

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

Université de Mohamed El-Bachir El-Ibrahimi Bordj Bou Arreridj

Faculté des Sciences et de la technologie

Département Génie civil.

Mémoire

Présenté pour obtenir

LE DIPLOME DE MASTER

FILIERE : Génie civil

Spécialité : Matériaux en génie civil

Par

➤ **Bensalem Meriem**

➤ **Benarioua hanane**

Intitulé

***Caractérisation des mortiers à base d'un ciment innovant,
écologique et à faible coût, formulé à partir d'argile calcinée
et de filler calcaire***

Soutenu le: juin 2026

Devant le Jury composé de:

<i>Nom &Prénom</i>	<i>Grade</i>	<i>Qualité</i>	<i>Etablissement</i>
<i>Dr. Benmerioul Farid</i>	<i>MCB</i>	<i>Président</i>	<i>Univ-BBA</i>
<i>Dr. Dridi Meriem</i>	<i>MCB</i>	<i>Encadrant</i>	<i>Univ-BBA</i>
<i>Dr. Belkadi Ahmed Abderraouf</i>	<i>MCA</i>	<i>Encadrant</i>	<i>Univ-BBA</i>
<i>Dr. Laoubi Hamza</i>	<i>MCB</i>	<i>Examineur</i>	<i>Univ-BBA</i>
<i>Dr. Goufi Abdelmalik</i>	<i>MCB</i>	<i>Examineur</i>	<i>Univ-BBA</i>

Année Universitaire 2025/2026

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Remerciements

Nous tenons à exprimer notre profonde gratitude et nos sincères
remerciements au

Dr **Dridi Meriem** pour son soutien et ses orientations précieuses tout au long de la réalisation de ce mémoire de Master, ainsi que pour ses conseils scientifiques qui ont grandement contribué à l'aboutissement de ce travail.

Nous adressons également nos remerciements au Dr **Belkadi Ahmed Abderraouf** pour son accompagnement, son soutien et ses remarques constructives qui ont permis d'améliorer ce travail.

Nous remercions aussi l'ensemble du personnel du laboratoire de matériaux de génie civil de l'Université de Bordj Bou Arreridj pour leur accueil, leur collaboration et leur assistance technique, qui ont facilité la réalisation de la partie expérimentale de ce travail.

Enfin, nous exprimons notre reconnaissance à toutes les personnes qui ont contribué, de près ou de loin, à la réussite de ce travail.

Dédicaces

وَمَا تَوْفِيقِي إِلَّا بِاللَّهِ عَلَيْهِ تَوَكَّلْتُ وَإِلَيْهِ أُنِيبُ

Je dédions ce travail à:

À mon père et à ma mère bien-aimée, qui ont toujours été une source de soutien et de force pour moi, et qui ont semé en moi l'amour du savoir et de la persévérance. Je leur exprime toute ma gratitude et mon affection.

À mes frères, mes sœurs et toute ma famille, qui m'ont soutenue et encouragée tout au long de mon parcours universitaire, et qui ont toujours été à mes côtés dans les moments de difficulté comme de réussite.

À tous les enseignants et professeurs qui m'ont guidée vers le chemin du savoir et de la réussite, et qui m'ont apporté leur aide et leurs précieux conseils avec sincérité et dévouement.

Bensalem Meriem

Dédicaces

Je remercie toutes les personnes qui m'ont soutenu et accompagné tout au long de la réalisation de mon mémoire de fin d'études. Je tiens à remercier tout particulièrement ma famille, mes parents, dont le soutien matériel et moral a été essentiel à ma réussite. Je remercie également mes amis et tous mes professeurs qui m'ont accompagné durant mon parcours d'apprentissage.

Benarioua hanane

Résumé

Cette étude s'inscrit dans le cadre du développement de matériaux cimentaires durables visant à réduire l'impact environnemental du ciment Portland ordinaire, responsable d'importantes émissions de CO_2 . Le travail porte sur l'utilisation du ciment LC^3 (Ciment au calcaire et à l'argile calcinée), élaboré à partir d'un mélange de clinker, d'argile calcinée et de filler calcaire, comme alternative écologique et performante dans la formulation des mortiers hydrauliques.

Le mémoire présente d'abord une revue bibliographique détaillée sur les matériaux cimentaires, les argiles calcinées, les mécanismes d'activation thermique et chimique, ainsi que les performances environnementales et mécaniques du ciment LC^3 . L'étude met en évidence le rôle de la déshydroxylation des argiles dans l'amélioration de leur réactivité pouzzolanique et souligne l'intérêt du LC^3 pour réduire les émissions de gaz à effet de serre de 30 à 40 % par rapport au ciment Portland classique.

La partie expérimentale repose sur la formulation de neuf mélanges de mortiers contenant différentes proportions de métakaolin (MK) et de filler calcaire (FC). Les taux de substitution étudiés varient entre 0 %, 20 % et 40 % de métakaolin, associés à des additions de filler calcaire de 0 %, 5 % et 10 %. Les matériaux utilisés ont été soigneusement caractérisés, notamment le ciment LC^3 , le métakaolin obtenu par calcination du kaolin à 800 °C pendant 5 h, le filler calcaire riche en CaCO_3 ainsi que le sable de dune d'Oued Souf.

Les mortiers ont été préparés conformément à la norme EN 196-1 puis soumis à différents essais à l'état frais et durci. Les essais expérimentaux concernent principalement la fluidité, les résistances mécaniques en compression et en flexion à 7, 28 et 90 jours, ainsi que la durabilité des mortiers face à une attaque chimique par l'acide sulfurique à 3,5 %.

Les résultats montrent que l'incorporation combinée du métakaolin et du filler calcaire améliore les propriétés mécaniques et la compacité de la matrice cimentaire. Les mélanges contenant des substitutions modérées présentent de meilleures résistances mécaniques ainsi qu'une amélioration du comportement vis-à-vis de l'attaque acide grâce au développement des réactions pouzzolaniques et à la réduction de la porosité.

Enfin, cette étude démontre que l'utilisation de l'argile calcinée et du filler calcaire dans les mortiers à base de LC^3 constitue une solution prometteuse pour produire des matériaux de construction plus durables, économiques et respectueux de l'environnement, tout en maintenant des performances mécaniques satisfaisantes adaptées aux applications du génie civil.

Mots clés : l'argile calcinée, filler de calcaire, compression, flexion, attaque chimique, mortier

Abstract

This study is part of the development of sustainable cementitious materials aimed at reducing the environmental impact of ordinary Portland cement, which is responsible for significant CO₂ emissions. The work focuses on the use of LC³ (Limestone Calcined Clay Cement), made from a mixture of clinker, calcined clay, and limestone filler, as an ecological and high-performance alternative in the formulation of hydraulic mortars.

The thesis begins with a detailed literature review on cementitious materials, calcined clays, thermal and chemical activation mechanisms, and the environmental and mechanical performance of LC³ cement. The study highlights the role of clay dehydroxylation in improving their pozzolanic reactivity and underscores the potential of LC³ to reduce greenhouse gas emissions by 30 to 40% compared to conventional Portland cement.

The experimental section focused on the formulation of nine mortar mixtures containing varying proportions of metakaolin (MK) and limestone filler (FC). The substitution rates studied ranged from 0%, 20%, and 40% metakaolin, combined with limestone filler additions of 0%, 5%, and 10%. The materials used were carefully characterized, including LC³ cement, metakaolin obtained by calcining kaolin at 800°C for 5 hours, limestone filler rich in CaCO₃, and dune sand from Oued Souf.

The mortars were prepared according to EN 196-1 and then subjected to various tests in both their fresh and hardened states. The experimental tests primarily concerned fluidity, compressive and flexural strength at 7, 28, and 90 days, as well as the mortars' durability against chemical attack with 3.5% sulfuric acid.

The results show that the combined incorporation of metakaolin and limestone filler improves the mechanical properties and compactness of the cementitious matrix. Mixtures containing moderate substitutions exhibit better mechanical strength, improved resistance to acid attack due to the development of pozzolanic reactions, and reduced porosity.

Finally, this study demonstrates that the use of calcined clay and limestone filler in LC³-based mortars is a promising solution for producing more durable, economical, and environmentally friendly construction materials, while maintaining satisfactory mechanical performance suitable for civil engineering applications.

Keywords: calcined clay, limestone filler, compression, flexural strength, chemical attack, mortar

الملخص

تُعَدُّ هذه الدراسة جزءًا من تطوير مواد إسمنتية مستدامة تهدف إلى الحدّ من الأثر البيئي للإسمنت البورتلاندي التقليدي، المسؤول عن انبعاثات ثاني أكسيد الكربون الكبيرة. يركز العمل على استخدام إسمنت LC^3 (الإسمنت الطيني المكلس بالحجر الجيري)، المُصنَّع من خليط من الكلنكر والطين المكلس وحشو الحجر الجيري، كبديل صديق للبيئة وعالي الأداء في تركيب الملاط الهيدروليكي.

تبدأ الرسالة بمراجعة شاملة للأدبيات المتعلقة بالمواد الإسمنتية، والطين المكلس، وآليات التنشيط الحراري والكيميائي، والأداء البيئي والميكانيكي لإسمنت LC^3 . تُسلِّط الدراسة الضوء على دور نزع الهيدروكسيل من الطين في تحسين تفاعليته البوزولانية، وتؤكد على إمكانية إسمنت LC^3 في خفض انبعاثات غازات الاحتباس الحراري بنسبة تتراوح بين 30 و40% مقارنةً بالإسمنت البورتلاندي التقليدي.

ركّز القسم التجريبي على تركيب تسعة مخاليط ملاط تحتوي على نسب متفاوتة من الميناكاولين (MK) وحشو الحجر الجيري (FC). تراوحت نسب الاستبدال المدروسة بين 0% و20% و40% من الميناكاولين، مع إضافة حشوات من الحجر الجيري بنسب 0% و5% و10%. وتم توصيف المواد المستخدمة بدقة، بما في ذلك أسمنت LC^3 ، والميناكاولين المُستخلص من تكليس الكاولين عند 800 درجة مئوية لمدة 5 ساعات، وحشوات الحجر الجيري الغنية بكاربونات الكالسيوم، ورمل الكثبان الرملية من وادي سوف.

تم تحضير الملاط وفقًا للمعيار الأوروبي EN 196-1، ثم خضع لاختبارات متنوعة في حالتيه الطرية والمتصلبة. ركزت الاختبارات التجريبية بشكل أساسي على سيولة الملاط، ومقاومته للضغط والانحناء بعد 7 و28 و90 يومًا، بالإضافة إلى مقاومته للهجوم الكيميائي بحمض الكبريتيك بتركيز 3.5%.

تُظهر النتائج أن الجمع بين الميناكاولين وحشوات الحجر الجيري يُحسِّن الخواص الميكانيكية وكثافة المادة الأسمنتية. تُظهر الخلطات التي تحتوي على بدائل معتدلة قوة ميكانيكية أفضل ومقاومة مُحسَّنة للهجوم الحمضي، وذلك بفضل تطور التفاعلات البوزولانية وانخفاض المسامية.

وأخيرًا، تُبيِّن هذه الدراسة أن استخدام الطين المُكلس وحشو الحجر الجيري في الملاط القائم على LC^3 يُعَدُّ حلًا واعدًا لإنتاج مواد بناء أكثر متانة واقتصادية وصديقة للبيئة، مع الحفاظ على أداء ميكانيكي مُرضٍ يُناسب تطبيقات الهندسة المدنية.

الكلمات المفتاحية: الطين المُكلس، حشو الحجر الجيري، الضغط، مقاومة الانحناء، الهجوم الكيميائي، الملاط

Table des matières

<i>Remerciements</i>	3
<i>Dédicaces</i>	4
<i>Dédicaces</i>	5
Résumé	6
<i>Table des matières</i>	9
Listedes tableaux	12
Liste des Figures	13
Introduction générale	1

CHAPITRE I

Revue bibliographique

I.1 Introduction	4
I.2 Généralité sur Ciment.....	4
I.2.1 Historique du ciment	4
I.2.2 Ciment Portland.....	4
I.2.3 Fabrication du ciment.....	5
I.2.4 Classes de résistance des ciments courants	7
I.2.5 Type de ciments	8
I.2.6 Hydratation du ciment	8
I.2.6.1 Hydratation des silicates de calcium C_3S et C_2S	9
I.2.6.2 Hydratation des aluminates de Calcium C_3A et C_4AF	9
I.2.7 Réduction de l’empreinte environnementale.....	10
I.3 Ciments alternatifs et ciments à faible empreinte carbone	10
I.3.1 La pouzzolane	11
I.3.2 Laitier des hauts-fourneaux.....	12

I.3.3 Fumées de silice	13
I.4 Filler calcaire.....	13
Figure I.10 : Filler calcaire	14
I.4.1 Propriétés physiques et chimiques du Filler calcaire	14
➤ <i>Propriétés physiques :</i>	14
➤ <i>Propriétés chimiques :</i>	14
I.4.2 L'utilisation Des Fillers Calcaires.....	15
I.4.3 Différents types de calcaire	15
I.4.4 Effets de l'ajout du calcaire comme substitut au ciment Portland	15
I.5 Argiles calcinées.....	16
I.5.1 Les grandes familles de minéraux argileux.....	17
I.5.3 Calcination des argiles	18
I.5.4 Activation thermique.....	19
I.5.5 Activation pouzzolanique.....	20
I.6 Ciment LC ³ , principe et performances	20
I.6.1 principe.....	20
I.6.2 Mécanismes du ciment LC ³	20
I.7 Conclusion.....	22

CHAPITRE II

Matériaux et méthodes expérimentales

II.1 Introduction.....	24
II.2 Caractérisation des matériaux utilisés.....	24
II.2.1 Ciment.....	24
II.2.2 Argile calcinée	25
II.2.3 Fillers calcaires	26
II.2.4 Sable.....	27
II.2.5 Eau de gâchage	28

II.2.6 Superplastifiant	28
II.3 Composition des différents mélanges	28
II.4 Essais de caractérisations	29
II.4.1 Préparation des échantillons	29
II.4.2 Essais à l'état frais	30
II.4.3 Essais à l'état durcis.....	30
II.4.3.1 Résistances mécaniques (résistance à la compression et à la flexion).....	30
II.4.3.2 Attaque chimique: Perte en masse	31
II.5 Conclusion	32

