



# Mémoire de fin d'études

Présenté en vue de l'obtention du diplôme de : (MASTER)

**Filière : Génie civil**

**Option : Matériaux de construction**

**Préparé par**

BENGRINE Zakaria

NEFNAF Assam

## ETUDE DE LA REPONSE MECANIQUE ET LA DURABILITE D'UN MORTIER A BASE D'UN CIMENT QUATERNAIRE PAR LA METHODE DES PLANS D'EXPERIENCES

Soutenu le : 24 juin 2013

Devant le jury :

**Président : TABET S**

**Encadreur : BOUGLADA M.S**

**Co-Encadreur : NOUI A**

**Examineur: BELAGRAA L**

**Examineur : LOGZIT N**

**Examineur : GUELMINE A**

**Année Universitaire 2012-2013**

# REMERCIEMENTS

*Nous tenons à remercier nos encadreurs  
:Mr.Bouglada Mouhamed et Noui Amar  
qui ont bien voulu nous prodiguer leurs soutien  
et leurs conseils, leur disponibilité et une  
patience exemplaire.*

*Nous remercions aussi tous le personnel du  
Département de génie civil du  
Bourdj Bou Arreridj,  
En fin, nous adressons nos vifs  
remerciements à Tous les enseignants  
qui ont participés le long de ces années à  
notre formation , ainsi qu'à notre promotion et  
à tous ceux qui ont participés de prêt ou de loin  
à l'élaboration de ce travail.*

# Dédicaces

*Je dédie ce modeste travail :*

*A mon cher regretté père qui nous a quitté il ya une année*

*A ma chère mère.*

*A mes frères et à ma sœurs.*

*A toute ma famille.*

*A tous les enseignants qui m'ont aidé de proche ou de loin .*

*A mon collègue Nefnaf Assam, qui m'a accompagné pendant le long de cette période pour réaliser ce modeste travail.*

*A tous mes amis*

*Islam, Soufien, Aissa, Taher, nounou, Housseem, jalil.*

*A tous ceux qui m'ont aidé, de près ou de loin, même qu'il soit un mot d'encouragement, un conseil ou un sourire.*

*A tous ceux qui connaissent Bengrine Zakaria.*

*zaki*

# Dédicaces

*Je remercie tout d'abord dieu pour m'avoir la capacité de savoir et de réussir afin de réaliser ce projet.*

*Je dédie ce travail à tous ceux qui me sont chers.*

*A ma très chère mère et à mon cher père qui m'ont soutenue tout au long de mes études, et à qui je dois un grand merci.*

*A mes frères YOUCEF, BASSEM, KHAEIR EDDINE et mes sœurs, et au reste de la famille « NEFNAF ».*

*A mon binôme " ZAKARIA ".*

*A tous mes voisins et mes amis de proche et de loin AISSA, NOURI, MOUNIR, MOUH, FATEH, Soufien, Islem , Nounou, housseem.*

*A toute Personne qui me connaît et m'aime.*

*Nefnaf Assam*

# ETUDE DE LA REPONSE MECANIQUE ET LA DURABILITE D'UN MORTIER A BASE D'UN CIMENT QUATERNAIRE PAR LA METHODE DES PLANS D'EXPERIENCE

## Résumé

Dans ce travail expérimental on a étudié le comportement mécanique ainsi que la durabilité d'un mortier à base d'un ciment quaternaire composé du clinker broyé gypsé et trois ajouts minéraux, la pouzzolane, le calcaire et le laitier, sachant que La résistance mécanique d'un mortier est étroitement liée à sa composition.

Dans le but d'optimiser le nombre d'essais, et par suite le nombre de mélanges préparer, qui répondent correctement à nos attentes, nous avons utilisé une approche statistique pratique et informatisée dite « plans d'expériences ».

Dans le but de montrer et d'analyser l'influence de chaque constituant sur La résistance mécanique et la durabilité d'un mortier, nous avons préparé un ensemble de mélanges (de ciments) sur la base des plans d'expériences en faisant varier le niveau des trois facteurs (Laitier-calcaire-pouzzolane) de 0% à 20% d'une expérience à une autre dans chaque mélange, avec la contrainte de conserver un pourcentage de 20% pour l'ensemble des ajouts (facteurs) dans chaque mélange et ceci pour former des ciments binaire, ternaire et quaternaire. Le Clinker broyé gypsé demeure inchangé avec un pourcentage 80% dans tous les mélanges.

Et en fin on évalue par cette approche statistique informatisée L'influence de chaque ajout ainsi que l'effet d'associer deux ou trois ajouts a la fois et la signification de ces interactions sur le comportement mécanique et la durabilité du mortier testé et d'arriver à une modélisation de cette réponse.

**Mots-clés :** *ciment avec ajouts minéraux, laitier, pouzzolane, calcaire, ciment quaternaire, Durabilité, plan d'expériences, plan de mélange.*

## دراسة الاستجابة الميكانيكية وديمومة الاسمنت الرباعي باستعمال طريقة تصميم التجارب

### ملخص

في هذا العمل التجريبي قمنا بدراسة الاستجابة الميكانيكية وديمومة المونة على أساس الاسمنت الرباعي المكون من الكلنكر و ثلاثة من الإضافات المعدنية، البوزولان، الخبث و الحجر الجيري مع العلم أن مقاومة المونة تتعلق بمكوناتها.

من أجل تقليص عدد التجارب، وبالتالي عدد الخلائط المحضرة لتلبية توقعاتنا بشكل صحيح، استخدمنا منهج إحصائي عملي يسمى "تصميم التجارب".

و لظهار و تحليل تأثير كل مكون على القوة الميكانيكية و ديمومة المونة ، قمنا باعداد مجموعة من مخاليط الاسمنت حسب طريقة "تصميم التجارب " مع تغيير في نسب المكونات الثلاثة ( الخبث، الحجر الجيري، البوزولان) من 0% إلى 20% في جميع خلائط الاسمنت الثنائي، الثلاثي و الرباعي و الحفاظ على نسبة الكلنكر بـ 80%.

وفي النهاية قمنا بواسطة "طريقة تصميم التجارب" بتقييم تأثير كل الإضافات و تأثير الجمع بين اثنين أو ثلاثة، وأهمية هذه التفاعلات على الاستجابة الميكانيكية و ديمومة المونة في حمض الكبريت، وفي الأخير الخروج بعدة "نماذج حسابية" تلخص هذه التأثيرات .

### المفاتيح:

الإسمنت الرباعي، تصميم التجارب ، الديمومة ، المونة ،الإضافات المعدنية ، الاستجابة الميكانيكية

# Le Sommaire

	Page
Introduction générale.....	01
Contexte.....	01
Objectifs.....	02
Méthodologie du travail.....	02

## Première partie

### Synthèse bibliographique

#### Chapitre I : Définition et fabrication du ciment

I.1. Historique.....	04
I.2. Définition du ciment.....	04
I.3. Etapes de fabrication du ciment.....	04
I.3.1. L'extraction et la préparation des matières premières.....	04
I.3.2. Le séchage et le broyage.....	05
I.3.3. La cuisson.....	05
I.3.4. Le broyage du clinker.....	05
I.3.5. Les expéditions.....	05
I.4. Les Constituants du ciment.....	06
I.4.1. Le Clinker.....	06
I.4.2. Le gypse (CaSO <sub>4</sub> ) .....	07
I.4.3. Les ajouts minéraux.....	07
I.5. Classification des ciments.....	08

#### Chapitre II : Hydratation du ciment

II.1. Introduction .....	09
II.2. Hydratation des composants du ciment Portland.....	09
II.2.1. Hydratation du silicate tricalcique C <sub>3</sub> S .....	09
II.2.2. Hydratation du silicate bicalcique C <sub>2</sub> S.....	10
II.2.3. Hydratation de l'aluminate tricalcique C <sub>3</sub> A.....	10
II.2.4. Hydratation de l'aluminoferrite tétracalcique C <sub>4</sub> AF.....	11
II.3. Hydratation et réaction pouzzolanique.....	11
II.4. Hydratation du laitier .....	12
II.5. Conclusion .....	12

## Chapitre III : les ajouts minéraux

<b>III.1.</b> Généralités.....	13
<b>III.2.</b> Classification des ajouts minéraux.....	13
<b>III.2.1.</b> Principaux ajouts minéraux inertes.....	13
<b>III.2.1.1.</b> Fillers calcaires.....	14
<b>III.2.2.</b> Les ajouts minéraux actifs .....	14
<b>III.2.2.1.</b> La pouzzolane.....	14
<b>III.2.2.2.</b> Le laitier de haut fourneau.....	15
<b>III.3.</b> L'intérêt de l'utilisation des ajouts minéraux dans le génie civil.....	16
<b>III.3.1.</b> Intérêt du point de vue économique.....	16
<b>III.3.2.</b> Intérêt du point de vue technique.....	17
<b>III.4.</b> L'utilisation des ajouts en Algérie.....	17
<b>III.5.</b> Conclusion :.....	18

## Chapitre IV : Effets des ajouts minéraux sur les performances mécaniques et la durabilité des matériaux

<b>IV.1.</b> Introduction.....	19
<b>IV.2.</b> La perméabilité.....	20
<b>IV.3.</b> L'alcali réaction.....	21
<b>IV.4.</b> La carbonatation :.....	21
<b>IV.5.</b> La corrosion des armatures .....	22
<b>IV.6.</b> La lixiviation en eau douce .....	23
<b>IV.7.</b> Action des sels.....	23
<b>IV.8.</b> Action des bases.....	24
<b>IV.9.</b> Action des sulfates.....	24
<b>IV.9.1.</b> Mécanismes d'attaques.....	24
<b>IV.10.</b> Action des acides.....	26
<b>IV.10.1.</b> Introduction.....	26
<b>IV.10.2.</b> Sources des acides.....	26
<b>IV.10.3.</b> Mécanisme d'attaque .....	27
<b>IV.11.</b> Influence des ajouts sur les performances mécaniques.....	29
<b>IV.12.</b> Influence des ajouts sur l'absorption (sorptivité).....	30
<b>IV.13.</b> Influence des ajouts vis-à-vis des attaques sulfates .....	30
<b>IV.14.</b> Influences des ajouts vis-à-vis des attaques acides .....	31
<b>IV.15</b> Conclusion .....	33



## Chapitre VI : Plans d'expériences

<b>VI.1.</b> Introduction .....	34
<b>VI.2.</b> Définition .....	34
<b>VI.3.</b> Intérêts des plans d'expériences.....	34
<b>VI.4.</b> Terminologie .....	35
<b>VI.5.</b> Méthodologie des plans d'expériences.....	36
<b>VI.5.1.</b> La recherche des facteurs influents.....	36
<b>VI.5.2.</b> La modélisation.....	36
<b>VI.5.3.</b> L'optimisation .....	36
<b>VI.6.</b> Différents types de plans d'expériences .....	36
<b>VI.6.1.</b> Plans factoriels complets à deux niveaux .....	36
<b>VI.6.2.</b> Plans fractionnaires à deux niveaux .....	37
<b>VI.6.3.</b> Plans de mélange .....	37
<b>VI.6.3.1.</b> Modèles représentatifs d'un mélange .....	37
<b>VI.6.3.2.</b> Différents types de mélanges.....	38
<b>VI.7.</b> Outils de calcul .....	39
<b>VI.8.</b> Présentation de logiciel « Design-Expert ».....	39
<b>VI.9.</b> Conclusion .....	39

## Deuxième partie

### Etude expérimentale

#### Chapitre I : Préparation des matériaux utilisés

<b>I.1.</b> La préparation du ciment.....	44
<b>I.1.1.</b> L'extraction des matières premières.....	41
<b>I.1.2.</b> Le séchage et le broyage.....	41
<b>I.1.3.</b> Le clinker.....	42
<b>I.1.4.</b> Le gypse.....	42
<b>I.1.5.</b> Les ajouts.....	42
<b>I.1.6.</b> Plan d'expérience - Préparation des mélanges.....	43
<b>I.1.6.1.</b> Introduction .....	43
<b>I.1.6.2.</b> Facteurs.....	43

<b>1.1.6.3.</b> Niveau des facteurs.....	43
<b>1.1.6.4.</b> Réponses .....	44
<b>1.1.6.5.</b> Matrice des expériences.....	44
<b>1.1.7.</b> Pesage et étiquetage .....	45
<b>1.1.8.</b> Agitation.....	45
<b>1.2.</b> Préparation de sable normalisé .....	46
<b>1.3.</b> Préparation de milieu agressif .....	47
<b>1.4.</b> Eaux utilisé .....	48

## Chapitre II : Méthode d'essais

<b>II.1.</b> Introduction .....	49
<b>II.2.</b> Les essais de caractérisation.....	50
<b>II.2.1.</b> Le sable .....	50
<b>II.2.2.</b> Le Ciment .....	51
<b>II.3.</b> Formulation des mortiers.....	55
<b>II.3. 1.</b> Confection des éprouvettes .....	55
<b>II.4.</b> Les Essais mécaniques.....	56
<b>II.4.1.</b> Résistance à la flexion.....	56
<b>II.4.2.</b> Résistance à la compression .....	57
<b>II.5.</b> Essai de durabilité - Attaque des mortiers par l'acide sulfurique.....	57
<b>II.6.</b> Conclusion .....	58

## Chapitre III : Caractérisation des matériaux utilisés

<b>III.1.</b> Caractérisation du sable .....	59
<b>III.1.1.</b> Equivalant de sable avant la normalisation .....	59
<b>III.1.2.</b> Analyse granulométrique du sable normalisé.....	59
<b>III.1.3.</b> Etude comparative entre le sable normalisé de laboratoire et notre sable préparé....	60
<b>III.2.</b> Caractérisation des ciments fabriqués et leurs composants .....	61
<b>III.2.1.</b> Caractérisation des composants cimentaires.....	61
<b>III.2.2.</b> Caractérisation des mélanges du ciment .....	62
<b>III.3.</b> L'eau de gâchage.....	65
<b>III.4.</b> Conclusion.....	65

## Troisième partie

### Résultats et interprétations

#### Chapitre I : Les résultats obtenus

<b>I.1.</b> Introduction.....	67
<b>I.2.</b> Les résultats mécaniques.....	67
<b>I.2.1.</b> Flexion.....	67
<b>I.2.2.</b> Compression.....	68
<b>I.3.</b> Durabilité.....	69
<b>I.3.1.</b> Perte de masse.....	69
<b>I.3.2.</b> La chute de résistance.....	70

#### Chapitre II : Modélisation et interprétation des résultats

<b>II.1.</b> Analyse et commentaire des résultats à la compression.....	71
<b>II.1.1.</b> La résistance à la compression à 2jour.....	71
<b>II.1.2.</b> La résistance à la compression à 7j.....	76
<b>II.1.3.</b> La résistance à la compression à 28j.....	80
<b>II.2.</b> Analyse et commentaire des résultats à la flexion.....	85
<b>II.2.1.</b> La résistance à la flexion à 2jour.....	85
<b>II.2.2.</b> La résistance à la flexion à 7j.....	86
<b>II.2.3.</b> La résistance à la flexion à 28j.....	87
<b>II.3.</b> Analyse et commentaire des résultats de la durabilité.....	88
<b>II.3.1.</b> La perte de masse.....	88
<b>II.3.2.</b> La chute de la résistance.....	89
Conclusion générale.....	90
Les Références.....	91
Les indexe	
<b>I.</b> Index des figures.....	95
<b>II.</b> Index des tableaux.....	96
<b>III.</b> Index des photos.....	97

## Introduction générale

### 1. Contexte :

L'industrie de fabrication des liants hydrauliques (ciments) a été transformée par l'utilisation de déchets minéraux comme ajouts cimentaire tels que, les fumées de silice, les cendres volantes et les laitiers de haut fourneau, grâce à un avantage tridimensionnel économique, environnemental et fonctionnel dont le but de valoriser ces déchets sachant bien que ces ajouts minéraux ont des propriétés hydrauliques et pouzzolaniques intéressantes.

Les propriétés d'un ciment sont étroitement liées à sa composition, par conséquent les propriétés d'un mortier au ciment avec ajouts minéraux sont influencées par la nature des ajouts utilisés, d'où la diversité des ajouts dans leur composition chimique, minéralogique ainsi leur réactivité, qui diffère d'un ajout à un autre à savoir actif ou non.

L'influence des ajouts sur les propriétés du mortier diffère selon l'importance de l'effet de chaque ajout, et la signification des interactions entre ajouts selon le type du ciment (binaire, ternaire, quaternaire).

La majorité des études allant dans ce sens relèvent une tendance vers l'utilisation des ajouts minéraux, c'est dans cette tendance qu'on a étudié un ciment quaternaire, en associant au clinker trois ajouts le laitier, le calcaire et la pouzzolane afin d'estimer l'influence des ajouts utilisés, soit séparés ou regroupés sur la réponse mécanique et la durabilité du mortier testé.

La concrétisation de ce travail par les méthodes classiques pour déterminer les facteurs clés et les meilleurs mélanges qui influencent les propriétés mécaniques d'un ciment quaternaire demande un nombre d'essais très important, et l'analyse des résultats demeure très complexe et nécessite des moyens d'expérimentation en matériels et matériaux assez coûteux.

En revanche une approche statistique pratique et informatisée dite « plans d'expériences » qui minimise le nombre d'essais, optimise les mélanges et permet une modélisation de la réponse étudiée, c'est une méthode expérimentale dont l'utilisation est très avancée dans de nombreux domaines comme: les industries chimiques, pétrochimiques et pharmaceutiques, mécaniques et métallurgiques.

En outre cette approche a fait preuve d'une efficacité satisfaisante dans plusieurs travaux dans le domaine des matériaux.

Etant ceci ; nous avons adopté la méthode des plans d'expérience pour l'étude de la réponse mécanique et la durabilité d'un mortier à base d'un ciment quaternaire, en exploitant des logiciels pour la réalisation de ce travail.

## 2. Objectifs :

Le principal objectif est l'étude la réponse mécanique d'un mortier au ciment quaternaire à base de trois ajouts minéraux calcaire, pouzzolane et laitier associés au clinker, et d'évaluer par une approche statistique pratique et informatisée dite « plans d'expériences » l'influence de chaque ajout et la signification de l'interaction double ou triple des ajouts sur les propriétés mécaniques et la durabilité du mortier testé.

L'intérêt de cette étude consiste à :

- ✓ Déterminer les facteurs clés dans la composition d'un ciment quaternaire.
- ✓ Optimisation de mélanges d'un ciment quaternaire.
- ✓ Prédiction par modélisation du comportement mécanique d'un mélange.

Ce travail présente une analyse à l'amélioration de la réponse mécanique ainsi que pour améliorer la durabilité du mortier au ciment quaternaire, par modélisation et optimisation des mélanges en utilisant la méthode des plans d'expérience.

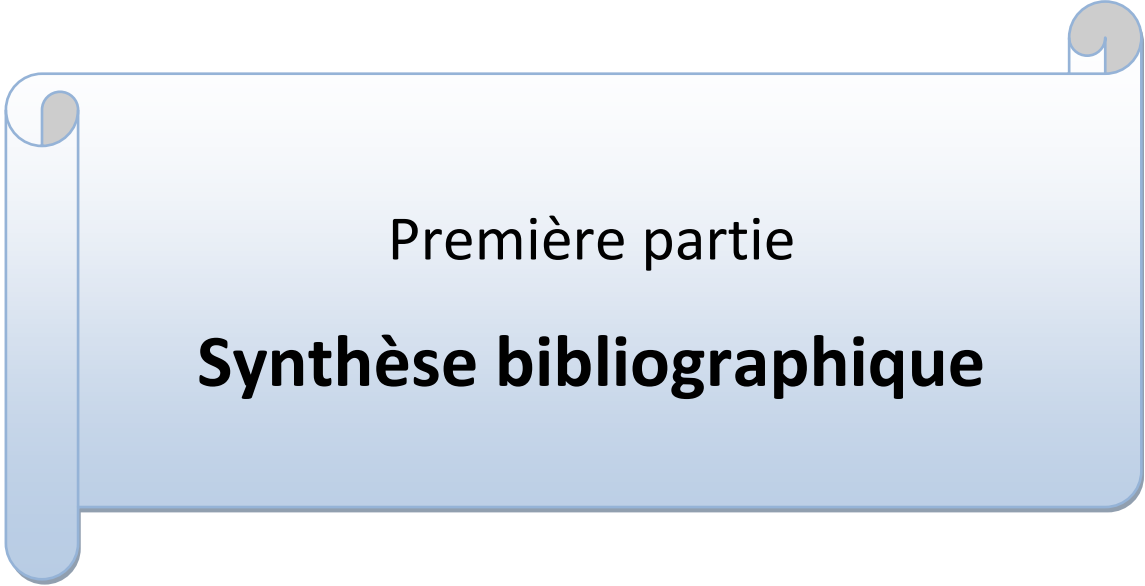
## 3. Méthodologie du travail

Le contenu du mémoire se repartit en 03 grandes parties :

**La première partie :** est destinée à l'étude bibliographique où nous avons donné un aperçu sur les travaux réalisés concernant le ciment, les ajouts minéraux avec leurs classifications et caractéristiques ; ainsi que quelques aspects affectant la durabilité des matériaux, on a abordé aussi les plans d'expériences et leurs processus.

**La deuxième partie :** Est consacré à l'expérimentation, nous présentons la méthodologie de préparation des ciments et du sable normalisé, l'établissement des plans d'expérience, les méthodes d'essais réalisés et la caractérisation des matériaux utilisés.

**Troisième partie :** donne les résultats expérimentaux obtenus et leur interprétation. La dernière partie de la mémoire donne une conclusion générale qui met l'accent sur les principaux résultats et les perspectives en termes d'expérimentation pour meilleure compréhension aux ajouts minéraux.



Première partie

**Synthèse bibliographique**

## Définition et fabrication du ciment

### I.1. Historique

En leur temps, les romains furent les premiers à fabriquer un liant hydraulique capable de faire prise sous l'eau en mélangeant de la chaux à des cendres volcaniques. Bien que connues depuis l'antiquité, les propriétés d'hydraulicité de ce mélange sont restées inexplicées pendant des siècles.

Ce n'est qu'en 1817 que Louis Vicat en établit la théorie et révéla les principes de fabrication du ciment artificiel que nous utilisons encore aujourd'hui. En 1824, l'écossais Aspdin augmente la température de cuisson du ciment jusqu'en début de fusion des matériaux de base et donne au ciment le nom de Portland en référence à la pierre de cette région dont les propriétés étaient comparables [1].

### I.2. Définition du ciment

Le ciment est un liant hydraulique qui durcit tant à l'air que sous l'eau. Il est obtenu par broyage fin du clinker avec une quantité nécessaire de gypse et un / ou des ajout(s) minéraux actifs (ciment composé), faite simultanément ou par malaxage minutieux des mêmes matériaux broyés séparément [1].

### I.3. Etapes de fabrication du ciment

La fabrication du ciment est un procédé complexe qui exige un savoir-faire, une maîtrise des outils et des techniques de production, des contrôles rigoureux et continus de la qualité. Ce procédé comporte les étapes de fabrication suivantes :

#### I.3.1. L'extraction et la préparation des matières premières

Les matières premières sont extraites des parois rocheuses d'une carrière à ciel ouvert par abattage à l'explosif ou à la pelle mécanique ou encore par ripage au bulldozer. La roche est reprise par des dumpers vers un atelier de concassage. Pour produire des ciments de qualités constantes, les matières premières doivent être très soigneusement échantillonnées, dosées et mélangées de façon à obtenir une composition parfaitement régulière dans le temps.

Mais si elle peut varier d'une cimenterie à l'autre en fonction de la qualité du gisement exploité, la composition du cru reste dans des proportions bien définies [1]:

- Carbonate de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ) de 77 à 83 %
- Silice ( $\text{SiO}_2$ ): de 13 à 14%
- Alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ): de 2 à 4%
- Oxyde ferrique( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) de 1,5 à 3 %

La roche est échantillonnée en continu pour déterminer la quantité des différents ajouts nécessaires (oxyde de fer, alumine et silice). Le mélange est ensuite réalisé dans un hall de préhomogénéisation où la matière est disposée en couches horizontales superposées puis reprise verticalement.

### **1.3.2. Le séchage et le broyage**

Pour favoriser les réactions chimiques qui suivent, les matières premières doivent être séchées et broyées très finement (quelques microns) dans des broyeurs à boulets ou dans des broyeurs à meules verticaux. Ces derniers, plus récents, sont plus économiques en énergie et permettent un séchage plus efficace. Ensuite 3 voies sont possibles : la voie humide, la voie sèche et semi-sèche. La première est plus ancienne et implique une grande consommation d'énergie pour évaporer l'eau excédentaire. Dans ces procédés, les matières premières sont parfaitement homogénéisées et séchées lors de l'opération de broyage afin d'obtenir la farine. Celle-ci peut être introduite directement dans le four sous forme pulvérulente (voie sèche), ou préalablement transformée en "granules" par humidification (voie semi sèche).

### **1.3.3. La cuisson**

La cuisson se fait à une température voisine de 1450°C dans un four rotatif, long cylindre tournant de 1,5 à 3 tour/minute et légèrement incliné. La matière chemine lentement et se préchauffe le cru à environ 800°C. A la sortie du four, un refroidisseur à grille permet d'assurer la trempe des nodules incandescents et de les ramener à une température d'environ 100°C. Tout au long de la cuisson, un ensemble de réactions physico-chimiques conduit à l'obtention du clinker

- la décarbonatation du carbonate de calcium (calcaire) donne de la chaux vive.
- l'argile se scinde en ses constituantes silices et alumine qui se combinent à la chaux pour former des silicates et aluminates de chaux. Ce phénomène progressif constitue la clinkérisation.

### **1.3.4. Le broyage du clinker**

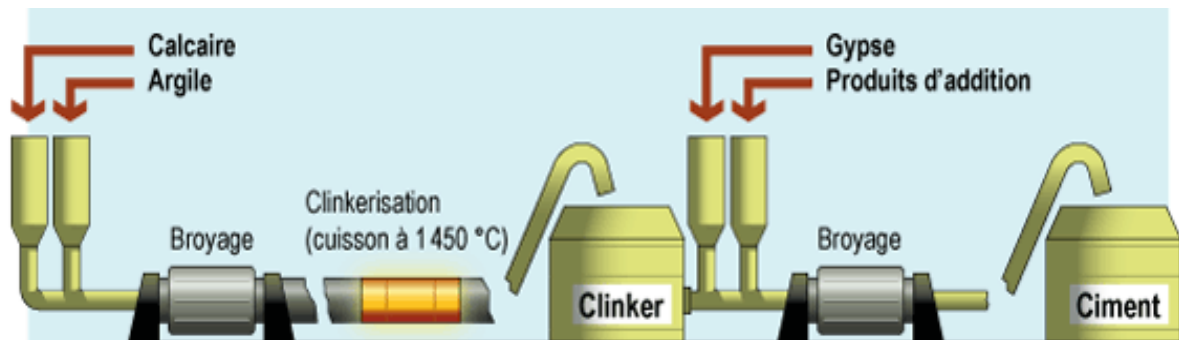
Pour obtenir un ciment aux propriétés hydrauliques actives, le clinker doit être à son tour broyé très finement. Ce broyage s'effectue dans des broyeurs à boulets. Les corps broyant sont constitués de boulets d'acier qui, par choc, font éclater les grains de clinker et amènent progressivement le ciment à l'état de fine farine, ne comportant que très peu de grains supérieurs à 80 microns. A la sortie du broyeur, un cyclone sépare les éléments suffisamment fins des autres qui sont renvoyés à l'entrée du broyeur. C'est également lors du broyage que l'on ajoute au clinker le gypse (3 à 5%) indispensable à la régulation de prise du ciment. On obtient alors le ciment "Portland". Les ciments avec "ajouts" sont obtenus par l'addition au clinker, lors de son broyage, d'éléments minéraux supplémentaires contenus par exemple dans les laitiers de hauts fourneaux, les cendres de centrales thermiques, les fillers calcaires, les pouzzolanes naturelles. Ainsi sont obtenues les différentes catégories de ciments qui permettront la réalisation d'ouvrage allant du plus courant au plus exigeant.

### **1.3.5. Les expéditions**

Après le broyage, le ciment est sous sa forme définitive, tel que nous le connaissons sur les chantiers. Il est alors stocké dans des silos verticaux qu'il faut entretenir régulièrement. En effet au bout d'un certain temps, le ciment sèche dans les silos et s'entasse. Il faut donc qu'il se renouvelle régulièrement dans les silos afin qu'il n'y stagne pas. Pour se faire, on installe, des injections d'air dont la pression est plus forte vers l'extérieur et moins forte vers le centre du silo. En tête du silo un aspirateur d'air est également mis en place pour dégonfler le silo. Par ce procédé, le ciment acquiert les propriétés d'un fluide et ne se bloque plus, économisant



des pertes qui peuvent être conséquentes. Le ciment est ensuite extrait de ces silos par un bec verseur. Ensuite, les ciments quittent l'usine en sacs ou en vrac.



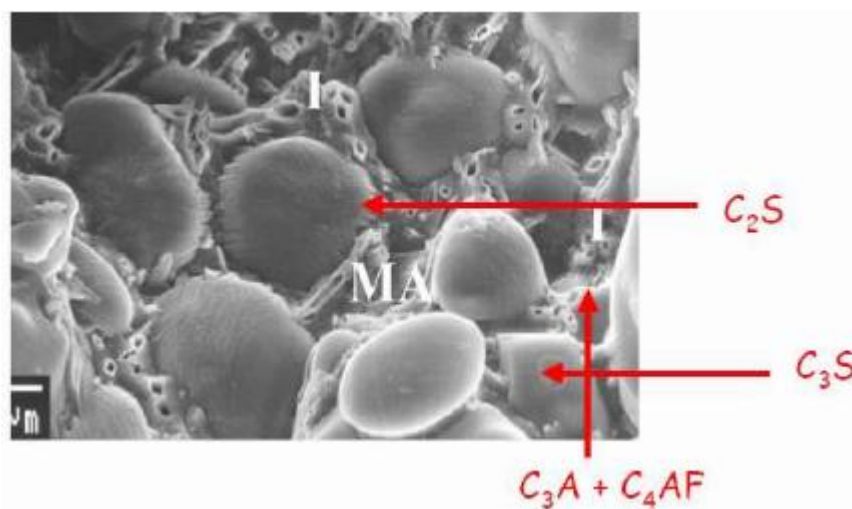
(Figure I.1) : Schéma de la fabrication du ciment [1].

