

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

République Algérienne Démocratique et Populaire

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université de Hassiba Benbouali Chlef

Faculté de Génie Civil et d'Architecture

Département de Génie Civil

Mémoire

En vue de l'obtention du Diplôme de

Magister

Spécialité: **Génie civil**

Option: **Géomatériaux**

Présentée par:

M^{elle}: **MERZOUG Fatiha**

Ingénieur d'Etat en Génie civil

Thème

*Etude de l'évolution des propriétés
d'un ciment composé au très jeune âge*

Soutenu Publiquement le :

Devant le jury composé de:

Ghrici Mohamed	Professeur (UHB Chlef)	Président
Boukandakdji Othmane	MCA (U. Médéa)	Examineur
Debièb Farid	MCA (U. Médéa)	Examineur
Bougara Abdelkader	MCA (UHB Chlef)	Examineur
Ezziane Karim	MCA (UHB Chlef)	Encadreur

Juin 2012

Remerciements

Je tiens à remercier monsieur EZZIANE Karim, Maître de conférences, pour l'honneur qu'il ma fait d'encadrer ce travail, pour sa disponibilité, pour ses conseils judicieux et sa longue patience.

Je remercie bien évidemment tous les membres de mon jury. Mes sincères remerciements se dirigent vers professeur Ghrici Mohamed (UHBC) qui a bien voulu honorer par sa présidence ce travail. Mes vifs remerciements s'adressent aussi aux docteurs BOUKANDAKDJI Otmane, DEBIEB Farid et BOUGARA Abdelkader pou avoir accepter d'examiner ce travail et d'apporter leurs savoir faire et leurs expérience pour l'enrichir.

Je remercie également toute ma famille et particulièrement mes parents et tous mes amis pour leur soutien et leurs encouragements permanents.

Merzoug F.

Etude de l'évolution des propriétés d'un ciment composé au très jeune âge

Résumé :

Le suivi du développement d'un matériau cimentaire depuis son gâchage jusqu'au durcissement final montre l'existence de plusieurs phases pendant lesquelles le matériau se transforme d'une suspension liquide initiale jusqu'à un squelette solide. Ceci permet de comprendre les phénomènes qui agissent au sein de matériau, tel que la fluidité, le développement de la microstructure, les résistances mécaniques, l'évolution des déformations dues au retrait, où on peut assister le matériau pendant ses premiers jours, et alors assurer une meilleure performance à long terme. Pour cela, cette étude vise à caractériser un ciment composé (ciment de Chlef), d'une part en étudiant la fluidité de ce ciment adjuvanté avec trois types de superplastifiants de différente génération (SP1, SP2, SP3) en fonction de trois rapports E/C (0.35, 0.4, 0.45). Ensuite le suivi des certaines caractéristiques au jeune âge ont été faits. Certaines expérimentations seront exécutées au laboratoire, où certaines caractéristiques seront corrélées en fonction de l'âge, et en fonction du rapport E/C. D'autres parts, on a établi quelques corrélations entre les différentes propriétés étudiées.

Mots clés : ciment composé, jeune âge, corrélation, prise, pression, résistance mécanique, retrait, chaleur d'hydratation.

Study of the evolution properties of blended cement at early age

Abstract:

Monitoring the development of a cementitious material from mixing up his final hardening shows the existence of several phases during which the material transforms from a initial liquid suspension to a solid skeleton. This allows to understand the phenomena which acts within the material, such as the fluidity, the development of microstructure, mechanical strength, the shrinkage deformations, where we can assist the material during its early days, and then provide better long-term performance. For that, this study aims to characterize blended cement (cement Chlef), on the one hand by studying the fluidity of cement adjuvanted with three types of superplasticizers of different generation (SP1, SP2, SP3) according to three water- to-cement ratio (w/c) (0.35, 0.4, 0.45). In continuation the follow-up of the certain characteristics at early age has been made. Some experiments will be performed in the laboratory, where certain characteristics will be correlated with age, and according to the water- to-cement ratio (w/c). Also, it can be established some correlation between these properties.

Keywords: blended cement, early age, correlation, setting, pressure, mechanical strength, shrinkage, hydration heat.

دراسة تطور خصائص الأسمنت المركب في سن مبكرة

ملخص:

إن متابعة تطور المواد الأسمنتية من الخلط حتى حالة التصلب النهائي تبين وجود عدة مراحل التي من خلالها يتم تحول المواد من حالة سائلة إلى هيكل صلب، وهذا يسمح لفهم الظواهر التصرف في المواد، كالسيولة، التطور المجهري، القوة الميكانيكية، تطور الانكماش، حيث يمكنك إعانة هذه المواد خلال أيامها الأولى، ومن ثم تقديم أفضل أداء على المدى الطويل. للقيام بذلك، فإن هذه الدراسة تهدف إلى دراسة خصائص اسمنت مركب (اسمنت الشلف)، أو لا من خلال دراسة سيولة الاسمنت مضاف إليه ثلاثة أنواع من superplastifiants من جيل مختلفة (SP1، SP2، SP3) وفقا لثلاثة نسب E / C (0.35، 0.4، 0.45). و من ثم تتبع خصائص معينة في سن مبكر. سيتم تنفيذ بعض التجارب في المختبر، حيث سيتم ربط بعض الخصائص مع التقدم في السن، ووفقا لنسبة E / C. وفقا للنتائج، فقد أنشأنا علاقة بين هذه الخصائص.

مفاتيح البحث: الأسمنت المركب، سن الشباب، الارتباط، التماسك، الضغط، القوة الميكانيكية، الانكماش، حرارة التفاعل.

Liste des figures

Figure 1.1 : Dessin représentant les minéraux observables au microscope optique d'un grain de clinker	21
Figure 1.2 : Changement de la quantité de chaux d'un ciment pouzzolanique hydraté	27
Figure 1.3 : Etat flocculé de la pâte de ciment	28
Figure 1.4 : Action moléculaire de superplastifiant	28
Figure 1.5 : Structure chimique des Lignosulfonates modifiés	29
Figure 1.6 : Structure chimique des polynaphtalènes sulfonates	30
Figure 1.7 : Structure chimique des polymélamines sulfonates	30
Figure 1.8 : Structure chimique des polycarboxylates	30
Figure 1.9 : Évolution temporelle de la viscosité des pâtes de ciment sans et avec PCE	31
Figure 1.10 : Développement de la pression latérale pour différentes hauteurs déterminée sur une colonne de 2800-millimètre de hauteur	32
Figure 1.11 : Effet de E/C sur les variations de pression relatives des bétons autoplaçants	33
Figure 1.12 : Evolution de la pression en fonction de temps pour une pâte de ciment (CEMII 32,5) de 1m de hauteur et un rapport E/C de 0.30 selon Amziane	34
Figure 1.13 : Courbe calorimétrique de l'hydratation d'un ciment Portland	35
Figure 1.14 : Evolution de la microstructuration d'une pâte de ciment	37
Figure 1.15 : Évolution de la porosité et des hydrates au court du temps	39
Figure 1.16 : Contraction Le Chatelier (A: avec ressuage; B: sans ressuage; 1: hydratation intermédiaire; 2: hydratation complète)	41
Figure 1.17 : Schéma d'un capillaire non saturé	42
Figure 1.18 : Schématisation du phénomène de tension de surface	42
Figure 1.19 : Mécanisme de la pression de disjonction	43
Figure 1.20 : Evolution de retrait endogène avec différents rapports E/C selon Baroghel Bouny et al	43
Figure 1.21 : Evolution du retrait endogène sous différentes températures selon Lura et al	44
Figure 1.22 : Evolution du retrait volumique sous différentes températures selon Baroghel-Bouny et al	44
Figure 1.23 : Evolution de retrait endogène de trois classes de ciment pour un rapport E/C = 0.3 selon Bouasker	45
Figure 1.24 : Dispositif de mesure volumique du retrait endogène selon Mounanga et al	45
Figure 1.25 : Dispositif de mesure du retrait selon la méthode linéique verticale	46
Figure 2.1 : Cimenterie de Chlef	49
Figure 2.2 : Courbes granulométriques du sable	51
Figure 2.3 : Malaxeur normalisé	53
Figure 2.4 : Procédure de malaxage	53
Figure 2.5 : Cône de Marsh utilisé dans la méthode du coulis	54
Figure 2.6 : Appareil de Vicat	56
Figure 2.7 : Appareil de centre de poussée	57
Figure 2.8 : Schéma de l'appareil d'étude de centre de poussée	59
Figure 2.9 : Eprouvettes préparées pour les mesures de retrait	60
Figure 2.10 : Bâti de retrait	60
Figure 2.11 : Dispositif de mesure de retrait endogène volumique	62
Figure 2.12 : Machine d'essai de flexion simple	63
Figure 2.13 : Machine d'essai de compression simple	64
Figure 2.14 : Calorimètre de Langavant	64
Figure 3.1 : Variation de temps d'écoulement pour différents dosages de superplastifiant SP1	69
Figure 3.2 : Variation de temps d'écoulement pour différents dosages de superplastifiant	

SP2	70
Figure 3.3 : Variation de temps d'écoulement pour différents dosages de superplastifiant SP3	70
Figure 3.4 : Evolution de temps d'écoulement au cours du temps avec un dosage de 1% de SP1	71
Figure 3.5 : Evolution de temps d'écoulement au cours du temps avec un dosage de 1% de SP2	72
Figure 3.6 : Evolution de temps d'écoulement au cours du temps avec un dosage de 1% de SP3	72
Figure 3.7 : Evolution de temps d'écoulement au cours du temps pour un rapport E/C=0.35	73
Figure 3.8 : Evolution de temps d'écoulement au cours du temps pour un rapport E/C=0.4	74
Figure 3.9 : Evolution de temps d'écoulement au cours du temps pour un rapport E/C=0.45	74
Figure 3.10 : Pénétration de l'aiguille de Vicat dans une pâte de ciment avec différents rapports E/C	75
Figure 3.11 : Influence du rapport E/C sur le temps de début et de fin de prise	75
Figure 3.12 : Evolution du coefficient de poussée K au cours du temps	77
Figure 3.13 : Influence du rapport E/C sur le coefficient K à l'état initial et l'état durci	77
Figure 3.14 : Evolution de retrait total au cours du temps	78
Figure 3.15 : Evolution de retrait endogène au cours du temps	79
Figure 3.16 : Evolution de retrait endogène volumique au cours du temps	80
Figure 3.17 : Perte en poids au cours du temps pour différents E/C	80
Figure 3.18 : Evolution de la résistance à la flexion pour des différentes pâtes de ciment	81
Figure 3.19 : Evolution de la résistance à la compression	82
Figure 3.20 : Influence du rapport E/C sur évolution de la résistance à la compression	82
Figure 3.21 : Evolution de la chaleur d'hydratation et du flux de chaleur pour un rapport E/C de 0.3	84
Figure 3.22 : Evolution de la chaleur d'hydratation et du flux de chaleur pour un rapport E/C de 0.35	84
Figure 3.23 : Evolution de la chaleur d'hydratation et du flux de chaleur pour un rapport E/C de 0.4	85
Figure 3.24 : Evolution de la chaleur d'hydratation et du flux de chaleur pour un rapport E/C de 0.45	85
Figure 4.1 : Evolution de temps d'écoulement de SP1 et SP3 en fonction de celui de SP3	90
Figure 4.2 : Comparaison des résultats du temps de début et de fin de prise obtenus et d'autres résultats présentés dans la littérature	92
Figure 4.3 : Variation du temps de début, fin de prise et stabilisation de K selon la variation de rapport E/C	94
Figure 4.4 : Corrélation entre le temps de stabilité de la pression et les temps de début et de fin de prise	94
Figure 4.5 : Evolution des résistances relatives en fonction du temps	96
Figure 4.6 : Variation de la résistance à la traction en fonction de celle à la compression	97
Figure 4.7 : Evolution du retrait endogène en fonction du rapport E/C	98
Figure 4.8 : Evolution du retrait total en fonction du rapport E/C	99
Figure 4.9 : Evolution du retrait des éprouvettes enrobées en fonction du rapport E/C comparé avec des résultats présentés dans la littérature	100
Figure 4.10 : Evolution du retrait des éprouvettes libre en fonction du rapport E/C comparé avec des résultats présentés dans la littérature	100
Figure 4.11 : Corrélation entre le retrait endogène et la résistance à la compression	101
Figure 4.12 : Evolution du retrait de dessiccation en fonction du rapport E/C	102

Figure 4.13 : Evolution de la perte en poids au cours du temps en fonction du rapport E/C	102
Figure 4.14 : Corrélation entre le retrait total et la perte en poids	103
Figure 4.15 : Evolution de retrait total après 3 jours de la perte en poids	104
Figure 4.16 : Corrélation des valeurs de constantes a et b en fonction de E/C	104
Figure 4.17 : Corrélation de la chaleur d'hydratation en fonction de la résistance à la compression pour un âge donné	106
Figure 4.18 : Corrélation de la chaleur d'hydratation en fonction de la résistance à la compression pour E/C donné	107

Liste des tableaux

Tableau 1.1 : Types de ciment et leur composition selon NF EN 197-1	20
Tableau 1.2 : Composition chimique et minéralogique du clinker	21
Tableau 1.3 : Chaleur d'hydratation du constituant de ciment Portland selon Baron et Sautrey	35
Tableau 1.4 : Classification de pores dans la pâte de ciment selon Koenders et van Breugel	38
Tableau 1.5 : Temps approximatif pour atteindre un degré de maturité interrompant la continuité des capillaires	39
Tableau 2.1 : Composition chimique et minéralogique du ciment de Chlef	50
Tableau 2.2 : Caractéristiques des superplastifiants	51
Tableau 2.3 : Essais effectués et la composition de mélanges de pâte étudiés	52
Tableau 3.1 : Dosage de saturation et la compatibilité des couples ciment-superplastifiant	71
Tableau 3.2 : Temps où le temps d'écoulement augmente brusquement pour les trois types de superplastifiant selon le rapport E/C	73
Tableau 3.3 : Temps de début et de fin de prise pour les pâtes étudiées	76
Tableau 3.4 : Masse volumique et le coefficient de pression K à l'état initial et durci pour les différents rapports E/C	77
Tableau 3.5 : Valeurs de la chaleur d'hydratation dégagée en J/g pour différents rapports E/C	83
Tableau 3.6 : Valeurs du flux de chaleur du second pic et son temps de parution	86

Tables des Matières

<i>Remerciements</i>	2
<i>Résumé</i> :	3
<i>Liste des figures</i>	5
<i>Liste des tableaux</i>	8
 <i>Introduction générale</i>	 13

Chapitre 1 : Evolution des propriétés du ciment au jeune âge

1.1. Introduction.....	16
1.2. Ciment.....	16
1.2.1. Historique	16
1.2.2. Fabrication du ciment	17
1.2.2.1. Préparation de cru	17
1.2.2.2. Cuisson.....	18
1.2.2.3. Broyage de clinker	19
1.2.3. Types de ciments	19
1.2.3.1. Ciment Portland artificiel (CEM I).....	21
1.2.3.2. Ciment Portland composé (CEM II).....	22
1.3. Ajouts minéraux.....	22
1.4. Hydratation du ciment portland	24
1.4.1. Hydratation du silicate tricalcique C_3S	24
1.4.2. Hydratation du silicate bicalcique C_2S	24
1.4.3. Hydratation de l'aluminate tricalcique C_3A	25
1.4.4. Hydratation de l'aluminoferrite de calcium C_4AF	26
1.5. Hydratation du ciment composé	26
1.6. Propriétés de la pâte du ciment à l'état frais	27
1.6.1. Caractéristiques des grains de ciment	27
1.6.2. Caractéristiques des grains de ciment dans l'eau	27
1.6.3. Propriétés d'une pâte de ciment en présence de superplastifiants.....	28
1.6.3.1. Définition des superplastifiants	28
1.6.3.2. Classification des superplastifiants	29
1.6.3.3. Action des superplastifiants	30
1.7. Poussée des bétons sur les coffrages	31
1.8. Evolution des propriétés du ciment au jeune âge	35
1.8.1. Evolution d'hydratation.....	35
1.8.2. Effet du rapport E/C sur la cinétique d'hydratation	37
1.8.3. Evolution de microstructure de la pâte du ciment	37
1.8.4. Evolution de la porosité	38
1.8.5. Déformation de retrait.....	40
1.8.5.1. Retraits exogènes	40
1.8.5.2. Retraits endogènes	40
1.8.5.3. Facteurs influençant le retrait	43
1.8.5.4. Techniques de mesure du retrait	45
1.9. Conclusion	46

Chapitre 2 : Matériaux et essais

2.1. Introduction.....	48
2.2. Matériaux utilisés.....	48
2.2.1. Ciment.....	48
2.2.1.1. Cimenterie de Chlef	48
2.2.1.2. Composition du ciment	50
2.2.1.3. Domaine d'utilisation du ciment CPJ CEM II/A 42.5	50
2.2.2. Eau de gâchage	50
2.2.3. Sable.....	51
2.2.4. Superplastifiant	51
2.3. Mélanges et préparation.....	52
2.3.1. Composition de mélanges	52
2.3.2. Procédure de malaxage des mélanges.....	52
2.4. Méthodes d'essais.....	53
2.4.1. Essai de fluidité au cône de Marsh	53
2.4.1.1. Déroulement de l'essai.....	54
2.4.1.2. Perte de fluidité	54
2.4.2. Essai de prise	54
2.4.2.1. Mesure du temps de prise	55
2.4.2.2. Mode opératoire	55
2.4.3. Essai de pression	56
2.4.3.1. Présentation de l'appareil	56
2.4.3.2. Mode opératoire	56
2.4.3.3. Méthode de calcul	57
2.4.3.4. Mesure de la masse volumique.....	59
2.4.4. Essai de retrait.....	59
2.4.4.1. Retrait linéique.....	59
2.4.4.2. Retrait volumique endogène	61
2.4.5. Essai de la perte en poids	62
2.4.6. Essai de résistance mécanique	62
2.4.6.1. Résistance à flexion	63
2.4.6.2. Résistance à la compression	63
2.4.7. Essai de mesure de la chaleur d'hydratation de ciment.....	64
2.4.7.1. Principe de l'essai et appareillage	64
2.4.7.2. Mesure de la chaleur d'hydratation	65
2.4.7.3. Calcul de la chaleur d'hydratation.....	65
2.5. Conclusion	66

Chapitre 3 : Présentation des résultats

3.1. Introduction.....	68
3.2. Fluidité.....	68
3.2.1. Dosage de saturation et compatibilité ciment-superplastifiant	68
3.2.2. Perte de fluidité	71
3.3. Début et fin de prise.....	74
3.4. Pression sur la surface latérale.....	76
3.5. Retrait	78
3.5.1. Retrait linéique.....	78

3.5.1.1. Retrait total	78
3.5.1.2. Retrait endogène	79
3.5.2. Retrait volumique endogène	79
3.6. Perte en poids.....	80
3.7. Résistance mécanique	81
3.7.1. Résistance à la flexion	81
3.7.2. Résistance à la compression	81
3.8. Chaleur d'hydratation	83
3.8.1. Effet du rapport E/C.....	83
3.8.2. Analyse du flux de chaleur	85
3.9. Conclusion	86

Chapitre 4 : Analyse et discussion des résultats

4.1. Introduction.....	88
4.2. Fluidité.....	88
4.2.1. Perte de fluidité.....	89
4.2.2. Effet de E/C	90
4.3. Début et fin de prise.....	90
4.4. Pression sur une surface plane	92
4.5. Résistance à la compression	95
4.6. Retrait	97
4.6.1. Retrait endogène	97
4.6.2. Retrait exogène	101
4.6.3. Perte en poids.....	102
4.7. Chaleur d'hydratation	105
4.8. Conclusion	107
<i>Conclusions générales</i>	109
<i>Références bibliographiques</i>	113

Introduction générale

Introduction générale

Le béton est un matériau évolutif dont le comportement est intimement lié à l'évolution des propriétés de la pâte de ciment. Le développement de ces propriétés résulte de l'hydratation du liant et est notamment conditionné par la composition initiale du ciment et par la quantité d'eau de gâchage apportée. Ce développement représente une nécessité d'un point de vue pratique, pour de nombreuses applications (décoffrage, mise en service, mise en précontrainte, etc..).

Le jeune âge commence avec le contact entre l'eau et le ciment qui provoque un enchaînement de réactions chimiques impliquant les phases anhydres du ciment. Le suivi du développement d'un matériau cimentaire depuis son gâchage jusqu'au durcissement final révèle l'existence de plusieurs phases pendant lesquelles le matériau se transforme d'une suspension liquide initiale jusqu'à un squelette solide résistant.

Au jeune âge, l'étude des matériaux cimentaires permet d'aboutir vers une meilleure compréhension des phénomènes qui agissent au sein de leur microstructure, et d'un point de vue pratique, c'est un moyen d'assister le matériau pendant ses premiers jours et d'assurer une meilleure performance à long terme (résistance, durabilité), et donc une plus importante durée de vie du matériau durci.

Ce travail vise à identifier le comportement du ciment produit par la cimenterie de Chlef au jeune âge. Pour cela une série d'essais a été entamée afin de mieux comprendre le comportement de ce ciment surtout lorsqu'il est malaxé avec différents rapports E/C, et sa compatibilité avec certains superplastifiants lorsqu'il est adjuvanté.

Ce travail est présenté sous forme de quatre chapitres

Le premier chapitre présente une analyse bibliographique sur le comportement du ciment au jeune âge. On présente les processus d'hydratation des ciments, ainsi que les différents phénomènes intervenant sur le comportement de la pâte de ciment.

Le deuxième chapitre contient une présentation des différents essais et les propriétés des matériaux utilisés. Les essais ont été choisis selon le matériel existant au niveau de notre laboratoire ainsi que l'objectif visé au début de cette recherche.

Dans le troisième chapitre, les résultats obtenus par les différents essais seront présentés. Des illustrations graphiques sont incluses pour mettre en valeur la variation de chaque propriété en fonction des paramètres d'essais.

Le quatrième chapitre est consacré à l'analyse et la discussion des résultats trouvés. Des commentaires avec une comparaison avec d'autres résultats montrent clairement la qualité du ciment produit par cette cimenterie.

Enfin, une conclusion et des recommandations sont données afin de poursuivre le travail dans cet axe de recherche.

Chapitre 1 :

Evolution des propriétés du ciment au jeune âge

1.1. Introduction

Le ciment est un liant hydraulique, c'est-à-dire capable de faire prise dans l'eau. Il sous forme d'une poudre très fines qui, mélangée avec l'eau, forme une pâte faisant prise et durcissant progressivement dans le temps. Ces phénomènes sont dus à l'hydratation de certains composés minéraux, notamment des silicates et des aluminates de calcium.

Les matériaux à base de ciment sont des matériaux vivants, avec des périodes bien définies dans leur vie. Le jeune âge commence avec le contact entre l'eau et le ciment qui provoque un enchaînement de réactions chimiques impliquant les phases anhydres du ciment. Le matériau passe d'un état fluide à un état solide avec une transformation plus complexe, cette complexité n'est pas seulement propre aux réactions chimiques, mais aussi au matériau lui-même, la microstructure commence à se définir, et le matériau gagne en résistance mécanique. L'avancement de l'hydratation se traduit par une évolution progressive de la structuration de la pâte de ciment. L'évolution physique est essentielle du à la variation de la taille et de la fraction volumique des pores, tandis que l'évolution chimique est caractérisée par l'évolution des phases (consommation progressive du clinker et formation des hydrates).

1.2. Ciment

Le ciment est le constituant de base des bétons et mortiers. Le ciment formant avec l'eau une pâte qui se solidifié en agglomérant les autres éléments d'un mortier ou d'un béton. Cette pâte a la propriété de faire prise, de durcir à la température ambiante, par simple gâchage à l'eau, même en milieu humide privé d'aire.

1.2.1. Historique

Historiquement, les ciments hydrauliques furent d'abord inventés par les Égyptiens puis améliorés par les civilisations suivantes par l'utilisation de chaux. Plus tard les Grecs d'Italie le renforcèrent avec des cendres pouzzolaniques ; usage repris par les Romains. Le ciment dit " ciment Portland " c'est le matériau de 20^{ième} siècle. En 1818, le français Louis Vicat montra qu'on pouvait artificiellement fabriquer une chaux hydraulique par un mélange convenable de calcaire et d'argile. Ce procédé avait l'avantage de permettre la fabrication du ciment de matières plus communes. L'écosais Joseph Aspdin est le premier qui prit un brevet d'invention en 1824, sur la fabrication d'un liant à partir d'un mélange de

chaux et d'argile qu'il appela '*ciment Portland*', mais garda secrètes la composition et la température de cuisson. Le terme « Portland » vient du nom de la carrière d'où venaient les composants utilisés par Aspdin et est apparenté à la chaux hydraulique dont il constitue un perfectionnement considérable. En 1845, Johnson fixa les proportions et les températures convenables et marqua le début de l'industrie du ciment Portland que nous connaissons de nos jours.

1.2.2. Fabrication du ciment

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

1.2.2.1. Préparation de cru

Le constituant principal du ciment est le clinker qui est obtenu de la cuisson d'un mélange approprié de calcaire et d'argile, en proportion moyenne de 80% de calcaire et 20% d'argile.

Les sources de matières premières destinées à la fabrication du ciment Portland doivent pouvoir fournir les deux principaux composants, calcaire (CaO) et silice (SiO₂), et deux composants secondaires, alumine (Al₂O₃) et oxyde de fer (Fe₂O₃). Le calcaire provient ordinairement de la pierre à chaux, mais on peut également l'obtenir de la craie et de la marne. La silice provient du sable ou de schistes, l'alumine de sables, schistes et bauxites, et l'oxyde de fer de l'un quelconque de ces matériaux suivant leur composition. Comme il est économique d'utiliser les matériaux disponibles, on y rencontre inévitablement des composés non nécessaires ou indésirables. Ils sont mieux connus sous le nom de composants mineurs; ce sont la magnésie (MgO), les alcalis (Na₂O et K₂O).

Les matières premières sont extraites de carrières et les blocs obtenus sont concassés et réduits pour obtenir des éléments inférieurs à 50 mm. Les grains de calcaire et d'argile sont intimement mélangés par broyage et délayage, dans les proportions définies, en un mélange très fin homogène qu'on appelle le "cru". A cette occasion, des corrections de composition peuvent être effectuées en incorporant des ajouts en faible proportion (oxyde de fer, alumine et silice).

En fonction de la technique de fabrication, le cru est préparé automatiquement suivant trois voies possibles: la voie humide, la voie sèche et semi-sèche. La première est

plus ancienne et implique une grande consommation d'énergie pour évaporer l'eau excédentaire. Dans ces procédés, les matières premières sont parfaitement homogénéisées et séchées lors de l'opération de broyage afin d'obtenir la farine. Celle-ci peut être introduite directement dans le four sous forme pulvérulente (voie sèche), ou préalablement transformée en "granules" par humidification (voie semi-sèche).

1.2.2.2. Cuisson

La cuisson se fait à une température voisine de 1450°C. Le cru va suivre différentes étapes de transformation lors de sa lente progression dans un four rotatif dont la dimension la plus courante est de l'ordre de 5 m de diamètre et de 80 à 100 m de longueur. Dans un premier temps, le cru subit une étape de préchauffage à l'amont de four.

Sous l'action des hautes températures (1450°C), les matières premières (argile, calcaire) se décomposent comme suit :

- ❖ De la calcination de l'argile résulteront des oxydes ayant un caractère chimique acide tel que les SiO_2 , les Fe_2O_2 et les Al_2O_3 ,
- ❖ De la décarbonatation du carbonate de calcium (calcaire) donne de la chaux vive, ayant un caractère chimique basique.

Dans la zone de clinkérisation du four, les deux types d'oxydes réagissent entre eux, dans leurs états solides, pour former les minéraux du clinker qui sont :

- Le silicate tricalcique $3\text{CaO}.\text{SiO}_2$.
- Le silicate bicalcique $2\text{CaO}.\text{SiO}_2$.
- L'aluminate tricalcique $3\text{CaO}.\text{Al}_2\text{O}_3$.
- L'alumino ferrite tétracalcique $4\text{CaO}.\text{Al}_2\text{O}_3.\text{Fe}_2\text{O}_3$.

Ces éléments assurent l'aptitude des liants hydrauliques à durcir. En notation cimentaire la formule de ces quatre minéraux devient:

- $3\text{CaO}.\text{SiO}_2$ sera noté C_3S , appelé Alite
- $2\text{CaO}.\text{SiO}_2$ sera noté C_2S , appelé Bélite.
- $3\text{CaO}.\text{Al}_2\text{O}_3$ sera noté C_3A .
- $4\text{CaO}.\text{Al}_2\text{O}_3.\text{Fe}_2\text{O}_3$ sera noté C_4AF .

1.2.2.3. Broyage de clinker

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

1.2.3. Types de ciments

Les ciments courants sont divisés en cinq types principaux :

- CEM I Ciment Portland,
- CEM II Ciment Portland composé,
- CEM III Ciment de haut fourneau,
- CEM IV Ciment pouzzolanique,
- CEM V Ciment composé (au laitier et aux cendres).

On distingue plusieurs ciments appartenant au même type principal grâce à l'association des lettres suivantes : A, B ou C pour le clinker (selon la proportion), S pour le laitier de haut fourneau, D pour la fumée de silice, P pour la pouzzolane naturelle, Q pour la pouzzolane naturelle calcinée, V pour les cendres volantes siliceuses, W pour les cendres volantes calcaires, L ou LL pour le calcaire suivant la teneur totale en carbone organique. Le tableau 1.1 regroupe les différents types de ciment normalisé ainsi que leurs compositions :

1.2.3.1. Ciment Portland artificiel (CEM I)

Le ciment Portland artificiel noté CPA résulte le broyage du clinker et du sulfate de calcium (gypse ou anhydrite) pour régulariser la prise. La teneur en clinker est au minimum 97% [2].

a). Clinker

Le clinker est un mélange de silicates et d'aluminates de calcium résultant de la combinaison de la chaux CaO avec la silice SiO₂, l'alumine et l'oxyde de fer Fe₂O₃ [2]. On peut dire que le clinker est un produit minéral constitué de quatre phases principales (C₃S, C₂S, C₃A et C₄AF) et quelques composés mineurs (figure1.1).

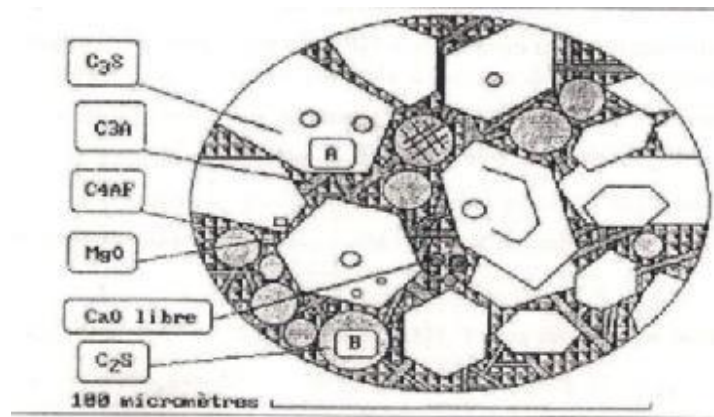


Figure 1.1 : Dessin représentant les minéraux observables au microscope optique d'un grain de clinker [3].

Les compositions chimiques et minéralogiques du clinker sont comprises dans les limites données par le tableau 1.2.

Tableau 1.2 : Composition chimique et minéralogique du clinker [4].

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

b) Sulfate de calcium

Le clinker « pur » très fin est caractérisé par de courts délais de prise, ce qui le rend pratiquement inutilisable. Ce fait est surtout dû à la célite (C_3A) qui s'hydrate rapidement tandis que ses hydrates deviennent rapidement compacts et se cristallisent. Il s'ensuit que pour ralentir la prise du ciment, il faut lier les hydroaluminates de calcium en d'autres composés. Ce rôle peut bien être joué par le gypse qui réagit énergiquement avec l'hydroaluminate tricalcique et produit un sel insoluble l'hydrosulfoaluminate de calcium ($3CaO.Al_2O_3.3CaSO_4.31H_2O$).