CHAPITRE III

Résultats et Discussions

III.1 Introduction	34
III.2 Résistance à la compression	34
III.3 Résistance à la flexion	36
III.4 Masse Volumique sec.....	37
III.5 Résistance aux attaques chimiques.....	39
III.6 Perte en poids.....	40
III.7 Aspect visuel.....	42
III.8 Conclusion	42
<i>Conclusion générale et perspectives</i>	44
REFERENCES	48

Listedes tableaux

Tableau	Page
Tableau I.1 Effets de l'ajout du calcaire comme substitut au ciment Portland [21].	16
Tableau I.2 La classification des argiles.[33]	18
Tableau II.1: Composition chimique élémentaire de ciment LC ³ et OPC	24
Tableau II.3: Compositions des différents mélanges de mortiers utilisés.	28

Liste des Figures

Figure	Page
Figure I.1: Schéma de la fabrication du ciment [10].	5
Figure I.2 : Broyeur. [12]	6
Figure I.3: Four rotatif. [10]	6
Figure I.4: Expédition en sac. [11]	7
Figure I.5: Expédition en vrac. [11]	7
Figure I.6: C-S-H fibreux avec Cristal de Portlandite (X) entre des C-S-H , La porosité est repérée par (O) [17].	9
Figure I.7: Pouzzolane naturelle [23].	11
Figure I.8: Métakaolin, une argile calcinée [25]	12
Figure I.9: Laitier granulé de haut fourneau broyé. [25]	12
Figure I.10 : Filler calcaire	14
Figure I.11 : Différents constituants du ciment LC ³ . [37]	20
Figure II.1 : Composition chimique de ciment LC ³ et OPC	25
Figure II. 2 : Ciment utilise	25
Figure II.3: Métakaolin utilisée.	26
Figure II.4: Filler de calcaire	26
Figure II.5: Courbe granulométrique du sable de dune (OUED SOUF).	27
Figure II.6 : Superplastifiant MEDAFLOW 30	28
Figure II.7 : Méthode de malaxage et le mode de conservation.	29
Figure II.8 : Test de l'étalement	30
Figure II.9: L'essai des résistances à la compression et à la flexion	31
Figure II.10: les éprouvettes dans la solution acide ont pourcentage de 3.5 %	32
Figure III.1 Evolution de la résistance à la compression des mortiers incorporant du métakaolin et du filler calcaire à 7, 28 et 90 jours.	34

Figure III.2 : Effet du taux de substitution en métakaolin et filler calcaire sur le développement de la résistance à la flexion des mortiers	36
Figure III.3 : Evolution de la densité sèche des mortiers incorporant du métakaolin et du filler calcaire à différents taux de substitution du ciment (7, 28 et 90 jours).	37
Figure III. 4: Évolution de la résistance à la compression des mortiers après 30 jours d'exposition à une solution d'acide sulfurique (3,5 %) en fonction du taux de substitution par le métakaolin et le filler calcaire.	39
Figure III.5: Évolution de perte en masse des mortiers après 30 jours d'exposition à une solution d'acide sulfurique (3,5 %) en fonction du taux de substitution par le	40
Figure III.6: Aspect visuel des éprouvettes contenant du filler calcaire (F) et du métakaolin (K) après 30 jours d'exposition à une solution d'acide sulfurique à 3,5%.	42

Introduction générale

Introduction générale

Le secteur de la construction connaît aujourd'hui un développement considérable accompagné d'une forte demande en matériaux cimentaires. Cependant, la production du ciment Portland ordinaire demeure l'une des principales sources d'émissions de dioxyde de carbone (CO_2) et de consommation énergétique dans le monde. L'industrie cimentaire est responsable d'environ 8 % des émissions mondiales de gaz à effet de serre, ce qui pousse les chercheurs à développer des matériaux alternatifs plus durables et respectueux de l'environnement. Dans ce contexte, les liants à faible empreinte carbone, notamment le ciment LC^3 (Ciment au calcaire et à l'argile calcinée), représentent une solution prometteuse pour réduire l'impact environnemental des matériaux de construction tout en conservant des performances mécaniques satisfaisantes.

Le ciment LC^3 est un ciment ternaire élaboré à partir d'un mélange de clinker, d'argile calcinée et de filler calcaire. Cette technologie permet de remplacer une partie importante du clinker, élément le plus polluant dans la fabrication du ciment, par des matériaux minéraux abondants et moins énergivores. L'utilisation de l'argile calcinée, riche en métakaolin, favorise les réactions pouzzolaniques et contribue à l'amélioration des propriétés mécaniques et de la durabilité des mortiers et bétons. De plus, l'ajout de filler calcaire améliore la compacité de la matrice cimentaire et participe au développement de nouvelles phases hydrates bénéfiques pour les performances du matériau.

L'objectif principal de ce mémoire est d'étudier l'effet de l'incorporation du métakaolin et du filler calcaire sur les propriétés physiques, mécaniques et de durabilité des mortiers à base de ciment LC^3 . Pour cela, plusieurs formulations de mortiers ont été élaborées avec différents taux de substitution. Les substitutions étudiées concernent des taux de métakaolin de 0 %, 20 % et 40 %, associés à des additions de filler calcaire de 0 %, 5 % et 10 %. Les performances des différents mélanges ont été évaluées à travers des essais à l'état frais et durci, notamment la fluidité, les résistances mécaniques en compression et en flexion, ainsi que la résistance à l'attaque chimique par l'acide sulfurique.

Ce mémoire est structuré en plusieurs chapitres. Le premier chapitre présente une revue bibliographique consacrée aux matériaux cimentaires, aux argiles calcinées, au métakaolin, aux fillers calcaires ainsi qu'au ciment LC^3 et à ses performances environnementales et mécaniques. Le deuxième chapitre décrit les matériaux utilisés, les méthodes expérimentales adoptées, les formulations des différents mélanges ainsi que les essais réalisés. Les chapitres

suivants sont consacrés à la présentation et à l'analyse des résultats expérimentaux obtenus concernant les propriétés physiques, mécaniques et la durabilité des mortiers étudiés. Enfin, une conclusion générale résume les principaux résultats obtenus et propose des perspectives pour des travaux futurs dans le domaine des matériaux cimentaires durables.

CHAPITRE I

Revue bibliographique

I.1 Introduction

Le mortier est un matériau de construction élaboré à partir de ciment, d'eau et de sable, complété si besoin par des adjuvants ou des additions. La diversité des mortiers s'explique par la variabilité de leur composition, mais également par l'influence déterminante des techniques de malaxage, de la pose et des conditions de cure [1].

L'étude du comportement du mortier est plus complexe que celui de la pâte. Sa théorie est encore peu explorée et nécessite plus d'investigation et de recherches théoriques et expérimentales. Bien que cette étude ait été faite dans un système de mortier, il est raisonnable de penser que les tendances qui ont été observées pourraient être prolongées au béton [2].

Dans le secteur du bâtiment et des travaux publics, les mortiers ont connu une croissance soutenue depuis 1970, atteignant un volume de production de près de 4 millions de tonnes en 2011. Cette évolution s'accompagne d'une transition vers des solutions préformulées industrielles, qui supplantent progressivement les mélanges artisanaux réalisés sur site [3].

I.2 Généralité sur Ciment

I.2.1 Historique du ciment

L'histoire des ciments débute avec les Égyptiens, avant d'être perfectionnée par les civilisations Mayas et Chinoises grâce à l'usage de la chaux (produite par calcination de roches calcaires puis extinction à l'eau). Par la suite, les Grecs d'Italie ont amélioré ses performances en y intégrant des cendres pouzzolaniques, une technique largement diffusée par les Romains. Jusqu'à l'ère moderne, le ciment consistait en un liant — souvent de la chaux — enrichi d'additions hydrauliques telles que des débris de briques concassées ou de la pouzzolane [4].

Les travaux de Louis Vicat sur l'hydraulicité ont constitué une base importante pour le développement des liants hydrauliques modernes [5].

Techniquement, les ciments Portland sont des liants hydrauliques principalement constitués de silicates et d'aluminates de calcium. Leur durcissement résulte d'une réaction chimique au contact de l'eau, appelée hydratation [6].

I.2.2 Ciment Portland

Jusqu'à la fin de l'année 1994, l'appellation générale « ciments Portland » regroupait deux catégories de ciments :

- **Le ciment Portland artificiel (CPA) :** Constitué d'au moins 97 % de clinker, le complément étant formé de filler.
- **Le ciment Portland composé (CPJ) :** Contenant au minimum 65 % de clinker, le reste étant constitué d'un ou de plusieurs des constituants précédemment cités.

La nouvelle normalisation maintient ces deux catégories de ciments sous des appellations différentes. Dans le cas des ciments Portland composés, elle introduit également plusieurs sous-catégories.

Les ciments Portland se répartissent ainsi en :

- **Ciment Portland Type I ;**
- **Ciment Portland composé Type II.**

Le **ciment Portland Type I**, désigné par **CPA-CEM I**, renferme au moins 95 % de clinker. La proportion restante, limitée à 5 %, peut être constituée de l'un des constituants de base mentionnés précédemment ou de filler.

Le **ciment Portland composé Type II**, désigné par **CPJ-CEM II/A** et **CPJ-CEM II/B**, est constitué de clinker (K) associé à un autre constituant.

Les ciments **CPJ-CEM II/A** contiennent entre 80 % et 94 % de clinker, ainsi que 6 % à 20 % de l'un des constituants mentionnés précédemment. Dans le cas des fumées de silice, cette teneur est limitée à 10 %.

Les ciments **CPJ-CEM II/B** renferment entre 65 % et 79 % de clinker et entre 21 % et 35 % d'un autre constituant. [8]

1.2.3 Fabrication du ciment

Le ciment Portland composé est obtenu par le broyage du clinker, une roche artificielle, avec du gypse et un ajout tel que le calcaire ou la pouzzolane.

Le clinker est produit par la cuisson à 1450 °C d'un mélange convenablement dosé de calcaire (environ 80 %) et d'argile (environ 20 %). D'autres matériaux, tels que la marne, peuvent également être utilisés. [8]

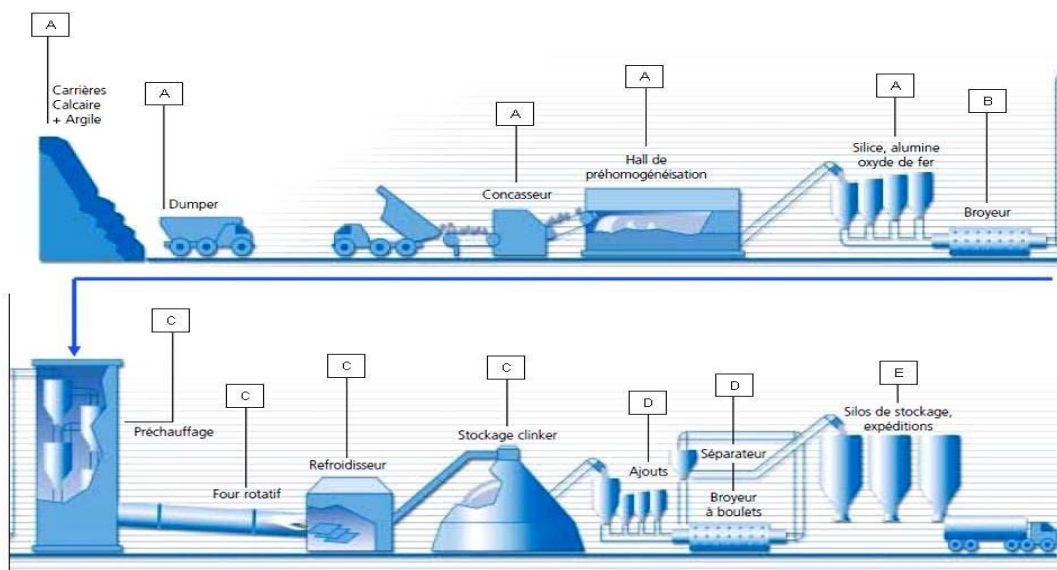


Figure I.1: Schéma de la fabrication du ciment [10].

- Préparation des matières premières :

1. **Stockage des matières premières**

Les matières premières sont stockées avant leur utilisation.

2. **Broyage**

Les matières premières sont broyées pour obtenir une poudre fine.



Figure I.2 : Broyeur. [12]

3. **Homogénéisation**

La poudre est mélangée afin d'obtenir une composition homogène.

4. **Préchauffage et calcination**

La matière passe par une étape de préchauffage et de calcination.

5. **Four rotatif**

La matière entre dans le four rotatif où elle se transforme en clinker

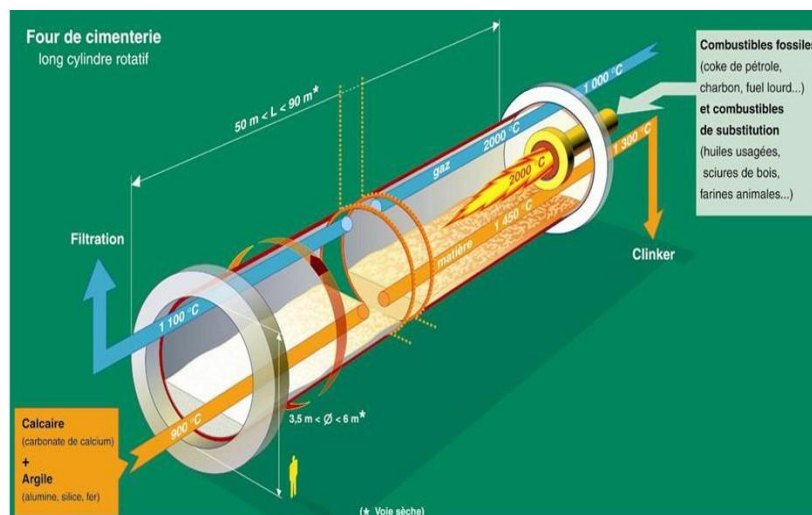


Figure I.3: Four rotatif. [10]

6. Stockage du clinker

Le clinker est stocké après refroidissement.

7. Additifs (gypse, cendres volantes, etc.)

Des matériaux sont ajoutés au clinker.

8. Broyage du ciment

Le clinker est broyé avec les additifs pour obtenir le ciment.

9. Stockage et expédition

Le ciment est stocké puis expédié en sacs ou en vrac. [9]



Figure I.4: Expédition en sac. [11]



Figure I.5: Expédition en vrac. [11]

I.2.4 Classes de résistance des ciments courants

La résistance normale d'un ciment correspond à sa résistance mécanique à la compression mesurée à l'âge de 28 jours, conformément à la norme NF EN 196-1, et exprimée en MPa. Pour chaque type de ciment, trois classes de résistance normale sont définies en fonction de la résistance obtenue à 28 jours : la classe 32,5, la classe 42,5 et la classe 52,5.