## I.4. Les Constituants du ciment

### I.4.1. Le Clinker

Le ciment résulte du broyage d'un certain nombre de constituants. Le plus important étant le clinker formé de silicates et d'aluminates de chaux [1]. Dans la zone de clinkérisation du four, les éléments simples ( $\text{CaO}$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  et  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) se combinent pour donner les constituants minéraux suivants ( figure I.2)

- silicate tricalcique ( $\text{C}_3\text{S}$ ) :  $3\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$  (Alite)
- silicate dicalcique ( $\text{C}_2\text{S}$ ) :  $2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$  (Belite)
- aluminat tricalcique ( $\text{C}_3\text{A}$ ) :  $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$
- ferroaluminat calcique ( $\text{C}_4\text{AF}$ ) :  $4\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$  (Célite)



(Figure I.2) : Image par le MEB d'un clinker [2].

Les compositions chimiques et minéralogiques du clinker sont comprises dans les limites données par le tableau (I.1)

**Tableau (I.1):** Composition chimique et minéralogique du clinker [3].

<b>Composants Minéralogiques</b>	<b>Teneurs limites (%)</b>	<b>Teneur moyenne (%)</b>
C <sub>3</sub> S	40-70	60
C <sub>2</sub> S	00-30	15
C <sub>3</sub> A	02-15	08
C <sub>4</sub> AF	00-15	08
<b>Oxydes</b>		
CaO	60-69	65
SiO <sub>2</sub>	18-24	21
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	04-08	06
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	01-08	03
MgO	<05	02
K <sub>2</sub> O, Na <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	<02	01
SO <sub>3</sub>	<03	01

On constate que les quatre oxydes CaO, SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> interviennent pour plus de 95% de la composition chimique du clinker. On les appelle les oxydes majeurs. Ainsi les oxydes mineurs les plus importants dans le ciment sont:

- la magnésie (MgO) provient de la dolomite qui est souvent présente avec le calcaire.
- les oxydes alcalins K<sub>2</sub>O et le Na<sub>2</sub>O proviennent en général, de l'argile et des feldspaths.
- l'anhydride sulfurique (SO<sub>3</sub>) dans le clinker provient des matières, telles que la pyrite (FeS<sub>2</sub>) mais aussi du calcaire ou de l'argile et surtout des combustibles utilisés tels que le charbon, le fuel ou le gaz naturel [3].

#### **I.4.2. Le gypse(CaSO4)**

Le clinker « pur » très fin est caractérisé par de courts délais de prise (3 à 5 min), ce qui le rend pratiquement inutilisable. Ce fait est surtout dû à la célite (C<sub>3</sub>A) qui s'hydrate rapidement tandis que ses hydrates deviennent rapidement compacts et se cristallisent. Il s'ensuit que pour ralentir la prise du ciment, il faut lier les hydroaluminates de calcium en d'autres composés. Ce rôle peut bien être joué par le gypse qui réagit énergiquement avec l'hydroaluminate tricalcique et produit un sel insoluble l'hydrosulfoaluminate de calcium (3CaO.Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.3CaSO<sub>4</sub>.31H<sub>2</sub>O).

La quantité à introduire doit correspondre à la teneur en C<sub>3</sub>A dans le liant et lorsque cette teneur en gypse est respectée, l'action des hydroaluminates de calcium se trouve paralysée au moment initial [3].

#### **I.4.3. Les ajouts minéraux**

Les ajouts minéraux sont des éléments parfois important dans l'amélioration des caractéristiques mécanique, physique du ciment, et permettent de remplacer de 20 à 35% de la quantité du clinker [3].

### I.5. Classification des ciments

- **D'après leur composition**

Les ciments constitués de clinker et des constituants secondaires sont classés en fonction de leur composition, en cinq types principaux par les normes NF P15-301 et ENV 197-1.

- CEM I. Ciment portland (CPA - dans la notation française),
- CEM II. Ciment portland composé ( CPJ),
- CEM III. Ciment de haut fourneau (CHF),
- CEM IV. Ciment pouzzolanique (CPZ),
- CEM V. Ciment au laitier et aux cendres (CLC).

**Tableau (I.2):** Les 5 types de ciments courants et leur composition [4].

	Notation	Clinker	Autres constituants	Constituants secondaires
Ciment Portland	CEM I	95 - 100	--	0 - 5
Ciment Portland composé	CEM II A	80 - 94	6 - 20	--
	CEM II B	65 - 79	21 - 35	--
Ciment de haut fourneau	CEM III A	35 - 64	36 - 65	0 - 5
	CEM III B	20 - 34	66 - 80	0 - 5
	CEM III C	5 - 19	81 - 95	0 - 5
Ciment pouzzolanique	CEM IV A	65 - 90	10 - 35	0 - 5
	CEM IV B	45 - 64	36 - 55	0 - 5
Ciment composé	CEM V A	40 - 64	18 - 30	0 - 5
	CEM V B	20 - 39	31 - 50	0 - 5

## Hydratation du ciment

### II.1. Introduction

Le ciment est un liant hydraulique: il se combine à l'eau en donnant des hydrates stables qui lui confèrent une résistance mécanique. La réaction chimique d'hydratation du ciment conduit donc à la formation d'une pâte qui, après prise, durcit progressivement à l'air ou dans l'eau. Les mécanismes fondamentaux de l'hydratation du ciment ont été mis en lumière, dès la fin du siècle dernier, par Henri Le Chatelier. Il a notamment décrit les trois phénomènes concomitants qui concourent au phénomène de prise [4]:

- la dissolution des constituants du ciment dans l'eau.
- la formation de solutions sursaturées par rapport aux différents hydrates.
- la précipitation et la cristallisation de ces hydrates dans les vides intergranulaires.

### II.2. Hydratation des composants du ciment Portland

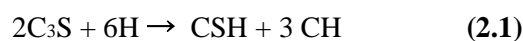
Lorsque le ciment entre en contact avec l'eau, une réaction exothermique instantanée se produit avec une forte libération de chaleur, cette période dite de pré-induction est de courte durée (10 – 20 minutes). Elle est suivie d'une période relativement inactivée appelée période d'induction ou période dormante au cours de laquelle le dégagement de chaleur est faible, mais jamais nul. La durée de cette période peut varier entre 2 et 8 heures.

La période d'induction est très importante quant à l'ouvrabilité des bétons et mortiers, car à sa fin s'amorce la prise du ciment avec un fort dégagement de chaleur qui correspond à la période d'accélération associée au début de prise et de durcissement du ciment.

Pour comprendre les changements chimiques et physiques qui se produisent au cours de l'hydratation du ciment portland, il est essentiel d'étudier séparément les réactions des silicates et des aluminates [5].

#### II.2.1. Hydratation du silicate tricalcique C3S

L'hydratation des silicates produit des gels de silicate de calcium hydraté et l'hydroxyde de calcium. La réaction du C<sub>3</sub>S avec de l'eau est la suivante:



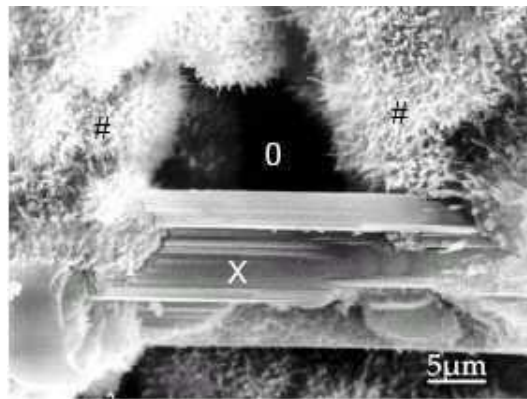
Où CSH représente le 3CaO.2SiO<sub>2</sub>. 3H<sub>2</sub>O (Silicate de calcium hydraté) et CH représente le Ca(OH)<sub>2</sub> (Portlandite).

Les hydrates ainsi obtenus au cours de l'hydratation du C<sub>3</sub>S (Figure I.3) sont:

- les silicates de calcium hydratés (CSH) qui occupent entre 60 et 70% du volume de solide d'une pâte de ciment complètement hydratée. Ils ont une structure en feuillets formées de cristaux très petits et mal cristallisés. La surface spécifique est très élevée (100 - 700 m<sup>2</sup>/g). La cohésion des feuillets de CSH est due aux forces de Van Der Waals entre leurs parties colloïdales.

- l'autre composant principal dans l'hydratation des silicates tricalciques est l'hydroxyde de calcium CH (ou Portlandite) qui occupe entre 20 à 25% du volume des solides de la pâte de ciment complètement hydratée. La portlandite a une morphologie hexagonale prismatique. Elle participe peu au développement de la résistance. En fait, la présence de la portlandite

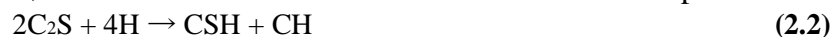
peut être un risque, parce qu'elle est fortement soluble et susceptible à l'attaque d'acide et de sulfate [5].



**(Figure I.3) :** CSH fibreuse avec Cristal de Portlandite (X) entre des CSH (#), La porosité est repérée par (O) [6].

### II.2.2. Hydratation du silicate bi calcique C<sub>2</sub>S

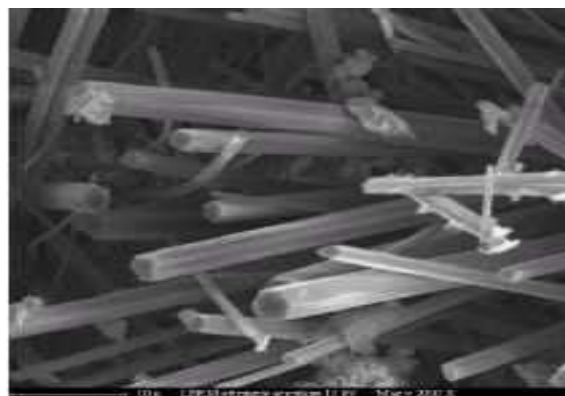
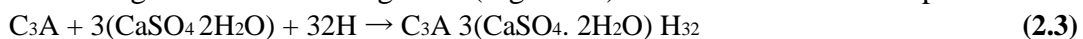
Une fois hydraté, C<sub>2</sub>S donne aussi des CSH. La réaction est donnée par:



Les études calorimétriques ont montré des résultats semblables à ceux de l'hydratation de C<sub>3</sub>S mais avec moins d'évolution de la chaleur. Selon des calculs de stoechiométrie., l'hydratation de C<sub>3</sub>S produirait 61% de gel de CSH et 39% de CH alors que l'hydratation de C<sub>2</sub>S produirait 82% de gel de CSH et seulement 18% de CH, donc une quantité plus élevée de C<sub>2</sub>S dans le ciment aurait comme conséquence plus de résistance. Pour la résistance au jeune âge, cependant, plus de C<sub>3</sub>S est nécessaire, parce que sa vitesse de réaction est plus élevée [6].

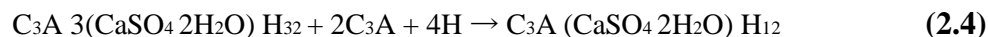
### II.2.3. Hydratation de l'aluminate tricalcique C<sub>3</sub>A

L'hydratation des aluminates est considérablement influencée par la présence du gypse (CaSO<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O). En l'absence du gypse, la réaction de C<sub>3</sub>A avec de l'eau est très violente et mène au raidissement immédiat de la pâte, connu sous le nom de prise rapide. En présence du gypse, les C<sub>3</sub>A réagissent d'abord pour former le trisulfoaluminate hydraté (Ettringite) qui se cristallise en aiguilles à base Hexagonale (Figure I.4) La réaction est donnée par:



**(Figure I.4) :** Microscopie Electronique à Balayage, ettringite aciculaire (aiguille) dans un béton [2].

Le gypse ajouté au clinker (3 à 5% en poids) n'est pas en teneur suffisante pour transformer tous les aluminates en étringite. Il apparaît donc secondairement un monosulfoaluminate qui se cristallise en plaquettes hexagonales [7]. La réaction est donnée par:



Les aluminates hydratés ainsi obtenus occupent 15 à 20% du volume de la pâte de ciment complètement hydratée [8].

#### II.2.4. Hydratation de l'aluminoferrite tétracalcique C<sub>4</sub>AF

Le C<sub>4</sub>AF réagit avec le gypse avec un mode semblable que celui de C<sub>3</sub>A, mais dans ce cas, la réaction est beaucoup plus lente. Dans la première étape de la réaction, le C<sub>4</sub>AF produit une forme élevée de sulfoaluminate de calcium qui réagit avec l'excès de C<sub>4</sub>AF pour donner une basse forme de sulfoaluminate. Ces sulfoaluminates occupent environ 15-20% du volume de solides dans la pâte. La réaction du C<sub>4</sub>AF dégage peu de chaleur et participe peu au développement de la résistance [5].

L'hydratation des aluminates est de grande importance pratique parce qu'ils affectent les propriétés de prise du ciment.

#### II.3. Hydratation et réaction pouzzolanique

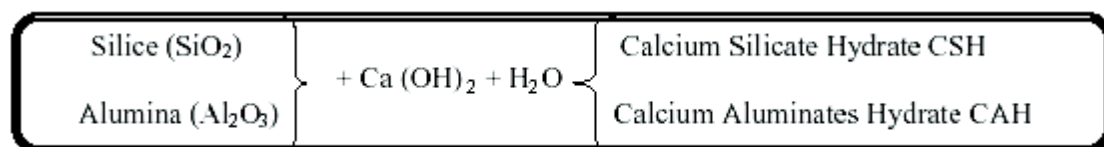
Les pouzzolanes sont composées de mêmes principaux oxydes que le ciment portland, mais de proportions et composition minéralogique différentes. Ils ont une teneur élevée en dioxyde de silicium, ou oxyde d'aluminium combinés et ils sont pauvres en CaO, ce qui le contraire pour le ciment portland. Par conséquent, l'hydroxyde de calcium est produit de CaO en excès durant l'hydratation du CPA et sert comme la principale source d'alcalinité pour l'activité pouzzolanique, pour la conversion de SiO<sub>2</sub> de la pouzzolane en C-S-H. L'alcalinité du béton est due à Ca(OH)<sub>2</sub> créé par l'hydratation du ciment portland [9].

Les pouzzolanes ont une réaction pouzzolanique. Cela signifie qu'en présence d'eau et d'hydroxyde de calcium, elles se transforment en silicate de calcium et aluminate de calcium hydraté développant des résistances. La composition et la structure de ces composés sont pareilles à celles des produits d'hydratation du clinker portland (CSH, C<sub>4</sub>AH<sub>13</sub>, C<sub>8</sub>AFH<sub>26</sub>, C<sub>6</sub>AS<sub>3</sub>H<sub>32</sub>).

Les mécanismes de cette formation sont toutefois très divers. Ils sont représentés d'une manière très simplifiée.

Au cours de l'hydratation du ciment portland il se forme sur chacun des grains une couche de produits d'hydratation qui devient de plus en plus épaisse (d'abord principalement du CSH), alors que l'hydroxyde de calcium également formé se sépare partiellement de la solution interstitielle, sous forme de cristaux hexagonaux en paillettes. La situation est différente en présence de pouzzolanes. Le point de départ des réactions est aussi l'hydratation du clinker de ciment portland, avec la formation de silicate de calcium hydraté (CSH) et d'aluminate de calcium hydraté (CAH).

Les constituants peuvent se combiner avec la chaux en présence de l'eau pour donner des produits insolubles possédant des propriétés liantes [10].



#### II.4. Hydratation du laitier

Les laitiers du haut fourneau sont des matériaux hydrauliques les plus utilisés car leur production est très importante et leurs propriétés sont stables, comparées à celles des autres sous produits industriels. Plus de cent ans d'expérience sur les ciments aux laitiers du haut fourneau ont montré clairement leur efficacité dans la confection des structures en béton, et en particulier les structures maritimes [11].

Seul le laitier granulé est utilisé en cimenterie. Il est ajouté au moment du broyage aux autres constituants (clinker, gypse). Les laitiers sont des silico-aluminates de calcium et de magnésium, ils sont constitués essentiellement (90 % et plus) de quatre oxydes ( $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$ ) et contenant en quantité insignifiante des oxydes  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{MnO}$ ,  $\text{FeO}$  et les sulfures  $\text{CaS}$ ,  $\text{MnS}$ ,  $\text{FeS}$  [12].

Les oxydes ( $\text{Al}_2\text{O}_3$  et  $\text{CaO}$ ) augmentent l'activité hydraulique des laitiers tandis que l'oxyde ( $\text{SiO}_2$ ) la fait diminuer, l'augmentation de  $\text{MgO}$  jusqu'à 8 % est favorable, car il n'y a pas le risque de gonflement de  $\text{MgO}$  libre pendant l'hydratation, contrairement au ciment portland. La teneur élevée des ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) donne un développement de la résistance, celle des oxydes de titane et de protoxyde de manganèse est limitée et la teneur en ( $\text{FeO}$ ) est assez petite, n'ayant pas d'effet considérable sur la qualité du laitier, Une faible quantité des sulfures de calcium jusqu'à 7 % accroît peu l'activité du laitier.

La composition chimique du laitier est schématisée par la formule  $\text{C}_5\text{S}_3\text{A}$  reflétant la répartition courante des 3 oxydes. [13].

L'hydratation du ciment au laitier est étudiée suivant les cas. Absence de gypse, par activation sulfatique et par activation alcaline. Les différents types d'activation conduisent à des produits d'hydratation stables.

Le contenu du ciment au laitier en CSH est considérablement supérieur par rapport au ciment portland, à cause de la production inférieure de la chaux, cette dernière présente dans le ciment au laitier durci seulement en quelques points, tandis qu'elle représente 25% dans le ciment portland. se sont des gels denses. Constitue une matière de remplissage, où il y a une augmentation de la compacité. La présence élevée de ces gels dans ce ciment conduit à une différence de taille des pores, engendre une diminution relative de la porosité capillaire qui est due de la précipitation des CSH. L'aluminate tétracalcique apparaît dans les milieux riches en chaux et exempts de sulfate, il se forme également à partir de l'activation sodique grâce à la chaux libérée par le laitier [14].

#### II.5. Conclusion

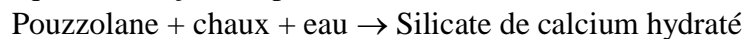
La réaction d'hydratation du ciment combine les réactions d'hydratation des principaux composants du clinker et, éventuellement, celles de ses composants secondaires. Cependant, les réactions sont plus complexes du fait des interactions chimiques et thermiques qui se produisent au cours du processus d'hydratation et du fait des impuretés présentes dans la solution solide qui influencent beaucoup l'hydratation de chaque phase.

## Les ajouts minéraux

### III.1. Généralités

On peut fabriquer des bétons en utilisant seulement du ciment Portland. Cependant la substitution partielle d'une certaine quantité de ciment par un ou plusieurs ajouts minéraux lorsqu'ils sont disponibles à des prix compétitifs peut être avantageuse, non seulement du point de vue économique, mais aussi du point de vue rhéologique et parfois du point de vue résistance et durabilité.

La plupart des ajouts minéraux ont en commun de une forme de silice vitreuse réactive qui, en présence d'eau, peut se combiner à la température libérée par l'hydratation du C<sub>2</sub>S et du C<sub>3</sub>S avec la chaux pour former un silicate de calcium hydraté du même type que celui qui est formé durant l'hydratation du ciment Portland (N F P 18-508). On peut écrire donc une réaction pouzzolanique de la façon simple suivante :



Il faut noter qu'à la température de la pièce, cette réaction est généralement lente et peut se développer sur plusieurs semaines. Cependant plus la pouzzolane est fine et vitreuse, plus sa réaction avec la chaux est rapide.

L'hydratation du ciment Portland libère une grande quantité de chaux par suite de la réaction d'hydratation du C<sub>2</sub>S et du C<sub>3</sub>S (30 % de la masse anhydre du ciment). Cette chaux contribue à la chute de résistance de la pâte de ciment hydratée. Elle peut même être responsable des problèmes de durabilité puisqu'elle peut être assez facilement lessivée par l'eau, ce lessivage augmente alors la porosité de la pâte de ciment. Le seul aspect positif de la présence de chaux dans un béton est qu'elle maintient un pH élevé qui favorise la stabilité de la couche de l'oxyde de fer que l'on retrouve sur les armatures d'acier.

Quand on fabrique des bétons, si on utilise 20 à 30% de pouzzolane, théoriquement, on pourrait faire réagir toute la chaux produite par l'hydratation du ciment portland pour la transformer en C-S-H. Cependant, les conditions dans lesquelles on utilise le béton sont très différentes de cette situation idéale et la réaction pouzzolanique n'est jamais complète.

Ces matériaux étant des sous produits industriels, leurs compositions chimiques sont en général moins bien définies que celle du ciment Portland [1].

### III.2. Classification des ajouts minéraux

Selon la norme [ENV 2006] paragraphe 3.1.5, les ajouts minéraux dans le ciment sont classés en actifs et inertes. On distingue quatre classes d'ajouts minéraux :

#### III.2.1. Principaux ajouts minéraux inertes

Selon certains chercheurs, les particules de clinker de dimension supérieure à 60 µm ne subissent pas une hydratation complète même au cours du durcissement à long terme, pour cette même raison les particules de clinker de telle dimension pourraient être remplacées par celles de matériaux inertes (N F P 18- 305)

En outre, les particules les plus fines d'un ajout inerte servent à remplir les pores de la pâte de ciment, ils jouent le rôle de micro agrégats.

Ce sont des matériaux quasiment inertes, organiques naturels ou synthétiques spécialement sélectionnés qui, par leur composition granulométrique améliorent les propriétés physiques du ciment Portland (ouvrabilité, pouvoir de rétention d'eau, ...). Parmi ces additifs on distingue les fillers calcaires [1].



### III.2.1.1. Fillers calcaires

Les produits désignés dans le commerce comme fillers sont des poudres fines à granulométrie contrôlée, dont les plus gros grains ne dépassent pas 80 microns obtenus par broyage ou par pulvérisation de certaines roches (calcaires, basalte, bentonite, cendres volantes .....). Les fillers se différencient les uns des autres par:

- leur origine, leurs compositions chimiques et minéralogiques, leurs défauts de structure, les impuretés qu'ils contiennent.
- leur finesse, la forme des grains, leur état de surface.
- leur dureté, leur porosité.

Un filler est dit calcaire s'il contient au moins 90% de carbonate de calcium. Dans les autres cas, le filler est désigné par le nom de sa roche d'origine.

Les différents résultats montrent que les fillers calcaires ajoutés à un CPA peuvent jouer plusieurs rôles [1]:

- Un rôle de remplissage en substitution du ciment dans les éléments fins de la courbe granulométrique (bétons ouvrables retenant mieux l'eau).
- Un rôle rhéologique par leur pouvoir fluidifiant sur la pâte interstitielle.
- Un rôle chimique et physique conduisant à l'accélération de l'hydratation du C<sub>3</sub>S et du C<sub>3</sub>A et à la formation de carboaluminates : germes de cristallisation et points d'ancrage des hydrates.
- Un rôle physique en permettant un arrangement initial différent ce qui réduit l'épaisseur entre la pâte et le granulat.

### III.2.2. Les ajouts minéraux actifs

#### III.2.2.1. La pouzzolane

Les pouzzolanes sont des matériaux, naturels ou artificiels, capables de réagir en présence d'eau avec l'hydroxyde de chaux pour donner naissance à des composés nouveaux, stables, peu solubles dans l'eau et possédant des propriétés liantes [1].

Les normes françaises donnent les définitions suivantes des pouzzolanes entrant dans la fabrication des ciments :

- **A) pouzzolane naturelle**

Est un produit d'origine volcanique essentiellement composé de silice, d'alumine et d'oxyde de fer ayant naturellement des propriétés pouzzolaniques. Elle peut être d'origine volcanique: verre volcanique, ponce, rhyolite, tufs, zéolite ou d'origine sédimentaire: terre à diatomées, diatomites.

- **B) Pouzzolane artificielle**

C'est une matière essentiellement composée de silice, d'alumine et d'oxyde de fer ayant subi un traitement thermique pour lui assurer des propriétés pouzzolaniques. Les roches traitées thermiquement sont les argiles, schistes, latérite, bauxite et moler.

Le professeur Massaza classe les pouzzolanes en trois catégories [1]:

- Les constituants actifs: phase vitreuse plus au moins altérée, opale, terre de diatomées, zéolites cristallisées.
- Les constituants inertes: phase cristallisée autre que les zéolites.
- Les constituants nocifs: substances organiques et argiles gonflantes.

### • Propriétés et caractéristiques des pouzzolanes

Les pouzzolanes sont des roches " acides " ayant des teneurs élevées en silice et en alumine (entre 70 et 80% pour les deux composants ensemble), puis en fer, en alcalins, en magnésie et en chaux.

Les pouzzolanes naturelles d'origine sédimentaire ont des teneurs en silice encore plus élevées (cas des squelettes siliceux de micro-organismes).

Les quantités de chaux sont limitées, ce qui explique par ailleurs, la capacité des pouzzolanes à fixer la chaux [15-16].

Les pouzzolanes sont formées surtout d'éléments vitreux. Elles sont plus au moins réactives. La réactivité est l'aspect chimique de fixation de la chaux.

L'activité pouzzolanique s'explique par une attaque lente de la silice et de l'alumine des pouzzolanes par l'hydroxyde de chaux (portlandite).

Des tests chimiques basés sur la quantité de chaux absorbée ou sur la vitesse de fixation ne suffisent pas pour déterminer la réactivité pouzzolanique.

D'autre part, la connaissance séparée des propriétés de chacun des constituants ne permet pas de prévoir le comportement des mélanges. Seuls les résultats des essais de l'évolution des résistances mécaniques dans le temps permettent de conclure [1].

Tous les matériaux appelés « pouzzolanes » ne possèdent pas forcément cette propriété. On peut dans certains cas, activer les pouzzolanes par certains procédés :

- ajouts de produits chimiques.
- broyage à une finesse plus élevée.
- traitement thermique.

En plus de ces caractéristiques, on cite les propriétés suivantes :

#### • Propriétés hydrauliques

La pouzzolane réagit avec l'eau, en présence d'une quantité suffisante de chaux, pour former des hydrates stables, peu solubles et résistants à long terme.

#### • Propriétés physiques de remplissage

En plus de leur effet pouzzolanique, elles jouent un rôle de remplissage des pores des produits hydratés et de correcteurs granulaires, ce qui améliore la compacité et diminue la perméabilité [1].

### III.2.2.2. Le laitier de haut fourneau

Le laitier de haut fourneau, ou le laitier broyé comme il voudrait peut-être mieux l'appeler est un sous produit de la fabrication de la fonte brusquement refroidi par aspersion d'eau, c'est un matériau hydraulique lorsqu'il est activé. Il se présente sous forme de nodules dont la composition chimique comporte de l'oxyde de calcium dans des proportions de l'ordre de 40 à 50 %, de la silice entre 25 à 35%, de l'alumine entre 12 à 30% ainsi que la magnésie et d'autres oxydes en très faibles quantités, tous ces éléments étant pratiquement les mêmes que ceux du clinker.

D'un point de vue chimique (Tableau I.3), les laitiers ont une composition relativement constante à laquelle le métallurgiste porte une certaine attention puisque tout écart par rapport à cette composition chimique optimale se traduit par une augmentation des coûts énergétiques assez importants et donc à des coûts de production plus élevés pour la fabrication de la fonte. Le laitier est fondu à une densité beaucoup plus faible (de l'ordre de 2.8) que celle de la fonte (qui est supérieure à 7.0) de telle sorte que le laitier fondu flotte au – dessus de la fonte fondue au bas du haut fourneau si bien que l'on peut soutirer ces deux liquides séparément.

**Tableau (I.3):** Composition chimique type de laitiers de haut fourneau [17].

OXYDES	Laitier français	Laitier nord U S A	Laitier algérien
SiO <sub>2</sub>	29 à 36	33 à 42	38 à 42
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	13 à 19	10 à 16	8 à 12
CaO	40 à 43	36 à 45	48 à 52
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4%	0.3 à 20	2.0
MgO	6%	3 à 12	4.7

Le laitier peut être mélangé avec du ciment après avoir été séparé ou après avoir été cobroyé avec le clinker. Le laitier retient moins bien l'eau de gâchage que le ciment Portland et craint donc d'avantage la dessiccation. Par contre il résiste normalement mieux à l'action destructrice des sulfates, à la dissolution de chaux par les eaux pures ainsi que par celles contenant du gaz carbonique [17].

La réactivité du laitier peut être augmentée de trois façons :

- Broyage poussé.
- Chaleur (étuvage, autoclavage).
- Produits chimiques (la chaux, la soude (Na OH) ou des sels de soude, le sulfate de calcium (gypse)).

à noter qu'outre les ajouts minéraux précédemment énoncés il ya plusieurs autres type d'ajouts que les fumées de silice, les cendres volantes....etc.

### III.3. L'intérêt de l'utilisation des ajouts minéraux dans le génie civil

#### III.3.1. Intérêt du point de vue économique

L'introduction des ajouts dans la confection du ciment présente un facteur bénéfique car la consommation en clinker baisse en fonction des taux d'ajouts. En effet, le clinker étant obtenu par transformation du cru (argile + calcaire) nécessite une dépense d'énergie très importante pouvant être réduite par l'introduction de cet ajout. La réaction pouzzolanique étant à base de produits de faible coût et la durabilité est garantie.

Des sous produits industriels tels que les cendres volantes et fumées de silice condensées sont de plus en plus utilisées dans les pays industrialisés parce qu'ils sont des déchets d'usine. Contrairement aux pouzzolanes naturelles, il n'est pas nécessaire de les pulvériser ou de les soumettre à un traitement thermique avant de s'en servir. Plusieurs pays comme la Chine, la Grèce, l'Italie, l'Inde et le Mexique, utilisent encore des millions de tonnes de pouzzolanes naturelles pour fabriquer des ciments Portland composés. Pour des raisons d'épargne d'énergie, il y a tout lieu de croire que l'utilisation de ces matériaux se poursuivra et se développera de plus en plus [18].

### III.3.2. Intérêt du point de vue technique

L'intérêt technique des ajouts réside en premier lieu dans le fait qu'ils permettent l'obtention d'un ciment dont les performances sont aussi bonnes que celles d'un CPA de même classe de résistance. Parfois la chute de résistance à court terme limite leur utilisation en préfabrication. En second lieu, les ciments composés (CPA + ajouts) présentent souvent l'avantage sur le CPA, d'une meilleure résistance aux agressions chimiques.