1.2.3.2. Ciment Portland composé (CEM II)

Le ciment Portland composé résulte du mélange de clinker en quantité au moins égale à 65% et d'autres constituants tels que laitiers, cendres volantes, pouzzolanes ou fillers (un ou plusieurs) dont le total ne dépasse pas 35%.

1.3. Ajouts minéraux

Théoriquement, un ciment portland ne comporte que du clinker et de sulfate de calcium. Cependant la substitution partielle d'une certaine quantité de clinker par un ou plusieurs ajouts minéraux lorsqu'ils sont disponibles à des prix compétitifs peut être avantageuse, non seulement du point de vue économique, mais aussi du point de vue rhéologique et parfois du point de vue résistance et durabilité.

La norme NF EN 206-1 [5] définit une addition comme un matériau minéral finement divisé et pouvant être ajouté au béton afin d'améliorer certaines de ses propriétés ou pour lui conférer des propriétés particulières.

a) Le laitier de haut fourneau (S)

Le laitier de haut fourneau est un produit de l'industrie métallurgique ayant des propriétés hydrauliques. Il est obtenu par refroidissement rapide de la scorie fondue provenant de la fusion du minerai de fer dans un haut fourneau. Sa composition chimique comporte de l'oxyde de calcium dans des proportions de l'ordre de 40% à 50%, de la silice entre 25 et 35%, de l'alumine entre 12 et 30% ainsi que de la magnésie et d'autres oxydes en faibles quantités, tous ces éléments étant pratiquement les mêmes que ceux du clinker [2].

b) Les pouzzolanes naturelles (Z)

Les pouzzolanes naturelles sont des produits généralement d'origine volcanique, ou des roches sédimentaires, présentant des propriétés pouzzolaniques. Elles sont essentiellement composées de silice réactive (dans des proportions supérieures à 25%), d'alumine et d'oxyde de fer [2].

c) Les cendres volantes (V, W)

Les cendres volantes sont obtenues par dépoussiérage électrostatique ou mécanique de particules pulvérulentes provenant du courant de gaz des chaudières, alimentées au charbon pulvérisé. Elles peuvent avoir des propriétés pouzzolaniques et en plus des propriétés hydrauliques. On distingue:

- -Les cendres volantes siliceuses (V) qui ont des propriétés pouzzolaniques.
- -Les cendres volantes calciques (W) qui ont des propriétés hydrauliques et, parfois, pouzzolaniques

d) Les schistes calcinés (T)

Les schistes calcinés sont produits dans un four spécial à une température d'environ 800°C et sont finement broyés. Ils ont de fortes propriétés hydrauliques et des propriétés pouzzolaniques.

e) Les calcaires (L)

Le calcaire appartient aux roches carbonatées riches en chaux (CaCO_3). Les calcaires utilisés comme constituant du ciment et non comme constituant secondaire, c'est-à-dire lorsqu'ils représentent plus de 5% de la masse totale du ciment, doivent présenter une proportion de carbonate de calcium CaCO_3 supérieure à 75% en masse [2].

f) Les fumées de silice (D)

Les fumées de silices proviennent de la réduction de quartz de grande pureté par du charbon dans des fours à arc électrique utilisés pour la production de silicium et d'alliage de ferrosilicium. Les fumées de silices présentent des propriétés pouzzolaniques en raison de leur forte teneur en silice amorphe. En outre, en raison de leur finesse, elles complètent la granulométrie des ciments. Ces deux effets entraînent à la fois une forte augmentation de la compacité et une amélioration des résistances mécaniques du fait de sa réaction pouzzolanique.

1.4. Hydratation du ciment portland

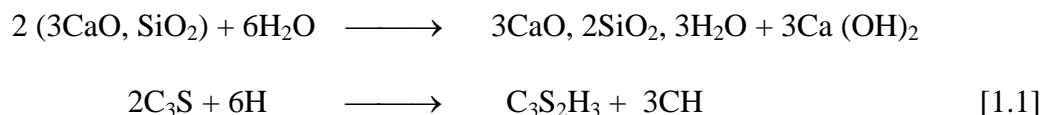
L'hydratation des ciments Portland est un phénomène complexe mettant en jeu des réactions chimiques entre les différents composants du ciment anhydre et l'eau de gâchage, qui conduisent à la formation de plusieurs hydrates. Ce processus physico-chimique est à l'origine de la prise et du durcissement de la matrice cimentaire.

Les réactions d'hydratation de toutes les phases principales de ciment portland (C_3S , C_2S , C_3A , C_4AF) se déroulent en même temps, mais présentent des vitesses d'hydratation différentes et des contributions avec une intensité différente au dégagement de la chaleur du ciment.

Le C_3S s'hydrate rapidement et est largement responsable de la prise et du durcissement de la pâte; le C_3S assure la résistance initiale. Le C_2S s'hydrate lentement, il est responsable du gain en résistance à long terme. Le C_3A s'hydrate très rapidement, et libère beaucoup de chaleur dans les premiers jours, et contribue légèrement à la résistance initiale. Le C_4AF s'hydrate lentement et contribue peu à la résistance mécanique. Le sulfate de calcium est ajouté au broyage pour contrôler l'hydratation du C_3A par la formation de composés moins réactifs (ettringite, sulfoaluminates). Sans le gypse, le ciment contenant du C_3A fait prise trop rapidement.

1.4.1. Hydratation du silicate tricalcique C_3S

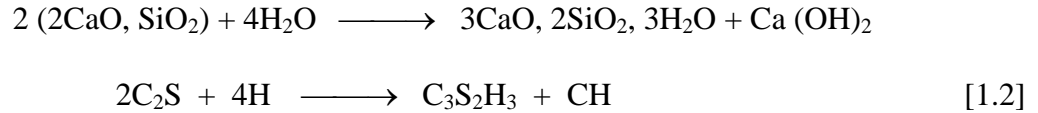
Le C_3S est la phase la plus importante du ciment. La chaleur dégagée par cette phase est l'une des plus élevées. La majeure partie de son hydratation se déroule dans les 28 premiers jours. La réaction complète peut prendre jusqu'à une année. L'hydratation de C_3S produit des gels de silicate de calcium hydraté (C-S-H) et l'hydroxyde de calcium ou portlandite (CH) selon le bilan suivant:



1.4.2. Hydratation du silicate bicalcique C_2S

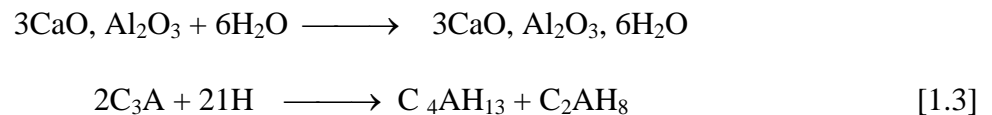
Le silicate bicalcique se comporte comme le silicate tricalcique en donnant des C-S-H semblables avec une certaine différence dans la microstructure. Cependant, les

principales différences résident dans l'absence d'une sursaturation marquée en portlandite et dans un flux de libération de chaleur plus faible. L'hydratation du C_2S avec de l'eau est donnée par la réaction suivante:

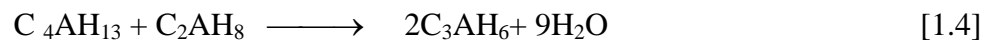


1.4.3. Hydratation de l'aluminate tricalcique C_3A

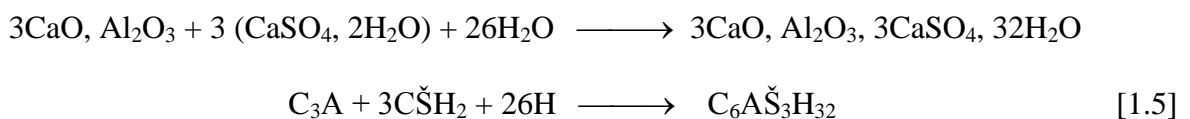
L'hydratation des aluminates est considérablement influencée par la présence du gypse ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$). En absence de « gypse », une réaction accélérée se produit et conduit à la formation d'aluminates hydratés hexagonaux suivant la réaction :



Ces hydrates hexagonaux ne sont pas stables et se transforment au cours du temps sous l'action de la chaleur d'hydratation du C_3A en hydrate cubique C_3AH_6 , plus stable, suivant la réaction :

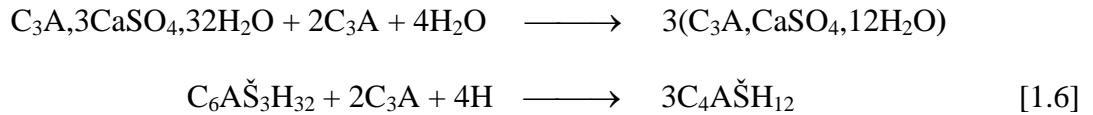


Ces réactions sont la cause principale de la prise rapide des ciments Portland lorsque la quantité de « gypse » présente dans le ciment est insuffisante. Pour prévenir ce phénomène et contrôler la prise, le « gypse » est broyé avec le clinker pour donner le ciment Portland. Au lieu d'une réaction accélérée, il se produit une réaction lente à cinétique variable, similaire à celle du C_3S , mais avec une durée plus longue. En présence du gypse, la réaction se conforme comme suit :



Avec: $C_6A\check{S}_3H_{32}$, est le produit de l'hydratation, appelé le trisulfoaluminate hexacalcique (ettringite).

Lorsque le « gypse » est totalement consommé, généralement 10 à 24 heures après le gâchage, l'ettringite se dissout et devient une nouvelle source d'ion sulfate pour former avec les aluminates excédentaires du monosulfoaluminate de calcium hydraté:



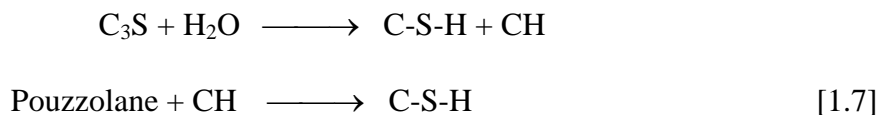
1.4.4. Hydratation de l'aluminoferrite de calcium C_4AF

L'hydratation du C_4AF est similaire à celle du C_3A . Cependant, le C_4AF réagit moins vite que le C_3A . Son hydratation n'est toujours pas totalement élucidée et est souvent ignorée dans les publications portant sur l'hydratation des ciments. Les réactions mises en jeu lors de l'hydratation sont les suivantes :

- Sans gypse: $\text{C}_4\text{AF} + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{C}_4(\text{AF})\text{H}_{13}$
- Avec gypse: $\text{C}_4\text{AF} + \text{gypse} + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{C}_4(\text{AF})\text{SH}_{12}$

1.5. Hydratation du ciment composé

La plupart des ajouts minéraux ont en commun de contenir une forme de silice vitreuse réactive qui, en présence d'eau, peut se combiner à la température ambiante avec la chaux libérée par l'hydratation du C_2S et du C_3S pour former un silicate de calcium hydraté du même type que celui qui est formé durant l'hydratation du ciment Portland. Les réactions d'hydratation du ciment et des pouzzolanes par exemple se déroulent comme suit:



On assiste alors à une transformation de la portlandite (CH) (composant peu stable chimiquement et physiquement) en silicates de chaux hydratés relativement stables (C-S-H).

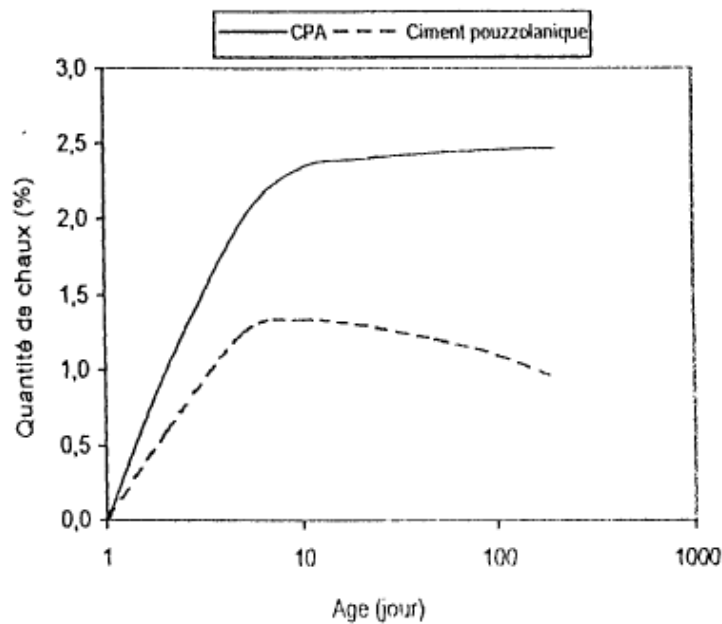


Figure 1.2 : Changement de la quantité de chaux d'un ciment pouzzolanique hydraté [6].

1.6. Propriétés de la pâte du ciment à l'état frais

D'un point de vue physique, un matériau cimentaire à l'état frais peut être considéré comme des suspensions de grains de différentes tailles dans un fluide. Ces suspensions de grains sont susceptibles d'avoir des mouvements indépendants les uns par rapport aux autres.

1.6.1. Caractéristiques des grains de ciment

Les grains composant la poudre de ciment anhydre se caractérisent morphologiquement par leur petitesse et par un état de surface désorganisé par le broyage. Lors de cette opération les matériaux sont soumis à des chocs importants dont le but est de diviser les grains pour les réduire à des dimensions inférieures à une centaine de micro. Lors du broyage, il y a rupture de liaisons chimiques. Cela signifie que des charges électriques sont créées à la surface des grains. Certaines de ces charges pourront être neutralisées par des ions et des électrons présents dans l'atmosphère du broyeur.

1.6.2. Caractéristiques des grains de ciment dans l'eau

Lorsque les grains de ciment se trouvent en milieu aqueux, il s'ensuit une dissolution rapide de certains constituants dont les ions satureront la phase liquide. Ce sont des ions de calcium, sodium, potassium, des hydroxydes et des sulfates que l'on retrouve dans la phase liquide. Il y a alors attraction entre les charges électriques de la surface des grains et ions

de signe opposé ainsi qu'avec les molécules d'eau (figure 1.3), à ces forces électriques s'ajoutent les forces attractives de Van der Waals. Il se forme ainsi, autour des grains, une couche de liquide (l'eau liée). Alors la surface des grains de ciment, fortement chargée électriquement, est responsable de la floculation de la pâte de ciment.

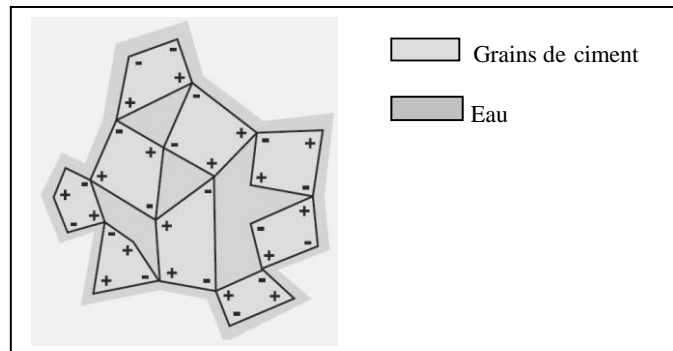


Figure 1.3 : Etat floculé de la pâte de ciment.

1.6.3. Propriétés d'une pâte de ciment en présence de superplastifiants

Les superplastifiants sont utilisés pour leurs propriétés dispersantes. L'ajout de superplastifiant au béton frais facilite sa mise en place en augmentant sa fluidité. Ils ont une influence considérable sur la structure de la pâte de ciment à l'état frais. En fait, en présence de superplastifiants, les particules de ciment sont dispersées plutôt que floculées (figure 1.4).

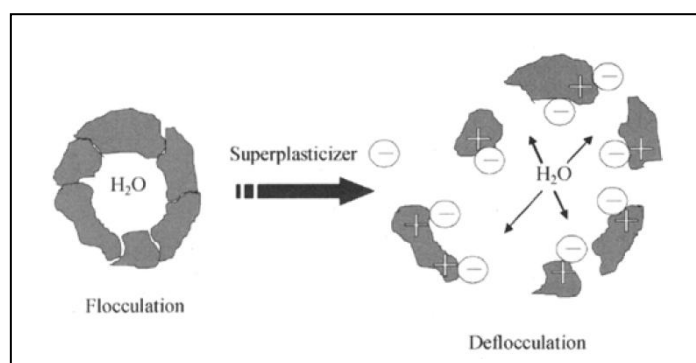


Figure 1.4 : Action moléculaire de superplastifiant.

1.6.3.1. Définition des superplastifiants

Selon la norme EN 934-2, un adjuvant superplastifiant haut réducteur d'eau est un adjuvant qui, sans modifier la consistance, permet de réduire fortement la teneur en eau d'un béton donné, ou qui, sans modifier la teneur en eau, on augmente considérablement la

fluidité. Les superplastifiants sont des matériaux qui sont ajoutés au béton pendant le processus de malaxage, dans des quantités inférieures à 5% de la masse de ciment, afin de modifier ses propriétés à l'état frais et à l'état durci.

1.6.3.2. Classification des superplastifiants

Les superplastifiants sont présentés en quatre groupes [7] qui classés en deux catégories selon la nature du groupement anionique. La première catégorie est composée des polymères contenant des fonctions sulfonate $-\text{SO}_3^-$ et la deuxième des polymères munis de fonctions carboxylate $-\text{COO}^-$

a) Lignosulfonates modifiés (LSM) :

Les premiers adjuvants organiques sont apparus en 1932 avec les lignosulfonates. Ce sont des polyélectrolytes qui dispersent la suspension par effet purement électrostatique. Leur structure chimique est représentée à la figure 1.5.

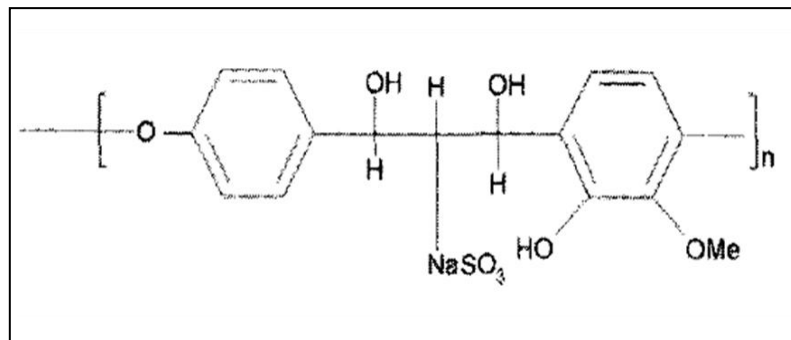


Figure 1.5 : Structure chimique des Lignosulfonates modifiés.

b) Polynaphtalènes sulfonates (PNS) et polyméamines sulfonates (PMS) :

Pendant plus de trente ans, l'industrie du béton s'est satisfaite de ces réducteurs d'eau jusqu'à ce que les Japonais et les Allemands mettent sur le marché des produits de synthèse aux propriétés dispersantes beaucoup plus efficaces que les lignosulfonates de l'époque. Ces nouveaux produits développés en 1960 sont les sels sulfoniques de condensé de formaldéhyde et de naphthalène (produit japonais) PNS ou de mélamine (produit allemand) PMS. Les PNS et PMS sont également des polymères organiques, linéaires et anioniques avec des groupements polaires sulfonates $-\text{SO}_3^-$, qui dispersent la suspension par effet purement électrostatique. Leurs structures chimiques sont représentées respectivement à la figure 1.6 et 1.7.

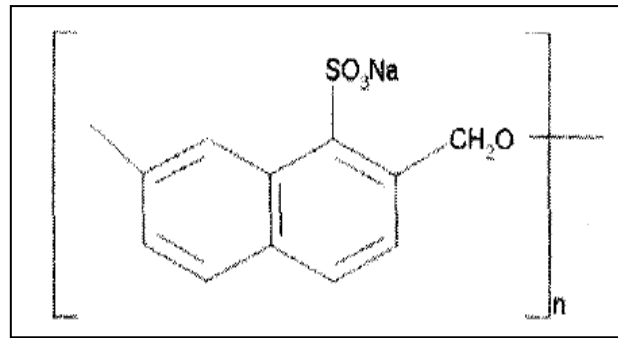


Figure 1.6 .Structure chimique des polynaphtalènes sulfonates.

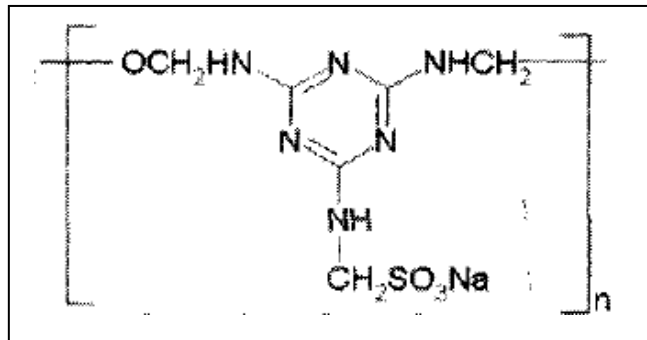


Figure 1.7 .Structure chimique des polymélamines sulfonates.

c) Superplastifiants à base de carboxylates (PC) :

En 1980, l'apparition des Polycarboxylates nommés PC est une grande évolution des super réducteurs d'eau. Ils ont été mis au point après les polysulfonates et sont pour cette raison communément appelés superplastifiants de nouvelle génération. Ils sont formés d'une combinaison de polymères dont le mécanisme de dispersion se fait par une répulsion combinée électrostatique et stérique.

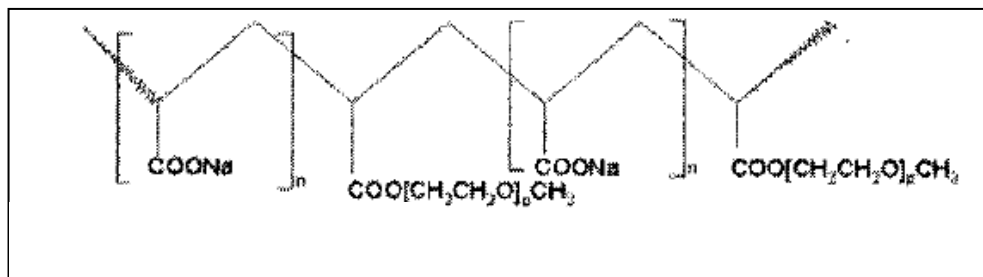


Figure 1.8 : Structure chimique des polycarboxylates.

1.6.3.3. Action des superplastifiants

Lorsque les molécules des superplastifiants sont introduites dans une suspension d'un matériau cimentaire, une grande partie vient s'adsorber sur les surfaces chargées. L'action

principale des superplastifiants est de défloculer les grains de ciment. Une action de répulsion électrostatique agit en neutralisant les charges électriques présents à la surface des grains et / ou par répulsion stérique en écartant les grains les uns des autres, grâce à des chaînes moléculaires très longues. La dispersion libère l'eau emprisonnée entre les particules de ciment agglomérées, ce qui diminue la viscosité et favorise un gain de fluidité. Il est alors possible de mettre en œuvre des bétons très fluides avec des rapports E/C faible.

Plus l'effet physique de superplastifiants, ces polymères peuvent intervenir dans les processus chimiques de l'hydratation et notamment de la nucléation et la croissance cristalline. La figure 1.9 montre que l'addition des superplastifiants a deux effets rhéologiques principaux : fluidification et retardation. La viscosité est due à la diminution de la stabilité électrostatique et stérique de la pâte de ciment [8,9]. En plus de cet effet de fluidification, les superplastifiants affectent également souvent le processus d'hydratation, qui mène à une retardation de temps de prise (raidissement du matériau).

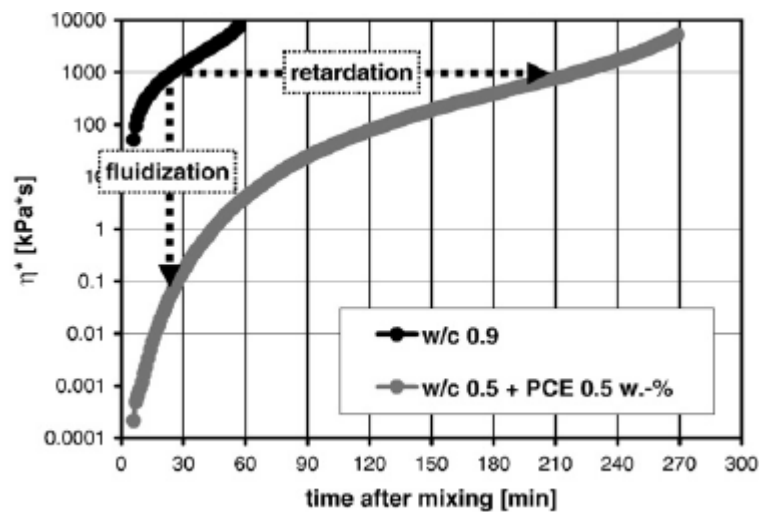


Figure 1.9 : Évolution temporelle de la viscosité des pâtes de ciment sans et avec PCE [8].

1.7. Poussée des bétons sur les coffrages

Dans la littérature, l'estimation de développement de la poussée exercée par le béton frais sur les parois de coffrage est importante dans la construction des ouvrages en béton. Une surestimation de la pression entraîne une élévation du coût des coffrages, une sous-estimation des pressions a pour conséquence des déformations inacceptables de la structure, voire son effondrement.

A l'état frais un matériau cimentaire se comporte comme un liquide, une fois mis en place dans son moule, il exerce une pression latérale sur les parois de ce moule. La forme du profil de pression initiale est essentiellement fonction des frottements entre les divers constituants du mélange et des frottements de ceux-ci avec la paroi du coffrage [10]. Si on applique les principes de mécanique de sol sur le béton à l'état frais, la pression latérale (σ) peut être considérée comme la somme de la pression obtenue à partir de l'eau interstitielle dans les pores (pression interstitielle μ) et les particules solides (pression effectif σ'). Lorsque le matériau est saturé, la contrainte σ devient égal à μ et $\sigma' = 0$. La pression latérale appliquée est alors totalement due à la pression d'eau interstitielle pendant l'étape plastique de l'hydratation de ciment [11].

Plusieurs chercheurs [12, 13] ont prescrit un diagramme typique présenté dans la figure 1.10, qui montrant les variations de pression latérale au cours du temps après la mise en place selon la hauteur de coffrage. Ils ont montré que juste après avoir rempli le coffrage, le béton comporte comme un fluide exerçant sur la paroi de coffrage une pression initiale presque hydrostatique. Cette pression hydrostatique (P_{hyd}) a été calculée selon la formule : $P_{hyd} = \rho gh$, où ρ la densité ; g la pesanteur et h la hauteur du béton. Cependant, une diminution progressive de la pression latérale aura lieu avec le temps. Selon Khayat et al. [13], la pression latérale à la base de coffrage déterminée initialement et après 3 heures étaient 97%, et 60% de la pression hydrostatique, respectivement.

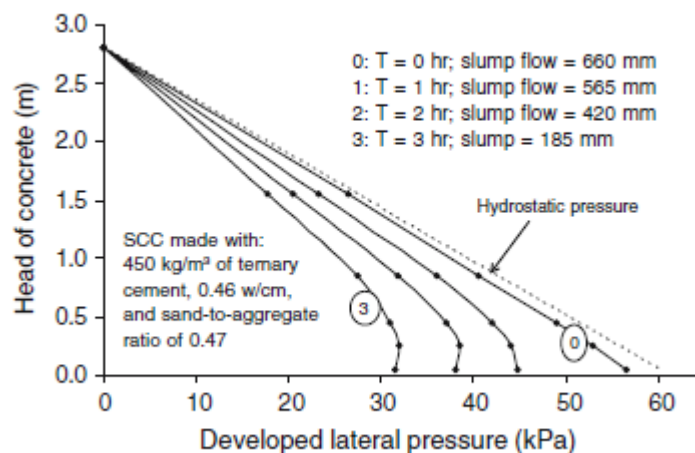


Figure 1.10 : Développement de la pression latérale pour différentes hauteurs déterminée sur une colonne de 2800-millimètre de hauteur [13].

La chute des pressions au cours du temps est la conséquence d'un ensemble de processus physiques et chimiques qui passent au sein d'un matériau cimentaire. Juste après la mise en place, le ciment entre dans une étape dormante avec des réactions lentes qui permet au béton d'être à une étape plastique. L'effet physique qui est le plus dominant dans cette période, du à l'effet réversible de la thixotropie (restructuration du matériau), ceci cause une réorganisation des particules solides et l'augmentation du frottement interne [14]. Ceci est couplé à un effet chimique qui a lieu principalement après la fin de la période dormante due à la formation rapide des produits d'hydratation.

Khayat et Assaad [15] ont étudié l'effet de trois rapports E/C (0.36, 0.4, 0.46) sur le développement de la pression latéral d'un béton autoplaçant coulé dans une colonne de 2800 mm de hauteur et de 200 mm de diamètre. Les résultats, illustrés sur la figure 1.11, montrent que le béton avec le rapport E/C de 0.46 engendre une pression relative initiale plus élevée de 97%. Ceci diminue à 91% pour des bétons préparés avec E/C égal à 0.36. Ils ont montré que l'augmentation de la teneur en eau et en pâte due au rapport E/C élevé, peuvent augmenter la lubrification de la pâte de ciment et diminuer la cohésion du mélange. Ainsi que la vitesse de chute de pression au cours du temps est plus élevée dans les bétons préparés avec un rapport E/C élevé.

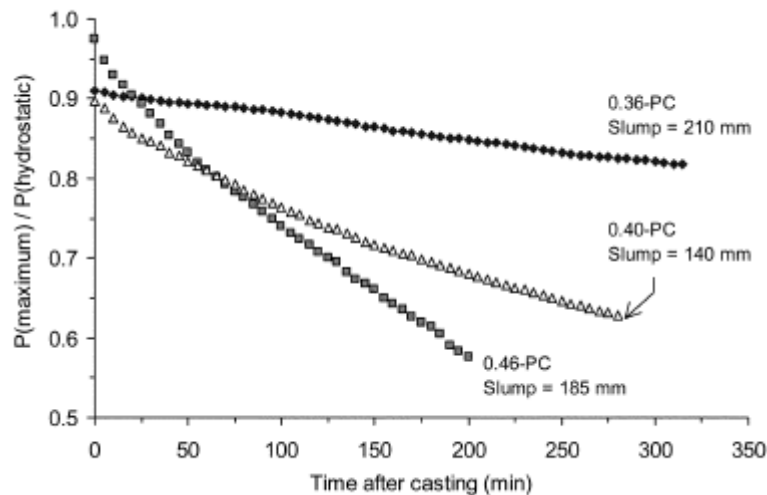


Figure 1.11 : Effet de E/C sur les variations de pression relatives des bétons autoplaçants [15].