Par ailleurs, pour chacune de ces classes de résistance normale, deux catégories de résistance au jeune âge sont distinguées : une catégorie à résistance ordinaire au jeune âge et une catégorie à résistance élevée au jeune âge, cette dernière étant désignée par la lettre R. [13].

I.2.5 Type de ciments

CEMI : Ciment portland (**CPA**).

CEM II : Ciment portland composé (**CPJ**).

CEMIII : Ciment de haut-fourneau (**CHF**).

CEMIV : Ciment pouzzolaniques (**CPZ**).

CEMV : Ciment au laitier et aux cendres (**CLC**). [14].

I.2.6 Hydratation du ciment

Dans la chimie du ciment, le terme « hydratation » désigne l'ensemble des transformations qui se produisent lorsque le ciment anhydre, ou l'une de ses phases constitutives, est mis en contact avec l'eau. Les réactions chimiques impliquées sont généralement plus complexes qu'une simple conversion des phases anhydres en hydrates correspondants.

Le ciment Portland étant un système multicomposant, son hydratation constitue un processus complexe résultant d'une série de réactions chimiques individuelles qui se déroulent simultanément. Ce processus débute spontanément dès le contact du liant avec l'eau et s'accompagne d'un dégagement de chaleur.

Le développement de l'hydratation ainsi que sa cinétique sont influencés par plusieurs paramètres, notamment :

- La composition de phase du ciment et la présence d'ions étrangers dans les réseaux cristallins des différentes phases du clinker.
- La finesse du ciment, sa granulométrie ainsi que sa surface spécifique.
- Le rapport eau/ciment utilisé.
- La température de durcissement.
- La présence d'additifs chimiques, utilisés en faibles quantités afin de modifier la vitesse d'hydratation et les propriétés de la pâte de ciment.
- La présence d'additions incorporées lors de la fabrication du ciment afin de produire les différents types de ciments normalisés, telles que le laitier granulé de haut fourneau et les cendres volantes pulvérisées.

À température ambiante, les principaux produits d'hydratation formés sont une phase hydratée de silicate de calcium, caractérisée par un rapport molaire CaO/SiO_2 inférieur à 3,0 et appelée phase C-S-H, ainsi que l'hydroxyde de calcium, noté CH $[\text{Ca}(\text{OH})_2]$. [15]

I.2.6.1 Hydratation des silicates de calcium C_3S et C_2S

Le C_3S se dissout rapidement lors du mélange du ciment Portland avec l'eau de gâchage. Cette dissolution conduit à la formation de portlandite $Ca(OH)_2$ (CH selon la notation cimentière) ainsi que de silicates de calcium hydratés (C-S-H). Les C-S-H formés présentent un rapport CaO/SiO_2 (C/S) compris entre 1,5 et 1,7. L'équation-bilan s'exprime de la manière suivante :



L'hydratation du C_3S revêt une importance particulière, car il constitue le principal constituant des ciments Portland. Par ailleurs, son produit d'hydratation, le C-S-H, contrôle l'essentiel des propriétés mécaniques de la pâte durcie. Le C_3S permet d'obtenir rapidement une résistance élevée du ciment, et son hydratation évolue très peu au-delà de 28 jours.

Contrairement au C_3S , le C_2S présente une cinétique d'hydratation plus lente, ce qui permet le développement de résistances élevées à moyen et long terme. Les produits issus de son hydratation sont cependant identiques :

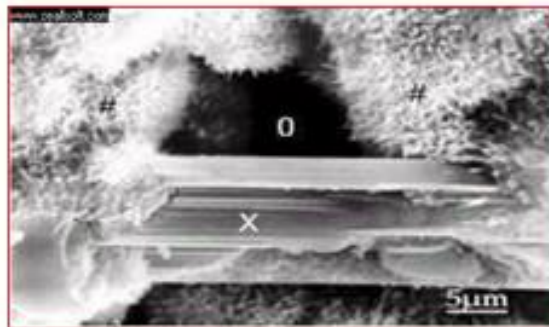


Figure I.6: C-S-H fibreux avec Cristal de Portlandite (X) entre des C-S-H , La porosité est repérée par (O) [17].

I.2.6.2 Hydratation des aluminates de Calcium C_3A et C_4AF

L'aluminate tricalcique est le composé du ciment le plus réactif avec l'eau. C'est parce que l'hydratation des aluminates est très rapide que les cimentiers ajoutent du sulfate sous forme de gypse au clinker pour contrôler ces réactions [18].

A. Hydratation de l'aluminate tricalcique C_3A :

Le C_3A constitue le composé le plus réactif du clinker. Au contact de l'eau, il s'hydrate très rapidement en formant des hydrates métastables (C_4AH_{13} et C_2AH_8), qui évoluent ensuite vers l'aluminate de calcium hydraté C_3AH_6 .

L'aluminate tricalcique participe au processus de prise de la pâte de ciment, mais contribue faiblement à la résistance finale. En l'absence de gypse, son hydratation est extrêmement rapide et exothermique, ce qui perturbe l'hydratation des silicates. Il en résulte une prise très rapide qui empêche la mise en œuvre correcte du matériau.

Afin de contrôler ce phénomène, du gypse est systématiquement incorporé à la composition du ciment. Les aluminates réagissent alors avec les sulfates apportés par le gypse pour former de l'ettringite (**AFt**), ou trisulfoaluminate de calcium hydraté. Ce composé précipite autour des grains de **C₃ A**, limitant ainsi leur dissolution. Une fois le gypse entièrement consommé, l'ettringite se décompose et se transforme en monosulfoaluminate (**AFM**). La teneur en gypse des ciments étant limitée, le **C₃ A** est généralement présent en excès par rapport au gypse. [19]

B. Hydratation de l'aluminoferrite tétracalcique C₄AF:

Le C₄ AF (tétracalcium aluminoferrite) s'hydrate en donnant des produits de structure similaire à ceux formés par le C₃ A. Toutefois, le gypse ralentit plus efficacement la réaction du C₄ AF que celle du C₃ A.

Au cours de la première étape de l'hydratation, il se forme un sulfoaluminate à forte teneur en calcium, lequel réagit ensuite avec l'excès de C₄ AF pour produire un sulfoaluminate à faible teneur en sulfate.

Ces sulfoaluminates représentent environ 15 à 20 % du volume des phases solides dans la pâte et exercent une influence sur les phénomènes de prise initiale et de durcissement précoce du ciment. [20]

I.2.7 Réduction de l'empreinte environnementale

L'utilisation du calcaire comme substitut partiel du ciment Portland permet de réduire à la fois les coûts de production et les émissions de CO₂ liées à la fabrication du clinker. Étant donné que le béton est l'un des matériaux les plus utilisés au monde, même de légères modifications dans sa composition peuvent avoir un impact important sur l'empreinte carbone globale du secteur. Par exemple, l'adoption du ciment Portland au calcaire aux États-Unis en 2019 aurait permis d'éviter environ 8,1 millions de tonnes de CO₂, soit l'équivalent de retirer 1,75 million de voitures de la circulation pendant un an. [21]

I.3 Ciments alternatifs et ciments à faible empreinte carbone

Les défis environnementaux liés au ciment Portland encouragent le développement de ciments à faible empreinte carbone. La principale stratégie consiste à réduire la teneur en clinker en utilisant des matériaux cimentaires supplémentaires comme le laitier et les cendres

volantes, bien que leur disponibilité soit limitée. D'autres alternatives, comme le calcaire, les cendres végétales ou les pouzzolanes, restent insuffisantes à grande échelle. Dans ce contexte, les argiles calcinées se distinguent comme une solution prometteuse grâce à leur abondance et leur capacité à diminuer significativement les émissions de CO_2 , notamment lorsqu'elles sont combinées au calcaire (ciment LC), tout en conservant de bonnes performances mécaniques. [22]

I.3.1 La pouzzolane

Les pouzzolanes sont des matériaux naturels ou artificiels capables de réagir, en présence d'eau, avec l'hydroxyde de calcium afin de former de nouveaux composés stables, peu solubles dans l'eau et présentant des propriétés liantes.

Les normes françaises définissent les pouzzolanes utilisées dans la fabrication des ciments comme suit :

➤ **Pouzzolane naturelle :**

La pouzzolane naturelle est un produit d'origine volcanique principalement constitué de silice, d'alumine et d'oxydes de fer, présentant naturellement des propriétés pouzzolaniques. Elle peut être d'origine volcanique, telle que le verre volcanique, la ponce, la rhyolite, les tufs et les zéolites, ou d'origine sédimentaire, comme les terres à diatomées et les diatomites [23].



Figure I.7: Pouzzolane naturelle [23].

➤ **Pouzzolane artificielle :**

Les pouzzolanes artificielles sont des matériaux essentiellement composés de silice, d'alumine et d'oxyde de fer, ayant subi un traitement thermique afin de leur conférer des propriétés pouzzolaniques. Elles constituent des déchets issus de différentes industries.

On distingue notamment les résidus de fabrication industrielle tels que les mâchefers, les cendres de bois ou de houille, ainsi que les débris de briques et de tuiles fabriquées à partir

d'argiles pures et cuites à des températures modérées. On distingue également le schiste cuit et les déchets issus de l'industrie à base de métakaolinite [24].



Figure I.8: Métakaolin, une argile calcinée [25]

I.3.2 Laitier des hauts-fourneaux

Le laitier granulé de haut-fourneau est un sous-produit de la production de la fonte, obtenu par un refroidissement rapide du laitier en fusion par aspersion d'eau. Il se présente sous forme de nodules et constitue un matériau à caractère hydraulique lorsqu'il est activé.

Sa composition chimique comprend principalement de la chaux (CaO) dans des proportions d'environ 40 à 50 %, de la silice (SiO_2) entre 25 et 35 %, de l'alumine (Al_2O_3) entre 12 et 30 %, ainsi que de la magnésie et d'autres oxydes en faibles quantités. Ces éléments sont pratiquement identiques à ceux du clinker.

Le laitier présente une capacité de rétention d'eau de gâchage inférieure à celle du ciment Portland et est, par conséquent, plus sensible à la dessiccation. En revanche, il offre une meilleure résistance à l'action des sulfates, à la dissolution de la chaux par les eaux pures, ainsi que par celles contenant du dioxyde de carbone. [26].

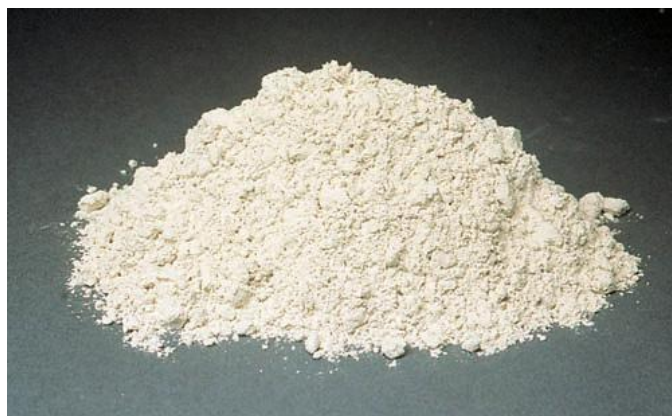


Figure I.9: Laitier granulé de haut fourneau broyé. [25]

I.3.3 Fumées de silice

La fumée de silice est un sous-produit de la fabrication du silicium, de différents alliages de ferrosilicium ou de la zircone. Le silicium et ses alliages sont produits dans des fours à arc électrique, dans lesquels le quartz est réduit en présence de charbon, et de fer dans le cas du ferrosilicium. Au cours de cette réduction de la silice dans l'arc électrique, un composé gazeux, SiO , se forme et s'échappe vers la partie supérieure du four. Ce gaz se refroidit ensuite, se condense et s'oxyde sous forme de particules ultrafines de dioxyde de silicium (SiO_2). Ces particules sont ensuite récupérées à l'aide d'un système de dépoussiérage. [27]

I.4 Filler calcaire

Le terme filler désigne tout matériau obtenu par broyage ou pulvérisation de certaines roches, telles que le calcaire, le basalte, les laitiers ou la bentonite, naturelles ou non, dont la dimension des grains les plus grossiers ne dépasse pas 80 microns.

Les fillers se distinguent les uns des autres selon :

- leur origine, leur composition chimique et minéralogique, ainsi que les impuretés qu'ils contiennent ;
- leur finesse et la forme des grains ;
- leur dureté et leur porosité.

Le filler le plus courant est le calcaire finement broyé. Il peut également s'agir de silice finement broyée. Un filler est qualifié de calcaire lorsqu'il contient au moins 90 % de carbonate de calcium. Dans le cas contraire, il est désigné par le nom de la roche dont il provient.

Sur le plan chimique, ces fillers sont constitués de carbonate de calcium. Ils peuvent contenir de l'oxyde de magnésium ; dans ce cas, il s'agit de calcaires dolomitiques.

Les calcaires peuvent présenter différentes origines géologiques :

- **origine métamorphique**, correspondant aux marbres ;

origine sédimentaire. [27]



Figure I.10 : Filler calcaire

I.4.1 Propriétés physiques et chimiques du Filler calcaire

➤ *Propriétés physiques :*

Les fillers calcaires sont des matériaux pulvérulents obtenus par broyage de roches calcaires caractérisés par une grande finesse cette finesse leur permet d'agir sur la granularité du ciment en améliorant la compacité du mélange et en comblant les vides entre les grains.

Ils influencent la microstructure des matrices cimentaires en modifiant la densité et la porosité des produits d'hydratation notamment les C-S-H leur effet dépend fortement du degré d'hydratation ainsi que de leur quantité dans le mélange ils peuvent également modifier la surface spécifique du système ce qui a un impact sur le retrait en particulier le retrait de séchage en fonction de la nature et de la finesse de l'addition.

➤ *Propriétés chimiques :*

Les fillers calcaires sont principalement constitués de carbonate de calcium ce qui leur confère un comportement globalement peu réactif dans la matrice cimentaire ils sont généralement considérés comme des additions inertes mais peuvent participer à certaines interactions avec les composés formés lors de l'hydratation du ciment ces interactions restent secondaires mais peuvent influencer la formation des hydrates.