Le remplissage des vides est lui-même aussi responsable de la durabilité du mortier ou béton obtenu. En effet, les actions chimiques sont réduites quand la portlandite est moins abondante, soit qu'elle est diluée (ciment au laitier), soit qu'elle est consommée (ciment au cendre ou à la pouzzolane naturelle). La réduction de la teneur en clinker s'accompagne par ailleurs d'une réduction proportionnelle du taux de  $C_3A$  du mélange et par conséquent du risque de dégradation sulfatique.

Les ciments composés seront toujours recommandés chaque fois que les bétons seront exposés aux agents agressifs (ouvrages à la mer ou bien exposés aux produits chimiques).

Certains avantages techniques que présente l'utilisation des pouzzolanes dans le béton ne peuvent pas être atteints lorsqu'un CPA est utilisé seul. Parmi ces avantages, une plus grande ouvrabilité, une maniabilité accrue, une meilleure étanchéité à l'eau (l'ajout rend le béton plus compact), une réduction de la chaleur d'hydratation et des risques de fissuration sous l'effet de l'action thermique et une plus grande durabilité au milieu sulfaté ou acide [19].

### III.4. L'utilisation des ajouts en Algérie

L'industrie cimentaire est d'importance primordiale pour l'Algérie comme tous pays en voie de développement. Cependant, parmi les moyens efficaces qui existent pour augmenter la production du ciment est celui d'utiliser des ajouts qui sont très peu coûteux et disponibles en grandes quantités en Algérie, comme le laitier d'El – Hadjar, le calcaire et la pouzzolane naturelle de Beni-Saf. Le Tableau (I.4) donne une idée sur les ajouts utilisés dans les cimenteries algériennes.

**Tableau (I.4):** Utilisation des ajouts dans les cimenteries algériennes [20].

Entreprise	Cimenterie	Ajouts Utilisés
ERCE	Ain Touta	Pouzzolane
	Ain El Kebira	
	Hamma Bouziane	
	H'djar Essaoud	Laitier
ERCC	Tebessa	Tuf / Calcaire
	Meftah	
	Raïss Hamidou	
ECDE	Sour EL Ghozlane	Poussière
	Chlef	Calcaire/Tuf
ERCO	Beni Saf	Calcaire
	Zahana	
	Saida	
ERCO		Pouzzolane

### **III.5. Conclusion**

Les ajouts minéraux sont largement utilisés dans la production des ciments à travers le monde. Du point de vue économique, ils présentent un facteur très important dans la production du ciment Portland composé (CPJ-CEMII/ A ou B), du moment que la consommation en clinker baisse en fonction du taux d'ajout utilisé. En effet, ils affectent la cinétique de la réaction d'hydratation, améliorent les caractéristiques physiques des mortiers et bétons à l'état frais et contribuent positivement aux résistances mécaniques des mortiers et bétons à l'état durci et ceci en raison de leur composition chimique, de leur réactivité, de leur granulométrie ainsi que de la forme de leurs éléments.

## Effets des ajouts minéraux sur les performances mécaniques et la durabilité des matériaux

### IV.1. Introduction

Aujourd'hui, l'un des principaux enjeux du Génie civil consiste à pouvoir garantir une stabilité, ou du moins une maîtrise, dans le temps des propriétés mécaniques d'un ouvrage dans son environnement. Cet enjeu, le développement durable, concerne les structures futures ou en cours de conception, mais aussi les réalisations actuelles. Il implique à la fois une prise en compte du comportement durable constituant la structure et un suivi de l'ouvrage au cours de son exploitation. Le but est de pouvoir prédire et garantir une durée de vie d'un ouvrage autrement que par des critères conventionnels.

Il est essentiel que chaque structure en béton puisse conserver sa résistance et continuer de remplir sa fonction tout au long de sa durée de vie utile. Il en résulte que le béton doit être en mesure de résister aux mécanismes de détérioration auxquels il peut être exposé. On dit d'un tel béton qu'il a une bonne durabilité.

Il est utile d'ajouter que le concept de durabilité ne signifie pas une durée de vie infinie, pas plus qu'il ne signifie que le béton doit résister à n'importe quelle agression. De plus, on constate maintenant, ce qui n'était pas toujours le cas auparavant que dans des cas, un entretien régulier du béton est nécessaire.

La durabilité des ouvrages en béton, qui peut être définie comme étant leur capacité d'assurer la tenue en service prévue, est une caractéristique très importante, surtout pour les ouvrages importants de génie civil (ponts, silos, réservoirs, barrages, enceintes nucléaires...), car en cas de dégradations de tels ouvrages, les conséquences seront multiples et graves, surcoûts de réparation, limitation de la durée de vie de l'ouvrage, et dans des cas extrême la ruine partielle ou totale de l'ouvrage. Donc, la prise en compte préventive des Facteurs qui peuvent affecter la durabilité des ouvrages, donc leur économie et leur sécurité, est impérative lors de la conception et de l'élaboration de ces ouvrages Si on exclut, d'une part les événements accidentels, et d'autre part les effets à long terme des sollicitations mécaniques, tels que la fatigue due à des sollicitations répétées ou le fluage pouvant engendrer des pertes de précontrainte ou encore l'abrasion, la durée de vie des ouvrages en béton armé ou précontraint peut être diminuée à cause de :

1- la pénétration d'agents agressifs qui peut conduire à l'amorçage (et au développement) du processus de corrosion des armatures.

2- les réactions chimiques internes, mettant en jeu des espèces issues du milieu environnant ou déjà présentes dans le matériau, telles que l'alcali-réaction ou les attaques sulfatiques, sources de gonflement et de fissuration du béton.

L'altération est un phénomène physico-chimique destructif du ciment durci, un ciment est dit stable chimiquement s'il supporte l'agressivité du milieu et par conséquent on aura sa durabilité. Donc on peut dire que la durabilité peut être définie comme la résistance du ciment ou du béton aux agressions chimiques, physico-chimiques ou physiques, en maintenant son

comportement et ses performances dans de bonnes conditions de service prévu pour l'ouvrage.

La corrosion du ciment ou sa détérioration dépend de certains phénomènes très complexes, qui découlent de très nombreuses causes et agissent simultanément ou successivement.

Il doit être précisé que l'attaque chimique du ciment nécessite la présence d'eau ou tout au moins d'une certaine humidité et que les milieux agressifs très divers sont très généralement liquides (solution aqueuse) eaux des sols, eaux de surface, eaux de mer....etc., contenant des acides, des sulfates, des sulfures, de magnésium, d'ammonium et même des composés organiques....etc.

La possibilité et l'intensité de l'attaque chimique dépendent, d'une part de la solubilité, des concentrations et du pouvoir de dissociation dans le milieu agressif ; d'autre part des conditions dans lesquelles elle se déroule

Les propriétés du béton ont une influence directe sur la durabilité de l'ouvrage facteurs liés à la conception de l'ouvrage [21].

Pour fabriquer un ouvrage durable, il faut donc utiliser un matériau durable.

Les caractéristiques du béton qui contrôlent sa durabilité peuvent être regroupées en :

- (A) Le choix des matériaux.
- (B) La formulation du béton.
- (C) La cure du béton.
- (D) Facteurs liés à la mise en oeuvre de l'ouvrage.
- (E) Facteurs liés à la conception de l'ouvrage.

## IV.2. La perméabilité

Les trois principaux fluides qui peuvent pénétrer dans le béton et mettent en cause sa durabilité sont : l'eau pure ou contenant des ions agressifs, le gaz carbonique et l'oxygène. Ils peuvent se déplacer à travers du béton de différentes manières, mais tous les mouvements dépendent principalement de la structure de la pâte de ciment.

La perméabilité du béton est un paramètre fondamental contrôlant la durabilité des structures.

La perméabilité du béton et celle de la pâte de ciment hydraté est liée aux caractéristiques du réseau de pores capillaires qui influencent la perméabilité.

Parmi les principales caractéristiques du réseau de pores capillaires qui influencent la perméabilité, on distingue : **la porosité**.

Le béton durci courant présente une porosité de 10 à 12 % due à la présence de pores inclus dans la texture même des hydrates, et de capillaires qui se développent dans la structure des grains. Les capillaires, qui sont dimensionnellement les plus importants, ne dépassent pas un diamètre de quelques microns. Les pores des hydrates sont 10 à 100 fois plus petits.

Le comportement du béton et son évolution ont montré, dès l'origine, l'influence de la porosité sur la résistance (relation établie par Ferret). Mais les corrélations entre durabilité et

résistances mécaniques, entre absorption d'eau et résistance au gel, ou perméabilité et carbonatation ont été mises en évidence plus récemment.

Il est aujourd'hui admis que la réduction de la porosité du béton, qui est, entre autres la condition pour réaliser des bétons de hautes performances, est requise pour l'amélioration de la résistance du béton, aussi bien d'un point de vue mécanique que vis-à-vis d'agressions d'ordre physico-chimique. La réduction de la porosité du béton dépend principalement de sa conception et de sa mise en oeuvre. Trois facteurs sont prépondérants dans la conception d'un béton de faible porosité :

- Un dosage en ciment adéquat.
- Une faible teneur en eau.
- Une granulométrie comportant des éléments fins, éventuellement actifs, en quantité suffisante pour remplir les espaces entre les plus gros granulats.

Les progrès réalisés dans la connaissance des adjuvants ont permis d'élaborer des plastifiants qui autorisent des réductions importantes de la teneur en eau sans diminuer la plasticité du mélange [21].

### IV.3. L'alcali réaction

La réaction alcali silice est une pathologie des bétons qui se caractérise par une réaction chimique entre la silice amorphe ou mal cristallisée contenue dans les granulats réactifs et certains ions de la solution interstitielle. Les conséquences macroscopiques de la réaction sont le gonflement d'ouvrages atteints qui entraînent la fissuration et la chute des caractéristiques mécaniques du béton. Ces phénomènes sont préoccupants pour les gestionnaires des structures atteintes car ils mettent en péril la sécurité des personnes et l'exploitation des ouvrages.

De plus, il n'existe aucun moyen d'arrêter la réaction. Ainsi la prédiction de l'évolution du gonflement et des dégradations des ouvrages atteints et l'évaluation de l'efficacité et de périodicité des opérations d'entretien sont des points cruciaux [22-23].

Il existe trois types de réactions alcali granulats :

- La réaction alcali carbonate: elle implique des granulats contenant des inclusions argileuses, le mécanisme de gonflement est lié à l'absorption d'eau des argiles.
- La réaction alcali silicate: elle est semblable à la réaction alcali silice mais de cinétique plus lente, elle est très rare.
- La réaction alcali silice: il s'agit de la plus courante, surtout si l'environnement est fortement humide et la teneur en alcalis du béton est élevée.

### IV.4. La carbonatation

C'est une réaction entre le gaz carbonique (CO<sub>2</sub>) existant soit en phase gazeuse, soit par suite ; de solubilité dans l'eau (eaux pluviales) avec la chaux (Ca (OH)<sub>2</sub>) libérée lors de l'hydratation des silicates bicalciques (C<sub>2</sub>S) et tricalciques (C<sub>3</sub>S) pour former le carbonate du calcium (CaCO<sub>3</sub>) appelé aussi calcite.



Cette réaction n'est pas en elle-même pathologique et doit être considérée comme une évolution normale du béton. Cependant, elle consomme peu à peu la réserve d'alcalinité du



milieu assurée par la chaux, qui a un pH initial compris entre 12 et 13, et évolue vers la neutralité (pH- 9). Conséquence, l'alcalinité n'est plus capable de maintenir la passivité du film d'oxyde. Une telle situation augmente considérablement la vulnérabilité des armatures aux phénomènes de corrosion, en particulier si des facteurs aggravants (sel, chlorures, eaux etc.) se trouvent présents

La progression de la carbonatation se fait de l'extérieur de l'ouvrage en contact avec l'air ambiant, vers l'intérieur, mais se trouve freinée par la formation des carbonates. La vitesse de progression de la carbonatation diminue donc avec la profondeur atteinte. Cette progression est en fait modifiée par des facteurs liés au béton lui-même à savoir : son dosage en ciment, son dosage en eau, sa porosité et au milieu. L'humidité relative de l'air joue, en particulier, un rôle important : la vitesse de carbonatation est maximum pour une humidité relative de l'ordre de 60 %, pratiquement nulle en atmosphère sèche ou saturée [23].

#### IV.5. La corrosion des armatures

La corrosion est définie comme étant l'interaction physico-chimique entre un métal et son milieu environnant entraînant des modifications dans les propriétés du métal et souvent une dégradation fonctionnelle du métal lui-même de son environnement ou du système technique constitué par les deux facteurs. Ce phénomène, d'un caractère essentiellement chimique, a une très grande importance économique puisque actuellement, les pertes dues à la corrosion et les dépenses occasionnées par celle-ci dépassent largement des milliards de dollars par an. Au niveau mondial, on estime que la corrosion détruit un quart de la production annuelle d'acier, soit 5 tonnes par secondes.

Dans des conditions normales, les armatures enrobées de béton sont protégées contre la corrosion par un phénomène de passivation qui résulte de la création, à la surface du métal, d'une pellicule protectrice de ferrite  $Fe_2O_3CaO$ . Cette pellicule est formée par l'action de la chaux libérée par les silicates de calcium sur l'oxyde de fer. Tant que la présence de chaux maintient la basicité du milieu entourant les armatures, celles-ci sont protégées. Plusieurs agents peuvent neutraliser cette protection : le gaz carbonique, les chlorures, les sulfates, mais aussi l'eau pure.

La plus ou moins grande rapidité d'action de ces divers agents est en relation directe avec la porosité du béton et avec la présence de fissures qui favorisent la diffusion des gaz ou de liquides agressifs.

Selon Mamillan [24] l'évolution de la corrosion des armatures du béton s'effectue généralement en deux étapes :

- (1) Au départ, l'acier est stabilisé par la couche de passivation qui empêche la formation de la rouille. Puis durant la phase de l'amorçage, les espèces néfastes vis-à-vis de la corrosion pénètrent dans le béton et l'acier se dépassive alors progressivement. Cette dépassivation peut être engendrée par de nombreux facteurs dont la carbonatation et la pénétration des ions de chlorure.
- (2) Les oxydes et hydroxydes produits par des réactions d'oxydation à la surface du métal s'accumulent. La formation de ces produits d'oxydation va alors entraîner un gonflement qui finira par provoquer la fissuration de l'enrobage du béton.

#### IV.6. La lixiviation en eau douce

La phase interstitielle contenue dans le béton a un pH très élevé. Si le béton se trouve au contact d'une eau douce, très peu chargée en ions, et donc de pH plus faible que celui de la solution interstitielle, la pâte de ciment durcie se trouve en déséquilibre avec ce milieu. On constate alors une lixiviation progressive des hydrates se traduisant par une décalcification de la pâte : dissolution de la portlandite et attaque progressive des C-S-H [25]. Ce phénomène est lent (quelques centimètres pour plusieurs centaines d'années) et ne pose problème que dans le cas où le béton est potentiellement au contact permanent de l'eau douce. La lixiviation entraîne une variation très importante de la porosité et donc une variation forte des propriétés de transfert, notamment la diffusivité.

Les propriétés mécaniques sont également affectées : on constate par exemple que la résistance à la compression chute fortement [26]. Les autres propriétés mécaniques comme le module d'élasticité et la résistance en flexion sont affectées [27].

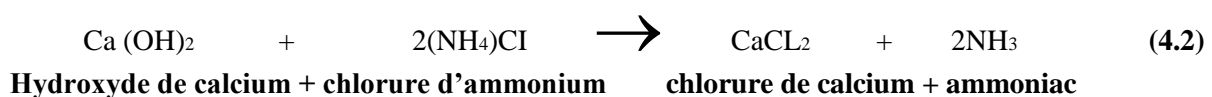
Les cinétiques de dégradation sont très variables et dépendent en particulier du matériau et de l'environnement aqueux. Par exemple, Badouix [28], rapporte que, pour des durées d'exposition et un environnement agressif comparables (53 et 66 ans), les couches superficielles dégradées du barrage de saint Etienne du Vigan et de l'écluse de Krembs ont pour épaisseur respectives 6 à 8 mm d'une part, et 1 à 3 mm d'autre part. Cet écart est imputé aux ciments utilisés, un CEM I / CPA pour le barrage et un CEM II /CPJ pour l'écluse.

Des études précédentes [25-27] ont mis en évidence une dissolution progressive des principaux hydrates : d'abord la portlandite, qui est l'hydrate le plus soluble, puis le monosulfoaluminate de calcium, et enfin l'ettringite. Après que la portlandite soit totalement dissoute, les C-S-H se décalcifient jusqu'à former, dans l'état ultime de dégradation un gel de silice.

La variation de porosité (et donc des autres caractéristiques) dépend notamment de la quantité de portlandite présente. L'utilisation d'un ciment aux cendres volantes ou l'ajout de fumée de silice, en réduisant la quantité de portlandite, permet en général d'améliorer la résistance à la lixiviation et réduire la chute de résistance [26]. Un rapport eau/liant plus bas permet également de diminuer la vitesse de lixiviation.

#### IV.7. Action des sels

De très nombreux sels attaquent la pâte de ciment durcie en formant des sels solubles dans l'eau, lesquels sont lessivés. Tous les sels de magnésium, à l'exception du sulfate de magnésium très difficilement soluble dans l'eau sont ainsi à même de remplacer les ions de calcium dans la pâte de ciment durcie. Il se forme à la surface du béton de l'hydroxyde de magnésium et des silicates de magnésium, qui empêchent une autre attaque. L'hydroxyde de magnésium se présente toute fois sous forme de masse molle, gélatineuse, qui est emportée par l'eau coulant plus rapidement [29]. Les sels d'ammonium dissolvent surtout le  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  de la pâte de ciment durcie, ce qui engendre de l'ammoniac. Pour le chlorure d'ammonium, la réaction est par exemple :



L'ammoniac libéré, une base se dissout dans l'eau. Il n'attaque pas le béton. Le carbonate d'ammonium et le fluorure d'ammonium, qui engendreraient du carbonate de calcium et de fluorure de calcium, des composés difficilement solubles, ne sont pas dangereux pour la pâte de ciment durcie. Contrairement à l'armature, la pâte de ciment durcie n'est altérée par les ions de chlorure que s'ils sont fortement concentrés. Dans l'eau de gâchage, les chlorures accélèrent l'hydratation du clinker Portland encore existant. Par réaction avec les aluminates hydratés, les ions de chlorure se transforment en chloroaluminates difficilement solubles, par exemple  $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ , partiellement fixés dans le béton [29].

#### IV.8. Action des bases

Les bases sont en général peu nuisibles pour le béton. Les bases fortes, telles que l'hydroxyde de sodium ou de potassium, réagissent toutefois avec les composés d'aluminates hydratés, en particulier avec l'aluminium tricalcique hydraté.

Le ciment Portland ne contenant que peu d'aluminates, ces réactions sont d'importance secondaire. Avec l'hydroxyde de sodium, on a observé que des solutions à 10% avaient pour effet d'augmenter la résistance ; ce n'est qu'à partir de concentrations à 25% que les bases entraînent d'importantes pertes de résistance [30].

#### IV.9. Action des sulfates

Le béton est un matériau poreux. L'eau de l'extérieur peut pénétrer dans son réseau de pores et de capillaires et apporter avec elle des ions agressifs qui peuvent réagir avec les hydrates et changer leur structure.

Lorsqu'il s'agit d'une attaque par les sulfates provenant de l'extérieur, il y a formation de couches de gypse et d'ettringite secondaire ainsi que la thaumasite à partir de la surface exposée aux sulfates. L'attaque par les sulfates externes est souvent combinée avec l'attaque par le cation correspondant, selon la provenance des sulfates, qui peuvent réagir avec certains granulats ou fillers, ou avec les C-S-H ou la portlandite, et contribuer davantage à la dégradation du béton. De plus, l'attaque par les sulfates externes peut être combinée à une attaque par l'acide ce qui accélère également la destruction de la pâte hydratée.

Lorsqu'il s'agit d'une attaque interne par les sulfates, ces derniers proviennent presque uniquement des sulfates de calcium qui se trouvent dans le béton dès sa confection. Par conséquent, ces sulfates sont uniformément répartis dans la pâte hydratée et le seul produit expansif de la réaction est l'ettringite. L'ettringite secondaire qui est le résultat d'une attaque par les sulfates externes, n'est pas seule à endommager le béton, c'est plutôt la formation du gypse qui contribue à la fissuration, la lixiviation et le délaminage des couches superficielles [30].

##### IV.9.1. Mécanismes d'attaques

Les sulfates peuvent détériorer le béton selon deux mécanismes physico-chimiques :

- Expansion
- Perte des propriétés liantes des C-S-H

Les aluminates et la portlandite sont les deux produits les plus sensibles à l'attaque par les sulfates [31].

• **Cas de sulfate de sodium** ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ )

1. Formation de gypse secondaire :



$\text{NaOH}$  : alcalinité élevée  $\rightarrow$  Stabilisation des C-S-H

$\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  : produit expansif mais qui se forme uniquement dans les espaces internes de la pâte de ciment hydraté (pas ou peu d'expansion).

2. Formation d'ettringite secondaire :

À partir du  $\text{C}_3\text{A}$  anhydre résiduel



À partir des aluminates hydratés (monosulfoaluminate)



• **cas de sulfate de magnésium**  $\text{MgSO}_4$  (double action)



$\text{Mg}(\text{OH})_2$  : brucite caractérisée par une faible solubilité et un faible pH



Substitution des ions  $\text{Ca}^{2+}$  par les ions  $\text{Mg}^{2+}$  dans les C-S-H :



Etant donné la très faible solubilité du  $\text{Mg}(\text{OH})_2$ , cette réaction se poursuit jusqu'à ce qu'elle soit terminée de sorte que, dans certaines conditions, l'attaque par le sulfate de magnésium est plus sévère que celle des autres sulfates.

Une réaction ultérieure entre le  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  et le gel de silice est possible et peut aussi provoquer une détérioration des C-S-H [31].

Le gypse formé occupe un volume plus grand que la portlandite, sa formation causant ainsi le gonflement et la fissuration de la pâte. Lorsque la concentration en sulfates est assez élevée, le gypse restera stable et de nouveaux cristaux de gypse continueront à se former. Cependant, lorsque l'apport des sulfates est faible, le gypse sera dissous en libérant des ions  $\text{SO}_4$  qui, en réagissant avec des aluminates, formeront de l'ettringite. Cette dernière occupe plus de place que les composants solides à partir desquels elle se forme, causant ainsi l'expansion.

Lors d'une attaque du béton par des sulfates externes, sa dégradation se produit par la formation d'ettringite ou de gypse et par la pression et la fissuration conséquentes [32].

## IV.10. Action des acides

### IV.10.1. Introduction

Les acides peuvent être divisés en acides organiques et acides inorganiques: l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique et l'acide sulfurique par exemple sont des acides inorganiques. L'acide formique, l'acide acétique et l'acide oléique sont des acides organiques. Les acides inorganiques sont plus nuisibles pour le béton que les acides organiques. Les milieux acides les plus fréquents sont [32] :

- les eaux naturelles dans les tourbières et les marécages, ou le pH peut s'abaisser jusqu'à 4.
- les milieux industriels : dans les industries chimiques ainsi que les industries agro – alimentaires
- les réseaux d'égouts.

### IV.10.2. Sources des acides

Les effluents des fours utilisant des combustibles riches en soufre et effluents des industries chimiques peuvent contenir de l'acide sulfurique. La décomposition des matières organiques dans les égouts, les silos ou dans les réservoirs d'entreposage peut conduire à la formation de  $H_2S$  (gaz) qui peut être transformé en acide sulfurique par l'activité bactérienne.

De façon générale, l'attaque chimique du béton prend la forme d'une décomposition des produits de l'hydratation et de la formation de nouveaux composés qui, s'ils sont solubles peuvent être lessivés et qui, s'ils sont insolubles, peuvent être préjudiciables in situ.

Le  $Ca(OH)_2$  est l'hydrate le plus vulnérable, mais les CSH peuvent aussi être attaqués.

Le béton peut être attaqué par des liquides dont le pH est inférieur à 6.5, mais cette attaque ne devient grave que pour des pH inférieur à 5.5 ; en dessous de 4.5, l'attaque devient très sévère.

Le béton est aussi attaqué par l'eau contenant de  $CO_2$  libre, telles les eaux minérales, qui peuvent aussi contenir du sulfure d'hydrogène. Tout le  $CO_2$  n'est pas agressif par ce qu'une partie de ce  $CO_2$  est nécessaire pour former et stabiliser le bicarbonate de calcium dans la solution.

Les pluies acides, qui contiennent principalement de l'acide sulfurique et de l'acide nitrique, ayant un pH entre 4.0 et 4.5, peuvent provoquer de la dégradation de la surface exposée du béton.

Quoique les eaux usées domestiques elles-mêmes soient alcalines et n'attaquent pas le béton, on a observé dans plusieurs cas, d'importants désordres dans des égouts, en particulier à des températures assez élevées, lorsque des composés contenant du soufre sont transformés en  $H_2S$  par des bactéries anaérobies.

Ce composé n'est pas en lui-même un agent destructeur, mais il est dissout par le mince film d'humidité recouvrant la surface du béton et subit une oxydation par les bactéries anaérobies, ce qui produit finalement de l'acide sulfurique. L'attaque apparaît donc au dessus de l'eau à l'intérieur de la canalisation. La pâte de ciment durci est dissoute graduellement

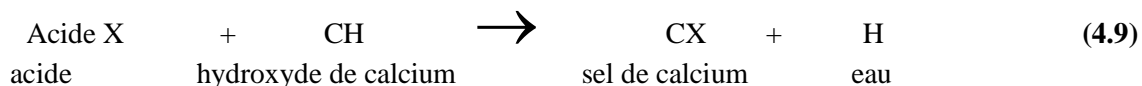
provoquant une détérioration progressive du béton. Une forme d'attaque assez similaire peut survenir sur les réservoirs de stockage pétroliers en haute mer.

L'acide sulfurique est un acide très agressif qui réagit avec la chaux libre  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  dans le béton et forme une gypse ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ). Cette réaction est associée à une augmentation du volume du béton par un facteur de 2.2. Une action bien plus destructive est la réaction entre l'aluminat de calcium et les cristaux formés de gypse. Ces deux produits forment l'ettringite ( $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{CaSO}_4 \cdot 32\text{H}_2\text{O}$ ) moins soluble de produit de réaction.

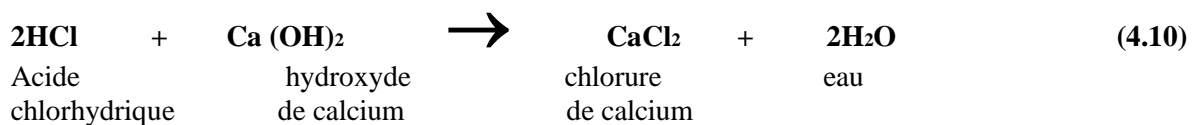
Ces composés très expansifs causent la pression interne dans le béton, qui mène à la formation aux fissures. La surface corrodée devient molle et blanche. Quand la corrosion continue, la structure en béton corrodé perd sa propriété mécanique. La diminution du dosage du ciment dans le béton peut être bénéfique, à condition, bien sur, que la masse volumétrique du béton reste intacte [32].

### IV.10.3 Mécanisme d'attaque

Le béton est très alcalin en nature. Il est extrêmement susceptible à l'attaque par l'acide. Le mécanisme pour ce processus est très simple. Lorsqu'il y a suffisamment d'eau en qualité de fluide de transport, les composants de la pâte de ciment sont détachés de la surface par l'eau douce ou les substances chimiques nuisibles qu'elle contient. Les granulats non-solubles et des parties de la pâte de ciment durcie sont alors mis à nu, ils se forment une surface en forme de « béton lavé » et la porosité augmente. L'attaque par l'acide est provoquée par la réaction de ce dernier et la partie d'hydroxyde de calcium ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) de la pâte de ciment qui produit un sous-produit de sel de calcium fortement soluble. Ces sels de calcium solubles sont facilement enlevés de la pâte de ciment affaiblissant de ce fait la structure de la pâte dans l'ensemble. Cette réaction de base est montrée ci-dessous [32]:



Par exemple :



Des acides plus agressifs tels que les acides chlorhydriques, acétiques, nitriques, et sulfuriques produisent les sels de calcium qui sont très solubles. Les acides moins agressifs tels que les acides phosphoriques et humiques produisent des sels de calcium avec une faible solubilité. Ces sels de basse solubilité peuvent agir en tant qu'inhibiteur partiel au processus global en bloquant les pores dans la pâte de ciment par lesquels l'eau passe. Ceci réduit la quantité de sels de calcium qui entrent dans la solution et retardent le processus global.

Un cas plus agressif et plus destructif d'attaque par l'acide se produit lorsque le béton est exposé à l'acide sulfurique. Le sel de calcium produit par la réaction de l'acide sulfurique et de l'hydroxyde de calcium est un sulfate de calcium qui cause alternativement une dégradation accrue due à l'attaque de sulfate. Ce processus est illustré ci-dessous:



Acide sulfurique + hydroxyde de calcium  $\longrightarrow$  sulfate de calcium + eau.

(Le produit de sulfate de calcium contribue à l'attaque de sulfate).

La dissolution de l'hydroxyde de calcium provoquée par l'attaque acide procède en deux phases. La première phase étant la réaction acide hydroxyde de calcium dans la pâte de ciment La deuxième phase étant la réaction acide silicate de calcium hydraté. Cette phase ne commencera pas jusqu'à ce que tout l'hydroxyde de calcium soit consommé. La dissolution de silicate de calcium hydraté, dans les cas les plus avancés de l'attaque par l'acide, peut endommager considérablement le béton.

Les attaques acides sont, dans leur principe, similaires au phénomène de lixiviation. En effet, l'acide réagit avec la portlandite qui est dissoute, puis avec les autres hydrates qui sont décalcifiés.

La nocivité de l'attaque acide dépend essentiellement de la solubilité du sel formé par réaction avec la portlandite. Par exemple, pour l'acide oxalique on a :



Le sel formé (oxalate de calcium) est insoluble dans l'eau et donc le béton n'est pas endommagé c'est aussi le cas avec les acides phosphoriques et tartriques.

Dans d'autres cas, comme celui de l'acide acétique on a :



Le sel formé (acétate de calcium) est très soluble dans l'eau. Comme dans le cas de la lixiviation, la porosité augmente alors et on observe une altération des propriétés du béton. Parmi les acides fonctionnant sur ce modèle, on citera également les acides, lactiques et formiques, issus par exemple de l'industrie agro-alimentaire.

