temps de mise en œuvre.

La perte d'affaissement, le retard de prise, le raidissement ou la perturbation de la teneur en air entraîné sont tous synonymes d'incompatibilité ciment/adjuvant [9].

L'interaction entre les grains de ciment et les superplastifiants peut être compliquée par les interactions entre le ciment et les sulfates (influence des sulfates sur l'hydratation du C<sub>3</sub>A). Un changement du rapport sulfate/aluminate peut modifier la cinétique d'hydratation des aluminates et les produits d'hydratation qui en découlent. Les molécules de superplastifiant peuvent réagir avec le C<sub>3</sub>A et bloquer la formation d'Ettringite, ou encore, retarder ou bloquer plus ou moins la mise en solution de la plupart des formes de sulfate de calcium que l'on retrouve dans le ciment. L'étude faite par W.Princea et P-C.Aitcin [31], montre que la présence d'ions jouent un rôle important dans le comportement rhéologique des pâte, l'exemple traité par R.Franc concernant un problème de chantier, montre que selon la teneur en ions SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, et surtout en présence d'anhydrite (CaSO<sub>4</sub>), on peut avoir trois situations différentes [9] :

- Si la quantité d'ions sulfates est juste suffisante pour contrôler l'hydratation des phases aluminates, l'utilisation d'un adjuvant dispersant peut provoquer un déficit en sulfate et entraîner une prise rapide.
- Si la solution est légèrement saturée en ions sulfates, l'utilisation d'un adjuvant dispersant peut provoquer la baisse de cette saturation et conduit à un déficit ; la rhéologie sera normale.
- Si la solution est sursaturée en ions sulfates, l'utilisation d'un adjuvant dispersant abaissera la saturation et l'on assistera à une amélioration de la rhéologie. Sans l'adjuvant on se trouve en situation de fausse prise.

L'interaction superplastifiant/sulfate de calcium est moins bien connue que l'interaction Ciment /Sulfate de calcium, la figure (I.9) représente de façon schématique la complexité des interactions entre ciment/ superplastifiant et sulfate de calcium [25.26].

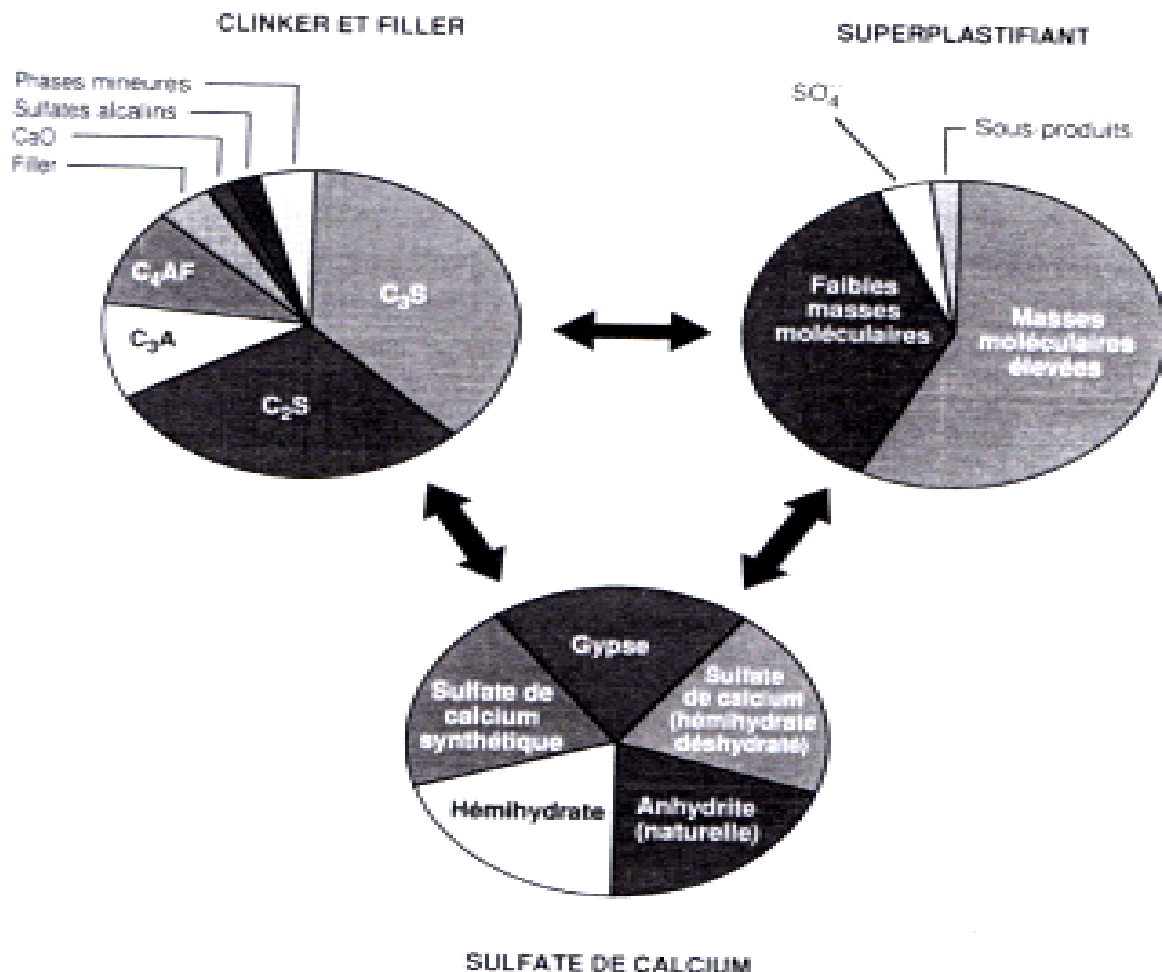


Figure (I.9) : Compatibilité ciment/superplastifiant/sulfate de calcium [25.26]

### I.5. L'eau dans le béton :

L'eau est le catalyseur de la prise, mais son excès abaisse la qualité et la durabilité du béton [34]. La faiblesse des performances mécaniques du béton a été attribuée à la porosité capillaire et à l'excès d'eau nécessaire à la maniabilité du béton frais [35]. Ce constat n'est pas neuf, Dès 1894, le Français René Ferêt avait postulé cette conclusion de manière empirique figure (I.10)

**Loi de Ferêt :**

$$f_{c28} = \frac{K_g \cdot R_{c28}}{\left[1 + \frac{3.1e/c}{1.4 \exp(-11/c)}\right]^2} \quad (I.10)$$

Plus le ciment est hydraté, plus la quantité d'eau liée croît, plus la quantité d'eau libre diminue. La figure (I.11) montre comment le volume de pores capillaires diminue en cas de baisse du rapport eau-ciment et de hausse du taux d'hydratation. L'augmentation de la résistance est cependant limitée. À partir d'un rapport eau-ciment trop faible, le béton ne peut plus être mis en oeuvre. Les vides et les pores qui en résultent réduisent à nouveau la résistance, la figure (I.12) montre l'état de la microstructure de deux bétons avec un rapport E/C différents.

La durabilité du béton augmente donc avec la réduction du volume des pores (porosité réduite, compacité accrue) et du rétrécissement des pores (réduction de la perméabilité). Il s'ensuit que le rapport eau-ciment doit être le plus faible possible. [23]

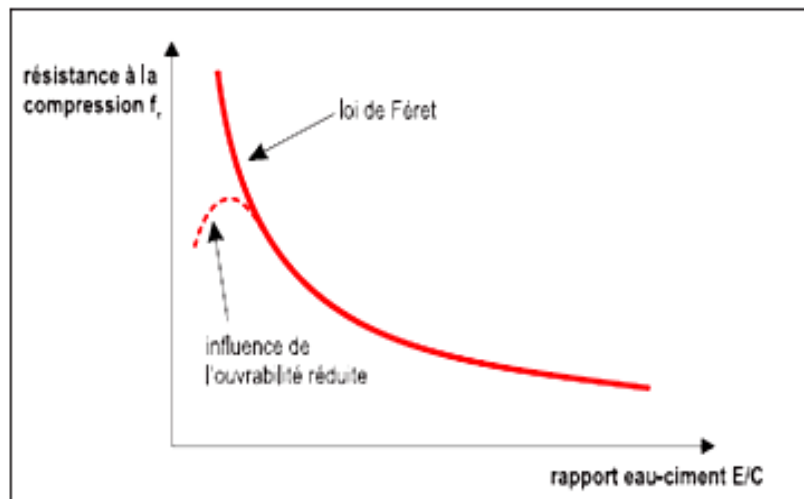


Figure (I.10) : Relation entre la résistance à la compression et le rapport E/C [23]

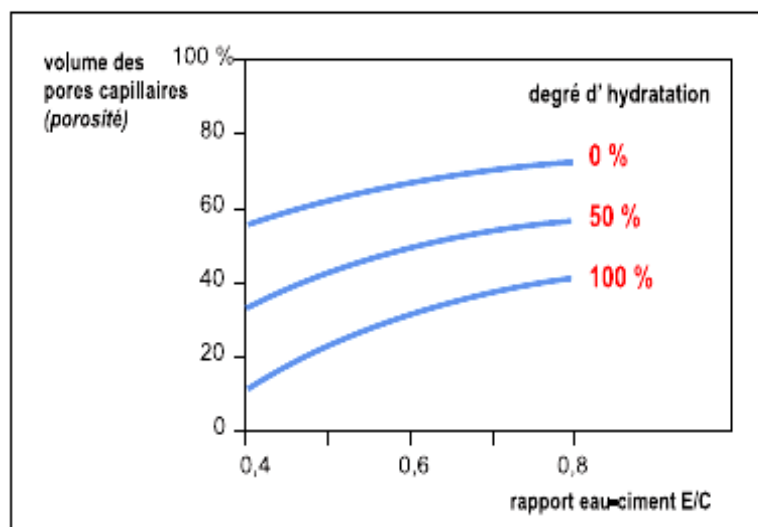


Figure (I.11) : Relation entre la porosité et le rapport E/C pour différents degrés d'hydratation. [23]

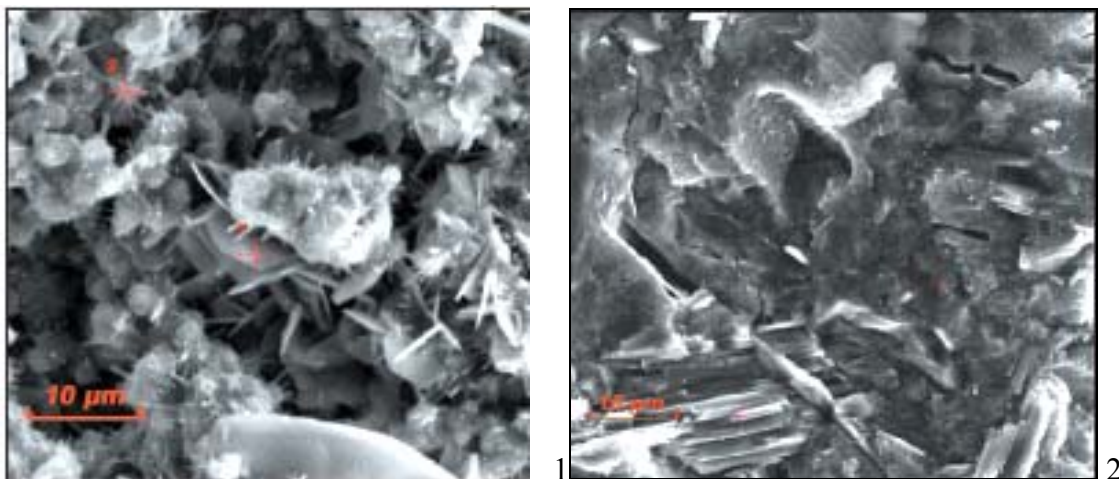


Figure (I.12) : Microstructure du béton (1- béton poreux avec un rapport E/C élevé ; 2- béton compact à faible rapport E/C.) [34].

### I.5.1. Le dosage en eau :

Le dosage en eau est conditionné par les paramètres suivants :

- La quantité du ciment
- La nature et la dimension des granulats
- L'ouvrabilité souhaitée
- Pour obtenir un béton de qualité, il convient de limiter le dosage en eau au strict minimum.

Le rapport E/C est compris entre 0.35 et 0.4 pour les B.H.P et entre 0.2 et 0.35 et pour les BTHP [10].

- Un surdosage en eau peu entraîner les conséquences suivantes [36] :
- Une diminution des résistances
- Une augmentation du retrait, d'où aggravation du risque de fissuration
- Une diminution de la compacité, c'est-à-dire une augmentation de la porosité entraînant une durabilité moins bonne et une protection réduite des armatures qui peuvent se corroder.
- Une augmentation de la ségrégation se traduisant par des difficultés de mise en œuvre et des défauts de surface.
- Un fluage plus important.

### I.6. Les granulats :

On appelle « granulats » les matériaux inertes, sables gravier ou cailloux, qui entrent dans la composition des bétons. Les granulats sont classés en fonction de leurs grosseur, La dimension D du granulats se trouve limitée par différentes considérations concernant l'ouvrage à bétonner : épaisseur de la pièce, espacement des armatures, densité du ferrailage, complexité du coffrage, possibilité et efficacité du serrage à la mise en œuvre, risque de ségrégation, etc. [16]

Le béton est composé de 70 à 90% en volume de granulats, dont 20 à 30% de granulats fin et 50 à 60% de gros granulats, contrairement à ce que l'on croit souvent, ils ne jouent pas seulement un rôle passif de remplissage, leurs caractéristiques physiques et chimiques peuvent influencer de façon

importante sur les propriétés du béton plastique et du béton durci. On peut alors redéfinir la fonction des granulats dans un mélange de béton : les granulats doivent permettre de produire un matériau avec des propriétés rhéologiques et des caractéristiques mécaniques prédéfinies [37].

#### **I.6.1 Caractéristiques des granulats :**

Les granulats courants sont ceux de masse volumique comprise entre 2 et  $3t/m^3$  (calcaires, silico-calcaires etc.). Ils sont dits légers lorsque leur masse volumique est inférieure à  $2t/m^3$  (argile expansée, schiste expansé, laitier expansé, pouzzolane, etc.). Les granulats lourds ont des masses volumiques supérieures à  $3t/m^3$  (barytine, sulfate de baryum, etc.).

##### **I.6.1.1 Classe granulaire :**

Les granulats sont classés dans les normes selon leur grosseur. On désigne la classe des granulats par d/D (0/D pour les sables), où d est la dimension des plus petits grains et D celle des plus gros.

La norme française [NP 18-540] précise les appellations des différentes classes granulaires avec leurs caractéristiques dimensionnelles :

- Filler 0/D pour  $D < 2\text{mm}$  avec au moins 70% de passant à 0.063mm ;
- Sablon 0/D pour  $D \leq 1\text{mm}$  avec moins de 70% de passant à 0.063mm ;
- Sables 0/D pour  $1 < D \leq 6.3\text{mm}$  ;
- Graves 0/D pour  $D > 6.3\text{mm}$  ;
- Gravillons d/D pour  $d \geq 1\text{mm}$  et  $D \leq 125\text{mm}$  ;
- Ballasts d/D pour  $d \geq 20\text{mm}$  ; et  $D \leq 50\text{mm}$ .

##### **I.6.1.2. Granulométrie :**

La détermination de la granulométrie consiste à tamiser les granulats sur une série de tamis, dont les dimensions d'ouvertures sont décroissantes, et à peser le refus sur chaque tamis. Le résultat de l'analyse est représenté sous la forme d'une courbe dite courbe granulométrique.

##### **I.6.1.3. Propreté des granulats :**

Les granulats, que ce soit les sables ou les gravillons, doivent présenter une propreté satisfaisante pour toute utilisation dans la confection des bétons. Ils ne doivent pas contenir d'impuretés telles que débris végétaux, matières organiques ou argileuses, huiles, sulfates et chlorures ; etc. [38]

##### **I.6.1.4. Forme et dureté :**

En principe, les granulats connus pour les bétons ordinaires conviennent également pour un béton à haute résistance. Si une résistance supérieure est souhaitée, la résistance mécanique du granulat est d'autant plus importante, c'est pour ce la que des résistances supérieures à 100 MPa peuvent difficilement être obtenues avec du calcaire, mais peuvent l'être avec du porphyre ou du gravier. La forme joue également un rôle : les granulats concassés permettent d'obtenir un gain de résistance supérieur à 10 MPa [23].

Les granulats plats et allongés et de faibles résistances mécaniques ont une incidence préjudiciable directe sur les performances du béton [38].

### **I.6.1.5. Absorption d'eau :**

C'est la capacité d'absorption d'eau par un matériau, la présence de beaucoup de pores accessibles à l'eau est défavorable pour la durabilité des bétons, car cela facilite la carbonatation, la pénétration de l'eau chlorurée, ainsi que la dégradation par le gel [38].

### **I.6.2. Effet de la dimension maximale des granulats :**

D'après Walker et Bloem (1960) et Alexander (1961), la résistance à la compression du béton subit un effet négatif à cause de la dimension maximale des granulats ( $D_{max}$ ) à E/C constant, ce propos sera la controverse dans les milieux scientifiques, puisqu'il est admis en générale que plus  $D_{max}$  est élevée et plus le béton est compact, les résistances et la durabilité sont deviennent meilleure. Les travaux de De Larrard et Belloc (1997) [39] ont conclu qu'à un âge donné, et pour un type donné de granulats, la résistance diminue lorsque le diamètre maximal des granulats et l'épaisseur maximale de la pâte (EMP) augmentent [39].

Le diamètre maximal des granulats ne doit pas être trop petit, car la quantité d'eau nécessaire au mouillage augmente, en général, pour les bétons, le diamètre maximal des granulats est de préférence compris entre 10 et 20 mm. [23]

### **I.6.3. Interface pâte de ciment-grulats :**

L'interface pâte de ciment-grulats dans un béton courant est appelée « auréole de transition ». Les caractéristiques de la liaison pâte de ciment-grulats comprennent, la surface de fracture, la fissuration, la composition et la texture des hydrates. A titre d'exemple, les fissures contournent les granulats siliceux mais traversent les granulats calcaires, qui peuvent être considérés comme réactifs, puis les fissures progressent dans la pâte de ciment. En plus de l'origine et la composition des granulats, la granularité a aussi une influence sur le développement des résistances mécaniques, la liaison pâte de ciment- granulats a été trouvée meilleure avec des granulats concassés qu'avec des granulats roulés [35].

### **I.6.4. Réaction alcalis-grulats :**

C'est un ensemble de réactions entre les oxydes alcalins du ciment et des granulats réactifs. Pour une faible proportion de ces granulats, seuls des éclatements localisés peuvent, parfois, se manifester. Dans le cas contraire, des désordres bien plus graves peuvent se produire allant jusqu'à la ruine de l'ouvrage (Hôpital de Chelghoum Laid année 70, Algérie) [40].

D'après A.Criaud et Cadoret l'utilisation d'ajouts pouzzolaniques (au sens large), la recherche d'une compacité optimale et les faibles dosages en eau contribuent globalement à l'obtention d'un BHP durable vis-à-vis des alcali-réactions [41].

La résistance des bétons à haute performance, aux agressions chimiques, est en général supérieure à celle des bétons conventionnels. C'est particulièrement le cas pour la réaction alcalis-grulats. Cette amélioration est reliée à [42]:

- Une structure poreuse fine et discontinue qui réduit la perméabilité et la percolation, les diffusions ioniques au travers de la matrice et de l'interface matrice- granulats ;
- Une réduction de la teneur en  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , et des ions  $\text{OH}^-$  dans la solution interstitielle par l'effet pouzzolanique.

## **I.7. Propriétés du béton :**

### **I.7.1. La maniabilité :**

La maniabilité ou l'ouvrabilité est une qualité essentielle du béton ; elle peut se définir comme la facilité offerte à la mise en œuvre du béton. De l'ouvrabilité dépendent la plupart des qualités de l'ouvrage [16].

La maniabilité ne peut pas nécessairement être sacrifiée pour améliorer les propriétés du béton durcies, telles que la durabilité ou la résistance.

L'addition de particule fine telle que la fumée de silice (FS) augmente la demande en eau pour atteindre des niveaux spécifiques de maniabilité [43], cependant, en présence de superplastifiant (dispersion des particules), même dans des bétons à faible rapport eau/ciment, la maniabilité est plutôt augmentée [26], selon I. Aiada [44], pour une pâte de ciment CPA avec 10% de fumée de silice elle est supérieure à celle d'un CPA avec un même dosage en superplastifiant.

Dans le cas de laitier de haut fourneau, l'étude de Lange et al sur des mortiers a montré qu'il pouvait réduire la demande en eau avec l'augmentation en additions, pour un même niveau de maniabilité.

Les mélanges affectent principalement le comportement d'écoulement de la pâte de ciment, sans changer la composition ou le comportement, des agrégats, pour cela il est raisonnable de sélectionner ces additions, chimique ou minéral, en testant leurs effets sur la maniabilité ; l'idéal est de pouvoir trouver un rapport entre la rhéologie de la pâte de ciment et celle du béton, malheureusement, cela n'a jamais été complètement établi [44].

Pour les bétons, la méthode la plus courante pour mesurer l'ouvrabilité est au moyen du cône d'Abrams « slump test », les bétons sont classés en 4 catégories selon la valeur de l'affaissement au cône :

- Béton mou ou fluide affaissement > 16 cm, tolérance 1 cm.
- Béton très plastique affaissement de 10 à 15 cm, tolérance 2 cm.
- Béton plastique affaissement de 5 à 9 cm, tolérance 3 cm.
- Béton ferme affaissement de 0 à 4 cm, tolérance 3 cm.

D'autres méthodes existent pour déterminer la maniabilité, telle que le maniabilimètre LCPC, le « flow test » ; mais elles ne sont pas toujours pratiques pour le chantier [26.36].

### **I.7.2. Ressuage et ségrégation :**

Le ressuage peut être défini comme étant la séparation des constituants d'un mélange hétérogène produisant ainsi une distribution non uniforme de ses constituants dans un volume donné. Dans le cas du béton on distingue deux causes de la ségrégation :

- une mauvaise formulation du béton.
- une mauvaise technique de mise en place du béton dans les coffrages [45].

Les différences de densités absolues des tranches granulaires accroissent la vitesse de ségrégation.

A taille égale, le volume de gravillon concassé conduisant à la ségrégation, est plus faible que celui d'un granulats roulés.

Entre malaxage et mise en place, les mélanges granulaires sont soumis à des accélérations (dus à la gravité, aux chocs externes et/ou à la vibration), qui peuvent provoquer certaines séparations au sein du mélange [39].

Pour sa part, le ressuage constitue une forme de ségrégation qui se produit, cette fois, à l'échelle de la pâte de ciment. En effet, une partie de l'eau contenue dans la pâte de ciment se sépare de celle-ci sous l'effet de la sédimentation des grains de ciment, et des fines de la phase granulaire [45].

La quantité minimale de ciment nécessaire pour prévenir un ressuage excessif sera plus forte dans le cas d'un sable grenu (le module de finesse élevé), que dans le cas d'un sable bien gradué [39], ces phénomènes de ségrégation et de ressuage seront grandement influencés par les caractéristiques rhéologiques (viscosité, seuil de cisaillement, thixotropie, etc.) de la pâte de ciment fraîche. Ces caractéristiques rhéologiques de la pâte sont, pour leur part, influencées par plusieurs facteurs :

- Le rapport E/C de la pâte ;
- Le ciment : sa nature et sa finesse ;
- Les adjuvants chimiques et les ajouts minéraux ;
- Le malaxage : temps, énergie de malaxage, etc. ;
- La durée de la période dormante.

### **I.7.3. La cure du béton :**

Pour un béton jeune, les conditions aux limites thermiques et hygrométriques affectent le processus de l'hydratation et ont donc des conséquences directes sur les propriétés du matériau.

Selon une étude réalisée par la Portland Cement Association, la résistance en compression à 180 jours d'un béton mûri dans l'eau pendant 7 jours, puis à l'air ambiant jusqu'au jour de l'essai, est 20% plus grande que celle d'un béton mûri dans l'eau pendant seulement 3 jours. Un béton mûri continuellement dans l'eau, est deux fois plus résistant que le même béton mûri dans l'air.

La perméabilité (et donc la durabilité) du béton est, elle aussi, très sensible aux conditions hygrométriques au jeune âge. L'exposition précoce d'un béton au séchage a des conséquences dramatiques sur sa perméabilité. Dans une expérience, Whiting a démontré que la perméabilité d'un béton mûri pendant 1 jour dans l'eau, est trois fois plus grande que celle du même béton, mûri pendant 7 jours à l'air [46].

## **CHAPITRE II**

### **PRISE ET DURCISSEMENT DU CIMENT**

## **CHAPITRE II**

### **PRISE ET DURCISSEMENT DU CIMENT**

#### **II.1. Introduction :**

La prise des liants hydrauliques et le durcissement du béton sont des phénomènes complexes qui ont fait l'objet de nombreuses recherches et publications. Le temps de prise varie avec un très grand nombre de paramètres, comme la nature du ciment, la composition du béton, l'ajout d'adjuvants ou encore la température du milieu [1.45]. Une fois la prise amorcée, le phénomène d'hydratation se poursuit, et la période de durcissement peut durer pendant des mois, voire des années, au cours desquelles les résistances mécaniques continuent de croître. [16]

#### **II.2. Théories de la prise et du durcissement :**

Deux théories d'hydratation ont été proposées à la fin du 19<sup>ème</sup> siècle [1.2.7.9], celle de H. Le Chatelier (1887) et celle de Michaelis (1893).

##### **II.2.1. Théorie cristalloïdale de Le Chatelier**

Cette théorie est aussi dite théorie de la dissolution-cristallisation. Le ciment mis en présence d'eau donne naissance à une solution saturée. Les composés anhydres se dissolvent puis les hydrates formés, peu solubles, précipitent sous forme de microcristaux, ce qui permet une nouvelle dissolution d'éléments anhydres. Les réactions se poursuivent jusqu'à la mise en solution de la totalité du liant. Le durcissement est alors dû à la multiplication, et à l'adhérence des cristaux formés.

##### **II.2.2. Théorie de Michaelis dite topochimique**

Cette théorie suggère qu'il se produit d'abord un phénomène de dissolution provoquant un gonflement des grains, et l'apparition d'une solution très concentrée en chaux. Cette solution agit sur les silicates pour donner un gel de silice et de chaux, qui augmente peu à peu de volume en absorbant continuellement l'eau et la chaux. Le gel durcit, devient imperméable, et l'hydratation se poursuit à l'intérieur des grains de ciment, protégés par cette enveloppe [7.9].

On admet que les deux théories coexistent (Le Chatelier et Michaelis), car la première semble mieux expliquer les réactions en milieu aqueux dilué au cours des premières étapes de l'hydratation, et la deuxième semble prédominante aux âges avancés [6].

#### **II.3. Hydratation du ciment :**

En chimie des ciments, l'hydratation désigne l'ensemble des actions de l'eau intervenant dans la prise et le durcissement du ciment, à savoir, la dissolution, l'ionisation, l'hydrolyse, la solvataion, l'adsorption, et enfin l'hydratation (fixation de l'eau sur un corps) qui définit l'action globale de l'eau sur le ciment [4]. Elle commence dès la mise en contact de l'eau avec le ciment, les réactions chimiques d'hydratation des différents constituants conduisent à l'obtention d'une pâte fluide, qui se transforme assez rapidement en une masse durcie [3.9].

##### **II.3.1. Mécanisme d'hydratation du ciment :**

Il faut admettre, que les détails du processus chimique, qui transforme la pâte de ciment en une masse solide, ne sont pas encore totalement compris. Les réactions chimiques qui se produisent sont tellement complexes, que l'on a pu dire que le béton est le fruit d'une technologie très simple, mais en même temps, d'une science très complexe. Cependant, des progrès ont été réalisés dans ce

domaine, de telle sorte que les principales étapes de la réaction d'hydratation soient mieux connues [26].

La réaction d'hydratation du ciment portland avec l'eau produit un dégagement de chaleur qui peut être mesurée par calorimétrie. Le dégagement de chaleur et l'évolution de l'hydratation peuvent être ainsi suivis dans le temps [47].

La courbe caractéristique de calorimétrie isotherme d'un ciment figure (II.1) peut être décomposée en quatre périodes distinctes, ces périodes peuvent être décrites de la manière suivante :

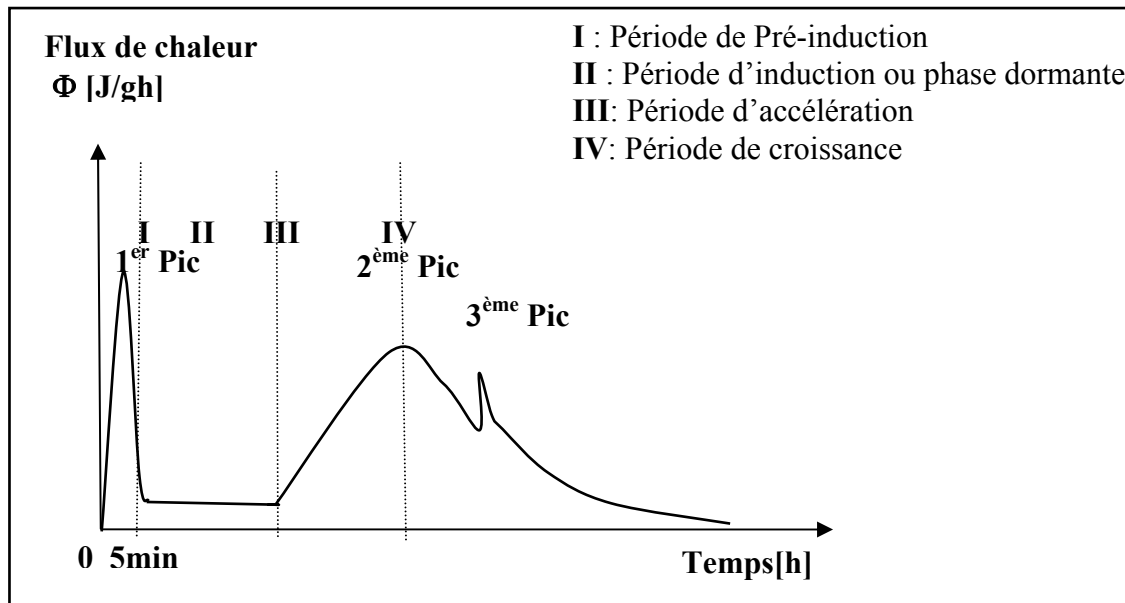


Figure (II.1) : Courbe typique de calorimétrie isotherme d'un ciment [8]

- **Période (I) : réactions initiales (pré-induction)**

Cette période débute dès le contact entre l'eau et le ciment et dure quelques minutes. Le  $C_3S$  et le  $C_3A$  des grains de ciment réagissent immédiatement avec l'eau, formant de l'Ettringite et des C-S-H (métastables). Cela correspond donc à une phase de dissolution : les ions entrent en solution.

**Le 1<sup>er</sup> Pic:** Correspond au mouillage et à la dissolution; son apparition est très rapide (quelques minutes).

- **Période (II) : période dormante (athermique).**

Durant cette période, des ions  $Ca^{2+}$  et  $OH^-$  sont libérés. Ceci augmente alors le pH de la solution, ralentissant la dissolution des constituants. Le dégagement de chaleur est alors faible. Cette période correspond à la phase durant laquelle le béton est maniable.