Selon Amziane [16], l'évolution de la pression latérale et de la pression hydraulique peut être divisée en trois étapes présentées à la figure 1.12 :

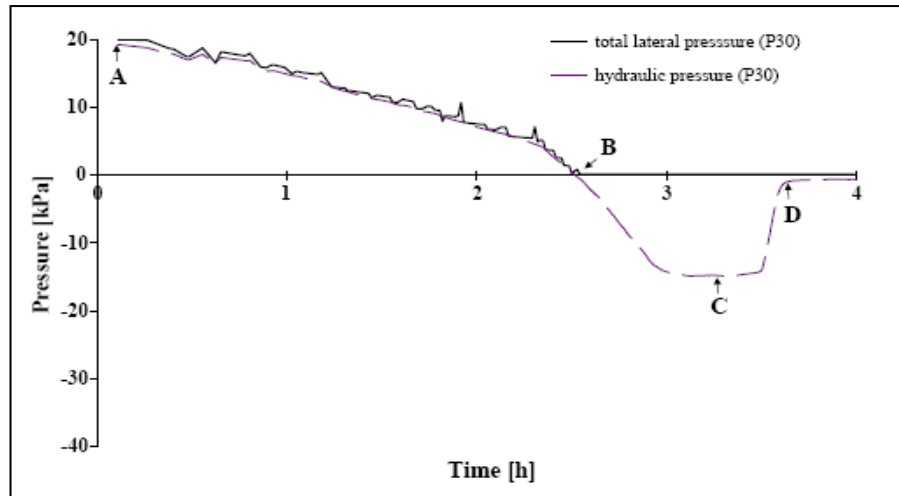


Figure 1.12 : Evolution de la pression en fonction de temps pour une pâte de ciment (CEMII 32,5) de 1m de hauteur et un rapport E/C de 0.30 selon Amziane [16].

a) Etape AB

A l'état initial, les deux pressions latérale et hydraulique diminuent lentement jusqu'à ce qu'elles se négligent complètement après 2.49 heures. Les variations des deux pressions soient presque identiques. Cette diminution qu'atteint la pression avant la prise de la pâte de ciment, est liée essentiellement à la diminution d'humidité relative RH qui est due à la dissolution des hydroxydes alcalins des particules de ciment dans la phase aqueuse. L'humidité relative affecte le niveau de la contrainte capillaire et ainsi la diminution de la pression hydraulique.

b) Etape BC

Pendant la deuxième étape, la pression hydraulique continue à diminuer et devient négative, Par contre la pression latérale totale reste nulle. La mesure négative de la pression de l'eau est due à la formation des bulles d'air dans la pâte de ciment. Ceci conduit à la formation du ménisque à l'interface eau/vapeur, ayant pour résultat la diminution de l'humidité relative et la baisse dans la pression d'eau interstitielle vers des valeurs négatives [12].

c) Etape CD

Dans cette étape, la pression interstitielle retourne progressif à zéro. Ce processus est la conséquence de la rupture des ponts capillaires, qui est due à la formation des hydrates.

1.8. Evolution des propriétés du ciment au jeune âge

1.8.1. Evolution d'hydratation

Les réactions d'hydratations sont des processus exothermique qui s'accompagnent d'un dégagement de la chaleur qui peut être mesurée par calorimètre. Les réactions d'hydratation des phases principales de ciment portland (C_3S , C_2S , C_3A , C_4AF) contribuent à une intensité différente au dégagement de la chaleur du ciment (tableau 1.3).

Tableau 1.3 : Chaleur d'hydratation du constituant de ciment Portland selon Baron et Sautrey [17].

Constituant du ciment Portland	Chaleur d'hydratation (joules/g)		
	7 jours	28 jours	6 mois
C_3S	460	502	502
C_2S	84	189	251
C_3A	773	857	865
C_4AF	168	209	293

La chaleur dégagée donne une indication sur l'avancement du processus d'hydratation. Selon Gartner et al. [18] l'évolution du flux peut être divisée en cinq parties présentées à la figure 1.13 :

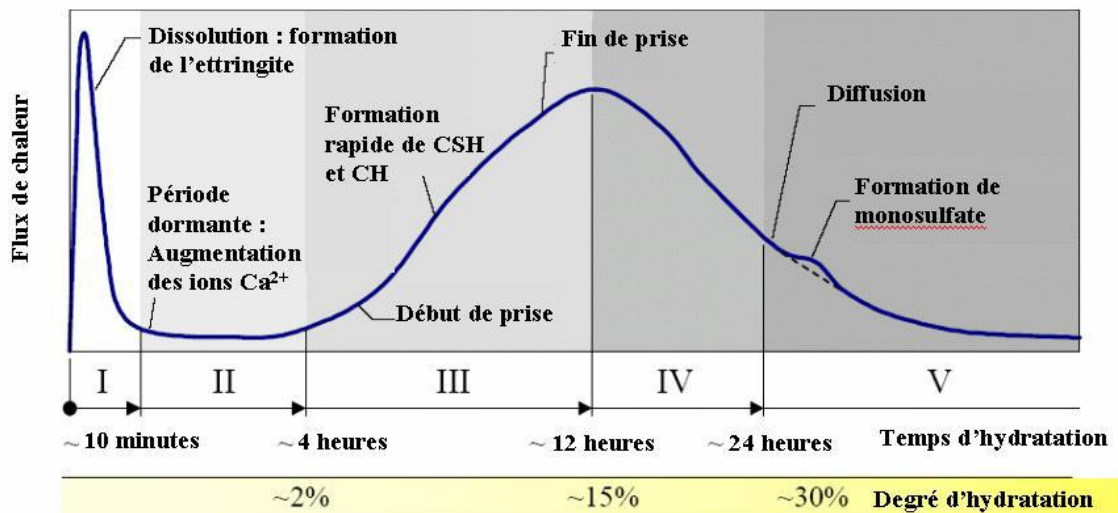


Figure 1.13 : Courbe calorimétrique de l'hydratation d'un ciment Portland selon Gartner et al. [18]

a) Stade I

Dès que le ciment entre en contact avec l'eau, la dissolution partielle des grains anhydres engendre un premier pic important de dégagement de chaleur mais plus de courte durée, environ de 10 minutes. Les réactions entre le C_3S , le C_3A et l'eau commencent et génèrent également un dégagement important et rapide de chaleur. Il se forme alors des C-S-H et de l'ettringite.

b) Stade II

Cette phase est appelée période dormante, au cours de laquelle le dégagement de la chaleur est relativement faible (sans jamais être nul). Durant cette période, des ions de Ca^{2+} et OH^- sont libérés. Ceci augmente le pH de la solution jusqu'à environ 12.5 et ralentit la dissolution des constituants. Le dégagement de la chaleur est alors faible. Les transformations physiques durant cette période sont détectées par l'augmentation du raidissement de la pâte [19]. Les phénomènes physico-chimiques régissant la période dormante sont de point de vue pratique très important car ils ont un effet sur l'ouvrabilité du béton.

c) Stade III

Cette étape est la fin de la période dormante et présente une accélération du dégagement de chaleur. Ce dégagement atteint un deuxième pic entre 9 et 10 heures pour une pâte de ciment Portland conservée à 20°C. Cette phase débute lorsque la concentration de la solution en ions Ca^{2+} et OH^- devient critique. Ceci conduit à la précipitation de la portlandite.

d) Stade IV

On assiste à une décélération de la réaction d'hydratation du C_3S . La couche d'hydrates s'épaissit autour des grains anhydres et rend plus difficile les échanges ioniques. Les réactions de précipitation - dissolution sont alors progressivement remplacées par un processus diffusionnel.

e) Stade V

Cette dernière période, dite de réaction lente, correspond à un dégagement de chaleur faible et décroissant (non nul) mais continu. Le système réagit lentement et les réactions d'hydratation se déroulent uniquement par un processus diffusionnel, pendant des mois, voire des années.

1.8.2. Effet du rapport E/C sur la cinétique d'hydratation

L'eau de gâchage est à la fois le milieu de dispersion et de dissolution du ciment et un des réactants du processus d'hydratation. La proportion d'eau de gâchage détermine la concentration ionique du mélange ; aux premiers instants de l'hydratation, pour une même quantité de ciment dissout, les niveaux de concentration ionique de la solution interstitielle sont d'autant plus grands que le volume de phase liquide est faible [20]. La solution est donc plus rapidement sursaturée vis-à-vis des C-S-H et de la portlandite dans des systèmes contenant moins d'eau. Cela se traduit par une précipitation plus rapide de ces espèces et un taux d'hydratation plus élevé dans la période initiale pour de faibles valeurs du rapport E/C. Parallèlement, le nombre de contacts entre grains augmente lorsque le rapport E/C diminue.

1.8.3. Evolution de microstructure de la pâte de ciment

Pendant la prise, la pâte de ciment se transforme d'un état fluide à un état solide. Selon Ye et al. [21], ce phénomène peut être décomposé en quatre phases, représentées à la Figure 1.14. Cette description se base sur l'analyse des résultats obtenus par la méthode ultrasonique.

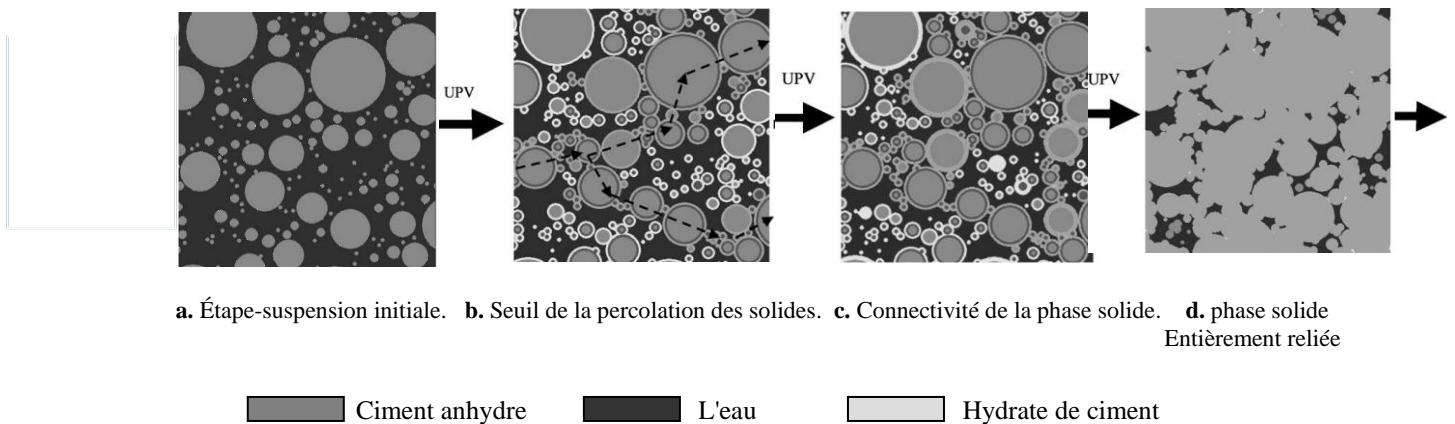


Figure 1.14 : Evolution de la microstructuration d'une pâte de ciment selon Ye et al. [21].

a) Etape (a)

Cette étape peut être liée à la période dormante de l'hydratation de ciment. Dans le début de cette période, l'hydratation débute, le mélange étant liquide et les grains de ciment sont isolés les uns par rapport aux autres, alors que l'eau interstitielle dans les pores capillaires est connectée. Le système dans cette étape peut être considéré comme un état de dispersion des grains de ciment anhydre dans une phase liquide. Pour un rapport E/C élevé,

c'est durant cette phase que peuvent apparaître les phénomènes de ressuage et de sédimentation.

b) Etape (b)

Pendant de l'hydratation de ciment, les hydrates se développent autour de grains de ciment anhydre et il se produit des contacts entre eux, créant de liaisons mécaniques. Il se forme des petits ensembles de grains liés, puis il apparaît un chemin contenu de grains mécaniquement liés, appelés seuil de percolation.

c) Etape (c, d)

Au-delà du seuil de percolation, la phase solide devient de plus en plus connectée, cette connexion se traduit par la croissance de la rigidité du matériau. Pendant cette phase l'hydratation se poursuit et conduit à la croissance de la phase solide qui se manifeste par l'évolution de la porosité de la pâte et la diminution de la teneur en eau (diminution de la phase liquide dans l'espace des pores).

1.8.4. Evolution de la porosité

La porosité est une caractéristique importante des matériaux cimentaires qui lui confère plusieurs caractéristiques telles que sa perméabilité, sa résistance, sa durabilité et son comportement rhéologique. Le volume de pore de la pâte de ciment est généralement défini comme le volume initial de la pâte moins le volume du solide. De ceci, la porosité est définie comme le rapport entre volume des pores sur le volume initial de pâte. La porosité est classifiée dans différentes catégories des diamètres de pore qui s'étendent entre certaines limites. Selon Koenders et van Breugel [22] la classification des pores de la pâte de ciment est proposée et présentée sur le tableau 1.4.

Tableau 1.4 : Classification de pores dans la pâte de ciment selon Koenders et van Breugel [22].

Type	Diamètre (μm)	Description	Rôle de l'eau
Pores capillaires	10 - 0.002	Macr pores	Accessible pour l'eau et capable de transporter l'eau
Pores de gel (Porosité propre aux C-S-H)	< 0.002	Micro pores	Non accessible pour l'eau. Non capable de transporter l'eau

Selon Neville [19] les pores capillaires qui sont généralement interconnectés représentent la partie du volume qui n'a pas été remplie par les produits d'hydratation. La

taille et le volume de ces pores augmentent avec le rapport E/C du mélange. La perméabilité du matériau est essentiellement dépendante du volume et de la taille de ces pores capillaires. Cependant, plus l'hydratation avance, plus les pores capillaires se remplissent et donc plus le volume du réseau capillaire se réduit. Plus le rapport E/C est grand et plus le volume capillaire est grand, puisqu'il faut plus d'hydrates pour combler les vides. Ceci nécessite plus de temps pour interrompre la continuité des capillaires. Powers et al. [23] ont estimé ce temps, qui est résumé dans le Tableau 1.5

Tableau 1.5 : Temps approximatif pour atteindre un degré de maturité interrompant la continuité des capillaires [23].

Rapport E/C massique	Temps requis
0.40	3 jours
0.45	7 jours
0.50	14 jours
0.60	6 mois
0.70	1 an
> 0.70	Impossible

Les pores de gel sont essentiellement des vides interstitiels interconnectés entre les particules de gel en forme d'aiguille, de plaque ou de feuillet. Les pores de gel sont bien plus petits que les pores capillaires. Le volume de ces pores n'est pas affecté par le rapport E/C du mélange. Les pores de gel occupent environ 28% du volume total des hydrates. Figure 1.15 présente qu'avec l'avancement de l'hydratation, le volume de gel augmente, et le volume total des pores de gel augmente donc également. Alors le volume de pores capillaire diminue. Les hydrates permettent de colmater les pores capillaires. Ainsi, ces pores capillaires qui ne sont plus interconnectés entre eux, se retrouvent reliés par le réseau des pores de gel.

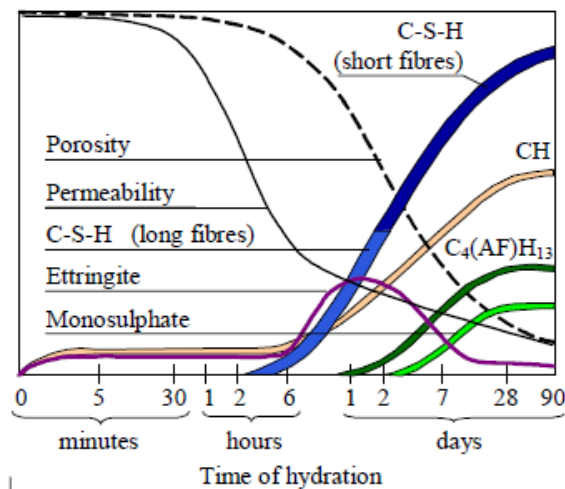


Figure 1.15 : Evolution de la porosité et des hydrates au cours du temps [24].

1.8.5. Déformation de retrait

L'hydratation entre le ciment et l'eau s'accompagne d'une réduction dimensionnelle ou retrait, même en l'absence de chargement. On distingue une composante exogène, due à des gradients hydriques ou thermiques régnant entre le matériau et le milieu environnant, et une composante endogène générée par le matériau lui-même sans échange avec l'extérieur.

1.8.5.1. Retraits exogènes

Ce type de retrait dépend essentiellement du climat environnant, tel que la température et l'humidité relative mais aussi de l'épaisseur de l'élément. On distingue le retrait plastique et le retrait de séchage.

a) Retrait plastique

C'est le retrait qu'on peut observer avant la prise de la pâte de ciment et qui affecter le béton au très jeune âge c'est-à-dire à l'état plastique. Ce retrait est causé par la perte prématurée d'une partie de l'eau de gâchage ressuée à la surface par l'évaporation. Le retrait plastique provoque une forte contraction de la pâte de ciment qui fait fissurer la surface externe. Il est généralement associé à une technique de cure mal adaptée aux conditions climatiques.

b) Retrait de séchage

Le retrait de séchage est une diminution du volume de la pâte provoquée par une réorganisation de l'eau. Le retrait de séchage survient lorsqu'on abaisse le taux d'humidité interne du béton. C'est la forme la plus courante et la plus visible du retrait. La cause principale du retrait de séchage est l'assèchement progressif de la pâte de ciment. Cette dessiccation peut se manifester après la carbonatation.

1.8.5.2. Retraits endogènes

Les déformations endogènes d'une pâte de ciment sont définies comme les déformations qui ont lieu en condition isotherme lorsque le matériau est isolé de tout échange hydrique avec le milieu extérieur. Ces déformations sont une conséquence directe de l'hydratation du ciment. Le retrait endogène peut être divisé en deux phases : une première phase de retrait purement chimique appelé aussi contraction Le Chatelier suivie d'une deuxième phase de retrait d'autodessiccation.

a) Contraction Le Chatelier

La contraction Le Chatelier de la pâte de ciment est souvent définie comme étant la variation de volume d'un système fermé à température constante. Ce retrait commence dès

le premier contact entre l'eau de gâchage et le ciment, c'est-à-dire dès la phase fluide. En effet, le volume des hydrates formés étant inférieur à la somme des volumes initiaux du ciment anhydre et de l'eau. La figure 1.16 illustre ce phénomène, en présence ou non de ressuage [25]. La contraction Le Chatelier provoque une diminution de volume comprise entre 8 et 10% de la somme des volumes des constituants initiaux, ciment et eau [26].

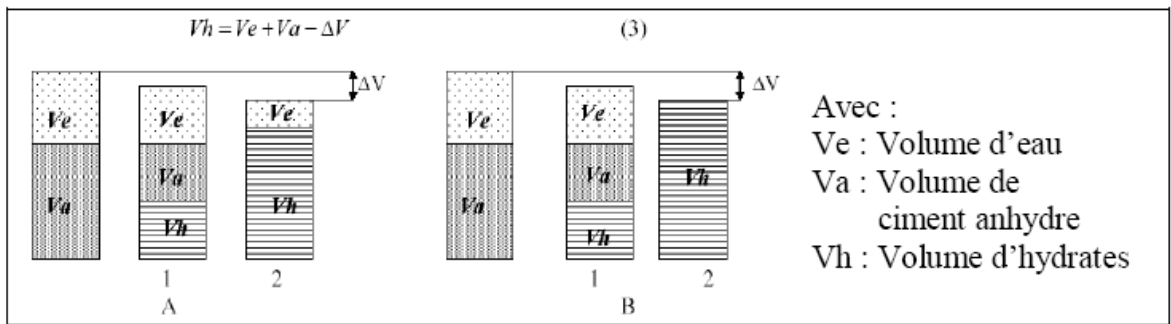


Figure 1.16 : Contraction Le Chatelier (A: avec ressuage; B: sans ressuage; 1: hydratation intermédiaire; 2: hydratation complète) [25].

b) Retrait d'autodessiccation

Le retrait d'autodessiccation est défini comme la conséquence d'une diminution du taux d'humidité interne dans un système isotherme fermé et résultant des réactions d'hydratation du ciment Portland. Après la prise, la pâte de ciment devient suffisamment rigide et un volume gazeux apparaît dans la porosité de la pâte initialement saturée en eau. L'avancement de l'hydratation de ciment se traduit physiquement par une baisse de l'humidité relative interne du matériau et, mécaniquement, par un retrait d'autodessiccation du matériau. Le retrait d'autodessiccation dépend de l'état de liaison de l'eau avec le solide. Le phénomène de retrait endogène est semblable à celui de retrait de séchage. Il y a trois mécanismes permettent d'expliquer le retrait endogène [17] :

Retrait par variation de la dépression capillaire

L'eau initialement présente dans les pores capillaires est progressivement consommée par les réactions d'hydratation. Cette autodessiccation provoque l'apparition d'une phase gazeuse à l'intérieur des pores. Des ménisques d'eau se forment conjointement, générant de la dépression capillaire (Figure 1.17). Le résultat est une contraction des parois capillaires.

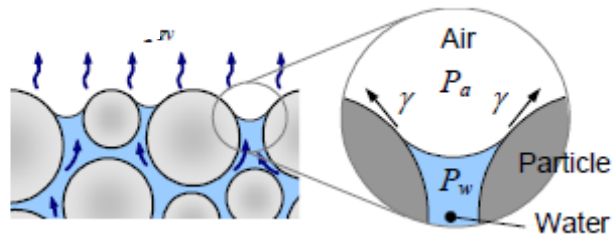


Figure 1.17 : Schéma d'un capillaire non saturé [27].

Retrait par variation de la tension superficielle

La tension de surface est de grande importance dans le cas où l'humidité relative est faible. L'adsorption d'eau sur le squelette solide provoque une relaxation de sa tension superficielle qui se traduit par un gonflement ; inversement, un départ d'eau adsorbée augmente la tension superficielle du squelette solide (figure 1.18), il se produit alors un retrait.

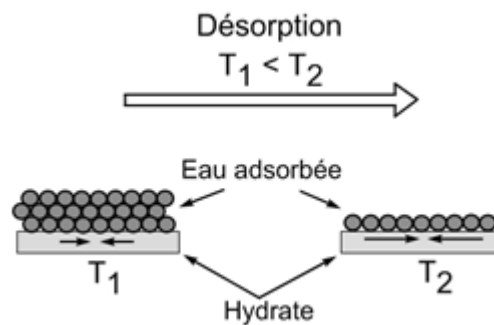


Figure 1.18 : Schématisation du phénomène de tension de surface [28].

Retrait par variation de la pression de disjonction

La pression disjonction se développe dans les zones où l'adsorption de l'eau se trouve gênée, c'est-à-dire là où la distance entre deux surfaces solides est plus petite que deux fois l'épaisseur d'une couche d'eau adsorbée librement (figure 1.19). A l'état saturé, cette pression atteint sa valeur maximum. Quand l'humidité relative diminue, la pression disjonction diminue également et les deux surfaces solides se rapprochent, provoquant un retrait du squelette solide.

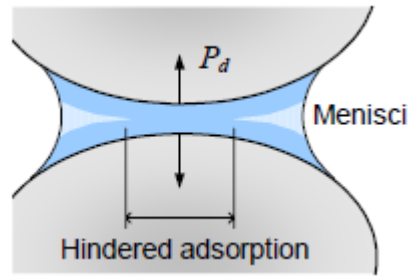


Figure 1.19 : Mécanisme de la pression de disjonction [27].

1.8.5.3. Facteurs influençant le retrait

a) Le rapport E/C

Plusieurs chercheurs [29, 30]; Yang et al, 2005) ont montré que le retrait endogène est plus élevé pour des rapports E/C plus faible. Ce phénomène est expliqué par le fait que la diminution d'humidité relative interne est plus rapide et plus intense pour des rapports E/C faibles. En outre, plus le rapport E/C est faible plus les pores capillaires sont plus fins, ceci fait la création de ménisque d'eau avec un rayon de courbure plus grand. Ces ménisques causent une grande contrainte de compression sur les parois de pore, le résultat est un retrait endogène plus élevé [29]. La figure 1.20 présente les résultats obtenus par Baroghel-Bouny et al. [31], où ils ont enregistré une différence notable des déformations linéiques entre les rapports E/C = 0,25 et 0,60 pour une pâte de ciment Portland CEM I 52,5.

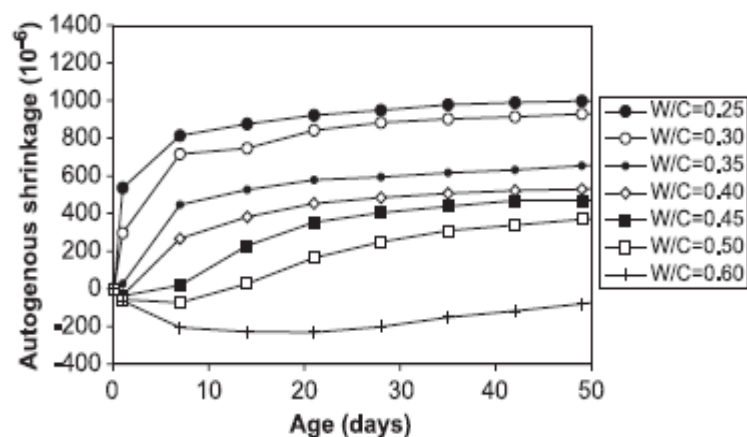


Figure 1.20 : Evolution de retrait endogène avec différents rapports E/C selon Baroghel Bouny et al. [31].

b) La température

Lura et al. [32] ont étudié l'influence de la température de cure sur le retrait de bétons à haute performance. Ils ont conclu que la température n'entraîne pas systématiquement une augmentation du retrait endogène. Car ils ont enregistré à 40°C un retrait plus rapide dans les premières heures, ensuite il se ralentit. Après 1 jour, la valeur totale était moins que pour une température de 20°C (figure 1.21). Par contre, Baroghel-Bouny et al. [31] ont constaté que le retrait endogène augmente avec la température (figure 1.22).

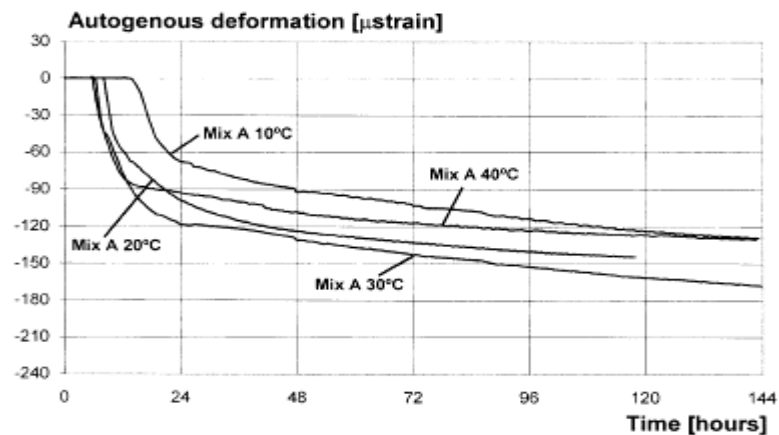


Figure 1.21 : Evolution du retrait endogène sous différentes températures selon Lura et al. [32]

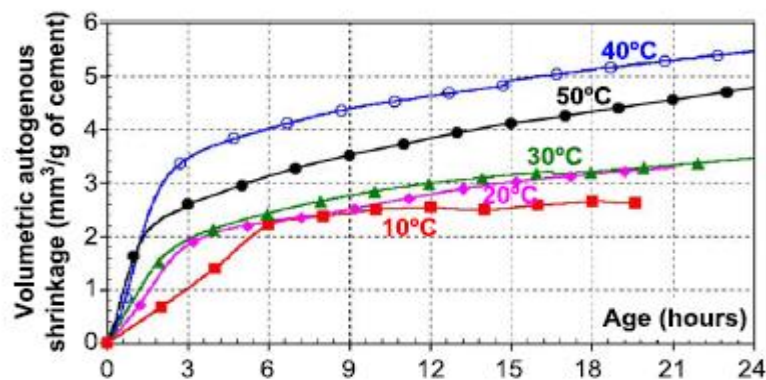


Figure 1.22 : Evolution du retrait volumique sous différentes températures selon Baroghel-Bouny et al. [31].

c) Type de ciment

Bouasker [3] a étudié le retrait endogène de trois types de ciment (CEM I, CEM II, CEM III). Il a montré que le retrait est plus influencé par la classe de ciment. En effet à 72 heures le ciment de la classe CEM III présente un retrait endogène plus élevé de l'ordre de 5200 $\mu\text{m}/\text{m}$ contre 4100 $\mu\text{m}/\text{m}$ et 1900 $\mu\text{m}/\text{m}$ respectivement pour un ciment de classe CEM I et CEM II. Il explique cette différence de retrait par la fraction la plus importante de

C_3S présenté dans le CEM III comparé aux deux autres classes de ciment, ainsi que la présence des ajouts minéraux tels que le laitier qui accélère la chute de l'humidité relative dans la matrice cimentaire et induisent un retrait endogène plus élevé. L'évolution des trois retraits est représentée sur la figure 1.23.

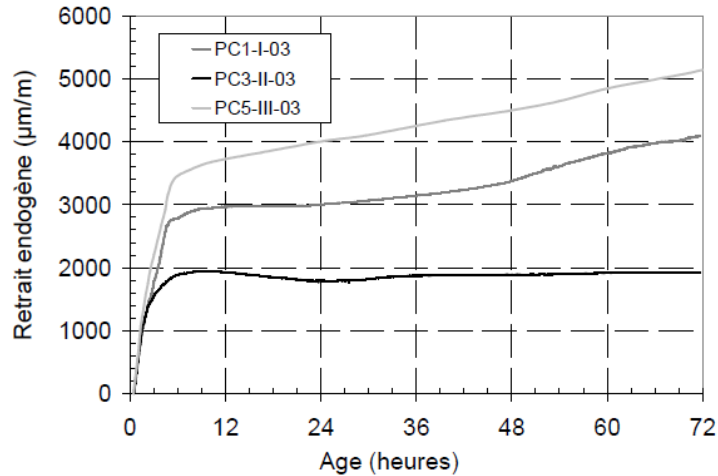


Figure 1.23 : Evolution de retrait endogène de trois classes de ciment pour un rapport E/C = 0.3 selon Bouasker [33].

1.8.5.4. Techniques de mesure du retrait

Pour les mesures du retrait, deux types d'essais peuvent être mis en œuvre.

a). Méthode d'essai volumétrique

Le matériau est coulé dans une membrane souple, supposée imperméable et scellée en évitant l'entrée de bulles d'air. L'échantillon est ensuite placé dans un bain où l'on mesure l'évolution de sa masse apparente au cours du temps par pesée hydrostatique (figure 1.24). Les variations de masse apparente correspondent à une variation de la poussée d'Archimède s'exerçant sur l'éprouvette et donc à une variation de volume. L'intérêt majeur de cette méthode d'essais est de pouvoir commencer la mesure des déformations très peu de temps après le gâchage.

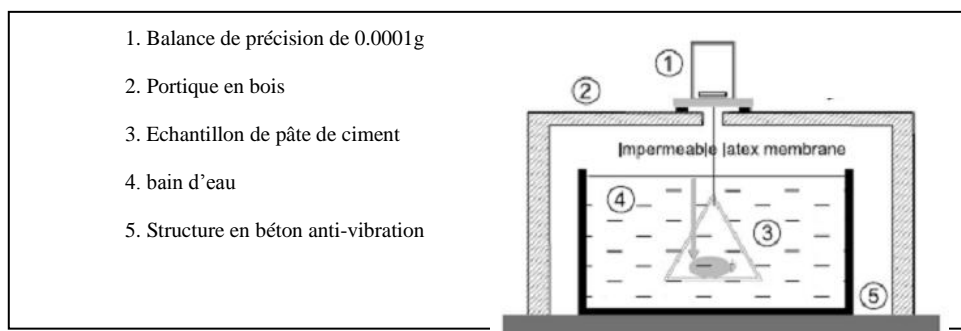


Figure 1.24 : Dispositif de mesure volumétrique du retrait endogène selon Mounanga et al. [34].

b). Méthode d'essai linéique

Plusieurs méthodes d'essais existent mais elles sont toutes basées sur le même principe : les éprouvettes sont coulées dans des moules prismatiques et les changements de longueur sont mesurés à l'aide de capteurs. La méthodologie diffère selon si l'essai de retrait est effectué de manière verticale ou horizontale. Si l'essai se fait verticalement, les éprouvettes sont démoulées puis scellées à l'aide de papier aluminium adhésif (afin de prévenir toute évaporation d'humidité) et maintenues à température constante (figure 1.25). Les mesures débutent en général 24 h après le coulage. Si l'essai se fait horizontalement, les mesures de changement de longueur se font directement dans le moule.