Le cas de l'acide carbonique (solution aqueuse de  $\text{CO}_2$ ) est un peu particulier. En effet, comme dans le cas du  $\text{CO}_2$  sous forme gazeuse, l'acide carbonique réagit avec la portlandite pour former de la calcite. Mais, s'il y a du  $\text{CO}_2$  en excès et si l'eau est douce, la calcite va réagir avec l'acide carbonique pour donner du bicarbonate de calcium très soluble dans l'eau, il y a alors lixiviation. L'agressivité d'une eau contenant du gaz carbonique dépend donc de la quantité de gaz dissous et de la dureté de l'eau [32].







mélanges, compensant la perte de résistance causée par l'incorporation de PFA. Les mélange de béton contenant 30% PFA et plus avec ou sans FS ne pouvaient pas atteindre la résistance du béton contrôle.

#### **IV.12. Influence des ajouts sur l'absorption (sorptivité)**

- Tasdemir [36]. a étudié les effets combinés des additions et des conditions de cure sur la sorptivité et la résistance à la compression du béton de CPA 42.5. Il a évalué le coefficient de sorptivité pour des bétons contenant des ciments avec les cendres volantes (FA), la poudre de grés (PS), la poudre de calcaire (LP) et de la fumée de silice (SF). Il a étudié aussi le coefficient de sorptivité et la résistance à la compression des bétons avec un CPA 32.5. Il a prouvé que les additions minérales sont bénéfiques pour l'augmentation et la réduction de l'absorption capillaire du béton.
- Tsvivilis et Al. [37] ont étudié l'effet de l'addition du calcaire sur la sorptivité des bétons. Ils ont constaté que le béton contenant le ciment au calcaire a donné des valeurs de sotptivité légèrement plus basses, comparées au béton contenant le ciment sans ajout. Ils ont trouvé que la sorptivité du béton contenant le ciment au calcaire a varié de 0.220 à 0.238 mm/min05 avec l'augmentation du niveau de substitution du calcaire de 10 à 20%, alors que le béton contenant le ciment sans ajout a présenté une sorptivité de 0.237 mm/min0.5. Ces auteurs ont conclu que l'addition de calcaire affecte d'une manière positive l'absorption de l'eau du béton. Ils ont noté que le coefficient de sorptivité estimé évalue seulement les grands pores capillaires, en raison de la grande valeur de E/C des bétons étudiés.

#### **IV .13. Influence des ajouts vis-à-vis des attaques sulfates**

- O'Farrell et coll. [38] ont étudié l'expansion des mortiers contenant de la brique broyée, exposés à une solution de 2.1% de sulfate de sodium ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ). Ils ont utilisé quatre types de briques dont les compositions chimiques et minéralogiques sont différentes. Ils ont trouvé que les briques dont la phase vitreuse a une teneur élevée en calcium (CaO) ou une faible proportion de phase vitreuse ne devraient pas être employés comme pouzzolanes, et les briques avec une proportion élevée en verre de faible teneur en calcium font des pouzzolanes très efficaces.
- Une étude faite par Janotka et Krajci [39] sur l'augmentation de la résistance aux sulfates des mortiers contenant 15% de zéolite (pouzzolane naturelle) au ciment, pour cela ils ont utilisé trois types de ciments : ciment Portland type CEM I 42.5 (PC), ciment résistant aux sulfates (SRPC), et un ciment à base de zéolite naturelle (PPC). Ils ont laissé les mortiers dans l'eau pure et dans une solution de 5%  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  pendant 365 jours. Ils ont constaté une diminution de 32.6% de la résistance à l compression des mortiers de PC immergés pendant 365 jours dans la solution  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  comparés à ceux conservés dans l'eau. En revanche, ils ont observé une augmentation de 10% et 2.6% de la résistance à la compression des mortiers de SRPC et de PPC respectivement.
- Mulanga et coll [40] ont substitué le ciment Portland par l'addition des cendres volantes et ils ont suivi l'effet de cet ajout sur la résistance des mortiers aux attaques chimiques sulfatiques. Les échantillons ont été exposés à une solution de 5%  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ .

Ils ont trouvé, après 84 jours d'immersion, que les expansions des échantillons de mortiers contenant 30%, 40% et 50% de cendres volantes sont inférieures à l'expansion des mortiers témoins.

- Une étude expérimentale de S.T. Lee et coll. [41] a montré que la fumée de silice substituée à une partie de ciment a un effet bénéfique sur la perte de résistance due à l'attaque par les sulfates. L'incorporation de 5 à 10% de la fumée de silice comme substitution au ciment donne de meilleurs résultats de la résistance de la pâte de ciment durcie dus à l'attaque des sulfates. Ils ont traité l'effet de l'ajout de la fumée de silice sur la résistance des mortiers dans des environnements sulfatiques ; le sulfate de sodium et le sulfate de magnésium. Les différentes compositions du ciment sont : OPC (ciment Portland ordinaire) sans ajout et OPC avec 5%, 10% et 15% de fumée de silice. Ils ont conclu que le ciment avec la fumée de silice comme ajout présente moins de perte de résistance que le ciment sans ajout.
- L'étude expérimentale faite par Y. Senhadji [42] a montré que la substitution de 15% de pouzzolane de Beni-Saf au ciment Portland artificiel (CPA) Zahana permet une réduction de perte de masse de 19% et de 3% des mortiers immergés respectivement dans une solution de 5% de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  et 5% de  $\text{MgSO}_4$  par rapport aux mortiers contrôles pendant une période d'immersion de 180 jours.

#### IV.14. Influences des ajouts vis-à-vis des attaques acides

- L'étude faite par Sayamipuk [43] a montré l'influence du métakaolin sur la résistance des mortiers à l'attaque des acides (5% HCl et 5%  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ). Les pourcentages de substitution dans le poids pour les mortiers contenant le métakaolin, immergés dans HCl étaient inférieurs à ceux immergés dans  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Plus le pourcentage de métakaolin augmente, plus la résistance à l'attaque acide est haute, la résistance de l'attaque acide a été réduite lorsque le rapport eau/liant diminuait.
- L'étude faite par A.Ali Aichouba [21] a montré l'influence de l'ajout de la pouzzolane naturelle de Béni-Saf sur la résistance des mortiers à l'attaque des acides (1% HCl et 2%  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ). Elle a constaté qu'après 60 jours d'immersion, les mortiers qui contiennent différents pourcentages de la pouzzolane naturelle, augmentent leur aptitude à résister aux acides.  
À 105 jours d'immersion, l'incorporation de 30% de pouzzolane naturelle réduit les pertes de masse de 61% par rapport au mortier contrôle. La perte de masse est due au fait que le ciment Portland après hydratation a libéré une partie considérable d'hydroxyde de calcium libre (CH) qui peut être lixiviée à l'extérieur quand elle est soumise à l'acide.
- S. Mansour [44] a étudié l'effet des ajouts minéraux (pouzzolane naturelle, fumée de silice et fines calcaires) sur la résistance aux attaques acides des mortiers. Il a suivi la perte de masse (selon NORME ASTM C-267) des spécimens de mortiers de dimensions 40x40x80 mm<sup>3</sup> immergés dans deux solutions acides 1% HCl et 3%  $\text{H}_2\text{SO}_4$  durant une période d'immersion de 180 jours.  
La réduction de la perte de masse des spécimens des mortiers avec ajouts a été évaluée par rapport aux mortiers contrôles confectionnés à base de C.P.A provenant de la cimenterie de Oued-Sly (ECDE). Le tableau (I.6) résume les résultats de l'étude.

**Tableau (I.5):** Mesure d'expansion des barres de mortier [44].

Notation	C70P30LO	C85POL15	C90POF10	C70P20L10	C70P20F10
Taux de substitution de l'ajout	30% pouzzolane 0% calcaire	0% pouzzolane 15% calcaire	0% pouzzolane 10% fumée de Silice	20% pouzzolane 10% calcaire	20% pouzzolane 10% fumée de silice
Taux de réduction d'expansion 5% Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	55%	36%	83%	40%	84%
Taux de réduction d'expansion 5% MgSO <sub>4</sub>	45%	21%	63%	18%	64%

- Y.Senhadji [42] dans son étude a confirmé l'apport bénéfique des ajouts sur la résistance des mortiers aux attaques acides. Il a suivi la perte de masse des mortiers cubiques de dimensions 50x50x50 mm<sup>3</sup> conservés dans trois milieux différents : 5% HCl, 5% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> et 5% CH<sub>3</sub>COOH pendant 28 jours. La réduction de perte de masse des mortiers a été évaluée par rapport aux mortiers contrôles formulés à base de C.P.A provenant de la cimenterie de Zahana. Les résultats de l'étude sont résumés au tableau (I.7).

**Tableau (I.6):** Réduction de perte de masse des mortiers cubiques [36].

Notation	Taux de substitution de l'ajout	Réduction de perte de masse en %		
		5% HCl	5% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	5% CH <sub>3</sub> COOH
MZ15	15% pouzzolane	8	37.3	30
MZ30	30% pouzzolane	19.4	58.2	32
MF15	15% fillers calcaire	7.1	2.1	2.2
MF30	30% fillers calcaire	8.7	5.3	5.3

**IV.15. Conclusion**

Un des arguments souvent avancé en faveur de l'utilisation des ajouts minéraux est qu'ils permettent d'économiser de l'énergie et de préserver les ressources naturelles comparées au ciment Portland. Cet argument est en partie juste, mais le principal argument en faveur de l'incorporation de ces matériaux dans les mortiers et bétons est en réalité qu'ils apportent des avantages techniques considérables. En effet, les ajouts minéraux actifs tels que pouzzolane naturelle, fumée de silice, laitier de hauts fourneaux...etc., et inertes tels que fillers calcaire ont un apport bénéfique sur les propriétés de durabilité des mortiers et bétons réalisés à base de ciments avec ajouts. Leurs substitutions à des taux optimaux bien étudiés aux différents ciments contribuent à la résolution de pas mal de problèmes de dégradations des bétons dans le domaine de Génie Civil. Les ajouts minéraux confèrent donc aux bétons et mortiers :

- Une diminution de perméabilité à l'eau.
- Une diminution d'absorption à l'eau.
- Une bonne résistance mécanique.
- Une bonne résistance aux sulfates.
- Une bonne résistance aux acides.

## Plans d'expériences

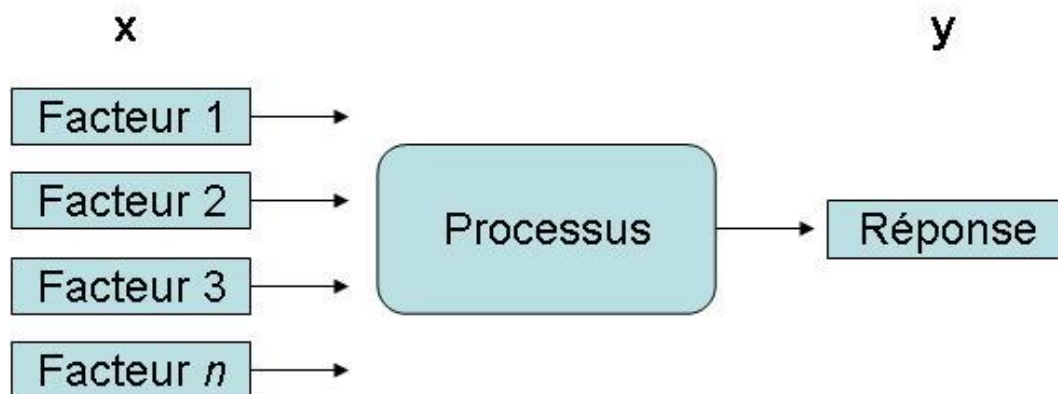
### VI.1. Introduction

Dans le but d'optimiser le nombre des essais, et par suite le nombre de mélanges à préparer, qui répondent correctement à nos attentes, nous avons utilisé une approche statistique pratique et informatisée dite « plans d'expériences ». L'utilisation de cet outil demande une connaissance préalable de son principe et de son mode de fonctionnement. Pour cela et avant d'entamer la procédure de la détermination de nos mélanges, nous rappelons ci-après les différents types de plans d'expériences, leurs domaines d'utilisation ainsi que leur démarche.

Dans les années trente, les premiers plans d'expériences structurés ont vu le jour en agronomie. Ces plans se sont développés au cours des dernières années et leur utilisation s'est étendue pour intéresser, finalement, tous les secteurs de production et de compétitivité.

### VI.2. Définition

Un plan d'expérience est une approche statistique permettant de maîtriser un problème à plusieurs paramètres (facteurs) tout en suivant un programme préconçu des différentes expériences qu'on se doit effectuer. Il a pour but de minimiser le nombre d'essais pour obtenir des résultats fiables qui reflètent la variation réelle du phénomène étudié en fonction de ses diverses caractéristiques. Le diagramme (I.6) résume de manière plus simple cette définition [45].



(Figure I.6) : vocabulaire d'un plan d'expérience.

### VI.3. Intérêts des plans d'expériences :

Les plans d'expériences sont utilisés dans les études industrielles en recherche développement. Ils interviennent dans de nombreux domaines industriels. On peut notamment citer :

- Industries des matériaux.
- industries chimiques, pétrochimiques et pharmaceutiques

- industries mécaniques et automobiles
- industries métallurgiques

Les principaux avantages de cette méthode sont :

- Diminution du nombre d'essais.
- Possibilité d'étudier un grand nombre de facteurs.
- Détection des interactions entre facteurs.
- Modélisation des réponses étudiées.
- Une précision optimum des résultats.

La méthode des plans d'expériences permet une interprétation rapide et sans équivoque en fournissant un modèle expérimental précis du système étudié [46].

#### VI.4. Terminologie

Avant d'entamer l'élaboration du plan d'expérience, la connaissance d'une certaine terminologie qui lui est associée revêt une importance primordiale [46].

- **Facteurs** : Un facteur est un paramètre que l'on peut varier d'une expérience à une autre, et qui influence le résultat final (réponse). Le nombre de facteurs entrant en jeu est, couramment, supérieur à celui des réponses. Deux types de facteurs sont distingués :

- Facteur quantitatif : tout facteur mesurable. Sa variation est soit continue, à savoir le dosage en cendres volantes, en CBG ou en fillers de calcaire, soit discontinue dans le cas de classes de ciment par exemple.

- Facteur qualitatif : tout facteur non mesurable tel que la nature de granulats ou leur type.

- **Niveau des facteurs** : C'est la délimitation du domaine de variation d'un facteur donné. En général, la variation de chaque facteur est délimitée par deux niveaux : supérieur et inférieur.
- **Domaine expérimental** : Le domaine expérimental est schématisé par un polyèdre à  $k$  dimensions, où  $k$  est le nombre de facteurs considérés. Chaque côté de ce polyèdre, est défini par les deux niveaux extrêmes caractérisant le facteur correspondant à ce côté.
- **Réponses** : Les réponses sont les propriétés à mesurer pour la variation d'un facteur.
- **Effet** : L'effet d'un facteur  $X$  sur une réponse  $Y$  est obtenu en étudiant les variations des valeurs de  $Y$  en fonction de celles de  $X$ . Si le facteur  $X$  a une interaction avec lui-même, on parle d'un effet quadratique. Un effet peut être positif, nul ou négatif. Il est exprimé par le coefficient multiplicatif de  $X$  dans un modèle mathématique de la réponse. La signification de l'effet de  $X$  sur  $Y$  est donnée par des tests statistiques.
- **Interaction** : On dit qu'il y a interaction entre deux facteurs  $X$  et  $X'$  si l'effet de  $X$  dépend du niveau de  $X'$  et inversement. Cette interaction est notée interaction  $XX'$  ou interaction  $X'X$ .

## VI.5. Méthodologie des plans d'expériences

Pour l'élaboration d'un plan d'expériences, on passe généralement par les trois étapes suivantes :

### VI.5.1. La recherche des facteurs influents

Cette étape consiste à répondre à un ensemble de questions concernant l'influence des facteurs considérés sur le phénomène étudié; la question est de savoir quels sont les facteurs susceptibles d'influer sur la réponse :

- ✓ Lesquels ont une influence significative ?
- ✓ Que vaut cette influence ?
- ✓ Et y a t il des interactions entre ces facteurs ?

Une fois les facteurs influents sont bien déterminés et leurs influences sont quantifiées, on passe à la seconde étape.

### VI.5.2. La modélisation

Dans cette phase, on cherche quelle est la forme de l'influence définie dans la première étape : linéaire, courbe.... et quelle est l'équation mathématique régissant, avec une précision donnée, la variation du phénomène en fonction des facteurs influents.

La modélisation d'une réponse se fait en choisissant des points expérimentaux dont le nombre est au moins égal à la somme des effets, des interactions et des effets quadratiques. Ainsi on définit une matrice de  $n$  lignes et  $k$  colonnes, où  $n$  est le nombre d'expériences et  $k$  est le nombre des effets [46].

### VI.5.3. L'optimisation

Après la détermination de la forme graphique et analytique de notre réponse, il est primordial d'aller chercher les conditions expérimentales donnant le meilleur résultat. Cette étape nécessite préalablement une connaissance assez profonde du phénomène étudié [47].

## VI.6. Différents types de plans d'expériences

Trois grandes familles de plans d'expériences sont présentes :

### VI.6.1. Plans factoriels complets à deux niveaux :

Ces plans permettent l'étude de  $k$  facteurs à raison de deux niveaux (-1, +1) par facteur. Ils renferment toutes les combinaisons possibles des  $k$  facteurs à leurs deux niveaux.

Pour étudier  $k$  facteurs, sur la base des plans factoriels à deux niveaux, il faut réaliser  $2^k$  essais, d'où le nom de plans  $2^k$  donné à cette famille de plans.

La matrice des essais comporte  $k$  colonnes et  $2^k$  lignes. Elle se construit de la façon suivante :

- Colonne du 1er facteur : alternance de -1 et +1.
- Colonne du 2ème facteur : alternance de -1 et +1 de 2 en 2
- Colonne du 3ème facteur : alternance de -1 et +1 de 4 en 4
- ....

Le domaine expérimental est présenté dans l'espace des facteurs à  $k$  dimensions. Les points expérimentaux sont situés aux sommets du polyèdre [47].

### **VI.6.2. Plans fractionnaires à deux niveaux**

Les plans fractionnaires à deux niveaux sont des plans optimaux, permettant de réduire la charge expérimentale, proposée par un plan factoriel complet, en focalisant sur les effets les plus intéressants.

Un plan factoriel complet comporte  $2^k$  essais et permet d'estimer, non seulement les effets des facteurs, mais aussi toutes leurs interactions possibles. De ce fait, on est toujours amené à faire plus d'essais pour collecter moins d'informations car les interactions d'ordre supérieur ou égal à 2 sont négligeables et ne peuvent rien nous apporter.

La solution proposée par les plans fractionnaires consiste à utiliser pour l'étude de  $k$  facteurs les matrices des effets des plans complets  $2^{k-p}$ . L'avantage de ces plans est évident : la charge expérimentale est divisée par  $2^p$  par rapport aux premiers plans,  $p$  est le nombre de facteurs aliés « confondus » délibérément, c'est-à-dire qui ont des niveaux de même alternance dans la matrice des expériences [47].

### **VI.6.3. Plans de mélange**

La démarche générale des plans de mélange consiste à traduire la variation d'une réponse en fonction des constituants du mélange par la relation  $Y = f(X_i)$  avec  $X_i = 1$  et  $i$  varie entre 1 et  $k$  (le nombre total de facteurs) [47].

#### **VI.6.3.1. Modèles représentatifs d'un mélange :**

Pour traduire les variations d'une réponse en fonction de la composition du mélange, il existe plusieurs modèles, à savoir le modèle linéaire, le modèle quadratique, le modèle spécial cubique... Pour élaborer un tel modèle de degré  $n$  avec  $k$  constituants, le réseau Scheffé ( $k, n$ ) propose de choisir les teneurs en  $X_i$  du mélange suivant la série  $0, 1/n, 2/n, \dots, n/n$  ; ainsi on aura autant de mélanges différents que de coefficients à déterminer dans le modèle polynomial.



- **Modèle linéaire**

Dans le cas des mélanges, on a toujours la relation suivante :  $X_i = 1$  qui exprime la notion d'un mélange. De ce fait, le modèle linéaire prend sa forme de  $Y = a_k X_k$ . Ce modèle n'a pas de constante. Pour  $k=3$ , on aura donc  $Y = a_1 X_1 + a_2 X_2 + a_3 X_3$ . La résolution de cette équation nécessite alors trois mélanges chacun est situé au sommet du triangle représentatif du domaine expérimental. Et pour tester la validité du modèle, on effectue un autre essai au barycentre du triangle.

- **Modèle quadratique**

C'est un modèle de degré 2. Sa forme générale est :  $Y = a_i X_i + a_{ij} X_i X_j$  ( $j > i$ ).

Dans le cas du mélange ternaire on a :

$$Y = a_1 X_1 + a_2 X_2 + a_3 X_3 + a_{12} X_1 X_2 + a_{13} X_1 X_3 + a_{23} X_2 X_3$$

Ce modèle est dicté par un réseau Scheffé (3,2) constitué par six points aux sommets et aux milieux des arrêts du triangle. Pour tester la validité de ce modèle, on a recours à faire quatre essais situés dans les barycentres des sous triangles ainsi formés.

- **Modèle spécial cubique**

Il s'agit cette fois d'un modèle de degré 3, ayant la forme générale suivante :

$$Y = a_m X_m + a_{ij} X_i X_j + a_{ijh} X_i X_j X_h$$
 ( $i < j < h$ ) et  $m$  varie librement entre 1 et  $k$ .

Dans notre cas  $k=3$ , on a :

$$Y = a_1 X_1 + a_2 X_2 + a_3 X_3 + a_{12} X_1 X_2 + a_{13} X_1 X_3 + a_{23} X_2 X_3 + a_{123} X_1 X_2 X_3$$

Dans ce cas, on a sept facteurs à déterminer donc il nous faut sept mélanges qui seront pris aux sommets, aux milieux des arrêts et au barycentre du domaine expérimental.

Pour tester la validité de ce modèle on effectue les six mélanges correspondant aux 1/3 et 2/3 de chaque arrêt. Ainsi, on aura au total 13 mélanges de ciments à réaliser.

### VI.6.3.2. Différents types de mélanges

Les plans de mélanges permettent le choix des mélanges à tester de façon à pouvoir mieux estimer les coefficients  $a_i$ ,  $a_{ij}$  et  $a_{ijh}$ . Ce sont des plans optimaux.

Ces plans sont distingués selon les contraintes auxquelles sont soumises leurs différentes composantes  $X_i$  :

- **Plan de mélange type I** : dans ce plan, on note qu'il n'y a pas de contrainte particulière.

- **Plan de mélange de type II** : est tel que  $X_i \leq l_i$ . Ses contraintes sont fréquemment rencontrées. Si aucune contrainte n'est signalée sur une composition, il y a toujours la contrainte naturelle  $X_i \geq 0$ .
- **Plan de mélange de type III** : est tel que  $l_i \leq X_i \leq u_i$ . ce sont les plus fréquents et les plus difficiles à utiliser.
- **Plan de mélange type IV** : où  $X_i (i=2...k) \ll X_1$  où  $X_1$  est le solvant. C'est un cas très particulier de solutions.

### VI.7. Outils de calcul

Parmi les outils mathématiques et statistiques utilisés pour l'estimation des coefficients des modèles ainsi que leur test, on trouve la régression linéaire. Pour étudier cet outil on s'intéresse aux modèles linéaires, et on réalise n essais. Si le modèle est polynomial, les résultats de la régression sont applicables en posant :  $X_3 = X_1^2$ ,  $X_4 = X_2^2$ ,  $X_5 = X_1 X_2$  .... [48].

Il est à noter que les différents types de plans d'expériences ainsi que toutes les méthodes et tous les tests, sont informatisés et présentés dans plusieurs logiciels « JMP-Minitab-Statistica – Nemrodw – Design-Expert » qu'on a utilisé pour faire le traitement statistique de nos résultats.

### VI.8. Présentation de logiciel « Design-Expert »

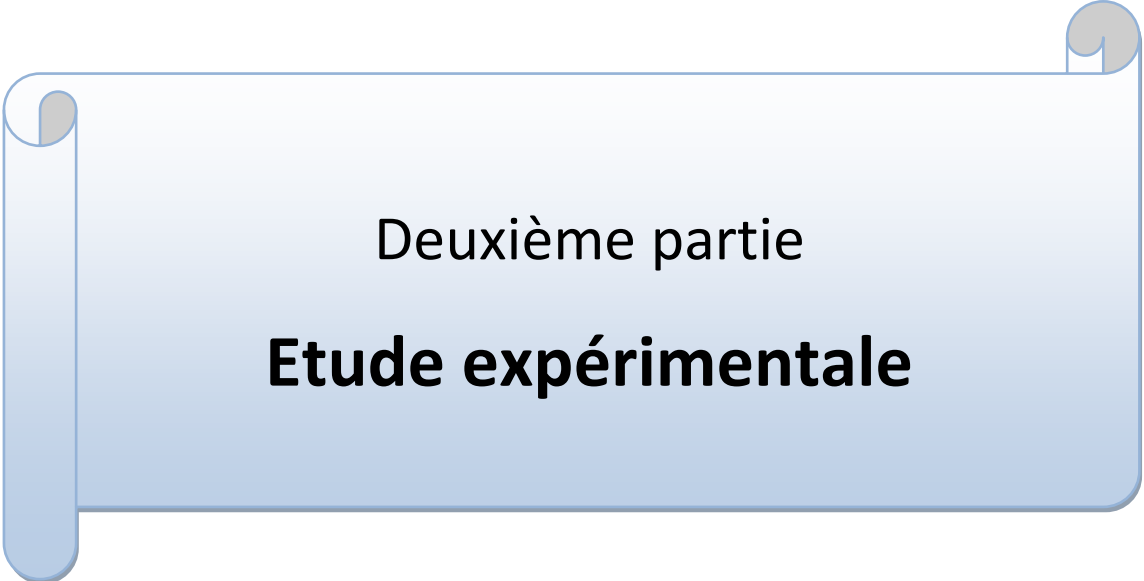
Le logiciel utilisé pour la réalisation de cette étude est **le logiciel Design-Expert 8.0.7.1 version anglaise.**

Le logiciel Design-Expert permet la conception de stratégies expérimentales optimales, ainsi que l'élaboration des plans d'expériences et l'analyse de leurs résultats. Il s'adapte à tous types de problèmes afin de répondre précisément aux objectifs tout en tenant compte des contraintes expérimentales.

Pour le traitement des plans d'expériences, le logiciel Design-Expert met à notre disposition des outils d'analyse et des indicateurs statistiques spécifiques de l'objectif poursuivi.

### VI.9. Conclusion

La méthode des plans d'expériences consiste à organiser la démarche expérimentale et l'analyse décisionnelle en appliquant des règles rigoureuses basées sur l'exploitation des propriétés algébriques et statistiques des matrices décrivant les expériences. Elle amène une méthodologie pour résoudre nos problèmes d'optimisation.



Deuxième partie  
**Etude expérimentale**

## Préparation des matériaux utilisés

Ce chapitre consiste à présenter d'une façon globale les méthodes de préparation des matériaux utilisés dans notre étude.

- La préparation du ciment ; à savoir la préparation des composants du ciment (clinker ; pouzzolane ; laitier ; calcaire ; gypse)
- Préparation de sable normalisé ; qui concerne la normalisation du sable de oued-Essouf.
- Préparation de milieu agressif.

### I.1. La préparation du ciment :

#### I.1.1. L'extraction des matières première :

Le clinker et les trois ajouts nous été fourni par les ingénieurs du laboratoire de la cimenterie de Ain-kbira.

#### I.1.2. Le séchage et le broyage :

Pour favoriser les réactions chimiques qui suivent, les matières premières doivent être séchées et broyées dans des broyeurs à boulets de 5 kg (photo II.2).

- Le séchage s'est effectué dans une étuve à 105°C pendant 24 heures (Photo II.1).



**Photo (II.1) :** le séchage des ajouts.

### I.1.3. Le clinker :

Le broyage c'est effectué dans des broyeurs à boulets. Les corps broyant sont constitués de boulets d'acier qui, par choc, font éclater les grains de clinker et amènent progressivement le ciment à l'état de fine farine, ne comportant que très peu de grains supérieurs à 80 microns.

Après le broyage on passe au tamisage pour éliminer les particules supérieures à 80 microns. En suite le clinker a été conditionné dans des sacs en plastique.



Photo (II.2) : broyeur à boulet.

### I.1.4. Le gypse :

Le dosage du gypse ( sulfate de calcium déshydraté,  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) a été maintenu constant à 5% dans la préparation de tous les ciments, pour deux raisons, réguler la prise et ne pas masquer l'influence de la teneur en ajouts sur les propriétés mécaniques du ciment.

### I.1.5. Les ajouts :

- Le laitier : Le laitier granulé de haut fourneau. provient de l'usine métallurgique d'El-Hadjar (Annaba) et est constitué de l'oxyde de calcium (CaO), l'oxyde de magnésium (MgO) et dioxyde de silicium ( $\text{SiO}_2$ ).
- La pouzzolane : la pouzzolane provient de la région de Béni-Saf (l'ouest de l'Algérie), c'est une roche sédimentaire ayant une composition chimique et minéralogique appropriées.
- Le calcaire : il provient de la carrière de la cimenterie de Ain-kbira, sa teneur en carbonate de calcium  $\text{CaCO}_3$  est supérieure à 75% en masse.
  
- Broyage des ajouts : les ajouts ont été broyés avec le même procédé et dans les mêmes conditions que le clinker.

### 1.1.6. Plan d'expérience - Préparation des mélanges

#### 1.1.6.1. Introduction :

Avant de commencer la préparation des mélanges de ciments, l'établissement d'un plan d'expérience est primordial afin de mieux organiser notre plan d'étude.

Dans cette étude, on a opté pour un ciment quaternaire composé du Clinker broyé gypse et trois ajouts minéraux, la pouzzolane, calcaire et le laitier.

On a choisi dans nos mélanges un pourcentage de 20% pour les trois ajouts pouzzolane, calcaire et le laitier. Par contre le Clinker broyé gypse reste inchangé avec un pourcentage 80%. On se retrouve donc dans le cas d'un plan de mélange de **type I**.

Ce plan de mélange est établi sur la base du logiciel « design expert ».