- **Période (III) : période d'accélération.**

Cette période débute lorsque la concentration en ions  $Ca^{2+}$  et  $OH^-$  de la solution devient critique, la conductivité électrique de la solution étant alors à son maximum. Cette sursaturation induit la précipitation de la Portlandite. Il s'ensuit alors les mécanismes de dissolution, de nucléation et de précipitation des différentes phases, permettant la formation des hydrates (Ettringite, Portlandite, C-S-H). Cette grande activité chimique dégage beaucoup de chaleur, et augmentant la température du matériau. Les hydrates formés commencent à s'enchevêtrer permettant alors la création d'un solide rigide.

La prise du béton se situe donc dans cette période. Elle correspond au moment où le béton passe de sa phase liquide à sa phase solide, c'est à dire qu'un chemin continu de particules liées mécaniquement traverse le solide.

**Le 2<sup>ème</sup>Pic:** Il correspond à la formation continue d'Ettringite et à un dégagement de chaleur plus important causé par l'hydratation du  $C_3S$ .

• **Période (IV) :** période de ralentissement (croissance):

Les grains anhydres se trouvent recouverts d'une couche d'hydrates qui s'épaissit de plus en plus. Pour que l'hydratation se poursuive, il faut que l'eau diffuse à travers les pores de gel. Ainsi, cette période se traduit sur la courbe par une diminution de la chaleur dégagée. Si le réseau poreux est fermé, une partie du ciment n'est jamais atteinte et donc ne sera jamais hydratée. De plus, la quantité d'eau au départ doit être suffisante pour hydrater tout le ciment. C'est aussi durant cette période que l'Ettringite de type AFt ( $Al_2O_3$ - $Fe_2O_3$ -tri) se dissout afin de se transformer en type AFm ( $Al_2O_3$ - $Fe_2O_3$ -mono, tel que monosulfoaluminate) [8].

**Le 3<sup>ème</sup>Pic :** Correspond à la conversion de l'Ettringite en monosulfate ainsi qu'à la reprise d'hydratation du  $C_3A$  (dont l'intensité et la rapidité d'apparition sont fonctions des teneurs en aluminates, sulfates et alcalins). En général ce 3<sup>ème</sup>Pic apparaît sous forme d'une bosse.

La mesure de la chaleur d'hydratation peut être réalisée à l'aide de :

- Calorimètre Dewar
- Calorimètre à conduction
- Calorimètre adiabatique

La quantité de chaleur dégagée par un ciment est fonction :

- Du rapport E/C
- De la Composition du clinker
- De la Finesse
- Du type d'ajouts cimentaires

Les figures (a.b.c.d) en annexes 3, permettent une explication imagée de l'évolution de la microstructure des bétons en fonction du temps. [10. 48]

### **II.3.2. Hydratation des principaux constituants du ciment :**

La réaction d'hydratation du ciment combine celles de ses principaux composants. De nombreuses études ont été faites sur l'hydratation individuelle de chacune des phases du ciment, telle que l'étude de Gartner, Gaidis et coll. (1989), mais très peu de travaux ont été focalisés sur les interactions entre ces réactions [8]. Il faut donc garder à l'esprit que même si l'hydratation du ciment est souvent considérée comme étant contrôlée par l'hydratation de  $C_3S$ , il existe très probablement une synergie entre les différentes réactions [3.8].

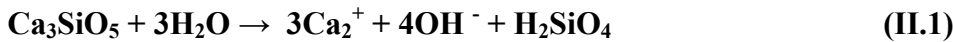
De plus, l'hydratation est modifiée lorsque le ciment portland contient des constituants secondaires (laitier de haut fourneau, cendres volantes, pouzzolanes) ou des adjuvants chimiques (accélérateurs, retardateurs) [1.19].

#### **II.3.2.1. L'hydratation du $C_3S$ :**

Au contact de l'eau, les silicates se dissolvent sous forme d'ions silicates, des ions calcium ( $Ca^{2+}$ ) et hydroxydes ( $OH^-$ ), et des ions silicates  $H_2SiO_4^{2-}$ . Au cours de la dissolution, il se forme des C-S-H

(silicate de calcium hydraté), et de la Portlandite selon les réactions (I.2.1) et (I.2.2) suivantes. Ces réactions sont exothermiques et peuvent servir de catalyseur à la réaction d'hydratation [8].

- Dissolution du silicate tricalcique C<sub>3</sub>S (Ca<sub>3</sub>SiO<sub>5</sub>) :



- Précipitation des hydrosilicates de calcium (C-S-H) :

Au fur et à mesure que la dissolution du silicate tricalcique se poursuit, la solution interstitielle de la pâte de ciment s'enrichit en ions calcium, hydroxyde et silicate.

Lorsque celle-ci atteint la sursaturation maximale, par rapport aux hydrosilicates de calcium, il y a alors, formation de germes de C-S-H selon la réaction suivante :



Avec:  $X = \text{CaO}/\text{SiO}_2$  ;  $Y = \text{H}_2\text{O}/\text{SiO}_2$

Les C-S-H se forment tout au long de l'hydratation. Il y a d'abord nucléation hétérogène de germes de C-S-H sur les grains de silicate tricalcique. Ces germes grandissent ensuite jusqu'à une taille de 60x30x5 nm. La formation se poursuit ensuite par une nucléation secondaire hétérogène de C-S-H sur les premiers germes. Ces nouveaux germes secondaires grandissent eux aussi jusqu'à avoir la même taille que les précédents et ainsi de suite jusqu'au recouvrement complet de la surface des grains de C<sub>3</sub>S. La réaction se poursuit ensuite et les hydrates se développent aussi bien à la surface externe du grain recouvert « *outer products* » qu'à la surface interne « *inner products* ».

La stoechiométrie (valeurs de  $x$  et  $y$ ) du C-S-H est variable et dépend de la concentration en ions Ca<sub>2</sub><sup>+</sup>, OH<sup>-</sup>, H<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub> de la solution interstitielle à partir de laquelle ils précipitent. Cette concentration, qui varie au cours de l'hydratation, implique la formation de plusieurs types de silicates de calcium hydratés caractérisés par un rapport Ca/Si différent [11.10.49. 50.51], les zones verticales de la courbe indiquent la coexistence de deux phases solides en équilibre. [50]

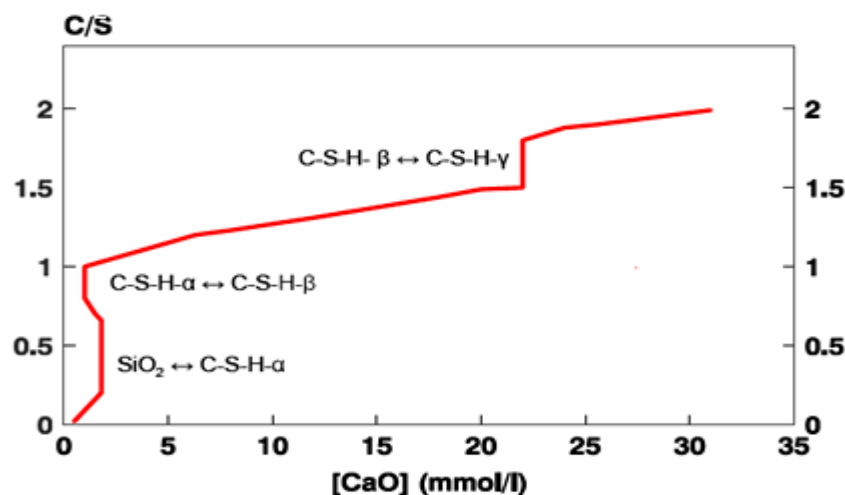
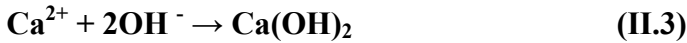


Figure (II.2) : Type C-S-H en fonction de la variation du rapport Ca/Si et des concentrations d'hydroxyde de calcium de la solution en équilibre [50].

- Précipitation de la Portlandite :

Dès que la solution a atteint une concentration en hydroxyde de calcium suffisamment au-delà de la limite de solubilité par rapport à la Portlandite (22 mmole/l), celle-ci précipite selon la réaction (II.3) suivante [50.49]



Le  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  est soumis à un mécanisme de dissolution- précipitation continu dans les pores et les fractures de la pâte de ciment et est éventuellement susceptible d'être lessivé et carbonaté [11].

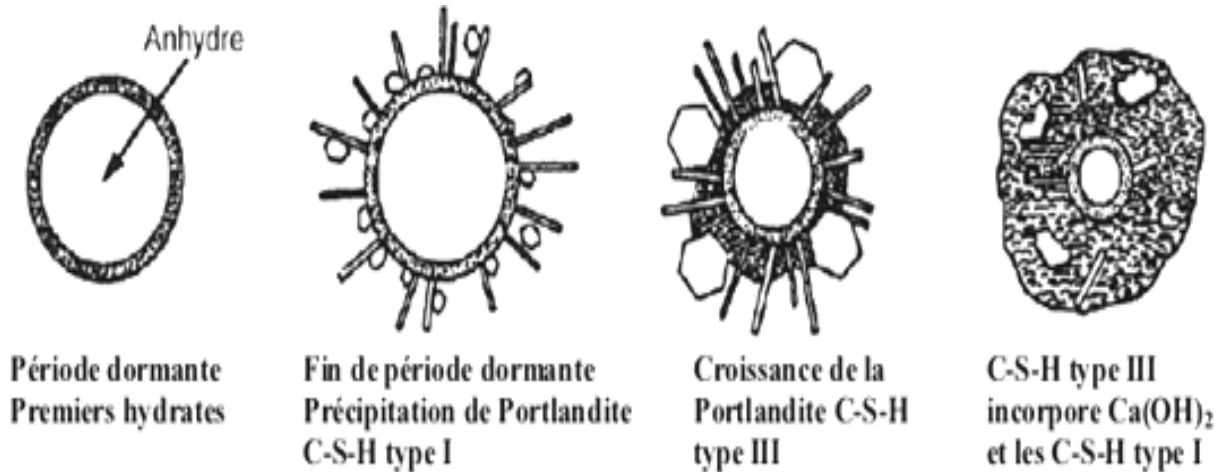


Figure (II.3) : Mécanisme d'hydratation du C<sub>3</sub>S [11]

### II.3.2.2. Hydratation du C<sub>2</sub>S :

Son hydratation se fait de la même façon que pour les C<sub>3</sub>S. Ce composé existe sous différentes variétés polymorphiques ( $\alpha$  C<sub>2</sub>S ;  $\beta$  C<sub>2</sub>S ;  $\gamma$  C<sub>2</sub>S). Il est responsable des gains de résistance aux âges très avancés [4]. La cinétique d'hydratation du  $\beta$  C<sub>2</sub>S est plus lente, et la quantité de Portlandite formée est plus faible [8]. Les formes  $\alpha$ ,  $\gamma$  sont moins réactives que la forme polymorphique  $\beta$ .

### II.3.2.3. Hydratation du C<sub>3</sub>A :

Au cours de l'hydratation, l'aluminium se trouve essentiellement dans la forme d'aluminates de calcium hydratés. Ces hydroaluminates de calcium sont regroupés communément sous le nom de phases AFm qui définit l'ensemble des alumino-ferrites monosubstitués. Leur formule générale est  $[\text{Ca}_2(\text{Al,Fe})(\text{OH})_6].X.x\text{H}_2\text{O}$  [52]. En présence d'une quantité suffisante de gypse, l'hydratation se déroule selon les phases suivantes [40] :

- **Phase initiale :** Le C<sub>3</sub>A et le gypse se dissolvent rapidement en ions ( $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{OH}^-$ ) la solution est ainsi saturée par rapport au hydrates, et les ions se combinent instantanément pour former des cristaux d'Ettringite, ou sel de Condlot selon la réaction suivante :

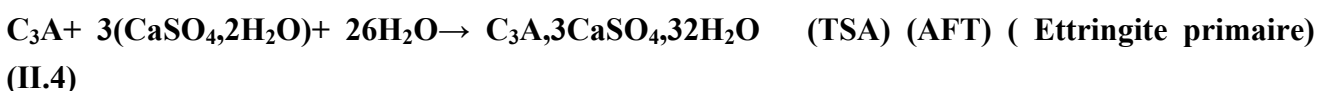




Figure (II.4): Cristaux d'Ettringite vue au MEB.

L'Ettringite forme une barrière efficace ralentissant l'hydratation. Ce composé apparaît généralement sous forme de longues aiguilles hexagonales enchevêtrées dont la morphologie circulaire ou fibreuse permet aisément son identification.

- **Phase dormante** : Durant cette phase, l'Ettringite ( $C_3A, 3\hat{C}\hat{S}, H_{32}$ ) ( $C_6\hat{A}\hat{S}_3H_{32}$ ) (TSA) (AFT) continue de se former à faible vitesse. Cependant une partie de ces aluminiums peut également être présente dans les C-S-H.

En effet, Copeland et Coll ont démontré que dans le ciment Portland hydraté, les  $Al^{3+}$  ne sont pas présents uniquement dans l'Ettringite et les phases AFm. Dès 1957, Kalousek a été le premier à démontrer que les ions aluminates présents dans une pâte de ciment, peuvent pénétrer la structure de la tobermorite qui est un modèle pour la structure du C-S-H. Il propose des mécanismes réactionnel solide/solution, et fait l'hypothèse que les ions aluminates substituent les silicates sur les chaînes silicates.

Maintenant, il est bien connu que ces ions aluminates dans le ciment hydraté peuvent aisément remplacer les ions silicates dans le C-S-H, pour donner un produit que l'on note «**C-S-A-H Géhlénite hydratée**». [52]

• **Epuisement du gypse** : Lorsque le « gypse » est totalement consommé, généralement 10 à 24 heures après le gâchage, l'Ettringite se dissout et devient une nouvelle source d'ions sulfates pour former avec les aluminates excédentaires du monosulfoaluminate de calcium hydraté (MSA)(Afm) :



Ce dernier cristallise sous forme de cristaux en tablettes hexagonales, comme les hydrates  $C_4AH_{13}$  et  $C_2AH_8$

• **Phase finale** : Cette phase dépend des proportions initiales d'aluminate et de « gypse ». Après quelques semaines, l'Ettringite est totalement transformée en monosulfoaluminate.

Au-delà d'un mois, le monosulfoaluminate réagit lentement avec l'aluminate et l'aluminoferrite excédentaires pour donner un aluminoférite de calcium hydraté complexe incluant des ions aluminate, ferrate, sulfate, calcium et hydroxyle.

#### II.3.2.4. Hydratation du C<sub>4</sub>AF:

L'hydratation du C<sub>4</sub>AF est similaire à celle du C<sub>3</sub>A en substituant aux aluminates des aluminoferrites. Cependant, le C<sub>4</sub>AF réagit moins vite que le C<sub>3</sub>A. Son hydratation n'est toujours pas totalement élucidée et souvent ignorée dans les publications portant sur l'hydratation des ciments. Les réactions d'hydratation du C<sub>4</sub>AF sont les suivantes :



#### II.3.3. Degré d'hydratation :

Le degré d'hydratation est le rapport entre la chaleur dégagée au temps t, et la chaleur totale dégagée correspondant à une hydratation totale du ciment. La notion de « degré d'hydratation,  $\alpha$  » dans le cas du béton, se veut une mesure de l'avancement de la réaction entre l'eau et le ciment. Toutefois, du point de vue théorique, il n'est pas possible de décrire complètement tout le processus d'hydratation du ciment par un seul degré d'hydratation, lorsque de nombreuses réactions sont en causes simultanément. Une étude de Copeland a montré une évolution très différente des degrés d'hydratation des composants du clinker en fonction du temps, cependant, d'un point de vue pratique, il semble que la détermination d'un degré global d'hydratation est possible dans le cas du béton [45].

Pour obtenir une estimation de l'état d'avancement de la réaction d'hydratation, on a recours à des méthodes de nature indirecte, qui consistent à évaluer la quantité de ciment hydraté, ou à mesurer la quantité de chaleur dégagée par les réactions d'hydratation [46]. En plus de l'analyse par rayons X, ces dernières font partie des méthodes les plus intéressantes pour la détermination du degré d'hydratation [45].

Le choix entre la réalisation d'essais de calorimétrie ou la détermination de la proportion d'eau liée chimiquement, dans le matériau, dépend du contexte et des besoins. En plus de générer des données souvent fondamentales pour les calculs, les essais de calorimétrie adiabatique, ou de calorimétrie isotherme, présente l'avantage de fournir une mesure continue du degré d'hydratation. L'évaluation de la quantité d'eau liée chimiquement doit être effectuée par mesures ponctuelles, mais l'échantillon peut être prélevé à même l'ouvrage ou le corps d'épreuve au moment choisi [46].

#### II.3.4. Chaleur d'hydratation :

On appelle habituellement chaleur d'hydratation (Q) la quantité de chaleur dégagée en moyenne par l'hydratation des constituants du ciment portland. On peut définir aussi une chaleur d'hydratation conventionnelle (Q<sub>conv.</sub>) par :

Q<sub>conv</sub> = quantité de chaleur dégagée en moyenne par hydratation d'un gramme de ciment standard en 28 jours. La chaleur d'hydratation des constituants du ciment est donnée dans le tableau (II.1) :

Tableau (II.1) : Chaleur d'hydratation des constituants du ciment Portland [10].

Constituants du ciment Portland	(Q) chaleur dégagée (J/g)		
	7 jours	28 jours	6mois
C <sub>3</sub> S	460	502	502
C <sub>2</sub> S	84	189	251
C <sub>3</sub> A	773	857	865
C <sub>4</sub> AF	168	209	293

La quantité totale de chaleur dégagée pendant la prise augmente avec le dosage en ciment. Cependant, on est souvent conduit, pour des raisons de compatibilité avec les adjuvants, à choisir des ciments à faible teneur en aluminates (généralement peu exothermiques). Au final, les BHP sans fumée de silice se placeraient, sous l'aspect thermique, en fourchette haute des bétons d'ouvrage d'art.

Les fumées de silice ont, quant à elles un rôle accélérateur sur l'hydratation du ciment. Par contre, leur combinaison avec la chaux du ciment (réaction pouzzolanique) ne s'accompagne que de faible dégagement de chaleur, comme pour les cendres volantes. Quant aux laitiers, leur contribution thermique dépend directement de leur activité [53].

Des gradients élevés de température, dus à la chaleur d'hydratation, sont susceptibles d'engendrer de la fissuration pouvant apparaître dans des éléments en béton. On préfère donc des formulations à faible chaleur d'hydratation dans le cas des structures massives et étanches [10].

### II.3.5. Cinétique d'hydratation :

L'hydratation des ciments s'effectue avec un dégagement de chaleur dont l'intensité évolue en fonction du temps et donne une image des vitesses de réaction. La calorimétrie à conduction est une méthode analytique, qui permet de suivre ces dégagements de chaleur et donc d'étudier la cinétique d'hydratation des ciments et de ses composants [11].

Les constituants du ciment présentent des vitesses d'hydratation (v) différentes, on trouve que  $V(C_3A) > V(C_3S) > V(C_2S) > V(C_4AF)$  [4. 6.10].

La cinétique d'hydratation de ces constituants détermine la vitesse de leur durcissement ; plus l'hydratation du minéral n'est rapide, et plus vite s'accroît sa résistance figure (II.6) [45.54].

Cette vitesse peut être influencée par le rapport E/C du béton, et par la nature et les proportions des ajouts cimentaires. La présence d'adjuvants, peut provoquer sa variation, et de là affectée la prise et le durcissement [45].

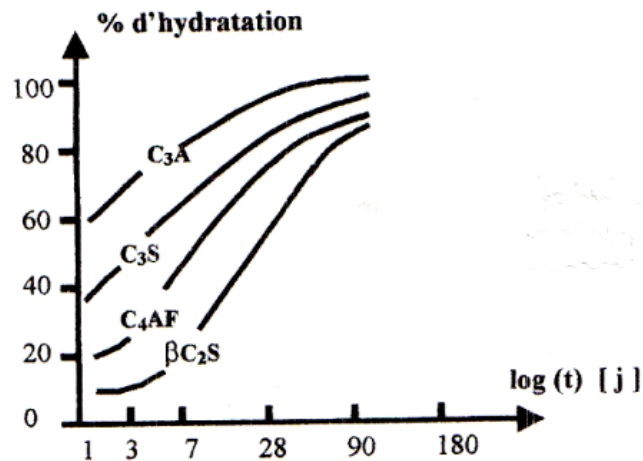


Figure (II.5) : Vitesse d'hydratation des constituants du ciment [54]

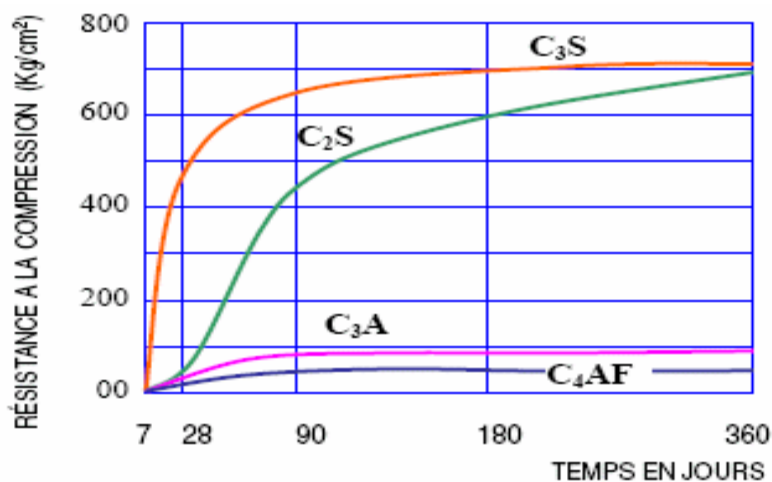


Figure (II.6) : Accroissement de la résistance des minéraux du ciment portland [54].

## II.4. Le retrait :

Le retrait d'une pâte de ciment est la conséquence de la contraction Le Chatelier avant prise puis, après prise, de l'augmentation des contraintes de traction dans les pores due à une consommation d'eau d'origine chimique (hydratation), qui conduit au retrait endogène, ou physique (séchage) donnant le retrait de dessiccation.

Dans le béton, la pâte effectue son retrait autour d'inclusions que sont les granulats. Le retrait est donc intimement lié à la composition de la pâte et aux caractéristiques élastiques des granulats.

Les granulats constituant un frein au retrait, à même qualité de pâte, le retrait du béton sera d'autant plus faible qu'il y aura plus de granulats [46].

### II.4.1. Principaux paramètres agissant sur le retrait : [16.10]

Le retrait est influencé par :

- la nature du ciment (la proportion de certains constituants à une action défavorable sur la valeur totale du retrait) ;
- la finesse de mouture ;
- le dosage en ciment, dans le béton ;
- Le dosage en eau

- La propreté et la nature des granulats ;
- La protection après coulage.

Le retrait doit être inférieur à 800µm/m pour les ciments CPJ-CEMII 32.5.

Le retrait doit être inférieur à 1000µm/m pour les ciments CPJ-CEMII 32.5R.

## **II.4.2. Différents types de retrait :**

### **II.4.2.1. Retrait thermique :**

Il est dû aux gradients de température qui se manifestent dans le béton lors d'un déséquilibre calorifique. Ces variations de température interne sont générées, soit par une source de chaleur externe (d'origine naturelle, climatique ou industrielle par traitement thermique ou de cure), soit par une source interne, comme celle issue de la nature exothermique des réactions d'hydratation [52].

Pendant l'hydratation, on observe un dégagement de chaleur qui augmente la température du béton. Cette élévation de température provoque dès le début de prise une dilatation pendant que le béton est encore déformable. Lorsque le refroidissement débute, le béton se contracte, alors que la prise a été déjà faite. La rigidité du béton limite la déformation, et les contraintes de traction commencent à se développer. Le retrait observé peut entraîner des fissurations, lorsque les déformations de traction dépassent la limite en traction [51].

La température due à la chaleur d'hydratation peut atteindre 80° C dans le cas d'ouvrage massifs. Une compétition entre la dilatation thermique à l'intérieur et la contraction à l'extérieur peut provoquer dans ce cas deux types de fissuration : fissuration de peau, et localisée [52].

### **II.4.2.2. Retrait plastique (avant prise) :**

Ce retrait a lieu avant la prise du ciment, à un moment où la pâte est encore déformable. Il se produit lorsque le flux d'eau évaporée au niveau de la surface est supérieur au flux d'eau ressuée, ceci, surtout au moment de la pré-prise, où l'on observe une nette diminution du ressuage. Le retrait plastique se caractérise alors par une diminution de volume qui peut conduire à une fissuration, d'autant plus qu'avant la prise, le béton n'a pas encore développé une grande résistance à la traction. Les fissures de retrait plastique sont peu profondes.

La durée de ce retrait est d'autant plus courte que l'autodessiccation est rapide, car l'hydratation crée des produits solides augmentent la consistance de la pâte et diminuent la connectivité de la phase liquide.

### **II.4.2.3. Retrait de carbonatation :**

Lors de la réaction de carbonatation, les composés calciques issus de l'hydratation, principalement la Portlandite, réagissent avec le dioxyde de carbone de l'air pour donner du carbonate de calcium et de l'eau, conformément au schéma réactionnel simplifié suivant :



La transformation cristallographique de la Portlandite en calcite s'accompagne d'une légère diminution du volume. La carbonatation agit surtout en surface à cause de la présence de gaz carbonique dans l'air.

Ainsi, pour les bétons ordinaires, on remarque que ce ne sont que les premiers centimètres qui font l'objet de cette réaction, et cela même après plusieurs années. La réaction de carbonatation varie avec l'humidité du béton et l'humidité relative (l'optimum de la cinétique de carbonatation se trouve aux alentours de 65%). La diffusivité peut aussi être influencée par la présence de fissures. Dans la plupart des cas, ce retrait est négligeable voire nul.

#### **II.4.2.4. Retrait de dessiccation (séchage):**

Le retrait de dessiccation est lié au départ de l'eau libre du béton par évaporation dans les conditions normales. Cette eau étant plus ou moins liée à la phase solide, son départ cause un déséquilibre dans le béton qui se traduit alors par un retrait.

Il existe trois types d'eau dans une pâte de ciment hydratée : l'eau des pores capillaires, l'eau adsorbée sur les surfaces et l'eau interfeuillettes, un mécanisme spécifique à chaque type d'eau va engendrer une partie du retrait de dessiccation de la matrice [51].

Le retrait de séchage dépend de l'humidité relative présente aux limites de l'élément de béton considéré. Il est d'autant plus fort que la quantité d'eau libre dans la pâte est plus grande. Les bétons ordinaires ont donc un retrait de séchage plus important que les BHP [46].

#### **II.4.2.5. Retrait endogène :**

Ce type de retrait se compose en fait de deux phénomènes, la contraction Le Chatelier, et le retrait d'autodessiccation. Le premier, de nature purement chimique, traduit le déficit volumétrique caractérisant la réaction d'hydratation du ciment, le second et de nature physico-chimique [46].

Le retrait endogène découle, d'abord de la composition de la pâte. Du fait d'une taille moyenne de pores plus petit, les BHP à bas rapport E/C ont un plus grand retrait endogène que les bétons ordinaires, la présence de fumée de silice augmente ce type de retrait [19].

Les caractéristiques du ciment jouent naturellement un rôle majeur : une augmentation de la surface Blaine ou une diminution de la chaux libre font augmenter le retrait endogène. L'influence du taux de  $C_3A$  est également avérée, à fort rapport  $SO_3/K_2O$ , l'augmentation du  $C_3A$  augmente le retrait ; à faible rapport l'effet est inverse. La présence d'ajout expansif permet de réduire le retrait endogène [46.51].

- **Contraction Le Chatelier :** En faisant un bilan volumétrique à un instant donné de l'hydratation, nous pouvons nous apercevoir que le volume absolu des hydrates formés est inférieur au volume absolu des produits initiaux (eau et ciment anhydre). Ce phénomène, appelé retrait chimique ou composante chimique du retrait endogène, a été découvert dès 1900, par H. Le Chatelier et depuis porte son nom *Contraction Le Chatelier*. Il est à noter que ce retrait résulte à la fois de l'hydratation directe des composants principaux et de celle des constituants secondaires [52].

La contraction Le Chatelier n'est nullement liée au rapport E/L (eau/liant), à la quantité d'eau, ou à la quantité de ciment introduit. Elle dépend uniquement, et de façon proportionnelle, de la quantité d'hydrates formés. Ce phénomène provoque une diminution de volume comprise entre 8 et 10% de la somme des Volumes des constituants de ciment anhydre et de l'eau [55.56], ce qui conduit alors à un retrait linéique potentiel de l'ordre de 3 % à 4%) [51].

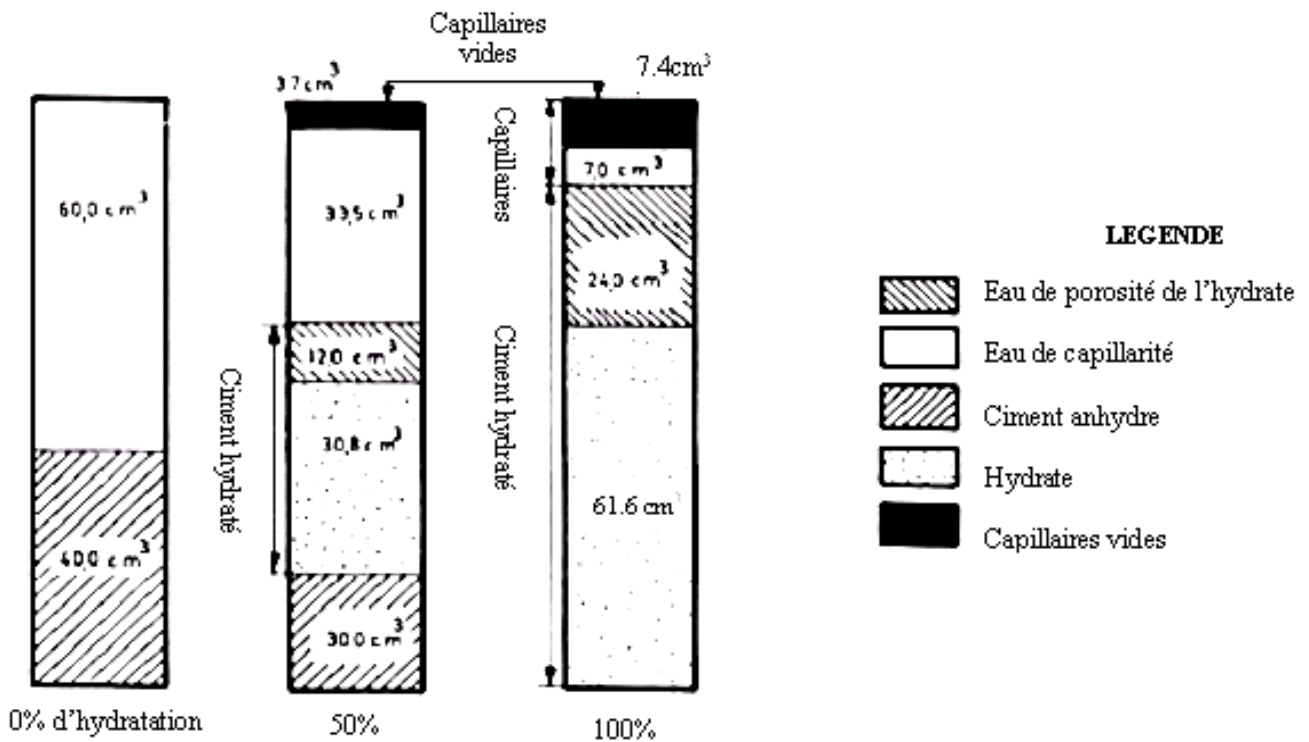


Figure (II.7) : Bilan volumétrique à 0%, 50% et 100% d'hydratation avec échange avec l'extérieur, selon Neville [52].