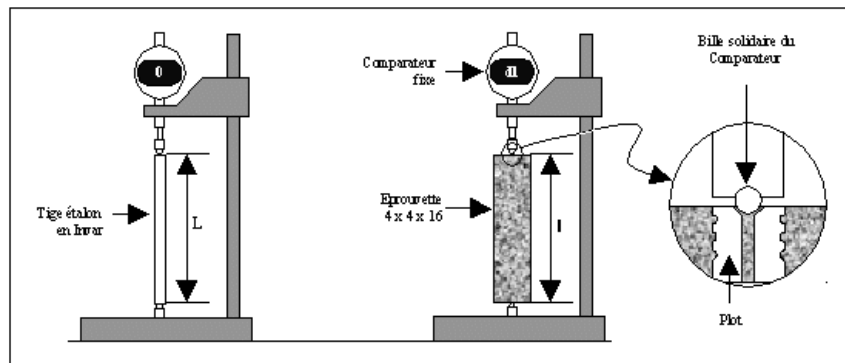


Figure 1.25 : Dispositif de mesure du retrait selon la méthode linéique verticale.

1.9. Conclusion

Le ciment Portland est un liant hydraulique qui s'hydrate et se transforme en bloc solide. Les propriétés de ce solide sont influencées par l'état initial où le ciment commence sa première réaction et forme ses premiers éléments. Les essais entamés pour caractériser un ciment sont très nombreux et s'articulent sur un matériel plus au moins avancé. Dans les futurs chapitres, on essaie de caractériser le ciment de l'ECDE Chlef au jeune âge selon la disponibilité du matériel.

Chapitre 2 :

Matériaux et essais

2.1. Introduction

La pâte de ciment joue un rôle très important pour solidariser les squelettes granulaires du béton. Elle est un des facteurs influençant la qualité, le prix et les propriétés mécaniques du béton. Ce travail consiste à caractériser un ciment composé et suivre l'évolution de leurs propriétés au jeune âge. Pour cela, une série des essais a été exécutée suivant l'équipement disponible dans notre laboratoire.

Dans ce chapitre, on présente la composition chimique et minéralogique du ciment utilisé pour la réalisation de ce travail. Ensuite, les différentes méthodes d'essais utilisés ainsi que leurs modes opératoires et les références de leurs normes correspondantes seront exposées suivies des différents mélanges étudiés.

2.2. Matériaux utilisés

2.2.1. Ciment

Pour la réalisation de ce travail nous avons utilisé un Ciment Portland composé provient de la cimenterie de Oued Sly.

2.2.1.1. Cimenterie de Chlef

C'est une grande entreprise, une fierté de la wilaya de Chlef. L'ECDE (Entreprise des ciments et dérivés d'Ech Cheliff) a supporté toutes les mutations économiques qu'a vécues le pays, et a pu se développer au moment où de nombreuses grandes sociétés ont échoué pour finir liquidées ou privatisées. Située à 15 Km à l'ouest du chef-lieu de la wilaya, exactement au niveau de la zone industrielle de Oued Sly, a été réalisée par un groupe japonais dans les années 1980.

L'ECDE s'est tracé un chemin en béton pour voir loin son avenir fleurir dans le domaine de la production et de la commercialisation du ciment, activité principale de l'entreprise. S'étalant sur 40 ha, cette entreprise relevant du secteur public emploie 930 travailleurs et alimente le marché national à hauteur de 16% vu sa capacité de production de plus de 2 000 000 de tonnes.



Figure 2.1 : Cimenterie de Chlef

Pour ce qui est du cycle de production, l'ECDE extrait sa matière première des carrières situées à proximité de l'usine, une matière première qui fera l'objet d'une sélection permettant de s'assurer de la présence des éléments suivants : chaux, silice, alumine et oxyde de fer. Des apports complémentaires de silice et d'oxyde de fer sont assurés afin d'établir un équilibre pour la composition chimique.

Ensuite, tous les matériaux concassés sont mélangés avant de subir un séchage et un broyage en poudre fine dans des broyeurs. La cuisson est l'une des étapes de la production, le four permet à une température de plus de 1000°C d'assurer la transformation de cette poudre fine en un minéral appelé «clinker».

L'étape suivante consiste à broyer le clinker en ciment après son refroidissement. Le broyage se fait très finement, une addition de divers constituants s'effectue pour assurer une qualité à la production selon les orientations du laboratoire de la cimenterie, un laboratoire sophistiqué.

A l'issue de cette étape, le ciment est stocké dans de vastes silos divisés en compartiments, permettant de conserver plusieurs qualités de ciment. Ces silos sont dotés de manches pour charger les camions en ciment en vrac. Ces derniers peuvent directement approvisionner des trains complets. Pour la production en sac, l'ECDE compte quatre ensacheuses rotatives.

2.2.1.2. Composition du ciment

Le ciment utilisé dans cette étude est le ciment de Chlef (CPJ CEM II/A 42,5R), ce ciment est un Ciment Portland composé à base de calcaire, sa surface spécifique de 3700 cm^2/g . Les caractéristiques chimiques et minéralogiques sont présentées dans le tableau 2.1:

Tableau 2.1: Composition chimique et minéralogique du ciment de Chlef.

Composition chimique (%)						
CaO libre	SiO ₂	Al ₂ O ₂	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃
04.56	22.60	4.20	5.55	62.17	00.63	02.19
Composition minéralogique						
Phase	C ₃ S	C ₂ S	C ₃ A	C ₄ AF		
% massique	41.8	33.3	5.1	10.7		

2.2.1.3. Domaine d'utilisation du ciment CPJ CEM II/A 42.5

Le ciment produit par la cimenterie de Chlef trouve plusieurs domaines d'utilisation vu sa qualité et sa disponibilité due à sa large capacité de production d'où on cite :

- Maçonnerie
- Béton courant (non armé ou faible armé fondation, portées réduite, décoffrage différé)
- Béton armé fortement sollicité (structure porteuses etc....)
- Produits préfabriqués en béton armé (blocs, hourdis etc....)
- Stabilisation des sols et graves ciment
- Béton routier
- Travaux en grande masse

2.2.2. Eau de gâchage

L'eau de gâchage utilisée dans notre étude est une eau potable « eau du robinet » fournie au laboratoire de Génie civil à l'université de Chlef.

2.2.3. Sable

Le sable utilisé est un sable d'oued de fraction 0/4 mm dont la courbe granulométrique est reportée à la figure 2.2. Ce sable est utilisé comme un matériau inerte, ajouté dans les essais de la chaleur d'hydratation afin de réduire la quantité de ciment dans le mélange, et réduire en conséquence la quantité de la chaleur dégagée.

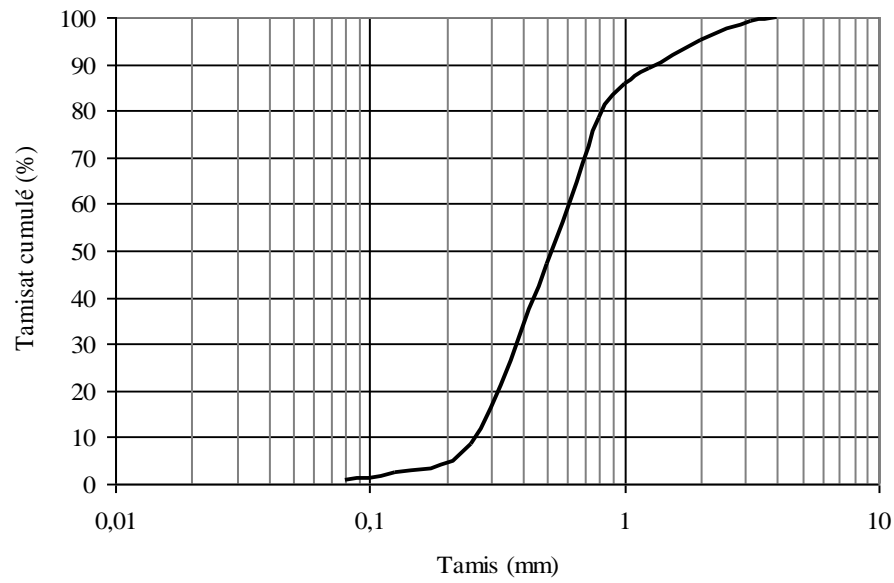


Figure 2.2 : Courbes granulométriques du sable.

2.2.4. Superplastifiant

Pour la présente étude, trois types de superplastifiants ont été utilisés, ils sont fournis par l'entreprise GRANITEX et commercialisés sous les noms : Médafluid (40) à base de naphthalène sulfonate noté SP1, Médaplast (40) à base de résines mélamines noté SP2 et Médaflow à base de polycarboxylate noté SP3. Ces adjuvants sont ajoutés à dosage varié à la pâte de ciment pour mesurer sa fluidité. Le Tableau 2.2 présente quelques caractéristiques de ces produits.

Tableau 2.2 : Caractéristiques des superplastifiants.

Superplastifiant	MEDAFLUID 40 SP1	MEDAPLAST 40 SP2	MEDAFLOW SP3
Forme	Liquide	liquide	liquide
Couleur	marron	marron	marron
Densité	1.19±0.01	1.20±0.01	1.07±0.01
PH	8-9	8.2	6-6.5
Teneur en chlore	<1 g/l	<1 g/l	<1 g/l
Extrait sec	40%	40%	30%

2.3. Mélanges et préparation

2.3.1. Composition de mélanges

Les essais effectués et la composition de mélanges de pâte étudiés sont présentés dans le tableau 2.3.

Tableau 2.3 : Essais effectués et la composition de mélanges de pâte étudiés.

Essais		Masse (g)						
		E/C (%)	Ciment	Eau	Sable	Superplastifiant (%)		
① Fluidité		0.35	1650	577.5	-	SP1 0.4 à 2 %	SP2 0.4 à 2 %	SP3 0.4 à 2 %
		0.4		660				
		0.45		742.5				
② Début de prise et fin de prise de Vicat		0.3	500	150	-	-	-	-
		0.35		175				
		0.4		200				
		0.45		225				
③ pression		0.3	1600	480	-	-	-	-
		0.35		560				
		0.4		640				
		0.45		720				
④ Retrait	Linéique : total et endogène	0.3	1600	480	-	-	-	-
		0.35		560				
		0.4		640				
		0.45		720				
④	Volumique endogène	0.3	100	30	-	-	-	-
		0.35		35				
		0.4		40				
		0.45		45				
⑤ Résistances mécaniques		0.3	1600	480	-	-	-	-
		0.35		560				
		0.4		640				
		0.45		720				
⑥ Chaleur d'hydratation		0.3	360	108	1080	-	-	-
		0.35		126				
		0.4		144				
		0.45		162				

2.3.2. Procédure de malaxage des mélanges

Les mélanges sont confectionnés dans un malaxeur traditionnel d'une capacité de 5 litres suivant la norme NF EN 196-1 [35] (figure 2.3). Les procédures de malaxage des mélanges sont récapitulées ci-dessous (figure 2.4):



Figure 2.3 : Malaxeur normalisé.

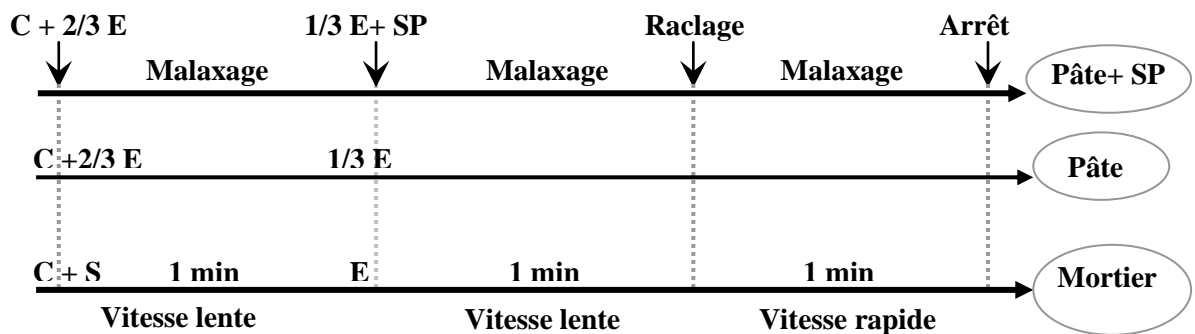


Figure 2.4 : Procédure de malaxage.

2.4. Méthodes d'essais

2.4.1. Essai de fluidité au cône de Marsh

Le cône de Marsh est un outil très efficace pour caractériser globalement cette fluidité et vérifier la constance des formulations en laboratoire et sur site. Pour étudier le comportement rhéologique d'un ciment en présence de superplastifiant on a utilisé la méthode du coulis qui consiste à mesurer la fluidité d'un coulis de ciment. L'essai consiste à mesurer le temps qu'il faut pour vider un cône contenant 1 litre de coulis à travers un orifice d'évacuation de 5 mm de diamètre (figure 2.5). Ce temps est de 31.5 ± 0.5 secondes pour l'eau.

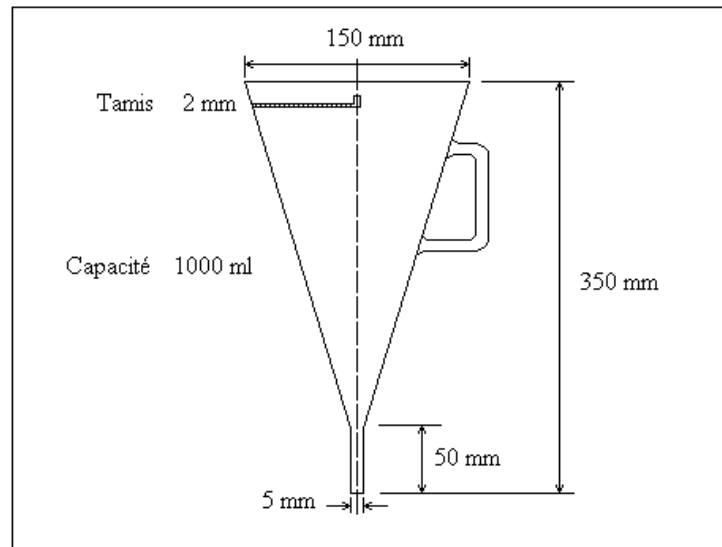


Figure 2.5 : Cône de Marsh utilisé dans la méthode du coulis.

2.4.1.1. Déroulement de l'essai

L'essai commence par obturer l'orifice d'évacuation inférieur et on verse 1 litre de coulis dans le cône. On démarre le chronomètre au moment où on libère l'orifice. On arrête le chronomètre dès que le litre de coulis s'est déversé dans un cylindre gradué que l'on place sous l'orifice du cône. Le temps d'écoulement que l'on mesure permet d'évaluer la fluidité du coulis. Plus ce temps est long, plus le coulis est visqueux et plus il est court, plus le coulis est fluide. Dans le cas des coulis de ciment Portland, on mesure le temps d'écoulement à 5 et à 60 minutes après le début du malaxage.

2.4.1.2. Perte de fluidité

La perte de fluidité au cours du temps est effectuée à partir des mesures contenues du temps d'écoulement à l'aide de cône de Marsh en faisant remalaxer le coulis pendant une minute chaque 20 minutes de façon à maintenir le coulis homogène. L'essai s'arrête lorsque la pâte de ciment devient plus difficile de passer à travers l'orifice de cône de Marsh.

2.4.2. Essai de prise

Le test de Vicat est déterminé conformément à la norme NF EN 196-3 [36] et a pour objet de définir un temps de début et de fin de prise. L'appareil utilisé est l'appareil de VICAT manuelle (figure 2.6).

2.4.2.1. Mesure du temps de prise

Cet essai consiste à suivre l'évolution de la consistance des mélanges en fonction des rapports E/C étudiés (0.3; 0.35; 0.4; 0.45) à travers des tests de résistance à la pénétration d'une aiguille normalisée de $1,13 \pm 0,05$ mm de diamètre, fixée à la partie mobile de l'appareil de Vicat dont la masse totale est de 300g. Sous l'effet de la charge de la partie mobile, le début de prise atteint lorsque l'aiguille s'arrête à une distance de $4\text{mm} \pm 1 \text{ mm}$ du fond du moule. Ce moment, mesuré à partir du début du malaxage. Le temps de fin de prise est celui au bout duquel l'aiguille ne s'enfonce plus que de 0,5 mm.

2.4.2.2. Mode opératoire

- Réalise la pâte selon la procédure de malaxage indiqué ci-dessus.
- Noter le temps zéro.
- Equiper l'appareil de Vicat de l'aiguille, et régler l'appareil par abaissement de l'aiguille jusqu'à la plaque de base et ajustement du repère au zéro de l'échelle de la plaque graduée.
- Introduire immédiatement la pâte dans le moule et l'araser.
- Placer le moule rempli sous l'appareil de Vicat.
- Abaisser l'aiguille jusqu'au contact de la pâte.
- Lâcher alors rapidement les parties mobiles et laisser pénétrer verticalement dans la pâte.
- Effectuer la lecture de l'échelle à la fin de la pénétration ou 30 secondes après la libération de l'aiguille.
- Noter la lecture de l'échelle qui indique la distance entre l'extrémité de l'aiguille et la plaque de base.
- Répéter l'essai de pénétration sur la même pâte à des positions espacées de plus de 10mm des bords du moule, à des intervalles de temps réguliers de 10 à 15 minutes (nettoyer l'aiguille de Vicat aussitôt après chaque essai).



Figure 2.6 : Appareil de Vicat.

2.4.3. Essai de pression

2.4.3.1. Présentation de l'appareil

Pour la détermination de la pression provoquée par les différents mélanges étudiés, on utilise un appareil dite centre de poussée qui disponible au laboratoire d'hydraulique (figure 2.7).

Le centre de poussée peut être défini comme la poussée exercée par un liquide sur le centre de gravité d'une surface plane. L'appareil de centre de poussée permet de mesurer le moment dû à la poussée d'un fluide sur une surface plane.

Le liquide est contenu dans un récipient ayant la forme de quart de cercle (première cuve), ce qui permet de le faire rouler sur la surface plane. Les axes des parois cylindriques de ce quart de cercle coïncident avec le centre de rotation du récipient ; ainsi la pression du fluide agissant sur ces surfaces, exerce un moment nul sur ce centre de poussée, alors le moment mesuré correspond uniquement à la pression du liquide exercé sur la surface plane. Une deuxième cuve, situé du même côté que le support de poids facilite l'équilibrage.

2.4.3.2. Mode opératoire

Pour suivre l'évolution de la pression de différentes pâtes étudiées en passant par les étapes suivantes:

- Equilibrer l'appareil à la position 0, en versant doucement l'eau dans la cuve d'équilibrage jusqu'à la position d'équilibre désirée,

- Préparer la pâte suivant la procédure décrit sur la figure 2.4,
- Remplir immédiatement la pâte dans la première cuve,
- Charger le support par les poids jusqu'à atteint la position d'équilibre (position 0) à l'aide de masses suspendues au support de poids, monté sur le bloc semi-circulaire, du côté opposé au quart de cylindre.
- Suivre l'évolution de la pression de la pâte de ciment exercée sur la surface plane.
- Mesurer le moment M_G de la force de masses suspendues au support de poids par rapport à l'axe de rotation de l'appareil.



1 support de poids
 2 les poids
 3 la pâte de ciment
 4 première cuve
 5 deuxième cuve
 6 niveau à bulle
 7 pieds de mise à niveau
 8 position 0

Figure 2.7 : Appareil de centre de poussée.

2.4.3.3. Méthode de calcul

Pour notre cas, le calcul s'applique sur la surface plane lorsqu'elle est totalement immergée dans la pâte de ciment.

On a :

Largeur du quadrant : B

Masse volumique de la pâte de ciment : δ

Selon la figure 2.8, considérons un élément de profondeur y et de largeur B .

La force appliquée au centre de gravité de la surface plane est :

$$F = P \cdot S \quad [2.1]$$

$$dF = k \cdot \delta \cdot x \cdot B \cdot dy \quad [2.2]$$

Avec F : Force appliquée

P : Pression exercé

S : surface plane

K : coefficient de pression

Le moment de cette force en « 0 » est :

$$dM_F = k \cdot \delta \cdot B \cdot (y \cos \theta - h) y \cdot dy \quad [2.3]$$

Pour une surface totalement immergée avec les limites R_1 et R_2 , le moment de cette force devient :

$$M_F = k \cdot \delta \cdot B \int_{R_1}^{R_2} (y^2 \cos \theta - hy) dy \quad [2.4]$$

$$M_F = k \cdot \delta \cdot B \left[\frac{1}{3} \cos \theta (R_2^3 - R_1^3) - \frac{1}{2} (R_2^2 - R_1^2) h \right] \quad [2.5]$$

Le système est en équilibre :

$$M_G = G \cdot R_3 = k \cdot \delta \cdot B \left[\frac{1}{3} \cos \theta (R_2^3 - R_1^3) - \frac{1}{2} (R_2^2 - R_1^2) h \right] \quad [2.6]$$

$$\text{Pour } \theta = 0^\circ \Rightarrow \cos \theta = 1$$

Alors le coefficient de pression est égal :

$$k = \frac{M_G}{\delta \cdot B \left[\frac{1}{3} (R_2^3 - R_1^3) - \frac{1}{2} (R_2^2 - R_1^2) h \right]} \quad [2.7]$$

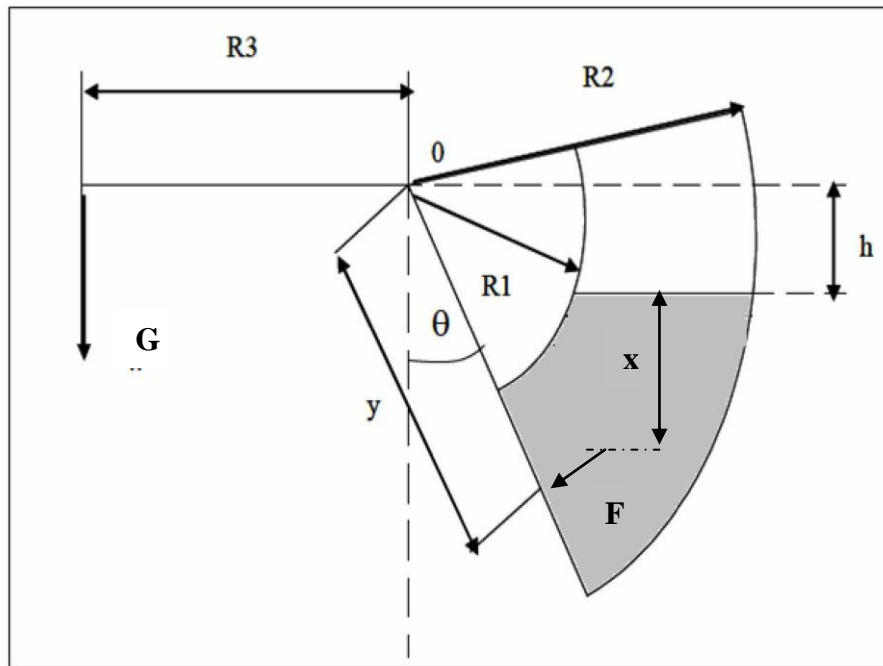


Figure 2.8 : Schéma de l'appareil d'étude de centre de poussée.

2.4.3.4. Mesure de la masse volumique

La masse volumique δ de différentes pâtes étudiées est mesurée par la différence de pesés à l'aide d'un pycnomètre de volume V égal à 25 ml. Le pycnomètre est pesé vide (M_0) puis pleins (M). La masse volumique δ est déterminée comme suit :

$$\delta = \frac{M - M_0}{V} \quad [2.8]$$

2.4.4. Essai de retrait

2.4.4.1. Retrait linéique

La déformation de retrait linéique est calculée à partir de la variation de longueur des éprouvettes prismatiques selon la norme NF P 15-433 [37]. Les mélanges de quatre différentes E/C étudiés sont coulés dans des moules prismatique 4x4x16 cm, les éprouvettes ne sont soumis à aucune vibration, ni choc, afin d'éviter la sédimentation des grains de ciment. Après un jour les éprouvettes sont démoulées et préparées pour les mesures de retrait

Concernant le retrait total les éprouvettes sont munies d'une bande adhésive aux deux bouts pour éviter les effets de bord. Pour le retrait endogène les éprouvettes sont

recouvertes complètement par la bande adhésive pour éviter l'échange hydrique avec le milieu extérieur. La déformation de retrait correspond à la moyenne de deux mesures.



Figure 2.9 : *Eprouvettes préparées pour les mesures de retrait.*

L'éprouvette à tester est disposée verticalement (figure 2.10) dans un bâti de mesure de déformation de retrait équipé d'un comparateur ayant une précision de 1 µm.



Figure 2.10 : *Bâti de retrait*

Pour chacune des deux éprouvettes, la variation de longueur relative est calculée par différence entre la mesure initiale à l'instant 't₀' au démoulage et la mesure finale à l'instant 't'. Cette variation de longueur relative, exprimée en micromètres par mètre, est définie par la formule suivante:

$$\varepsilon = \frac{dL}{L} \cdot 1000 \quad [2.9]$$

Avec

dL: variation de longueur exprimée en micromètres,

L : longueur de base égale à 160 mm,

ε : déformation de retrait exprimée en µm/m.

2.4.4.2. Retrait volumique endogène

Le retrait endogène a été mesuré selon la méthode de peser hydrostatique. La méthode consiste à introduire un échantillon de pâte de ciment dans une membrane étanche (un ballon en caoutchouc), l'ensemble est ensuite immergé dans un bain d'eau et relié par un fil à une balance de précision de 0.1 mg (Figure 2.11). La variation de volume se traduit par une variation de la poussée d'Archimède enregistrée par la balance. Par exemple si le matériau se rétracte, la poussée d'Archimède diminue et la balance enregistre une augmentation de masse apparente de l'échantillon. La déformation volumique endogène est déterminée en suivant les étapes ci-dessous :

- Après le malaxage, introduire la pâte de ciment dans la membrane, qui est ensuite noué à son extrémité.
- rincer et sécher l'échantillon délicatement à l'aide d'un chiffon puis pesée.
- Accrocher l'ensemble à une balance de précision = 0,0001 g par l'intermédiaire de fils d'attache.

La variation de volume du matériau est calculée en exploitant le principe de la poussée d'Archimède. La formule suivante nous donne la variation de volume du matériau à partir de la variation de masse enregistrée par la balance :

$$\frac{\Delta V}{V_0} = 100 \cdot \frac{W_t - W_0}{W - W_0} \quad [2.10]$$

Avec :

$\frac{\Delta V}{V_0}$: variation volumique de l'échantillon [%]

W_t : masse de l'éprouvette dans l'eau à l'instant (t) [g]

W_0 : masse initiale de l'éprouvette dans l'eau [g]

W : masse de l'éprouvette dans l'air [g]

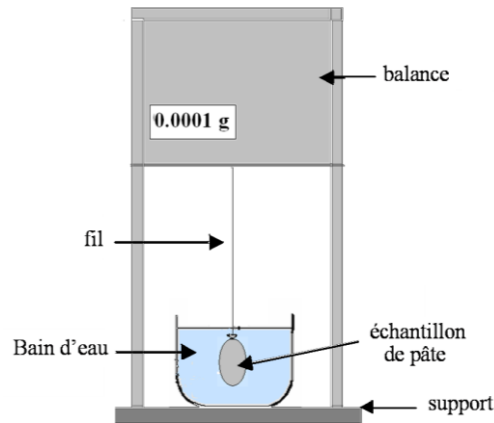


Figure 2.11 : Dispositif de mesure de retrait endogène volumique.

2.4.5. Essai de la perte en poids

La perte en masse est réalisée sur les mêmes éprouvettes de 4x4x16 de retrait libre soumis à la dessiccation. Les éprouvettes sont pesées à l'aide d'une balance de précision de 0.1 g. La perte en masse à un instant donné est obtenue par la moyenne des résultats obtenus sur deux éprouvettes. Le calcul est effectué en pourcentage par rapport à la masse initiale de l'éprouvette :

$$\frac{\Delta m}{m_0} = \frac{m_0 - m_t}{m_0} \quad [2.11]$$

Avec :

- $\frac{\Delta m}{m_0}$: la perte en masse [%]
- m_0 : la masse initiale de l'éprouvette avant dessiccation
- m_t : la masse mesurée à l'instant t.

2.4.6. Essai de résistance mécanique

La détermination des résistances mécaniques a été effectuée selon la norme NE 196-1 [35]. Les résultats obtenus à différentes échéances représentent la moyenne de deux échantillons. Les mesures se font sur des éprouvettes de pâte pure normal 4x4x16 cm démoulées à un jour et conservées dans l'eau à une température de 20°C jusqu'au moment de l'essai. Les essais mécaniques normalisés ont été réalisés aux échéances de 1, 3, 7, 28 de façon à observer l'évolution progressive des performances. Chaque éprouvette donne un résultat de flexion et deux de compression. Chaque résistance à la compression correspond à la moyenne de quatre mesures.

2.4.6.1. Résistance à flexion

Pour la détermination de la résistance à la flexion, on utilise la méthode de la charge concentrée à mi- portée au moyen du dispositif de flexion normalisé. Ces essais sont effectués sur les éprouvettes prismatiques 4x4x16 cm. La résistance à la flexion R_f (en N/mm^2) est calculée au moyen de la formule :

$$R_f = \frac{1.5.F_f.l}{b^3} \quad [2.12]$$

Où

R_f est la résistance à la flexion, en Newtons par millimètre carré ou MPa ;

b est le côté de la section carrée du prisme, en millimètres ;

F_f est la charge appliquée au milieu du prisme à la rupture, en newtons ;

l est la distance entre les appuis, en millimètres.

2.4.6.2. Résistance à la compression

Les demi-prismes obtenus dans l'essai de flexion doivent être essayés en compression sur les faces latérales de moulage sous une section de 40 mm x 40 mm. La résistance à la compression R_c (en N/mm^2) est calculée au moyen de la formule :

$$R_c = \frac{F_c}{1600} \quad [2.13]$$

Où :

R_c est la résistance à la compression, en newtons par millimètre carré ou en MPa ;

F_c est la charge maximale à la rupture, en newtons ;

1600 = 40 mm x 40 mm est l'aire des plateaux, en millimètres carrés.



Figure 2.12 : Machine d'essai de flexion simple.



Figure 2.13 : Machine d'essai de compression simple

2.4.7. Essai de mesure de la chaleur d'hydratation de ciment

2.4.7.1. Principe de l'essai et appareillage

Cet essai a été effectué selon la norme française NF P 15-480 [38] qui décrit une méthode de mesure de la chaleur d'hydratation des ciments par calorimétrie semi-adiabatique, dite méthode de Langavant. L'essai a pour but la mesure continue de la chaleur d'hydratation du ciment au cours des premiers jours. La quantité de chaleur s'exprime en joule par gramme de ciment.

- 1 Thermomètre à résistance de platine
- 2 Joint
- 3 Bouchon isolant
- 4 Boîte à mortier
- 5 Étui pour thermomètre
- 6 Vase Dewar
- 7 Échantillon de mortier
- 8 Disque de caoutchouc
- 9 Enveloppe rigide
- 10 Huile

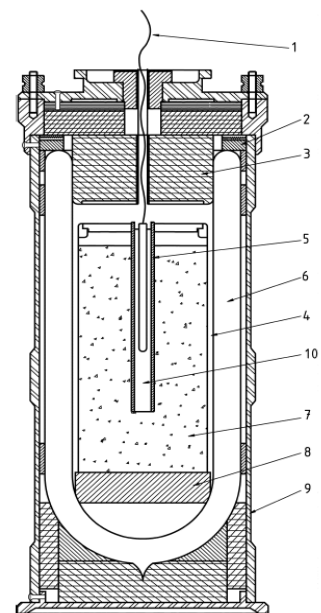


Figure 2.14 : Calorimètre de Langavant.