#### 1.1.6.2. Facteurs :

Les facteurs que l'on veut varier d'une expérience à une autre, et qui nous estimons influence le résultat final (réponse), sont trois Facteurs quantitatifs qui représentent trois ajouts minéraux entrant en jeu dans la composition d'un ciment à étudier sont :

<u>facteurs</u>	<u>Nom</u>
A	pouzzolane
B	calcaire
C	laitier

#### 1.1.6.3. Niveaux des facteurs :

La délimitation du domaine de variation des facteurs choisis est limitée par un pourcentage de 20% de nos mélanges à étudier.

<u>Minimum</u>	<u>&lt;=</u>	<u>contrainte</u>	<u>&lt;=</u>	<u>Maximum</u>
0	<=	A :pouzzolane	<=	20
0	<=	B :calcaire	<=	20
0	<=	C :laitier	<=	20
		A+B+C	=	<b>20</b>

#### Contraintes de construction du plan

<u>Composant</u>	<u>Nom</u>	<u>Unité</u>	<u>Type</u>	<u>Minimum</u>	<u>Maximum</u>
A	pouzzolane	%	Melange	0	20
B	calcaire	%	Melange	0	20
C	laitier	%	Melange	0	20
				<b>Total =A+B+C = 20.00 %</b>	

**I.1.6.4. Réponses :**

Les réponses sont les propriétés mécaniques à mesurer pour la variation des facteurs que soit la Résistance à la compression ou à la flexion d'un mortier à 2 j, 7j, 28j.

Réponse Y	Name Rcj	Unité MPA
<b>La résistance à la compression Rcj à :</b>		
2 jours	7 jours	28 jours
Rc2	Rc7	Rc28
<b>La résistance à la flexion Rfj à :</b>		
2 jours	7 jours	28 jours
Rf2	Rf7	Rf28

**I.1.6.5. Matrice des expériences (*Plan de mélange*) :**

Composition normalisée pour une unité de 1%				Composition réelle pour 20 % d'ajouts		
N° DE MELANG E	X1 Pouzzolane (%)	X2 Calcaire (%)	X3 Laitier (%)	X1 Pouzzolane (%)	X2 Calcaire (%)	X3 Laitier (%)
1	0,6	0,2	0,2	12	4	4
2	0,2	0	0,8	4	0	16
3	0,2	0,6	0,2	4	12	4
4	0,2	0,4	0,4	4	8	8
5	0	0,4	0,6	0	8	12
6	0,6	0,4	0	12	8	0
7	0	0,2	0,8	0	4	16
8	0,6	0	0,4	12	0	8
9	0	1	0	0	20	0
10	0,4	0,4	0,2	8	8	4
11	0,8	0,2	0	16	4	0
12	0	0,8	0,2	0	16	4
13	0,8	0	0,2	16	0	4
14	0	0,6	0,4	0	12	8
15	0,4	0,2	0,4	8	4	8
16	1	0	0	20	0	0
17	0,4	0	0,6	8	0	12
18	0,4	0,6	0	8	12	0
19	0	0	1	0	0	20
20	0,2	0,2	0,6	4	4	12
21	0,2	0,8	0	4	16	0
22	0,33	0,33	0,33	6,66	6,66	6,66

### I.1.7. Pesage et étiquetage :

Tout les mélanges (22 mélanges) ont été pesés soigneusement et conditionnés dans des sacs du plastiques de 1kg et étiquetés en fonction des pourcentages de composants.



**Photo (II.3) :** ciment avant l'agitation.



**Photo (II.4) :** ciment après l'agitation.

### I.1.8. Agitation :

C'est la phase finale du processus elle s'est effectuée à la cimenterie de Ain kebira à l'aide d'un agitateur électrique pendant 5 minutes pour chaque mélange.



**Photo (II.5) :** agitateur électrique.



## 1.2. Préparation du sable normalisé :

Un sable normalisé, est un sable naturel, siliceux notamment dans ses fractions les plus fines. Il est propre, les grains sont de forme généralement isométrique et arrondie.



**Photo (II.6) :** sable normalisé.

- **Origine du sable normalisé :**

On a normalisé le sable de oued-Essouf à la norme « EN 196-1 Et : 2009 »

**Oued Essouf :** située au sud-est de l'Algérie, à 620 km au sud-est d'Alger et c'est loin de Bordj Bou Arreridj 463 km sur la route nationale RN48.

- **Lieu de préparation :**

Laboratoire de département de Génie Civil de l'université Mohamed ELBachir ELibrahimi; Bordj Bou Arreridj.

- **Lavage du sable :**

Le lavage s'effectue par l'utilisation d'une façon abondante et continue de l'eau chaude. Le séchage est effectué à l'air libre.

- **Méthode de normalisation du sable :**

La normalisation doit être effectuée après lavage et séchage en suivant les étapes ci-dessus :

- Prélèvement d'une masse de matériau (Sable de Oued ELssouf sec).
- Constitution de colonne de tamis propres et sec dont l'ouverture des mailles de haut en bas (exprimée en mm) [2.0, 1.6, 1.00, 0.5, 0.16, 0.08].
- Versement du sable sur la colonne de tamis et celle-ci est vibrée à l'aide de la tamiseuse électrique pendant **5** minutes.
- Les fractions ainsi obtenues dans chaque tamis ont été conditionnées dans des sacs séparés.

La même méthodologie pour tout le sable.

Les fractions du sable ont été mélangées selon le Tableau (II.7) et conditionnées dans des sacs de 1350 g, qui serviront à la préparation du mortier.

**Tableau (II.1) :** analyse granulométrique du sable normalisé.

Tamis ouverture des mailles (mm)	Refus cumulés(%)
0.08	99±1
0.16	87±5
0.5	67±5
1.0	33±5
1.6	7±5
2.0	0.0

### I.3. Préparation de milieu agressif :

Pour mieux analyser l'effet d'un milieu agressif sur la durabilité des mortiers on a opté pour un milieu agressif constituée d'acide sulfurique avec une concentration de 3,5%, sa formule est  $H_2SO_4$ . C'est un acide minéral dont la force est seulement dépassée par quelques supers acides.



- Formule :  $H_2SO_4$
- Densité: 1,84 g/cm
- Masse molaire : 98,079 g/mol
- Point de fusion : 10 °C
- Point d'ébullition : 337 °C
- Nom IUPAC : Sulfuric acid

**Photo (II.7) :** acide sulfurique.

**I.4. Eaux utilisé :**

L'Eau de gâchage utilisé est un eau propre il provient du réseau d'alimentation de l'université.

Pour la conservation des éprouvettes, on a utilisé l'eau distillé.

## Méthode d'essais

### II.1. Introduction

Dans le but de mettre en évidence la réponse mécanique et la durabilité d'un mortier à base de ciment quaternaire des essais physiques, chimiques, minéralogiques et mécaniques ont été effectués au sein des laboratoires suivants :

Laboratoire physique de la cimenterie de Ain el kbira .

Laboratoire chimique de la cimenterie de Ain el kbira.

Laboratoire chimique de la cimenterie « LAFARGE » M'sila.

Laboratoire de département de Génie Civil de l'université Mohamed EL Bachir EL Ibrahim; Bordj Bou Arreridj.

Remarque : La plupart des essais de caractérisation des matériaux ont été réalisés au sein du laboratoire chimique de la cimenterie de Ain el kbira sous des conditions climatiques  $T 20 \pm 2^{\circ}\text{C}$  et une humidité relative  $HR = 45\%$  à  $55\%$ .

**Tableau (II.2) : Les essais de caractérisation des matériaux.**

Matériaux	Essai de caractérisations
Sable	-Equivalent de sable.
Ciment	-La masse volumique. -La surface spécifique. -Consistance - Début de prise - Fin de prise. -Fluorescence X.
Clinker	-La masse volumique. - La surface spécifique.
Calcaire	-La masse volumique. - La surface spécifique.
Laitier	-La masse volumique. - La surface spécifique.
Pouzzolane	-La masse volumique. - La surface spécifique.

**Tableau (II.3) : Les essais mécaniques.**

Matériau	Essai mécanique
Eprouvette de mortier	Résistance à la flexion et à la compression a 2, 7et28 jour.

## II.2. Les essais de caractérisation

### II.2.1. Le sable :

#### ▪ Equivalent de sable (EN 933-8) :

Selon la norme NF-18-598 qui décrit de manière détaillée le mode opératoire concernant cet essai.

Cet essai nous permet de mettre en évidence la proportion d'impuretés argileuses contenues dans le sable et le pourcentage des poussières nuisibles et les éléments argileux qui diminuent la qualité des bétons ou mortier et provoque des gonflements et des retraites.

#### Mode opératoire :

- tamiser une quantité de sable (masse supérieure à 500g).
- prendre une pesée de 120g.
- Remplir l'éprouvette de solution lavant jusqu'au premier repère.
- A l'aide de l'entonnoir verser la prise d'essai (120g) dans l'éprouvette et taper fortement à plusieurs reprises avec la paume de la main a fin de chasser les bulles d'air.
- laisser reposer pendant 10 minutes.
- fermer l'éprouvette à l'aide du bouchon en caoutchouc et lui imprimer 90cycles de 20cm de course horizontal en 30 secondes à l'aide d'un agitateur mécanique.
- retirer le bouchon, le rincer avec le solution lavante au-dessus de l'éprouvette, rincée ensuite les parois de cette dernière.
- Faire descendre le tube laveur dans l'éprouvette, le rouler entre le pouce et l'index en faisant tourner lentement le tube et l'éprouvette et en imprimant en même temps eu tube un léger piquage, cette opération a pour but de laver le sable et de faire montrer les éléments fins et argileux.
- Effectuer cette opération jusqu'à ce que la solution lavante atteigne le 2ème repère, laisser ensuite reposer pendant 20minutes.

#### Equivalent de sable visuel (E.S.V) :

Après 20 minutes de dépôt de sable, lire la hauteur  $h_1$  du niveau supérieur du flocculant jusqu'au fond de l'éprouvette à l'aide d'une réglette.

Mesurer également avec la règle la hauteur  $h_2$  comprise entre le niveau supérieur de la partie sédimentaire et le fond de l'éprouvette.

$$\boxed{ESV = (h_2 / h_1) \times 100}$$

avec:  $h_2 < h_1$

**Equivalent de sable piston (E.S.P) :**

Introduire le piston dans l'éprouvette et laisser descendre doucement jusqu'à ce qu'il repose sur le sédiment, cet instant bloquer le manchon du piston, et sortir celui-ci de l'éprouvette.

Introduire la règle dans l'encoche du piston jusqu'à ce que le zéro vienne buter contre la face intérieure de la tête du piston, soit  $h'_2$  la hauteur lue et correspondant à la hauteur de la partie sédimentée.

$$\boxed{\text{E.S.P} = (h'_2 / h_1) \times 100}$$

$h_1$  : La hauteur du sable +floculat

$h'_2$  : La hauteur du sable ( $h'_2 < h_1$ ).

**II.2.2. Le Ciment :**

Les essais de calcul de la masse volumique et la surface spécifique Blaine de ciment c'est les mêmes méthodes calcul de la masse volumique et la surface spécifique Blaine que les ajouts (laitier, calcaire, pouzzolane).

**▪ Masse volumique absolue :****Le but :**

Détermination de Masse spécifique d'un ciment par le densimètre **LECHATelier**.

**Définition :**

La masse spécifique peut être un indice de la qualité du liant, en générale, sa valeur permet de déceler l'introduction des adjuvants ou des produit ou liants, la masse spécifique est la masse d'un liant par unité de volume de matière plein, examiné dans les conditions d'ambiance.

**Matériel nécessaire :**

- Un volumétre LeChatelier
- Un liquide inerte vis-à-vis du ciment (alcool brûler de préférence, à défaut eau).
- Une balance.
- Un entonnoir à long col.
- Une tige métallique.
- Une spatule.

**Mode opératoire :**

- On pèse 64g du ciment
- On introduit cette quantité dans le densimètre **LECHATelier** déjà rempli en benzène.
- On introduit le densimètre dans un bain thermostatique à une température de ( $20 \pm 1^\circ$ )
- Lorsque le niveau de benzène devient stable on note le volume déplacé V.

On calcule la masse spécifique avec la formule suivante :

$$\rho_c = M/V \quad (\text{kg/l})$$

Ou  $M$  : masse de ciment dans le densimètre.

▪ **La surface spécifique Blaine (SSB) norme (NF-P 15 442) :**

La SSB et la surface totale en  $\text{cm}^2$  développée par 1g de liant, elle est mesurée conventionnellement selon la norme NF-P 15 442.

**Matériel Utilisé :**

Un appareil appelé « Perméabilimètre de **Blaine** ». Il se compose pour l'essentiel de :

- **Cellule** : dans laquelle est placé le ciment à tester.
- **Manomètre** : constitué d'un tube en verre en forme de U rempli, jusqu'à son repère inférieur d'une huile légère ou mercure.
- **La cellule** est équipée d'une grille en sa partie inférieure.
- **une grille** : est plane et perforé de 30a40trous de 1mm de diamètre
- **Un piston** : sert à tasser le ciment dans la cellule sous un volume V défini.
- **Une balance** : précise à 0,001 g.
- **Un chronomètre** : précis à 0,2 s près.
- **Des rondelles de papier filtre** : adaptées au diamètre de la cellule.
- mercure pour mesurer le volume V de la couche tassée.
- Un thermomètre précis à 0,1 °C près pour mesurer la température de l'air.

**Mode opératoire :**

- Placer grille + papier filtre + ciment (quantité calculée) + papier filtre.
- Tasser et ôter le piston.
- Vérifier le niveau du liquide : il doit arriver au trait inférieur (4); si nécessaire, parfaire ce niveau.
- Placer la cellule sur l'ajutage. La jonction doit être étanche (très mince couche de vaseline).
- s'assurer de l'étanchéité de l'ensemble (boucher la cellule avec le pouce, aspirer avec la poire pour faire monter le liquide aux environs du trait supérieur (1), si on ferme le robinet, le niveau doit rester constant).
- L'étanchéité tant réalisée, aspirer le liquide jusqu'à ce qu'il atteigne le trait supérieur (1), et fermer le robinet.
- L'air traverse le ciment, et le niveau du liquide baisse : chronométrer le temps que met le liquide à passer du 2<sup>e</sup> trait au 3<sup>e</sup> trait; soit t (en secondes) la moyenne des temps résultant des 3<sup>e</sup> mesures consécutives.

La surface spécifique est calculée par la formule :

$$S = k \frac{\sqrt{e^3} \cdot \sqrt{t}}{\rho(1-e)\sqrt{\eta}}$$

- t : Temps mesuré en secondes.
- k : Constante de l'appareil.
- ρ : Masse spécifique (g/cm<sup>3</sup>).
- E : Porosité de la couche tassée, égale 0.500.
- η : Viscosité de l'air à la température air=20°C.
- S : Surface spécifique (cm<sup>2</sup>/g).

▪ **Consistance normale (Norme : NF. P15 358) :**

Il s'agit de déterminer la quantité d'eau à ajouter à un poids de ciment pour obtenir une pâte dite normale. Cette quantité d'eau est la quantité jugée nécessaire pour l'hydratation complète du ciment. Cet essai dit essai de consistance est réalisé à l'aide de l'appareil de VICAT. Pour réaliser l'essai de consistance, l'appareil de VICAT est muni d'une sonde dite de VICAT. La sonde de VICAT a 10 mm de diamètre. Elle est laissée sans vitesse initiale depuis la surface d'un moulage de pâte de 40 mm de haut. Elle s'enfonce sous son propre poids pour s'arrêter à une distance d du fond. La pâte est dite normale lorsque la sonde s'arrête à 6 ± 1 mm du fond. Cette détermination est faite par tâtonnement. Et on exprime le résultat sous le rapport E /C. La pâte sera à consistance normale si d= 6mm ± 1mm :

- si d > 7 mm : il n'y a pas assez d'eau,
- si d < 5 mm : il y a trop d'eau.

**Mesure des temps de début et de fin de prise (EN 196-3) :**

1. **Le début de prise** : c'est l'instant où l'aiguille cesse de s'enfoncer et s'arrêter à 1mm au fond du moule pour une pâte normale.
2. **La fin de prise** : c'est l'instant où l'aiguille ne s'enfonce plus dans la pâte.

**Principe de l'essai :**

L'essai consiste à suivre l'évolution de la consistance d'une pâte de consistance Normalisée ; l'appareil de vicat équipé d'une aiguille de 1.13 mm de diamètre. Quand, sous l'effet d'une charge de 300 g, l'aiguille s'arrête à une distance d du fond du moule telle que d = 4 mm ± 1 mm.



**Equipement nécessaire :**

- Salle climatisée ( $20\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ ) et dont l'humidité relative soit supérieure à 90%.
- Malaxeur normalisé.
- Appareil de Vicat équipé d'une aiguille de 1,13 mm.

**Mode opératoire :**

On détermine l'essai de prise avec l'appareil de VICAT. Après avoir préparé la pâte normale, il faut remplir immédiatement le moule tronconique et araser la surface supérieure avec une spatule.

Placer le moule rempli de la pâte sous l'axe de l'aiguille, laissé descendre, cette dernière perpendiculairement à la surface et l'immobiliser à son contact. L'aiguille est amenée à la surface de l'échantillon et relâchée sans vitesse initiale, lorsqu'elle est immobilisée (ou après 30s d'attente) relever la distance  $d$  séparant l'extrémité de l'aiguille de la plaque de base.

**▪ Fluorescence X :**

La fluorescence X est une technique d'analyse élémentaire non-destructive de l'échantillon. Elle est utilisée au LRMF pour l'analyse de la composition chimique des matériaux minéraux (céramiques, verres, glaçures, pierres, ciments...). L'analyse quantitative sert à différencier et à caractériser les matériaux afin de connaître la technique de fabrication des objets, d'établir des classifications des collections et de retrouver les provenances à partir d'objets de fouilles découverts dans les ateliers et utilisés comme éléments de référence.

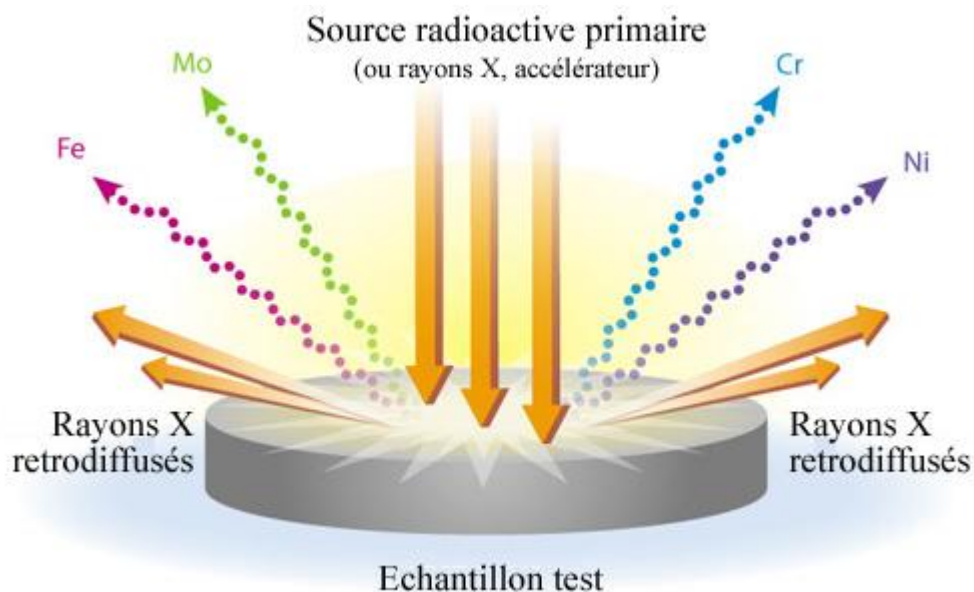
**Principe :**

La technique d'analyse comprend deux parties :

- une source d'excitation : provoque l'émission d'un spectre de rayons X caractéristique de la composition de l'objet.
- un détecteur et un analyseur de rayonnement : identifient les raies composant le spectre.

Deux **détecteurs** sont couramment employés :

- à flux gazeux : le gaz du compteur est ionisé lors du passage d'un photon X. Il permet de détecter les éléments compris entre le sodium et le zinc.
- à scintillation : il s'agit d'un cristal d'iodure de sodium. Ce compteur permet d'analyser les éléments de numéro atomique supérieur à celui du fer.



(Figure II.1) : schéma représentative de l'essai de fluorescence.

### II.3. Formulation des mortiers :

Nous utiliserons des mortiers normaux, selon la norme NFP 15-403 dont la composition est la suivante :

- 450g de liant, les ajouts étant toujours introduits en substitution du ciment.
- 1350g de sable normalisé.

Le taux de l'eau de gâchage a été maintenu constant pour l'ensemble des gâchées :  $E/C = 0.5$ .

Le mortier normal est réalisé à l'aide d'un malaxeur **MATEST** dans une cuve de cinq litres répandant aux caractéristiques de la norme NF P 15-411.

Nous avons élaboré les séries d'éprouvettes suivantes :

- $40 \times 40 \times 160 \text{ mm}^3$  destinées pour les essais de la résistivité à l'attaque acide.
- $40 \times 40 \times 160 \text{ mm}^3$  destinées pour les essais mécaniques.

#### II.3. 1. Confection des éprouvettes :

Les échantillons d'essais ont été confectionnés conformément à la Norme ENV 197-1. Dans des moules prismatiques  $40 \times 40 \times 160 \text{ mm}^3$  et compactés mécaniquement à l'aide d'une table à choc. Une fois arasés, les moules contenant les échantillons sont couverts de film en plastique et stockés dans l'environnement de

laboratoire. Le démoulage est effectué après une durée de 24h et les échantillons sont conservés au laboratoire dans une eau distillé jusqu'au jour de teste (photo 3.4).



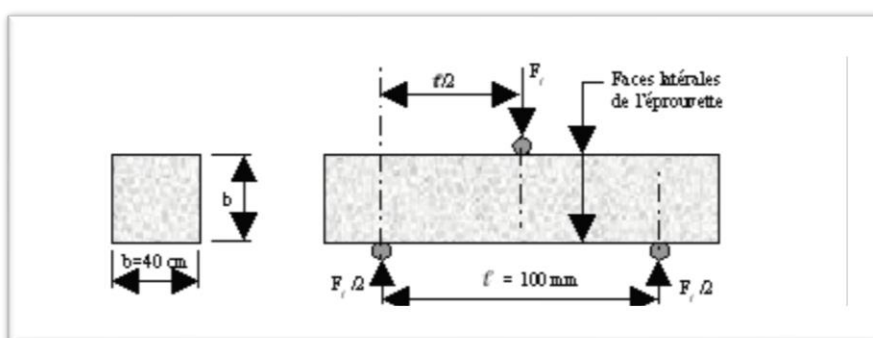
**Photo (II.8):** Mode de conservation des éprouvettes.

Il est à noter que les essais mécaniques ont été effectués aux échéances de : 2 – 7 et 28 jours.

## II.4. Les Essais mécaniques :

### II.4.1. Résistance à la flexion :

La mesure de la résistance à la flexion a été effectuée à l'aide d'un appareil MATEST pourvu d'un dispositif de flexion trois points (Figure II.2).

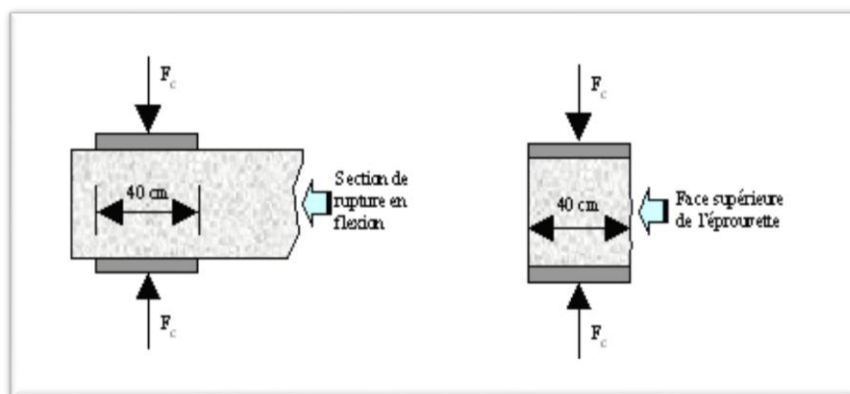


**(Figure II.2) :** schéma de flexion de trois points.

### II.4.2. Résistance à la compression :

La résistance à la compression des mortiers a été évaluée sur les demi-primes issues de la flexion trois-points. Le demi-prisme est centré entre les deux plateaux de l'appareil **MATEST** et un chargement est effectué à une vitesse constante de 0.05 Mpa/s jusqu'à la rupture. On effectue la lecture de la charge d'écrasement  $P$  en Mpa et la résistance l'appareil.

Les essais sont effectués conformément à la Norme NF P 15-471.



(Figure II.3) : schéma de l'essai de compression.

### II.5. Essai de durabilité - Attaque des mortiers par l'acide sulfurique :

- Procédure de l'essai :

Pour la caractérisation de la résistance chimique, des éprouvettes de mortier de  $(40 \times 40 \times 160)$  mm<sup>3</sup>. ont été confectionnées selon la Norme ENV 197-1. Démoulées après 24 heures, les éprouvettes ont été conservées dans l'eau distillée à  $20^\circ \pm 2^\circ\text{C}$  jusqu'à 28 jours. Après 28 jours de cure sous l'eau, les éprouvettes sont pesées pour déterminer leurs masses avant l'attaque chimique puis elles sont immergées dans la solution de 3,5 % de l'acide sulfurique.



Photo (II.9): Eprouvettes de mortiers immergés dans la solution acide.

La solution d'attaque est renouvelée chaque 15 jour. De telle façon à maintenir un pH constant.

- Le degré de l'attaque est évalué par la formule de perte de masse suivante

$$\text{Perte de masse (\%)} = [(M_1 - M_2) / M_1] \times 100$$

Avec :  $M_1$  : masse des éprouvettes avant immersion.  
 $M_2$  : masse des éprouvettes après immersion.

## II.6. Conclusion

Les essais physiques, mécanique, les analyses chimiques et les analyses minéralogiques effectués dans les différents laboratoires donnent une idée générale sur les caractéristiques principales des matériaux servant à la formulation des mortiers qui seront étudiés au chapitre suivant du point de vue mécanique et durabilité.

## Caractérisation des matériaux utilisés

### III .1. Caractérisation du sable

#### III .1.1. Equivalant de sable avant la normalisation :

Tableau (II.4) : Equivalent de sable de Oued Essouf.

Essai	H1	H2	H'2	E.S.V (%)	E.S.P
1	10,4	9	8,3	<b>86,53</b>	<b>81,80</b>
2	10,2	9	8,4	<b>88,23</b>	<b>82,35</b>
3	10,2	8,8	8,3	<b>86,27</b>	<b>81,37</b>

Après la comparaison aux résultats proposés par G-DREUX :

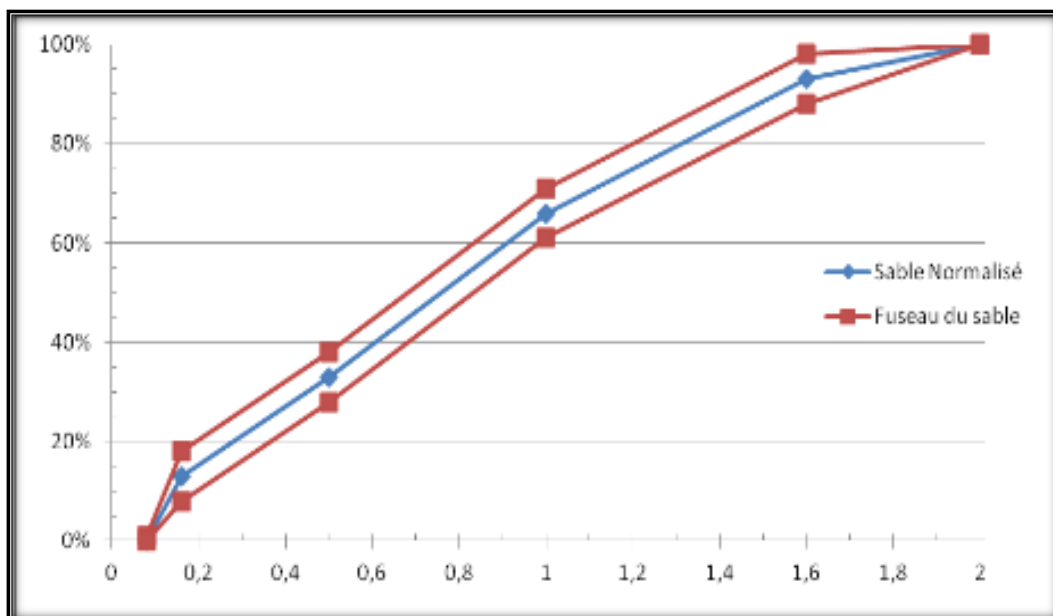
E.S.V > 85 %

E.S. P > 80 %

donc : le sable de Oued Essouf est très propre.

#### III .1.2. Analyse granulométrique du sable normalisé :

Le sable normalisé est conditionné en sac plastique en dose de  $1350 \pm 5g$  et sa courbe granulométrique doit se situer à l'intérieur de fuseau indiqué dans la (Figure II.4) :



(Figure II.4) : Courbe granulométrique du sable normalisé.