Dans certains systèmes cimentaires leur présence peut contribuer à modifier légèrement les produits d'hydratation sans qu'ils ne soient considérés comme des éléments fortement réactifs du liant. [28]

I.4.2 L'utilisation Des Fillers Calcaires

L'utilisation des fillers calcaires dans l'industrie du ciment et du béton est relativement récente. Ils peuvent être obtenus soit à partir du concassage des granulats calcaires, auquel cas ils peuvent contenir des résidus argileux et des matières organiques, soit par broyage du matériau cru.

Leur composition chimique correspond essentiellement au carbonate de calcium (CaCO_3). Un filler est qualifié de calcaire lorsque sa teneur en carbonate de calcium est d'au moins 90 %. Dans le cas contraire, le filler est désigné par le nom de la roche dont il est issu. [29]

I.4.3 Différents types de calcaire

Les fillers calcaires sont :

Soit issus du concassage des granulats calcaires, et peuvent alors contenir des résidus argileux ainsi que des matières organiques ;

Soit obtenus par broyage de la matière première.

Les calcaires présentent différentes origines géologiques :

- origine métamorphique : il s'agit des marbres ;
- origine sédimentaire.

Le calcaire est principalement constitué de carbonate de calcium (CaCO_3), contenant 56,03 % de CaO et 43,97 % de CO_2 . Le carbonate de calcium se présente sous plusieurs formes polymorphes : calcite, aragonite et vèrité.

Le calcaire peut également contenir de la silice (SiO_2), de l'alumine (Al_2O_3), de l'oxyde de fer (Fe_2O_3), ainsi que des minéraux accessoires tels que la dolomite $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$, composée de 54,27 % de CaCO_3 et de 45,73 % de MgCO_3 ou encore de 30,41 % de MgO et de 47,72 % de CaO.

Le calcaire dolomitique est un mélange de dolomite et de calcite, tandis que la dolomie est constituée uniquement de dolomite. [30]

I.4.4 Effets de l'ajout du calcaire comme substitut au ciment Portland

Dans une revue de littérature récente consacrée à l'utilisation du calcaire comme substitut partiel du ciment Portland, l'effet du calcaire est classé en quatre composantes, résumées dans le Tableau ci-dessous [21].

Tableau I.1 Effets de l'ajout du calcaire comme substitut au ciment Portland [21].

Effet	Explication
Effet filler	La distribution granulométrique et la compacité influencent directement les propriétés du mélange. L'ajout de calcaire plus fin que le ciment réduit la porosité, améliore la compacité et diminue la quantité d'eau nécessaire. Cependant, une finesse trop élevée peut réduire l'ouvrabilité du mélange.
Effet de nucléation	L'ajout de calcaire (LS) accélère l'hydratation du C_3S , augmente les produits d'hydratation et réduit la porosité aux jeunes âges. Cet effet s'explique par la similarité entre la structure de la calcite et celle du gel C-S-H, favorisant la formation de produits d'hydratation à la surface des particules (effet de nucléation). Cet effet dépend de la taille des particules, de leur surface et de la quantité de calcaire incorporée.
Effet de dilution	L'augmentation de la teneur en calcaire (LS) en remplacement du ciment réduit la quantité de clinker et diminue les produits d'hydratation. Comme le calcaire n'a pas de propriétés cimentaires, il entraîne une dilution avec plus d'eau libre, ce qui limite la formation des composés essentiels comme le C-S-H et le CH.
Effet chimique	Le calcaire réagit avec le C_3A du ciment pour former des carboaluminates, ce qui favorise l'hydratation précoce, réduit la porosité et améliore la résistance du béton si la quantité est adéquate. Il contribue aussi à la stabilisation de l'ettringite. La formation de ces composés est plus importante aux jeunes âges, surtout avec un calcaire fin, et augmente avec une teneur plus élevée en calcaire ou en matériaux riches en Al_2O_3 .

I.5 Argiles calcinées

L'argile calcinée constitue une alternative prometteuse dans les matériaux cimentaires elle est obtenue par un procédé de calcination réalisé à une température inférieure à 1000°C, au cours duquel se produit essentiellement une déshydroxylation de la matière première ce procédé ne génère pas d'émissions de CO_2 autres que celles liées à la consommation énergétique, contrairement au processus de décarbonatation associé à la production du clinker Portland.

Un exemple représentatif est le métakaolin, issu de la calcination de la kaolinite. Ce matériau est composé d'aluminates (Al_2O_3) et de silicates (SiO_2) amorphes, de type AS_2 , ce qui lui confère une réactivité pouzzolanique. Cette réactivité se traduit par sa capacité à réagir avec la portlandite afin de former des hydrates de type C(A)SH, contribuant ainsi à l'amélioration des propriétés mécaniques des matériaux cimentaires [31].

I.5.1 Les grandes familles de minéraux argileux

Les minéraux argileux se répartissent principalement en quatre grandes familles : [32]

- **Famille du kaolin** : $\text{Al}_4 [(\text{OH})_8 \text{Si}_4 \text{O}_{10}]$
- **Famille des micas** : dioctaédrique $\text{K}_2 \text{Al}_4 [\text{Si}_6 \text{Al}_2] \text{O}_{20} (\text{OH})_4$ et trioctaédrique $\text{K}_2 \text{Mg}_6 [\text{Si}_6 \text{Al}_2] \text{O}_{20} (\text{OH})_4$
- **Famille de la montmorillonite** : $\text{Al}_2 [(\text{OH})_2 \text{Si}_4 \text{O}_{10}] \cdot x\text{H}_2\text{O}$
- **Famille des chlorites** : caractérisées par l'alternance de feuillets de type talc et de feuillets de type brucite $\text{Mg}(\text{OH})_2$, conduisant à des formules de type $(\text{Mg,Al})_3 [(\text{OH})_2 \text{AlSi}_3 \text{O}_{10}] \text{Mg}_3 (\text{OH})_6$

I.5.2 Classification des argiles

Les argiles constituent des roches formées essentiellement de minéraux très fins appelés minéraux argileux auxquels peuvent s'associer d'autres constituants tels que le quartz certains minéraux lourds ainsi que des matières organiques sur le plan chimique ces minéraux appartiennent à la famille des silicates d'alumine et présentent une organisation structurée en feuillets ou en couches très fines l'empilement de ces feuillets conduit à la formation de particules extrêmement petites dont la taille est généralement inférieure à 2 μm .

La classification des minéraux argileux repose principalement sur l'épaisseur et la structure de leurs feuillets on distingue ainsi plusieurs groupes le premier regroupe les minéraux dont les feuillets ont une épaisseur d'environ 7 Å caractérisés par l'association d'une couche tétraédrique et d'une couche octaédrique un deuxième ensemble comprend les minéraux à feuillets d'environ 10 Å constitués de deux couches tétraédriques encadrant une couche octaédrique. Enfin un troisième groupe correspond aux minéraux dont les feuillets atteignent environ 14 Å se distinguant par la présence de couches octaédriques interfoliaires qui influencent leur organisation structurale. [33]

Tableau I.2 La classification des argiles.[33]

Type	Groupe	Sous-groupe	Espèces	Formules
1 : 1	Kaolinites	Kaolinites	Dichite, nacrite Kaolinite Métahalloysitehalloysite	$Al_2Si_2O_5(OH)_4$, $Al_2Si_2O_5(OH)_4$, $Al_2Si_2O_5(OH)_4$, $Al_2Si_2O_5(OH)_4$, $Al_2Si_2O_5(OH)_4$, $4H_2O$
		Serpentine	Antigorite	$Mg_3Si_2O_5(OH)_4$
	Talc	Pyrophyllite	Pyrophyllite	$Al_2Si_4O_{10}(OH)_2$
		Talc	Talc	$Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$
	Smectites	Smectites Dioctaédriques	Montmorillonite	$(Al, 67Mg, 33) Si_4O_{10}(OH)$
		Smectitestrioctaédriques	Saponite	$Mg_3 (Si_3, 67Al, 33) O_{10}(OH)_2$
2 : 1	Vermiculites	Vermiculites Dioctaédrique	Vermiculites Dioctaédrique	$(Al, Fe...)_2(Si, Al)_4 O_{10}(OH)_2$
		Micas Dioctaédrique	Muscovite	$KA_{12} (Si_3Al) O_{10}(OH)_2$
		Micas Trioctaédrique	Phlogopite	$KMg_3 (Si_3Al) O_{10}(OH)_2$
2 : 1 : 1	Chlorite	Chlorite trioctaédrique	Espèces différentes	$(Mg, Fe...)_6 (Si, Al)_4 O_{10}(OH)_8$

I.5.3 Calcination des argiles

La **calcination** est une technique de préparation d'échantillons utilisée en chimie analytique, permettant de prendre en compte ce phénomène. Elle consiste à chauffer l'échantillon à l'air à haute température (généralement entre 500 et 1000 °C) afin de provoquer des transformations physiques et chimiques et de placer ainsi l'échantillon dans un état de référence.

Dans le cadre de la valorisation des argiles comme substitut partiel du clinker, le traitement thermique appliqué doit permettre d'assurer la déshydroxylation tout en :

- éliminant toutes les matières organiques incompatibles avec le ciment
- évitant la décarbonatation de la calcite, laquelle est défavorable à la maniabilité des mortiers et des bétons.

La calcination des argiles entre 550 et 800 °C permet l'élimination de l'eau de constitution (déshydroxylation). La formation d'une structure amorphe rend l'argile plus réactive que celle obtenue à l'état initial. Cela explique la forte diminution de la concentration en CaO dans la solution. En présence d'eau, la chaux réagit avec l'argile pour former des silicates, aluminates

et aluminosilicates de calcium hydratés, dont la nature dépend de la minéralogie des pouzzolanes ainsi que de la solubilité des phases cristallines et non cristallines. [34].

I.5.4 Activation thermique

La réaction pouzzolanique ne peut se produire que dans des matériaux contenant des phases minérales dont la silice et l'alumine sont partiellement disponibles à la réaction. Cette caractéristique est particulièrement observée dans les argiles calcinées ou amorphes ainsi que dans les cendres volantes à dominante vitreuse. Il est également admis que ce principe s'applique aux pouzzolanes naturelles, où seules la silice et l'alumine présentes dans les phases vitreuses participent effectivement aux réactions pouzzolaniques.

Parmi les paramètres influençant l'activation thermique des matériaux riches en silice et/ou en alumine, la température de calcination constitue un facteur déterminant. Les études consacrées à l'activation de ces matériaux montrent que, pour le kaolin, la plage de température optimale se situe entre 700 et 800 °C. En dessous de 700 °C, la déshydratation du kaolin demeure incomplète, tandis qu'au-delà de 800 °C, le degré d'amorphisation diminue en raison du début de la recristallisation du métakaolin. D'autres travaux indiquent que la structure amorphe du kaolin, sous forme de métakaolin, est obtenue dans un intervalle compris entre 600 et 800 °C.

La stabilité cristalline influence directement la solubilité des matériaux. Ainsi, les argiles calcinées présentent une réactivité supérieure à celle des argiles naturelles en raison de leur état métastable. Le mode de refroidissement joue également un rôle important dans la stabilité des minéraux. Un refroidissement rapide par trempe permet de conserver les états métastables acquis à la température maximale de calcination, favorisant ainsi une meilleure réactivité.

En fonction de la structure cristalline des minéraux constitutifs, des impuretés présentes, des défauts structuraux et de la composition minéralogique des pouzzolanes, trois classes de résistance mécanique sont distinguées : 32,5 ; 42,5 et 52,5. Ces classes correspondent respectivement à des matériaux peu réactifs, réactifs et très réactifs sur le plan chimique.

Par ailleurs, la calcination d'une vase de barrage hydraulique préalablement broyée à une granulométrie de 250 µm et traitée à 750 °C pendant 5 heures a permis d'améliorer les performances mécaniques des pâtes de ciment contenant 30 % de ce matériau. Les résultats obtenus montrent que les résistances à la compression mesurées après 60 jours de durcissement sont comparables à celles du ciment de référence sans ajout. À partir de 120 jours, ces résistances deviennent supérieures à celles du témoin, dépassant 45 MPa. Cette évolution est attribuée au développement progressif de l'activité pouzzolanique, qui se

manifeste essentiellement à long terme. En revanche, pour des teneurs en vase calcinée plus élevées, les résistances obtenues restent nettement inférieures et ne dépassent pas 20 MPa.[35]

I.5.5 Activation pouzzolanique

L'activité pouzzolanique correspond à la capacité d'un matériau, tel que les argiles calcinées, à réagir avec l'hydroxyde de calcium libéré lors de l'hydratation du ciment Portland, conduisant à la formation de composés cimentaires secondaires tels que les silicates de calcium hydratés (C-S-H) et les hydrates d'aluminosilicates, qui contribuent à l'amélioration de la microstructure des matériaux cimentaires.[19]

I.6 Ciment LC³, principe et performances

I.6.1 principe

Le LC3 (ciment d'argile calcinée avec calcaire) est un liant à faible empreinte carbone obtenu par l'association d'argile calcinée (principalement riche en kaolinite) et de calcaire ce procédé permet de réduire significativement la quantité de clinker étape la plus économe en carbone de la production de ciment conventionnelle.

En remplaçant jusqu'à 50 % du clinker par ce matériau le LC3 diminue la consommation d'énergie et les émissions de dioxyde de carbone liées à la production de ciment cette substitution repose sur l'utilisation de matières premières abondantes et facilement disponibles ce qui favorise son application à grande échelle dans divers contextes géographiques [36].



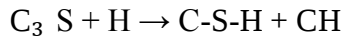
Figure I.11 : Différents constituants du ciment LC³. [37]

I.6.2 Mécanismes du ciment LC³

Les mécanismes d'hydratation du ciment LC³ s'organisent autour d'une succession de réactions couplées dans lesquelles le clinker l'argile calcinée et le calcaire interviennent de manière interdépendante en orientant progressivement la chimie du système vers une

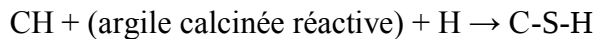
microstructure plus compacte et enrichie en hydrates stables.

L'hydratation du clinker Portland constitue la première étape structurante du système, où les phases silicatées, principalement le $C_3 S$ réagissent avec l'eau pour générer le gel de silicate de calcium hydraté (C-S-H) responsable de la résistance mécanique accompagné de portlandite (CH) selon la réaction simplifiée :



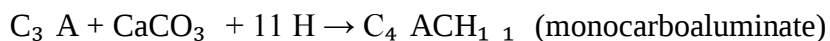
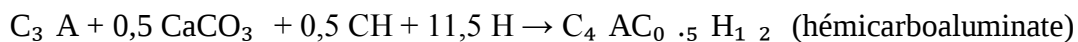
Cette production initiale de CH joue un rôle central puisqu'elle devient par la suite un réactif clé dans les interactions pouzzolaniques.