Le principe de cette méthode consiste à introduire un échantillon de mortier fraîchement préparé, dans un calorimètre afin de déterminer, d'après l'évolution de la température, la quantité de chaleur dégagée. À une échéance donnée, la chaleur d'hydratation du ciment contenu dans l'échantillon est égale à la somme de la chaleur accumulée dans le calorimètre et de la chaleur dissipée vers le milieu ambiant pendant toute la durée de l'essai.

L'échauffement du mortier est comparé à la température d'un échantillon inerte dans un calorimètre de référence. L'échauffement qui dépend principalement des caractéristiques du ciment est généralement compris entre 10 K et 50 K.

2.4.7.2. Mesure de la chaleur d'hydratation

Aussitôt après la fabrication du mortier

- peser la boîte vide
- mettre le mortier dans la boîte et peser le tout
- installer la sonde de température
- fermer le calorimètre
- mettre en fonction l'acquisiteur de données (mesure du temps et de la température de référence et des températures des calorimètres)

2.4.7.3. Calcul de la chaleur d'hydratation

La chaleur d'hydratation q à l'instant 't' s'écrit (1er terme : chaleur accumulée, 2ème terme: perte de chaleur vers l'extérieur):

$$q = \frac{C}{m_c} \theta_t + \frac{1}{m_c} \int_0^t \alpha \cdot \theta \cdot dt \quad [2.14]$$

$$\text{Avec } c = 0,8 (m_c + m_s) + 3,8 m_w + 0,50 m_b + \mu \quad [2.15]$$

et

$$\alpha = a + b \cdot \theta_t \quad [2.16]$$

Avec :

m_c : masse de ciment contenu dans l'échantillon d'essai, en grammes ;

m_s : masse de sable, en grammes ;

m_w : masse de l'eau, en grammes ;

m_b : masse de la boîte à mortier vide avec le couvercle, en grammes.

t : durée d'hydratation, en heures ;

c : capacité thermique totale du calorimètre en joules par kelvin ;

α : coefficient de déperdition thermique totale du calorimètre, en joules par heure et par kelvin

θ_t : échauffement de l'échantillon d'essai à l'instant t , en kelvins.

μ : capacité thermique du calorimètre vide, en joules par kelvin ;

a, b : paramètre spécifique d'étalonnage du calorimètre

Le calcul est réalisé avec des pas de mesure variables sur toute la période de mesure. Pour chacun des pas, on connaît le temps t_i et l'échauffement θ_i . Ceci permet de calculer les valeurs suivantes:

$$\text{- chaleur dans le calorimètre} \quad : A = \frac{C}{m_c} \theta_i \quad [2.17]$$

$$\text{- échauffement moyen} \quad : \bar{\theta}_i = \frac{\theta_i - (\theta_{i-1})}{2} \quad [2.18]$$

$$\text{- coeff. de déperdition moyen} \quad : \bar{\alpha}_i = a + b \cdot \theta_i \quad [2.19]$$

$$\text{- perte de chaleur} \quad : B = \frac{1}{m_c} \sum_{i=1}^n \bar{\alpha}_i \cdot \bar{\theta}_i \cdot \Delta t_i \quad [2.20]$$

$$\text{- chaleur d'hydratation au temps t} \quad : Q = A + B \quad [2.21]$$

2.5. Conclusion

L'étude des propriétés d'un ciment au jeune âge nécessite beaucoup de préparation et d'un matériel sensible qui peut suivre l'évolution de la matière dès les premiers instants en contact avec de l'eau. Ce travail va nous permettre de trouver les caractéristiques de ce ciment qui vont lui conférer ses performances dans des conditions sévères de conservation. Le matériel disponible a été bien exploité selon l'objectif de ce travail par contre d'autres matériels ont été bien adaptés et leurs résultats semblent encourageants. Dans le chapitre suivant, on présentera les résultats trouvés.

Chapitre 3 :

Présentation des résultats

3.1. Introduction

Dans le but d'identifier les caractéristiques d'un ciment au jeune âge, plusieurs essais ont été réalisés afin de suivre d'une part l'évolution des propriétés de la pâte de ciment en fonction de différents rapports E/C (0.30, 0.35, 0.40, 0.45). Un coulis à base de trois types de superplastifiant de différentes générations a été le sujet d'une étude sur la fluidité et de son suivi après le malaxage. Ce travail consiste à présenter les résultats obtenus pour les différents essais qui ont été décrites au chapitre précédent :

- La fluidité au cône de Marsh,
- Le temps de début et fin de prise par Vicat,
- La pression par le centre de poussée,
- Le retrait, volumique par la pesé hydrostatique,
- le retrait linéique vertical sur des éprouvettes prismatiques,
- La résistance à la compression,
- La chaleur d'hydratation par calorimétrie isotherme

Les résultats obtenus sont illustrés par des graphes et des tableaux afin qu'on puisse tirer des conclusions adéquates et de bien connaître les caractéristiques du ciment utilisés.

3.2. Fluidité

La mesure du temps d'écoulement d'un coulis de ciment composé du ciment de Chlef et confectionnée avec trois rapports E/C a été effectuée. En faisant varier à chaque fois le type et le dosage en superplastifiant, ce qui permet de mieux comprendre le comportement de ce ciment et sa compatibilité avec les trois superplastifiants de différentes générations.

3.2.1. Dosage de saturation et compatibilité ciment-superplastifiant

Les figures 3.1; 3.2 ; 3.3 présentent la variation de temps d'écoulement à 5 et 60 minutes des coulis comportant respectivement les trois types de superplastifiant; SP1, SP2 et SP3 pour les trois rapports E/C de 0.35 ; 0.40 et 0.45. On note que plus la teneur en eau et en superplastifiant est importante, plus la fluidité est élevée. En augmentant le dosage en superplastifiant, la fluidité augmente tel qu'après un certain dosage, toute augmentation du superplastifiant n'a plus d'amélioration de fluidité du coulis. Ce dosage qui correspond à

ce point est appelé le dosage de saturation. Ce dernier diminue selon le rapport E/C et dépend de type de superplastifiant. La compatibilité caractérise l'interaction entre le ciment et le superplastifiant qui donne une fluidité élevée à 5 minutes avec un faible dosage de saturation et sans perte importante de fluidité à 60 minutes. Le tableau 3.1 récapitule les résultats de la compatibilité des différents types de superplastifiant avec le ciment de Chlef. On note que le SP3 présente un faible dosage de saturation qui varie selon le rapport E/C de 0.8 à 1 % comparé aux deux autres types de superplastifiant avec une meilleure compatibilité pour tous les rapports E/C. Ceci engendre une bonne fluidité à 5 minutes et une perte moins de 6 secondes après 1 heures. Contrairement, le SP1 devient incompatible aux différents dosages lorsqu'il est combiné avec E/C de 0.4 et 0.45, et devient une pâte durcie pour le E/C égale à 0.35. Le résultat est intermédiaire pour le SP2 avec un dosage de saturation similaire à celui du SP1 variant de 1 à 1.2 % et qui présente une compatibilité particulièrement au voisinage de son dosage de saturation.

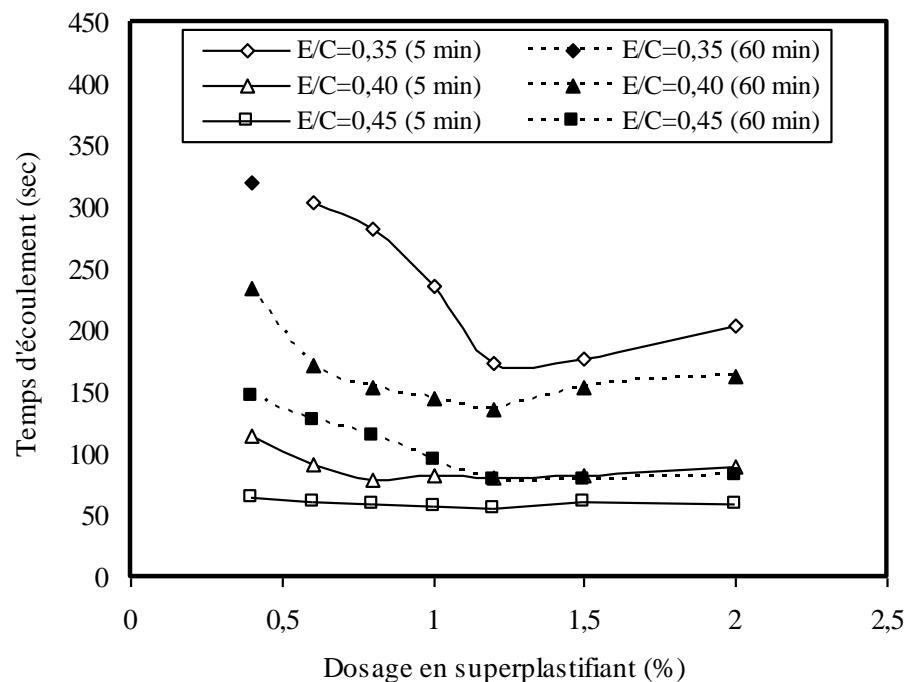


Figure 3.1 : Variation de temps d'écoulement pour différents dosages de superplastifiant SP1.

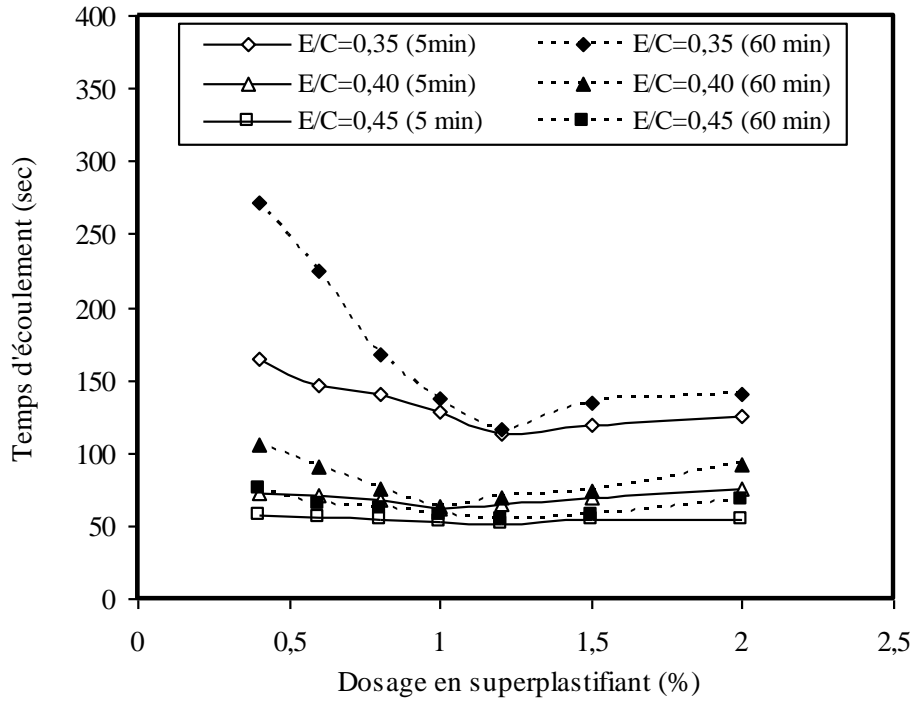


Figure 3.2 : Variation de temps d'écoulement pour différents dosages de superplastifiant SP2.

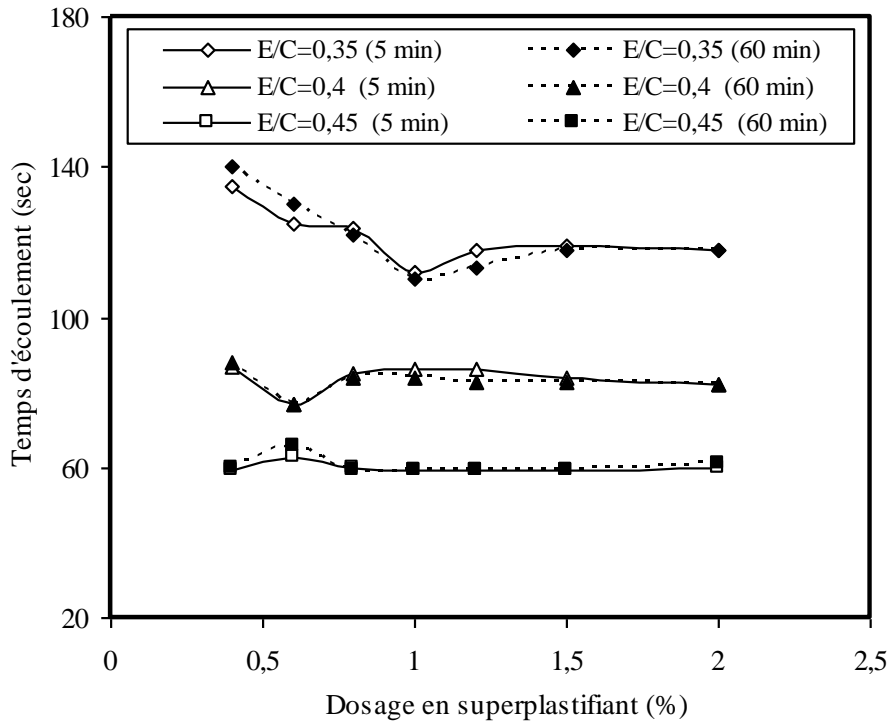


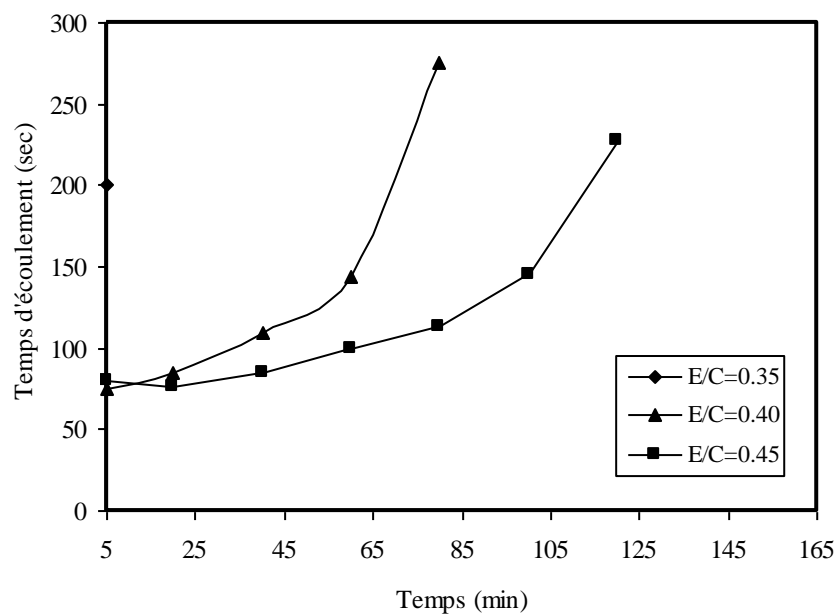
Figure 3.3 : Variation de temps d'écoulement pour différents dosages de superplastifiant SP3.

Tableau 3.1 : Dosage de saturation et la compatibilité des couples ciment-superplastifiant.

Superplastifiant	E/C		
	0.35	0.40	0.45
SP1	1.2 (incompatible)	1 (incompatible)	1 (incompatible)
SP2	1.2 (compatible)	1 (compatible)	1 (compatible)
SP3	1 (compatible)	0.8 (compatible)	0.8 (compatible)

3.2.2. Perte de fluidité

La perte de fluidité des coulis est effectuée en suivant l'évolution du temps d'écoulement au cône de Marsh pendant une période de 8 heures pour un dosage de 1% des trois type de superplastifiant selon la variation de E/C. Les résultats obtenus sont représentés sur les figures 3.4 ; 3.5 et 3.6. On constate sur ces figures que le temps d'écoulement présente une période quasi-constante où la pâte de ciment conserve sa fluidité, la durée de cette période croit avec le rapport E/C et dépend de type de superplastifiant. Plus la teneur en eau augmente, plus la période est longue. Elle est suivie par une deuxième période caractérisée par une augmentation rapide du temps d'écoulement dû à l'évolution brusque de la viscosité de la pâte de ciment pendant l'hydratation.

**Figure 3.4 :** Evolution de temps d'écoulement au cours du temps avec un dosage de 1% de SP1.

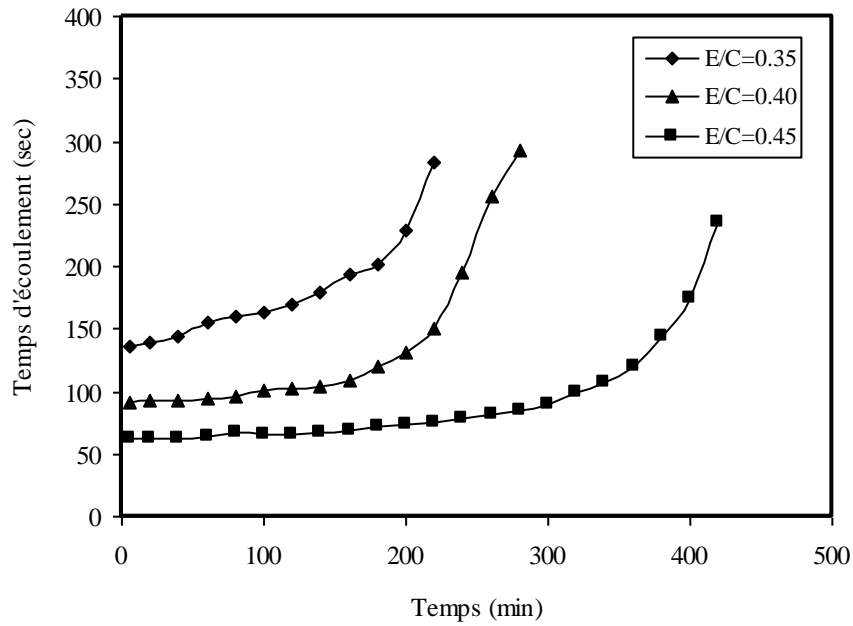


Figure 3.5 : Evolution de temps d'écoulement au cours du temps avec un dosage de 1% de SP2.

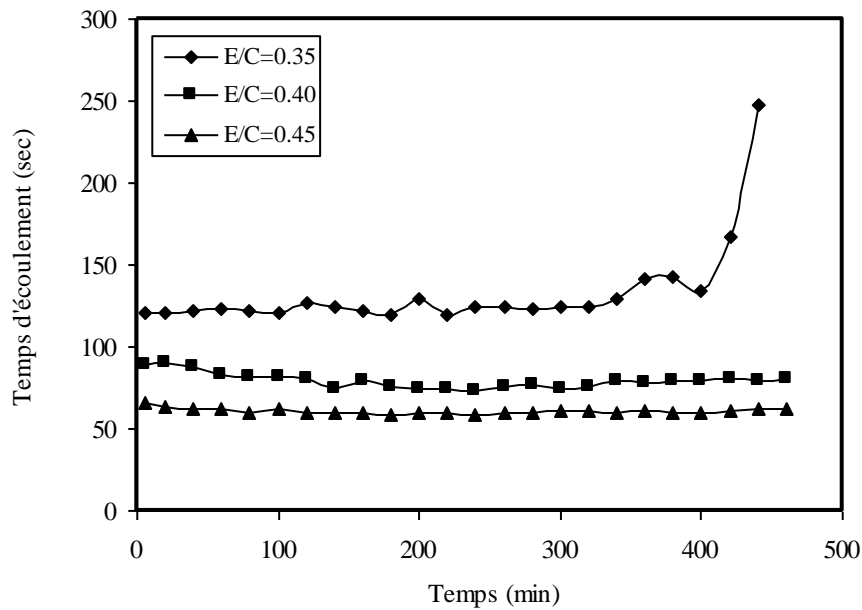


Figure 3.6 : Evolution de temps d'écoulement au cours du temps avec un dosage de 1% de SP3.

L'évolution du temps d'écoulement selon la variation de type de superplastifiant est illustrée sur les figures 3.7, 3.8 et 3.9. Le temps où le temps d'écoulement augmente brusquement est indiqué dans le tableau 3.2. Les résultats montrent que le type de superplastifiant a un effet significatif sur l'évolution du temps d'écoulement. Pour le rapport E/C= 0.35, le temps d'écoulement de SP2 se dégrade rapidement après 1 heure par

contre celui de SP3 est plus retardé et dépasse 6 heures. D'un autre coté, le SP1 devient incompatible avec le ciment car les coulis perdent leur fluidité au bout de 20 minutes et deviennent difficiles à passer à travers l'orifice. Pour des rapports E/C supérieurs à 0.35 (0.4 et 0.45), le SP3 est caractérisé toujours par une perte de fluidité retardée et le temps d'écoulement reste quasiment constant pendant la période de 8 heures comparé aux deux autre type de superplastifiant malgré qu'une faible différence du temps d'écoulement enregistrée à 5 minutes entre les trois superplastifiants.

Tableau 3.2 : Temps où le temps d'écoulement augmente brusquement pour les trois types de superplastifiant selon le rapport E/C.

		E/C		
Temps où le temps d'écoulement augmente brusquement (min)	<i>superplastifiant</i>	0.35	0.4	0.45
	SP1	-	20	40
	SP2	60	160	280
	SP3	400	<420	<420

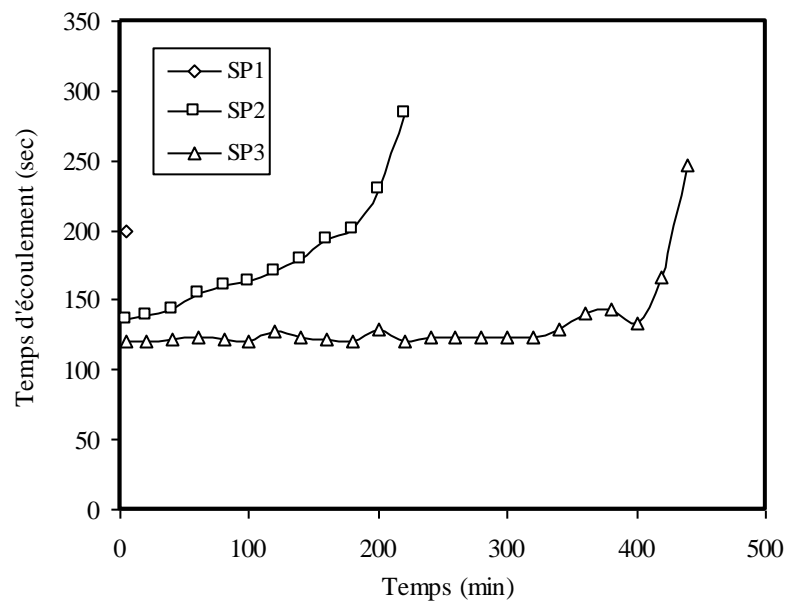


Figure 3.7 : Evolution de temps d'écoulement au cours du temps pour un rapport E/C=0.35.

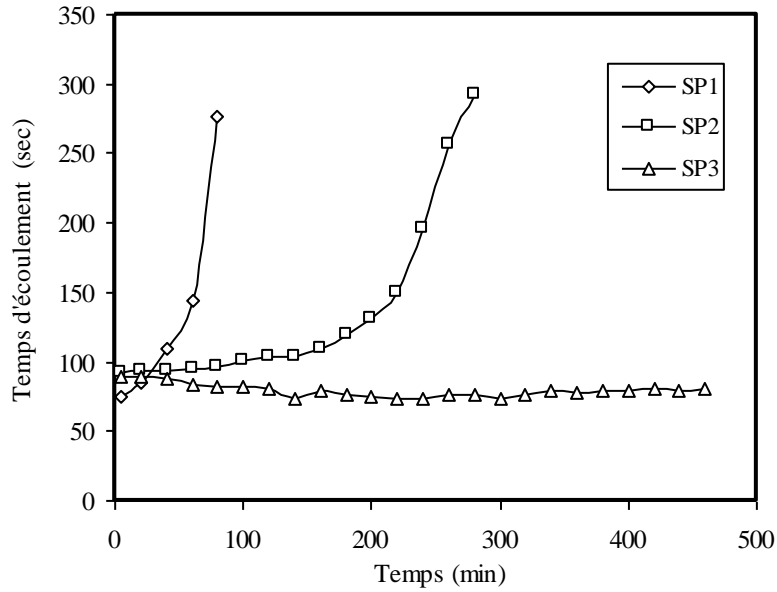


Figure 3.8 : Evolution de temps d’écoulement au cours du temps pour un rapport $E/C=0.4$.

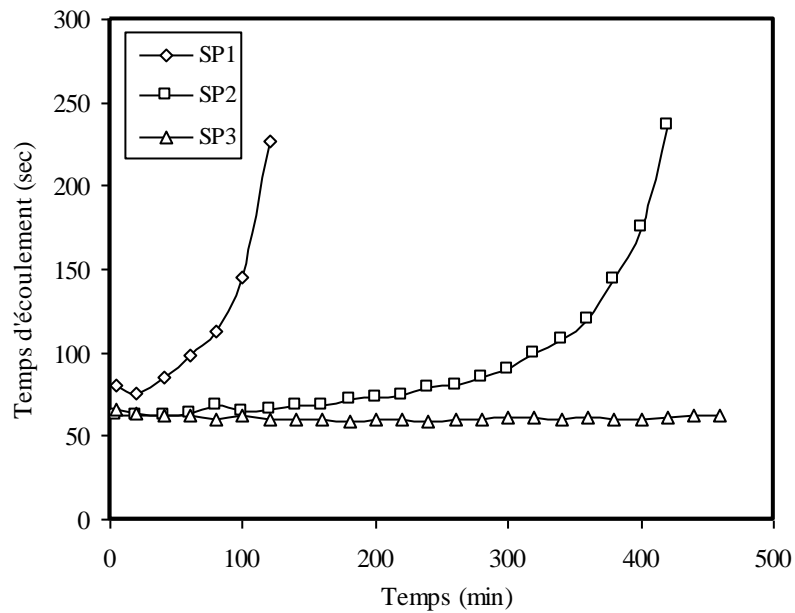


Figure 3.9 : Evolution de temps d’écoulement au cours du temps pour un rapport $E/C=0.45$.

3.3. Début et fin de prise

Les résultats obtenus de test de Vicat effectués sur une pâte de ciment selon la variation du rapport E/C sont représentés sur la figure 3.10. On constate une première période inerte de plus de 3 heures où la pâte conserve son état fluide suivie d’une accélération du durcissement où la pénétration de l’aiguille devient de plus en plus

difficile. Cette période s'achève par le durcissement total de la pâte où aucun enfoncement de l'aiguille n'est constaté et la pâte commence à avoir sa propre résistance.

Les temps de début et de fin de prise pour les différents rapports E/C sont représentés dans le tableau 3.3 et illustrés sur la figure 3.11. Les résultats montrent que le début et la fin de prise sont fortement influencés par le rapport E/C. L'augmentation du E/C retarde le temps de début et de fin de prise. En effet une augmentation de 15% de la quantité d'eau de gâchage entraîne une augmentation de 2.24 heures de temps de début de prise et de 3.14 heures de temps de fin de prise.

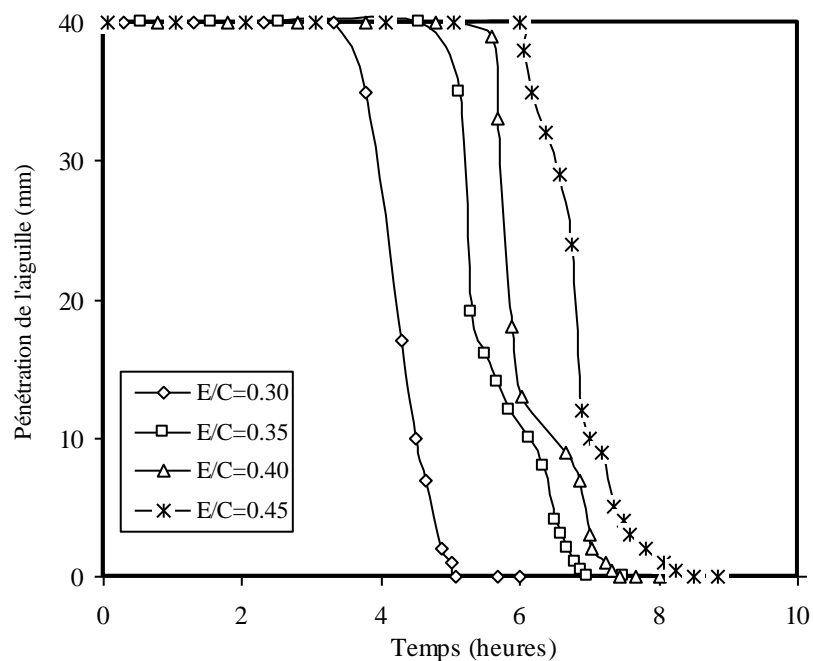


Figure 3.10 : Pénétration de l'aiguille de Vicat dans une pâte de ciment avec différents rapports E/C.

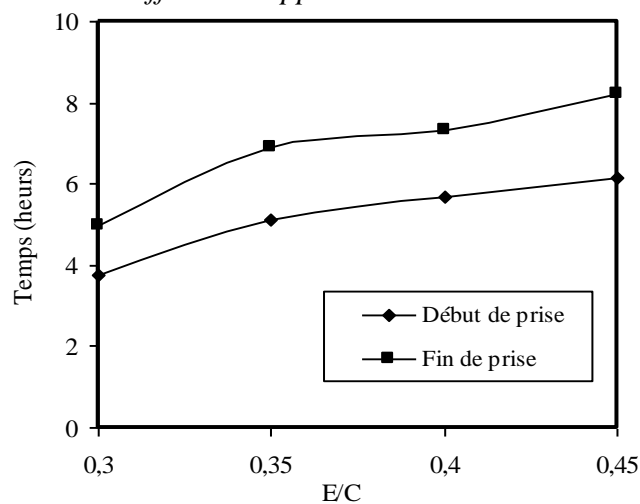


Figure 3.11 : Influence du rapport E/C sur le temps de début et de fin de prise.

Tableau 3.3 : Temps de début et de fin de prise pour les pâtes étudiées.

E/C				
Temps (heurs)	0.45	0.40	0.35	0.30
Début de prise	6.1	5.3	5.08	3.46
Fin de prise	8.14	7.02	6.53	5

3.4. Pression sur la surface latérale

A l'état frais un matériau cimentaire se comporte comme un liquide visqueux, une fois mis en place dans son moule, il exerce une pression latérale sur les parois de ce moule. La valeur de la pression dépend principalement de l'épaisseur de la pâte fluidifiée [16]. Cette pression évolue au cours du durcissement où la pâte perd de plus en plus sa fluidité. Le suivi de l'évolution de la pression et de son coefficient K a été réalisé sur une surface plane verticale totalement immergée. A l'aide du centre de poussée, on a calculé la variation du coefficient de poussée au cours de la prise selon les étapes indiquées au chapitre 3. L'étude est réalisée sur une pâte de ciment de 110 mm de hauteur, cette hauteur est fixée pour tous les mélanges de pâte étudiée.

Les résultats permettent d'analyser l'évolution du coefficient de pression au cours du temps ainsi l'influence du rapport E/C. Les résultats obtenus sont représentés par des courbes illustrées sur la figure 3.12 où on constate que le coefficient K varie proportionnellement au rapport E/C. Ce coefficient et varie initialement selon le rapport E/C de 0.9 à 1 (figure 3.13). L'ensemble de ces courbes présentent deux étapes, une étape où le coefficient K commence à se diminuer progressivement depuis la mise en place de la pâte de ciment jusqu'à un certains temps, le tableau 3.4 indique pour les différents mélanges étudiés que cette étape ne dépasse pas 3 heures. Cette étape est suivie par une étape de stabilisation de K où la pâte de ciment n'exerce aucune pression sur la surface plane ceci se traduit par la perte de fluidité de la pâte de ciment.