- L'auto-dessiccation:** Appelée aussi second retrait, il commence après la prise [10]. On sait que l'hydratation du ciment s'accompagne, du fait de la *Contraction Le Chatelier*, par la création d'un fin réseau de pores capillaires à l'intérieur de la pâte de ciment hydratée. Dans un premier temps, ces capillaires sont saturés en eau, lorsque la consommation d'eau pour l'hydratation du ciment provoque leur assèchement, cela aboutit à la formation de ménisques, d'où on s'accorde à expliquer ce retrait par les forces de traction (capillaires ou autres) qui se développent, à l'intérieur des capillaires les plus fins [55.56].

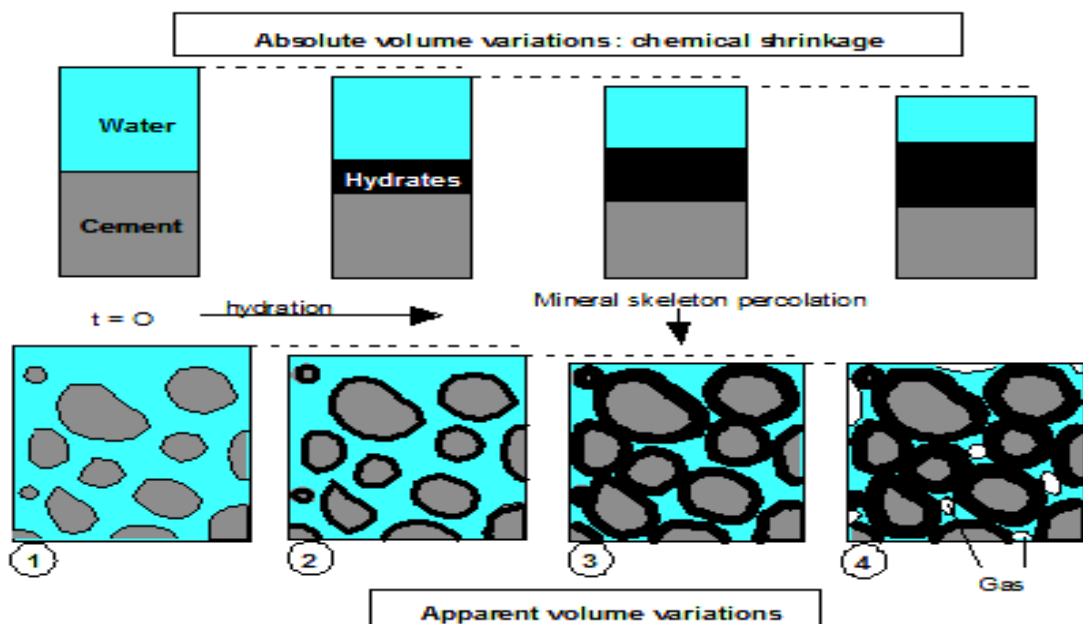


Figure (II.8) : L'auto-dessiccation, une conséquence du retrait chimique [8].

Le retrait d'auto-dessiccation est accentué dans les bétons à microstructures fines (BHP, BTHP) dans lesquels la taille réduite des pores favorise les dépressions capillaires. L'association de la mesure de la contraction Le Chatelier et des déformations d'auto-dessiccation, dès la fin du gâchage, permet de définir l'échéance marquant le passage d'un état de suspension à celui d'un solide rigide poreux. Plusieurs auteurs, dont Knudsen et al, Paulini, Geiker et al, ont utilisés la mesure de ces deux contractions comme indicateur de l'avancement des réactions d'hydratations (la prise) [52].

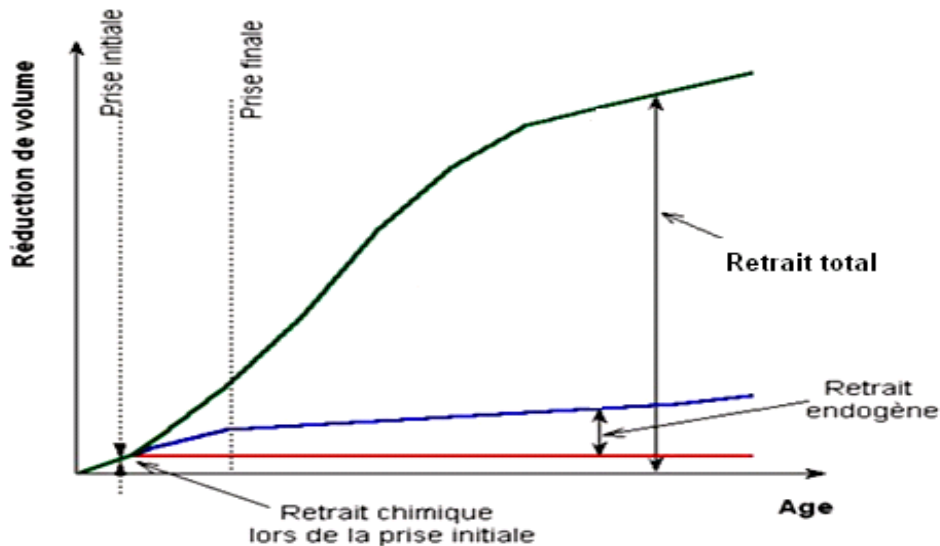


Figure (II.9) : Différence entre les retraits chimique et externe en fonction du temps [8].

#### II.4.2.6. Méthodes de mesure du retrait :

##### II.4.2.6.1. Méthode dilatométrique (chimique):

Cette méthode correspond à celle développée originellement par Le Chatelier. Elle est présentée à la Figure (II.10). Un petit volume de pâte fraîche est inséré dans un erlenmeyer. De l'eau distillée est introduite pour saturer l'échantillon. Un bouchon de silicone muni d'une pipette graduée referme l'erlenmeyer afin d'empêcher l'apparition de bulles d'air et de minimiser l'évaporation.

L'ensemble « erlenmeyer + pipette » est alors placé dans un bain thermostaté. Une goutte d'huile de paraffine est introduite dans la pipette pour empêcher l'eau de s'évaporer.

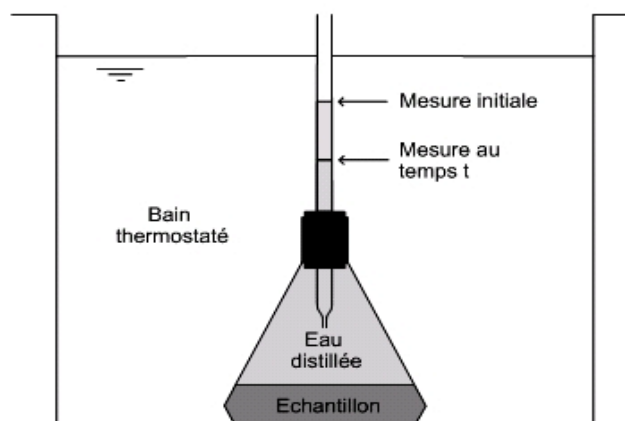


Figure (II.10): Mesure du retrait chimique par la méthode dilatométrique [8]

La mesure de la réduction d'eau dans la pipette se fait ponctuellement. En faisant l'hypothèse que l'eau vient remplir tous les vides, cette réduction correspond au changement de volume absolu de l'échantillon, c'est à dire au retrait chimique (Contraction Le Chatelier).

#### II.4.2.6.2. Méthode d'essai volumétrique :

Cette méthode consiste à suivre la masse d'une éprouvette immergée. Environ 300 g de pâte de ciment est coulée à l'intérieur d'une membrane en latex. L'éprouvette est alors placée dans un récipient rempli de mercure, fermé par un bouchon muni d'un tube capillaire. La mesure des déformations se fait en relevant les variations de mercure dans le tube capillaire.

#### II.4.2.6.3. Méthode d'essai linéique :

Plusieurs méthodes d'essais existent mais elles sont toutes basées sur le même principe : les éprouvettes sont coulées dans des moules prismatiques et les changements de longueur sont mesurés à l'aide de capteurs de déplacement, Figure (II.11).

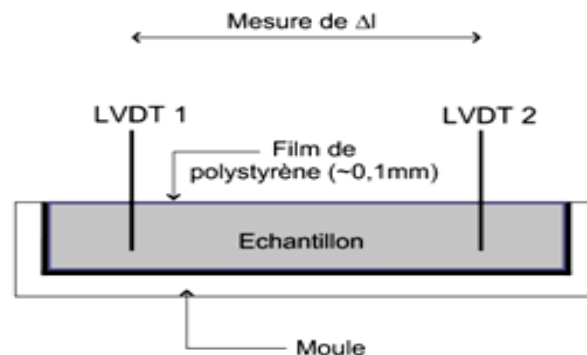


Figure (II.11) : Mesure du retrait endogène par la méthode linéique.

La méthodologie diffère selon si l'essai de retrait est effectué de manière verticale ou horizontale. Si l'essai se fait verticalement, les éprouvettes sont démoulées puis scellées à l'aide de papier aluminium adhésif (afin de prévenir toute évaporation d'humidité) et maintenues à température constante. Les mesures débutent en général 24h après le coulage, et elles sont discontinues, si l'essai se fait horizontalement [8.51.52].

Typiquement, le retrait d'autodessiccation des mortiers et bétons est mesuré suivant une méthode linéique semblable à celle utilisée pour la mesure du retrait de séchage [46].

#### II.5. Le gonflement :

Le gonflement observé après la prise est dû à la constitution d'hydrates massifs comme la Portlandite,  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , dont la croissance fait pression sur l'ensemble de la structure, et en provoque la dilatation (foisonnement de la chaux). Ce gonflement s'oppose en partie au retrait et est lié à la quantité de chaux libre non hydratée restant après le début de la prise. Si cette quantité est faible, le gonflement pourra être négligeable [56].

Dans certains cas, la formation d'Ettringite peut s'accompagner de gonflement. Cinq explications existent concernant le gonflement de l'Ettringite [51] :

- Expansion par croissance cristalline,
- Gonflement lié à l'absorption d'eau par les particules d'Ettringite,
- Gonflement lié à la pression de cristallisation de l'Ettringite, voir figure (II.12).

- Expansion par pression osmotique sur une membrane semi-perméable entre la phase interstitielle et la surface des grains anhydres.
- Gonflement par formation de monosulfoaluminate de calcium hydraté.

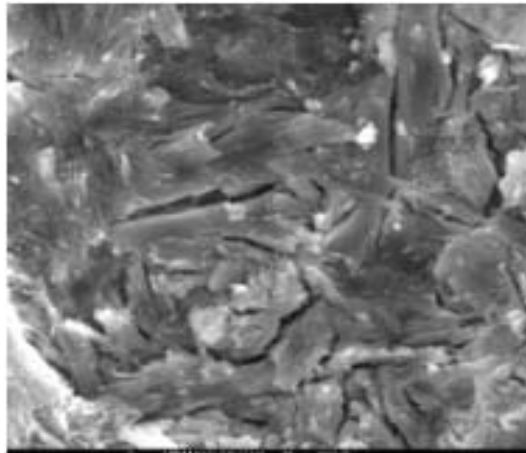


Figure (II.12) : Microscopie Electronique à Balayage Ettringite massive (expansive) [51].

**CHAPITRE III**

**CIMENT AU LAITIER**

## **CHAPITRE III**

### **CIMENT AU LAITIER**

#### **III.1 Introduction :**

Depuis plusieurs années, l'industrie cimentière s'est fortement impliquée dans le recyclage de sous produits industriels, autre leur élimination, leur emploi permet de les valoriser par leur passage du statut de déchet à celui de matières premières [2]. Le laitier de haut fourneau est largement utilisé de nos jours, pour la production des ciments dans les pays tel que le Canada, la France, la Chine ou encore l'égypt.

#### **III.2. Les laitiers de hauts fourneaux:**

##### **III.2.1 Obtention et traitement du laitier de haut fourneau :**

Le traitement thermique des minerais de fer permet d'obtenir la fonte destinée à la fabrication des aciers, et de récupérer le laitier qui est traité, soit par un refroidissement lent, soit par un refroidissement rapide à l'eau. Dans le premier cas le laitier, séparé de la fonte, coule dans une rigole vers une fosse où il va refroidir naturellement à l'air, et se solidifier en plaques épaisses, dans le deuxième cas on peut procéder par :

##### **III.2.1.1. Granulation :**

Cette méthode est basée sur le principe de la fragmentation du laitier liquide par son refroidissement brutal, avant son déversement dans un bassin, grâce à des jets d'eau sous pression arrivant obliquement dans le sens d'écoulement du laitier liquide. Cette méthode est la plus courante, mais elle présente certains inconvénients, notamment une humidité résiduelle importante, qui impose un séchage du laitier avant son broyage.

##### **III.2.1.2. Bouletage :**

Un tambour rotatif muni d'ailettes fragmente le laitier en fusion et le projette en l'air pour former des boulettes plus ou moins poreuses (laitier bouleté). Cette méthode permet une manipulation plus facile du produit fini et une diminution de l'énergie de séchage grâce à une faible humidité résiduelle [57. 2. 58].

#### **III.3.2. Principales formes de laitier :**

L'élaboration du laitier peut conduire, selon qu'il y'a trempe ou non, à deux formes minéralogiques différentes. La différence fondamentale est du point de vue cristallographique et chimique [59].

##### **III.3.2.1.Laitier cristallisé:**

Le laitier cristallisé correspond à une forme minéralogique chimiquement stable. Son pouvoir hydraulique, lorsqu'il existe il ne peut être que modeste, ses constituants sont essentiellement, des silicates et des silico-aluminates de calcium [59], c'est un excellent matériau de remblai.

En outre son adhérence aux liants hydrauliques et hydrocarbonés, il procure d'intéressantes résistances mécaniques [60] ; il peut être utilisé comme granulats dans le béton de laitier, en technique routière et comme ballast [2].

##### **III.3.2.2. Laitier vitrifié, granulé ou bouleté :**

Le laitier vitrifié, qui a subi une trempe, présente une structure vitreuse et désordonnée contrairement au laitier cristallisé. La forme vitreuse est une forme instable, et le laitier vitrifié peut être doué d'une hydraulicité latente. Il peut évoluer, sous l'effet d'une activation basique (chaux, ciment, base forte),

vers une forme cristallisée stable en formant des produits d'hydratation solides et en développant des résistances mécaniques [59. 2].

Le laitier ne peut être utilisé sous toutes ses formes dans la fabrication du ciment. Pour être utilisable à cette fin, le laitier doit être trempé, vitreux et basique [2].

### III.3.3. Composition chimique du laitier :

La composition chimique du laitier de haut fourneau varie en fonction de la nature du minerai, la composition du calcaire, la consommation de coke, et le type de fonte fabriquée [11]. Elle est proche de celle de ciment portland artificiel (CPA), ce qui permet d'envisager son emploi en qualité de liant ou comme ajout cimentaire (clinker + laitier) [61].

Les laitiers de haut fourneau sont constitués essentiellement de :

- Silice  $\text{SiO}_2$  (S en notation cimentière)
- Alumine  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (A en notation cimentière)
- Chaux  $\text{CaO}$  (C en notation cimentière)
- Magnésie  $\text{MgO}$  (M en notation cimentière)

Les quatre oxydes représentent 90% à 98% du total des constituants. Il est possible en première approximation d'avoir  $C+M+A+S=100$ , tout en gardant à l'esprit que les oxydes secondaires et les composés sulfures jouent un rôle parfois important sur les caractéristiques du laitier [62].

Le diagramme ternaire, figure (III.1), indique la composition du ciment portland et du laitier à un système ternaire chaux- silice-alumine [63].

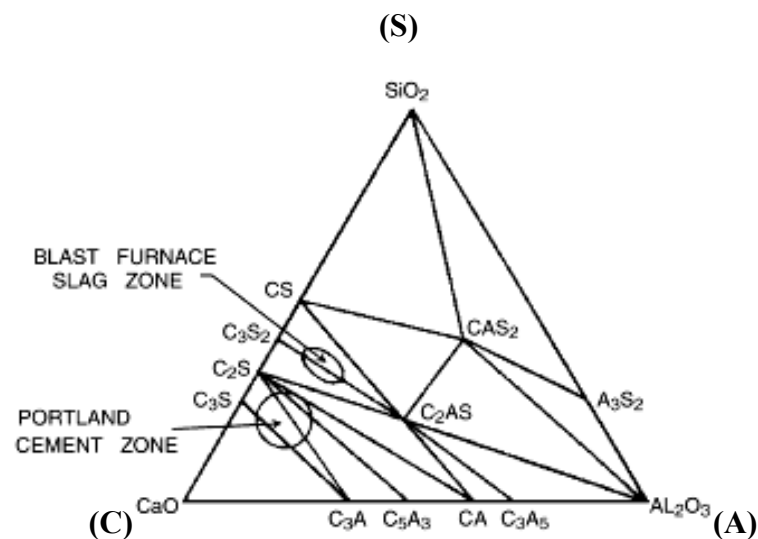


Figure (III.1) : Diagramme ternaire indiquant la composition du ciment portland et du laitier à un système ternaire chaux- silice-alumine [63].

### III.3.4. Activité hydraulique du laitier :

Les laitiers possèdent des propriétés hydrauliques latentes [2.18.61.63.64], ce qui signifie qu'il est nécessaire de les activer pour les rendre réactifs vis-à-vis de l'eau. Les termes les plus souvent utilisés pour qualifier ces propriétés sont la réactivité, l'hydraulicité, ou encore l'activité vis-à-vis de l'hydratation [11].

Les facteurs qui influent sur l'hydraulicité du laitier sont :

- La composition chimique (elle nécessite des quantités suffisantes en chaux et en alumine),
- Le degré de vitrification (dissolution des produits amorphes),
- La surface spécifique (surface de contact eau-laitier) [61. 58. 11. 63].
- Le type d'activation [63].

La figure (III.2) représente la réactivité du laitier en fonction des différents paramètres, et conditions d'hydratation.

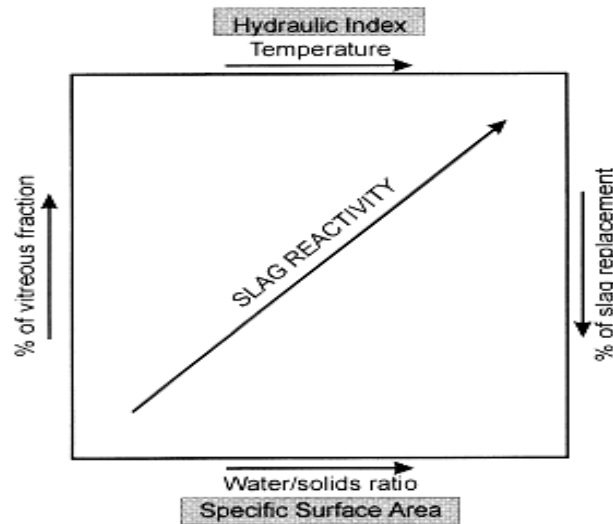


Figure (III.2) : Effet des conditions d'hydratations du laitier sur la réactivité du laitier [65].

### III.3.5. Evaluation de l'hydraulicité du laitier :

La composition chimique est un facteur simple et déterminant pour définir l'hydraulicité des laitiers. C'est pourquoi des modules et index chimiques ou encore indices d'activité ont été établis dans le but d'évaluer ce caractère hydraulique des laitiers. Ces indices définissent le caractère basique ou acide du laitier selon que ces rapports soient, respectivement, supérieur ou inférieur à l'unité. On peut diviser ces derniers en trois groupes :

- Indices tenant compte des éléments majeurs uniquement avec  $Al_2O_3$  soit au numérateur soit au dénominateur ;
- Indices tenant compte des éléments majeurs donnant un rôle acide à l'alumine ;
- Indices tenant compte des éléments majeurs et certains mineurs [11] ;

L'indice de basicité optimal du laitier de haut fourneau est défini par le rapport de la fraction basique sur la fraction acide :

$$I_h = \frac{\%CaO + \%MgO}{\%SiO_2 + \%Al_2O_3} \quad (III.1)$$

Cette formule (utilisée dans le cas de minéral riche), représente une forme relativement complète de l'indice de basicité, prenant en compte les constituants principaux du matériau. Elle peut être ramenée à une forme très simplifiée si le minéral est pauvre [59]:

$$I_h = \frac{\%CaO}{\%SiO_2} \quad (III.2)$$

De nombreuses études ont montré que ces indices définissent des limites, mais ne permettent pas d'établir une relation stricte avec l'hydraulicité; à titre d'exemple deux laitiers de composition chimique et teneur en verre identiques peuvent avoir des hydraulicités différentes, ce qui signifie que d'autres facteurs sont à prendre en considération notamment la « structure » du verre. Toutefois, certains indices montrent de bonnes corrélations (composition chimique/hydraulicité) lorsque les relations tiennent compte de la composition chimique complète et du taux de cristallinité (pourcentage des verres) du laitier. Ceci permet d'insister sur le rôle joué par des éléments mineurs tels que les ions  $Ti^{4+}$  (agent nucléant),  $S^{2-}$ ,  $Na^+$ ,  $K^+$  (rôle modificateur du réseau vitreux) ou le  $F^-$  qui agit sur la vitesse de cristallisation. [11].

### **III.3.6. L'activation du laitier :**

#### **III.3.6.1. Rôle de l'activant :**

Les agents basiques sont des « catalyseurs » appelés aussi « activateurs » leur principale fonction consiste à fournir la solution en ions  $OH^-$ , afin de transformer l'attaque hydrolytique en attaque hydroxylique, et de ce fait activent chimiquement la solubilisation de la phase vitreuse et de là l'hydratation du laitier. Le rôle de l'activant est double :

- Il doit répondre à une condition de pH en apportant une quantité de chaux au moins égale à celle que nécessite la saturation de la phase aqueuse en chaux pour atteindre le pH de 12,6 correspondant à cette saturation.
- Il doit contribuer à la formation des hydrates : l'activant ne se limite pas à un rôle catalytique d'alcalinisation de l'eau interstitielle, il participe aux réactions de formation des hydrates par lesquelles il est consommé [62].

#### **III.3.6.2. Modes d'activation et produits d'hydratation :**

Les différents produits résultant de l'hydratation du laitier dépendent largement du mode d'activation qui sont les suivants [58].

##### **III.3.6.2.1. Activation alcaline :**

Elle peut être sodique ou calcique. Lors de l'activation à la soude, le laitier forme des hydrates C-S-H,  $C_4AH_{13}$  et  $C_2ASH_8$

Les cristaux de ces deux dernières sont des plaquettes hexagonales jouant le rôle de ponts cristallins entre les grains de laitier recouverts de C-S-H.

L'activant calcique par des solutions de chaux, donne des phases de C-S-H et  $C_4AH_{13}$ , la gehlenite  $C_2ASH_8$  n'apparaît pas en présence d'hydroxyde de calcium.

L'activation par le ciment est de type calcique car c'est la Portlandite libérée par l'hydratation du ciment qui active le laitier [62. 58. 2].

L'activation alcaline du laitier améliore nettement la résistance à long terme. Les résistances obtenues par activation alcaline sont équivalentes à celles obtenues à partir d'une activation par le CPA à 70% [66].

### III.3.6.2.2. Activation sulfatique :

L'activation sulfatique par le gypse conduit à la formation de C-S-H, d'Ettringite et d'hydroxyde d'aluminium  $\text{Al}(\text{OH})_3$ . On remarque que la réaction d'activation est lente, les grains de laitier sont entourés d'une couche dense de C-S-H et d'aiguilles d'Ettringite. L'adhérence du C-S-H est faible.

On peut également utiliser comme activant sulfatique d'autres sulfates tels que l'hémihydrate, l'anhydrite, le phosphogypse [62]. En présence de chaux ou de clinker, l'hydroxyde d'aluminium disparaît pour former une quantité équivalente d'Ettringite [58].

### III.3.6.2.3. Activation calcio-sulfatique ou (súdo-sulfatique) :

Elle est obtenue par un mélange de gypse et de chaux, ou de gypse soudé. Elle conduit à la formation de C-S-H. Néanmoins, les hydrates  $\text{C}_4\text{AH}_{13}$  et l'alumine sont remplacés par de l'Ettringite en touffe qui est plus favorable à la réticulation.

La soude joue un simple rôle de catalyseur tandis que la chaux et le gypse entrent dans la réaction d'hydratation [62].

En plus du mode d'activation chimique, il existe aussi des moyens d'activation thermique tels que l'étuvage et l'auto-clavage [62]. Le broyage est une autre manière pour activer l'hydratation des laitiers [67].

Le tableau (III.1) donne les différents produits d'hydratation en fonction du mode d'activation.

Tableau (III.1) : Produits d'hydratation du laitier [11]

<i>Nature de l'activateur</i>	<i>Phases cristallines</i>	<i>Commentaires</i>
NaOH, $\text{Na}_2\text{CO}_3$ Na-silicate	C-S-H, $\text{C}_4\text{AH}_{13}$ , $\text{C}_2\text{AH}_8$ $\text{Mg}(\text{OH})_2$	Présence de silicium dans $\text{C}_4\text{AH}_{13}$ ,
$\text{Ca}(\text{OH})_2$	C-S-H, $\text{C}_4\text{AH}_{13}$	$\text{C}_2\text{AH}_8$ absent
Sulfates (gypse, hémihydrate, phosphogypse).	C-S-H, AFt et $\text{Al}(\text{OH})_3$	Le soufre dans le laitier agit comme autoactivateur (dans certaine limite).
Ciments (clinker)	C-S-H, AFm, AFt, hydrotalcite.	Toutes ces phases ne sont pas susceptibles de se retrouver dans la même pâte.

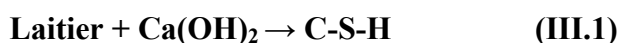
### III.3. Hydratation du laitier :

Le laitier granulé, finement broyé et mélangé avec l'eau ne s'hydrate pas, à cause de la formation d'une couche acide autour du grain de laitier [66].

Contrairement à l'hydratation du clinker qui se déroule suivant une attaque hydrolytique ( $\text{H}_2\text{O}$ ), les réactions d'hydratation du laitier sont des réactions de dissolution du verre par attaque hydroxylique ( $\text{OH}^-$ ), par des espèces chimiques servant d'accélérateurs et d'activateurs [11.58].

Diverses études sur les matériaux cimentaires suggèrent que le pH de la solution joue un rôle important dans le processus d'hydratation, et dans la détermination de la nature des C-S-H. L'effet du pH devient notable lorsque celui-ci dépasse une valeur de l'ordre de 12 [62.67], pour une valeur inférieure à 9, il n'y a pas de dissolution suffisante des silicates et des aluminates, et la solution n'atteint pas la sursaturation nécessaire pour la nucléation des hydrates [58].

Dans le cas d'activation par le ciment, deux activants sont présents : ce sont le gypse et la Portlandite  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  [62.68]. Les ions  $\text{Ca}^{2+}$  et  $\text{OH}^-$  provenant de l'hydratation du clinker activent celle du laitier et permettent de former des silicates de calcium hydraté. C'est ce que l'on appelle la réaction pouzzolanique. Cette réaction consomme de la chaux et donc diminue la précipitation de la Portlandite dans les ciments au laitier [11].



L'hydratation de l'Alite a lieu parallèlement à celle du laitier. La surface de ce dernier se recouvrant d'hydrates de ciment (*Outer layer*) figure (III.3). Des ions  $\text{Ca}^{2+}$  se combinent avec des ions  $\text{OH}^-$ ,  $\text{Al}^{3+}$  et  $\text{SO}_4^{2-}$  provenant du sulfate de calcium pour produire de la Portlandite et de l'Ettringite, diminuant la sursaturation de la phase liquide. La concentration en  $\text{Ca}^{2+}$  devient alors suffisamment stable pour permettre la formation d'une couche interne d'hydrates plus ou moins cristallisés (*Inner hydrated layer*).

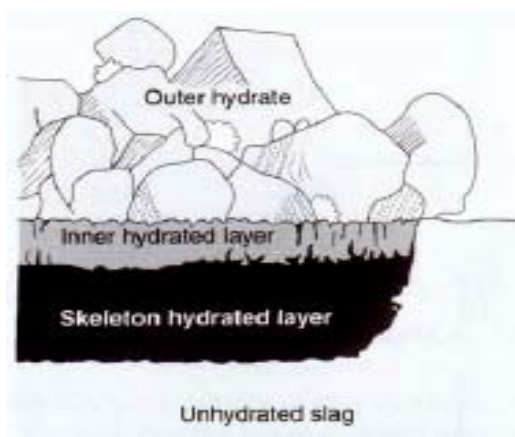


Figure (III.3) : Structure schématique d'un grain de laitier hydraté dans une pâte de ciment portland.

Le laitier continue à libérer des ions  $\text{Ca}^{2+}$  et  $\text{Al}^{3+}$ , une partie réagissant avec la couche interne, l'autre passant dans la solution interstitielle, créant une couche moins perméable (*skeleton hydrated layer*) qui ralentit la réaction d'hydratation. Puis celle-ci se transforme en couche d'hydrates de structure plus grossière, permettant ainsi au processus de continuer [58].

### III.4. Influence du laitier comme ajout cimentaire :

#### III.4.1. Influence du laitier sur la rhéologie :

Les propriétés rhéologiques du ciment sont améliorées par un remplacement partiel de laitier broyé granulé de haut fourneau. A finesse égale, le remplacement d'une partie du ciment portland par du laitier permet, en général, d'améliorer la maniabilité du béton frais [58].

D'après Lange et al, pour un écoulement spécifique, l'ajout d'une quantité optimale de laitier à très fines particules, réduit la demande en eau, et ils expliquent cela par la forme sphérique des particules qui roulent plus facilement les unes sur les autres, réduisant la friction inter particules. Il en résulte une faible demande en fluide [42]. L'ampleur de l'amélioration de l'ouvrabilité va de pair avec la proportion de laitier de haut fourneau utilisée [21].

Selon Z. Benghazi, la réduction de la demande en eau est due essentiellement au rapport (Ca/Si), qui diminue avec l'augmentation du pourcentage de laitier (riche en silice) et qui est plus important dans les ciments portland [69].

Une augmentation de la finesse induit une augmentation de la quantité d'eau nécessaire pour avoir une consistance normale de la pâte du liant dû au fait que la surface de mouillage du liant augmente avec sa finesse [61.69].

L'étude de Wang Ling, et al [70], a montré qu'en présence de superplastifiant, et lorsqu'on augmente la surface spécifique et la quantité de laitier granulé broyé, le potentiel  $-ζ$  augmente.

Dans ce cas, la répulsion entre les particules de ciment augmente. C'est une des raisons qui fait que la maniabilité des bétons augmente. La fluidité des pâtes de ciment est améliorée et la perte de fluidité diminue, figure (III.4).