Dans ce contexte, l'argile calcinée, issue de la déshydroxylation de la kaolinite, entre en réaction pouzzolanique en consommant progressivement la portlandite formée lors de l'hydratation du clinker tout en générant un supplément de C-S-H selon une écriture simplifiée de type :



Cette réaction ne se limite pas à une simple consommation chimique mais induit une restructuration continue de la matrice hydratée caractérisée par une diminution de la phase cristalline libre et une augmentation de la phase gélifiée densifiante.

Parallèlement le calcaire ($CaCO_3$) intervient dans un registre chimique distinct, en présence des aluminates issus du $C_3 A$ libéré lors de l'hydratation du clinker cette interaction conduit à la formation de phases carboaluminates stables selon les équations suivantes :



Ces réactions traduisent une réorientation complète de la chimie des aluminates, empêchant notamment la conversion de l'ettringite en monosulfoaluminates, ce qui contribue à stabiliser les phases précoces d'hydratation.

Au-delà de son rôle chimique, le calcaire agit simultanément comme support de nucléation en facilitant la précipitation des hydrates sur sa surface, ce qui accélère la formation du C-S-H et homogénéise la distribution des produits d'hydratation dès les premiers âges.

L'ensemble de ces mécanismes s'inscrit dans une dynamique couplée où la portlandite générée par le clinker est partiellement consommée par l'argile calcinée, tandis que les aluminates sont captés par le calcaire pour former des carboaluminates, de sorte que le système évolue vers une matrice cimentaire plus dense moins poreuse et thermodynamiquement plus stable dominée par une organisation fine des hydrates de type C-S-H et des phases carboaluminates stabilisées [37].

I.7 Conclusion

Les mortiers et les ciments sont les matériaux les plus utilisés et les plus importants dans le domaine de la construction surtout ces dernières années en Algérie.

Aussi que le procédé de fabrication du ciment portland nécessite une énergie importante et dégage du CO_2 et de la poussière causant la pollution de l'environnement, Par conséquent, dans ce chapitre, nous avons mis en évidence le mortier, le ciment et les additifs minéraux qui peuvent être utilisés dans le ciment, en particulier les fillers calcaire et métakolain comme remède à ces problèmes et une alternative efficace.

CHAPITRE II

Matériaux et méthodes expérimentales

II.1 Introduction

Cette partie a pour objectif de présenter la méthodologie adoptée ainsi que l'approche expérimentale mise en œuvre afin d'atteindre les objectifs fixés dans le cadre de cette étude. Ce chapitre décrit les différentes méthodes d'essai utilisées, leurs procédures opératoires ainsi que les normes de référence correspondantes. Il présente également les matériaux employés et leurs principales caractéristiques. Par ailleurs, l'identification des échantillons étudiés ainsi que leur mode de préparation sont détaillés. Enfin, un aperçu des essais expérimentaux réalisés et des différentes analyses menées au cours de ce travail est également exposé.

II.2 Caractérisation des matériaux utilisés

Nous allons introduire les propriétés des matériaux utilisés comme suit:

II.2.1 Ciment

Le ciment utilisé dans cette étude est le ciment **LC³** (Limestone Calcined Clay Cement) est un ciment ternaire durable se distingue par sa teneur réduite en clinker, remplacé par une combinaison d'argile calcinée et de calcaire.

Voici la composition chimique élémentaire type (exprimée en oxydes) comparativement à un ciment Portland classique (OPC) sont présentées dans le (Tableau II. 1).

Tableau II.1: Composition chimique élémentaire de ciment **LC³** et OPC

Oxyde	Symbole	LC ³ (Valeurs types %)	OPC (Référence %)
Silice	<i>SiO₂</i>	28 – 35%	19 – 22%
Alumine	<i>Al₂O₃</i>	12 – 18%	4 – 7%
Oxyde de Calcium (Chaux)	<i>CaO</i>	40 – 50%	62 – 67%
Oxyde de fer	<i>Fe₂O₃</i>	2 – 5%	2 – 5%
Oxyde de magnésium	<i>MgO</i>	1 – 3%	1 – 3%
Trioxyde de soufre	<i>SO₃</i>	2 – 4%	2 – 4%

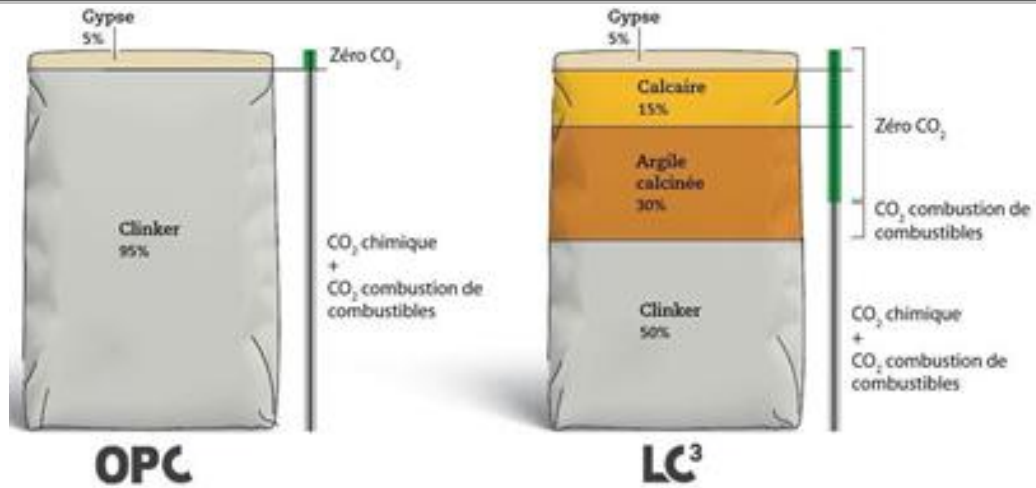


Figure II.1 : Composition chimique de ciment LC³ et OPC



Figure II. 2 : Ciment utilise

II.2.2 Argile calcinée

Le métakaolin est élaboré à partir de Kaolin brut obtenu après broyage de 2h et 30 min et après un traitement thermique à 800 °C pendant 5h avec une vitesse de 10 °C/min. figure II.3, présente le métakaolin broyé.



Figurer II.3: Métakaolin utilisée.

II.2.3 Fillers calcaires

L'utilisation des fillers calcaires dans l'industrie du ciment et du béton est assez récente. Ils sont soit récupérés lors du concassage des granulats calcaires et peuvent alors contenir des résidus argileux et des matières organiques, soit obtenus par broyage du matériau cru

Leur composition chimique est celle du carbonate de calcium (CaCO_3). 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. Le filler calcaire utilisé est de type ALCAL F50, composé essentiellement de carbonate de calcium CaCO_3 avec une teneur de 99 %, on s'intéressera uniquement aux fillers calcaires pouvant être produits en Algérie. Son utilisation comme addition au ciment Portland améliore certaines propriétés du béton frais et durci et permet aussi de réduire le coût de production et l'émission du CO_2 .



Figure II.4: Filler de calcaire

II.2.4 Sable

Le sable utilisé dans notre étude expérimentale était du sable de dunes prélevé dans la zone d'OUED SOUF. Les tests pour le caractériser sont : Analyse granulométrique par tamisage, la masse volumique, le module de finesse et l'équivalent de sable.

Les caractéristiques physiques de sable sont regroupées dans le tableau II.2 suivant :

Tableau II.2: Différentes caractéristiques du sable utilisé

Equivalent de sable [NAEN933-8]	Module de finesse	Masse volumique absolue (g/cm ³) [NA EN 1097-6]	Masse volumique apparente (g/cm ³) [NAEN 1097-6]
86,39 %	2,072	2,620	1,551

L'équivalent de sable est un indicateur, caractérisant la propreté d'un sable. Il indique la teneur en éléments fins, d'origine essentiellement argileuse, végétale ou organique à la surface des grains. On constate d'après le tableau II.2 que le sable utilisé est très propre et fin.

Analyse granulométrique par tamisage [NAEN933-1]:

La figure II.5 présente la courbe granulométrique de sable d'OUED SOUF.

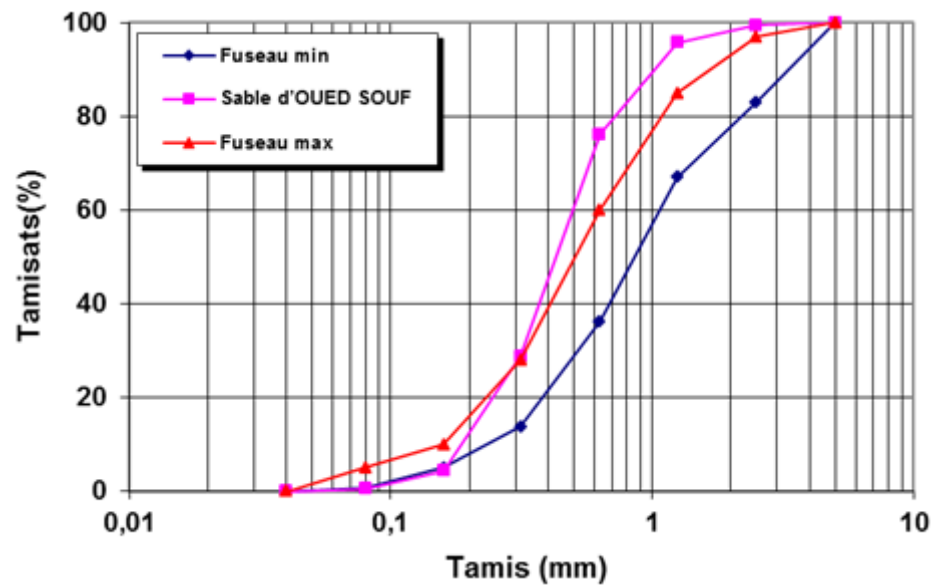


Figure II.5: Courbe granulométrique du sable de dune (OUED SOUF).

On remarque que notre sable se situe dans le fuseau, de ce fait ce sable est utilisable pour la confection d'un mortier.

II.2.5 Eau de gâchage

L'eau utilisée est l'eau potable recueillie directement du robinet de laboratoire génie civil de l'université de Bordj Bou Arreridj.

II.2.6 Superplastifiant

Le superplastifiant utilisé dans la formulation est le MEDAFLOW30 de la société GRANITEX.



Figure II.6 : Superplastifiant MEDAFLOW 30

II.3 Composition des différents mélanges

Nos études expérimentales ont été préparées en suivant les compositions de mélange déterminées dans le tableau II.3 correspondants de 9 mélanges, contenant des pourcentages différents de filler de calcaire et d'argile calcinée. Les composants des mortiers ont été mélangés selon la norme EN 196-1. Afin de déterminer les paramètres mécaniques et physiques, les moules contenant les mortiers ont été recouverts d'un film plastique et stockés dans l'environnement du laboratoire. Les échantillons ont été démoulés après 24h et conservés dans l'eau à $20 \pm 2^{\circ}\text{C}$ jusqu'aux tests à 7, 28 jours.

Tableau II.3: Compositions des différents mélanges de mortiers utilisés.

	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Mélanges	M5-40	M10-40	M0-40	M0-0	M5-0	M10-20	M10-0	M5-20	M0-20
Ciment	160	145	174	290	276	203	261	218	231
MK	116	116	116	0	0	58	0	58	58
FC	14.5	29	0	0	14.5	29	29	14.5	0
Sable	871	871	871	871	871	871	871	871	871
Eau	145	145	145	145	145	145	145	145	145
SP	3	3	3	3	3	3	3	3	3

II.4 Essais de caractérisations

II.4.1 Préparation des échantillons

Les schémas suivant montrent les principales procédures utilisées pour confectionner différents mortiers.



Méthode de malaxage :

- Introduction du ciment + l'eau (30 secondes vitesse lente)
- Introduction du sable+MK+FC (30 secondes)
- 90 secondes pose
- 60 secondes vitesse rapide

Mode de conservation dans l'eau

Figure II.7 : Méthode de malaxage et le mode de conservation.

II.4.2 Essais à l'état frais

La fluidité des matériaux cimentaires est la caractéristique généralement utilisée sur les chantiers pour juger de leur comportement rhéologique et notamment leur consistance. À ce stade, le test de fluidité a été réalisé en utilisant le test de la table à secousses, selon la norme ASTM C 1437-20 (C1437-20, 2020) avec un moule tronconique qui répond aux exigences de la norme (diamètres de 70 et 100 mm, hauteur de 50 mm). Trois essais ont été réalisés par composition.

Les masses volumiques humides des mélanges ont été déterminés en utilisant le moule 4 x 4x16 cm³. Ainsi, les masses volumiques apparentes sont les masses du volume apparent du produit durci des échantillons préparés de dimensions (40x40x160 mm³).



Figure II.8 : Test de l'étalement

II.4.3 Essais à l'état durcis

II.4.3.1 Résistances mécaniques (résistance à la compression et à la flexion)

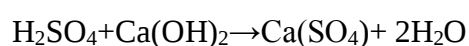
L'évaluation de la résistance à la compression et de la résistance à la flexion a été effectuée à 7, 28 et 90 jours, selon la norme EN196-1(196-1,2018) sur des éprouvettes de dimensions (40 ×40 ×160 mm³).



Figure II.9: L'essai des résistances à la compression et à la flexion

II.4.3.2 Attaque chimique: Perte en masse

Selon la norme ASTM C1898, les éprouvettes ont été soumises à une série d'essais afin d'évaluer leur résistance à une attaque chimique. Après un processus initial de moulage pendant 24 heures, les échantillons ont été immergés dans l'eau pendant une période de 28 jours, puis placés dans une chambre climatisée à une température de 25°C et une humidité de 55% jusqu'à atteindre une masse constante. Ensuite, les échantillons ont été exposés à une solution d'acide sulfurique (H_2SO_4) à 3,5 %, afin de les soumettre à une agression chimique. Après un durcissement de 30 jours, la perte de poids a été mesurée pour évaluer la durabilité des échantillons face à cette attaque chimique.