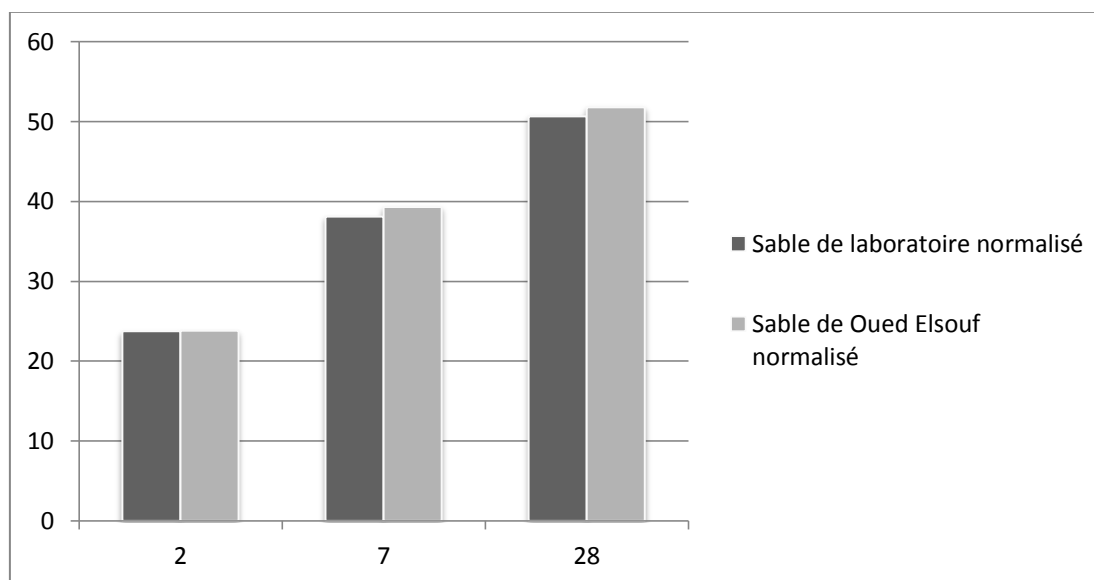
### III .1.3. Etude comparative entre le sable normalisé de laboratoire et notre sable préparé :

On à formulé deux mortiers avec le même type de ciment(CRS), l'un à base de sable normalisé de laboratoire et l'autre à partir du sable normalisé de Oued Essouf (notre sable), les résultats sont donnés dans le tableau (II.5) :

**Tableau (II.5) :** résultat à la compression et la flexion de déférent type de sable.

EPP	2 jours		7 jours		28 jours	
	FLEXION	COMPRESSION	FLEXION	COMPRESSION	FLEXION	COMPRESSION
CRS +Sable Normalisé de laboratoire	5,35	23,73	6 ,10	38,08	8,98	50,63
CRS +Sable de Oued Essouf Normalisé	5 ,44	23.80	5 ,64	39,29	8,05	51,75

#### Interprétation des résultats :



De ce histogramme il s'avère que la normalisation de notre sable s'est effectuée d'une manière juste et correcte étant donné que les résultats sont identiques voir supérieurs à celle d'un sable normalisé de laboratoire.

### III .2. Caractérisation des ciments fabriqués et leurs composants

#### III .2.1. Caractérisation des composants cimentaires :

- Les essais physiques :

Tableau (II.6) : la masse volumique et SSB des composants.

Les composants	La masse volumique (g/ml)	SSB (cm <sup>2</sup> /g)
Clinker	3,20	3499
Pouzzolane	2,70	4000
Laitier	2,78	3213
Calcaire	2,75	3900

- L'analyse chimique :

Les compositions chimiques de clinker et ajouts :

Tableau (II.7) : Les compositions chimiques de clinker et ajouts.

Les composants	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	K <sub>2</sub> O	NaO <sub>2</sub>	SO <sub>3</sub>	Cl
Clinker	21,30	5,47	3,04	64,9	1,72	0,72	0,11	0,55	-
Pouzzolane	65,34	15,02	2,95	2,52	1,33	2,21	1,70	0,2	-
Laitier	35,85	5,08	7,77	37,22	3,55	0,27	0,12	-	-
Calcaire	1,51	0,46	0,41	54,2	0,44	0,08	0,02	0,05	0,005
Gypse	10,05	2,99	1,55	26,90	3,86	0,41	0,05	30,33	0,007



### III .2.2. Caractérisation des mélanges du ciment :

- **La Surface spécifique Blaine et la masse volumique de chaque type de ciment :**

**Tableau (II.8) :** La Surface spécifique Blaine et la masse volumique de chaque type de ciment.

Type de ciment	La masse volumique (g/ml)	SSB (cm <sup>2</sup> /g)
1	3.106	3562
2	3.108	3473
3	3.110	3555
4	3.111	3528
5	3.113	3496
6	3.108	3591
7	3.111	3469
8	3.104	3536
9	3.101	3579
10	3.109	3559
11	3.104	3595
12	3.116	3551
13	3.103	3567
14	3.114	3524
15	3.108	3532
16	3.101	3599
17	3.106	3504
18	3.111	3587
19	3.110	3441
20	3.109	3500
21	3.114	3583
22	3.09	3539

- **Mesure des temps de début et de fin de prise (pâte) :**

**Résultat d'essai :**

**Tableau (II.9) :** Les délais de prise.

Type de ciment	Consistance normale (%)	Début de prise (min)	Fin de prise (min)
1	24,6	95	203
2	27,5	158	305
3	27,3	156	206
4	26,8	120	160
5	27,3	99	215
6	25,6	126	245
7	28,2	118	190
8	27,6	114	265
9	24,0	90	195
10	28,0	162	228
11	24,0	108	226
12	24,5	105	217
13	29,0	99.0	209
14	27,0	84	197
15	28,2	165	320
16	28,2	82.0	197
17	27,6	146	322
18	24,6	77	189
19	26,7	140	339
20	27,4	177	289
21	26,6	130	222
22	27,8	153	298

Les résultats de tableau (II.9) démontrent clairement que la prise des ciments contenant un taux élevé de calcaire est plus accélérée.

- **Fluorescence X :**

**Tableau (II.10) :** Résultats de l'analyse chimique de différent type de ciment.

<b>Ciment</b>	<b>Analyse Chimique</b>								
	<b>SiO<sub>2</sub></b>	<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	<b>CaO</b>	<b>MgO</b>	<b>SO<sub>3</sub></b>	<b>K<sub>2</sub>O</b>	<b>NaO<sub>2</sub></b>	<b>R ins</b>
<b>Type 01</b> (120g P+40gC+40g L)	23,64	6,00	5,49	55,04	1,99	1,56	0,44	0,17	3,98
<b>Type 20</b> (40g P+40g C+120g L)	23,33	5,36	5,28	56,81	2,12	1,68	0,39	0,15	3,51
<b>Type 03</b> (40g P+120g C+40g L)	21,15	4,89	4,81	57,18	1,74	1,52	0,37	0,10	6,22
<b>Type 22</b> (66.6g P+66.6g C+66.6g L)	22,66	5,41	5,23	55,90	1,97	1,55	1,35	0,15	4,58
<b>Type 10</b> (80g P+80g C+40g L)	22,42	5,48	5,14	56,17	1,88	1,54	1,36	1,11	5,12
<b>Type 04</b> (40g P+80g C+80g L)	22,18	5,11	4,94	56,47	1,97	1,61	0,37	0,10	4,8
<b>Type 15</b> (80g P+40g C+80g L)	23,33	5,67	5,32	55,34	2,10	1,61	0,42	0,13	3,71

L'analyse chimique des ciments quaternaires présente les mêmes composants chimiques puisque ils contiennent les 3 types d'ajouts ce qui leur confèrent des meilleurs caractéristiques.

### III .3. L'eau de gâchage :

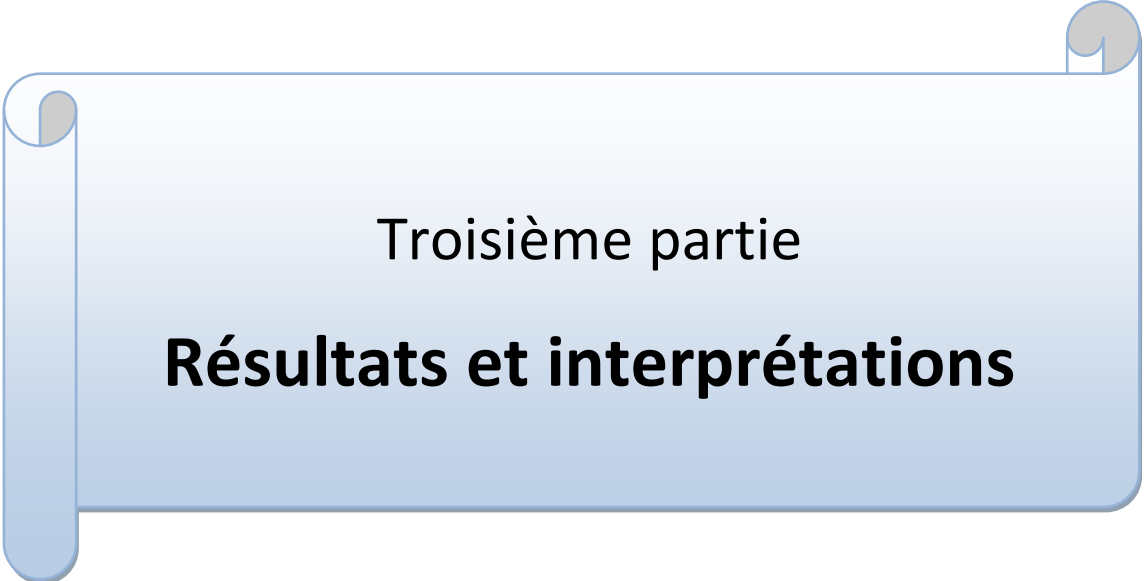
Le tableau suivant rassemble les résultats obtenus concernant les analyses physico chimiques.

**Tableau (II.11):** Analyses physico-chimiques de l'eau de gâchage [49].

Paramètres physiques	Méthodes utilisés	Résultat	Normes
PH	pH mètre	8.18	6,5-8,5
Conductivité $\mu\text{s}/\text{cm}$	conductimètre	1250	2800
Turbidité NTU	Turbidimètre	1.44	
Température °C		25	20 – 30
Chlore total mg/L	Photo-Flex	0.24	0,05-0,5
Parametres De pollutions	Méthodes utilisés	Résultats	Normes
Nitrites ( $\text{NO}_2^-$ ) mg/l	Photo-Flex	< 0,15	Concentration max = 0,1
Nitrates ( $\text{NO}_3^-$ ) mg/l	Photo-Flex	< 1,8	Concentration max = 50
phosphates mg/l	Photo-Flex	< 0,5	0,5-25,00
Minimalisation globale	Méthodesutilisés	Résultats	Normes
Magnésium mg/l	Photo-Flex	35	5-215
Sulfate mg/l	Photo-Flex	151	25-250
Dureté TH °F	Photo-Flex	23,5	15-50

### III .4. Conclusion :

La connaissance de ces caractéristiques nous aide d'une façon significative à commenter les résultats des essais expérimentaux.



Troisième partie  
**Résultats et interprétations**

## Les résultats obtenus

### I.1. Introduction :

Nous présentons dans ce chapitre les résultats des différents essais effectués sur les mortiers confectionnés selon les ciments avec ajouts (Pouzzolane – Calcaire et laitier) suivant le plan de mélange.

Ces résultats portent sur les résistances mécaniques (compression et flexion) aux échéances 2 - 7- 28 jours, ainsi que sur la résistance de ces mortiers à l'attaque acide sulfurique (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>).

### I.2. Les résultats mécaniques :

#### I.2.1. Flexion :

**Tableau (III.1):** La résistance mécanique à la flexion.

Type de ciment	Résistance a la flexion (MPa)		
	2J	7J	28J
1	5.213	7.627	7.661
2	5.69	7.647	8.311
3	5.255	7.055	7.018
4	6.490	7.618	7.051
5	5.635	7.708	7.051
6	5.453	7.681	6.833
7	5.882	7.464	6.775
8	5.564	5.880	6.631
9	5.715	7.111	5.783
10	5.164	6.776	6.423
11	4.928	7.374	6.208
12	5.807	7.837	6.446
13	4.911	7.553	6.405
14	4.881	7.727	6.482
15	5.439	7.524	6.564
16	4.548	6.615	6.593
17	4.769	6.510	6.939
18	4.849	6.474	5.946
19	4.841	6.714	8.006
20	4.812	6.526	7.394
21	4.933	5.887	5.74
22	4.408	6.319	6.172

**I.2.2. Compression :****Tableau (III.2):** La résistance mécanique à la compression.

Type de ciment	Résistance a la compression (Mpa)		
	2J	7J	28J
1	22.168	41.985	56.395
2	24.756	40.585	54.482
3	23.922	38.114	49.332
4	30.904	48.354	58.666
5	28.508	44.947	57.628
6	31.753	46.958	60.650
7	28.588	48.395	57.393
8	26.24	47.358	59.272
9	26.948	44.498	55.037
10	24.194	43.527	57.487
11	23.829	44.516	55.443
12	24.234	40.347	54.582
13	19.265	37.238	52.039
14	19.861	35.097	47.967
15	20.777	36.921	52.162
16	19.346	40.096	54.209
17	20.058	39.771	56.733
18	19.442	39.877	52.021
19	19.159	38.760	57.203
20	20.724	40.26	59.296
21	21.398	40.989	56.200
22	19.202	39.721	54.130

### I.3. Durabilité (Attaque avec 3.5 % d'acide sulfurique) :

Les variations de la perte de masse des mortiers aux ciments binaires, ternaires et quaternaire immergés dans la solution 3,5% d'acide sulfurique pendant 50 jours sont présentées dans le tableau (III.3).

#### I.3.1. Perte de masse

**Tableau (III.3):** La perte de masse (%).

ciment	M <sub>1</sub> (g)	M <sub>2</sub> (g)	La perte (%)
1	584	564	3,42
2	587	558	4,94
3	583	559	4,11
4	586	558	4,77
5	589	555	5,77
6	585	565	3,41
7	580	549	5,34
8	582	560	3,78
9	583	557	4,45
10	585	563	3,41
11	587	567	3,40
12	584	556	4,79
13	583	567	2,74
14	584	559	4,28
15	582	563	3,26
16	582	561	3,60
17	582	557	4,29
18	581	559	3,78
19	584	552	5,47
20	589	563	4,41
21	577	558	3,29
22	582	559	3,95





**Photo (III.1) :** Dégradation des éprouvettes immergées dans l'acide sulfurique ( $H_2SO_4$ ) 3,5%.

### I.3.2. La chute de résistance :

**Tableau (III.4):** La chute de la résistance.

ciment	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	La chute(%)
1	56,395	45,581	19,17
2	54,482	41,636	23,37
3	49,332	40,300	18,24
4	58,666	47,120	19,67
5	57,628	42,592	26,09
6	60,650	46,172	23,87
7	57,393	44,415	22,61
8	59,272	48,374	18,38
9	55,037	41,010	25,48
10	57,487	46,826	18,54
11	55,443	42,238	23,81
12	54,582	41,376	24,19
13	52,039	43,464	16,47
14	47,967	38,282	20,19
15	52,162	37,547	28,01
16	54,209	41,601	23,25
17	56,733	40,985	27,75
18	52,021	41,236	20,73
19	57,203	43,786	23,45
20	59,296	41,200	25,45
21	56,200	40,116	28,61
22	54,130	39,143	27,68

## Modélisation et interprétation des résultats

Le chapitre suivant est destiné à la modélisation des différents résultats. Cette modélisation est obtenue en utilisant le logiciel Design Expert.

Des représentations graphiques simples sont aussi présentées, expliquées et interprétées de façon à déduire l'influence de chaque constituant du ciment sur le phénomène étudié (la réponse mécanique et la durabilité du mortier).

### II.1. Analyse et commentaire des résultats à la compression :

#### II.1.1. La résistance à la compression à 2jour :

Tableau (III.5): résistance à la compression à 2jours.

	X1	X2	X3	Resistance à 2j
	pouzzolane	Calcaire	laitier	Rc2J
N°	%	%	%	Mpa
1	12	4	4	22,168
2	4	0	16	24,756
3	4	12	4	23,922
4	4	8	8	30,904
5	0	8	12	28,508
6	12	8	0	31,753
7	0	4	16	28,588
8	12	0	8	26,24
9	0	20	0	26,948
10	8	8	4	24,194
11	16	4	0	23,829
12	0	16	4	24,234
13	16	0	4	19,265
14	0	12	8	19,861
15	8	4	8	20,777
16	20	0	0	19,346
17	8	0	12	20,058
18	8	12	0	19,442
19	0	0	20	19,159
20	4	4	12	20,724
21	4	16	0	21,398
22	6,66666667	6,66666667	6,66666667	19,202

- **Validité des modèles :**

Le logiciel sélectionne le modèle du plus grand degré où les termes additionnels sont significatifs. Etant ceci, nous allons analyser les différents résultats trouvés sous la base de ce modèle mathématiques mentionnés par le logiciel et ceci pour avoir plus d'explication, d'interprétation et de compréhension du rôle joué par chaque constituant dans la variation de la résistance, il permet aussi une comparaison numérique entre les valeurs mesurées et celles obtenues par ce modèles.

**Tableau (III.6):** Test de fiabilité des modèles (Rc2j).

		<b>Adjusted</b>
<b>Source</b>	<b>R-Squared</b>	<b>R-Squared</b>
<b>Linear</b>	<b>0,06172557</b>	<b>-0,03704016</b>
<b>Quadratic</b>	<b>0,09628139</b>	<b>-0,18613067</b>
<b>Special Cubic</b>	<b>0,12673139</b>	<b>-0,22257606</b>
<b>Cubic</b>	<b>0,3091808</b>	<b>-0,2089336</b>
<b>Special Quartic</b>	<b>0,16875658</b>	<b>-0,34277783</b>
<b>Quartic</b>	<b>0,54523138</b>	<b>-0,36430585</b>

Les modèles choisis pour représenter la variation de la résistance à la compression Rc2j en fonction des constituants du ciment sont les modèles Linéaire et quadratique. Cependant les autres modèles mathématiques satisfont les tests statistiques et ont l'air de présenter une modélisation moins significative.

**Tableau (III.7):** Valeurs mesurées et celles obtenues par les modèles linéaire et modèle quadratique (Rc2j).

N° Du mélange	Modèle linéaire			Modèle quadratique		
	valeur observée	valeur prévue	Residual	valeur observée	valeur prévue	Residual
1	22,168	22,663	-0,495	22,168	22,663	-0,495
2	24,756	23,019	1,737	24,756	23,019	1,737
3	23,922	24,192	-0,270	23,922	24,192	-0,270
4	30,904	23,801	7,103	30,904	23,801	7,103
5	28,508	24,175	4,333	28,508	24,175	4,333
6	31,753	23,054	8,699	31,753	23,054	8,699
7	28,588	23,784	4,804	28,588	23,784	4,804
8	26,240	22,272	3,968	26,240	22,272	3,968
9	26,948	25,347	1,601	26,948	25,347	1,601
10	24,194	23,427	0,767	24,194	23,427	0,767
11	23,829	22,289	1,540	23,829	22,289	1,540
12	24,234	24,956	-0,722	24,234	24,956	-0,722
13	19,265	21,898	-2,633	19,265	21,898	-2,633
14	19,861	24,565	-4,704	19,861	24,565	-4,704
15	20,777	23,037	-2,260	20,777	23,037	-2,260
16	19,346	21,525	-2,179	19,346	21,525	-2,179
17	20,058	22,646	-2,588	20,058	22,646	-2,588
18	19,442	23,818	-4,376	19,442	23,818	-4,376
19	19,159	23,393	-4,234	19,159	23,393	-4,234
20	20,724	23,410	-2,686	20,724	23,410	-2,686
21	21,398	24,583	-3,185	21,398	24,583	-3,185
22	19,202	23,422	-4,220	19,202	23,422	-4,220

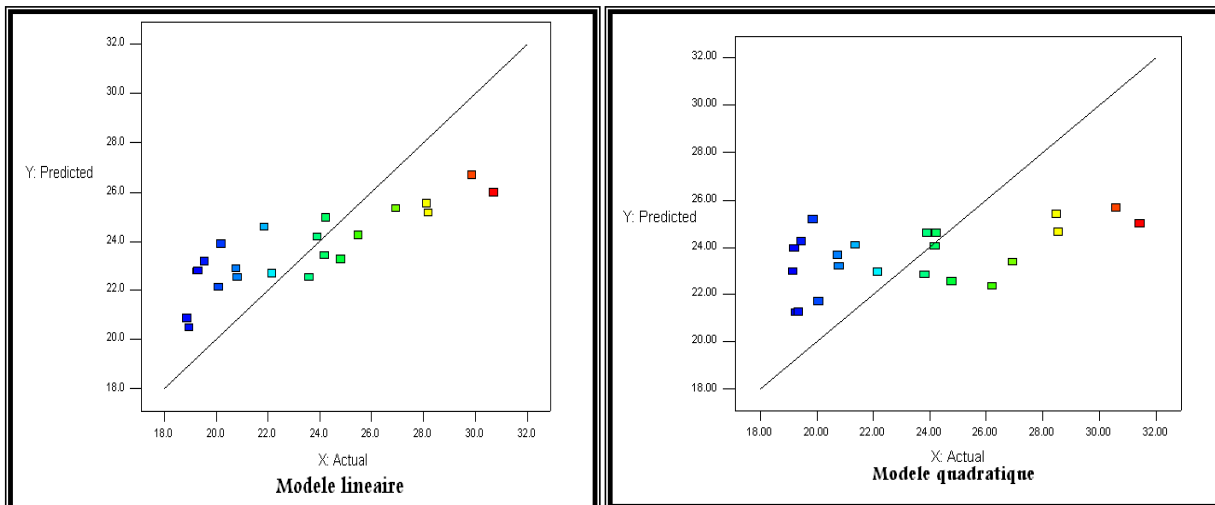
#### EQUATION FINALE DU MODELE LINEAIRE

$$\text{Rc2j} = 21.5 * \text{Pouzzolane} + 25.3 * \text{calcaire} + 23.4 * \text{laitier}$$

#### EQUATION FINALE DU MODELE QUADRATIQUE

$$\text{Rc2j} == +21.26 * \text{Pouz} + 23.38 * \text{calc} + 22.95 * \text{lait} \\ + 7.13 * \text{pouz} * \text{calc} - 2.37 * \text{pouz} * \text{lait} + 8.26 * \text{calc} * \text{lait}$$

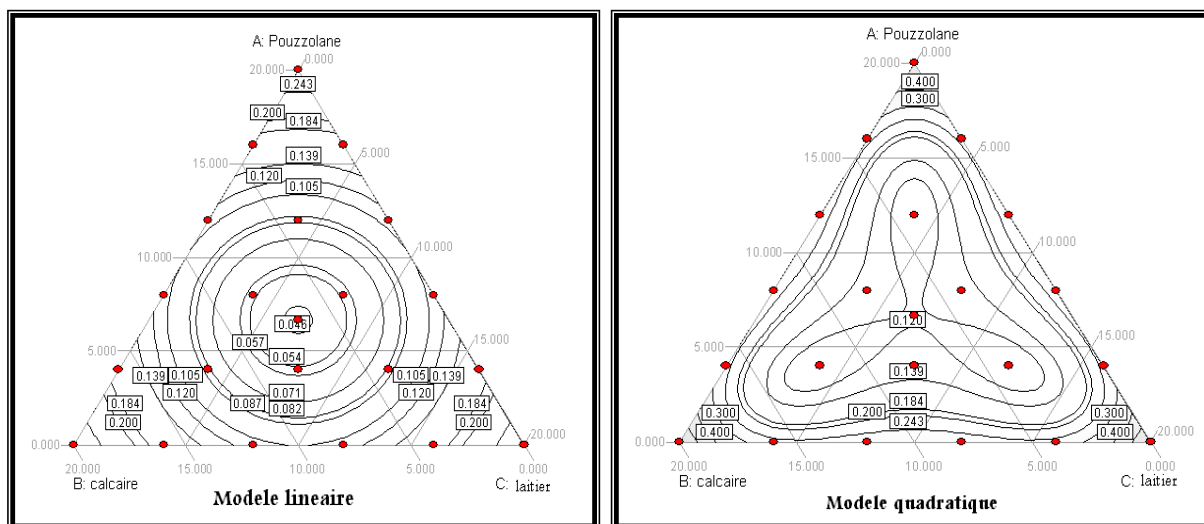
- **Graphiques des valeurs observées en fonction des valeurs prévues Rc2j :**



(Figure III.1) : Graphiques des valeurs observées en fonction des valeurs prévues Rc2j.

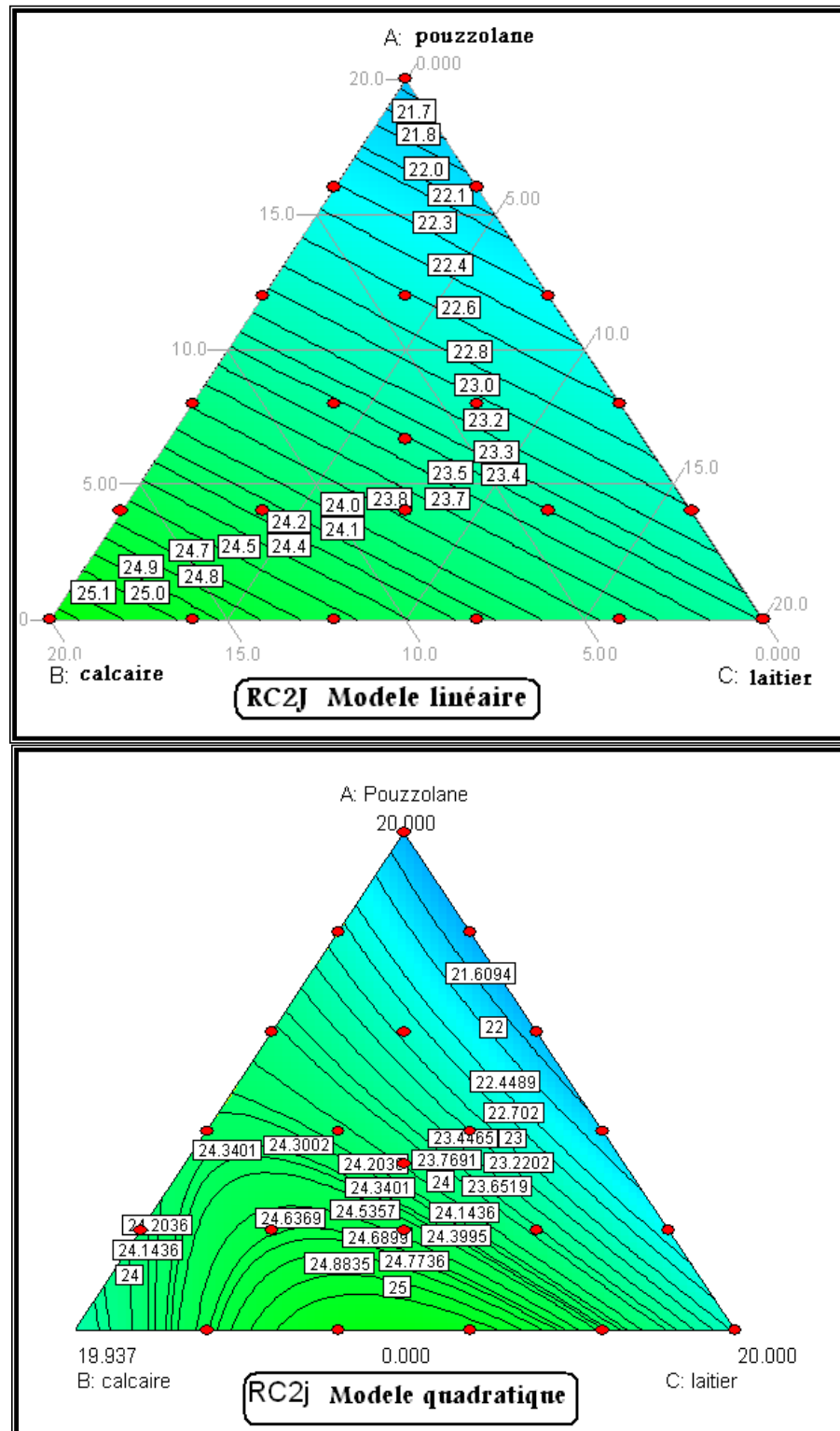
Les deux modèles donnent des prédictions proches avec un différentiel du modèle linéaire, par contre le modèle quadratique offre une analyse concernant la signification des interactions.

- **Diagramme de variance Rc2j :**



(Figure III.2): Diagrammes de variance par le model linéaire et quadratique Rc2j.

- **Diagramme Triangulaire de la résistance à la Compression à 2 jours Rc2j :**



(Figure III.3): Diagramme Triangulaire de la résistance à la Compression à 2 jours Rc2j.

Les deux diagrammes que se soit le modèle linéaire ou quadratique donnent l'évolution de la résistance à la compression au jeune âge (2jours) des mortiers contenant différents ciments selon le pourcentage des ajouts, On note principalement :

- La résistance  $R_{c2j}$  a jeune âge est meilleure la où le point B (calcaire) est le pivot des mélanges avec un pourcentage max du calcaire, en s'écartant du point B la résistance diminue au voisinage du pivot C (laitier) et diminue plus au voisinage du pivot A (pouzzolane).
- L'ajout calcaire est déterminant dans l'augmentation de la résistance à court terme que la pouzzolane et le laitier, Ce qui à été démontré dans plusieurs études sur cette aspect.
- La résistance du mortier à base d'un ciment quaternaire à court terme diminue avec l'augmentation du taux des ajouts dite actifs (laitier, pouzzolane).

### II.1.2. La résistance à la compression à 7j :

Tableau (III.8): Résistance /à la compression à 7j.

	X1	X2	X3	Resistance à 7j
	pouzzolane	calcaire	laitier	Rc7J
N°	%	%	%	Mpa
1	12	4	4	41,99
2	4	0	16	40,59
3	4	12	4	38,11
4	4	8	8	48,35
5	0	8	12	44,95
6	12	8	0	46,96
7	0	4	16	48,40
8	12	0	8	47,36
9	0	20	0	44,50
10	8	8	4	43,53
11	16	4	0	44,52
12	0	16	4	40,35
13	16	0	4	37,24
14	0	12	8	35,10
15	8	4	8	36,92
16	20	0	0	40,10
17	8	0	12	39,77
18	8	12	0	39,88
19	0	0	20	38,76
20	4	4	12	40,26
21	4	16	0	40,99
22	6,66666667	6,66666667	6,66666667	39,72

- Validité des modèles

**Tableau (III.9):** Test de fiabilité des modèles (Rc7j).

Source	Dev.	R-Squared	Adjusted	
			R-Squared	
<b>Linear</b>	<b>4,0083</b>	<b>0,0007</b>	-	<b>0,1045</b>
<b>Quadratic</b>	<b>4,3057</b>	<b>0,0290</b>	-	<b>0,2745</b>
<b>Special Cubic</b>	<b>4,4145</b>	<b>0,0431</b>	-	<b>0,3397</b>
<b>Cubic</b>	<b>4,1178</b>	<b>0,3339</b>	-	<b>0,1657</b>
<b>Special Quartic</b>	<b>4,7057</b>	<b>0,0577</b>	-	<b>0,5222</b>
<b>Quartic</b>	<b>4,4517</b>	<b>0,5459</b>	-	<b>0,3624</b>

Les modèles choisis pour représenter la variation de la résistance à la compression Rc7j en fonction des constituants du ciment sont les modèles Linéaire et quadratique, Cependant les autres modèles mathématiques satisfont les tests statistiques et ont l'air de présenter une modélisation moins significative.