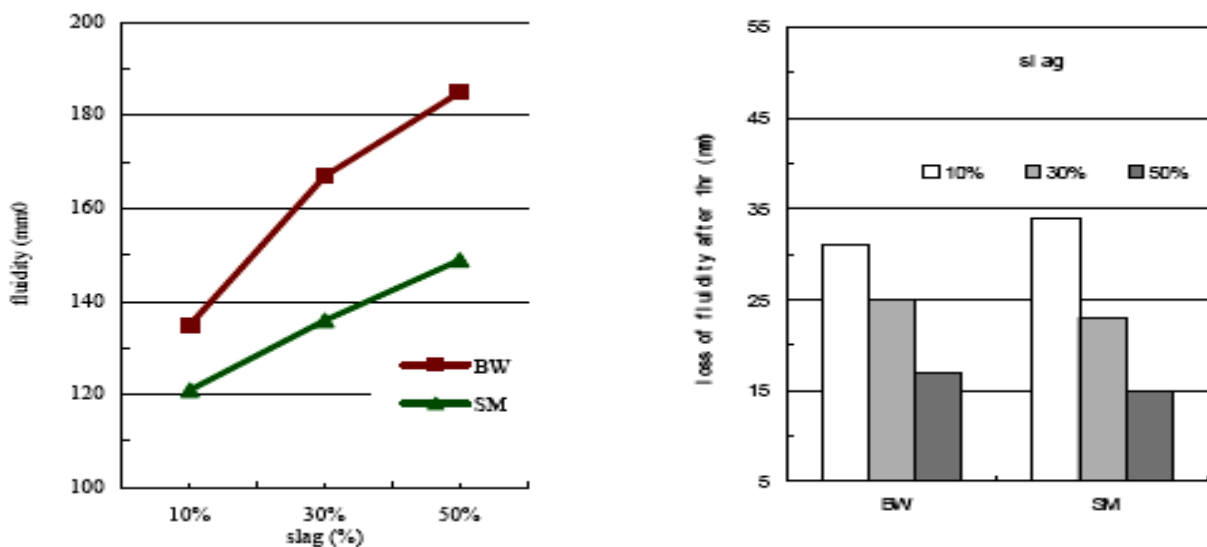


Figure (III.4) : Influence du dosage en laitier sur la fluidité et la perte de fluidité des pâtes de ciments [70].

L'effet sur la prise se traduit aussi par une augmentation proportionnelle des temps de début et de fin de prise. Cela s'explique par le fait que la réaction chimique est retardée à court terme. Ce qui veut dire aussi que la cinétique d'hydratation du liant devient de plus en plus lente, en fonction de l'augmentation de la quantité du laitier ajouté. Par conséquent, les cristaux de C-S-H (élément responsable du phénomène de durcissement de la pâte) existent uniquement en faible quantité aux très jeunes âges [61.71].

### III.4.2. Influence du laitier sur la chaleur d'hydratation :

La chaleur d'hydratation des ciments à base de laitier est d'autant plus faible que leur teneur en laitier est plus élevée [2]. Selon l'étude faite par M, N, OUDJIT sur des laitiers de provenances différentes, la chaleur dégagée durant l'hydratation est inférieure à celle du témoin (CEMI 52.5), la chaleur

d'hydratation ainsi que sa vitesse de dégagement augmentent avec la finesse de mouture du laitier [72]. Une faible hydratation du ciment diminue l'élévation de la température au cœur du béton, ainsi que le retrait thermique et par conséquent réduit le risque de fissuration. Cette propriété spécifique est particulièrement appréciée pour les bétonnages en masse ou les bétonnages par temps chaud [2].

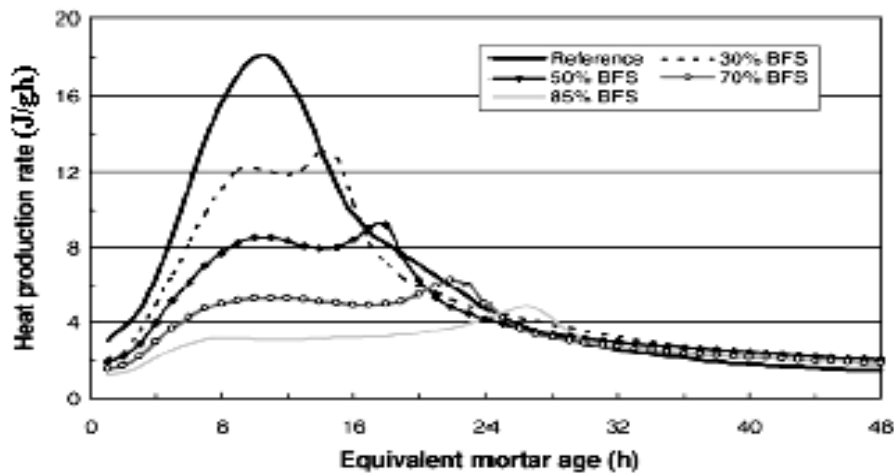


Figure (III.5): Variation du flux de chaleur de mortier à base de ciment portland avec différents pourcentages d'ajouts de laitier [73].

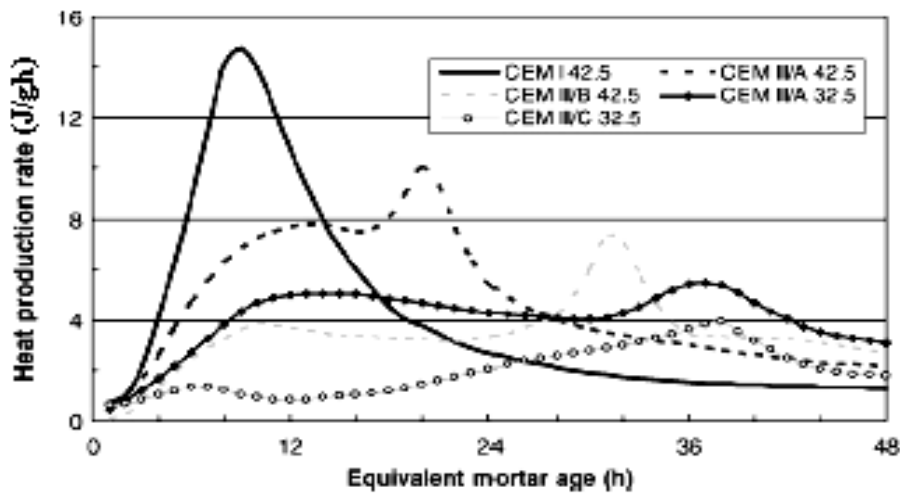


Figure (III.6): Variation du flux de chaleur de quatre variétés de mortier à base de ciment au laitier mélanger / co-broyé [73].

Des essais par calorimètre semi adiabatique sur différents mélanges de mortiers, montrent le dégagement de chaleur produit lors de la réaction d'hydratation. Le premier pic de dégagement de chaleur a été omis, car il correspond au mouillage du liant, son apparition est très rapide, suivit d'une période dormante athermique, le deuxième pic, qui correspond à l'hydratation du  $C_3S$  apparaît plus tôt avec l'augmentation du contenu en laitier, cette hydratation précoce est stimulée par nucléation hétérogène, depuis les particules de laitier dispersées dans la pâte de ciment, qui agissent comme des sites de nucléation pour la précipitation des produits d'hydratation.

Pour des mélanges de mortier avec laitier, un troisième pic apparaît également dans l'évolution de la chaleur (Q). Ce pic devient plus défini avec l'ajoute de plus de laitier.

Ce troisième pic attribué à l'hydratation du  $C_3A$ , peut apparaître lorsque sa quantité est supérieure à 12%, ou plus probablement à l'hydratation du laitier lui-même. Grâce à la chaux libérée pendant l'hydratation de  $C_3S$  (2<sup>ème</sup> pic), qui a pu fournir l'alcalinité nécessaire pour activer la réaction du laitier. Ce pic additionnel d'hydratation est plus prononcé dans le ciment de laitier co-broyé, figure (III.6) que dans le cas de ciment mélangé au laitier d'où l'influence du mode d'addition du laitier dans la fabrication du ciment. [73].

### III.4.3.3 Influence du laitier sur le développement des résistances :

L'incorporation ou l'addition progressive du laitier granulé de haut fourneau dans le ciment entraîne une diminution des résistances mécaniques à court terme [61.56].

Si les résistances mécaniques à 28 jours sont équivalentes, les résistances aux jeunes âges des ciments de laitier sont en général inférieures, mais à long terme, elles peuvent être sensiblement supérieures [2], cela est principalement dû à la réaction d'hydratation plus lente du laitier à court terme [58.74.75]. Dans des cas des bétons hautes performances, on peut remarquer une chute des résistances, mais ces dernières restent supérieures à celles d'un béton ordinaire figure (III.8) [75]. A mesure que le pourcentage de remplacement en laitier augmente, la réactivité est réduite, c'est la conséquence de la réduction de l'activation alcaline, fournie par l'hydratation du ciment [65].

Les conditions de cure sont importantes pour le développement des résistances. Le mûrissement à l'eau et l'autoclavage semblent être des moyens très efficaces pour augmenter les résistances, cela peut être attribué à l'amélioration du processus d'hydratation du laitier [76.65]. L'hydratation à de hautes températures accroît la réactivité du laitier [65].

La surface spécifique a aussi un effet sur les résistances mécaniques. L'augmentation de la surface spécifique de 3500  $cm^2/g$  à 4200  $cm^2/g$  permet à un mortier contenant jusqu'à 30 % de laitier d'avoir des résistances comparables à celles d'un mortier témoin figure (III.7).

Ce résultat confirme le rôle physique du laitier finement broyé qui consiste à remplir les vides entre les grains de ciment (de l'ordre du micron). Ce remplissage fait augmenter la compacité du mortier et par conséquent sa résistance [61].

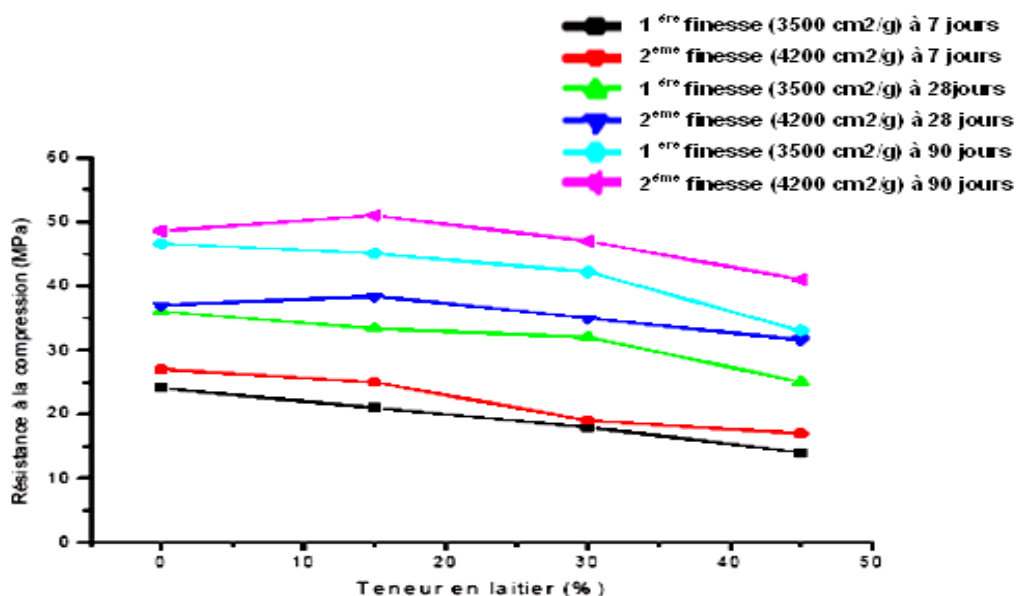


Figure (III.7) : Résistances à la compression de mortier en fonction des teneurs en laitier à finesse différente [61].

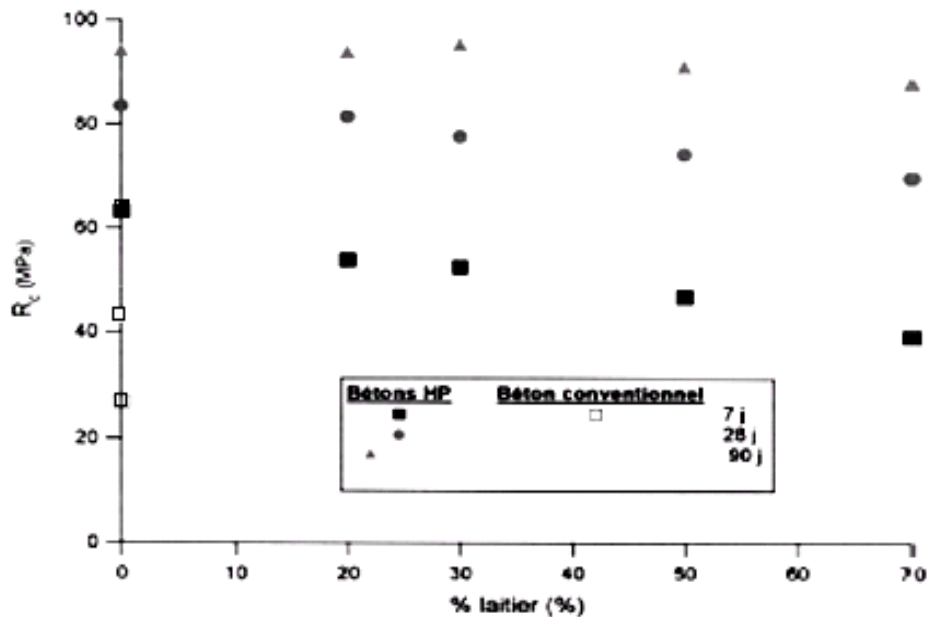


Figure (III.8) : Résistance à la compression des ciments en fonction de la quantité de laitier [75].

#### III.4.4. Influence sur la microstructure :

Les recherches effectuées jusqu'ici indiquent que l'hydratation du laitier produit les mêmes hydrates que les ciments portlands [11.76].

Le ciment portland et le laitier se trouvent dans le même domaine général, le CPA est essentiellement dans le Champ de  $C_3S$ , et le laitier est dans le champ de  $C_2S$  du diagramme ternaire figure (III.1), c'est la raison pour la quelle on trouve que les hydrates du laitier sont en général plus compacts que les produits d'hydratation du ciment portland, cela ajoute de la densité à la pâte de ciment. [77]

Le remplacement partiel du ciment par du laitier abaisse le rapport moyen Ca/Si des C-S-H dans la pâte, pour des remplacements situés entre 40% et 60%, les valeurs moyennes typiques correspondent à un rapport Ca/Si= 1.5-1.6.

Les espèces silicatées des C-S-H sont moins polymérisées lorsque le laitier est présent dans le ciment. Lorsque la proportion de laitier augmente, la morphologie fibreuse est progressivement remplacée par une morphologie type « aiguille », il semblerait, que ce changement de morphologie soit largement responsable, de l'amélioration des performances de durabilité, observée dans les systèmes contenant du laitier, ou des pouzzolanes, et ce, en raison d'une efficacité accrue de l'occupation de l'espace disponible par les C-S-H de type « aiguille ».

Dans le cas de fibres de C-S-H, les espaces entre ces derniers forment un réseau de pores capillaires, interconnectés en trois dimensions.

Une morphologie en « germe de blé » peut aussi être rencontrée, celle-ci serait précurseur des C-S-H présents dans les pâtes de ciment « mature » [11].

Notons aussi que la finesse favorise l'effet physico-chimique des additions, en effet, la présence d'un grand nombre de particules submicroniques, dans la matrice cimentaire, autour des grains de ciment, multiplie les possibilités de germination des produits hydratés, et développe la complexité microstructurale, et l'efficacité des liaisons [78].

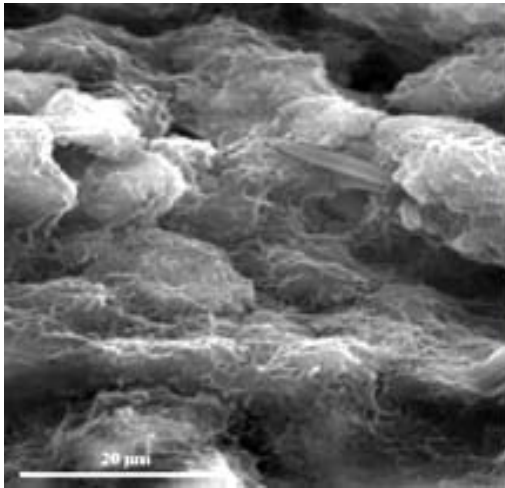


Figure (III.9) : Grain de laitier hydraté à 40C°, pendant 24 heures ayant développé des C-S-H de Type II en formes de « nids d'abeilles » [11]

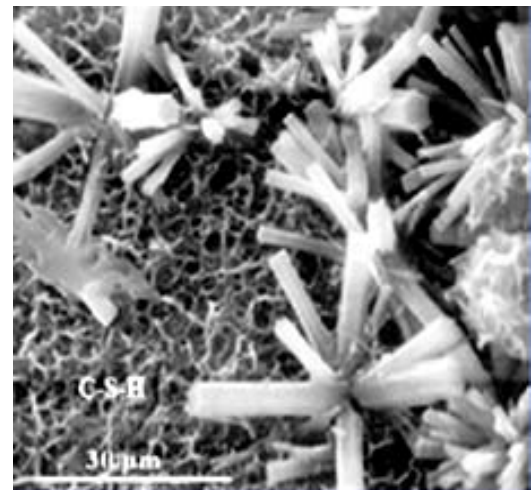


Figure (III.10) : Cristaux d'Ettringite dans le laitier [11]

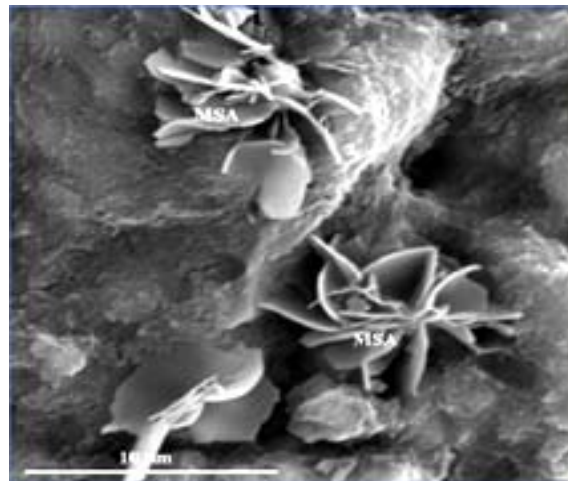


Figure (III.11) : Cristaux de monosulfoaluminate de calcium hydraté (MSA) dans le laitier [11].

#### III.4.5. Durabilité des ciments au laitier :

La présence d'additions minérales augmente la porosité à court terme ; cela peut être attribué dans le cas de laitier à la faible réactivité de ce dernier [79], ou encore à la diminution du dosage en ciment et à la réduction conséquente des hydrates formés [78].

Après 90 jours d'hydratation, le volume total des pores de diamètre inférieur à 200 Å diminue, indiquant une amélioration de l'hydratation et ultérieurement celle des propriétés mécaniques du ciment aux ajouts [79], ainsi, l'utilisation de laitier permet de développer des résistances mécaniques à long terme et de limiter la formation dans le béton d'une porosité capillaire propice à la migration des ions des sels [80].

La porosité de la pâte de ciment au laitier diminue avec l'âge (effet pouzzolanique), la diminution de la perméabilité, et l'amélioration de la durabilité d'un béton fabriqué avec un ciment au laitier, sont attribuées à un système de pores fins plutôt qu'à la porosité [18.79].

La porosité ne constitue pas un critère d'évaluation de la résistance chimique des mortiers, les types de pores, et le dosage en ciment ainsi que l'éventuel effet chimique des additions sont autant de paramètres à prendre en compte pour prédire la durabilité des mortiers [78].

#### III.4.6. Résistance aux sulfates :

L'attaque des ciments par les sulfates comme le  $MgSO_4$  est double : Le magnésium se substitue au calcium des hydrates du ciment tels que  $Ca(OH)_2$  et C-S-H et donne respectivement  $Mg(OH)_2$ , et du M-S-H sans propriété liante. Les ions  $SO_4^{2-}$  réagissent avec les ions  $Ca^{2+}$  déplacés par les ions  $Mg^{2+}$  et forment le gypse secondaire  $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ , qui réagissant lui-même avec les aluminates, donne naissance à de l'Ettringite secondaire expansive [68].

Par adjonction de laitier, on diminue la teneur en  $C_3A$  et  $C_4AF$  du ciment, et ces ciments ont par conséquent une bonne tenue aux sulfates [81]. Une granularité fine du laitier de l'ordre de  $5000 \text{ cm}^2/\text{g}$  améliore la résistance chimique, en diminuant la porosité du matériau. La compacité et la teneur plus faible en chaux, sont les deux paramètres favorables à la résistance aux sulfates [68].

#### III.4.7. Résistance aux ions chlores :

La diffusion de l'ion de chlorure dans le béton suit trois chemins : par les pores interconnectés de la pâte de ciment, des agrégats et ceux de l'interface pâte de ciment granulats.

Quand la perméabilité de l'agrégat est sensiblement faible, et que l'interface pâte granulat n'a aucun défaut apparent, le chemin de diffusion principal est dans la pâte de ciment. La compacité et le volume de la pâte sont donc les deux causes principales affectant la vitesse de diffusion des ions chlores.

Le laitier de haut fourneau peut améliorer la distribution de la taille des pores et leur forme dans le béton.

Lors de l'hydratation de bétons au laitier, Il y'a plus de gel C-S-H qui se forme, ce dernier peut adsorber plus d'ions et peut leur bloquer le chemin.

Le nombre total d'ions  $Ca^{2+}$ ,  $Al^{3+}$ ,  $Al(OH)_2^+$  et  $Si^{4+}$  dans le béton au laitier de haut fourneau est supérieur à celui du béton de ciment de Portland, les ions ont une faible capacité de diffusion et peuvent limiter le mouvement des ions chlores.

Le béton au laitier de haut fourneau a une résistance élevée à la diffusion des ions chlore.

La figure (III.12) montre que le coefficient de diffusion des ions chlores peut diminuer avec l'élévation de la quantité de laitier.

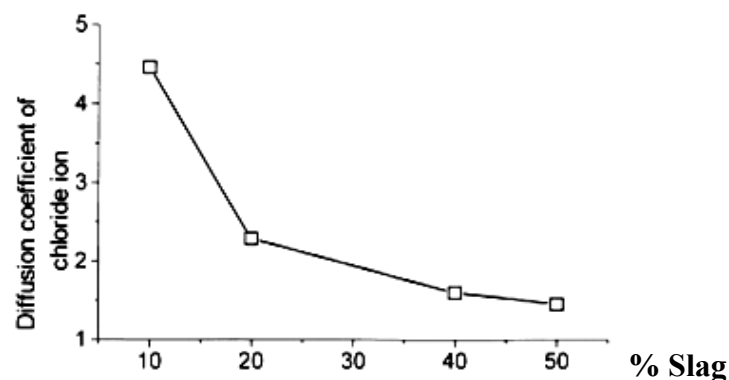


Figure (III.12) : Relation entre le coefficient de diffusion des ions chlores et le pourcentage en laitier [82].

### III.4.8. Réactions alcali-granulat:

Le laitier de haut fourneau réduit la réaction alcali-granulat: l'expansion provoquée par cette réaction ne se produit pas avec les ciments de laitier, du moins pour une teneur en laitier suffisante [2]. Une addition de 70% de laitier peut déplacer la limite en  $\text{Na}_2\text{O}$  de 0.6% à 2% (norme ASTM), sans risque de dégradation du béton [62].

### III.4.9. Effet sur le retrait et le gonflement :

Pietro Luraa a pu observer pour différentes températures qu'un béton de ciment au laitier montre un rétrécissement plus élevé après 6 jours que des bétons au ciment portland. Ce phénomène peut être lié à une structure supposée plus dense de la pâte de ciment au laitier, qui montre de plus petits pores. Ces derniers pourraient induire des forces capillaires plus élevées pendant l'auto-dessiccation [83].

Selon M Regourd, le ciment au laitier broyé finement ( $6310 \text{ cm}^2/\text{g}$ ) présente un faible retrait par rapport à un ciment Portland ou un ciment broyé à  $3500 \text{ cm}^2/\text{g}$ . L'effet lié à la présence de grains fins serait compensé par la cristallisation de l'Ettringite en fines aiguilles (structure en fibre) [68].

T. Ramlochana a trouvé que dans le cas d'un remplacement proche de (8%) de fumée de silice dans le béton, l'expansion peut seulement être retardée en raison de la faible perméabilité du mortier, par contre l'utilisation de laitier de haut fourneau en quantité suffisante peut contrôler l'expansion.

Un remplacement de 25% de ciment par du laitier peut supprimer l'expansion à long terme, avec la plupart des ciments, mais des pourcentages plus élevés peuvent être exigés quand il est utilisé avec des ciments ayant un contenu très élevé en sulfate ou alcalis [84]. La fixation de la Portlandite (réaction pouzzolanique)  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  dégagée lors de l'hydratation du ciment, et qui provoque une augmentation de volume, conduit à une diminution du gonflement [85].

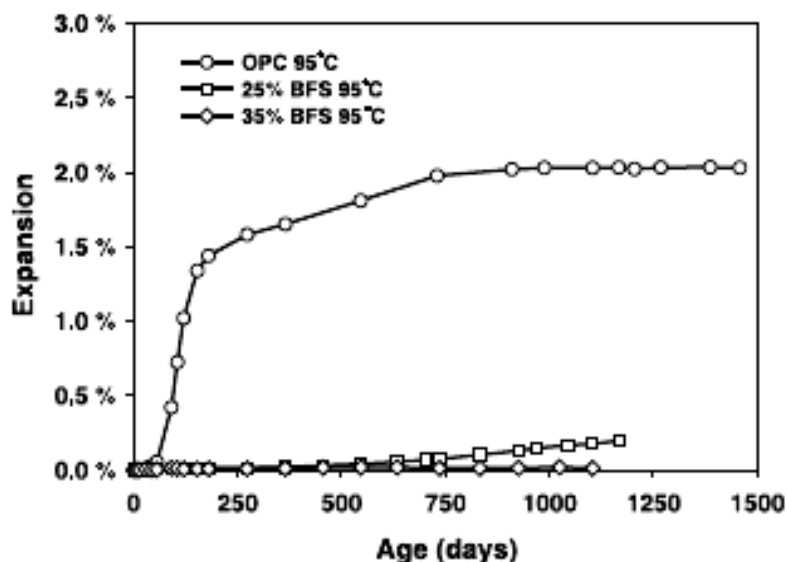


Figure (III.13) : Gonflement d'un mortier à base de ciment portland et de laitier [84].

**DEUXIEME PARTIE**  
**ETUDE EXPERIMENTALE**

## **CHAPITRE IV**

### **IDENTIFICATION DES CONSTITUANTS DU BETON**

## **CHAPITRE IV**

### **IDENTIFICATION DES CONSTITUANTS**

#### **IV.1 Introduction :**

Dans le but de mettre en évidence les effets de l'incorporation du laitier en présence de fumé de silice sur les propriétés des ciments mélangés obtenus, ainsi que l'effet qu'engendre leur utilisation sur les caractéristiques d'un Béton Haute performance formulé à partir de matériaux locaux, nous avons au préalable procédé à l'identification des principales caractéristiques et propriétés des matériaux utilisés, pour cela, nous avons élaboré le programme d'essais suivant :

- Essais d'identifications physico-chimiques et minéralogiques des matériaux utilisés.
- Essai sur coulis de ciment afin de déterminer le dosage optimal en superplastifiant.
- Essais de consistance sur mortier et pâte de ciment pour déterminer la consistance normale.
- Essais de prise pour les différents mélanges de pâte.
- Essais de MEB (Microscope électronique à balayage) sur différents mélanges de pâte à long terme (six mois).
- Analyse par Diffraction à rayon X sur pâte de laitier plus chaud, ainsi que sur les différents mélanges de pâte de ciment à différentes échéances.
- Essais de retrait et Gonflement sur des éprouvettes 4x4x16 cm<sup>3</sup>.
- Essais mécaniques de traction et de compression sur béton.

Les matériaux utilisés pour cette étude sont les suivants :

- Ciment CEM II 42,5 de la cimenterie de M'sila.
- Laitier de Haut fourneau d'El-Hadjar.
- Fumée de silice d'origine canadienne.
- Gravier concassé de Bouzegza de classe 3/8 et 8/15
- Sable de rivière d'Akbou (Bejaia).
- Sable de dune de Boussaâda.
- Chaux naturelle de Saïda (Algérie).

Ce chapitre contient une étude détaillée sur les matériaux utilisés, ainsi qu'une description des essais réalisés et sur les modes de confection des bétons et des mortiers et leurs conditions de conservation.

#### **IV.2. Ciment Portland :**

On a choisi un ciment CEM I 42,5 (CRS) pour l'ensemble de nos travaux ; Le ciment provient de la cimenterie de M'sila, livré dans des sacs de 50 kg, sa masse volumique apparente est égale à 1,12 g/cm<sup>3</sup> et sa masse volumique absolue est de 3,18 g/cm<sup>3</sup>.

Consistance normale : 0,274

- Analyse chimique :

Tableau (IV.1) : Composition chimique du ciment.

Elément	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	SO <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O	CaO l	K <sub>2</sub> O	Ins	Cl <sup>-</sup>	PAF
% pondéral dans le ciment	21,83	3,99	4,70	63,47	2,2	1,89	0,17	0,74	0,48	0,4	0,035	0,910

- La composition du clinker selon la méthode de BOGUE :

Tableau (IV.2) : Composition minéralogique du ciment.

Elément	C <sub>4</sub> AF	C <sub>3</sub> A	C <sub>3</sub> S	C <sub>2</sub> S
% pondéral	14.3	2.62	58.9	18.16

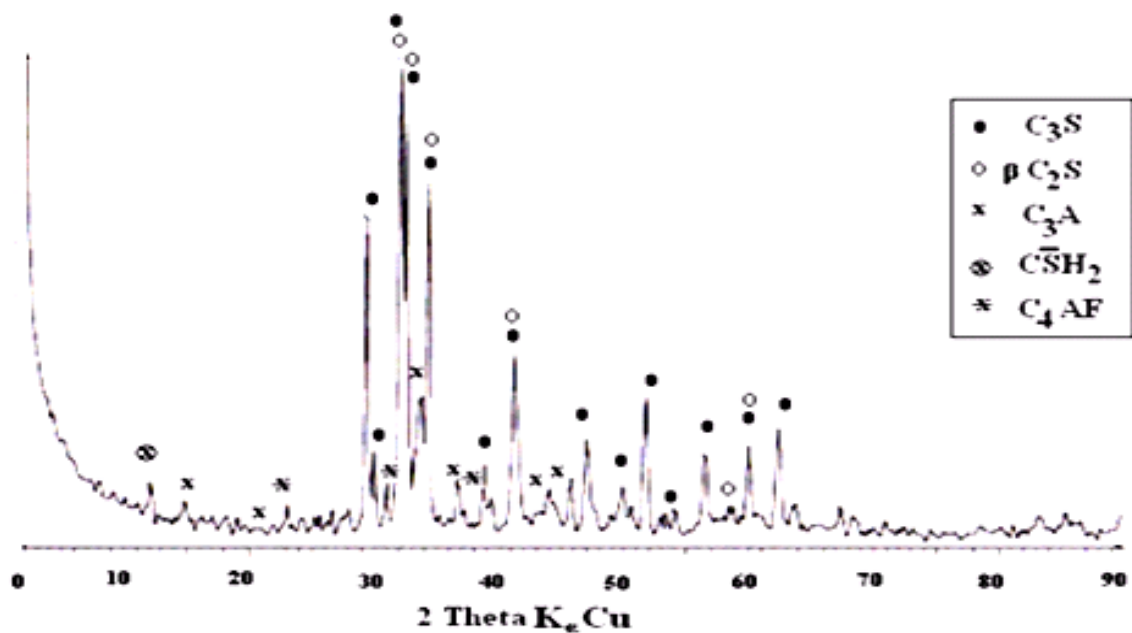


Figure (IV.1) : Diffractogramme X du ciment anhydre

La surface spécifique obtenue par la méthode Blaine selon la norme [EN 196-6] est de 3250 cm<sup>2</sup>/g

### IV.3. Laitier :

Le laitier granulé utilisé provient du complexe sidérurgique D'El-Hadjar (Annaba), de granularité 0/5, et de couleur grise claire, la masse volumique apparente et réelle est respectivement de 1,2 g/cm<sup>3</sup> et 2,88 g/cm<sup>3</sup>, la composition chimique du laitier est donnée dans le tableau (IV.3).