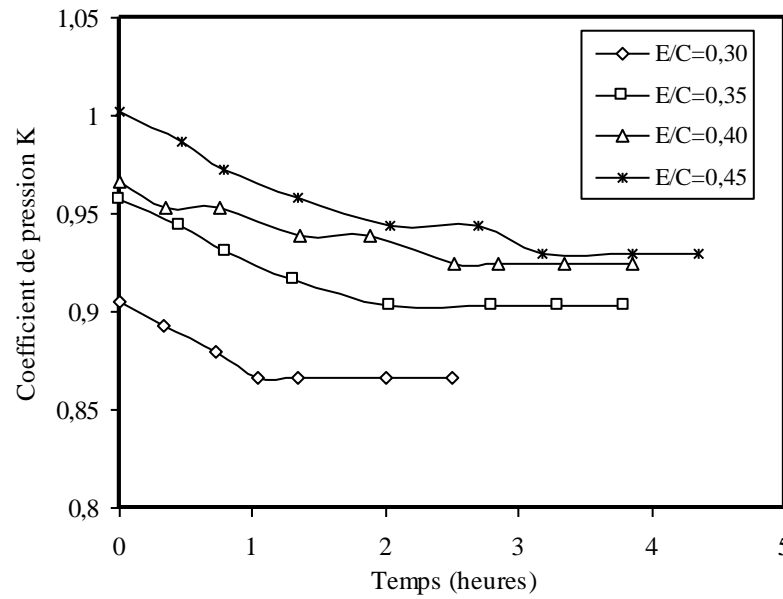


Figure 3.12 : Evolution du coefficient de poussée K au cours du temps.

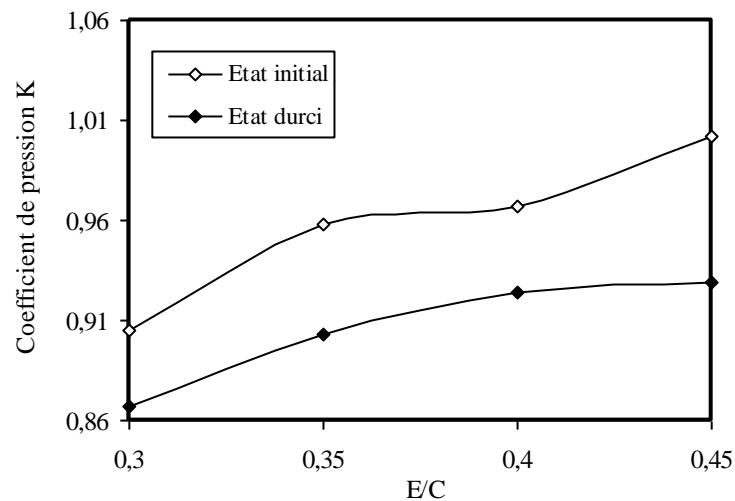


Figure 3.13 : Influence du rapport E/C sur le coefficient K à l'état initial et l'état durci.

Tableau 3.4 : Masse volumique et le coefficient de pression K à l'état initial et durci pour les différents rapports E/C .

E/C	0,30	0,35	0,40	0,45
Masse volumique ρ (g/cm^3)	2,128	2,012	1,936	1,896
Coefficient de pression K à l'état initial	0,905	0,957	0,966	1,00
Coefficient de pression K à l'état durci	0,866	0,902	0,924	0,929
Temps de stabilisation de k (heures)	1,03	2,03	2,51	3,18

3.5. Retrait

Afin de suivre l'évolution de la déformation due au retrait au jeune âge, deux méthodes de retrait ont été réalisées. Le retrait linéique (total, endogène) sur des éprouvettes prismatiques qui a débuté un jour après le malaxage et le retrait volumique endogène déduit de la variation du poids d'un échantillon émergé dans l'eau. Les mesures de retrait volumique ont commencé 10 minutes après le premier contact du ciment avec l'eau de gâchage. Les résultats pour les deux types de retrait sont représentés sur les figures qui suivent.

3.5.1. Retrait linéique

3.5.1.1. Retrait total

L'évolution du retrait total pour les différents rapports E/C jusqu'à l'âge 30 jours est illustrée sur la figure 3.14. Pour tous les rapports E/C, les résultats montrent que le retrait total évolue rapidement avec le temps. Pendant les premiers jours, le retrait total est presque indépendant du rapport E/C. Après dix jours, l'effet de E/C est plus significatif et entraîne une nette diminution du retrait total lorsque sa valeur passe de 0.45 à 0.30.

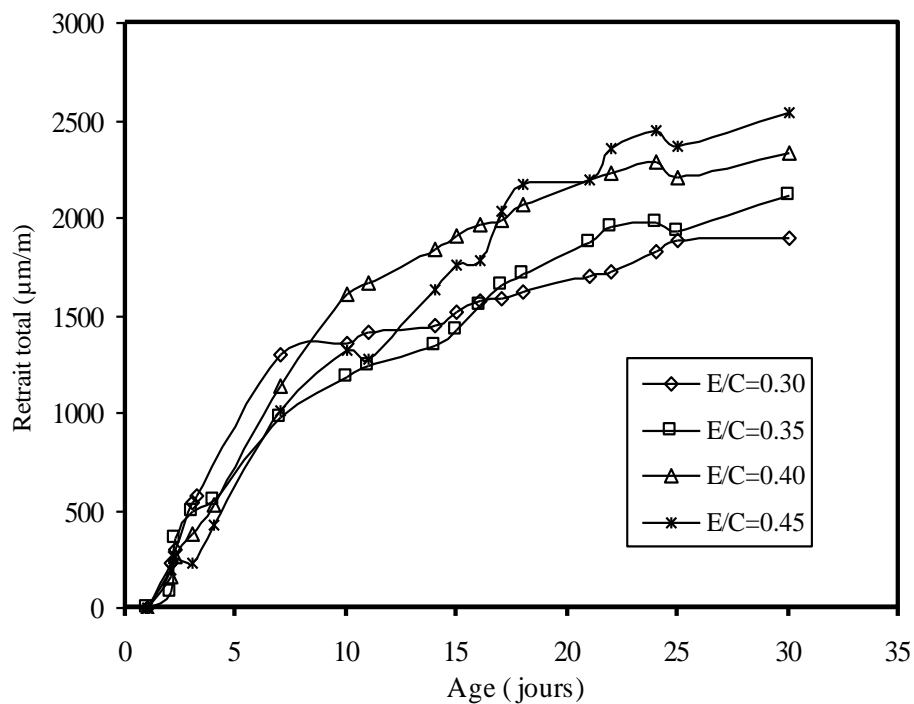


Figure 3.14 : Evolution de retrait total au cours du temps.

3.5.1.2. Retrait endogène

Le retrait endogène est la conséquence directe de la consommation de l'eau des pores par l'auto-dessiccation lors de l'hydratation des échantillons d'une pâte isolée sans échange de l'humidité avec le milieu externe. La figure 3.15 illustre l'évolution du retrait endogène au cours du temps en fonction de la variation de E/C. Pendant les premiers sept jours, le retrait endogène évolue rapidement où son augmentation est légèrement dépendante de E/C. Après dix jours, l'effet de E/C est plus significatif tel qu'on remarque que le retrait endogène augmente lorsque le rapport E/C diminue.

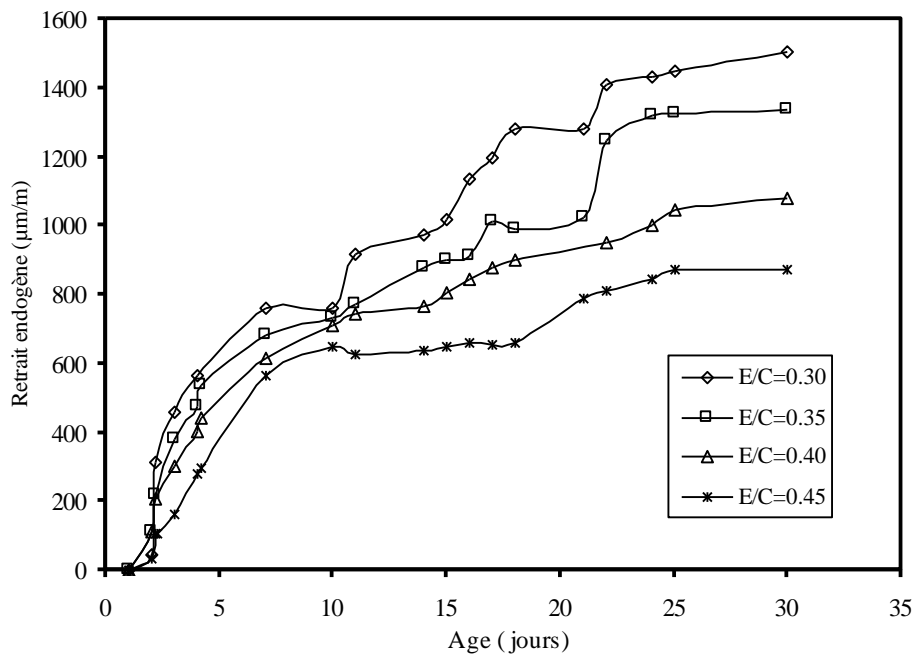


Figure 3.15 : Evolution de retrait endogène au cours du temps.

3.5.2. Retrait volumique endogène

La figure 3.16 présente l'évolution de la déformation de retrait volumique endogène au cours du temps pour les différents rapports E/C. On distingue une première phase marquée par une forte augmentation du retrait suivie par une deuxième phase qui présente d'un accroissement moyen présentant une période de ralentissement. Il est évident que le retrait volumique présente la consommation de l'eau par l'hydratation du ciment surtout lorsqu'il est mesuré à compter du premier contact avec l'eau de gâchage.

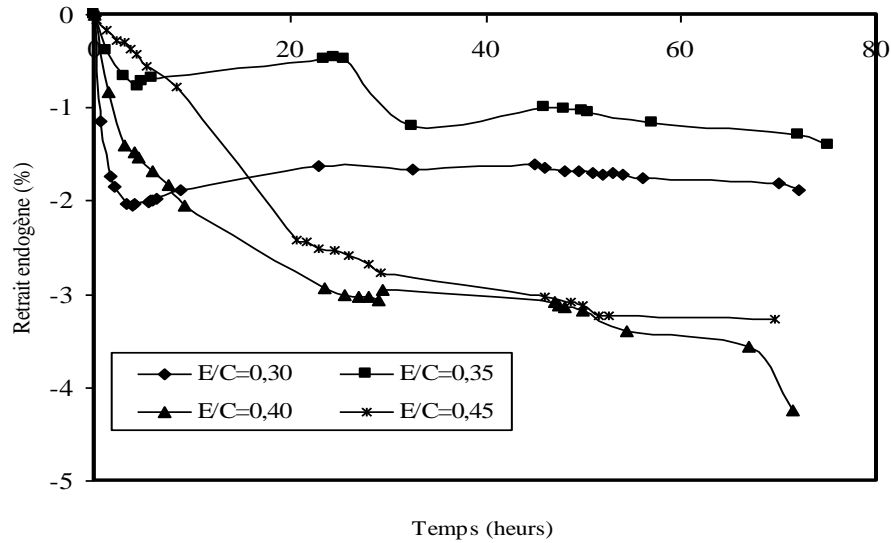


Figure 3.16 : Evolution de retrait endogène volumique au cours du temps.

3.6. Perte en poids

Les résultats de la perte en poids pour les différents mélanges de la pâte jusqu'à l'âge de 30 jours sont suivis et représentés sur la figure 3.17. Ces résultats montrent que la perte en poids augmente au cours du temps, cela est dû à la perte d'eau par dessiccation de la pâte de ciment pendant leur conservation. Au jeune âge (jusqu'à 7 jours), les résultats montrent une perte en poids plus rapide indépendamment de la valeur de E/C. Ces résultats sont inversés à long terme où l'effet de E/C est plus apparent et clairement montré sur la figure 3.17 et que la perte en poids augmente avec l'augmentation de l'eau de gâchage.

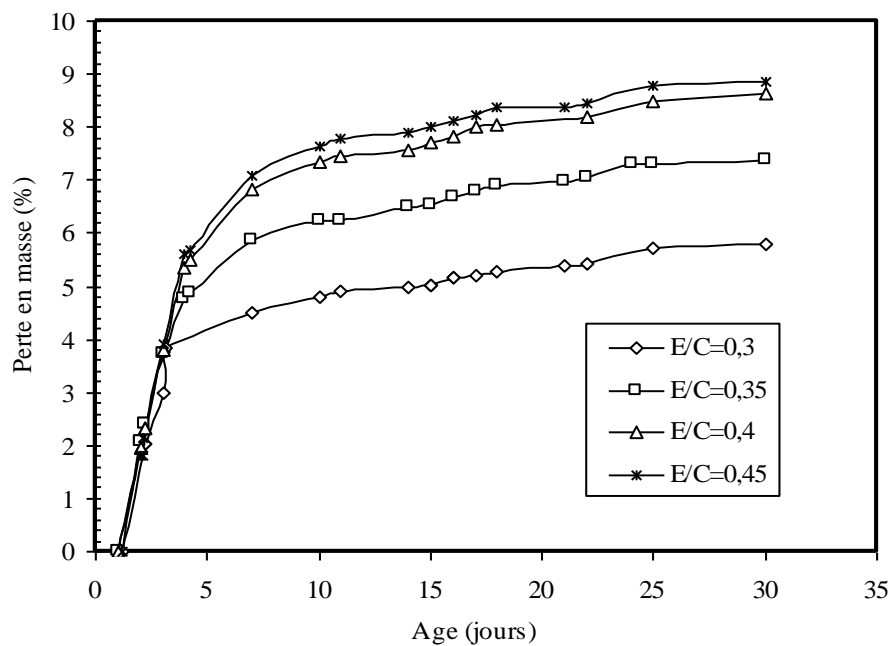


Figure 3.17 : Perte en poids au cours du temps pour différents E/C.

3.7. Résistance mécanique

3.7.1. Résistance à la flexion

Les résultats obtenus pour les essais de flexion sont présentés dans la figure 3.18. On remarque que l'évolution de la résistance à la flexion est inversement proportionnelle au rapport E/C. Après sept jours d'âge, il semble que toute augmentation de la résistance est marginale, cette constatation est beaucoup plus marquée dans les cas des rapports E/C élevés.

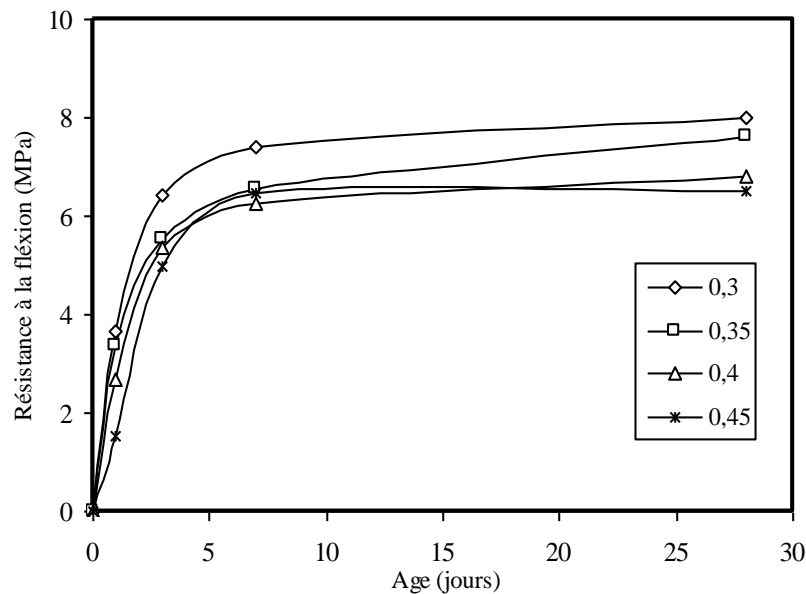


Figure 3.18 : Evolution de la résistance à la flexion pour des différentes pâtes de ciment.

3.7.2. Résistance à la compression

La résistance à la compression est déterminée sur des échantillons de pâte aux divers âges de 1, 3, 7 et 28 jours. Les résultats obtenus sont présentés sur les figures 3.19 et 3.20.

La figure 3.19 montre l'effet important de l'âge sur la résistance à la compression et selon les différents E/C étudiés. On constate que la résistance à la compression évolue progressivement durant l'âge quelque soit le rapport E/C. Pour chaque rapport E/C, la résistance à 28 jours est presque le double lorsqu'elle est comparée de celle de 3 jours. La figure 3.20 montre l'effet négatif de E/C sur la résistance à la compression. Pour un âge donné, plus la quantité d'eau de gâchage est importante, plus la résistance à la compression est faible, une augmentation de 15% de la quantité d'eau de gâchage entraîne une diminution de la résistance presque de moitié. Le rapport E/C a une grande influence sur la

porosité de la pâte de ciment hydratée. Plus le rapport E/C est faible, plus la porosité diminue. Ceci se traduit directement par une augmentation des propriétés mécaniques de la matrice cimentaire.

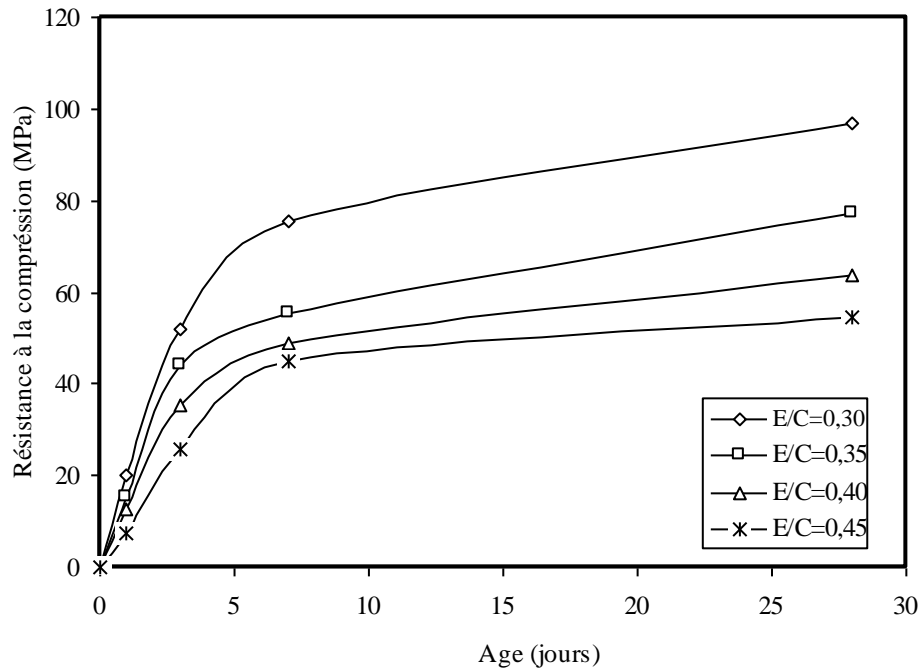


Figure 3.19 : Evolution de la résistance à la compression.

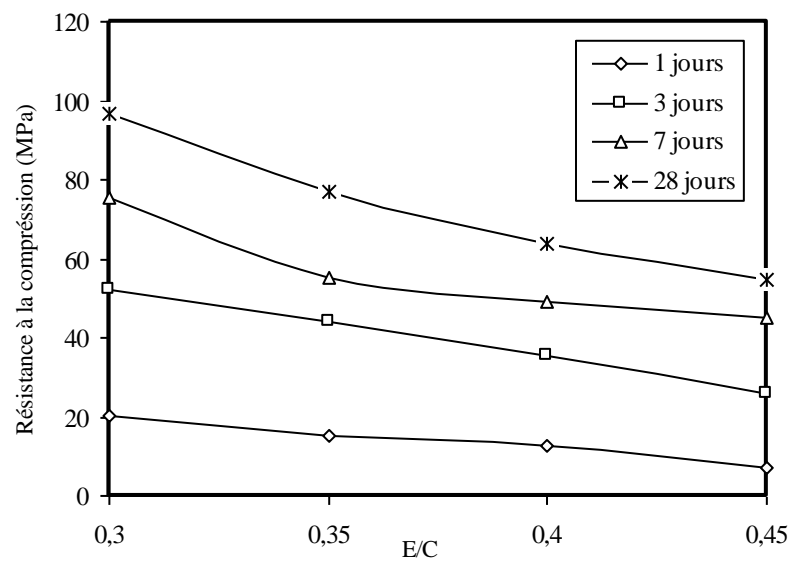


Figure 3.20 : Influence du rapport E/C sur évolution de la résistance à la compression.

3.8. Chaleur d'hydratation

Le suivi du flux thermique au cours du temps par calorimétrie permet de suivre l'évolution de l'hydratation des constituants. Les éprouvettes sont conçues avec un mortier composé de trois parts de sable et une part de ciment et ayant différents rapports E/C de 0.3, 0.35, 0.40 et 0.45. Les essais se sont déroulés dans une chambre conditionnée en température fixée à 20°C et les mesures se sont programmées durant quatre jours avec des pas de mesure variables.

Une fois les mesures de l'échauffement faites, on évalue la chaleur d'hydratation en utilisant l'équation donnant la chaleur d'hydratation à partir de l'échauffement de la boîte de Languavaut en introduisant les différents paramètres de l'essai. Les résultats du calcul sont regroupés dans le tableau 3.5.

Tableau 3.5 : Valeurs de la chaleur d'hydratation dégagée en J/g pour différents rapports E/C.

Age	Rapport E/C			
	0.30	0.35	0.40	0.45
1 jour	135	149	150	162
2 jours	140	171	189	213
3 jours	148	169	197	245
4 jours	161	190	213	264

3.8.1. Effet du rapport E/C

D'après les résultats obtenus, les ciments avec différents rapports E/C présentent une évolution continue de la chaleur d'hydratation avec des valeurs rapprochées durant le premier jour. Après le premier jour, la courbe illustrée sur la figure 3.21, correspondant au rapport E/C 0.3 se stabilise par contre les autres continuent leurs évolutions progressivement. Les résultats présentés sur les figures 3.21, 3.22, 3.23 et 3.24 montrent un effet croissant du rapport E/C sur le dégagement de chaleur. A quatre jours, la chaleur d'hydratation dégagée est de 143, 190, 213 et 264 J/g respectivement pour un E/C de 0.30, 0.35, 0.40 et 0.45.

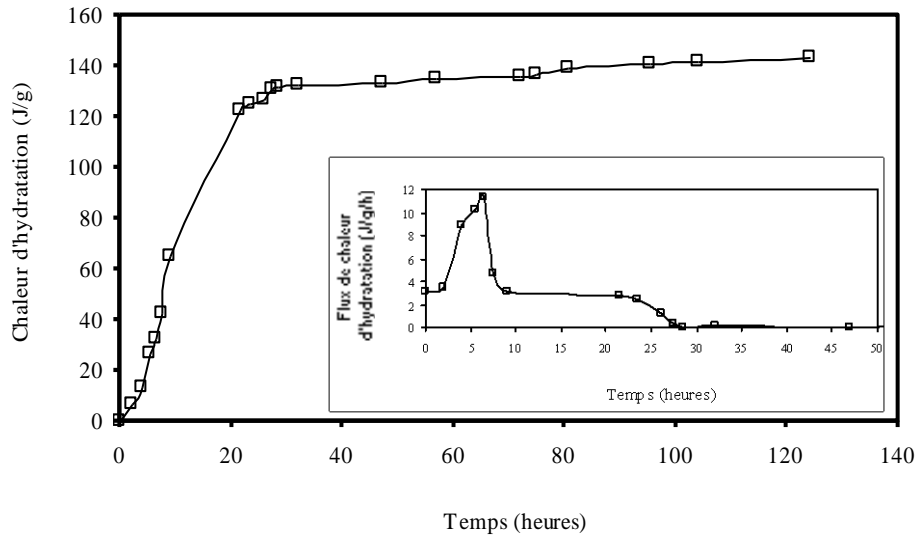


Figure 3.21 : Evolution de la chaleur d'hydratation et du flux de chaleur pour un rapport E/C de 0.3.

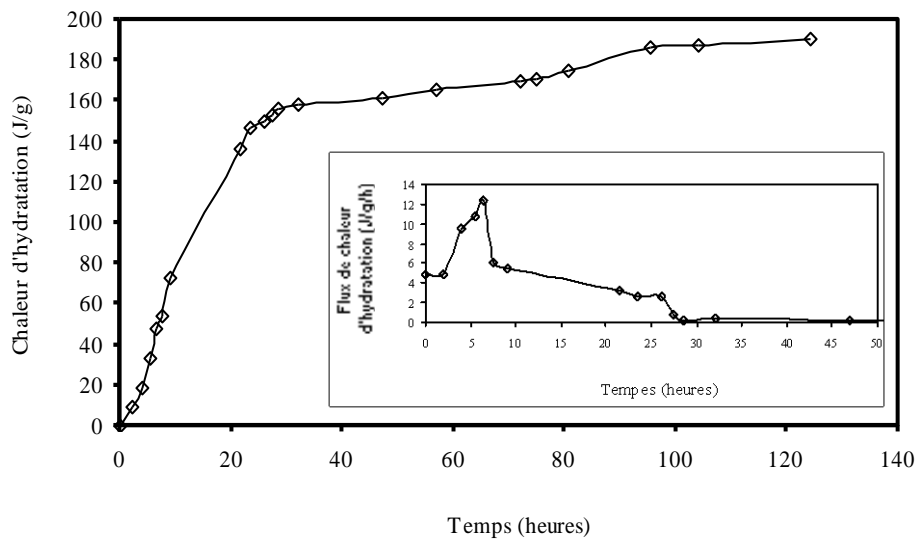


Figure 3.22 : Evolution de la chaleur d'hydratation et du flux de chaleur pour un rapport E/C de 0.35.

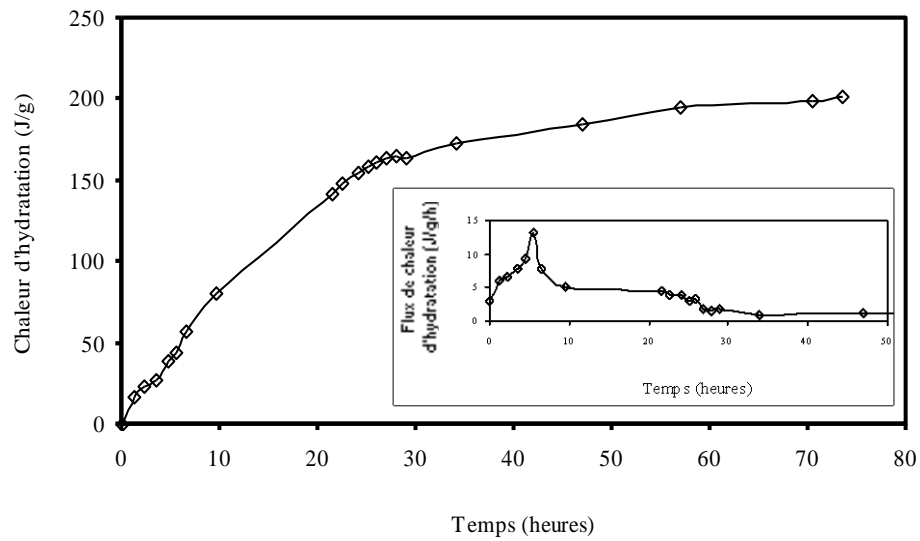


Figure 3.23 : Evolution de la chaleur d'hydratation et du flux de chaleur pour un rapport E/C de 0.4.

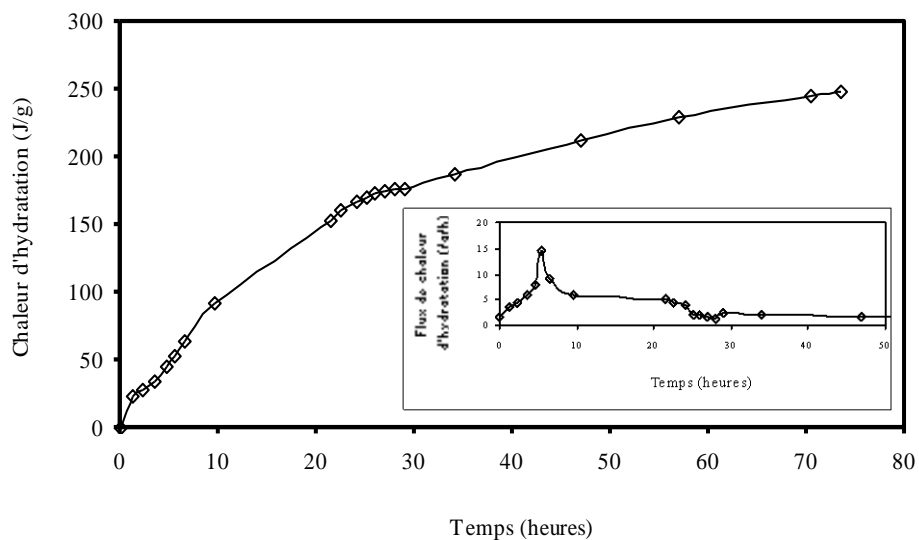


Figure 3.24 : Evolution de la chaleur d'hydratation et du flux de chaleur pour un rapport E/C de 0.45.

3.8.2. Analyse du flux de chaleur

En utilisant les résultats obtenus des chaleurs d'hydratation, on peut représenter le flux dégagé par un simple rapport de l'incrément de chaleur sur le pas de temps correspondant. Les figures 3.21, 3.22, 3.23 et 3.24 illustrent les résultats obtenus où il paraît clairement les différentes phases de l'hydratation. Le flux de chaleur commence par une période inerte suivi d'une accélération correspondant à la période de début de prise.

Un pic est atteint avec des valeurs croissantes avec l'augmentation du rapport E/C. L'apparition du pic (2^{ième} pic) est accélérée en augmentant l'eau de gâchage. Sur le tableau 3.6, nous présentons les valeurs du second pic et les temps de son apparition.

.Tableau 3.6 : Valeurs du flux de chaleur du second pic et son temps de parution

Caractéristique du flux	Rapports E/C			
	0.30	0.35	0.40	0.45
Flux de chaleur J/g.h	11.34	12.45	13.19	14.62
Temps (h)	9	9	6.5	6.5
Chaleur (4j) J/g	143.6	190.2	213.1	264.3

3.9. Conclusion

Les essais au laboratoire sur le ciment de Chlef ont permis de caractériser certaines propriétés de ce ciment au jeune âge. Malgré les moyens limités de notre laboratoire, certaines propriétés ont pu être évaluées. Dans le chapitre suivant, on présente une comparaison des résultats avec ceux trouvés pour d'autres ciments. De plus, certaines relations seront vérifiées.

Chapitre 4 :

Analyse et discussion des résultats

4.1. Introduction

Les réactions d'hydratation qui se passent dès le début de gâchage et qui se poursuivent dans le temps donnent naissance à des hydrates qui sont la conséquence du durcissement. La pâte de ciment se transforme d'une suspension plus ou moins diluée de grains réactifs à un solide cohérent mécaniquement résistant. Pendant cette période, plusieurs phénomènes interviennent sur la pâte de ciment tel que la prise, le retrait, la résistance mécanique, ...etc. Dans ce chapitre nous présentons l'analyse et la discussion des résultats obtenus illustré par des corrélations entre différentes caractéristiques.