**Tableau (III.10):** Valeurs mesurées et celles obtenues par les modèles linéaire et quadratique (Rc7j).

N° Du mélange	Modèle linéaire			Modèle quadratique		
	valeur observée	valeur Prévue	Residual	valeur observée	valeur prévue	Residual
1	41,985	41,758	0,227	41,99	41,84	0,144
2	40,585	41,578	- 0,993	40,59	41,39	- 0,802
3	38,114	41,811	- 3,697	38,11	41,98	- 3,868
4	48,354	41,733	6,621	48,35	41,83	6,528
5	44,947	41,682	3,265	44,95	41,84	3,108
6	46,958	41,835	5,123	46,96	43,00	3,963
7	48,395	41,605	6,790	48,40	42,12	6,277
8	47,358	41,680	5,678	47,36	40,64	6,714
9	44,498	41,915	2,583	44,50	40,75	3,752
10	43,527	41,784	1,743	43,53	42,21	1,316
11	44,516	41,809	2,707	44,52	42,55	1,971
12	40,347	41,837	- 1,490	40,35	41,15	- 0,805
13	37,238	41,731	- 4,493	37,24	40,87	- 3,632
14	35,097	41,760	- 6,663	35,10	41,52	- 6,420
15	36,921	41,707	- 4,786	36,92	41,53	- 4,614
16	40,096	41,782	- 1,686	40,10	41,49	- 1,399
17	39,771	41,629	- 1,858	39,77	40,82	- 1,045
18	39,877	41,862	- 1,985	39,88	42,85	- 2,969
19	38,760	41,527	- 2,767	38,76	42,36	- 3,595
20	40,260	41,656	- 1,396	40,26	41,63	- 1,367
21	40,989	41,888	- 0,899	40,99	42,10	- 1,107
22	39,721	41,742	- 2,021	39,72	41,87	- 2,150



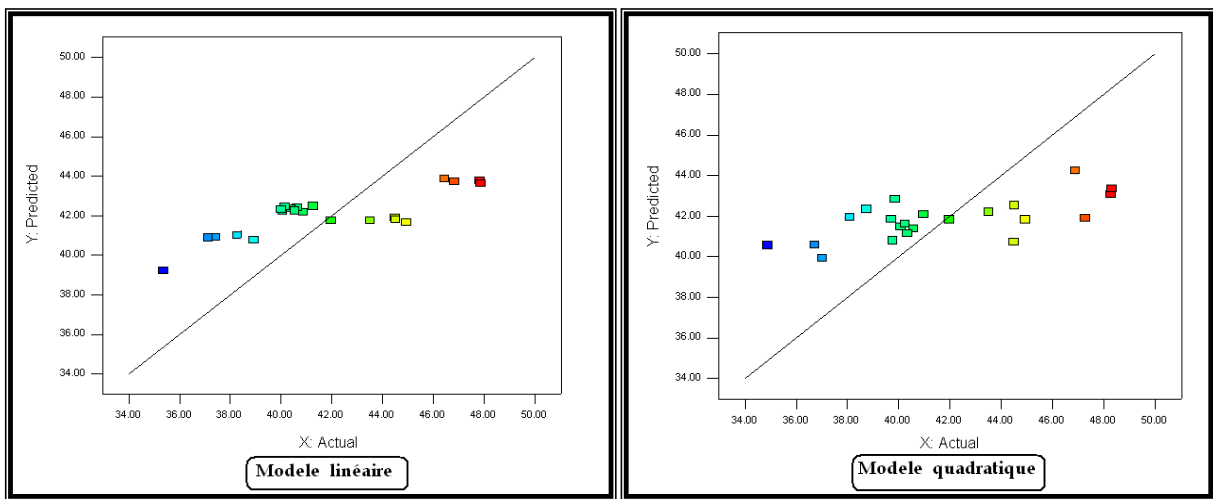
**EQUATION FINALE DU MODELE LINEAIRE**

$$Rc7j = +41.78235 * pouzzolane + 41.91478 * calacaire + 41.52750 * laitier$$

**EQUATION FINALE DU MODELE QUADRATIQUE**

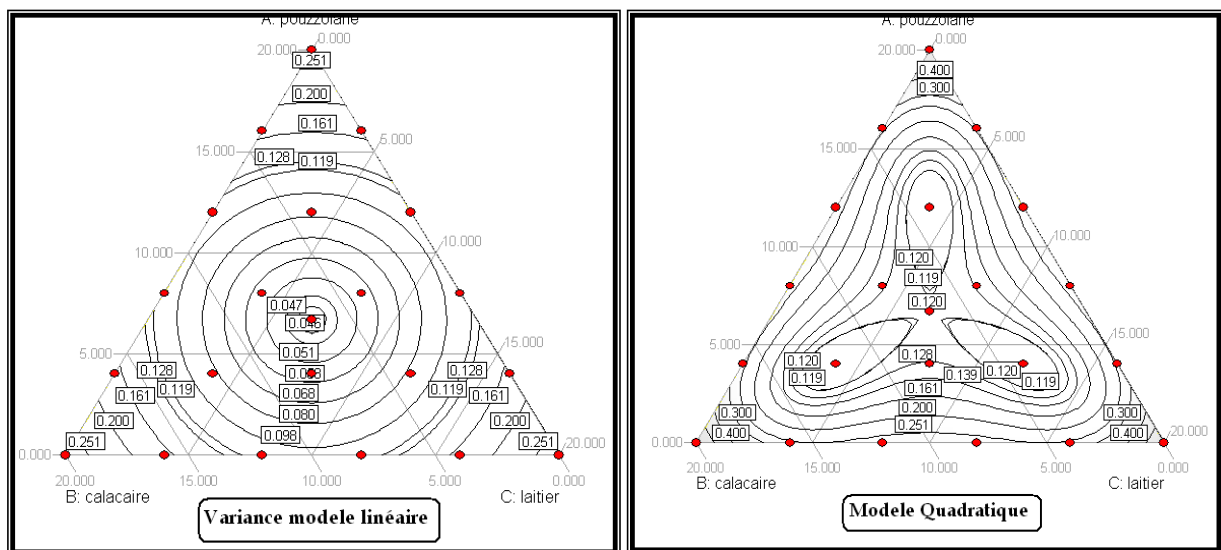
$$Rc7j = +41.49477 * pouzzolane + 40.74584 * calacaire + 42.35537 * laitier + 7.50083 * pouzzolane * calacaire - 4.97923 * pouzzolane * laitier + 0.52925 * calacaire * laitier$$

- Graphique des valeurs observée en fonction des valeurs prévues Rc7j



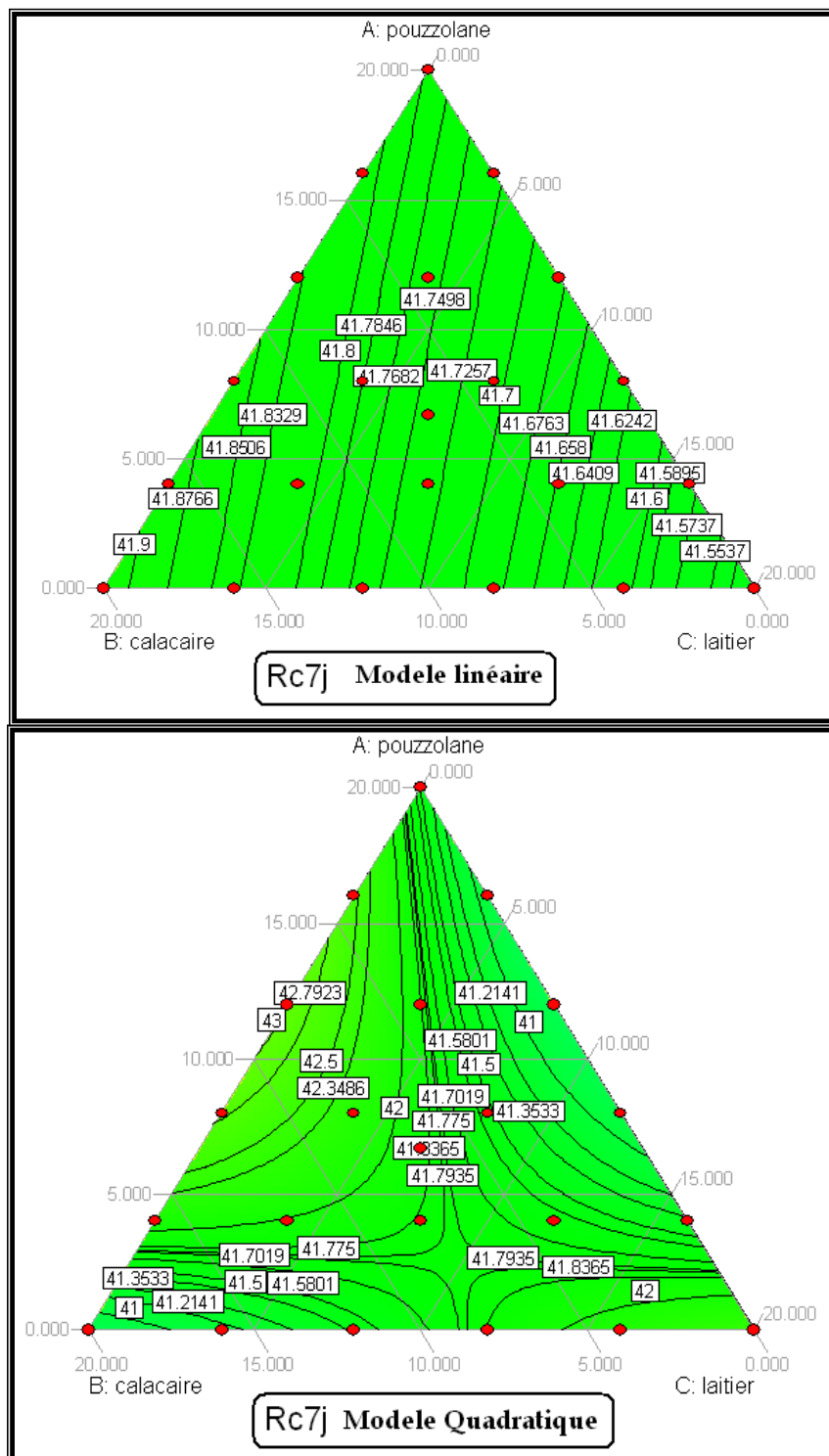
(Figure III.4) : Graphiques des valeurs observées en fonction des valeurs prévues Rc7j.

- Diagramme de variance Rc7j



(Figure III.5): Diagrammes de variance par le model lineaire et quadratique Rc7j.

• Diagramme triangulaire de la résistance à la compression à 7 jours  $R_{c7j}$



(Figure III.6): Diagramme Triangulaire de la résistance à la Compression à 7 jours  $R_{c7j}$ .

A 7 jours les deux diagrammes (linéaire et quadratique) donnent des résultats identiques, et on remarque que :

- La résistance  $R_{c7j}$  commence à devenir meilleur a chaque fois qu'on s'approche au voisinage des points A et C (pouzzolane, laitier) qu'au point B (calcaire).

- L'effet des ajouts actifs (pouzzolane, laitier) à 7j est plus important sur la résistance mécanique à la compression que l'ajout inerte (calcaire). Ce qui peut être justifié le début d'activité pouzzolanique des ajouts dite actifs.

### II.1.3. La résistance à la compression à 28j :

Tableau (III.11): résistance à la compression à 28j.

	X1	X2	X3	Resistance à 28j
	pouzzolane	Calcaire	laitier	Rc2J
N°	%	%	%	Mpa
1	12	4	4	56,40
2	4	0	16	54,48
3	4	12	4	49,33
4	4	8	8	58,67
5	0	8	12	57,63
6	12	8	0	60,65
7	0	4	16	57,39
8	12	0	8	59,27
9	0	20	0	55,04
10	8	8	4	57,49
11	16	4	0	55,44
12	0	16	4	54,58
13	16	0	4	52,04
14	0	12	8	50,14
15	8	4	8	52,16
16	20	0	0	54,21
17	8	0	12	56,73
18	8	12	0	52,02
19	0	0	20	57,20
20	4	4	12	59,30
21	4	16	0	56,20
22	6,66666667	6,66666667	6,66666667	54,13

- Validité des modèles :

Tableau (III.12): Test de fiabilité des modèles Rc28j

Source	Dev.	R-Squared	Adjusted R-Squared
Linear	3,058	0,068	- 0,031
Quadratic	3,234	0,122	- 0,153
Special Cubic	3,333	0,126	- 0,224
Cubic	3,331	0,301	- 0,223
Special Quartic	3,462	0,183	- 0,320
Quartic	4,128	0,374	- 0,878

Les modèles choisis pour représenter la variation de la résistance à la compression  $R_{c28j}$  en fonction des constituants du ciment sont les modèles Linéaire et quadratique, Cependant les autres modèles mathématiques satisfont les tests statistiques et ont l'air de présenter une modélisation moins significative.

**Tableau (III.13):** Valeurs mesurées et celles obtenues par les modèles linéaire et quadratique ( $R_{c28j}$ ).

N° Du mélange	Modèle linéaire			Modèle quadratique		
	valeur observée	valeur prévue	Residual	valeur observée	Valeur Prévue	Residual
1	56,395	55,499	0,896	56,395	55,654	0,741
2	54,482	56,680	-2,198	54,482	57,142	-2,660
3	49,332	54,860	-5,528	49,332	54,950	-5,618
4	58,666	55,467	3,199	58,666	55,283	3,383
5	57,628	55,754	1,874	57,628	55,003	2,625
6	60,650	54,892	5,758	60,650	56,070	4,580
7	57,393	56,360	1,033	57,393	56,307	1,086
8	59,272	56,105	3,167	59,272	55,635	3,637
9	55,037	53,934	1,103	55,037	53,478	1,559
10	57,487	55,179	2,308	57,487	55,639	1,848
11	55,443	55,212	0,231	55,443	55,587	-0,144
12	54,582	54,541	0,041	54,582	53,588	0,994
13	52,039	55,818	-3,779	52,039	54,995	-2,956
14	50,141	55,147	-5,006	50,141	54,096	-3,955
15	52,162	55,786	-3,624	52,162	55,796	-3,634
16	54,209	55,531	-1,322	54,209	54,430	-0,221
17	56,733	56,392	0,341	56,733	56,351	0,382
18	52,021	54,573	-2,552	52,021	55,880	-3,859
19	57,203	56,967	0,236	57,203	58,008	-0,805
20	59,296	56,073	3,223	59,296	56,013	3,283
21	54,130	55,478	-1,348	54,130	55,584	-1,454
22	56,200	54,253	1,947	56,200	55,015	1,185

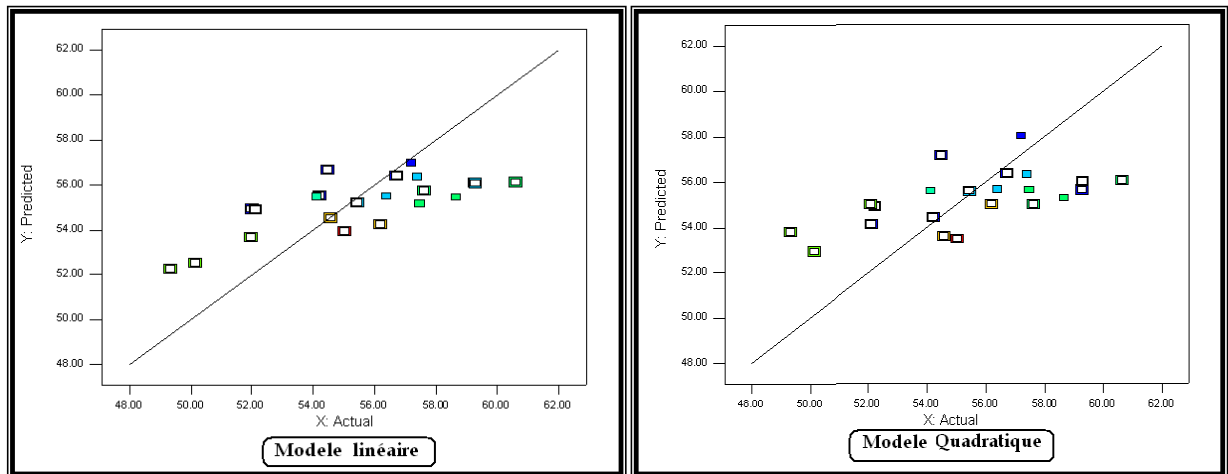
#### EQUATION FINALE DU MODELE LINEAIRE

$$R_{c28} = +2.77656 * \text{pouzzolane} + 2.69670 * \text{calcaire} + 2.84833 * \text{laitier}$$

#### EQUATION FINALE DU MODELE QUADRATIQUE

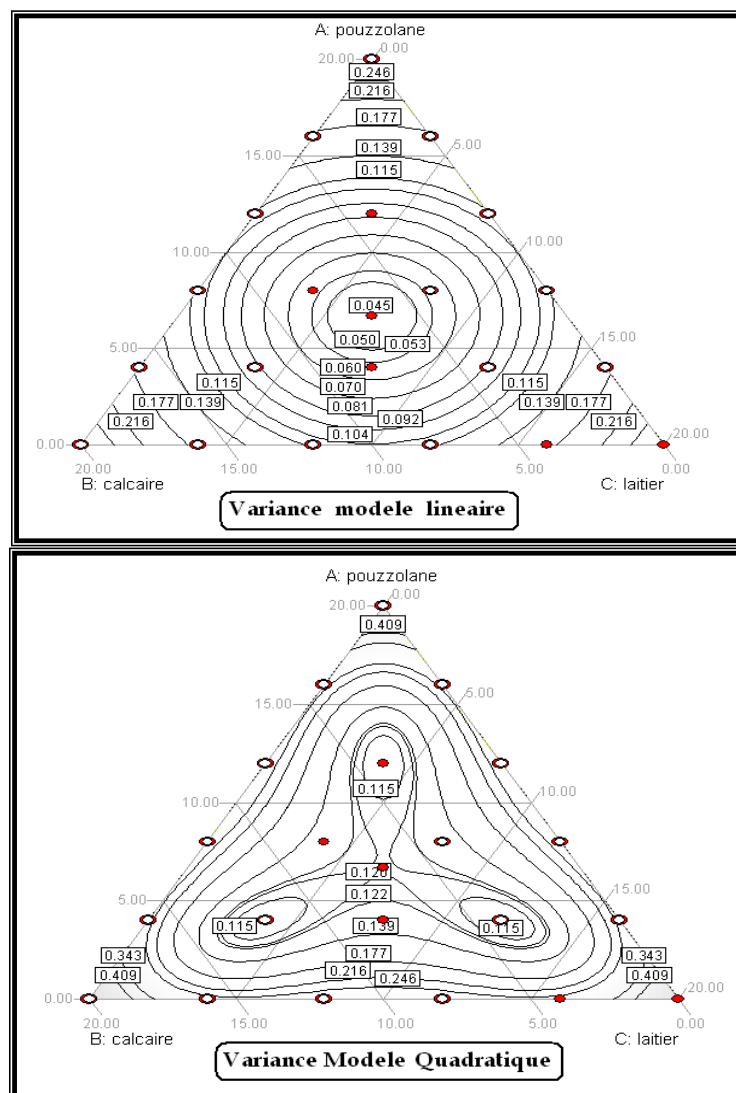
$$R_{c28} = +2.72150 * \text{pouzzolane} + 2.67388 * \text{calcaire} + 2.90042 * \text{laitier} \\ + 0.021052 * \text{pouzzolane} * \text{calcaire} - 2.35979 \times 10^{-3} * \text{pouzzolane} * \text{laitier} \\ - 0.012432 * \text{calcaire} * \text{laitier}$$

- **Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues Rc28j**



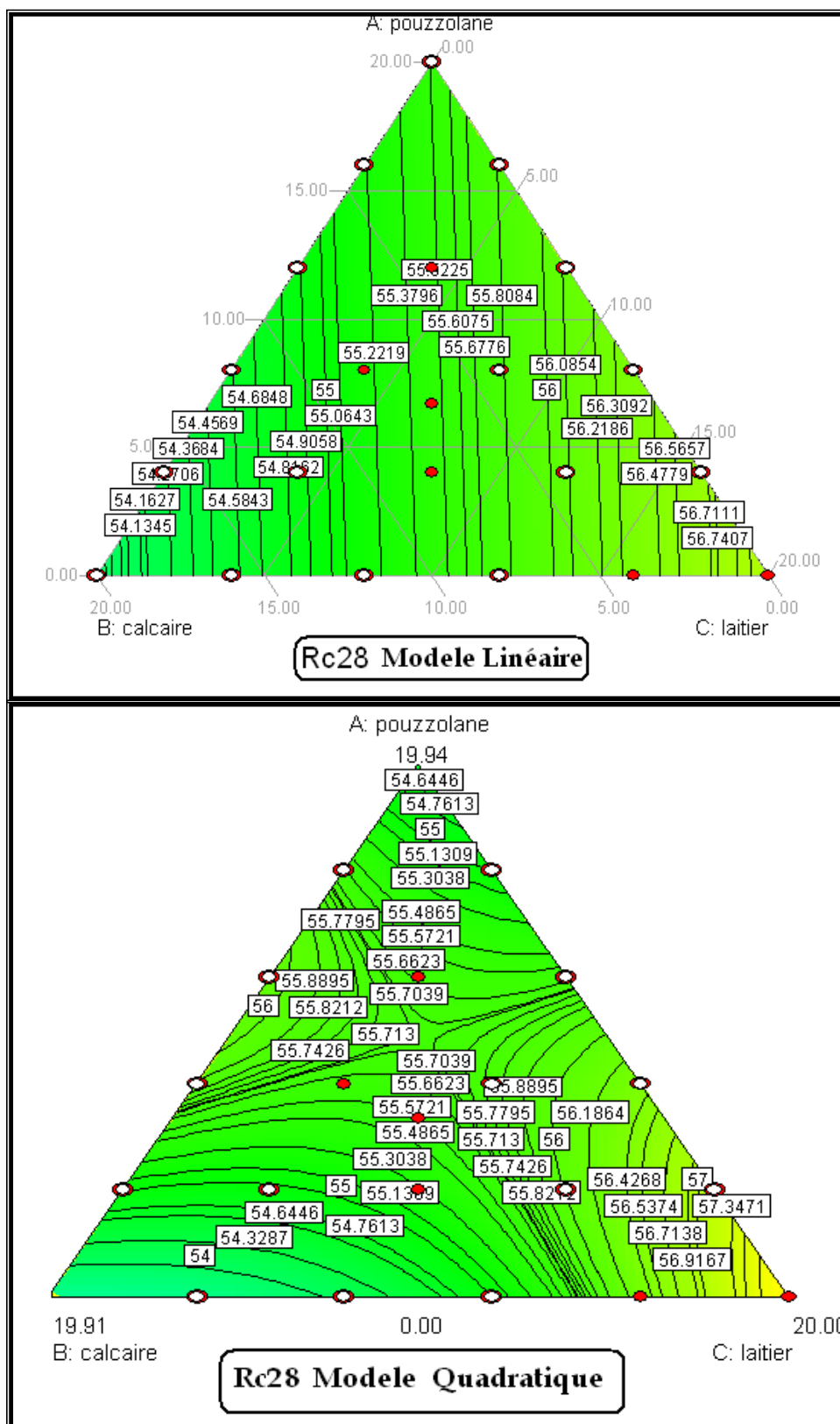
(Figure III.7) : Graphiques des valeurs observées en fonction des valeurs prévues Rc28j.

- **Diagramme de variance Rc28j :**



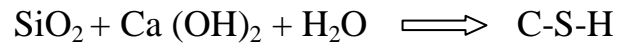
(Figure III.8): Diagrammes de variance par le model linéaire et quadratique Rc28j.

- Diagramme triangulaire de la résistance à la compression à 28 jours  $R_{c28j}$



(Figure III.9): Diagramme Triangulaire de la résistance à la Compression à 28 jours  $R_{c28j}$ .

- dans le moyen terme (28jours) l'action de la pouzzolane et le laitier sur la résistance de compression des mortiers s'avère plus efficace que l'action du calcaire cela est due à l'activité pouzzolanique qui fixe le portlandite  $\text{Ca(OH)}_2$  libérée par l'hydratation du ciment pour donner naissance au silicate de calcium hydraté C-S-H.



- Plus on augmente le pourcentage des ajouts actifs plus la résistance augmente, et on diminue ce taux la résistance diminue, c'est une relation proportionnelle.
- L'association de trois ajouts à la fois donne à 28j des résultats satisfaisants.

## II.2. Analyse et commentaire des résultats à la flexion :

Les modèles choisis pour représenter la variation de la résistance à la flexion à 2, 7, et 28 jours ( $R_f 2j$   $R_f 7j$   $R_f 28j$ ) en fonction des constituants du ciment sont toujours le modèle Linéaire et quadratique.

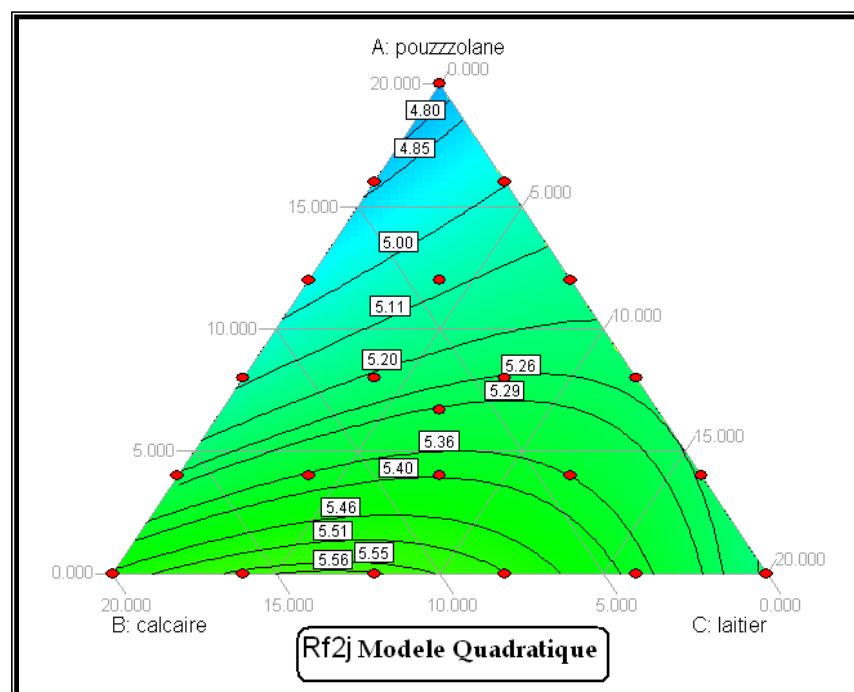
### II.2.1. La résistance à la flexion à 2jour :

#### EQUATION FINALE DU MODELE LINEAIRE

$$R_{f2j} = +0.23956 * \text{pouzzolane} + 0.27470 * \text{calcaire} + 0.27110 * \text{laitier}$$

#### EQUATION FINALE DU MODELE QUADRATIQUE

$$\begin{aligned} R_{f2j} = & +0.23785 * \text{pouzzolane} + 0.27370 * \text{calcaire} + 0.25933 * \text{laitier} \\ & -9.98503E-004 * \text{pouzzolane} * \text{calcaire} + 2.36571E-003 * \text{pouzzolane} * \text{laitier} \\ & + 2.14621E-003 * \text{calcaire} * \text{laitier} \end{aligned}$$



(Figure III.10): Diagramme Triangulaire de la résistance à la flexion à 2 jours  $R_{f2j}$ .

- L'ajout calcaire est déterminant dans l'augmentation de la résistance à flexion au court terme que la pouzzolane et le laitier.



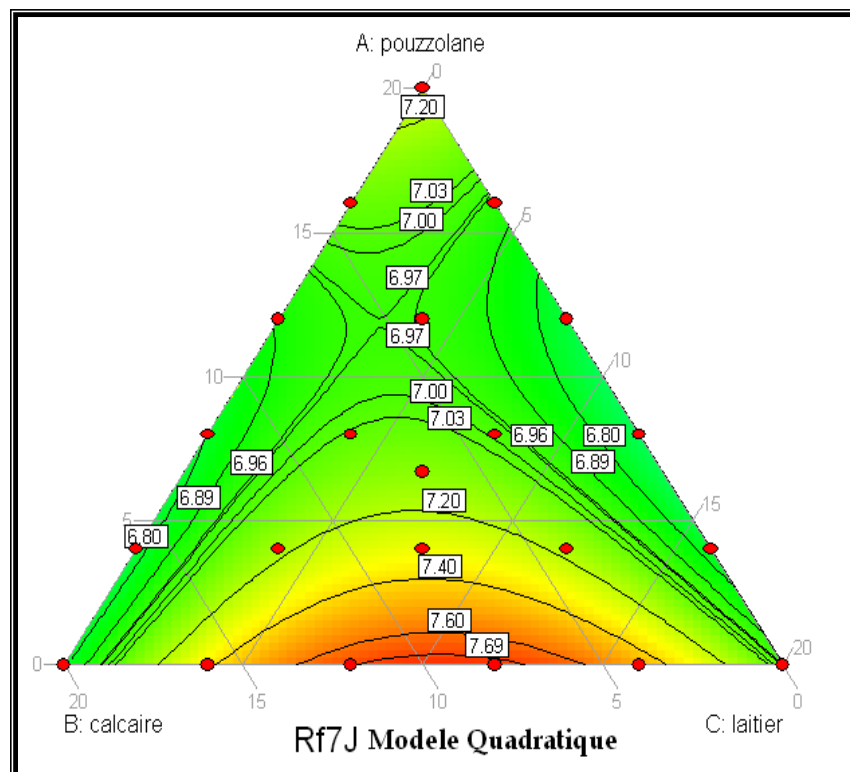
### II.2.2. La résistance à la flexion à 7 jours :

#### EQUATION FINALE DU MODELE LINEAIRE

$$Rf7J = +0.34227 * \text{pouzzolane} + 0.35889 * \text{calcaire} + 0.35993 * \text{laitier}$$

#### EQUATION FINALE DU MODELE QUADRATIQUE

$$Rf7J = +0.36428 * \text{pouzzolane} + 0.33924 * \text{calcaire} + 0.34811 * \text{laitier} \\ - 1.94397E-003 * \text{pouzzolane} * \text{calcaire} - 4.38965E-003 * \text{pouzzolane} * \text{laitier} \\ + 8.62783E-003 * \text{calcaire} * \text{laitier}$$



(Figure III.11): Diagramme Triangulaire de la résistance à la flexion à 7 jours Rf7j.