Tableau (IV.3): Composition chimique du Laitier.

Eléments	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	SO <sub>3</sub>	PAF	RI
% pondéral dans le laitier	33,26	9,99	1,06	44,57	4,66	0,20	0,41	0,33

- **L'indice de basicité** :  $I = \text{CaO} / \text{SiO}_2 = 1,34 > 1$  donc le laitier est basique.

Le traitement du laitier avant utilisation comporte les étapes suivantes :

- Séchage dans une étuve à 100°C durant 24 heures pour enlever toute humidité;
- Broyage dans un broyeur à boulets pendant 45 min, puis tamisage au tamis 80 µm.

Le laitier a une structure amorphe caractérisée par un large halo centré au pic principale de la phase cristalline de la Melilite.

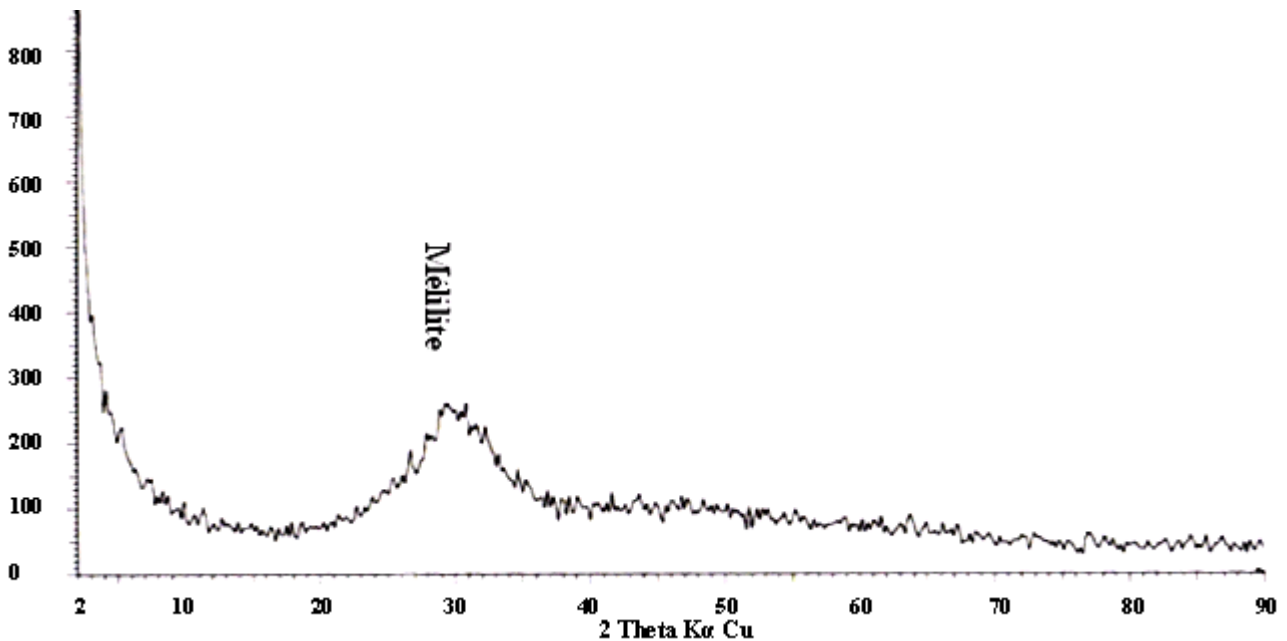


Figure (IV.2) : Diffractogramme X du laitier anhydre

La surface spécifique du laitier broyé mesurée par la méthode Blaine selon la norme [EN 196-6] est de 5300 cm<sup>2</sup>/g

#### IV.4. Fumée de silice :

Elle est d'origine canadienne, de masse volumique apparente et réelle respectivement de 0,5 g/cm<sup>3</sup> et 2,2 g/cm<sup>3</sup>. Sa composition chimique est donnée dans le tableau (IV.4).

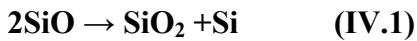
Cette fumée de silice est riche en Silice SiO<sub>2</sub> (élément de base des C.S.F) : teneur supérieure à 77% [45].

Tableau (IV.4) : Composition chimique de la fumée de silice

Eléments	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	SO <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O
% pondéral dans la fumée de silice	96	0,9	0,6	1,53	0,2	0,45	0,9	0,17

D'après le diffractogramme X, la fumée de silice présente une structure amorphe traduite par un halo centré à 22° 2θK<sub>α</sub>Cu, équivalent à d=4.04Å, qui correspond à la raie principale de la silice à l'état de cristobalite, forme la plus proche thermodynamiquement du verre de silice. La fumée de silice renferme inévitablement du carbure de silicium SiC résultant de la réaction entre le mono-oxyde de silicium (SiO) et le carbone issu de la charge à proximité des électrodes du four. Le SiO, étant

thermodynamiquement instable dans cette zone ( $\theta = 1000^\circ\text{C}$ ) a tendance à se transformer en silicium (Si) et dioxyde de silicium ( $\text{SiO}_2$ ) selon la réaction :



Par contre, en présence de carbone, la réaction se poursuit comme suit :

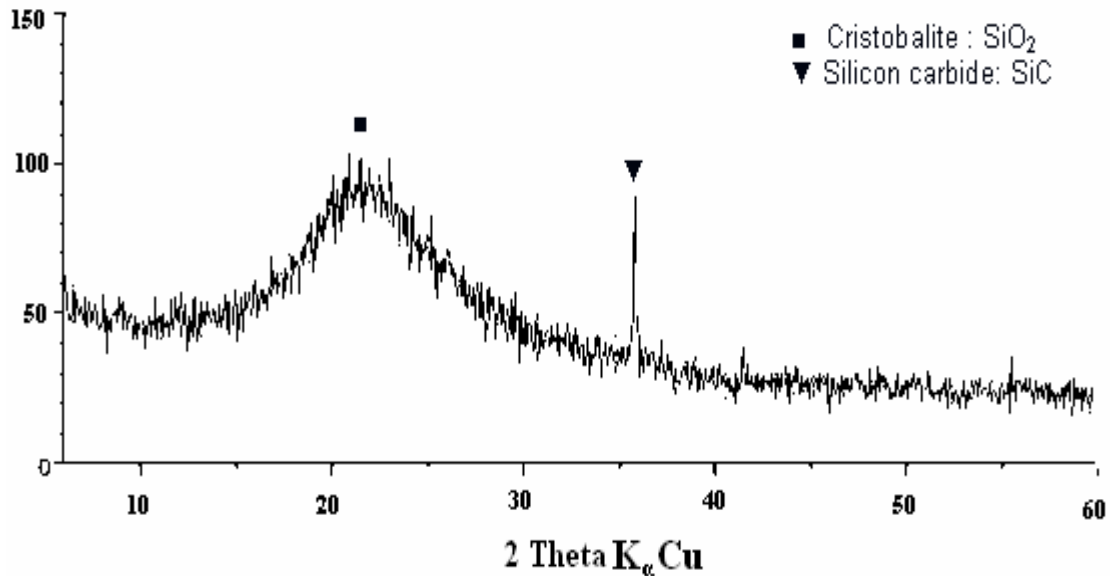
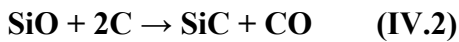


Figure (IV.3) : Diffractogramme x de la fumée de silice anhydre

La surface spécifique de la fumée de silice mesurée par la méthode Brunauer Emmet et Teller (BET) est de  $20 \text{ m}^2/\text{g}$

Cette méthode est utilisée pour l'ultra fine particule dont la finesse dépasse  $10000 \text{ cm}^2/\text{g}$ , car la méthode Blaine dans ce cas n'est plus valable. La finesse s'obtient à partir de la formule suivante qui est de la forme :  $Y = M X + B$  dite méthode du point B

$$\frac{p_a}{V_a(p_0 - p_a)} = \frac{(C-1)}{Vm.C} \left( \frac{p_a}{p_0} \right) + \frac{1}{vm.C} \quad (\text{IV.3})$$

Avec :  $X = P_a / P_0$  valable entre les valeurs 0.05 et 0.33 ;

$M = (C-1)/Vm.C$  ;  $B = 1/Vm.C$  on déduit graphiquement  $Vm = 1 / (M+B)$

Où  $C$  : constante de l'appareil

$P_0$  : pression de saturation.

$$S_s = S_0.Vm \text{ [m}^2/\text{g]}$$

Avec :  $S_s$  : surface spécifique B.E.T.

$S_0$  : surface couverte par  $1 \text{ cm}^3$  d'azote ( $\text{m}^2/\text{cm}^3$ )

#### IV.5. La chaux :

Le diffractogramme X de la chaux utilisée indique que c'est une chaux pure.

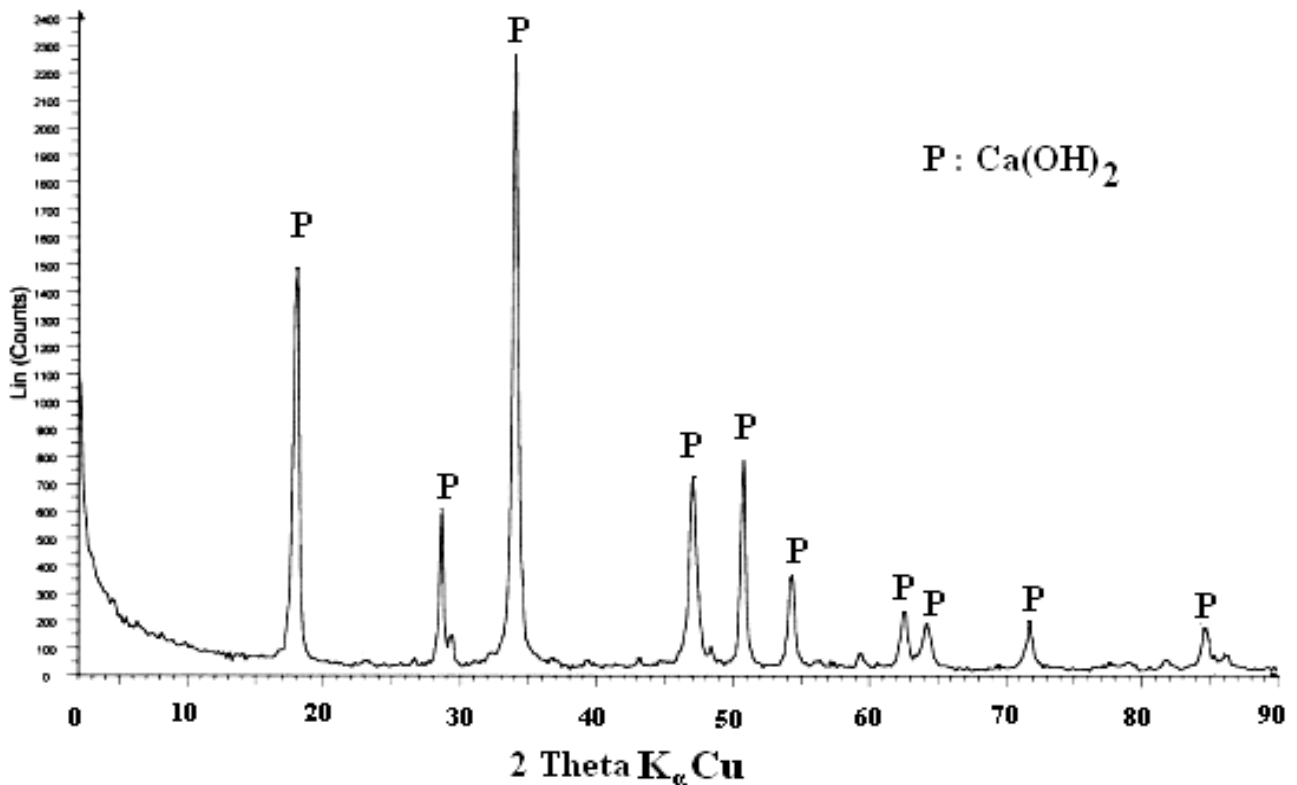


Figure (IV.4) : Diffractogramme x de la chaux naturelle.

#### IV.6. Les granulats pour béton :

Comme il a été vu dans la partie bibliographique au chapitre (I), les granulats ont une grande influence sur les propriétés physiques et mécaniques des bétons, d'où l'importance d'une bonne caractérisation de granulats utilisés pour la formulation de notre béton.

- Gravier pour béton :

Le gravier utilisé pour la formulation du béton, est un gravier concassé de Bouzegza, de classe 3/8 et 8/15.

Quant au sable c'est un sable naturel roulé, provenant de la région d'Akbou, de classe 0/5 ; son module de finesse (Mf) est de 3.3. Ce sable étant grossier, nous avons procédé à une correction de la finesse avec du sable de dune à raison de 20% pour atteindre un module de finesse  $Mf = 2,76$

Les courbes granulométriques des graviers et sables obtenus conformément à la norme [EN 933-2] sont représentés sur les figures (IV.5) et (IV.6) respectivement.

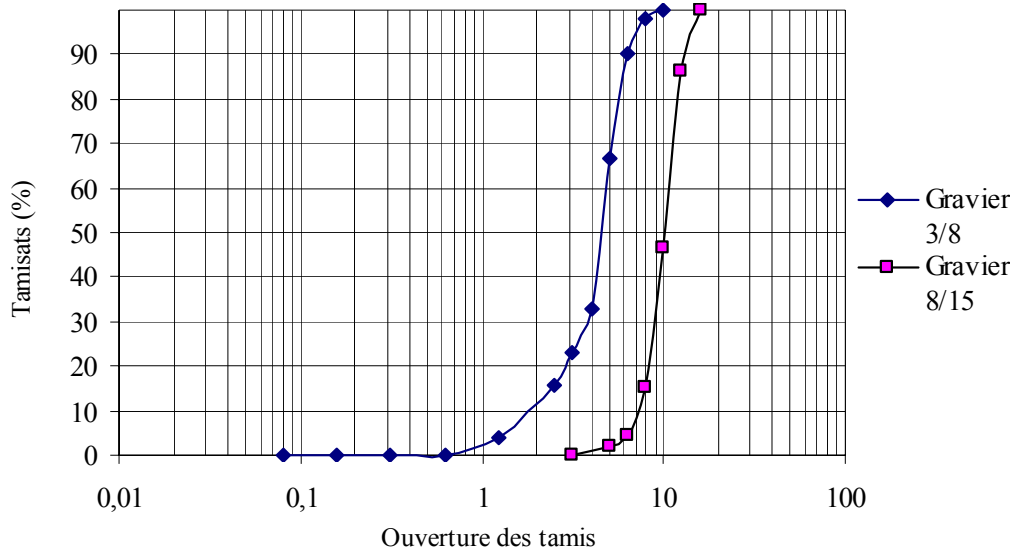


Figure (IV.5) : Courbes granulométriques des Graviers.

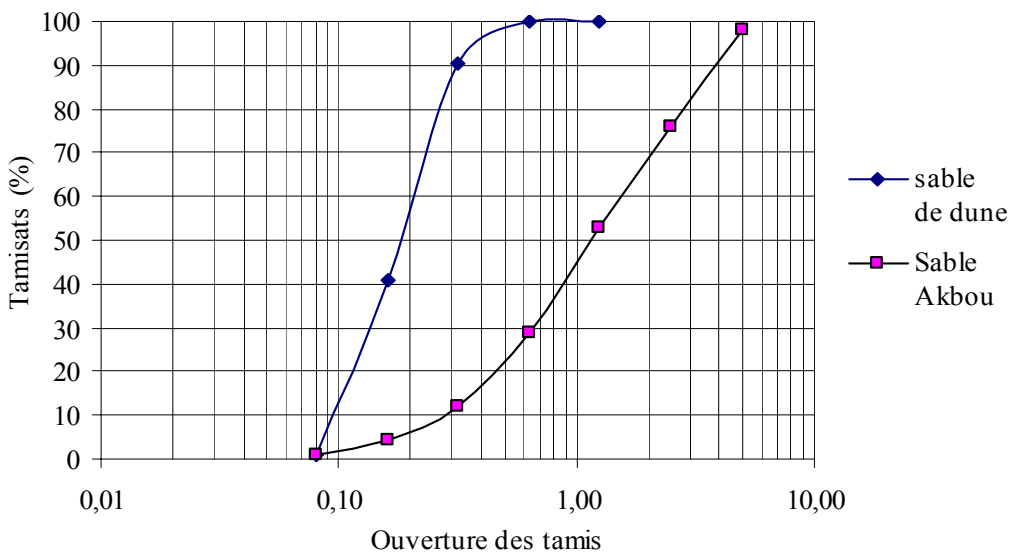


Figure (IV.6) : Courbes granulométriques des sables.

Après correction avec 20% de sable de dune, le module de finesse du sable pour béton obtenu est égal à  $M_f = 2,76$ .

Les principales caractéristiques physiques des granulats utilisés sont regroupées au le Tableau (IV.5).

Tableau (IV.5) : Principales caractéristiques physiques des granulats.

Granulats	Masse volumique apparente kg/l	Masse volumique absolue kg/l	Module de finesse Mf	Propreté% [NF P 18-591] équivalent de sable (ES) [NF P18-598]	Los Angeles [NF P 18-573]	Absorption AbG [NF P 18-554] [NF P 18-555]	Coefficient d'aplatissement A % [NF EN 933 – 3]
Gravier 8/15	1.46	2,56	/	0.36	22	0,3	10.8
Gravier 3/8	1.44	2,56	/	0.27	20	0,7	6.13
Sable naturel de rivière	1,64	2,5	3.3	84	/	/	/
Sable de dune	1.5	2.58	0.9	87	/	/	/

#### IV.7. Adjuvant pour mortiers et bétons :

Nous avons opté pour l'utilisation du MEDAFLOW HR. C'est un adjuvant de nouvelle génération. C'est un Polycarboxylate hautement réducteur d'eau, fourni par la société algérienne GRANITEX.

Forme : liquide

Couleur : Marron

Extrait sec : 40 %

Densité : 1.08

PH : 5.7

#### IV.8. Conclusion :

Les essais sur poudres ont montré que, la fumée de silice contient la plus forte proportion de silice et la finesse la plus importante, suivie du laitier, puis le ciment.

Les essais sur granulats indiquent que se sont des granulats propres, de bonne qualité qui conviennent pour la formulation de béton haute performance.

Tous les matériaux utilisés sont des matériaux locaux, à l'exception de la fumée de silice qui est importée, cela entre dans le cadre de la valorisation des ressources nationales.

**CHAPITRE 5**

**ESSAIS SUR PATE**

## CHAPITRE V

### ESSAIS SUR PATE

#### V.1. Introduction :

Dans ce chapitre, nous allons exprimer les résultats obtenus suite aux essais effectués sur pâtes, mortiers et bétons, à l'état frais et durci, avec ajout progressif de laitier broyer de Hauts Fourneaux. Nous nous intéresserons en premier lieu au comportement rhéologique des pâtes.

L'analyse par DRX permet le suivi de l'hydratation des mélanges, d'un point de vue microstructural, complétée par des essais aux MEB qui permettent de distinguer la structure des produits d'hydratation. Des essais normalisés sur mortier nous donnerons une idée sur les déformations volumétriques (retrait, gonflement), que peuvent développer de tels mélanges.

Nous testerons l'influence du laitier, sur les performances d'une formulation de béton, avec 10% de fumée de silice et un superplastifiant hautement réducteur d'eau, dans le but d'obtenir un béton à hautes performances.

#### V.2. Compositions des mélanges anhydres :

Avant d'entamer les essais sur les pâtes, il est nécessaire de définir la composition de chaque mélange à l'état anhydre.

Tableau (V.1) : Composition des mélanges anhydres.

Composants (g)	Liant	Ciment	FS	Laitier
P0	500	450	50	0
P10	500	405	50	45
P20	500	360	50	90
P30	500	315	50	135

#### V.3. Essais de consistance :

Les essais de prise et de consistance ont été réalisés conformément à la norme [EN 196-3].

La consistance caractérise la plus ou moins fluidité d'une pâte. Cet essai permet de déterminer le rapport E/C pour une consistance dite normale qui correspond à l'immobilisation de la sonde de Vicat ( $\varnothing = 10 \text{ mm}$ ) à la distance  $d = 6\text{mm} \pm 1\text{mm}$  du fond du moule tronconique.

Cet essai nous a permis de mettre en évidence l'influence de la variation en pourcentage de laitier sur la consistance des pâtes.

Nous avons effectué des essais de consistances sur les pâtes en faisant varier le pourcentage en laitier. Les valeurs des consistances normales de chaque mélange sont données dans le tableau (V.2).

Tableau (V.2) : Consistance normale des pâtes.

Les pâtes	E/C pour une consistance ( $d=6\pm 1\text{mm}$ )
P0	0,285
P10	0,285
P20	0,283
P30	0,282

Nous remarquons sur la figure (V.1), que l'ajout de laitier a tendance à réduire le rapport E/L correspondant à une consistance normale, cela implique une meilleure fluidité de la pâte due à l'effet lubrifiant de l'ajout qui possède une finesse supérieure à celle du ciment [42].

La même valeur de E/C sera conservée pour effectuer les essais de prise, DRX et de MEB.

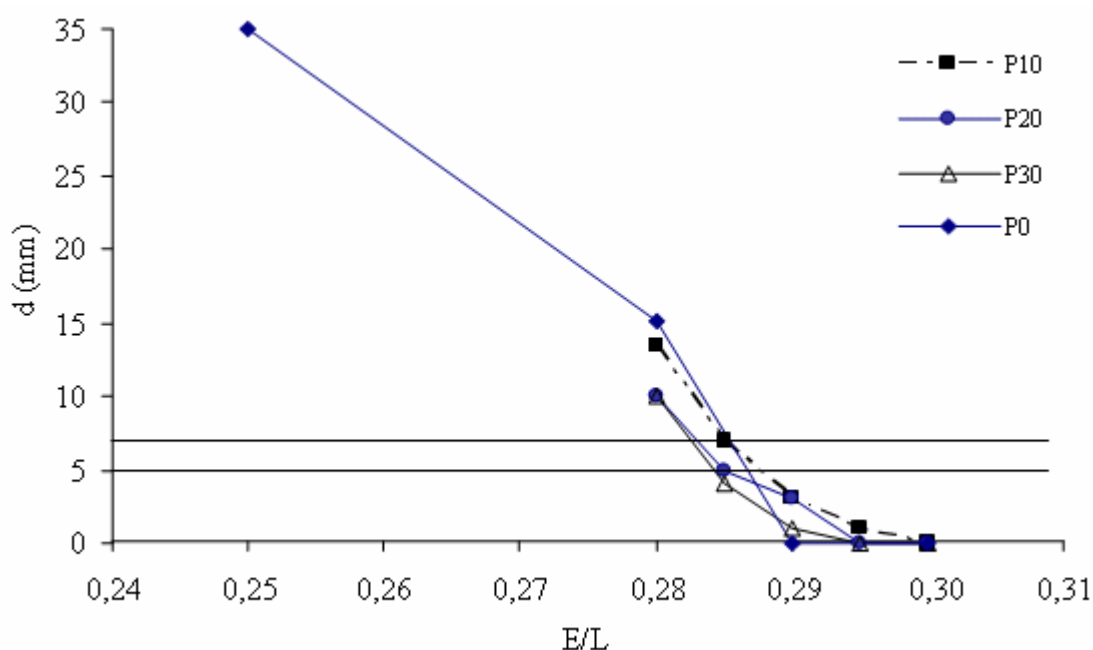


Figure (V.1) : Consistance normale des pâtes P0, P10, P20, P30.

#### V.4. Essais de prise :

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

Nous nous sommes intéressés à l'évolution du taux de cisaillement de la pâte en fonction du temps et des % de laitier. Cette évolution est déterminée en application de la méthode de Vicat selon la formule :

$$\tau = \frac{P}{S_l - 10 S_p} \quad (\text{V.1})$$

Avec P : La charge appliquée : P = 300 g

S<sub>l</sub> : La surface latérale immergée de l'aiguille de diamètre Ø : S<sub>l</sub> = (40-d) π Ø ;

S<sub>p</sub> : La section transversale de l'aiguille : S<sub>p</sub> = (π Ø<sup>2</sup>)/4

τ<sub>0</sub> : Cisaillement correspondant au temps de début de prise.

La figure (V.2), et le tableau (V.3) indiquent que l'ajout de laitier n'a que faiblement modifié le temps de prise des pâtes par rapport au témoin. La figure (V.3) met en évidence une relation linéaire de la forme ax + b, entre le temps de début de prise et le pourcentage en laitier est, de même pour le temps de fin de prise et le pourcentage en laitier.

La cinétique d'hydratation est légèrement ralentie, en fonction de l'augmentation de la quantité de laitier. Les C-S-H responsables du phénomène de durcissement existent dans de faible quantité dans la pâte aux jeunes âges [61.71].

Tableau (V.3) : Temps de début et de fin de prise

Les pâtes	P0	P10	P20	P30
Temps de début de prise (min)	132	135	141	148
Temps de fin de prise (min)	292	295	300	305
L'écart (min)	160	160	159	157

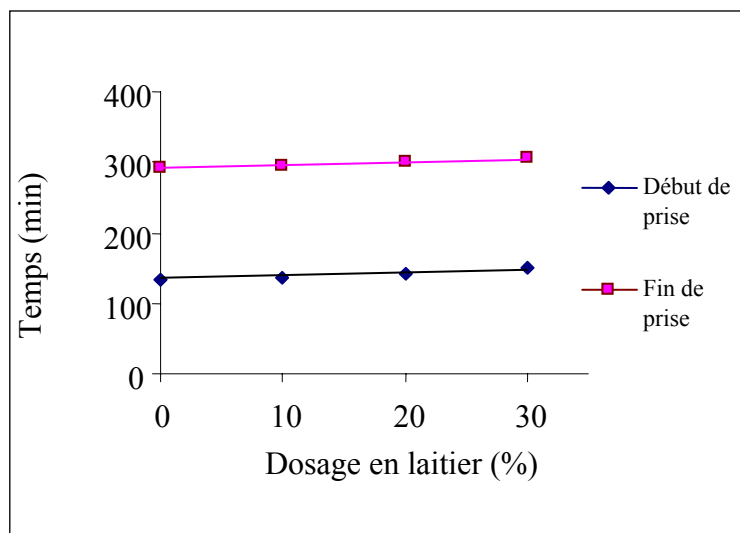


Figure (V.2) : Effet de l'ajout de laitier sur le temps prise.

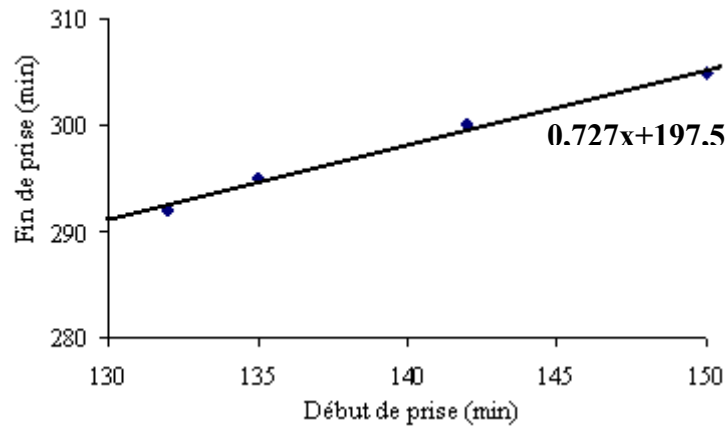


Figure (V.3) : Variation du temps de fin de prise en fonction du temps de début de prise.

Les résultats obtenus nous ont permis de tracer les courbes d'évolutions du cisaillement en fonction du temps pour chaque pâte.

Sur les figures suivantes, on note que le cisaillement dans la pâte P0 reste faible et plutôt constant durant presque (2h) ; au delà de cette période, le cisaillement augmente sensiblement, pour atteindre une valeur maximale après 4h52 min correspondant au temps de fin de prise de la pâte témoin.

Les deux premières périodes correspondent successivement à la période dormante et à la période de prise, suivies du durcissement, qui se poursuit rapidement dans le temps. La période d'induction serait liée au processus de germination, et donc au nombre de germes de C-S-H, tandis que la période d'accélération serait liée principalement à la croissance des C-S-H [11].

Les figures (V.4) ; (V.5) ; (V.6) montrent l'évolution du taux de cisaillement dans les pâtes avec laitier, comparé à celle du témoin.

On remarque un léger décalage de la courbe concernant les pâtes avec laitier par rapport à celle du témoin, cet écart augmente avec la quantité de laitier. La période dormante est légèrement plus longue par rapport à celle de la pâte témoin. La substitution du ciment par une proportion de laitier conduit à une diminution de la quantité d'hydrates formés. L'hydratation du  $C_3S$  et du  $C_3A$  qui compose le ciment, provoque un effet thermique dès les premières échéances, et cela accélère la cinétique d'hydratation (Loi d'HARRHENIUS :  $v = A \exp(-E/RT)$ ) avec  $E$  : énergie d'activation, et  $A$  : constante), lorsque leur quantité est réduite, la température diminue, et cela diminue le taux d'hydratation du ciment en allongeant la période dormante [10].

La substitution du ciment par le laitier allant jusqu'à 30% de sa masse, a peu modifié le temps de prise. L'écart entre le début et la fin de la prise est quasiment constant, quel que soit le pourcentage d'ajout de laitier.