4.2. Fluidité

L'écoulement et la perte de fluidité de la pâte de ciment avec le temps sont liés à la dispersion des particules de ciment et au processus d'hydratation. Ces deux processus sont considérablement influencés par plusieurs paramètres tels que les types de superplastifiants, leurs dosages et le rapport E/C. La fluidité de la pâte ciment est la consistance de la pâte juste après le malaxage et qui résulte de l'action jouée par le superplastifiant. L'action des superplastifiants est due à leur quantité adsorbée sur les grains de ciment, qui acquièrent alors une charge électrostatique. Ceci mène à la dispersion des grains de ciment et par conséquent l'augmentation de la fluidité [7]. Dans cette étude, on remarque que la fluidité s'améliore avec le dosage en superplastifiant tel qu'on obtient, pour un rapport E/C de 0.4, un temps d'écoulement à 5 minutes qui passe de 114 à 83, de 73 à 62 et de 87 à 86 secondes respectivement lorsque le dosage en SP1, SP2 et SP3 passe de 0.4 à 1%. De ceci, il avère que le SP3 est le plus adsorbé suivi de SP2 puis SP1.

La composition chimique du ciment, comme les teneurs en C_3A et en sulfate, ainsi que les teneurs en alcali et en chaux, sont des particularités importantes afin de contrôler la rhéologie des pâtes de ciment. Plus l'adsorption du superplastifiant sur des minéraux de ciment est plus uniforme, plus la fluidité de la pâte est élevée. Le superplastifiant n'est pas adsorbé de façon identique sur les ciments riches en C_3A et C_4AF , ce qui diminue l'adsorption du superplastifiant sur le C_3S et le C_2S et abaisse la fluidité de la pâte [39]. De plus, en forte présence de SO_3 , l'adsorption du superplastifiant diminue par rapport au ciment pauvre en SO_3 [40]. D'après cette analyse, il s'avère que le ciment de Chlef riche en C_3A (5.1%) et C_4AF (10.7%) diminue l'efficacité des trois superplastifiants malgré que la fluidité de SP2 et celle de SP3 sont très prometteuses.

Fondamentalement, les différents types de SP ont différents mécanismes de dispersion des particules de ciment dans l'eau. Bjömström and Chandra [7] ont étudié l'action de trois types de superplastifiants avec sulfate (lignosulfonate, acide sulfonique formaldéhyde mélamine, acide sulfonique formaldéhyde naphthalène) et un type de polymère acide polycarboxilique. Ils ont montré que pour le superplastifiant à base de polycarboxylate, le mécanisme de dispersion est principalement contrôlé par un encombrement stérique, grâce à leurs chaînes moléculaires très longues qui sont prolongées dans la solution de pore, et qui maintient les particules de ciment séparées même après que la molécule de polymère est couverte par les produits initiaux d'hydratation. Tandis que les superplastifiants avec sulfate, ils ont entraîné une charge négative sur les particules de ciment et la dispersion est faite par la répulsion électrostatique. Ceci explique la grande fluidité engendrée par l'addition de SP3 et qui rend ce type de superplastifiant très compatible sans aucune perte de fluidité pendant une heure.

4.2.1. Perte de fluidité

La perte de fluidité est la diminution de la fluidité au cours du temps causée par le processus d'hydratation du ciment. Il est affirmé que le degré d'hydratation en présence de superplastifiant est retardé. Le résultat montre que le SP3 caractérisé par une fluidité élevée maintient cette fluidité pendant un temps plus long comparé avec les deux autres types. Par contre, le SP1 à base de PNS perd sa fluidité durant une période plus courte. Le mécanisme de retardation de l'hydratation de la pâte de ciment dépend du type de superplastifiant. Pour le superplastifiant à base de polynaphtalène (SP1), Jolicoeur et Simard [41] ont suggéré que la retardation ait été principalement due à l'adsorption de SP sur les particules et l'intercalation dans les phases d'hydrate déjà formées comme l'ettringite qui empêchent le développement des produits d'hydratation. Dans le cas de polycarboxylate, Uchikawa et al. [42] ont prouvé que l'interaction entre les ions de Ca^{2+} et les molécules de superplastifiant diminue la concentration de Ca^{2+} dans le système, gêne ainsi la nucléation de phase solide et la croissance de produits d'hydratation et retarde l'hydratation de ciment. Il est bien apparent sur la figure 4.1 que le temps d'écoulement de SP1 et SP2 augmente tandis que celui relatif à SP3 reste pratiquement constant. Avec un rapport E/C de 0.45, le superplastifiant SP1 commence à perdre sa fluidité après juste 20 minutes alors que le SP2 garde une fluidité stable pendant 2 heures. Après 7 heures d'observation, le SP3 conserve la même fluidité initiale.

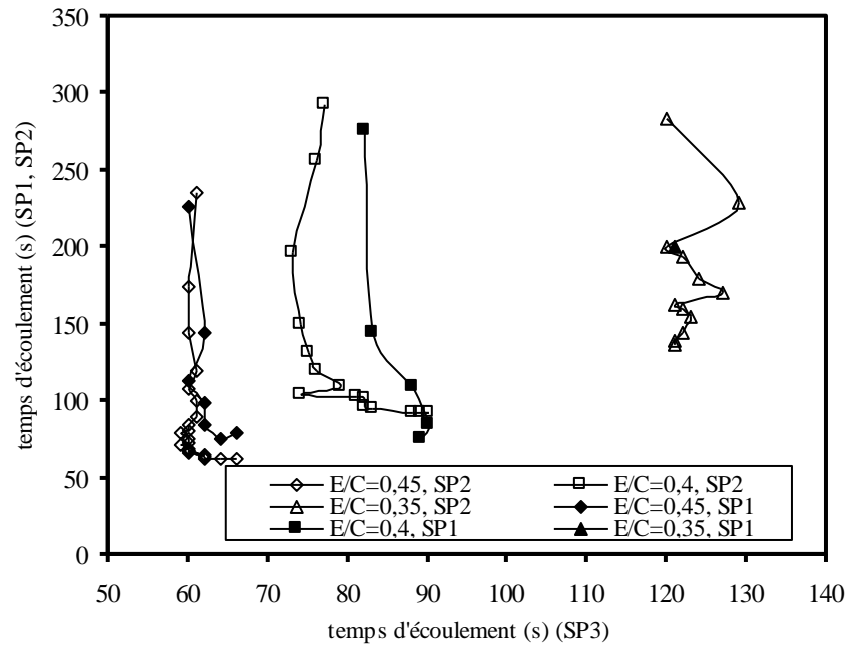


Figure 4.1 : Evolution de temps d'écoulement de SP1 et SP3 en fonction de celui de SP2.

4.2.2. Effet de E/C

Le rapport E/C contrôle la concentration des ions dans la solution de pore. Pour un faible rapport E/C , la surface des phases interstitielles particulièrement de C_3A et C_4AF est couverte par le superplastifiant adsorbé ; ce dernier devient plus petit dans la solution de pore. Mais avec une augmentation du rapport E/C , plus d'alite s'hydrate et de ce fait plus ions Ca^{2+} sont produits. La saturation de chaux dans la solution de pore augmente, empoisonne le processus d'hydratation et plus tard augmente la fluidité [43]. Ceci est bien valable pour les trois superplastifiants où le temps d'écoulement au cône de Marsh diminue de 236,83 à 58, de 128, 62 à 53 et de 112, 86 à 59 secondes respectivement pour un coulis de 1% de superplastifiant et un rapport E/C de 0.35, 0.4 et 0.45.

4.3. Début et fin de prise

La prise fait référence de passage d'un état fluide à un état rigide, elle commence quand la pâte de ciment perd sa plasticité et devient non ouvrable. La prise du ciment est contrôlée par la formation d'un réseau des particules partiellement hydratées de ciment reliées par les produits d'hydratation [20]. Alors il résulte un établissement de ponts d'hydrates entre les grains de ciment et dépendent de la distance entre ces grains, donc du

rapport E/C initial [17]. Dans cette étude les résultats montrent que l'augmentation du E/C retarde le temps de début et de fin de prise, car plus le rapport E/C augmente plus les pâtes exigent plus d'hydratation et plus de temps pour atteindre la prise pour combler l'espace initial entre les particules de ciment. Ce résultat est confirmé par plusieurs chercheurs [44, 45, 46]. Dans ce travail le temps de début de prise est de 3.67, 5.13, 5.68, 6.16 et pour la fin de prise de 5, 6.83, 7.33, 8.23 respectivement pour un rapport E/C de 0.3, 0.35, 0.4, 0.45. Ce résultat concorde avec celui présenté par Ameziane [16] où pour un rapport E/C qui passe de 0.3, 0.36 à 0.4, il a enregistré respectivement un temps de début de prise de 2.15, 5.1, 6.4, et de 4, 6.42, 8.27 pour la fin de prise. La diminution du temps de prise observée lorsque le rapport E/C décroît est expliquée par les niveaux de sursaturation vis-à-vis des C-S-H et de la portlandite qui sont plus vite atteints dans des systèmes contenant moins d'eau (faible E/C) conduisant à une précipitation rapide de ces minéraux. Ceci se traduit par un taux d'hydratation plus élevé dans la période initiale pour les plus faibles rapports E/C [47], tandis que Benz [48], explique ce phénomène par la concentration élevée des grains solides pour les faibles rapports E/C, cela induit une connexion plus rapide entre les hydrates formés grâce à un espace plus faible entre les particules de ciment. Le ciment de Chlef possède un temps de prise de 6 heures correspondant à un fort rapport E/C de 0.45 tandis que ce temps diminue jusqu'à 3h46 minutes pour un faible rapport E/C de 0.35. Malgré sa diminution ce temps de prise reste conforme aux normes pratique bétonnage (>1h30).

La figure 4.2 illustre selon la variation du rapport E/C, les résultats obtenus du temps de début et de fin de prise comparé de ceux obtenus par d'autres chercheurs. La comparaison est faite entre le ciment de Chlef avec 10% de calcaire et autres ciments contenant du pourcentage différent de calcaire. On peut dire que le ciment de Chlef donne des temps de début et de fin de prise qui concordent avec ceux présentés dans la littérature. Pour un rapport E/C de 0.45, Amziane [16] a trouvé pour un ciment contenant 24% de calcaire un temps de début et de fin de prise respectivement de 6.4 et 8.27 heures. Ces résultats sont presque similaires aux temps de prise du ciment de Chlef trouvés dans le cadre de cette recherche et qui sont 6.1 et 8.24 heures. Par contre pour un rapport E/C faible de 0.3 les résultats trouvés par Ameziane [16] sont avancés de 1.61 et 1 heures par rapport aux résultats trouvés pour le ciment de Chlef.

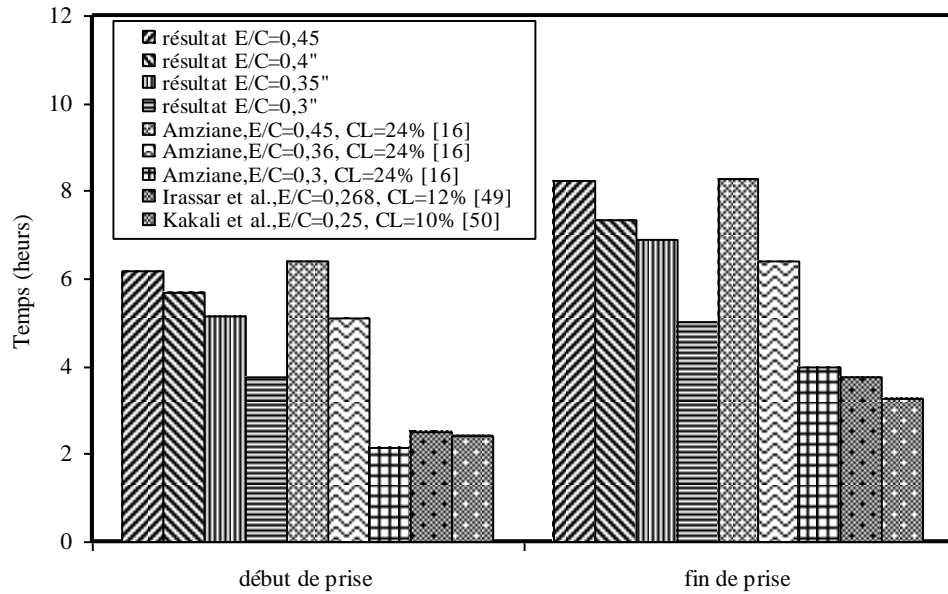


Figure 4.2 : Comparaison des résultats du temps de début et de fin de prise obtenus et d’autres résultats présentés dans la littérature.

Plusieurs chercheurs [51, 52] ont trouvé que les temps de début de prise et de fin de prise sont accélérés par la présence du calcaire. Ce dernier peut également contribuer au contrôle du temps de prise par la formation de monocarboaluminate (structure similaire à celle du monosulfoaluminate). De Weerd et al. [52] ont montré que la présence du calcaire induit la formation du monocarboaluminate au jeune âge et stabilise ainsi l'ettringite. Cette stabilisation d'ettringite doit mener à une augmentation de tout le volume des produits d'hydratation. Ce phénomène peut jouer un rôle dans le développement de la percolation dans la pâte au calcaire [51].

4.4. Pression sur une surface plane

La variation temporelle des pressions au sein d'un matériau cimentaire est la conséquence d'un ensemble de processus physiques et chimiques très complexe lié à la relation eau-grain de ciment. Andriamanantsilavo [10] a montré que les pressions interstitielles diminuent dès les premiers instants suivant la mise en oeuvre de la pâte de ciment dans une colonne de 1 m. En conséquence, les baisses de pression avant la prise ne semblent pas être liées aux phénomènes d'hydratation du ciment, mais considérablement liée à la diminution d'humidité relative due à la dissolution des hydroxydes alcalins des particules de ciment particulièrement des hydroxydes alcalins (Na⁺, K⁺ et OH⁻) dans la phase aqueuse. Benz et al [53] ont démontré que l'élévation initiale observée de l'humidité relative n'atteint pas 100% en raison de sa diminution provoquée par les ions dissous (Ca⁺,

Na⁺, K⁺), les hydroxyles (OH⁻) et les sulfates (SO₄²⁻) présents dans la solution de pore de ciment. L'humidité relative, initialement égale à 100%, peut descendre jusqu'à 98% avant la prise du ciment [54]. Ceci explique bien la baisse progressive de la pression au cours du temps dans le ciment de Chlef, où la chute de la pression est plus rapide lorsque le rapport E/C est faible. En effet le temps de stabilisation de la constante K est décalé de 2.15 lorsque le E/C passe de 0,30 à 0,45.

Le passage en solution des ions provenant du ciment provoque une baisse d'humidité interne du matériau et la création de dépressions capillaires qui font diminuer la pression interstitielle. Ces forces capillaires, l'action de la pesanteur, les forces attractives telles que la force de Van der Waals et les forces électrostatiques causent le rapprochement des particules solide de ciment, qui par la suite diminue les rayons de pores. Ainsi que quelques phénomènes physiques sont induits simultanément avec la diminution de la pression de l'eau pendant la période de prise, comme le ressuage, la sédimentation, le retrait plastique. Ces phénomènes physiques et la dissolution des ions pendant la période dormante de la pâte de ciment sont certainement la raison de la variation de pression hydraulique [16].

Quand la prise est atteinte, la pâte de ciment devient solide et perd son comportement fluide responsable de la pression qui s'exerce sur les surfaces de coffrage. La figure 4.3 illustre, en fonction de E/C, les résultats obtenus des temps de début et de fin de prise trouvés par l'appareil de Vicat et le temps de stabilité de la constante K trouvée par l'appareil du centre de poussée. Cette figure montre que l'essai de pression donne un temps inférieur de 2.9, 3.2, 3.1 et 2.7 heures par rapport au temps de début de prise lorsque le rapport E/C varie respectivement de 0.45, 0.4 0.35 et 0.3 et que l'influence du rapport E/C induit les mêmes tendances pour les deux techniques de mesure utilisées.

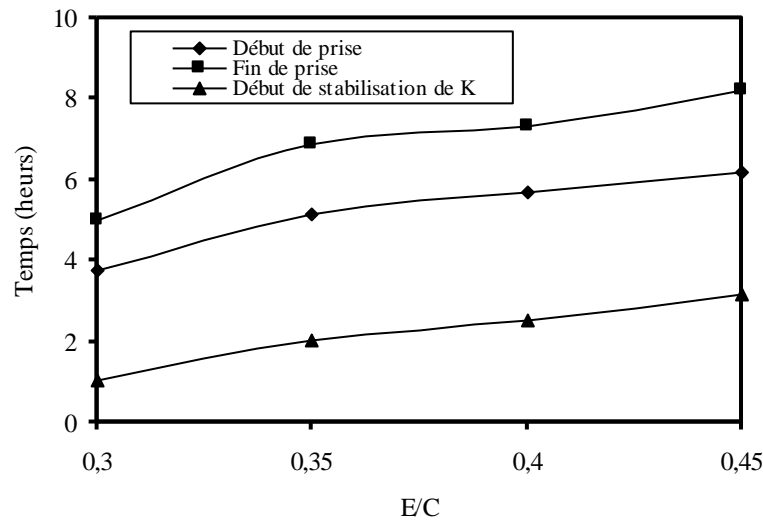


Figure 4.3 : Variation du temps de début, fin de prise et stabilisation de K selon la variation de rapport E/C.

La figure 4.4 illustre la possibilité de corrélérer le temps de début et de fin de prise avec le temps de stabilité de la pression. Il est à noter qu'il existe une relation linéaire entre les deux résultats avec une bonne corrélation. Il est bien clair qu'une augmentation de E/C conduit à une augmentation de temps de début et de fin de prise de même tendance que le temps de stabilité de pression. Les deux coefficients de corrélation sont proches de l'unité, ce qui montre que le temps de stabilité de la pression sur une surface plane varie linéairement avec le temps de début et de fin de prise. Il est bien évident, d'après ses deux formules, que la pression se stabilise 3 et 5 heures environ avant le début et la fin de prise.

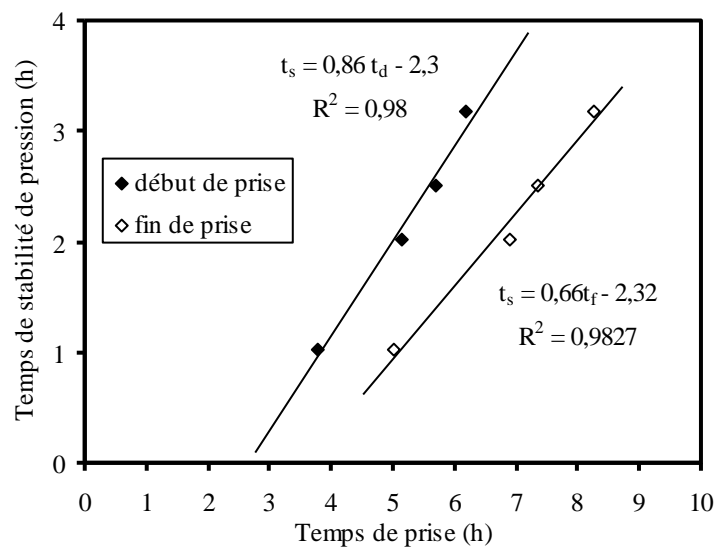


Figure 4.4 : Corrélation entre le temps de stabilité de la pression et les temps de début et de fin de prise.

4.5. Résistance à la compression

A la fin de la prise une faible quantité du ciment est hydratée et la résistance en compression continue à augmenter au fur à mesure que l'hydratation progresse. Cette hydratation se manifeste par une croissance des amas d'hydrate qui entraînent une augmentation importante du volume du solide accompagnée par une augmentation de la résistance mécanique. Le rapport E/C exerce une grande influence sur la porosité de la pâte de ciment hydratée car il gouverne directement l'espacement initial entre les grains de ciment en suspension dans l'eau de gâchage [55. 56]. Plus le rapport E/C est faible, plus la porosité diminue. Ceci se traduit directement par une augmentation des propriétés mécaniques de la matrice cimentaire.

L'addition de calcaire améliore généralement le taux d'hydratation de composés de ciment, menant à une résistance à la compression élevée au jeune âge. Le calcaire n'a pas la propriété pouzzolanique, elle réagit avec les phases d'alumine du ciment pour former une phase d'AFm (hydrate de monocarboaluminate de calcium) [57]. Physiquement il cause un meilleur assemblage d'hydrates des pâtes de ciment et agit comme un site de nucléation et de la croissance des hydrates, induisant une accélération des réactions d'hydratation [58]. Ces effets simultanés produisent une accélération de l'hydratation des grains de ciment.

Tsivilis et al. [59] ont étudié l'effet de trois pourcentages de filler de calcaire (0, 10, 20, 35 %) sur l'hydratation de ciment en utilisant l'analyse thermogravimétrique, ils ont indiqué que l'addition de calcaire améliore la réactivité de clinker et l'exploitation de son potentiel hydraulique et accélère l'hydratation de silicates de calcium spécialement pour un pourcentage de 10 %. Cet effet peut être lié à la modification de la structure des produits d'hydratation due à l'action de nucléation de calcaire finement rectifiée. Kadri et al. [60] ont prouvé que la résistance à la compression des mortiers contenant 10% de calcaire, après une journée d'hydratation, était plus élevée que celle du mortier contenant seulement du ciment Portland. Mais, à long terme, l'avantage du processus d'accélération disparaît, et les résultats de résistance des mortiers avec le calcaire deviennent plus bas que celles du mortier de référence.

Pour des mortiers avec un rapport E/C égal à 0.47, Itim et al. [61] ont trouvé qu'un remplacement de 5% de ciment par le calcaire augmente la résistance au jeune âge et donne une résistance de 30 MPa similaire à celle de ciment ordinaire à 28 jours. Par contre

un taux de remplacement de 25% s'avère inefficace parce que les résistances sont stabilisées après seulement 2 semaines. Alors que pour le ciment de Chlef testé dans ce travail et contenant 10% de calcaire donne une résistance à 28 jours de 54 MPa pour un E/C similaire. Loser et Leemann [62] ont enregistré une résistance à la compression d'un béton de 69.7, 51.2 à 42.3 MPa respectivement pour un rapport E/C de 0.4, 0.5 et 0.6. Cette diminution est aussi visible dans les résultats de la flexion. De même, les travaux de Bentz et al. [63] ont pu mettre en évidence une diminution de la résistance des mortiers de 78.5 à 72.8 MPa lorsqu'on passe d'un rapport E/C de 0.35 à 0.4.

La figure 4.5, illustre une comparaison entre l'évolution de la résistance trouvée pour un E/C de 0.45 et celles trouvés par d'autres chercheurs pour E/C voisin. Il est bien clair que les résistances au jeune âge sont moins développées dans le ciment de Chlef et que ce dernier nécessite une cure ou un degré de broyage plus poussé afin d'améliorer les résistances dans les premiers jours du durcissement.

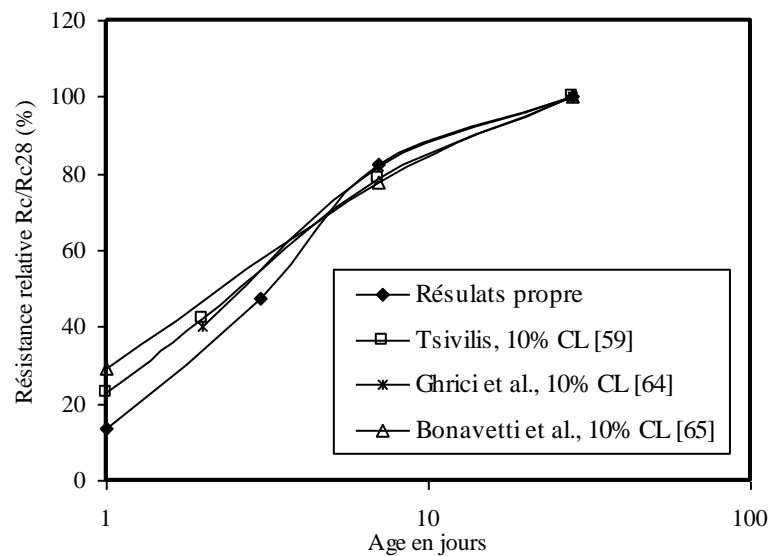


Figure 4.5 : Evolution des résistances relatives en fonction du temps.

L'analyse de la variation des résistances à la traction trouvées par un essai de flexion a été étudiée en prenant un coefficient de correction de 0.6 afin de tenir compte de la plasticité lors de la rupture. La figure 4.6 présente la variation des résultats trouvés avec ceux du modèle BAEL où la variation moyenne des deux résistances est de 0.4 MPa.

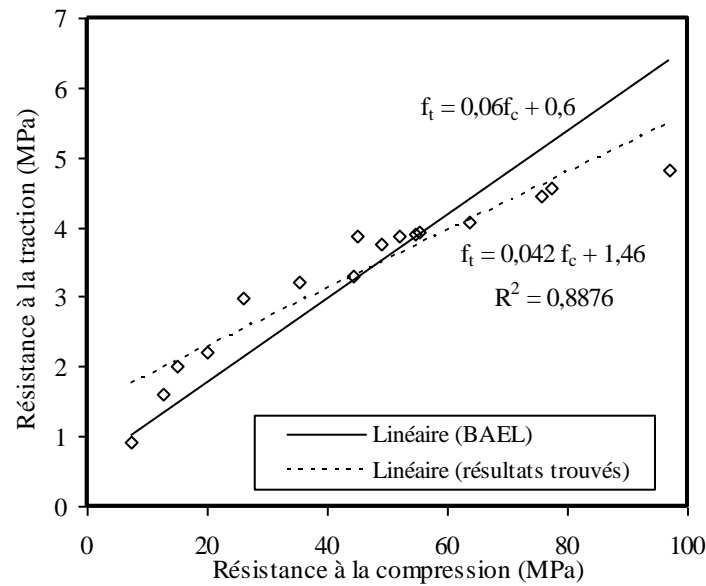


Figure 4.6 : Variation de la résistance à la traction en fonction de celle à la compression.

4.6. Retrait

4.6.1. Retrait endogène

La contraction Le Chatelier apparaît dès le malaxage du ciment avec de l'eau. Au cours de cette période, la réaction d'hydratation consomme de l'eau initialement présente dans les pores capillaires, ce qui provoque leur rétrécissement en fonction de l'avancement de la réaction d'hydratation. Ce phénomène est dû essentiellement au comportement encore fluide de la matrice cimentaire qui, permet de suivre les déformations des pores capillaires.

Après la prise, le matériau devient suffisamment rigide et s'opposer à la déformation des pores capillaires ; parallèlement, les réactions d'hydratation consomment encore de l'eau capillaire. Le couplage de ces deux phénomènes donne naissance à la dépression capillaire, qui par suite provoque le retrait d'autodesiccation. L'effet du rapport E/C peut être expliqué par la chute rapide de l'humidité relative à l'intérieur du matériau pour les faibles rapports E/C, ce qui induit une dépression capillaire plus importante et par la suite un retrait d'autodesiccation plus intense [33]. D'après Holt et Leivo [29], plus la quantité de ciment dans la pâte augmente, plus la taille des pores est réduite. Pour des rapports E/C élevés, la taille des pores est plus importante que pour des rapports E/C faibles [31]. Ce qui induit un retrait plus faible. Le retrait endogène étant

directement relié à la dépression capillaire, une augmentation de celle-ci induit une augmentation du retrait endogène.

Les valeurs trouvées pour le retrait endogène volumétrique sont controversées et ne correspondent pas à celles illustrées dans la littérature. Ceci peut être dû à la précision des mesures qui ne peut pas différencier l'influence du rapport E/C sur ces valeurs. Notre banc expérimental devra être perfectionné où on pourra tirer de résultats meilleurs et identifier l'hydratation d'un ciment au jeune âge.

La figure 4.7 illustre les résultats obtenus du retrait sur des prismes enrobés où aucun échange d'humidité n'est toléré. L'effet du rapport E/C est bien visible et témoigne de l'importance de la quantité d'eau de gâchage sur ces déformations et autant plus après 3 jours d'âge. Après un mois d'observation, le retrait endogène du ciment de Chlef augmente de 23, 52 et 72 % lorsque le rapport E/C diminue respectivement de 0.45 à 0.4, 0.35 et 0.3.

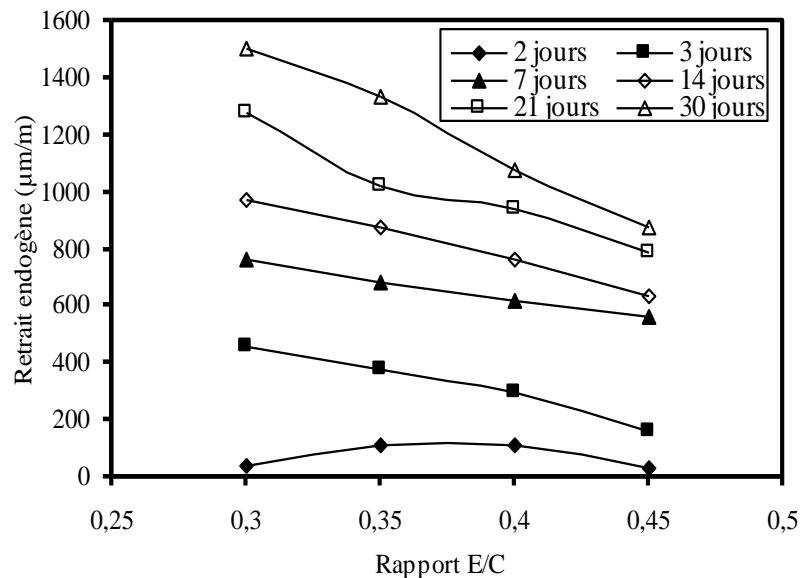


Figure 4.7 : Evolution du retrait endogène en fonction du rapport E/C.

La figure 4.8 illustre les résultats obtenus du retrait total sur des prismes libres où l'effet de E/C est bien remarquable au-delà de 3 jours. L'eau de gâchage favorise l'hydratation et par la suite fait augmenter la valeur du retrait total. D'autres chercheurs [62] n'ont pas pu observer cette différence où le retrait total d'un béton s'est stabilisé autour d'une valeur de 300µm pour des bétons ayant des rapports E/C différents de 0.4, 0.5

et 0.6. Baroghel-Bouny et al [31] ont mené une étude sur des pâtes de ciment durcissant sous différente température de cure. A un âge donné, la valeur du retrait endogène augmente linéairement à cause de l'auto-dessiccation de la pâte quand le E/C passe de 0.6 à 0.25 dû à contrairement au retrait de dessiccation qui enregistre une nette diminution.

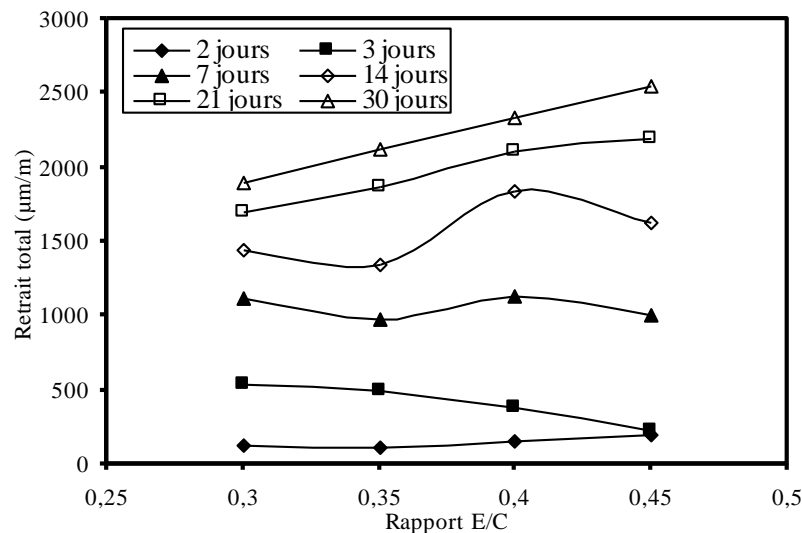


Figure 4.8 : Evolution du retrait total en fonction du rapport E/C.

Le retrait de la pâte de ciment est lié aux réactions d'hydratation entre le ciment et l'eau et au durcissement progressif du squelette minéral. Itim et al. [61] ont montré que la présence de calcaire accélère le retrait endogène et les processus d'hydratation de ciment depuis le plus jeune âge. Cet effet de filler, est généralement expliqué par la surface de solide additionnelle fournie par les particules de filler, qui agissent comme des sites de nucléation et de croissance pour les hydrates et induisent une accélération des réactions d'hydratation [51].