Acide sulfurique + hydroxyde de calcium = sulfate de calcium + eau

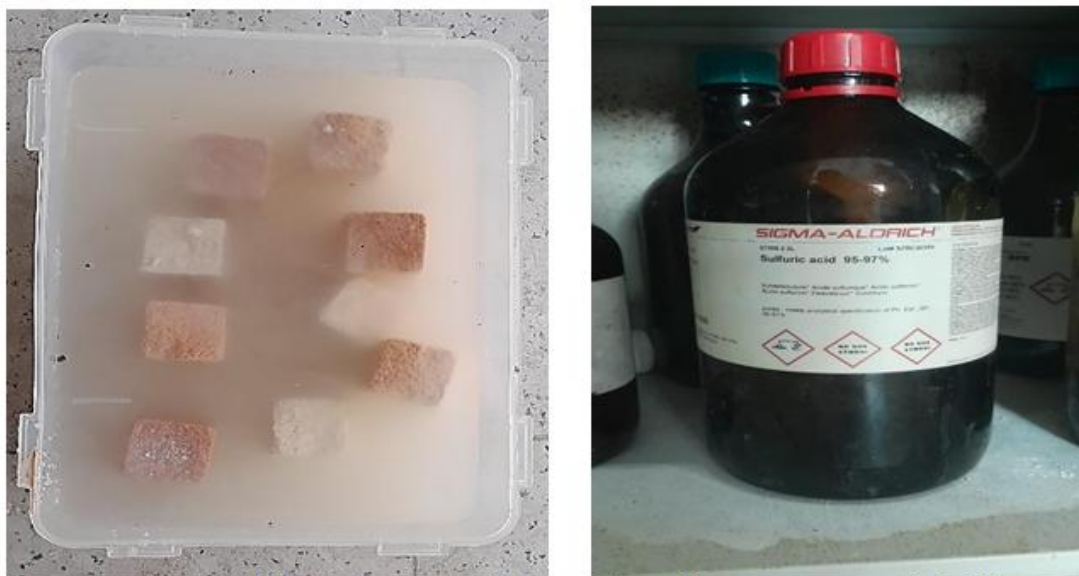


Figure II.10: les éprouvettes dans la solution acide ont pourcentage de 3.5 %

II.5 Conclusion

Dans ce chapitre, une caractérisation expérimentale des matériaux de base constituant les différents mélanges a été effectuée. Les constituants retenus répondent aux exigences des normes et recommandations en vigueur pour leur utilisation dans les mortiers hydrauliques, ce qui permet d'adopter une démarche de formulation cohérente et adaptée. La détermination des propriétés intrinsèques de ces matériaux constitue une étape essentielle pour l'analyse et l'interprétation du comportement des mélanges élaborés, notamment en ce qui concerne l'évolution de leurs performances sous l'effet de différentes sollicitations.

CHAPITRE III
Résultats et Discussions

III.1 Introduction

Ce chapitre est consacré à l'étude expérimentale des performances des mortiers élaborés avec des substitutions partielles du ciment par le métakaolin et le filler calcaire. L'objectif principal est d'évaluer l'influence de ces additions minérales sur les propriétés mécaniques, physiques et de durabilité des matériaux cimentaires.

Pour ce faire, plusieurs essais ont été réalisés, notamment la résistance à la compression et à la flexion à différents âges (7, 28 et 90 jours), la masse volumique à l'état sec ainsi que le comportement des mortiers face à une attaque chimique par l'acide sulfurique. L'analyse des résultats permettra de mettre en évidence les effets individuels et combinés du métakaolin et du filler calcaire, en particulier en termes de compacité, de développement de la microstructure et d'amélioration de la durabilité. Ce chapitre vise ainsi à identifier les formulations optimales permettant d'améliorer les performances tout en réduisant l'utilisation du ciment dans une perspective de durabilité environnementale.

III.2 Résistance à la compression

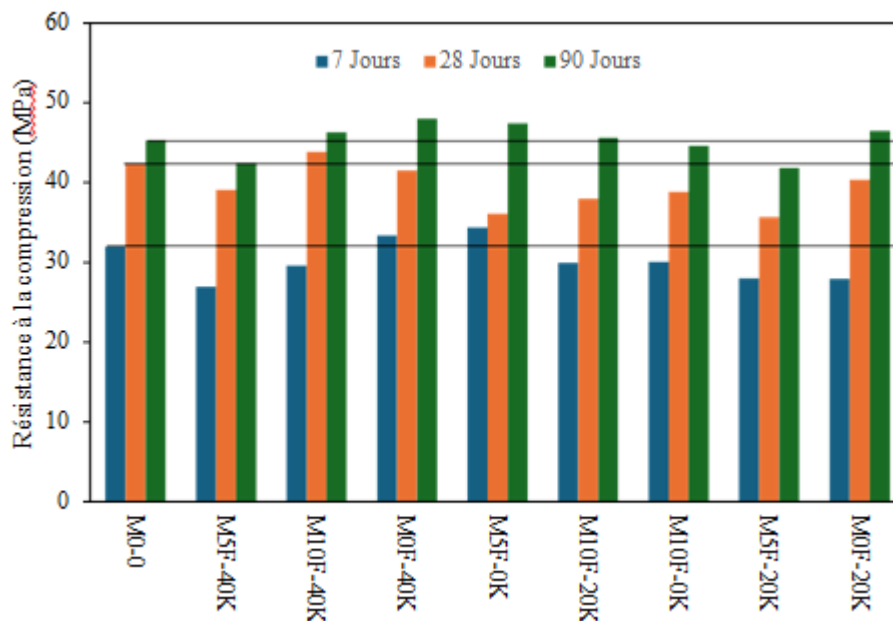


Figure III.1 Evolution de la résistance à la compression des mortiers incorporant du métakaolin et du filler calcaire à 7, 28 et 90 jours.

Le diagramme de la résistance à la compression met clairement en évidence l'influence de l'âge de cure ainsi que de l'incorporation du métakaolin (MK) et du filler calcaire (F) sur les

performances mécaniques des mortiers étudiés. De manière générale, une augmentation progressive de la résistance à la compression est observée entre 7, 28 et 90 jours pour l'ensemble des formulations, ce qui traduit la poursuite des réactions d'hydratation du ciment et l'amélioration progressive de la compacité de la matrice cimentaire au cours du temps. Le mortier de référence M0F0K, exempt de substitution, présente une évolution relativement régulière des résistances, reflétant le comportement classique d'un mortier cimentaire ordinaire, et sert ainsi de base comparative pour évaluer l'impact des additions minérales. Les formulations contenant du filler calcaire, particulièrement à des taux de substitution élevés, présentent généralement une amélioration notable des résistances aux jeunes âges, notamment à 7 et 28 jours, ce comportement pouvant être attribué à l'effet filler, qui améliore l'arrangement granulaire et le remplissage des pores en augmentant la compacité de la pâte cimentaire, ainsi qu'à un effet de nucléation favorisant la précipitation rapide des hydrates du ciment. Cependant, l'effet du filler tend à se stabiliser à long terme, car cette addition agit principalement par un mécanisme physique et contribue peu à la formation de nouveaux hydrates cimentaires. En revanche, les formulations incorporant du métakaolin présentent une amélioration plus marquée des résistances à moyen et long terme, particulièrement à 90 jours, ce qui s'explique par la forte activité pouzzolanique de cette addition minérale. En effet, le métakaolin réagit avec l'hydroxyde de calcium (portlandite) libéré lors de l'hydratation du ciment pour produire des hydrates secondaires de type C-S-H (silicates de calcium hydratés) et C-A-S-H, qui densifient davantage la microstructure du mortier, réduisent la porosité et améliorent la cohésion interne du matériau, conduisant ainsi à un gain progressif de résistance mécanique. L'analyse comparative des différentes formulations suggère également l'existence d'un effet synergique entre le métakaolin et le filler calcaire, certaines compositions présentant des résistances supérieures au mortier témoin, ce qui indique qu'une combinaison optimisée entre l'effet physique du filler et l'effet chimique du métakaolin peut favoriser un développement mécanique plus performant. À l'inverse, certaines formulations montrent des résistances plus faibles, ce qui peut être attribué à un taux de substitution trop important provoquant un effet de dilution du ciment, réduisant ainsi la quantité de clinker disponible pour l'hydratation et limitant le développement des propriétés mécaniques. Dans l'ensemble, les résultats illustrés par ce diagramme montrent que le comportement mécanique des mortiers dépend fortement de la proportion et de la nature des additions minérales utilisées, tout en confirmant que le métakaolin constitue une addition particulièrement efficace pour améliorer les performances mécaniques à long terme, tandis que le filler calcaire contribue davantage aux résistances précoces, ce qui souligne le potentiel de ces matériaux comme

substituts partiels du ciment dans une perspective d'optimisation des propriétés mécaniques et de réduction de l'empreinte environnementale des matériaux cimentaires.

III.3 Résistance à la flexion

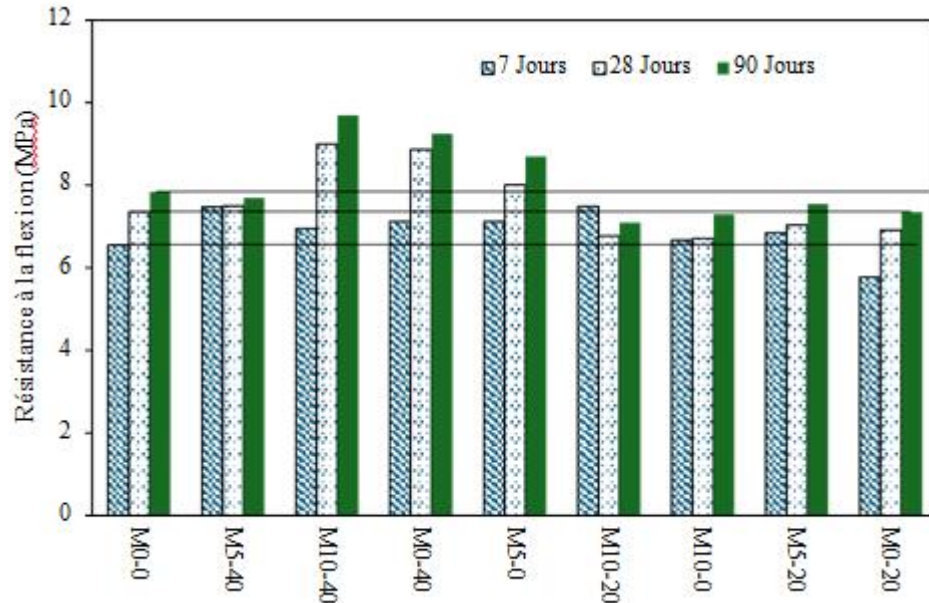


Figure III.2 : Effet du taux de substitution en métakaolin et filler calcaire sur le développement de la résistance à la flexion des mortiers

Selon le tableau précédent de résistance à la flexion, l'analyse quantitative des valeurs montre des évolutions variables en fonction de la formulation et du temps de cure. Le mortier de référence M0F0K présente une augmentation de la résistance à la flexion de 6,55MPa à 7 jours à 7,36MPa à 28 jours, soit une hausse d'environ 12,4%, puis atteint 7,85 MPa à 90 jours, correspondant à un gain total d'environ 19,8 % par rapport à 7 jours, ce qui reflète l'évolution normale de l'hydratation du ciment. Le mortier M5F40K montre une évolution plus faible, passant de 7,47 MPa à 7,50 MPa entre 7 et 28 jours, soit une augmentation très limitée d'environ 0,4%, puis à 7,70MPa à 90jours, représentant un gain global de seulement 3,1%, ce qui suggère une stabilisation précoce probablement liée à un effet de dilution élevé dû au filler calcaire. À l'inverse, le mélange M10F40K présente le comportement le plus remarquable, avec une augmentation de 6,95 MPa à 10,35 MPa entre 7 et 28 jours, soit une amélioration d'environ 48,9 %, atteignant ensuite 11,20 MPa à 90 jours, ce qui représente un gain total d'environ 61,2%, indiquant un fort effet synergique entre le métakaolin et le filler calcaire, probablement dû à une densification microstructurale importante et à l'activité pouzzolanique du métakaolin. Le mortier M0F40K évolue de 7,12 MPa à 8,87 MPa, soit une augmentation

d'environ 24,6 % à 28 jours, puis atteint 9,25 MPa à 90 jours, correspondant à une amélioration totale de 29,9%, ce qui traduit un effet bénéfique du filler sur la compacité du matériau. Pour M5F0K, la résistance passe de 7,12 MPa à 8,01 MPa, soit un gain de 12,5 %, puis atteint 8,70 MPa à 90 jours, représentant une augmentation totale de 22,2%, mettant en évidence un effet favorable du métakaolin à long terme. En revanche, M10F20K présente une diminution inhabituelle entre 7 jours (7,49MPa) et 28 jours (6,77MPa), correspondant à une baisse d'environ -9,6%, avant une légère récupération à 7,10 MPa à 90 jours, ce qui reste inférieur d'environ -5,2 % à la valeur initiale ; ce comportement peut traduire une formulation moins optimisée ou un effet de dilution temporairement dominant. Le mélange M10F0K montre une stabilité relative, passant de 6,67MPa à 6,71MPa (+0,6%) puis à 7,30MPa à 90jours (+9,4 %), ce qui indique une amélioration plus progressive liée aux réactions tardives du métakaolin. Le mortier M5F20K évolue de 6,85 MPa à 7,04 MPa, soit une augmentation modérée de 2,8 %, atteignant 7,55 MPa à 90 jours, soit un gain global d'environ 10,2%. Enfin, M0F20K passe de 5,78MPa à 6,91MPa, correspondant à une hausse importante de 19,6 %, puis à 7,35 MPa à 90 jours, soit une amélioration totale de 27,2 %. En comparaison avec le mortier témoin à 90 jours (7,85 MPa), M10F40K affiche la meilleure performance avec une résistance supérieure d'environ 42,7 %, tandis que M0F40K dépasse le témoin d'environ 17,8 %, confirmant qu'une combinaison optimisée entre métakaolin et filler calcaire peut significativement améliorer la résistance à la flexion des mortiers.