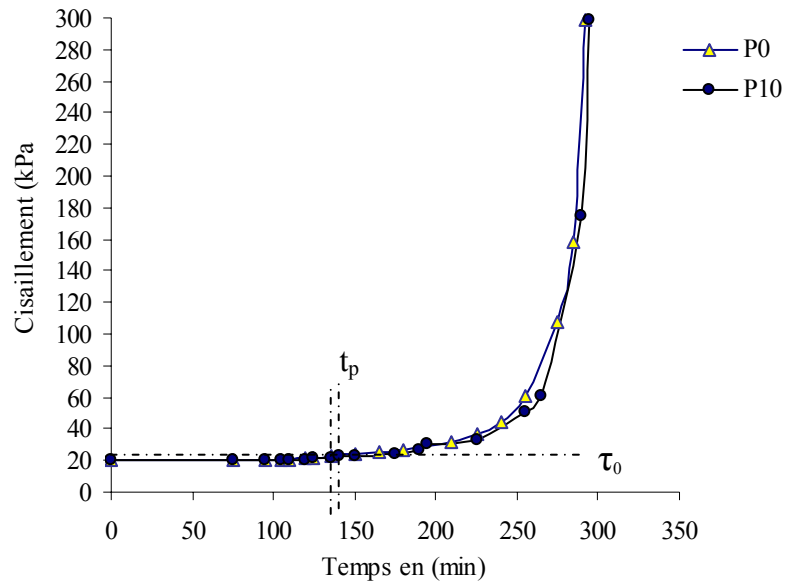


Figure (V.4) : Evolution du cisaillement en fonction du temps pour le témoin et la pâte avec 10% de laitier.

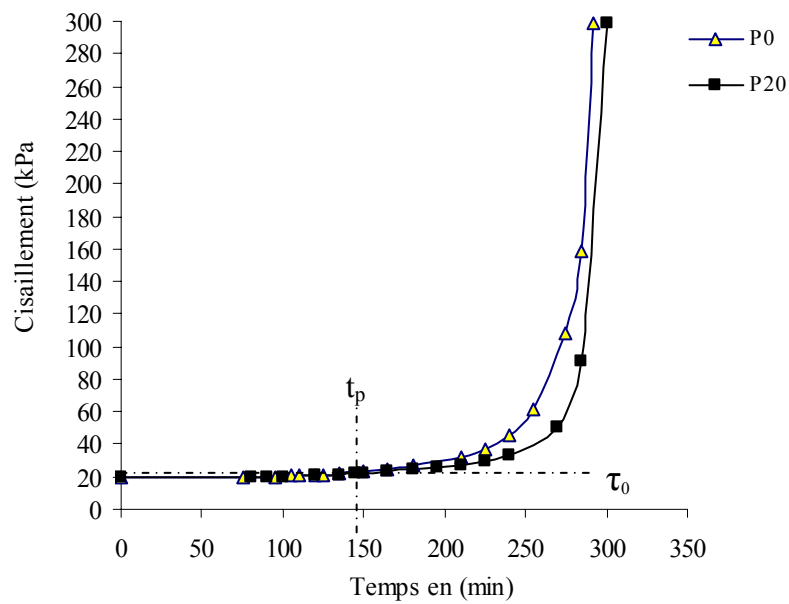


Figure (V.5) : Evolution du cisaillement en fonction du temps pour le témoin et la pâte avec 20% de laitier.

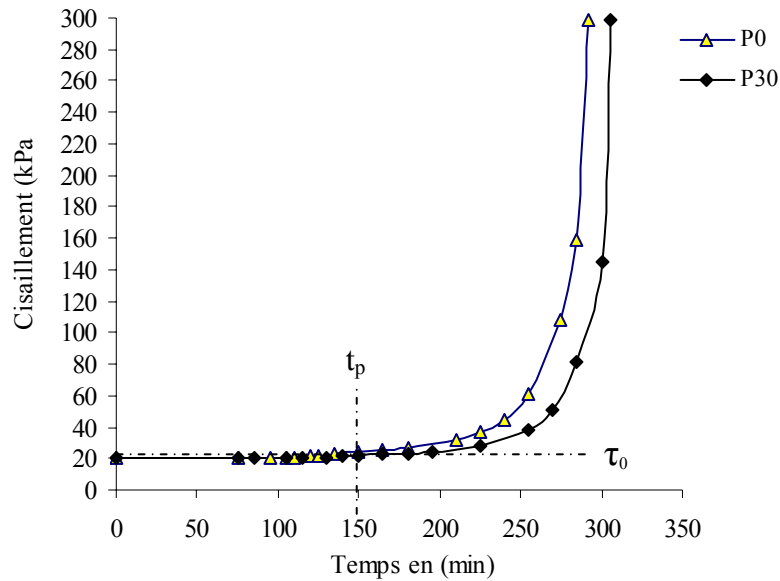


Figure (V.6) : Evolution du cisaillement en fonction du temps pour le témoin et la pâte avec 30% de laitier.

### V.5. Essais au MEB :

La microscopie électronique à balayage (MEB) donne une idée sur les compositions minéralogiques de différentes phases anhydres et hydratées des matériaux et mélanges utilisés. Elle permet, d'obtenir la morphologie, l'agencement et la microstructure des hydrates formés dans nos pâtes de ciment. Les matériaux utilisés étant non conducteurs, les échantillons de pâte ont été préalablement métallisés pour les rendre conducteurs. Le microscope utilisé est un MEB conventionnel équipé d'un spectromètre à dispersion d'énergie (EDX).

Les essais ont été effectués au laboratoire du centre de développement des technologies nouvelles (CDTA).

Le principe de base de l'imagerie est qu'un faisceau très fin d'électrons, monocinétique, balaie la surface d'un échantillon où se produisent des interactions détectées par un capteur qui contrôle la brillance d'un oscilloscope cathodique dont le balayage est synchronisé avec celui du faisceau d'électrons ; on peut ainsi comparer le MEB à un système de télévision en circuit fermé.

L'étude par microscopie électronique à balayage (MEB) sur des pâtes P0, P20, P30 après six mois d'hydratation met en évidence la nature et la morphologie des hydrates formés, figures (V.7- V. 9). On remarque la formation de C-S-H et d'Ettringite, ainsi que la transformation de cette dernière en monosulfoaluminate (MSA) après épuisement de gypse.

Les gels de C-S-H deviennent plus denses en présence de laitier cette densification est plus prononcée dans les pâtes à base de 30% de laitier.

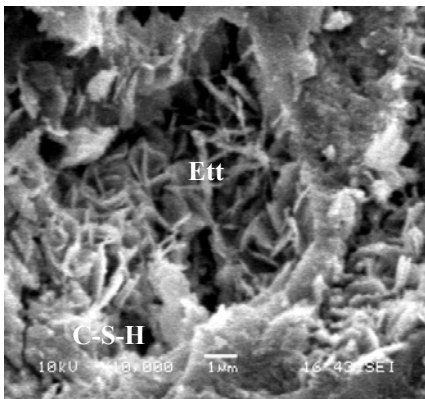


Figure (V.7) : Pâte témoin

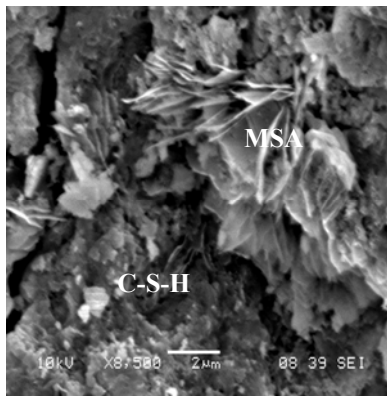


Figure (V.8) : Pâte avec 20% de laitier

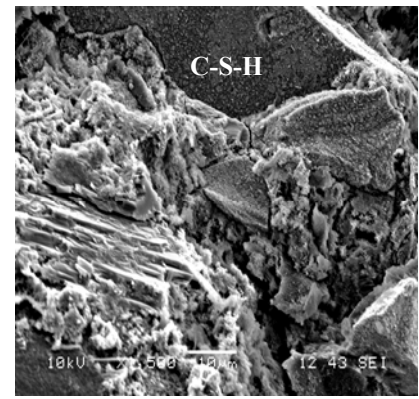


Figure (V.9) : Pâte avec 30% de laitier

## V.6. Essais de diffractométrie aux rayons X :

Des essais de diffractométrie ont été effectués sur les pâtes de laitier plus chaux pure avec différents pourcentages de laitier, ainsi que sur des pâtes constituées d'un mélange de ciment, de fumée de silice et de laitier de haut fourneau.

### V.6.1. Evolution de l'hydratation des pâtes de chaux :

L'essai sur pâte (chaux + laitier) est une manière simplifiée pour mettre en évidence l'interaction du laitier en présence de la Portlandite issue de l'hydratation des silicates du ciment Portland.

Les spectres de DRX des trois mélanges analysés après 35 jours d'hydratation mettent en évidence la réactivité du laitier d'El Hadjar figures (V.11). Ces pâtes ont été gâchées manuellement et conservées dans des tubes en PVC fermés hermétiquement. Les diffractogrammes X montrent que plus le pourcentage de laitier augmente, et plus l'intensité des raies  $4.9\text{Å}$  correspondante à la chaux diminuent. De plus, le halo correspondant aux C-S-H (centré à  $3.06\text{Å}$ ) devient plus important traduisant le rôle pouzzolanique joué par le laitier d'El Hadjar.

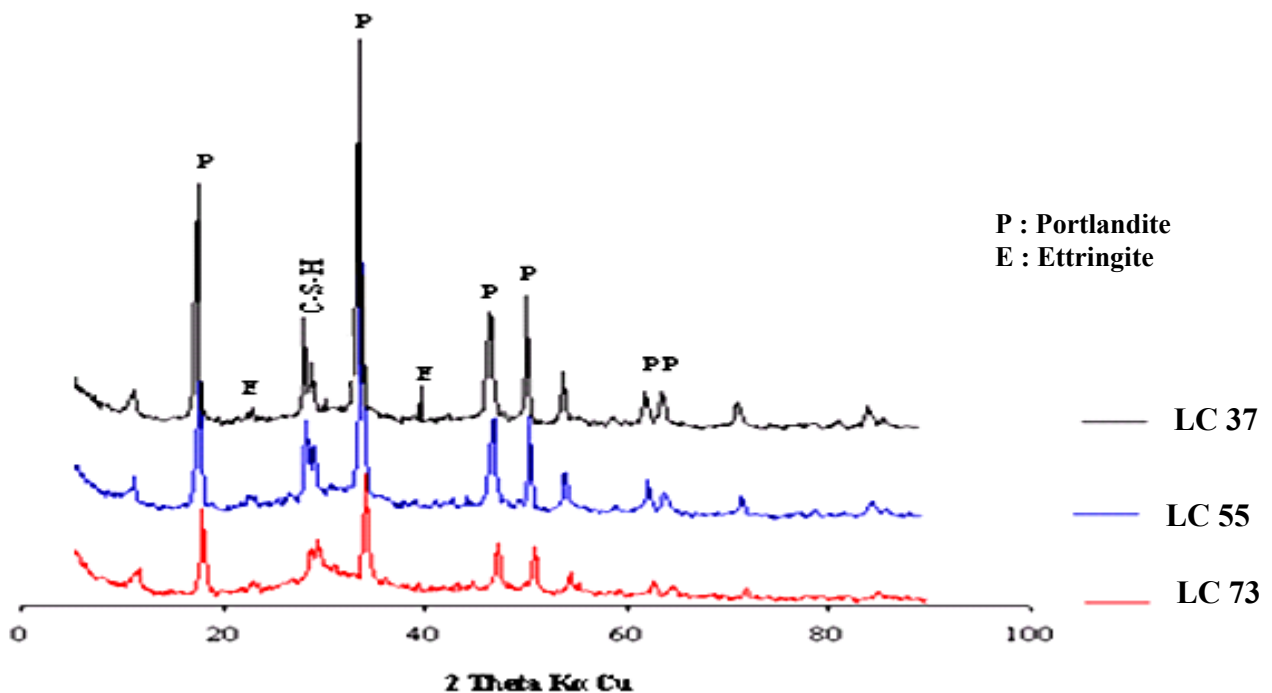


Figure (V.10) : Diffractogrammes X des mélanges en pâte de chaux ( $\theta = 20^\circ\text{C}$  ; HR= 100% ; t=35jours).

### V.6.2. Evolution de l'hydratation des pâtes de ciment :

L'évolution de l'hydratation des pâtes a été étudiée à travers le suivi de la variation des raies des phases principales des minéraux anhydres, et des produits d'hydratation. La Portlandite et les C-S-H sont les produits d'hydratation de la phase alite, les C-S-H sont des produits semi-cristallisés, et difficiles à identifier sur le spectre DRX [19], car leur spectre peut se confondre avec le halo caractéristique du laitier ; pour cela, nous nous sommes concentrés sur la variation de l'intensité des raies de Portlandite, afin de mettre en évidence les réactions pouzzolaniques.

Les diffractogrammes X du témoin figure (V.11), indique une réduction rapide des raies des principaux constituants du ciment dès 7 jours, on constate aussi la présence de la Portlandite, avec formation d'Ettringite et de C-S-H.

L'intensité des raies de Portlandite, ainsi que la formation de C-S-H est moins importante à cette échéance dans les pâtes avec laitier. Lorsqu'on augmente la quantité de laitier on diminue celle du clinker, qui est responsable de la formation de C-S-H, et de la Portlandite qui joue le rôle d'activant pour laitier, et favorise son hydratation.

Les figures (V.12), (V.13), (V.14) mettent en évidence une accélération de l'hydratation du laitier entre 28 et 90 jours par :

- La diminution rapide des trois raies principales de Portlandite.
- L'augmentation de la surface du halo centré à 3.06 Å correspond à la formation de C-S-H supplémentaires.

Le témoin étant initialement composé de 10% de fumée de silice, les C-S-H formés dans les pâtes représentent la somme de ceux issus de la fixation de la Portlandite par la fumée de silice et par le laitier.

D'après les diffractogrammes X à 90 jours, la formation de C-S-H est plus importante que pour le témoin, cela signifie que la structure de la pâte devient plus dense avec l'ajout de laitier, résultat confirmé par les essais au MEB.

L'intensité des réflexions liées à l'Ettringite ( $C_6A\hat{S}_3H_{32}$ ) diminue, ce qui signifie qu'elle s'est transformée en monosulfoaluminate (MSA) de calcium ( $C_4A\hat{S}H_{12}$ ). Cette transformation est confirmée par l'imagerie à long terme (MEB).

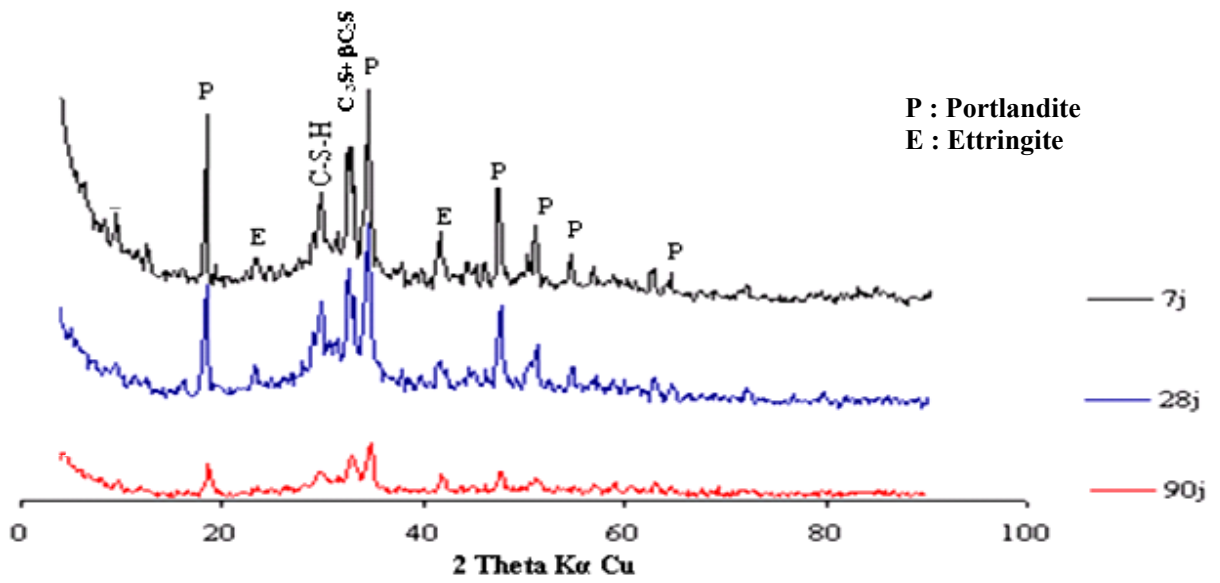


Figure (V.11) : Diffractogrammes X de la pâte témoin à 7jours, 28jours et 90 jours.

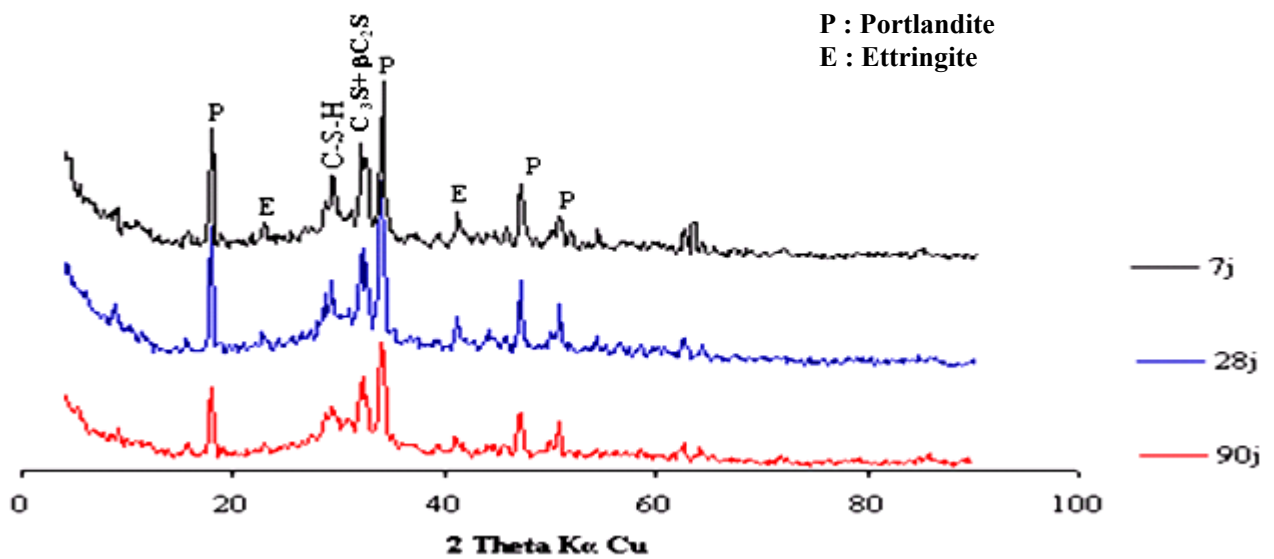


Figure (V.12) : Diffractogrammes X de la pâte à base de 10% laitier à 7jours, 28jours et 90 jours.

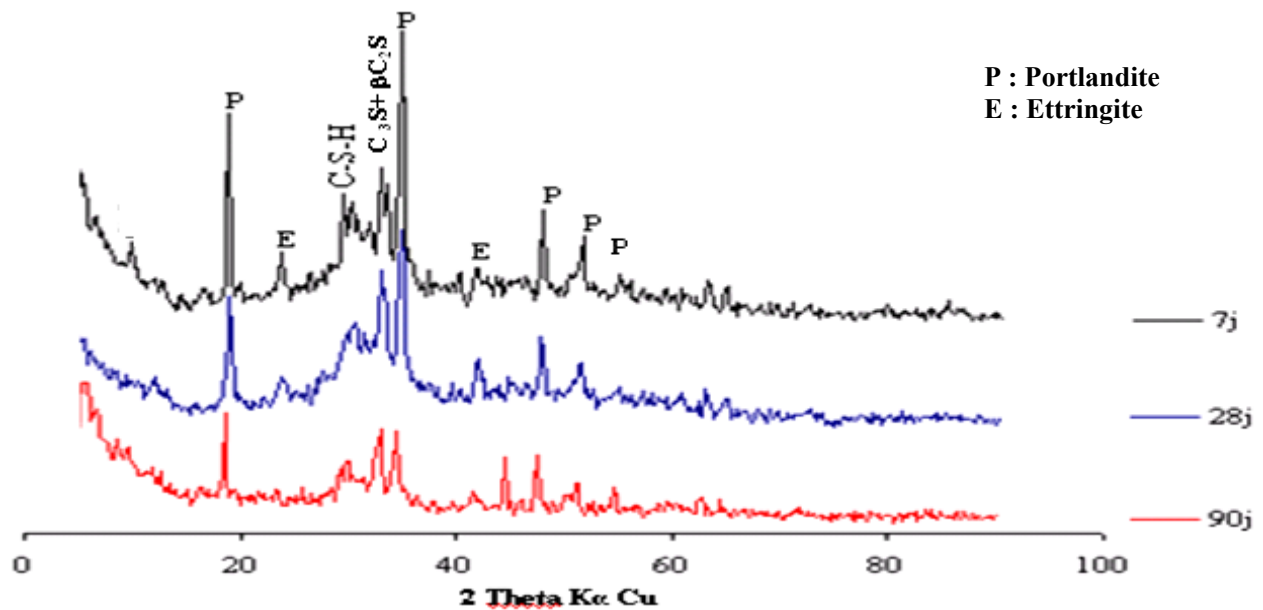


Figure (V.13) : Diffractogrammes X de la pâte à base de 20% laitier à 7jours, 28jours et 90 jours.

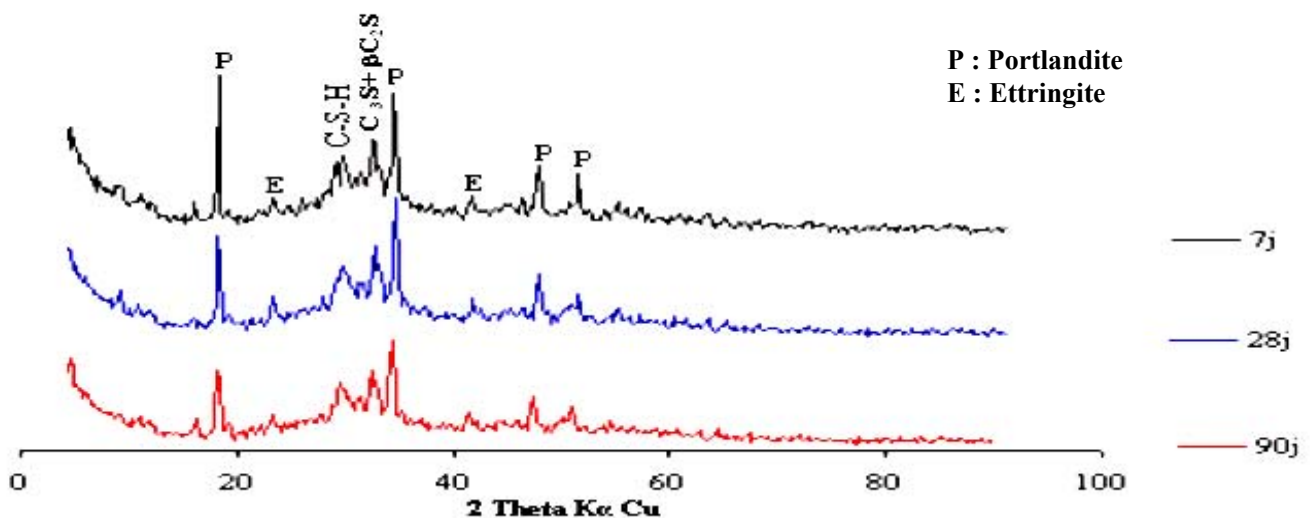


Figure (V.14) : Diffractogrammes X de la pâte à base de 30% laitier à 7jours ; 28jours ; 90 jours.

### V.7 Conclusion :

D'après les essais de consistance, l'ajout de laitier a tendance à augmenter la fluidité de la pâte. Les débuts de prise sont peu augmentés lorsqu'on augmente la quantité de laitier. L'écart entre le début et la fin de prise est presque constant.

Les essais par Diffractométrie aux rayons X sur pâtes de chaux avec 30,50 et 70 pourcent de laitier confirment la réactivité du laitier de haut fourneau d'El Hadjar. Cette réactivité est toutefois lente. Les diagrammes DRX des pâtes avec laitier, mettent en évidence la cinétique de la réaction pouzzolanique, par le suivi de la diminution des pics de Portlandite, qui augmente nettement entre 28 et 90 jours.

La formation des C-S-H supplémentaires dans les mélanges avec laitier a permis d'obtenir une pâte plus dense confirmée par microscopie électronique à balayage (MEB). On note de plus que la présence du monosulfoaluminate est moins importante par rapport au témoin traduisant l'amélioration de la durabilité en présence de laitier [18.79].

**CHAPITRE VI**

**ESSAIS SUR MORTIER**

## CHAPITRE VI

### ESSAIS SUR MORTIER

#### VI.1. Introduction :

Avant d'entamer les essais sur mortiers, nous avons préalablement déterminé le point de saturation de la pâte témoin en superplastifiant pour un ( $E/L= 0.3$ ). Le point de saturation correspond à un dosage de 0.4% en extrait sec. Ce dosage sera utilisé pour la confection de tous les mortiers étudiés.

#### VI.2. Détermination du dosage en superplastifiant :

L'emploi de superplastifiant doit être optimisé, tant d'un point de vue technique, pour limiter les effets secondaires (entraînement d'air et retard de prise), que d'un point de vue économique (coût élevé du superplastifiant). La méthode des coulis « écoulement au cône de Marsh » permet de déterminer le seuil de saturation du ciment.

Il s'agit de mesurer la rapidité d'écoulement du coulis sous l'effet de son propre poids à travers un ajutage selon la norme [NF P 18-358]. Plus le coulis sera rapide, et plus il sera considéré fluide.

Le coulis à tester est versé dans le cône, on place un flacon de 1000 ml sous le cône, après avoir laissé échapper quelques millimètres au moment de l'ouverture de l'ajutage pour chasser l'eau résiduelle, le chronomètre est déclenché au début de l'ouverture de l'ajutage et arrêté lorsque le flacon est plein.

La courbe ci-dessous nous donne le point de saturation du mélange témoin en superplastifiant, pour un  $E/L= 0.3$ , ce dosage correspond au point d'inflexion de la courbe (0.4% d'extrait sec), ce dosage sera utilisé pour la confection de tous les mortiers utilisés.

Sachant qu'en général pour le béton, ce dosage augmente légèrement à cause de la porosité des granulats, et la rugosité des parois du malaxeur.

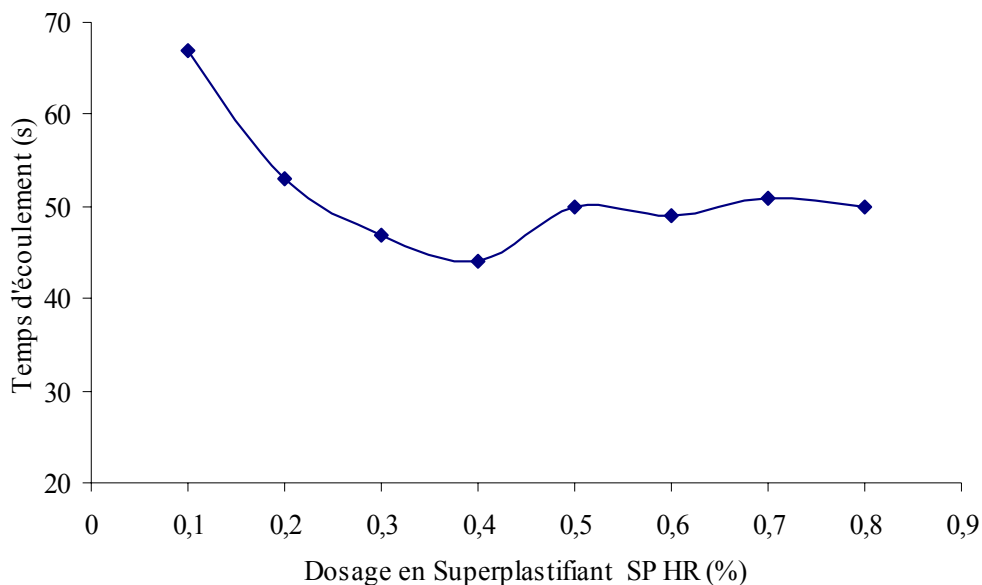


Figure (VI.1) : Courbe donnant le point de saturation en superplastifiant.

### VI.3. Confection du mortier :

Avant d'être utilisé pour les différents essais, le mortier est malaxé pendant 4 mn, le sable, le ciment et les ajouts (SF, Laitier), sont homogénéisés et mélangés à sec dans le malaxeur à vitesse lente pendant 30 s, on introduit l'eau et éventuellement le superplastifiant et on malaxe suivant les étapes récapitulées dans le tableau (VI.1). Le serrage du mortier est obtenu en introduisant le mortier en deux couches, en appliquant au moule 60 chocs, à l'aide de la table à choc à chaque fois.

Tableau (VI.1) : Opérations de malaxage du mortier

Opérations	Introduction de la moitié de l'eau	Introduction du superplastifiant		Raclage de la cuve	
Durée	30s	30s	30s	15s	60s
Etat du malaxeur	Vitesse lente		Vitesse rapide	Arrêt	Vitesse rapide

Les mortiers sont préparés de manière à ce que leur composition soit proche de celle de la pâte dans le béton (même type de ciment et même pourcentage d'ajouts), avec un E/L= 0.45 constant.

Les quantités nécessaires pour la fabrication des éprouvettes 4\*4\*16 cm, à raison de 3 éprouvettes par variante sont indiquées dans le tableau (VI.2).

Tableau (VI.2) : Composition des mortiers

Constituants (g)	Liant	Sable	Ciment	Laitier	SF	Sp (1%)	Eau de Sp	Eau (E/C=0,45)
M0	450	1350	405	0	45	4,5	2,7	200
M10	450	1350	364,5	40,5	45	4,5	2,7	200
M20	450	1350	324	81	45	4,5	2,7	200
M30	450	1350	283,5	121,5	45	4,5	2,7	200

### VI.4. Conservation des éprouvettes :

Les éprouvettes en mortier testées sont conservées selon le type d'essai :

- Dans l'eau douce à  $20 \pm 2^\circ\text{C}$ , pour les essais de gonflement.
- A l'air libre à  $25 \pm 5^\circ\text{C}$ , pour l'essai de retrait total.
- Isolées de l'air ambiant (film aluminium), dans une salle dont la température est maintenue à  $20 \pm 2^\circ\text{C}$ , et une humidité relative à  $50\% \pm 5\%$ , pour l'essai de retrait endogène.

### VI.5. Essais de retrait de gonflement :

La confection des éprouvettes de mortier utilisés à cet effet a été décrite précédemment dans ce chapitre, les mesures de déformation sont prises à l'aide d'un déformètre, équipé d'un compteur, permettant de réaliser des mesures avec une exactitude inférieure ou égale à 0.005 mm, on a effectué en même temps des mesures de perte et d'absorption d'eau sur les éprouvettes du retrait total et celle du gonflement respectivement.

### VI.5.1. Essais de retrait :

Les essais de retrait endogène et total sont réalisés conformément à la norme [NF P 15-433], qui consiste à comparer en fonction du temps, la variation de la longueur du corps d'épreuve, par rapport à sa longueur initiale prise comme origine, et ce en fonction du mode de conservation.

#### VI.5.1.1. Retrait endogène :

Pour le mode de conservation endogène, le retrait ne dépend que des paramètres intrinsèques du matériau : réactions chimiques, chaleur d'hydratation et composition du béton. Les mortiers testés ne diffèrent que par le pourcentage d'ajout de laitier, donc toute différence de comportement ne pourra être imputée qu'à ce paramètre.