- La résistance Rf7j commence à devenir meilleur à chaque fois qu'on s'approche au voisinage du sommet A (pouzzolane) et s'avère meilleure au voisinage du point C (laitier) qu'au point B (calcaire).

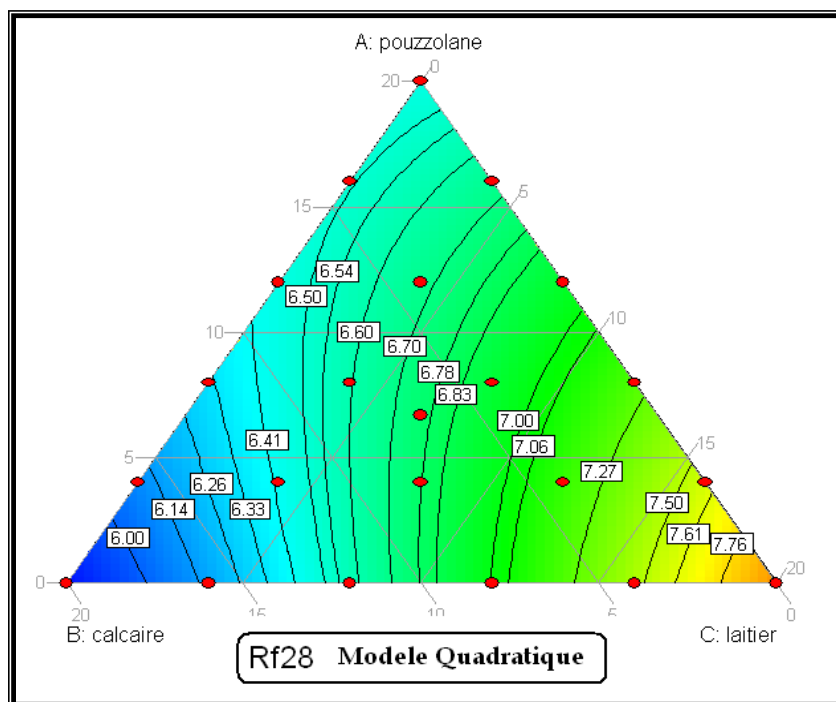
### II.2.3. La résistance à la flexion à 28 jours :

#### EQUATION FINALE DU MODELE LINEAIRE

$$Rf_{28j} = +0.32645 * \text{pouzzolane} + 0.29526 * \text{calcaire} + 0.39033 * \text{laitier}$$

#### EQUATION FINALE DU MODELE QUADRATIQUE

$$\begin{aligned} Rf_{28} = & +0.32217 * \text{pouzzolane} + 0.28957 * \text{calcaire} + 0.39786 * \text{laitier} \\ & + 2.80553E-003 * \text{pouzzolane} * \text{calcaire} - 1.32765E-003 * \text{pouzzolane} * \text{laitier} \\ & - 8.86805E-004 * \text{calcaire} * \text{laitier} \end{aligned}$$



(Figure III.12): Diagramme Triangulaire de la résistance à la flexion à 28 jours  $Rf_{28j}$ .

- On remarque qu'au moyen âge (28 jours), une évolution de la résistance de flexion avec l'augmentation du pourcentage de la pouzzolane ou de laitier additionné.
- On constate finalement que l'effet des ajouts au sein les mélanges sur la réponse mécanique à la compression et à la flexion est semblable.

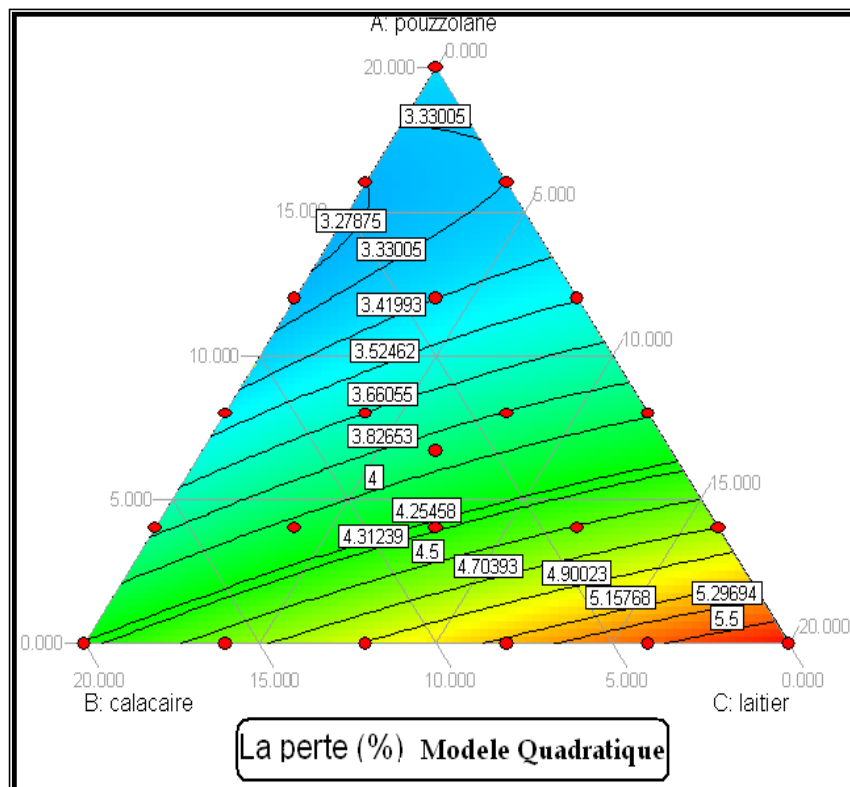
### II.3. Analyse et commentaire des résultats de la durabilité :

Le modèle choisi pour représenter la variation des résultats de la durabilité (perte de masse, chute de la résistance) en fonction des constituants du ciment est le modèle quadratique.

#### II.3.1 La perte de masse :

#### EQUATION FINALE DU MODELE QUADRATIQUE

$$\begin{aligned} \text{La perte (\%)} = & +0.17068 * \text{pouzzolane} + 0.21353 * \text{calcaire} + 0.28574 * \text{laitier} \\ & -4.78846\text{E-}003 * \text{pouzzolane} * \text{calcaire} \\ & -8.49010\text{E-}003 * \text{pouzzolane} * \text{laitier} \\ & +7.06329\text{E-}004 * \text{calcaire} * \text{laitier} \end{aligned}$$



(Figure III.13): Diagramme Triangulaire de la perte de masse (%) des éprouvettes immergées dans 3,5 % d'acide sulfurique (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>).

Le diagramme triangulaire (Figure III.13) présente la variation de la perte de masse des éprouvettes de mortier immergé dans 3,5 % d'acide sulfurique durant 50 jours pour les différents types de ciment.

La couleur bleu est représentée toujours la plus petite valeur durant la représentation de nos résultats. Ce qui veut dire que le mélange le plus durable porte cette couleur.

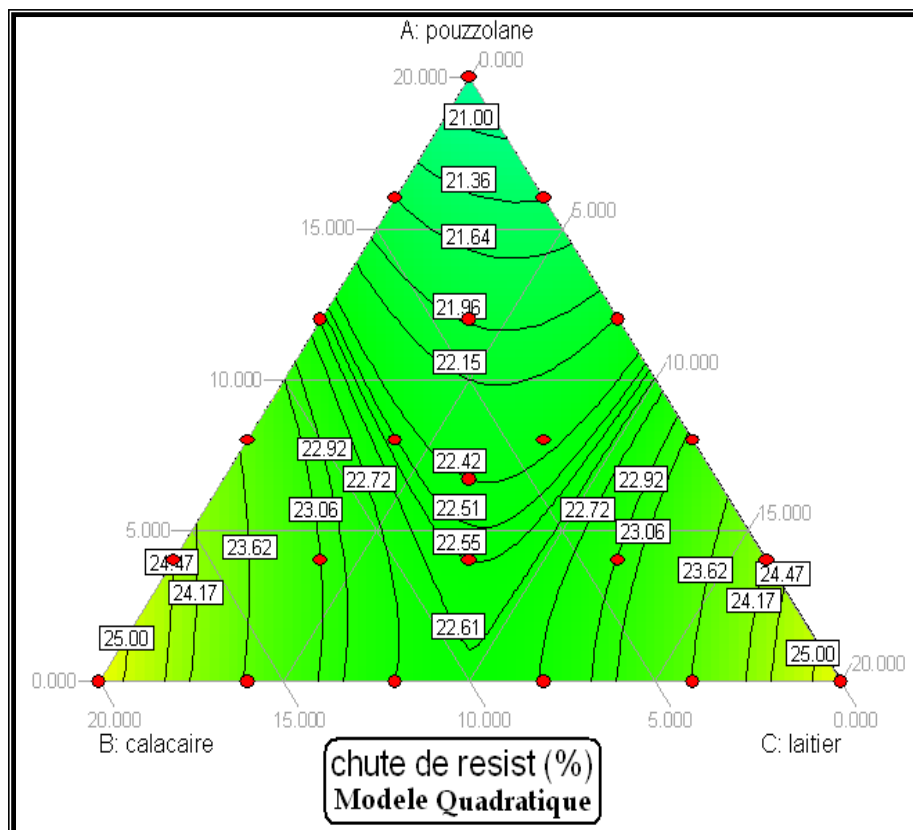
Les mortiers contenant des ciments avec un taux élevé de pouzzolane présente une perte de masse plus faible que les ciments avec ajout calcaire et laitier, cela du à :

- La fixation de l'hydroxyde de calcium par l'ajout actif.
- Diminution de la porosité de la pâte de ciment durci, ce qui freine la pénétration des agents agressifs.

### II.3.2. La chute de la résistance :

#### EQUATION FINALE DU MODELE QUADRATIQUE

$$\begin{aligned} \text{Chute de resist (\%)} = & +1.03354 * \text{pouzzolane} + 1.26770 * \text{calcaire} + 1.27110 * \text{laitier} \\ & + 5.96101\text{E-}004 * \text{pouzzolane} * \text{calcaire} \\ & - 4.16952\text{E-}003 * \text{pouzzolane} * \text{laitier} \\ & - 0.027748 * \text{calcaire} * \text{laitier} \end{aligned}$$



(Figure III.14): Diagramme Triangulaire de la chute de résistance (%) des éprouvettes immergées dans 3,5% d'acide sulfurique.

Après modélisation, les résultats de la chute de résistance des mortiers son plus élevés au voisinage des deux points B et C (calcaire, laitier). Et faible au voisinage du A (pouzzolane).

## Conclusion générale

Les résultats et les modèles obtenus à partir de cette étude expérimentale, nous permettent de tirer les conclusions suivantes :

Le comportement mécanique (compression ou flexion), à jeune âge, est influencé en premier lieu par le calcaire qui offre une résistance meilleure dans les mélanges où son pourcentage est dominant (26,948 Mpa) -mélange n°09-, quant au laitier et la pouzzolane ont un effet secondaire comparativement à ce dernier (calcaire). Un effet significatif des interactions sur la résistance initiale notamment les interactions (calcaire - laitier) et (calcaire-pouzzolane), en revanche, l'interaction (pouzzolane – laitier) influe négativement sur la résistance (19,265 Mpa)-mélange n°13-.

À partir de 7 jours on remarque une tendance d'amélioration des effets de la pouzzolane et le laitier et un retrait dans l'effet du calcaire.

Contrairement à la résistance initiale, on remarque, une Influence significative de la teneur en laitier sur le comportement mécanique du mortier testé à 28 jours confirmé par une résistance (compression ou flexion) meilleure dans les mélanges la ou le pourcentage du laitier est dominant, (59,27 Mpa) -mélange n°08-. Donc le laitier s'avère le plus influent et vient en seconde lieu l'effet de la pouzzolane, on remarque une faible influence du calcaire sur la résistance à 28 jours contrairement à son rôle important à jeune âge, quant aux interactions on note bien un effet insignifiant (49,33 Mpa)-mélange n°03-.

Pour la durabilité du mortier testé dans un milieu agressif ( $H_2SO_4$ ) avec un dosage de 0,035 mol/l, on remarque un rôle meilleur de la pouzzolane dans la contribution de l'amélioration de la durabilité confirmé par sa bonne tenue à la perte de masse et une faible chute de résistance (16,47%) -mélange n°13- ; par contre les autres ajouts calcaire et laitier ont un effet secondaire reflété par une chute assez importante de résistance (26,09%) -mélange n°05-, et une tenue assez faible à la perte de masse dans un milieu agressif, Comparativement à la pouzzolane qui assure le premier rôle dans la durabilité en négligeant les effets des interactions qui demeurent insignifiants.

En conclusion finale de ce travail, nous pouvons dire que l'approche des plans d'expériences est une méthode efficace et simple qui offre une meilleure analyse et une bonne interprétation par le moyen de modélisation et d'optimisation dans le cas où on confronte une étude expérimentale à plusieurs facteurs estimés influent la réponse étudiée, la où l'analyse classique demeure complexe à cause des interactions de plusieurs facteurs coûteux et longs, vu la nécessité d'un nombre d'essais très important.

## I. INDEXE DES FIGURES

Intitulée	Page
<b>PARTIE.I. Synthèse bibliographique</b>	
<b>Figure I.1</b> : Schéma de la fabrication du ciment	<b>06</b>
<b>Figure I.2</b> : Image par le MEB d'un clinker	<b>06</b>
<b>Figure I.3</b> : - CSH fibreux avec Cristal de Portlandite (X) entre des CSH (#), La porosité est repérée par (O)	<b>10</b>
<b>Figure I.4</b> : Microscopie Electronique à Balayage, ettringite aciculaire (aiguille) dans un béton	<b>10</b>
<b>Figure I.5</b> : Développement de la résistance en fonction de l'âge	<b>29</b>
<b>Figure I.6</b> : vocabulaire d'un plan d'expérience.	<b>34</b>
<b>PARTIE. II. Etude expérimental</b>	
<b>Figure II.1</b> : schéma représentative de l'essai de fluorescence	<b>55</b>
<b>Figure II.2</b> : schéma de flexion de trois points	<b>56</b>
<b>Figure II.3</b> : schéma de l'essai de compression	<b>57</b>
<b>Figure II.4</b> : Courbe granulométrique du sable normalisé	<b>59</b>
<b>PARTIE.III. résultats et interprétations</b>	
<b>Figure III.1:</b> Graphiques des valeurs observées en fonction des valeurs prévues Rc2j	<b>74</b>
<b>Figure III.2:</b> Diagrammes de variance par le model linéaire et quadratique Rc2j	<b>74</b>
<b>Figure III.3:</b> Diagramme Triangulaire de la résistance à la Compression à 2 jours Rc2j	<b>75</b>
<b>Figure III.4:</b> Graphiques des valeurs observées en fonction des valeurs prévues Rc7j	<b>78</b>
<b>Figure III.5:</b> Diagrammes de variance par le model linéaire et quadratique Rc7j	<b>78</b>
<b>Figure III.6:</b> Diagramme Triangulaire de la résistance à la Compression à 7 jours Rc7j	<b>79</b>
<b>Figure III.7:</b> Graphiques des valeurs observées en fonction des valeurs prévues Rc28j.	<b>82</b>
<b>Figure III.8:</b> Diagrammes de variance par le model linéaire et quadratique Rc28j	<b>82</b>
<b>Figure III.9:</b> Diagramme Triangulaire de la résistance à la Compression à 28 jours Rc28j	<b>83</b>
<b>Figure III.10:</b> Diagramme Triangulaire de la résistance à la flexion à 2 jours Rf2j	<b>85</b>
<b>Figure III.11:</b> Diagramme Triangulaire de la résistance à la flexion à 7 jours Rf7j	<b>86</b>
<b>Figure III.12:</b> Diagramme Triangulaire de la résistance à la flexion à 28jours Rf28j	<b>87</b>
<b>Figure III.13:</b> Diagramme Triangulaire de la perte de masse (%) des éprouvettes immergées dans l'acide sulfurique	<b>88</b>
<b>Figure III.14:</b> Diagramme Triangulaire de la chute de résistance (%) des éprouvettes immergées dans l'acide sulfurique	<b>89</b>

## II. INDEXE DES TABLEAUX

Intitulée	Page
<b>PARTIE.I. Synthèse bibliographique</b>	
<b>Tableau (I .1) :</b> Composition chimique et minéralogique du clinker.	<b>07</b>
<b>Tableau (I.2) :</b> Les 5 types de ciments courants et leur composition.	<b>08</b>
<b>Tableau (I .3) :</b> Composition chimique type de laitiers de haut fourneau.	<b>16</b>
<b>Tableau (I .4) :</b> Utilisation des ajouts dans les cimenteries algériennes	<b>17</b>
<b>Tableau (I .5) :</b> Mesure d'expansion des barres de mortier	<b>32</b>
<b>Tableau (I.6) :</b> Réduction de perte de masse des mortiers cubiques	<b>32</b>
<b>PARTIE. II. Etude expérimental</b>	
<b>Tableau (II.1) :</b> analyse granulométrique du sable normalisé	<b>47</b>
<b>Tableau (II.2) :</b> Les essais de caractérisation des matériaux	<b>49</b>
<b>Tableau (II.3) :</b> Les essais mécaniques	<b>49</b>
<b>Tableau (II.4) :</b> Equivalent de sable de Oued essouf	<b>59</b>
<b>Tableau (II.5) :</b> résultat à la compression et la flexion de différent type de sable	<b>60</b>
<b>Tableau (II.6) :</b> la masse volumique et SSB des composants	<b>61</b>
<b>Tableau (II.7) :</b> Les compositions chimiques de clinker et ajouts	<b>61</b>
<b>Tableau (II.8) :</b> La Surface spécifique Blaine et la masse volumique de chaque type de ciment	<b>62</b>
<b>Tableau (II.9) :</b> Les délais de prise	<b>63</b>
<b>Tableau (II.10) :</b> Résultats de l'analyse chimique de différent type de ciment.	<b>64</b>
<b>Tableau (II.11) :</b> Analyses physico-chimiques de l'eau de gâchage	<b>65</b>
<b>PARTIE.III. résultats et interprétation</b>	
<b>Tableau (III.1):</b> La résistance mécanique à la flexion.	<b>67</b>
<b>Tableau (III.2):</b> La résistance mécanique à la compression.	<b>68</b>
<b>Tableau (III.3):</b> La perte de masse (%).	<b>69</b>
<b>Tableau (III.4):</b> La chute de la résistance.	<b>70</b>
<b>Tableau (III.5):</b> résistance à la compression à 2jours.	<b>71</b>
<b>Tableau (III.6):</b> Test de fiabilité des modèles (Rc2j).	<b>72</b>
<b>Tableau (III.7):</b> Valeurs mesurées et celles obtenues par ce modèles linéaire et modèle quadratique (Rc2j).	<b>73</b>
<b>Tableau (III.8):</b> Résistance à la compression à 7j	<b>76</b>
<b>Tableau (III.9):</b> Test de fiabilité des modèles (Rc7j).	<b>76</b>
<b>Tableau (III.10):</b> valeurs mesurées et celles obtenues par ce modèles linéaire Rc7j.	<b>77</b>
<b>Tableau (III.11):</b> résistance à la compression à 28j	<b>80</b>
<b>Tableau (III.12):</b> Test de fiabilité des modèles(Rc 28j)	<b>80</b>
<b>Tableau (III.13):</b> Valeurs mesurées et celles obtenues par ce modèles linéaire et quadratique Rc28j.	<b>81</b>

### III. INDEXE DES PHOTOS

<b>Intitulée</b>	<b>Page</b>
<b>PARTIE. II. Etude expérimental</b>	
<b>Photo (II.1) : le séchage des ajouts</b>	<b>41</b>
<b>Photo (II.2) : broyeur à boulet</b>	<b>42</b>
<b>Photo (II.3) : ciment avant l'agitation</b>	<b>45</b>
<b>Photo (II.4) : ciment après l'agitation</b>	<b>45</b>
<b>Photo (II.5) : agitateur électrique</b>	<b>45</b>
<b>Photo (II.6) : sable normalisé.</b>	<b>46</b>
<b>Photo (II.7) : acide sulfurique</b>	<b>47</b>
<b>Photo (II.8) : Mode de conservation des éprouvettes.</b>	<b>56</b>
<b>Photo (II.9) : Eprouvettes de mortiers immergés dans la solution acide sulfurique</b>	<b>57</b>
<b>PARTIE.III. résultats et interprétations</b>	
<b>Photo (III.1) : Dégradation des éprouvettes immergées dans 3,5% d'acide sulfurique (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>),</b>	<b>70</b>



## Perspectives

Pour compléter cette étude, il est nécessaire de proposer des recherches en perspective sur les ciments avec ajouts par la méthode des plans d'expériences :

La généralisation de la méthode des plans d'expériences pour étudier l'effet des ciments quaternaire sur le comportement des bétons.

L'élargissement d'utilisation des plans d'expériences pour étudier l'effet de l'introduction des ajouts sur les propriétés physique et rhéologique de la pate de ciment a l'état frais et durcis.

Refaire l'étude actuel on immerge les éprouvettes a base des ciments quaternaire dans d'autres milieux agressifs.

Approfondir notre étude effectuant les essais du MEB (microscope électronique a balayage) et DRX (diffraction par rayons X).

## Les Références

- [1] M Venuat – La pratique des ciments, mortiers et bétons – Tome 1 : « Caractéristiques des liants et des bétons, mise en oeuvre des coulis et mortiers » - édition2 – Collection Moniteur. – 277p-1989.
- [2] E. Guillon, «Durabilité des matériaux cimentaires –Modélisation de l'influence des équilibres physico-chimiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques résiduelles », thèse de doctorat, ENS Cachan/ CNRS/ Université Paris 6, France-2004.
- [3] J. Baron – JP. Olivier et J.C.Weiss : « Les ciments courants » - « Les bétons, bases et données pour leur formulation » - Edition Eyrolles – 806p-1997.
- [4] L. PLISKIN : « La fabrication du ciment » - Edition Eyrolles – 217p- Paris1993.
- [5] Kiran Pokkuluri « Effect of admixtures, chlorides, and moisture on dielectric properties of Portland cement concrete in the low microwave frequency range» - Master thesis – Virginia University – 210p - October 1998.
- [6] M. Regourd, H. Hornain, « Applications de la microscopie électronique à balayage » Revue des matériaux de construction, 693 : 73–87- 1975.
- [7] Y. Older , « Hydration, setting and hardening of Portland cement », dans Lea's - Chemistry of Cement and Concrete, chap.6, Arnold, 4th éd- 1998.
- [8] R. Gané « Cours de durabilité et Réparation des bétons » - Chapitre 2- Université de Sherbrooke –p32 - Canada 2002.
- [9] BYFORS K, « Influence of silica fume and flyash on chloride diffusion and PH values in ciment paste », Cem. Concr. Res, 1987, 17, 1, 115-130.
- [10]. MIDGLEY H.G. AND ILLSTON J.M, « The penetration of chlorides into hardened - ciment pastes, Cem, Concr, Res », 1984, 14, 4, 546-558.
- [11] GALAL A et TAHA A.S, «Rice husk ash in Portland blended ciment », Silicates industriels, Nr. 1-2, PP. 55-58, 1990.
- [12]. BIJEN J. PROF. DR, «Blast furnance slag ciment », 1996.
- [13]. VORNOVITCH L. V, DRON R, «Action des différents activants sur l'hydratation du laitier granulé », bull. Liaison Labo. P. ET Ch -83 – mai-juin 1975 – Réf. 1810.
- [14] Groupe Eyrolles SA ,ciment Portland compose, Editions Eyrolles 2007 <http://www.editions-eyrolles.com/Dico-BTP/definition.htm>

- [15] R. SERSALE, «Structure et caractérisation des pouzzolanes et des cendres volantes » thème VI- 17ème Congrè International de la chimie des ciments - Volume 1- Partis 1980.
- [16] H. PICHON, P. Gaudon, A. Benhassain, O. Eteradossi, «Caractérisation et quantification de la fraction réactive dans les pouzzolanes naturelles », Bulletin de liaison des laboratoires des ponts et chaussées, N° 201- Jan-Fev 1996.
- [17] P.C. AITCIN«les propriétés minéralogiques des sables de laitier de haut fourneau de fonte thomas et leur utilisation dans les mortiers en béton ». Revue des matériaux de construction, pp 185-194 - Mai 1968.
- [18] B. C. BENI-REMOUR., « Matériaux pouzzolainique: etude physico-chimique et mécanique des mortiers et bétons contenant de la pouzzolane », mémoire de fin d'étude ingénieur - IGCM ORAN- 1993.
- [19] A.MEBROUKI «influence de la pouzzolane de Beni-Saf sur les caractéristiques mécaniques des mortiers » thèse de Magister- Université Mostaganem – juin 2003 .
- [20] ALI AICHOUBA.A., «effets des pouzzolanes naturelles sur les propriétés d'un ciment à base de calcaire » thèse de magister, IGCM ORAN - 2005.
- [21] S.MANSOUR ,M. GHRICI, M . KENAI : "Effets de la combinaison de la pouzzolane et du calcaire sur les propriétés des mortiers et bétons ." Congrè international sur la Réhabilitation des Constructions et Développement Durable . Alger 3 et 4 Mai- 2005.
- [22] A. M. Boddy-R.D. Hooton-M. D. A. Thomas “ the effect of the silica content of silica fume on its ability to control alkali-silica reaction” Cement and Concrete Research, Vol. 32, pp. 1263-1268- 2003.
- [23] M. H. Shehata, M.D. A. Thomas”The effect of fly ash composition on the expansion of concrete due to alkali-silica reaction” Cement and Concrete Research, Vol. 30 pp. 1063-1072-2000.
- [24] M. Mamillan. “ Restauration des bâtiments en béton armé” Techniques de l'ingénieur, traité construction, C2III , pp. C2350-1, C2350-14-1993.
- [25] F.Adenot “ Durabilité du béton: caractérisation et modélisation des processus physiques et chimiques de dégradation du ciment ” These de doctorat , Université d'Orléans – 1992
- [26] C. Carde R. François et J.M Torrenti. “Leaching of both calcium hydroxyde and C-S-H from cement paste : modelling the mechanical behaviour”. Cement and Concrète Research, pp 1257-1268-1996.
- [27] B. Gerard. “ Contribution des couplages mécanique –chimie-transfert dans la tenue à long terme des ouvrages de stockage des déchets radioactifs. ” Thèse de doctorat, Ecole Normale Supérieure de Cachan, France et Université Laval, Québec, Canada-1996.

- [28] F. Badouix. “ Modélisation de l’altération à long terme des bétons : prise en compte de la carbonatation ” Thèse de Doctorat, Ecole Normale Supérieure de Cachan, France- 2000.
- [29] H. Weigler, S. Karl “ Béton : arten -herstellung -eigenschaf-ten” Verlag Ernest and Sohn, Berlin, pp 383-404 – 1989.
- [30] K. Krenkler “ Chemie des bauwesens ” tome I : anorganische chemie, springer-Verlag, Berlin, pp : 346-380 -1980.
- [31] A. M. Neville “ Propriétés des béton” édition Eyrolles, Paris, pp. 463-506 -2000.
- [32] A. Leroux, S. Orsetti “ les réactions sulfatiques : conditions de formation, structure et expansion des minéraux secondaires sulfatés ” Bulletin de liaison des Laboratoires Centrales des Ponts et Chaussées, N° 225, Réf 4316, pp 41-50 Mars-Avril -2000.
- [33] I.El Khadiri, A.Diouri A.Boukhari,J. Aride and F.Puertas “Mechanical behaviour of various mortars made by combined fly ash and limestone in moroccan Portland” Cement and Concrete Research – Vol 32 , pp 1597-1603-2002.
- [34] G.Menendez and Al “Strength development of ternary blended cement with limesotone filler and blast furnace slag” Cement and Concrete Research – Vol 25 , pp 61-67-2003.
- [35] M.I. Khan and C.J. Lynsdale “Strength, permeability and carbonation of high performance concrete”. Cement and Concrete Research – Vol 32, pp 123-131-2002
- [36] C.Tasdemir “ Combined effect of mineral admixtures and curing conditions on the sorptivity coefficient of concrete ” Cement and Concrete Research, Vol 33, N0 10,pp1637-1642- Oct 2003.
- [37] S.Tsivilis. J.Tsantilas, G.Kakali, E.Chaniotakis and A.Sakellariou“ The permeability of Portland limestone cement concrete” Cement and Concrete Research – Vol 33 , N°9 , pp 1465- 1471-Sep 2003.
- [38] M. O’Farrell,S. Wild and B. B. Sabir “ Resistance attack of ground brick-PC mortar. Part I: Sodium Sulphate Solution ” Cement and Concrete Research - Vol 29, pp 1781-1790-1999.
- [39] I.Janotka and L.Krajci “Utilization of natural Zeolite in Portland Pozzolan cement of increased sulphate resistance”In“Durability of Concrete Proceedings ”Fifth International Conference, Barcelona, Spain-Vol I, pp 223-236-2000.
- [40] D.M.Mulenga, J. Stark, P. Nobst “Thaumasite formation in concrete and mortars containing fly ash ” Cement & Concrete Composites- N0 25, pp 907-912-2003.
- [41] S. T. Lee ,H. Y. Moun, R. N. Swamy “sulphate attack and role of silica fume in resisting strength loss” Cement & Concrete Composites- Vol 27 , pp 65-76-2005.
- [42] Y.Senhadji “ L’influence de la nature du ciment sur le comportement de mortiers vis-à-vis des attaques chimiques (acides et sulfatiques) ” Mémoire de Magister – I.G.C.M.O – ORAN –2006.

- [43] S. Sayamipuk “Strength and durability of mortars containing métakaolin from Thailand” PhD Thesis School of Civil Engineering, Asian Institute of Technology – 2001.
- [44] S. Mansour “ Etude des propriétés des mortiers et bétons à base de ciments ternaires ” Mémoire de Magister – Université SAAD DAHLEB – BLIDA - 2003.
- [45] M. Vigier , pratique des plan d’expériences : méthodologie Taguchi. les éditions d’organisation, 1988.
- [46] G. Frédéric, “modélisation et optimisation par plan d’expérience d’un moteur a commutation électronique”. Thèse de doctorat de l’université des science et technologie de Lille, janvier 1995.
- [47] M. Pillet, Introduction aux plans d’expérience par la méthode Taguchi. Editions d’organisation université ,1992. .
- [48] D. Benoist et Y.Tourbier , plan d’experience construction et analyses. Editeur lavoisier TEC et DOC ,1997.
- [49] SIOUDA Mayada «analyse physico-chimique et microbiologique des eaux superficielles » Centre Universitaire de BBA 2009. Date d’analyse : 13/05/2008.