III.4 Masse Volumique sec

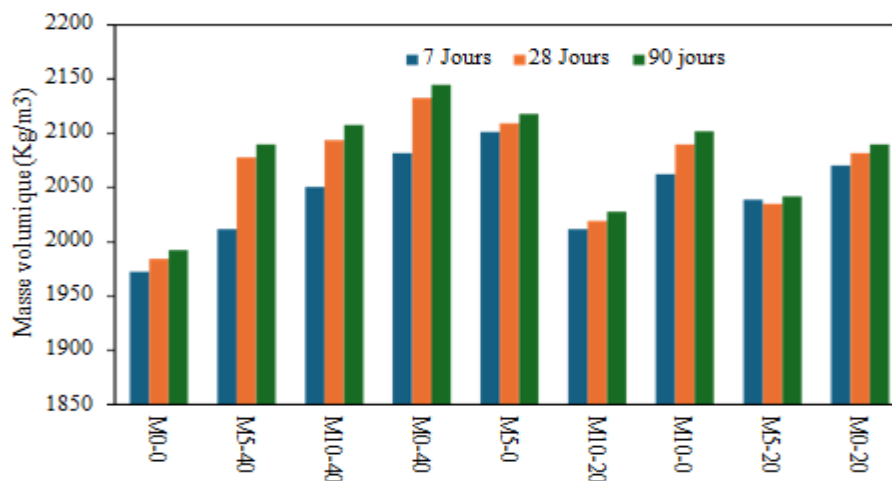


Figure III.3 : Evolution de la densité sèche des mortiers incorporant du métakaolin et du filler calcaire à différents taux de substitution du ciment (7, 28 et 90 jours).

L'évolution de la densité sèche des mortiers en fonction du temps et des substitutions partielles du ciment par le métakaolin (MK) et le filler calcaire (F) met en évidence un comportement fortement influencé par l'effet combiné de la compacité initiale, de la cinétique d'hydratation et des réactions pouzzolaniques secondaires. Le mortier de référence M0-0 présente logiquement les densités les plus faibles à 7 et 28 jours (1972,7 puis 1984,4 kg/m³) et reste inférieur à la majorité des formulations modifiées à 90 jours (1992,5 kg/m³), ce qui confirme que l'incorporation de fines minérales améliore globalement la microstructure. Les formulations contenant du filler calcaire seul (par exemple M0-40 et M0-20) montrent une augmentation nette de la densité dès 7 jours et surtout à 28–90 jours (jusqu'à 2145 kg/m³ pour M0-40), ce qui s'explique principalement par un effet de remplissage (packing effect) réduisant la porosité capillaire et améliorant la compacité initiale du squelette cimentaire. En revanche, les formulations intégrant du métakaolin (notamment M10-0, M10-20, M10-40 et M5F- 40MK) affichent une progression plus marquée entre 7 et 90 jours, illustrant l'impact des réactions pouzzolaniques qui consomment la portlandite pour former des hydrates secondaires (C-S-H supplémentaires), densifiant progressivement la matrice. Par exemple, M10-0 passe de 2062,5 à 2102 kg/m³ et M10-40 atteint 2108 kg/m³, montrant une amélioration continue de la microstructure à long terme. Le cas de M5F-40MK est particulièrement révélateur : malgré une densité initiale relativement faible (2011,7 kg/m³), il enregistre une augmentation importante jusqu'à 2090 kg/m³ à 90 jours, traduisant une synergie entre effet filler du calcaire et activité pouzzolanique du métakaolin, qui compense la dilution initiale du ciment. Les mortiers à 5 % de substitution sans filler (M5-0 et M5-20) présentent les densités les plus élevées globalement à long terme (jusqu'à 2118 kg/m³ pour M5-0), ce qui suggère qu'un faible taux de remplacement peut optimiser simultanément la compacité et la formation de produits d'hydratation. On note également une légère anomalie sur M5-20, où une baisse marginale à 28 jours (2035,2 contre 2039,1 à 7 jours) peut être attribuée à des variations expérimentales ou à une redistribution de la porosité au jeune âge avant densification tardive. Globalement, les résultats montrent que la densité sèche augmente avec l'âge pour toutes les formulations, mais que l'amplitude de cette augmentation dépend fortement du type et du taux de substitution: le filler calcaire agit principalement par optimisation granulaire et densification physique immédiate, tandis que le métakaolin agit davantage sur la densification chimique à long terme, et leur combinaison peut produire des effets synergiques conduisant à des matrices plus compactes et plus stables à 90 jours.

III.5 Résistance aux attaques chimiques

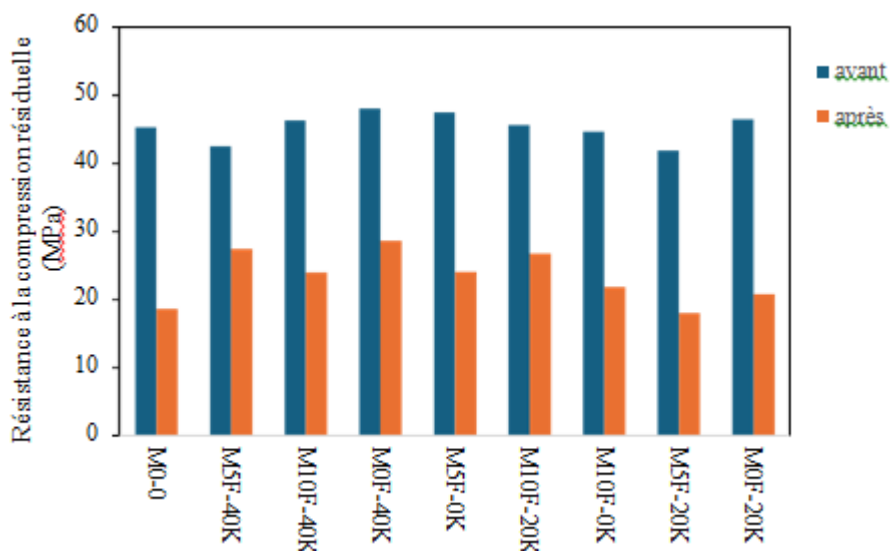


Figure III. 4: Évolution de la résistance à la compression des mortiers après 30 jours d'exposition à une solution d'acide sulfurique (3,5 %) en fonction du taux de substitution par le métakaolin et le filler calcaire.

Les résultats de résistance à la compression après 30 jours d'immersion dans une solution acide sulfurique à 3,5 % mettent en évidence l'effet fortement agressif de ce milieu sur tous les mortiers étudiés, tout en révélant des différences significatives dans le degré de dégradation selon la composition. Globalement, on observe une baisse importante des résistances pour toutes les formulations, ce qui s'explique par l'attaque de l'acide sulfurique sur la matrice cimentaire : dissolution de la portlandite, décalcification des hydrates de silicate de calcium (C-S-H) et formation de gypse et d'ettringite secondaires expansifs, entraînant une augmentation de la porosité et une perte de cohésion interne. Le mortier de référence M0-0 présente une chute très marquée de 45,3 MPa à 18,66 MPa, soit une dégradation importante de la structure, confirmant sa faible durabilité face aux environnements sulfatés acides. En comparaison, les formulations incorporant du filler calcaire et/ou du métakaolin montrent globalement une meilleure résistance résiduelle, ce qui traduit un effet protecteur de ces additions minérales. Par exemple, M0F-40K conserve 28,65 MPa après attaque acide, soit la valeur la plus élevée parmi tous les mélanges, ce qui indique une amélioration significative de la durabilité. Cette performance peut être attribuée à la densification de la matrice par effet filler du calcaire et surtout à l'action pouzzolanique du métakaolin, qui consomme la portlandite libre, réduisant ainsi la quantité de phases susceptibles de réagir avec l'acide

sulfurique pour former du gypse. De plus, la microstructure plus compacte limite la pénétration des ions agressifs. Les mélanges contenant uniquement du filler ou des dosages plus faibles de métakaolin (comme M5F-0K ou M10F-0K) montrent des performances intermédiaires (24,07 et 21,87MPa respectivement), ce qui confirme que le filler seul améliore partiellement la résistance grâce à un effet de compacité, mais reste moins efficace que la combinaison avec le métakaolin. À l'inverse, certains mélanges comme M5F-20K et M0F-20K affichent des résistances résiduelles plus faibles (18,05 et 20,8MPa), suggérant que des dosages intermédiaires non optimisés peuvent créer une microstructure moins homogène ou plus vulnérable à la pénétration acide. Dans l'ensemble, les résultats montrent que l'incorporation de métakaolin et de filler calcaire améliore la résistance à long terme en milieu acide sulfurique, mais que cette amélioration dépend fortement du taux de substitution : les formulations optimisées (notamment M0F-40K et M5F-40K) présentent une meilleure stabilité mécanique grâce à une matrice plus dense, moins riche en portlandite et plus résistante à la lixiviation chimique, ce qui confirme le rôle Synergique des additions minérales dans l'amélioration de la durabilité des mortiers en environnement agressif.

III.6 Perte en poids

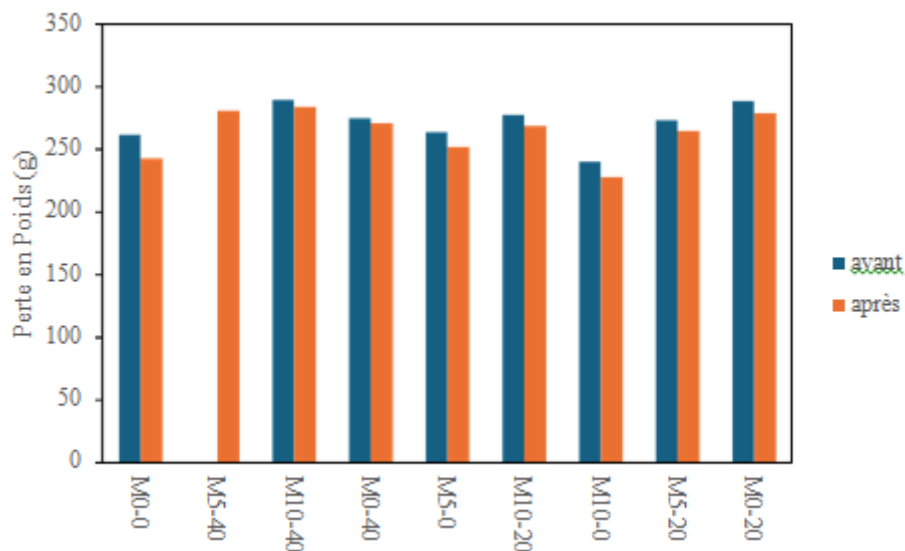


Figure III.5: Évolution de perte en masse des mortiers après 30 jours d'exposition à une solution d'acide sulfurique (3,5 %) en fonction du taux de substitution par le Métakaolin et le filler calcaire.

Les résultats de perte de masse après 30 jours d'immersion dans une solution d'acide

sulfurique à 3,5 % traduisent clairement le degré de dégradation chimique subi par les différents mortiers et permettent d'évaluer leur durabilité face à un environnement fortement agressif. De manière générale, tous les échantillons présentent une diminution de masse, ce qui confirme que l'acide sulfurique attaque la matrice cimentaire en provoquant la dissolution progressive des hydrates de calcium, la lixiviation des produits d'hydratation et la formation de composés expansifs comme le gypse, entraînant une désagrégation partielle du matériau. Le mortier de référence M0- 0 subit la perte la plus importante, passant de 261,86g à 243g, ce qui met en évidence sa faible résistance à l'attaque acide en raison de sa forte teneur en portlandite et de sa porosité relativement plus élevée. En comparaison, les mortiers contenant du métakaolin et/ou du filler calcaire montrent des pertes de masse globalement plus faibles, ce qui indique une amélioration notable de la résistance chimique. Par exemple, M5-40, M10-40 et M0-40 présentent des pertes très limitées (respectivement 283,80→ 281g, 289,8→284g et 275→271g), ce qui traduit une meilleure stabilité de la matrice cimentaire. Cette amélioration est principalement attribuée à l'effet combiné du filler calcaire, qui agit par densification physique et réduction de la porosité, et du métakaolin, qui réduit la quantité de portlandite disponible pour les réactions délétères grâce à son activité pouzzolanique. On observe également que les formulations à teneurs intermédiaires comme M10-20 ou M5-20 présentent des pertes légèrement plus élevées que les mélanges optimisés à 40 % de substitution, ce qui suggère que la résistance chimique dépend fortement de l'équilibre entre dilution du ciment et densification microstructurale. Le mortier M10-0, malgré une masse initiale plus faible, montre une perte notable (240,26 g à 228 g), indiquant que l'absence de filler limite l'effet de compacité protectrice. Globalement, les résultats démontrent que l'incorporation de métakaolin et de filler calcaire améliore la résistance à la dégradation en milieu acide sulfurique en réduisant la perte de masse, avec des performances optimales observées pour les formulations combinant une forte proportion de filler (40 %) et du métakaolin, ce qui confirme le rôle synergique de ces additions dans la réduction de la perméabilité et l'augmentation de la durabilité des mortiers.

III.7 Aspect visuel



Figure III.6: Aspect visuel des éprouvettes contenant du filler calcaire (F) et du métakaolin (K) après 30 jours d'exposition à une solution d'acide sulfurique à 3,5%.

Après 30 jours d'exposition à une solution d'acide sulfurique à 3,5 %, les éprouvettes présentent des degrés de dégradation variables selon les taux de substitution en métakaolin (K) et en filler calcaire (F). L'observation visuelle montre que les formulations sans métakaolin, notamment l'échantillon de référence M0-0 ainsi que les compositions à 0K, semblent subir une altération plus marquée de la surface, avec une texture plus rugueuse et une désagrégation plus importante, traduisant une sensibilité accrue à l'attaque sulfurique. En revanche, les éprouvettes contenant du métakaolin, particulièrement à 20 % de substitution, paraissent mieux conserver leur cohésion et leurs arêtes, ce qui suggère une amélioration de la résistance chimique grâce à l'effet pouzzolanique du métakaolin, qui réduit la teneur en portlandite vulnérable à l'acide et densifie la microstructure cimentaire. Les formulations à 40% de métakaolin montrent un comportement intermédiaire ou variable, indiquant qu'un taux élevé de substitution peut améliorer la résistance aux agressions acides tout en influençant les propriétés mécaniques et la compacité de la matrice. Ainsi, l'analyse qualitative de la figure suggère qu'un taux modéré de métakaolin, autour de 20 %, pourrait représenter un compromis optimal pour améliorer la durabilité des composites cimentaires soumis à une attaque sulfurique.

III.8 Conclusion

L'ensemble des résultats obtenus met en évidence l'influence significative du métakaolin et du filler calcaire sur les propriétés des mortiers étudiés. Il ressort que le filler calcaire améliore principalement les performances aux jeunes âges grâce à son effet de remplissage et

de compacité, tandis que le métakaolin contribue davantage à l'amélioration des résistances à moyen et long terme en raison de son activité pouzzolanique.