D'après la figure (VI.2), le témoin présente un retrait endogène plus important et plus rapide à court terme, par rapport aux pâtes avec laitier. Cela est dû à une hydratation plus rapide (confirmé par la DRX), et donc au développement de forces de traction dans la pâte.

Pour une quantité de laitier équivalente à 10% de ciment, les valeurs du retrait endogène se rapprochent de celle du témoin.

Pour 20% de laitier, le retrait endogène évolue rapidement à court terme, puis ralentit après 28 jours, mais reste nettement inférieur à celui du témoin, ne dépassant pas 130  $\mu\text{m}/\text{m}$ .

Avec 30% de laitier, on obtient les valeurs les plus faibles du retrait endogène, 29.34 % de la valeur du témoin.

Le retrait endogène étant lié aux processus physico-chimique, et les réactions d'hydratation du laitier étant lentes, et moins exothermiques que celle du ciment [2], l'augmentation de la quantité de laitier peut être la cause de la diminution du retrait endogène.

La valeur maximale du retrait endogène enregistrée ne dépassant pas les 200  $\mu\text{m}/\text{m}$  dans le cas du témoin, même après 90 jours.

Pour les mortiers M0 et M10 il tend à se stabiliser après moins de 60 jours, alors qu'il continue à augmenter légèrement pour les mortiers M20 et M30. De manière générale les valeurs du retrait endogène sont plutôt faibles car inférieur à 180  $\mu\text{m}/\text{m}$ .

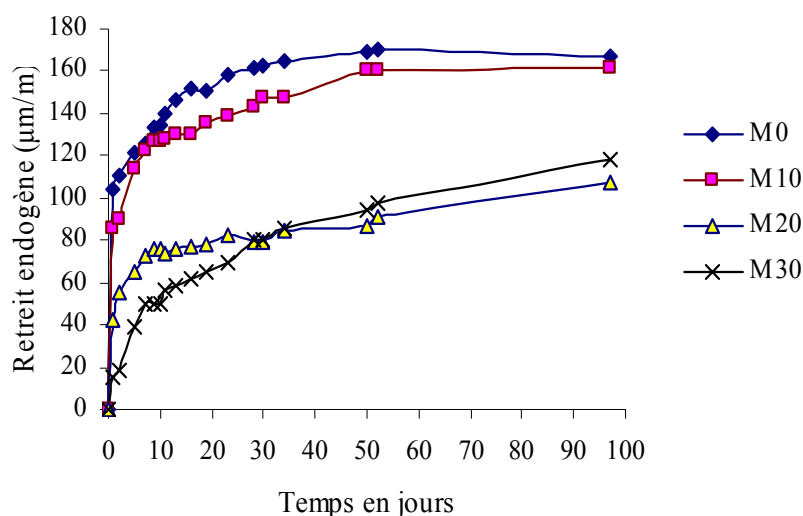


Figure (VI.2) : Retrait endogène des Mortiers.

### VI.5.1.2. Retrait total :

Le retrait total englobe le retrait d'auto-dessiccation (endogène), et le retrait de dessiccation. Par conséquent, dans ce mode de conservation, le retrait dépend à la fois des paramètres intrinsèques du matériau, mais également des paramètres externes, comme la température, l'hygrométrie, etc.

La figure (VI.3) présente les déformations dues au retrait total des différents mortiers.

La figure (VI.4) montre les pertes en eau moyennes des éprouvettes de retrait total.

Au jeune âge, le retrait est moins rapide dans les mortiers avec ajouts de laitier, la cinétique du retrait diminue progressivement avec l'augmentation du pourcentage en laitier.

Dans le cas du mortier M30 à 7 jours, le retrait total atteint 68.69% de la valeur du témoin, puis continue à monter légèrement ; à partir de 28 jours, toutes les courbes tendent à se stabiliser.

En remarque sur les figures (VI.5) ; (VI.6) ; (VI.7) ; (VI.8) que la différence entre le retrait total et endogène est moins importante dans le cas de mortier avec ajout de laitier.

La perte en eau est plus importante pour le mortier avec un fort pourcentage en laitier (30%), elle est due éventuellement à une porosité ouverte plus importante, développée dans ce mortier à court terme, et qui facilite le départ de l'eau.

L'évaporation de l'eau libre associée au retrait, tend aussi à se stabiliser après 28 jours, signe que les mortiers sont devenus beaucoup moins perméables.

La réduction du retrait total dans les mortier avec laitier peut être attribuée à la taille des macropores, et à la perte en eau depuis les mésopores, une forte proportion de macropores facilite le départ de l'eau des mésopores [86], la formation de gel C-S-H en plus grande quantité dans les ciment au laitier (confirmée par DRX) crée un volume de micropores plus important, et de ce fait réduit le retrait [86].

La présence de phases expansives comme l'Ettringite (Confirmée par DRX, et le MEB) contribue aussi à la réduction du retrait. [86.68].

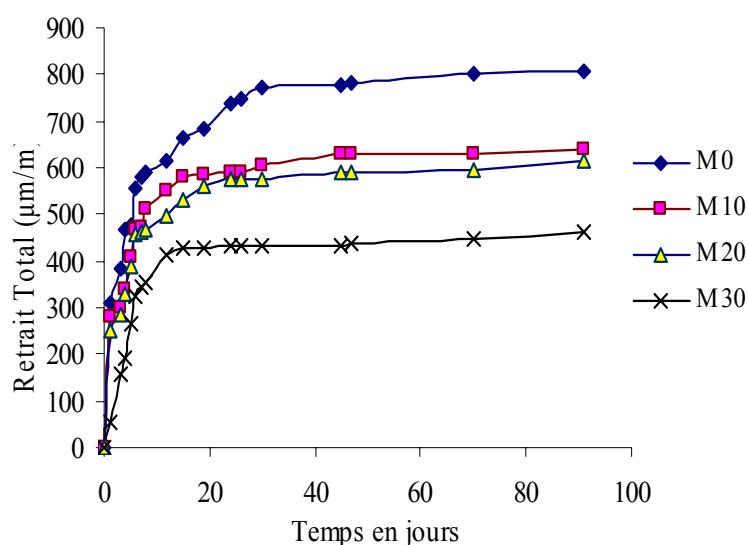


Figure (VI.3) : Retrait Total des Mortiers

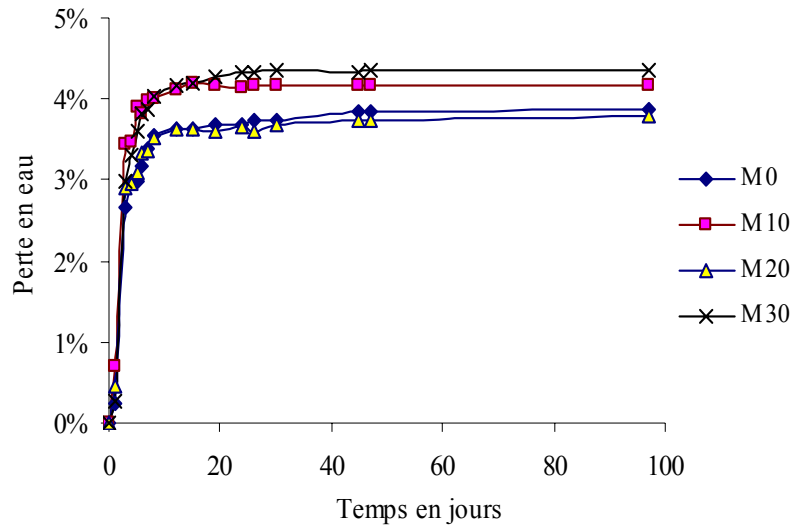


Figure (VI.4) : Perte en eau des Mortiers (retrait Total).

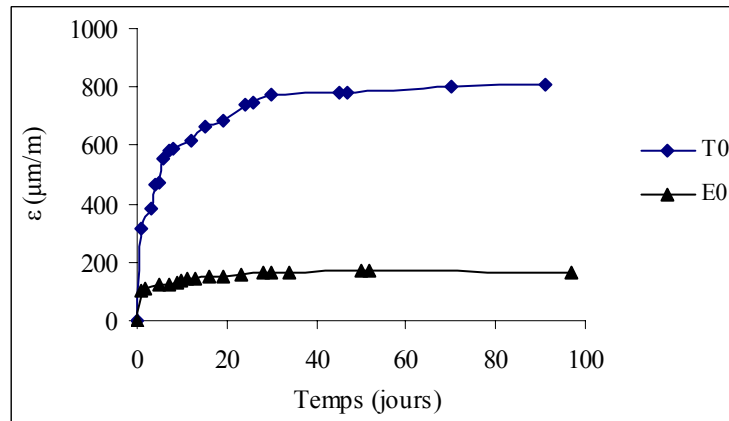


Figure (VI.5) : Différence entre retrait total et endogène du mortier témoin (M0).

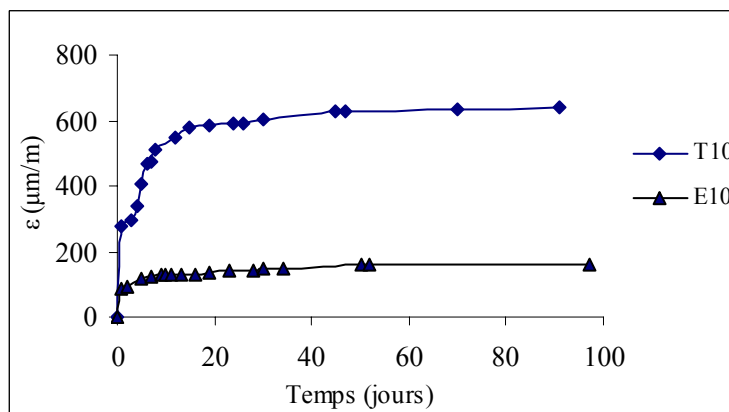


Figure (VI.6) : Différence entre retrait total et endogène du mortier M10.

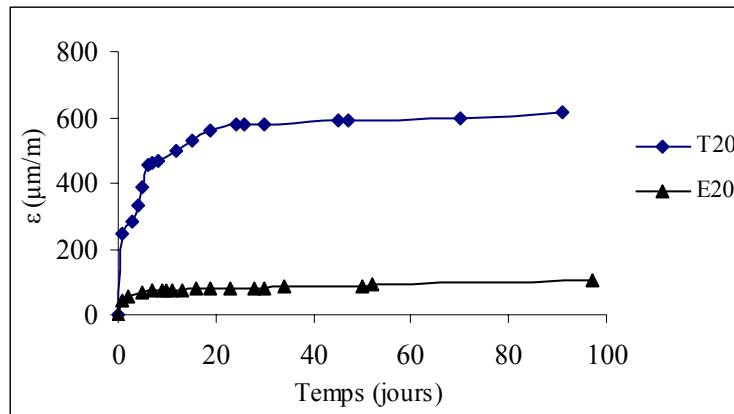


Figure (VI.7) : Différence entre retrait total et endogène du mortier M20.

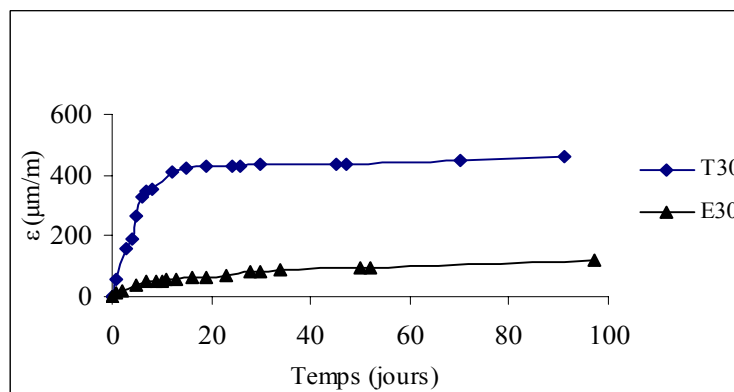


Figure (VI.8) : Différence entre retrait total et endogène du mortier M30.

### VI.5.2. Essais de gonflement :

La figure (VI.9) indique que le gonflement augmente rapidement au jeune âge (avant 3 jours).

Entre 3 jours et 7 jours il évolue lentement, et tend à se stabiliser après 20 jours, pour tous les mélanges.

Les éprouvettes avec 20% et 30% de laitier présentent un gonflement nettement inférieur à celui du témoin, il est de l'ordre de 48.15% pour M20 et de 51.85% pour M30. Cela peut être imputé à la consommation par le laitier (réaction pouzzolanique) de la portlandite issue de l'hydratation du ciment, qui est un hydrate massif, et qui provoque une expansion [85].

La variation de la masse figure (VI.10), met en évidence une augmentation du poids des éprouvettes au cours du temps. Le gain de poids suit la même évolution que pour le gonflement, il est important durant les 7 premiers jours, puis ralentit. Au delà de 20 jours, le gonflement et la prise de poids tendent à se stabiliser, la pâte en durcissant devient plus dense et imperméable, et l'absorption d'eau est freinée.

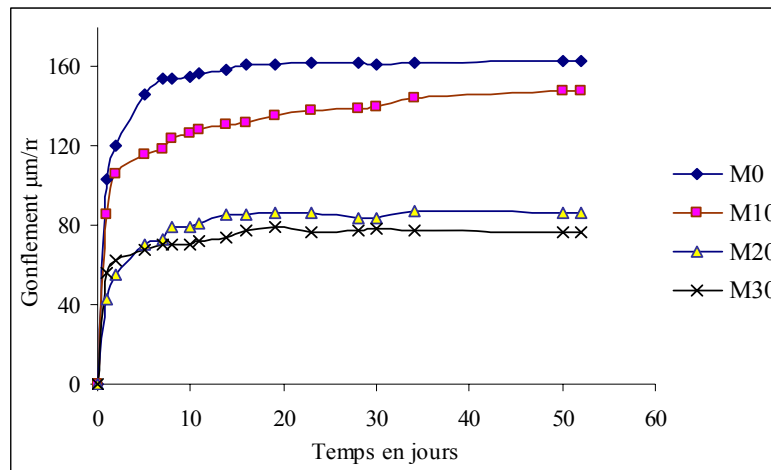


Figure (VI.9) : Gonflement des Mortiers.

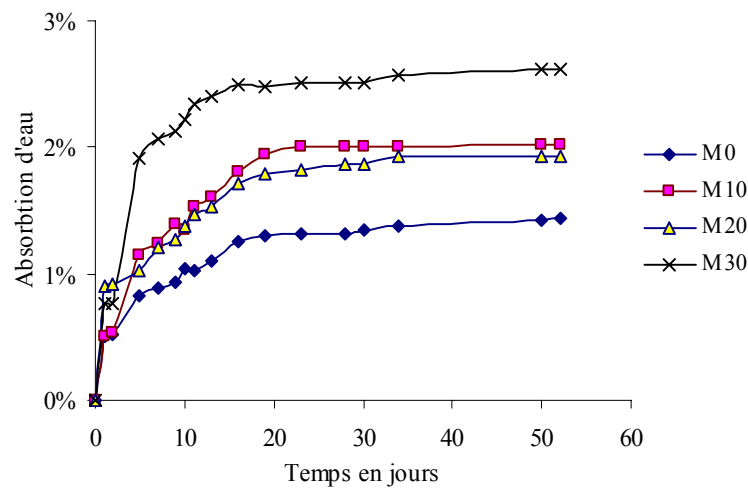


Figure (VI.10) : Absorption d'eau des Mortiers.

### VI.6. Conclusion :

L'effet de l'ajout de laitier est notable dans le cas des variations volumétriques. Le retrait endogène et le retrait total des mortiers M30 sont réduits respectivement de 23% et 69% à 28 jours, par rapport au témoin. Idem pour le retrait de séchage qui est la différence entre le retrait total et le retrait endogène, qui diminue avec l'augmentation du pourcentage de laitier, signe d'une densification de la pâte. Quant au gonflement il est réduit de moitié (52%).

Cela dit, dans les BHP avec un rapport  $E/C \geq 0.45$ , le retrait endogène est en général faible, car l'eau des pores n'est pas consommée dans sa totalité par la réaction d'hydratation [56].

**CHAPITRE VII**

**ESSAIS SUR BETON**

## CHAPITRE VII

### ESSAIS SUR BETON

#### VII.1. Formulation du béton :

La formulation des bétons fait intervenir de nombreux critères aussi bien techniques qu'économiques. Ces critères, peuvent être regroupés en cinq classes :

- L'environnement de l'ouvrage au cours de son fonctionnement ;
- Les caractéristiques géométriques de l'ouvrage ;
- Les caractères spécifiques du matériau frais, durcissant et durci ;
- Les conditions de fabrication et de mise en œuvre du béton frais ;
- Les matériaux à disposition localement.

Plusieurs méthodes de composition ont été développées et utilisées aujourd'hui telles que la méthode de Faury, Dreux Gorisse, Bolomey, Ferret et autres.

La méthode que nous avons utilisée est celle de Dreux Gorisse qui consiste à optimiser le squelette granulaire à partir d'une courbe granulométrique de référence, qui donne les pourcentages en volume absolu de chaque classe granulaire ; d'après cette courbe nous obtenons les proportions suivantes :

Tableau (VII.1) : Proportion des granulats pour béton.

Granulats	Sable 0/5	Gravier 3/8	Gravier 8/15
Pourcentage (%)	39	12	49

De là, on peut déterminer les quantités de granulats à prendre voir tableau (VII.2), en considérant le coefficient de Dreux Gorisse  $\gamma$  égale à 0,81 qui est fonction du moyen de vibration et de la consistance D pour  $1\text{m}^3$  de béton frais. Le béton témoin est dosé à  $450\text{ kg/m}^3$  avec un  $E/L=0.33$  et un dosage de 1.5% de superplastifiant. Les béton B1, B2, et B3 sont obtenus en substituant respectivement 10, 20 et 30 pourcent de la quantité de ciment utilisée pour le témoin, en gardant le même rapport E/C, et avec le même dosage en superplastifiant.

La confection du béton est effectuée selon la norme [NF P 18-404].

Tableau (VII.2) : composition du béton témoin.

Eléments	Ciment	SF	Sable Akbou	Sable de dune	Gravier 3/8	Gravier 8/15	Eau	Sp (1.5)%
Masse (kg/m <sup>3</sup> )	405	45	535	134	204	834	141.75	6.75

#### VII.2. Essais sur béton à l'état frais :

##### VII.2.1. Masse volumique du béton frais :

Selon les valeurs du tableau (VII.3), les bétons avec ajout de laitier présente une masse volumique légèrement supérieure à celle du témoin, elle varie proportionnellement avec la quantité de laitier, on peut attribuer cela au rôle filler (remplissage) des particules du laitier finement broyé.

Tableau (VII.3) : Masse volumique du béton :

Béton	B0	B1	B2	B3
masse volumique béton frais	2,57	2,57	2,59	2,59

### VII.2.2. Essai d'affaissement au cône d'Abrams « slump test » [NF P 18-451] :

Le tableau (VII.4) et la figure (VII.2) indiquent l'évolution de l'ouvrabilité du béton en présence des différents taux de laitier, ainsi que le maintien d'ouvrabilité après 30 min de la fin du malaxage.

Tableau (VII.4) : Affaissement des bétons frais

Béton	B0	B1	B2	B3
Affaissement initial	20	22	24	24
Affaissement après 30 mn	15	19	23	23

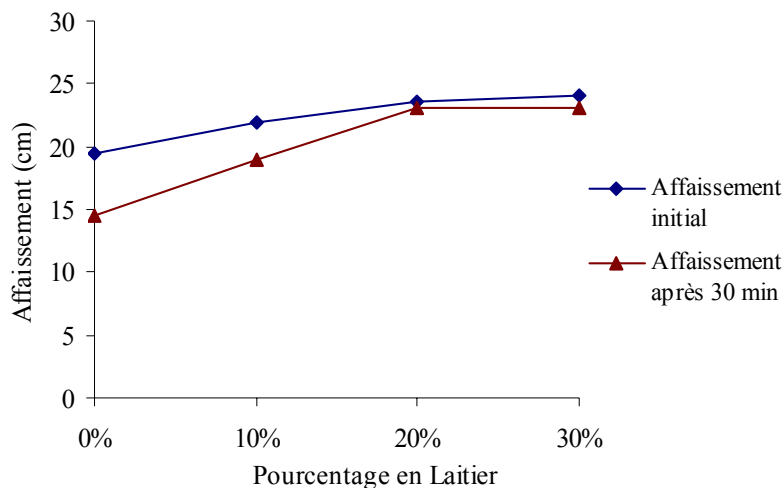


Figure (VII.1): Affaissement en fonction du pourcentage de laitier.

Le béton obtenu est un béton fluide (affaissement >16cm), cette fluidité est améliorée lorsque en ajoute du laitier, le béton devient très fluide, cela nous offre la possibilité de réduire d'avantage le rapport E/L en vue d'améliorer les résistances mécaniques des bétons contenant du laitier.

La mesure de l'affaissement après 30 min montre que la présence de laitier permet de maintenir une bonne maniabilité dans le temps.

### VII.3. Essais sur béton à l'état durci :

#### VII.3.1.Masse volumique du béton à l'état durci :

On observe d'après les valeurs du tableau (VII.5), une légère augmentation de la valeur de la masse volumique des bétons après 24h de mûrissement, probablement due à une densification de la pâte par la formation d'hydrates.

Tableau (VII.5) : Masse volumique des bétons durcis

<b>Béton</b>	<b>B0</b>	<b>B1</b>	<b>B2</b>	<b>B3</b>
Masse volumique béton frais	2,57	2,57	2,59	2,59
Masse volumique béton durci	2,59	2,61	2,62	2,62

### VII.3.2. Essais de compression [NF P 18-406] :

Les essais ont été effectués au laboratoire de la faculté de génie civil de l'USTHB, à l'aide d'une presse de capacité 2000KN à vitesse de chargement réglable, conforme aux normes [NF P 18-411] et [NF P 18- 412], sur des éprouvettes cubiques 15\*15\*15 à raison de 3 éprouvettes par variantes à 3, 7, 28 et 90 jours.

Tableau (VII.6) : Résistance à la compression des bétons

<b>Résistance à la compression (MPa)</b>	<b>3j</b>	<b>7j</b>	<b>28j</b>	<b>90j</b>
B0	53	64	79	89
B1	52	61	76	81
B2	48	59	73	79
B3	44	58	69	75

La figure (VII.2) permet de décrire l'évolution des résistances moyenne à la compression à plus ou moins 1 MPa du béton témoin et des bétons avec différentes teneurs en laitier.

A court terme (3 jours), les bétons B1, B2, B3 donnent des résultats proches de ceux du témoin, à cause de la présence de FS (effet pouzzolanique), et de la grande finesse de la fumée de silice et du laitier (effet filler).

A partir du 7<sup>ème</sup> jour et à long terme, l'effet chimique prend le dessus, et les résistances diminuent avec l'augmentation de la quantité de laitier, probablement à cause d'une diminution de la formation de C-S-H, conséquence d'une hydratation plus lente du laitier. La baisse de résistance atteint 15.76% de celle du témoin pour le béton B3 à 90j.

Néanmoins, les résistances enregistrées pour les différentes formulations faites à base de matériaux locaux, les résistances à la compression s'inscrivent dans la fourchette 50 à 100 MPa à 28jours, valeurs correspondant à des bétons Hautes résistances.

Pour une substitution de 30% de laitier, les résistances sont de 69 MPa à 28 jours, et de 75 MPa à 90 jours.

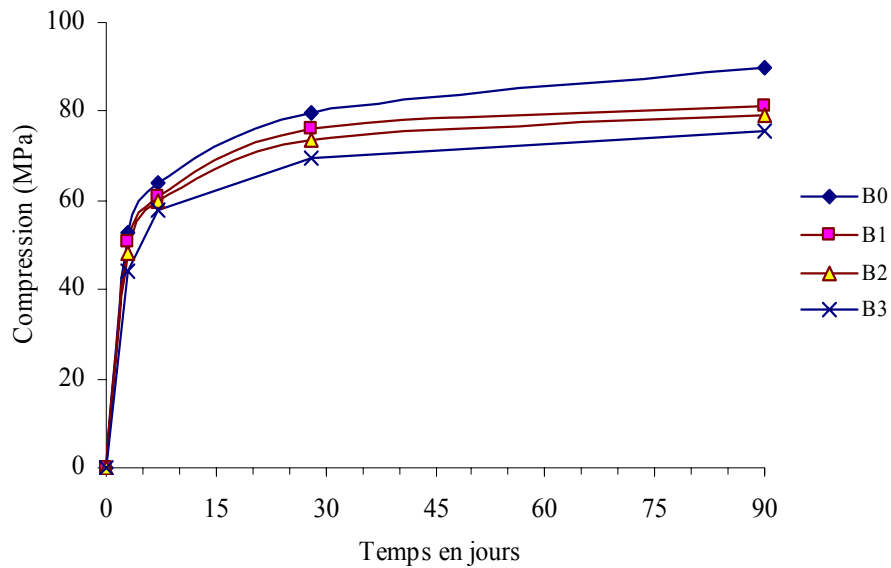


Figure (VII.2) : Résistances à la compression des bétons.

### VII.3.3. Essai de traction :

Les essais indirects de traction ont été réalisés sur des corps d'éprouvette cylindriques 11×22cm par fendage (essais brésilien) conformément à la norme [NF P 18-408].

L'éprouvette est placée entre les deux plateaux de la presse comme indiquée sur la figure (VII.3), le contact entre les plateaux et l'éprouvette se faisant par l'intermédiaire des deux bandes de contreplaqué. Le centrage de l'éprouvette doit se faire à 0.5mm près à l'aide d'un gabarit de centrage. On applique à l'éprouvette un effort de compression qui induit des contraintes de traction dans le plan passant par ces deux génératrices. La rupture, due à ces contraintes de traction, se produit dans ce plan. Dans la relation ci-dessus, la résistance à la traction ( $f_t$ ) est directement obtenue en MPa par

$$l'expression : f_t = \frac{2}{\pi} \frac{P}{dh}$$

Avec P : force de rupture exprimée en (MN)

d et h dimensions de l'éprouvette exprimées en mètres (m).

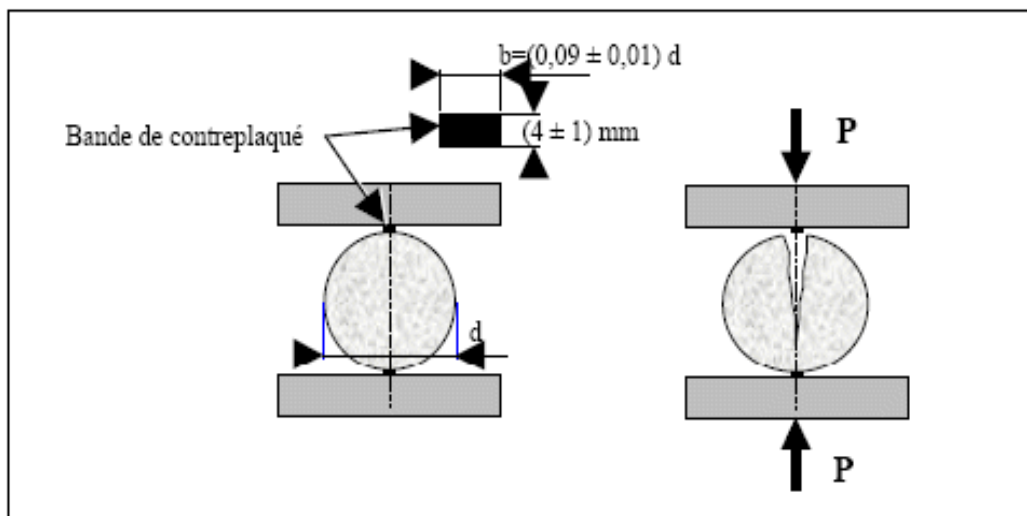


Figure (VII.3) : Dispositif pour l'essai de rupture par fendage.

Le tableau (VII.7) récapitule les résultats moyens de tractions obtenues par essais de traction par fendage :

Tableau (VII.7) : Résistances à la traction des bétons

Résistance en Traction (MPa)	3j	7j	28j	90j
B0	4,58	5,34	7,09	7,46
B1	4,48	5,29	6,77	7,02
B2	3,40	3,65	4,80	5,87
B3	3,23	3,60	4,50	5,85

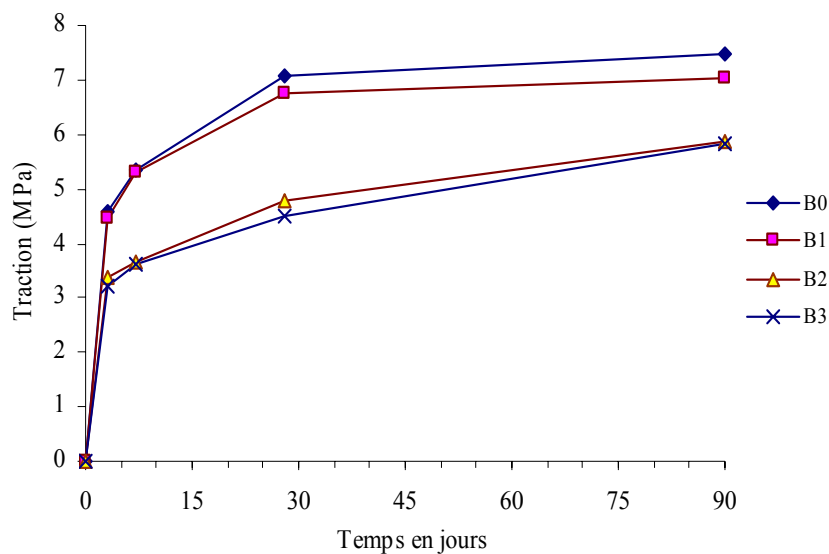


Figure (VII.4) : Résistances en traction des bétons.

L'évolution des résistances à la traction figure (VII.4) suit sensiblement le même comportement que les résistances en compression.

L'écart est notable dès le 3<sup>ème</sup> jour, lorsque le pourcentage de remplacement en laitier est supérieur à 10%.

- Le béton B1 est celui qui se rapproche le plus du béton témoin de par son comportement mécanique.

- Un taux de remplacement supérieur à 10 % de laitier a réduit la résistance en traction, malgré la présence de fumée de silice, cela confirme l'importance des C-S-H pour le développement de la résistance à la traction dans le béton.

- A court terme et même avec un taux de remplacement de 30% de laitier, les résultats en traction sont proches de ceux du témoin, cela est probablement dû à la finesse importante de la fumée de silice et du laitier (rôle filler), qui compense une faible formation des C-S-H.

- On remarque cependant que les valeurs de traction des bétons avec laitier ont tendance à augmenter avec le temps, ce qui laisse supposer un gain en résistance à long terme (au-delà de 90J).

Les résistances en traction continuent à augmenter, alors que celles du témoin vont plutôt se stabiliser.

#### **VII.4. Conclusion :**

A court terme, les valeurs des contraintes de traction et de compression sont sensiblement identiques à celles du témoin. Cela est dû à la présence de la fumée de silice qui compense par son rôle pouzzolanique, et filler qui consiste à remplir les vides entre les grains de ciment (de l'ordre du micron) la réactivité lente du laitier. Le remplissage des vides inters granulaires, fait augmenter la compacité des bétons et par conséquent leurs résistances [61].