La combinaison des deux additions montre un effet synergique particulièrement intéressant, permettant d'obtenir des performances mécaniques élevées, notamment en résistance à la flexion et à la compression, ainsi qu'une densification progressive de la matrice cimentaire. Cette amélioration microstructurale se traduit également par une meilleure résistance aux attaques chimiques et une réduction des pertes de masse en milieu acide.

Cependant, les résultats indiquent également que des taux de substitution trop élevés peuvent engendrer un effet de dilution du ciment, entraînant une diminution des performances. Ainsi, l'optimisation des dosages apparaît essentielle pour tirer pleinement profit des avantages de ces additions minérales.

En conclusion, l'incorporation du métakaolin et du filler calcaire constitue une solution prometteuse pour améliorer les performances et la durabilité des mortiers tout en contribuant à la réduction de l'empreinte environnementale des matériaux cimentaires.

Conclusion générale et perspectives

Conclusion

Ce mémoire a porté sur l'étude des performances des mortiers à base de ciment LC³ (Limestone Calcined Clay Cement) élaborés par incorporation de métakaolin et de filler calcaire comme matériaux de substitution partielle du ciment Portland. Cette approche s'inscrit dans une démarche de développement durable visant à réduire l'empreinte environnementale des matériaux cimentaires tout en maintenant des propriétés mécaniques et de durabilité satisfaisantes.

L'étude expérimentale a permis de mettre en évidence l'influence des différents taux de substitution du métakaolin (0 %, 20 % et 40 %) et du filler calcaire (0 %, 5 % et 10 %) sur le comportement des mortiers à l'état frais et durci. Les résultats obtenus ont montré que l'incorporation du métakaolin améliore significativement les performances mécaniques grâce à sa forte réactivité pouzzolanique et à la densification de la matrice cimentaire. Le filler calcaire, quant à lui, contribue à améliorer la compacité du matériau et favorise le développement de certaines phases hydrates bénéfiques.

Les essais réalisés à l'état frais ont montré que les mortiers contenant des additions de filler calcaire présentent une meilleure ouvrabilité et une fluidité plus stable. Concernant les propriétés mécaniques, les formulations contenant des taux modérés de substitution ont donné les meilleurs résultats. Les résistances à la compression à 28 jours ont montré une amélioration notable pour certains mélanges contenant du métakaolin et du filler calcaire par rapport au mortier de référence. De même, les résistances à la flexion ont confirmé l'effet positif de la combinaison LC³ sur la cohésion et la densification de la matrice cimentaire.

Les essais de durabilité ont également mis en évidence une meilleure résistance à l'attaque chimique par l'acide sulfurique à 3,5 % pour les formulations incorporant du métakaolin. Après 30 et 60 jours d'exposition, les pertes de masse observées sont restées limitées pour certains mélanges optimisés, traduisant une amélioration de la stabilité chimique et une réduction de la porosité interne du matériau.

Les analyses complémentaires ont confirmé l'efficacité de la combinaison métakaolin–filler calcaire dans l'optimisation des propriétés des mortiers LC³, tout en réduisant la quantité de clinker utilisée. Ainsi, cette étude démontre que le ciment LC³ constitue une alternative prometteuse au ciment Portland conventionnel pour la production de matériaux de construction plus écologiques, économiques et performants.

Perspectives

Dans la continuité de ce travail, plusieurs perspectives de recherche peuvent être envisagées :

- Étudier le comportement à long terme des mortiers LC³ soumis à différents environnements agressifs tels que les sulfates, les chlorures et les cycles gel/dégel.
- Réaliser des analyses microstructurales approfondies à l'aide de techniques telles que le SEM/EDX, la DRX et l'analyse thermique (TGA/DTG) afin de mieux comprendre les mécanismes de formation des hydrates et l'évolution de la microstructure.
- Étendre l'étude aux bétons à base de LC³ afin d'évaluer leurs performances mécaniques, thermiques et de durabilité à l'échelle structurelle.
- Optimiser davantage les taux de substitution du clinker par des matériaux locaux afin de réduire encore l'impact environnemental et le coût de production.
- Développer des approches de modélisation et d'optimisation prédictive pour mieux prévoir le comportement des matériaux LC³ en fonction de leur formulation et des conditions d'exposition.

REFERENCES

REFERENCES

- [1] HOUARI Hacène « Contribution à l'étude de l'influence des différents ajouts sur les propriétés des matrices cimentaires (Caractérisation, Performances, Durabilité) », THESE, Doctorat en science en Génie Civil Option : Matériaux : Soutenue le 2009 ; 1-3 - 21-25p.
- [2] M. Venuat, « La pratique des ciments, mortiers et bétons » Tome 1 : Caractéristiques des liants et des bétons, mise en œuvre des coulis et mortiers -édition 2 – Collection Moniteur. -1989– 277p.
- [3] Thomas Point. « Influence des hydroxypropylguars sur les propriétés du mortier de ciment à l'état frais » 27 juin 2014. <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00936958/document>
- [4] KADRI, Mohammed Rafiq; ROUIGUEB, Soumia; CHIKH, Hadjer Abir. Contribution à la réduction des émissions de CO₂ et de la consommation énergétique dans l'industrie cimentaire par l'amélioration d'un système de production : Cas de la cimenterie de Béni-Saf. Mémoire de Master en Génie industriel, option Ingénierie des systèmes, Université Abou Bekr Belkaid – Tlemcen, Algérie, 2017.
- [5] AVENIER, Cédric, *Entre pierre et béton, les ciments moulés dans l'architecture au XIXe siècle*, Congrès national des Sociétés historiques et scientifiques, Grenoble, 2006, HAL (hal-01872660).
- [6] Othmane Bouchenafa,
- [7] GHEDDOUCHI, Touria ; ABIDALLAH, Ahlem. *Fissuration à jeune âge du béton et du mortier (à volumes de pâtes équivalents)*. Mémoire de Master II, Génie Civil (Option : Structures et Matériaux), Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, 2012/2013
- [8] DAREM, Rekaia. *Substitution du filler calcaire par de la poudre de déchets de céramique et de brique dans le mortier auto-plaçant : Propriétés et durabilité*. Mémoire de Master en Génie Civil, spécialité Structures, Université de Ghardaïa, Faculté des Sciences et de la Technologie, 2022.
- [9] LARBI CHAHT FOUZIA, *Caractérisation des propriétés thermiques des liants hydrauliques au jeune âge : ciment et pouzzolane*, Mémoire de Magister en Génie Civil, option Matériaux et Durabilité des Constructions, Université Abdelhamid Ibn Badis de Mostaganem, Faculté des Sciences et de la Technologie, 2012.

-
- [10] Guérandel, C. (2009). *Étude de la qualité du piégeage des matières organiques par la matrice cimentaire vis-à-vis de la lixiviation* (Thèse de doctorat, Université Paul Verlaine–Metz, France).
- [11] HABOUL Samia, '' Etude de l'influence du gypse et de la pouzzolane sur les propriétés du ciment'', Rapport de soutenance de Licence professionnalisant, Université Akli Mohand Oulhadj BOUIRA, Page6/10, 2017 / 2018.
- [12] BENAÏSSA, Aya Malek et MERZOUGUI, Asma, 2022. *Caractérisation du minéral de fer comme composant du clinker pour la fabrication du ciment*. Mémoire de Master. M'Sila : Université Mohamed Boudiaf de M'Sila
- [13] GHEDDOUCHI, T. et ABIDALLAH, A. (2013). *Fissuration à jeune âge du béton et du mortier (à volumes de pâtes équivalents)*. Mémoire de Master II en Génie Civil, option Structures et Matériaux, Faculté du Génie de la Construction, Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, Algérie
- [14] OUARGLIM et YAZIA, Mémoire de master Génie Civil «L'influence de déchet de gravier sur les caractéristiques physico-mécaniques d'une brique à base du sable de dunes et copeaux de bois», Université Kasdi Merbah Ouargla 2019.
- [15] Othmane Bouchenafa, ''Mécanosynthèse et matériaux de construction : optimisation et application pour la clinkérisation et la géopolymérisation'', Thèse de Doctorat de l'Université Paris-Est, page34, HAL Id: tel-02949614, 25 Sep 2020.
- [16] Bajja, Z. (2016). *Influence de la microstructure sur le transport diffusif des pâtes, mortiers et bétons à base de CEM I avec ajout de fumée de silice*. Thèse de doctorat, Université Paris-Saclay, ENS Cachan (ENS Paris-Saclay), France. NNT : 2016SACLN054. Disponible sur TEL : <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01485320>
- [17] Guillon, E. (2004). *Durabilité des matériaux cimentaires – Modélisation de l'influence des équilibres physico-chimiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques résiduelles*. Thèse de doctorat, École Normale Supérieure de Cachan, Laboratoire de Mécanique et Technologie (ENS Cachan/CNRS/Université Paris 6), France.
- [18] KHORCHEF Rania, MEHDI Yasmine, **Incorporation d'une argile calcinée dans un béton ordinaire**, Mémoire de Master, Spécialité Génie Civil – Structure, Université

- Ibn Khaldoun de Tiaret, Faculté des Sciences Appliquées, 2023/2024, soutenu le 13/06/2024
- [19] **Hemida Ikram & Bendjamaa Zakia Hayet.** *Étude d'un mortier ordinaire par incorporation d'une argile calcinée.* Mémoire de Master, Faculté des Sciences Appliquées, Département de Génie Civil, Université de Tiaret, Algérie, 2022–2023
- [20] 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.
- [21] Ouffa, N. (2024). *Contribution au développement de nouveaux ciments économiques à empreinte carbone réduite destinés aux remblais miniers cimentés* (Thèse de doctorat, Polytechnique Montréal, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue, Université de Lorraine).
- [22] Eco-efficient cements: No magic bullet needed– Global Cement Magazine (September 2019) – Karen Scrivener, École Polytechnique Fédérale de Lausanne (EPFL)
- [23] BELHOCINE AIDA, NAGOUDI NADJAT, *Étude expérimentale d'un mortier avec ajouts minéraux*, Mémoire de Master en Génie Civil, Option Constructions civiles et industrielles (C.C.I), Université Kasdi Merbah Ouargla, Faculté des Sciences Appliquées, Département de Génie Civil et d'Hydraulique, 2014.
- [24] OULD MOUSSA Mourad Tadj Eddine, *Influence des ajouts pouzzolaniques sur le comportement thermo-physique des mortiers*, Mémoire de Master Professionnalisant, Filière Génie civil, Spécialité Efficacité énergétique des bâtiments, Université Abdelhamid Ibn Badis – Mostaganem, 2019/2020, soutenu le 25 juin 2020.
- [25] MELKI, O. (2020). ***Formulation d'un mortier autoplaçant fibré.*** Mémoire de Master en Génie Civil, spécialité Matériaux en Génie Civil, **Université Akli Mohand Oulhadj de Bouira**, Bouira, Algérie.
- [26] BELBACHIR Nasrine, *Étude des propriétés mécaniques à court terme de béton à base de ciment pouzzolanique de synthèse*, Mémoire de Magister en Génie Civil, option Matériaux et Durabilité des Constructions, Université Abdelhamid Ibn Badis – Mostaganem, Faculté des Sciences et de la Technologie, Département de Génie Civil, 2012.
- [27] CHAIB, Sara et SEGHER, Imen. *Étude expérimentale du comportement mécanique d'un béton à hautes performances à base de fillers calcaires.* Mémoire de Master en

- Génie Civil, Université Ibn Khaldoun de Tiaret, Faculté des Sciences Appliquées, Département de Génie Civil, 2017.
- [28] GUIMER TAREK, 2007. Contribution de l'addition minérale sur les caractéristiques physico-mécaniques des liants et mortiers. Mémoire de Magister en Génie Civil, option Matériaux de construction, Université Mohamed Khider de Biskra, Faculté des Sciences et Sciences de l'Ingénieur, Département de Génie Civil, Algérie.
- [29] ABDELALI Fadila, Dines Saida, *L'effet de la teneur en fines du sable calcaire concassé sur les propriétés mécaniques et la durabilité du mortier de réparation auto-plaçant*, Mémoire de Master, Filière Génie Civil, Spécialité Structures, Université de Ghardaïa, 2022/2023
- [30] Amieur, I., & Kouta, L. (2020). *Effets du filler calcaire et de la poudre de marbre sur la durabilité des mortiers exposés aux attaques chimiques*. Mémoire de Master en Génie Civil, Spécialité Structures, Département d'Hydraulique et Génie Civil, Faculté des Sciences et de la Technologie, Université de Ghardaïa, Algérie
- [31] Rozière Emmanuel, Medjigbodo Gildas, Izoret Laurent, Loukili Ahmed. *Mélanges ternaires à base d'argile calcinée : hydratation et durabilité*. Conférence Internationale Francophone NoMaD 2018, Université de Liège, Liège, Belgique, 7–8 novembre 2018
- [32] Ouled Naimi, A., & Righi, A. *Effet des argiles calcinées sur les propriétés physico-mécaniques des pâtes de ciment*. Mémoire de Master en Génie Civil, spécialité Structures, Faculté des Sciences et Technologies, Université de Ghardaïa, Algérie.
- [33] Khorchef, R. Mehdi, Y. (2024). Incorporation d'une argile calcinée dans un béton ordinaire [Mémoire de Master, Université Ibn Khaldoun de Tiaret, Faculté des Sciences Appliquées, Département Génie Civil].
- [34] BOUKHLIF, Zoulikha. *Propriétés mécaniques des bétons autoplaçants à base des sédiments dragués*. Mémoire de Magister en Génie Civil, option Matériaux et Durabilité des Constructions, Université Abdelhamid Ibn Badis de Mostaganem, Algérie, 2012.
- [35] A. BENOUMAR, A. BOUFRIKECHE, « influence de la bentonite calcinée sur les propriétés des mortiers cimentaire », Université de Ghardaïa, 2021/2022
- [36] Chandler Randol, Ben Skinner, James Sun, and Swathi Shantha Raju, The

Business Case for LC3: A Global Solution for Low-Carbon, Low-Cost Cement, RMI, 2024, <https://rmi.org/insight/the-business-case-for-lc3> PDF accessible at: https://rmi.org/wp-content/uploads/dlm_uploads/2024/12/the_business_case_for_LC3_report.pdf

- [37] Ouffa, N. (2025). *Contribution au développement de nouveaux ciments économiques à empreinte carbone réduite destinés aux remblais miniers cimentés* [Thèse de doctorat, Polytechnique Montréal]. PolyPublie. <https://publications.polymtl.ca/61986/>