Au delà du 3<sup>ième</sup> jour, l'incorporation progressive jusqu'à 30% de laitier dans les bétons, entraîne une diminution des résistances mécaniques à la compression et à la traction ; cela s'explique par le fait que la substitution d'une fraction de ciment par du laitier entraîne systématiquement une réduction des minéraux C<sub>3</sub>S et C<sub>2</sub>S. Ces derniers constituent les deux principaux minéraux qui assurent le développement des résistances à court et à moyen terme [61.57].

L'évolution des résistances observées sur les bétons, est en accord avec le mécanisme d'hydratation dans les différentes pâtes, mis en évidence par les diagrammes DRX.

## CONCLUSION GENERALE

Les résultats obtenus ont permis de mettre en évidence le comportement physico-chimique et mécanique des pâtes, mortiers et bétons, à base de laitier tant à l'état frais que durci.

Les résultats obtenus sur pâtes et mortiers montrent que :

- Les débuts et fins de prise sont peu augmentés par les teneurs en ajout de laitier.
- Le retrait aussi bien endogène que total, ainsi que le gonflement sont considérablement réduits avec l'accroissement du pourcentage de laitier.
- Le laitier de haut fourneau d'El-Hadjar est bien réactif sous l'activation sulfato-calcique.
- Le mécanisme d'hydratation du laitier est lent, cependant il s'accélère à long terme. La formation de C-S-H est plus importante à long terme, et permet d'obtenir une matrice cimentaire plus dense, et donc des bétons de durabilité meilleure que celle des bétons sans laitier.
- L'ajout de laitier dans le béton a réduit les résistances mécaniques, mais a permis d'atteindre une meilleure ouvrabilité comparativement au béton sans laitier, on peut agir sur ce paramètre pour augmenter les valeurs des résistances, pour une consistance comparable à celle du témoin.
- La présence de dix pourcent de fumée de silice a permis de compenser, quelque peu, la faible réactivité du laitier à court terme.

Toutefois, Les résultats obtenus sur les bétons étudiés répondent aux normes en vigueur, et offrent une économie considérable en clinker, tout en préservant des résistances mécaniques tout à fait acceptables (plus de 60 MPa en compression), et en permettant une mise en place plus facile.

## RECOMMANDATIONS

A travers cette étude, nous avons voulu déterminer l'effet de l'ajout de laitier en substitution du ciment sur les propriétés des bétons et mortiers, seulement cela reste incomplet, il serait souhaitable de l'approfondir en considérant les axes suivants :

L'impact d'une substitution supérieure à 30% de laitier dans le ciment, en présence de fumée de silice, sur la prise et le durcissement, sur le dégagement de chaleur, et sur la durabilité des bétons, par d'autres essais tels que la calorimétrie adiabatique, l'ATD-ATG (analyse thermique différentielle / analyse termogravimétrique).

En raison de la réactivité tardive du laitier (confirmée par les diagrammes DRX) qui a causé les chute de résistance, on peu tester d'autres modes d'activation, tel que l'activation thermique, mécanique (mouture), ou chimique, en plus de celle fournie par le clinker, ou de procéder à des mesures à de plus longues échéances.

On peut aussi s'intéresser à l'influence sur le comportement et la nature des hydrates développés dans le ciment induits par la présence de superplastifiant de nature différente.

Ce qui est plus indiqué c'est de mener une étude sur l'amélioration de la qualité du laitier au niveau du haut fourneau. Nous sommes persuadé que le recours au refroidissement mixte du laitier (eau + air) lui confèrera de meilleures réactivités pouzzolaniques car sa vitrification sera meilleure. Une étude en ce sens est déjà envisagée au sein de la faculté de génie civil sous la direction de notre promoteur.

## BIBLIOGRAPHIE

- 1- M.VENUAT « La pratique des ciments et du béton » ; Editions du Moniteur des Travaux Publics et du Bâtiment.
- 2- J. ALEXENDER ; J.L. SEBILEAU « Le Laitier de Haut Fourneau » Elaboration Traitement. Propriétés. Emplois. Edition Centre Technique et de promotion des laitier, Paris 1988. 340p.
- 3- L.PLISKIN « La Fabrication du Ciment » Les ciments français ; Edition Eyrolles/1993.
- 4- M.LANEZ « Contribution à l'étude de béton de poudre réactives » ; thèse Magister USTHB 2005.
- 5- M .AMAR « Les Agents de Mouture » ; Journées Scientifiques et Techniques Interprofessionnels 2001.
- 6- K.ARROUDJ « Influence des Ajouts sur la Prise et le Durcissement des Bétons » Magister USTHB, Nov. 2001.
- 7- LES CIMENTS Bulletin de liaison des laboratoires routier SPECIALO (Ministère de L'équipement et du Logement LCPC-Juin 1970
- 8- A.BRESSON « Influence de la minéralogie sur le comportement des mortier et du ciment au jeune âge » ; thèse, Université de Laval Canada 2006.
- 9- M.BAALBAKI « Influence des interactions du couple ciment / adjuvant dispersant sur les Propriétés des Bétons- Importance du mode d'introduction des Adjuvants » thèse de doctorat ès sciences appliquées ; Université de Sherbrooke. Mars 1998
- 10- V.BAROGHEL-BOUNTY « Caractérisation des pâtes de ciment et des bétons » LCPC/1994.
- 11- G.VAN ROMPAEY « Etude de la réactivité des ciments riches en laitier à basse température et à temps court sans ajouts chloruré » thèse de doctorat ; université libre de Bruxelles 2006.
- 12- A.TAGNIT HAMOU - « Les sulfates de calcium » notes de cours, microstructure et physico-chimie des ciments et des bétons ; Département de Génie Civil, Sherbrooke, Canada, chapitre 5. p 89.
- 13- Locher, FW; Richartz W, Sprung. "Studies on the Behaviour of C<sub>3</sub>A in the early stages of cement hydration" Seminar on the Reaction of Aluminates During the Setting of cement, Eindhoven, Netherlands, April 13-14 Ed. Cembureau.
- 14- M. REGOURD « Microstructre et propriétés des ciments, mortiers et bétons » Béton Plâtre Chaux, 1982 n° 1 /82-734, p41-49
- 15- C. DEFOSSE « Chimie du Ciment Valorisation des déchets en cimenterie », Faculté des Sciences Appliquées Bruxelles 02/2004.
- 16- G.DREUX et J.FESTA « Nouveau Guide du béton ». Edition Eyrolle. Paris.1995.
- 17- C.LADANG « Technologie du béton », Groupement Belge du Béton Edition 2006 ; p119-144.
- 18- L.BOUBEKER, « Elaboration et étude d'un béton à hautes performances » thèse de magistère ENP 1999.
- 19- M.NOUDJIT « Réactivité des Fumées de silice condensée en présence de chaux ou de ciment portland » thèse de doctorat .INSA.Toulouse.1986
- 20- F. De LARRARD « Particules ultrafines pour l'élaboration des bétons à très hautes performances » page 65-77 Les bétons haute performance, ENPC.
- 21- Y.BENNA « Additions partiellement substituables au ciment » Journées Scientifiques et Techniques Interprofessionnels, Sep 2001 p 48-51.

- 22- N. Bouzoubaâ et Simon Foo « Utilisation de cendres volantes et de laitier dans le béton : guide des règles de l'art » ; Laboratoire de la Technologie des Matériaux Canada ; janvier 2005.
- 23- G.De Schutter UGent ; J Apers « Le Béton à Hautes performances » Edition FEBELCEM-Fédération de l'industrie cimentière Belge ; 2007.
- 24- P. C.AÏTCIN et al : « L'interaction ciment/superplastifiant cas des polysulfonates » Bulletin des LCPC 233 JUIL-AOÛT 2001 pp 87-98.
- 25- P. C.AÏTCIN « Compatibilité /ciment superplastifiant » ; A.T.I.L.H., paris 8 Mars 1996.
- 26- P. C.AÏTCIN « Bétons Hautes Performances » Edition Eyrolles, 2001.
- 27- S. Chandra, J. Björnström “Influence of cement and superplasticizers type and dosage on the fluidity of cement mortars—Part I” Cement and Concrete Research 32 (2002) 1605-1611
- 28- Kazuhiro Yoshiokaa, Ei-ichi Tazawab, Kenji Kawaib, Tomoyuki Enohatac “Adsorption characteristics of superplasticizers on cement component minerals” Cement and Concrete Research 32 (2002) 1507–1513
- 29- Y.F.HOUST and al “Design and function of novel superplasticizers for more durable high performance concrete (superplast project)” Cement and Concrete Research 38 (2008) 1197–1209
- 30- J. RONCERO, S. VALLS, “Study of the influence of superplasticizers on the hydration of cement paste using nuclear magnetic resonance and X-ray diffraction techniques” Cement and Concrete Research 32 (2002) 103-108.
- 31- W.PRINCEA, M.ESPAGNEA, P.C. AÏTCIN “Ettringite formation: A crucial step in cement superplasticizer compatibility” Cement and Concrete Research 33 (2003) 635–641.
- 32- V. MORINA, and al “Superplasticizer effects on setting and structuration mechanisms of ultrahigh-performance concrete” Cement and Concrete Research 31 (2001) 63-71
- 33- L. AGULL, B. TORALLES6CARBONARI, R. GETTU and A. AGUADO “Fluidity of cement pastes with mineral admixtures and superplasticizer- A study based on the Marsh cone test” Materials and Structures Vol. 32, August-September 1999, pp 479-485.
- 34- Pathologie l'eau et le béton, laboratoire de la Matière, bulletin n° 4 mai/juin 2006.
- 35- M.MORANVILLE-REGOURD « Microstructure des bétons à haute performance » ; béton haute performance ; ENPC 1992 p25-43.
- 36- K.SARDI « Contrôle des ciments et des bétons des ouvrage de construction » Journées Scientifiques et Techniques Interprofessionnels, Alger, Sep 2001 p 37-47.
- 37- M BEHIM et S. HACHAICHIP « Substitution du sable roulé par les déchets de carrière ou de haut fourneau dans le béton, influence sur la résistance mécanique et sur l'ouvrabilité du béton », 3<sup>ème</sup> Séminaire sur les technologies du béton, Alger, Sept 2006 p57-64.
- 38- Y.BENA « Qualité des constituants du béton » 4<sup>ème</sup> séminaire sur les technologies du béton Oct. 07 Alger, p 69-76
- 39- F.DE LARRARD, « Structures granulaires et formulation des bétons » LCPC Avril 2000 p 411.
- 40- H. AYADI « Altération des bétons » Journées Scientifiques et Techniques Interprofessionnels, Sep 2001.Alger, p60-67.
- 41- A.CRIAUD et CADORET « L'alcali réaction et le double rôle des ajouts pouzzolaniques » béton haute performance ENPC 1992 ; p 347-355

- 42- F.DE LARRARD « Durabilité des bétons à haute performance : réaction alcalis granulats et carbonatation » enpc 1992 p255-269.
- 43- Chiara F. FERRARISA, “The influence of mineral admixtures on the rheology of cement paste and concrete” Cement and Concrete Research 31 (2001) 245-255.
- 44- I. AIDA, et al “Effect of delaying addition of some concrete admixtures on the rheological properties of cement pastes” Cement and Concrete Research 32 (2002) 1839-1843.
- 45- Pierre LAPLANTE « Propriétés mécaniques des bétons durcissants : analyse comparée des bétons classiques et à très hautes performances » Déc. 1983 LCPC.
- 46- Paul ACKER, J- M TORRENTI, F-J Uim « Comportement du béton au jeune âge » Hermes-Science ,2004.
- 47- Z.SABRI « Ciment chaleur d’hydratation et béton de masse » 3<sup>ème</sup> séminaire sur les technologies du béton 2006 p155-158.
- 48- VERNET, G.CADORET « Suivi en continu de l’évolution chimique et mécanique des BHP pendant les premiers jours », BHP enpc 1992, p115-128.
- 49- L.BLACKA, CCR and al “Characterisation of crystalline C-S-H phases by X-ray photoelectron spectroscopy” Cement and Concrete Research 33 (2003) 899- 911.
- 50- Xiaolin CHEN « Influence des ions Aluminates sur la composition, la structure et les propriétés cohésives des hydrosilicates de calcium constituant principaux de la pâte de ciment hydratée » thèse de doctorat Bourgogne Déc. 2007.
- 51- H.MITANI « Variations volumiques des matrices cimentaires aux très jeunes âges : approche expérimentale des aspects physiques et microstructuraux » thèse de doctorat, enpc, fév 2004.
- 52- A.HAOUAS « Comportement au jeune âge des matériaux cimentaires Caractérisation et modélisation Chimio- Hydro-Mécanique du retrait » thèse de doctorat, Ecole Normale Supérieure de CACHAN, Jan 2007.
- 53- F.DE LARRARD, P.ACKER « déformation libre des bétons à haute performances », enpc1992 p157-163
- 54- M.N OUDJIT cours matériaux de construction, cours destinés aux ingénieurs en génie Civil/USTHB.
- 55- P.ACKER, « Retraits et fissuration du béton ». Association française pour la construction, pp10-40.1992
- 56- R.DUPAIN, R LANCHON, J.C.SAINT- ARROMAN : « granulats, sols, ciment et bétons » Editions CASTEILLA/ 2004
- 57- Riçal Khelifa, Nabil Rahim, Muzahim Al-Mukhtar « Influence des ciments à base d’ajouts minéraux locaux sur les propriétés mécaniques des mortiers et bétons » XXII<sup>èmes</sup> Rencontres AUGC – VILLE & GENIE CIVIL.
- 58 – P.FONOLLOSA, « Propriétés mécaniques et microstructurales de nouvelles matrices à Ultra Haute Performance (M.U.H.P.), thèse de doctorat ès sciences appliquées Spécialité : génie civil Sherbrooke (Québec), Juil 2002.
- 59- S. BOUSLAMA ; A. JELIDI « Elaboration de bétons hydrauliques à base de laitiers de Haut fourneau tunisien »; Materials and Structures, Vol. 36, Jan-Fev 2003, pp 59-67.

- 60- Séminaire sur la valorisation des laitiers et des coproduits sidérurgiques- Annaba 29 et 30 novembre 1998.
- 61- A. NACERI et I. MESSAOUDENE « Effet de l'activation mécanique du laitier de Haut Fourneau sur le comportement mécanique du mortier » *Lebanese Science Journal*, Vol. 7, No. 2, 2006.
- 62- MN. GUETTACHE « Contribution a la valorisation des laitier de haut- fourneau d'El Hadjar dans le domaine de la construction -caractérisation des matériaux élaborés- » thèse de doctorat ; 2002 Université Mentouri ; Constantine.
- 63- S.C. PALA, A. MUKHERJEEB, S.R. PATHAKC “Investigation of hydraulic activity of ground granulated blast furnace slag in concrete”, *Cement and Concrete Research* 33 (2003) 1481–1486.
- 64 - A.R. BROUGH, A. ATKINSON; “ Sodium silicate-based, alkali-activated slag mortars Part I. Strength, hydration and microstructure”, *Cement and Concrete Research* 32 (2002) 865–879.
- 65- J.I. ESCALANTE, “Reactivity of blast-furnace slag in Portland cement blends hydrated under different conditions”, *Cement and Concrete Research* 31 (2001) 1403–1409.
- 66- ZEGHICHI, B. MEZGHICHE1, A. MERZOUGUI, « L'influence de l'activation du laitier sur le comportement mécanique des bétons ». *Lebanese Science Journal*, Vol. 8, No. 2, 2007.
- 67- S SONG, H.M. JENNINGS, “Pore solution chemistry of alkali-activated ground granulated blast-furnace slag”, *Cement and Concrete Research* 29 (1999) 159–170.
- 68- M, REGOURD, « Structure et Comportement des Hydrates des Ciments au Laitier » 7<sup>ème</sup> congrès international, Vol I. Paris France.1980.
- 69- Z.BENGHAZI1, L.ZEGUICHI2, A. HAMDANE “Study of alkali-activated pozzolana/slag cement, based on local materials witch has a higher (Ca/Si) ratio”, 1<sup>st</sup> International Conference on Sustainable Built Environment Infrastructures in Developing Countries ENSET Oran (Algeria) - October 12-14, 2009.
- 70- Wang Ling, Tian Pei, and Yao Yan “Application of ground granulated blast furnace slag in high-performance concrete in China”, *International Workshop on Sustainable Development and Concrete Technology*.
- 71- M. HEIKALA, I. AIADB, I.M. HELMYC, “ Portland cement clinker, granulated slag and by-pass cement dust composites” *Cement and Concrete Research* 32 (2002) 1805–1812.
- 72- M.N.OUDJIT, « Influence des ajouts naturels et artificiels sur la prise et le durcissement des béton et mortier » Thèse DEA, INSA Toulouse 1981.
- 73- N.ROBEYST et une humidité relative à 50%±5%, E.GRUYAERT, C.U. GROSSE, N. De BELIE, “Monitoring the setting of concrete containing blast-furnace slag by measuring the ultrasonic p-wave velocity”, *CCR* 38 (2008) 1169–1176.
- 74- T. MIURA, I. IWAKI “Strength development of concrete incorporating high levels of ground granulated blast-furnace slag at low temperatures” *ACI Mater. J.* 97 (1) (2000) 66–70.
- 75- D.DEMAILLY « Les enjeux du développement durable au sein de l'industrie du Ciment : réduction des émissions de CO<sub>2</sub> » Atelier changement climatique, Rapport Final, Octobre 2005 - Février 2006.
- 76- H.YAZICI et al, “Mechanical properties of reactive powder concrete containing mineral admixtures under different curing regimes” *Construction and Building Materials* 23 (2009) 1223–1231.

- 77- S.C. PALA, A. MUKHERJEEB, S.R. PATHAKC, “Investigation of hydraulic activity of ground granulated blast furnace slag in concrete”, *Cement and Concrete Research* 33 (2003) 1481–1486.
- 78- A. BESSAET al, « Evaluation de la contribution liante des additions minérales à la porosité, à la résistance en compression et à la durabilité des mortiers », XXII<sup>ème</sup> Rencontres Universitaires de Génie Civil 2004 - VILLE & GENIE CIVIL.
- 79- S.P. PANDEY, R.L. SHARMA « L’influence des additifs minéraux sur la force et la porosité du mortier d’OPC » *Cement and Concrete Research* 30 (2000) 19–23.
- 80- A.DENOYELLE, J.VECOVEN, R.NIVESSE, « Durabilité hivernale de bétons de ciments aux laitiers », XXII<sup>ème</sup> Rencontres Universitaires de Génie Civil 2004 - VILLE & GENIE CIVIL.
- 81- Y.HOUST « Deux cas d’attaques de bétons par les sulfates » *Chronique du LMP N°2/1979* Laboratoire des matériaux pierreux de l’EPF Lausanne.
- 82- Faguang Leng, Naiqian Feng, Xinying Lu “An experimental study on the properties of resistance to diffusion of chloride ions of fly ash and blast furnace slag concrete” *Cement and Concrete Research* 30 (2000) 989-992.
- 83- P. LURAA, Klaas VAN BREUGELA, Ippei MARUYAMAB, “ Effect of curing temperature and type of cement on early-age shrinkage of high-performance concrete”, *Cement and Concrete Research* 31 (2001) 1867–1872.
- 84- T. RAMLOCHANA, P. ZACARIASB, M.D.A. THOMASC, R.D. HOOTONA “The effect of pozzolans and slag on the expansion of mortars cured at elevated temperature Part I: Expansive behaviour” *CCR* 33 (2003) 807–814.
- 85- K.SALHI 2, B, MEZGHICHE « Etude de durabilité de mortier et béton contenant de ciment avec ajout de laitier et sable de Dune » 1SBEIDCO – 1st International Conference on Sustainable Built Environment Infrastructures in Developing Countries ENSET Oran (Algeria) - October 12-14, 2009.
- 86- M.MICHEL « Accélération du ciment au laitier par du ciment sulfoalumineux » thèse doctorat, Institut national des sciences appliquées de Lyon, 28 Janv. 2009.

## Annexe 1

Tableau (1) : Types de ciment courant

Principaux types	Notation des 27 produits (types de ciment courant)		Composition (Pourcentage en masse) <sup>a)</sup>										Constituants secondaires	
			Constituants principaux											
			Clinker K	Laitier de haut fourneau S	Fumée de silice D <sup>b)</sup>	Pouzzolanes		Cendres volantes		Schiste calciné T	Calcaire			
Naturelle P	Naturelle calcinée Q	Siliceuse V				Calciqne W	L	LL						
CEM I	Ciment Portland	CEM I	95-100	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0-5
CEM II	Ciment Portland au laitier	CEM II/A-S	80-94	6-20	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0-5
		CEM II/B-S	65-79	21-35	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0-5
	Ciment Portland à la fumée de silice	CEM II/A-D	90-94	-	6-10	-	-	-	-	-	-	-	-	0-5
	Ciment Portland à la pouzzolane	CEM II/A-P	80-94	-	-	6-20	-	-	-	-	-	-	-	0-5
		CEM II/B-P	65-79	-	-	21-35	-	-	-	-	-	-	-	0-5
		CEM II/A-Q	80-94	-	-	-	6-20	-	-	-	-	-	-	0-5
		CEM II/B-Q	65-79	-	-	-	21-35	-	-	-	-	-	-	0-5
	Ciment portland aux cendres volantes	CEM II/A-V	80-94	-	-	-	-	6-20	-	-	-	-	-	0-5
		CEM II/B-V	65-79	-	-	-	-	21-35	-	-	-	-	-	0-5
		CEM II/A-W	80-94	-	-	-	-	-	6-20	-	-	-	-	0-5
		CEM II/B-W	65-79	-	-	-	-	-	21-35	-	-	-	-	0-5
	Ciment Portland au schiste calciné	CEM II/A-T	80-94	-	-	-	-	-	-	6-20	-	-	-	0-5
		CEM II/B-T	65-79	-	-	-	-	-	-	21-35	-	-	-	0-5
	Ciment Portland au calcaire	CEM II/A-L	80-94	-	-	-	-	-	-	-	6-20	-	-	0-5
		CEM II/B-L	65-97	-	-	-	-	-	-	-	21-35	-	-	0-5
		CEM II/A-LL	80-94	-	-	-	-	-	-	-	-	6-20	-	0-5
CEM II/B-LL		65-79	-	-	-	-	-	-	-	-	-	21-35	0-5	
Ciment Portland composé <sup>c)</sup>	CEM II/A-M	80-94	← 6-20 →									0-5		
	CEM II/B-M	65-79	← 21-35 →									0-5		
CEM III	Ciment de haut fourneau	CEM III/A	35-64	39-65	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0-5
		CEM III/B	20-34	66-80	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0-5
		CEM III/C	5-19	81-95	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0-5
CEM IV	Ciment pouzzolanique <sup>c)</sup>	CEM IV/A	65-89	-	← 11-35 →				-	-	-	-	0-5	
		CEM IV/B	45-64	-	← 36-55 →				-	-	-	-	0-5	
CEM V	Ciment composé <sup>c)</sup>	CEM V/A	40-64	18-30	-	18-30			-	-	-	-	0-5	
		CEM V/B	20-38	31-50	-	31-50			-	-	-	-	0-5	

a) Les valeurs indiquées se réfèrent à la somme des constituants principaux et secondaires.

b) La proportion de fumées de silice est limitée à 10%.

c) Dans le cas des ciments Portland composés CEM II/A-M et CEM II/B-M, des ciments pouzzolaniques CEM IV/A et CEM IV/B et des ciments composés CEM V/A et CEM V/B, les constituants principaux, autres que le clinker, doivent être déclarés dans la désignation du ciment.

## Annexe 2

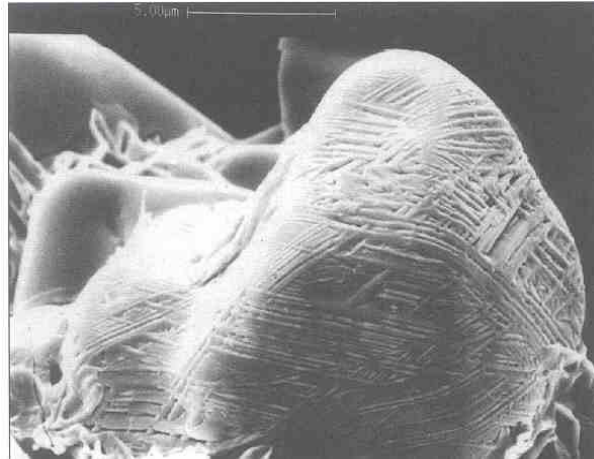


Figure (1): Image de clinker en microscopie électronique à balayage: Cristal de Béélite

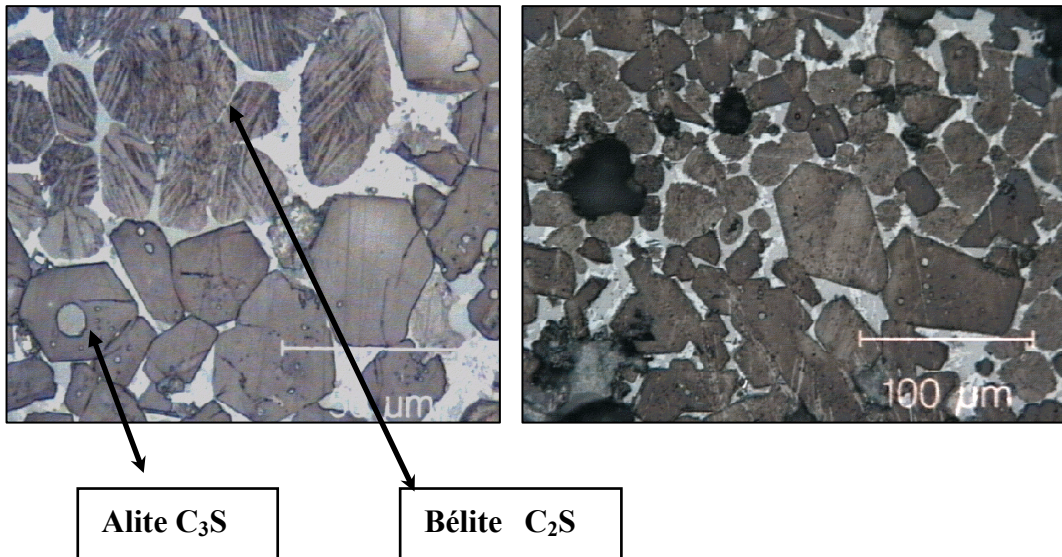


Figure (2): Image de clinker en microscopie optique (section polie)

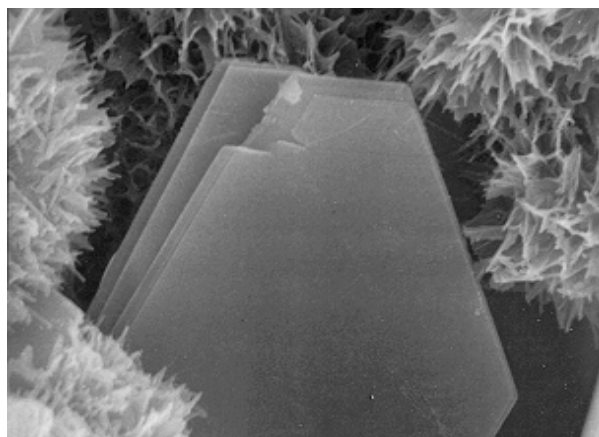
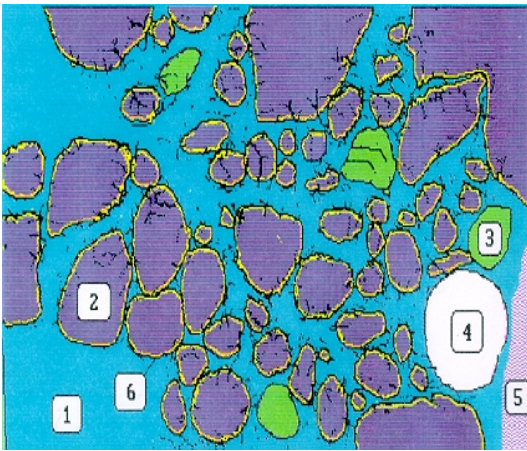


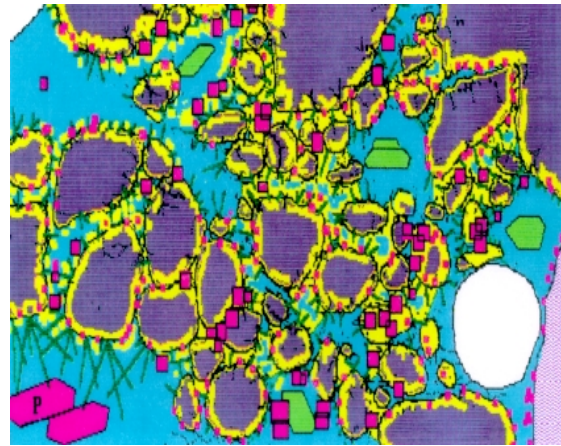
Figure (3): Pâte de ciment hydratée 7 jours:  $Ca(OH)_2$  et C-S-H (MEB 7000 X)

### Annexe 3

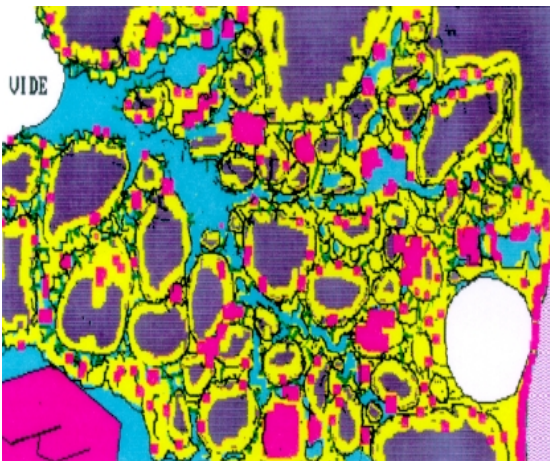
Processus d'hydratation d'une pâte de ciment.



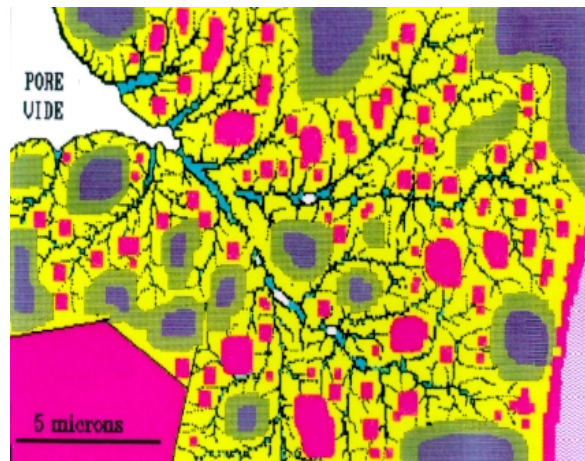
a) Pâte de ciment 1 h.  
1:eau ; 2:clinker ; 3:gypse ; 4:bulle d'air ;  
5:grain de sable ; 6:hydrates C-S-H



b) Pâte de ciment 2 h.  
De l'Ettringite s'est formée à la périphérie des  
grains de clinker



c) Pâte de ciment 1 jour  
Après épuisement du gypse,  
dissolution de l'Ettringite.



d) Pâte de ciment 1 mois.  
L'hydratation aboutit à l'autodessiccation.  
Les pores capillaires se vident peu à peu.