La figure 4.9 et 4.10 présente respectivement le retrait endogène et total obtenus de ciment de Chlef comparés avec quelques résultats de différents ciments trouvés dans la littérature. Il est évident que le retrait de la pâte est plus important que celui du mortier que celui du béton. Même les résultats du retrait endogène présentés par de Baroghel-Bouny [31] semblent très faibles comparés à ceux trouvés pour le ciment de Chlef à l'exception au très jeune âge où les retraits endogènes enregistrés sont presque identiques.

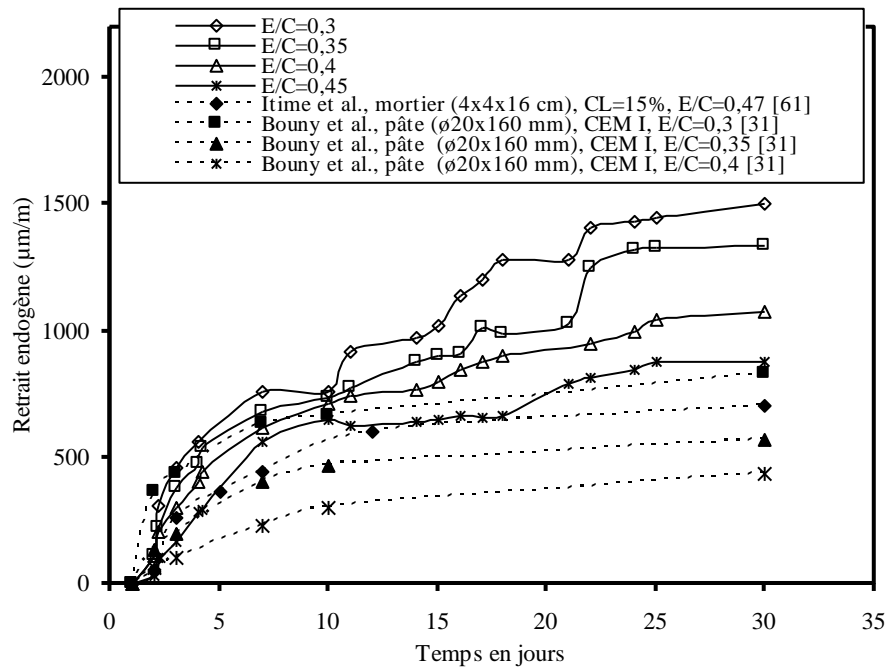


Figure 4.9 : Evolution du retrait des éprouvettes enrobées en fonction du rapport E/C comparé avec des résultats présentés dans la littérature.

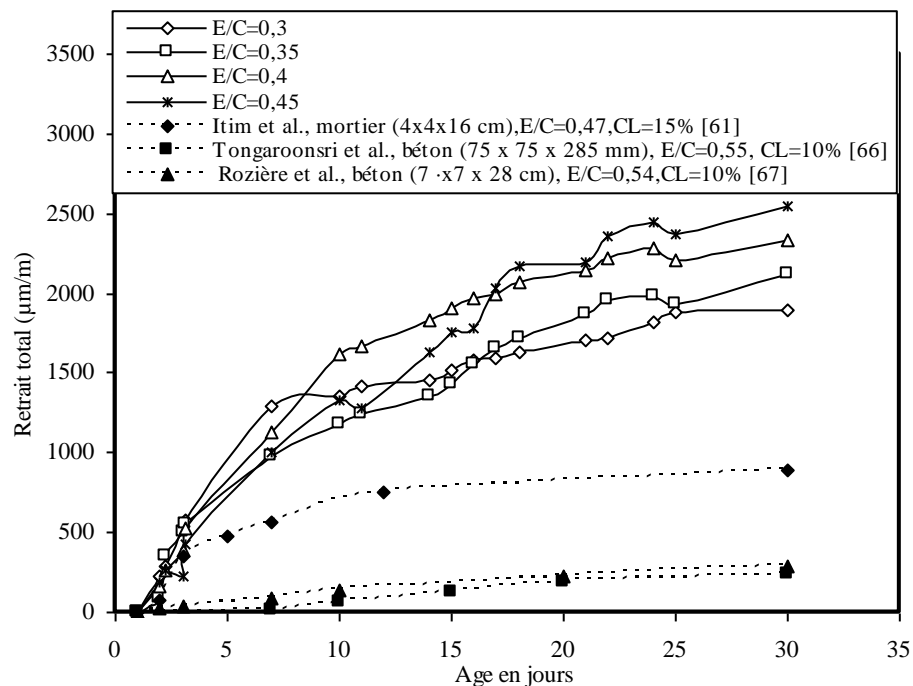


Figure 4.10 : Evolution du retrait des éprouvettes libre en fonction du rapport E/C comparé avec des résultats présentés dans la littérature.

En comparant le développement de la résistance à la compression et les déformations de retrait endogène pour les différents rapports E/C, la figure 4.11 tend à montrer qu'il existe une relation qui semble linéaire entre le retrait endogène et le développement de la

résistance à la compression avec un coefficient de corrélation acceptable de 0.84. Le même résultat a été trouvé par Itim et al. [61].

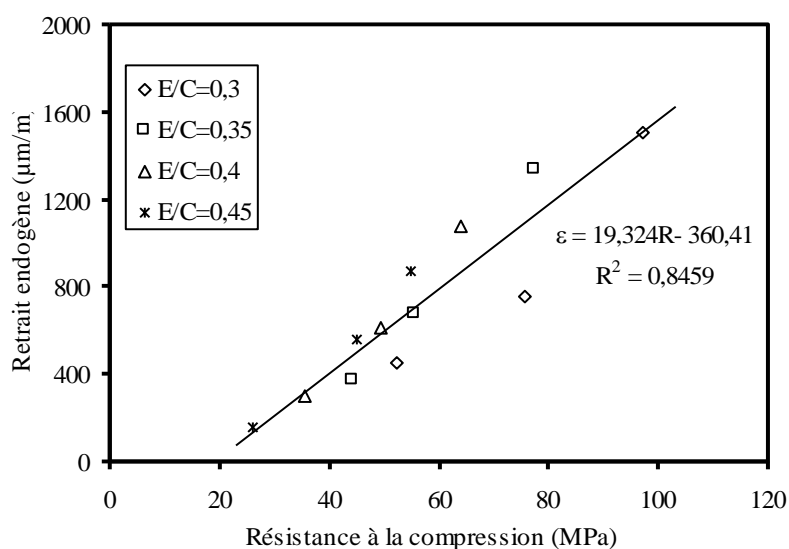


Figure 4.11 : *Corrélation entre le retrait endogène et la résistance à la compression.*

4.6.2. Retrait exogène

Le retrait exogène représente la déformation des éprouvettes en présence d'un échange hydrique avec le milieu extérieur, ceci provoque une perte d'eau à travers les pores de la pâte. Il est présenté comme la différence entre le retrait total et le retrait endogène. Le départ de l'eau, présente initialement dans les pores de la pâte de ciment, induit une déformation du squelette solide. Le retrait de la pâte de ciment est d'autant plus grand que le rapport E/C est plus élevé, car ce dernier détermine la quantité d'eau évaporable dans la pâte de ciment et la vitesse à laquelle cette eau peut atteindre la surface libre de l'éprouvette. Brooks [68] a démontré que le retrait d'une pâte de ciment hydraté est directement proportionnel au rapport E/C lorsque celui-ci reste compris entre 0.20 et 0.60. Pour les rapports E/C plus élevés, l'eau additionnelle disparaît au séchage sans provoquer de retrait. D'après les résultats trouvés, on a déduit le retrait exogène comme la différence entre le retrait d'une éprouvette libre et une éprouvette enrobée. Les résultats représentés sur la figure 4.12 montrent d'une façon claire l'effet du rapport E/C sur le retrait exogène où une augmentation du rapport E/C de 0.3 à 0.45 fait multiplier la valeur de retrait à un mois d'observation par 4.

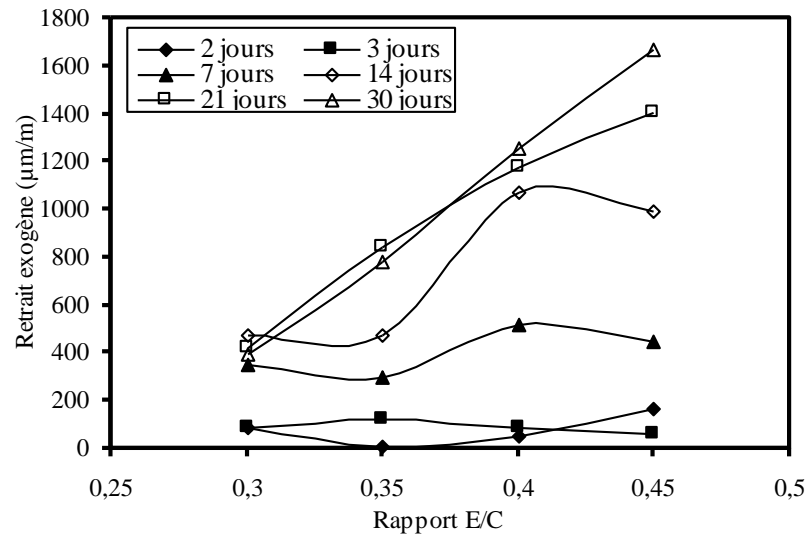


Figure 4.12 : Evolution du retrait de dessiccation en fonction du rapport E/C.

4.6.3. Perte en poids

Les résultats obtenus de la perte en poids sur les mêmes prismes libres soumis au séchage sont illustrés sur la figure 4.13. L'effet de E/C est important et bien observé sur les prismes âgés plus de 3 jours. En effet une augmentation du rapport E/C de 0,3 à 0,45 engendre une augmentation de 53% à un âge de un mois.

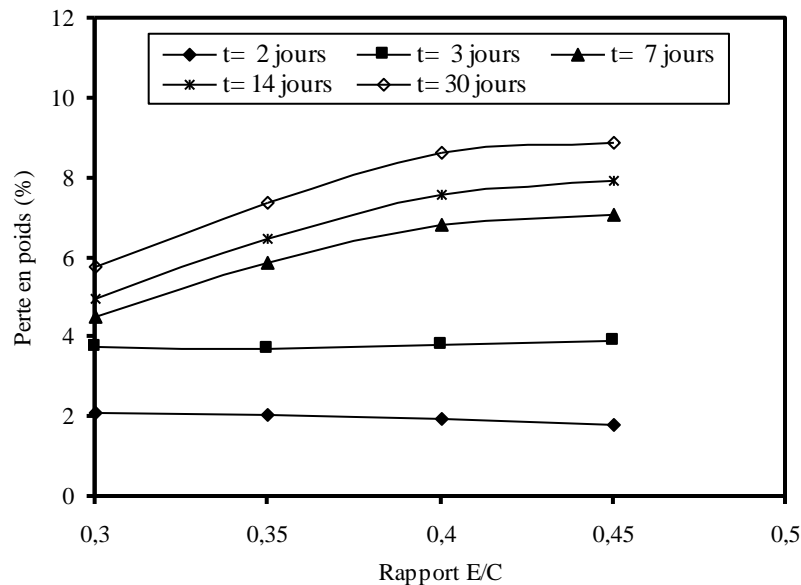


Figure 4.13 : Evolution de la perte en poids au cours du temps en fonction du rapport E/C.

Une corrélation est étudiée entre le retrait total et la perte en poids jusqu'à l'âge de un mois pour différents rapports E/C, les modèles trouvés sont illustrés dans les figures 4.14 et

4.15. La figure 4.14 suggère un modèle exponentiel où un coefficient de corrélation moyen de 0.95 a été trouvé. Ce coefficient soutient la convenance à exprimer la dépendance entre le retrait et la perte en poids. Pour les différents E/C, le retrait total augmente de façon monotone avec l'augmentation de la perte en poids. La déformation du retrait est régie par les forces capillaires qui dépendent de l'humidité relative dans le système de pore, la taille des pores, leur changement avec l'avancement de l'hydratation du ciment et la perte d'eau par l'évaporation. Ce résultat est similaire à celui trouvé par Rozière et al. [67] où ils ont trouvé une relation entre le retrait de dessiccation et la perte en poids qui peut être représentée en deux parties. La première partie est caractérisée par une perte en poids indépendante du retrait et à partir d'un certain seuil le retrait de dessiccation et la perte en poids sont liés linéairement.

A 3 jours la perte en poids atteint une valeur plus de 4% où la corrélation est indépendante de E/C particulièrement pour les rapports E/C supérieurs à 0.3. Au-delà de 3 jours, la corrélation est largement dépendante de E/C (figure 4.15) où le retrait total évolue linéairement selon la perte en poids ; cela est bien visible dans la figure 4.15. Les résultats trouvés montrent que la relation entre la perte en poids et le retrait reste exponentielle et peut être exprimé par une simple relation linéaire au-delà de 3 jours d'âge.

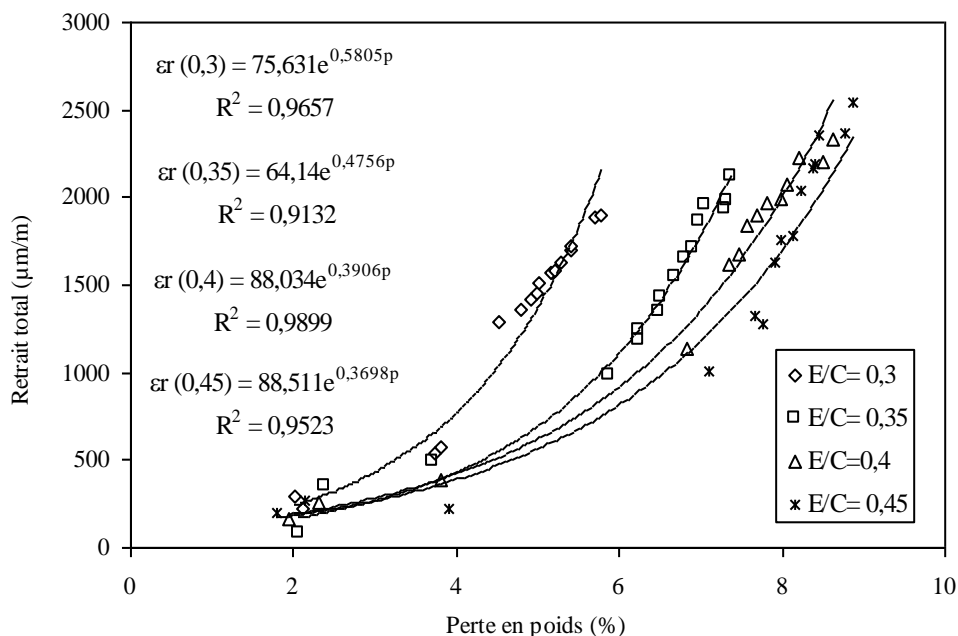


Figure 4.14 : Corrélation entre le retrait total et la perte en poids.

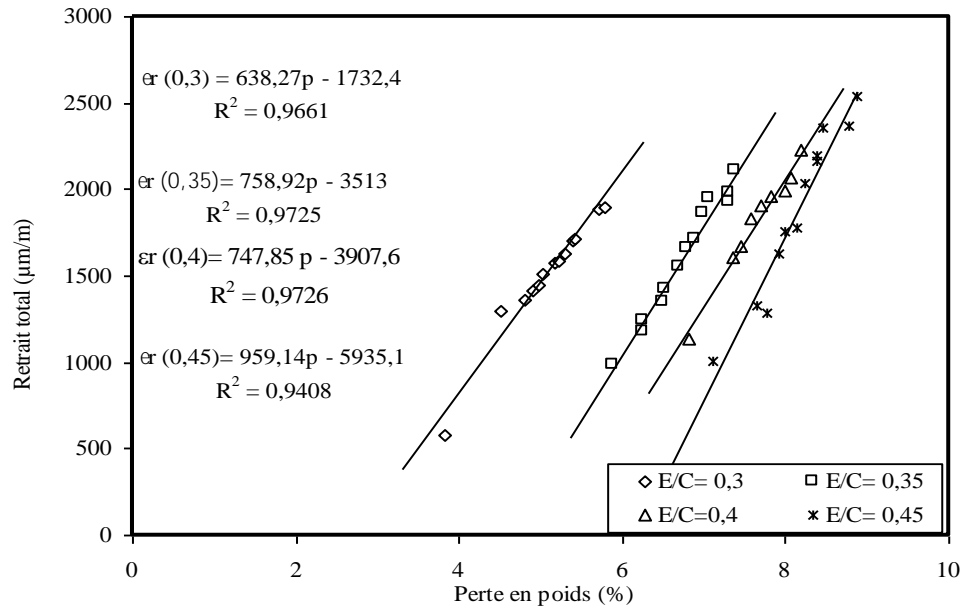


Figure 4.15 : Evolution de retrait total après 3 jours de la perte en poids.

En combinant les différentes relations en fonction de E/C, on peut déduire une relation unique donnant le retrait en fonction de la perte en poids au-delà de 3 jours. Cette relation peut s’écrire comme suit :

$$\varepsilon = a p + b$$

Avec ε et p le retrait et la perte en poids mesurés à un âge donné et a et b des constantes dont leurs valeurs peuvent être exprimées en fonction de E/C selon les corrélations illustrées sur la figure 4.16. La relation finale peut s’écrire :

$$\varepsilon = \left(1903,1 \frac{E}{C} + 62,39 \right) p + \left(26005 \frac{E}{C} - 5980 \right)$$

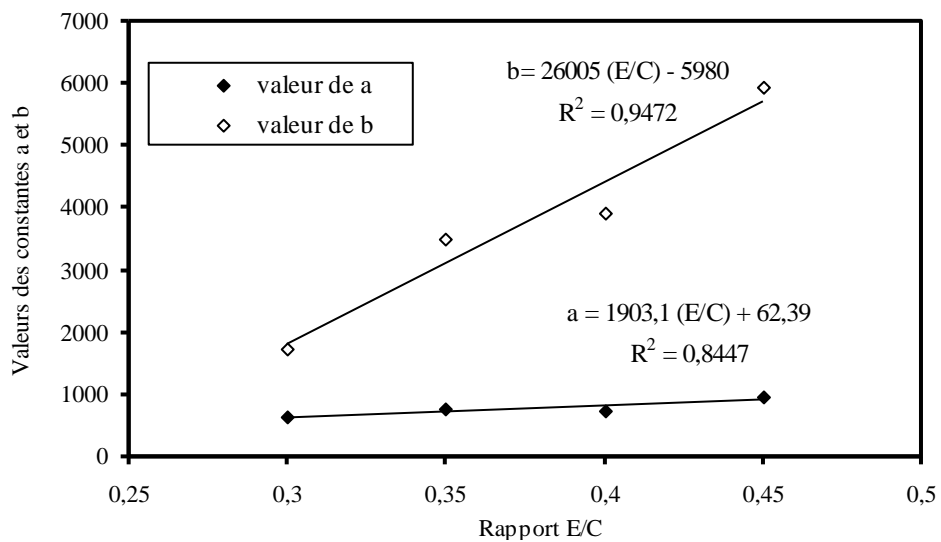


Figure 4.16 : Corrélation des valeurs de constantes a et b en fonction de E/C.

4.7. Chaleur d'hydratation

Les réactions du ciment en présence d'eau produisent des composés hydratés qui permettent de lier les différentes particules de ciment. Ces réactions s'accompagnent d'un dégagement de la chaleur dont la grandeur dépend de plusieurs paramètres. Dans cette étude, les résultats montrent que le rapport E/C joue un rôle important sur le développement de la chaleur des pâtes de ciment. Plus le rapport E/C est élevé plus la chaleur d'hydratation est importante. En augmentant le rapport E/C, on a remarqué une augmentation de la chaleur telle qu'on obtient à 4 jours une chaleur de 143.6 et 240.3 J/g en passant d'un E/C de 0.3 à 0.45. Ceci concorde parfaitement avec les résultats de Kadri et Duval [69] qui ont étudié la variation de la chaleur d'hydratation d'un ciment composé à base de fumé de silice avec un rapport E/C variant de 0.25 à 0.45, ils ont montré que la chaleur d'hydratation libérée diminue de 40% quand le rapport E/C diminue de 0.45 à 0.25. La réduction de la chaleur de l'hydratation est due à la réduction de la quantité d'eau interstitielle disponible pour l'hydratation.

La valeur du deuxième pic de chaleur ainsi que son temps d'apparition sont liés au type de ciment et au rapport E/C. Il a été constaté que la quantité d'eau de gâchage contribue à accélérer le dégagement de chaleur et à exhausser la valeur du flux. Ceci est en conformité avec les résultats de la littérature [69, 70]. De même, Bresson [71] a trouvé que les valeurs du degré d'hydratation à 7 jours augmentent de 10% lorsque le rapport E/C passe de 0.3 à 0.4. Ceci est expliqué par l'évolution de la porosité du matériau, plus le E/C augmente plus le volume de capillaire est élevé qu'il faudra alors plus de temps pour que ce réseau capillaire ne soit plus interconnecté. Ainsi, l'eau peut se déplacer librement plus longtemps pour un mélange à E/C égal à 0.4 et augmente alors le degré d'hydratation à 7 jours.

Par contre, Zhang et al. [72] ont étudié l'effet de deux rapports E/C de 0.26 et 0.32 sur la chaleur d'hydratation des pâtes de ciment adjuvantée. Ils ont montré que les pâtes avec le rapport E/C élevé donne un pic (le deuxième pic de la courbe de la chaleur d'hydratation) inférieur à celui préparé par un faible rapport E/C, ceci est attribué au faible teneur en ciment dans les pâtes avec le rapport E/C élevé. Ainsi que les courbes de la chaleur d'hydratation des pâtes avec E/C égal à 0.32 ont montré des pics légèrement plus larges que ceux avec le rapport E/C de 0.26. Ceci peut être attribué à la teneur en eau libre plus élevée dans les pores ce qui prolonge la période d'accélération de l'hydratation de

ciment. Ce résultat n'a pas été observé durant nos expérimentations, et le rapport E/C garde un effet toujours positif vis-à-vis du dégagement de chaleur.

Evidemment, le ciment de Chlef est très activé par la présence du calcaire. Plusieurs chercheurs [60, 73] ont indiqué que la chaleur d'hydratation libérée est importante en présence de calcaire, car ce dernier agit comme noyau de nucléation pour l'hydratation du C₃S et du C₂S et réduit la période dormante et accélère les réactions d'hydratation [45]. Maia et al. [74] ont montré que la chaleur d'hydratation libérée augmente en présence de calcaire jusqu'à l'âge de 12 heures. Ses résultats sont inversés aux âges postérieurs où le calcaire semble avoir une influence atténuante sur la chaleur libérée due à l'effet de dilution.

Lorsque le rapport E/C décroît, la chaleur d'hydratation peut être exprimée sous forme d'une relation linéaire en fonction de la résistance à la compression. La figure 4.17 illustre clairement cette relation, où l'effet de E/C est bien visible. Une diminution de E/C enregistre une augmentation de la résistance, ainsi la chaleur d'hydratation est diminuée. Pour un rapport E/C donné, l'évolution de la résistance à la compression au cours du temps est importante, contrairement à celle de la chaleur d'hydratation qui donne une évolution moins importante particulièrement pour un E/C de 0.3.

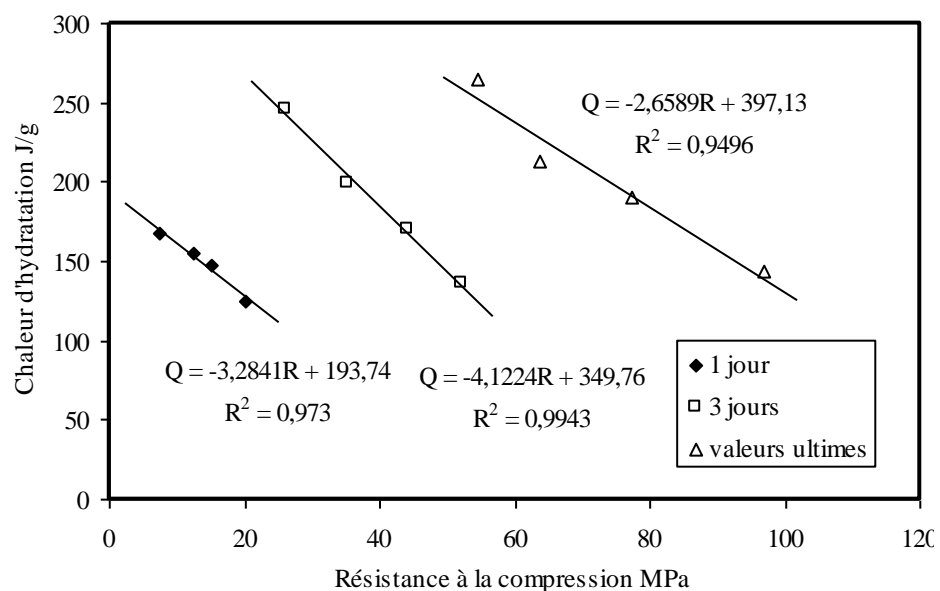


Figure 4.17 : Corrélation de la chaleur d'hydratation en fonction de la résistance à la compression pour un âge donné.

D'après les résultats présentés sur la figure 4.18, la relation entre la chaleur d'hydratation et la résistance à la compression est représentée par une droite horizontale montrant un dégagement presque nul après le premier jour d'hydratation par contre les résistances continuent à augmenter d'une façon remarquable. Lorsque le E/C augmente cette relation est non linéaire où la chaleur d'hydratation enregistre un accroissement considérable dû une quantité d'eau abondante surtout pour un rapport E/C de 0.45.

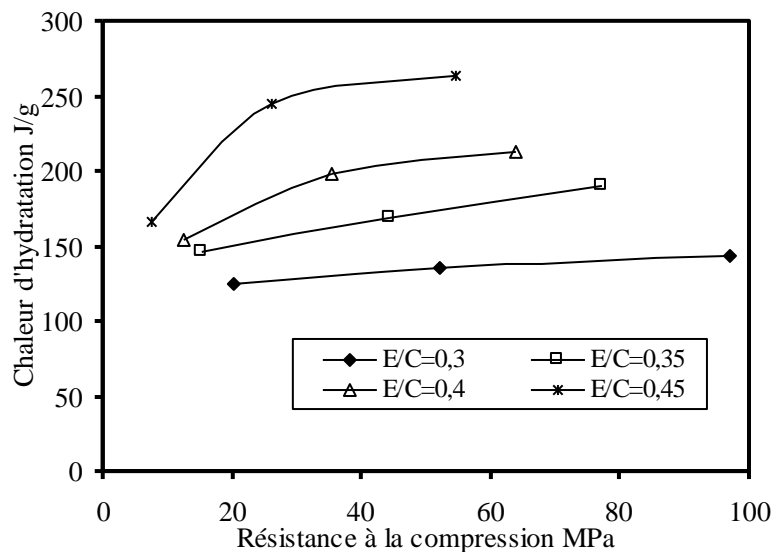


Figure 4.18 : Corrélation de la chaleur d'hydratation en fonction de la résistance à la compression pour E/C donné.

4.8. Conclusion

Après l'analyse de ces résultats, on s'aperçoit que le temps de stabilisation de pression est parfaitement corrélé avec les temps de début et de fin de prise. Le ciment de Chlef est compatible avec le SP3 à base de polycarboxylate. Ce ciment a une faible évolution des résistances au jeune âge, et engendre un retrait plus accéléré comparée avec celles de la littérature. Au delà de 3 jours, il existe une relation linéaire entre le retrait total et la perte en poids qui peut être exprimé par une simple relation en fonction de E/C. En fonction de E/C, la chaleur d'hydratation peut être corrélé linéairement en fonction de la résistance à compression.

Conclusions générales

Conclusions générales

Ce travail a eu pour but de caractériser un ciment composé au jeune et très jeune âge. Une étude expérimentale a été faite afin de caractériser la fluidité du ciment de Chlef adjuvantés avec trois type de superplastifiants de différente génération (SP1, SP2, SP3) en fonction de trois rapports E/C (0.35, 0.4, 0.45). En plus, l'étude s'est étendue à suivre l'évolution de certaines propriétés des pâtes de même ciment préparé avec différents rapports E/C. A partir des résultats trouvés, on a essayé d'établir une corrélation entre les différentes propriétés étudiées.

Après l'identification et l'analyse des résultats obtenus, on a pu récapituler les conclusions suivantes :

- pour les trois rapports E/C (0.35, 0.4, 0.45), le superplastifiant SP3 à base de polycarboxylates donne un faible dosage de saturation qui varie de 0.8 à 1%, et une meilleure compatibilité avec le ciment de Chlef comparée à celle de SP1 et SP2.
- La fluidité avec le SP2 est intermédiaire avec une compatibilité acceptable au voisinage de son dosage de saturation. Le SP1 présente une incompatibilité avec ce ciment, et donne un dosage de saturation variant entre 1 et 1.2 % et qui est similaire à celui trouvé en présence de SP2.
- Le temps de début et de fin de prise sont fortement influencés par le rapport E/C, une augmentation de E/C retarde le temps de début et de fin. Ces résultats sont concordants avec ceux présentés dans la littérature.
- Le coefficient de pression K mesurée prend un sens décroissant au cours du temps ensuite il se stabilise au bout de quelques heures suivant le rapport E/C. La chute de K est d'autant plus rapide que le rapport E/C est faible. Une augmentation de E/C de 0.3 à 0.45 se traduit par un temps de stabilisation du coefficient K décalé de 2.15 heures.

- Le temps de début et de fin de prise mesuré par l'appareil de Vicat et le temps de stabilité de la constante K trouvé par l'appareil du centre de poussée, peuvent être corrélés sous forme d'une relation linéaire. L'effet de E/C induit les mêmes tendances pour les deux techniques de mesure utilisées. La pression se stabilise 3 et 5 heures environ avant le début et la fin de prise.
- Les résultats trouvés pour le retrait endogène volumétrique sont controversés et ne correspondent pas à celles illustrées dans la littérature. Ceci peut être dû à la précision des mesures qui ne peut différencier l'influence du rapport E/C sur ces résultats.
- Au jeune âge, le taux d'évolution des résistances à la compression présenté dans la littérature sont plus développées comparé à celles de ciment de Chlef, ce dernier nécessite une cure ou un degré de broyage plus poussé afin d'améliorer les résistances dans les premiers jours du durcissement.
- La variation de la résistance à la traction en fonction de la résistance à la compression est présentée linéairement, et donne une variation de 0.4 Mpa comparé au modèle de BAEL.
- Une relation linéaire est établie entre la résistance à la compression et le retrait endogène, avec un coefficient de corrélation acceptable.
- La relation entre le retrait total et la perte en poids peut être exprimée par un modèle exponentiel avec un coefficient de corrélation moyen de 0.95, où la corrélation est indépendante de E/C jusqu'à l'âge de 3 jours. Au-delà de cette limite, cette relation peut être exprimée par une simple relation linéaire et dépend fortement de E/C.
- Au-delà de 3 jours, la relation entre le retrait et la perte en poids peut être déduire par une relation unique en combinant les différentes relations de E/C. Cette relation est donnée par :

$$\varepsilon = \left(1903.1 \frac{E}{C} + 62.39 \right) p + \left(26005 \frac{E}{C} - 5980 \right)$$

- La relation entre la chaleur d'hydratation et la résistance à la compression peut être représentée par une relation linéaire. Lorsque le E/C augmente cette relation est non linéaire où la chaleur d'hydratation enregistre un accroissement considérable surtout pour un rapport E/C de 0.45.

Suite à ce travail sur le comportement de la pâte à base de ciment au calcaire, on envisage citer quelques recommandations aux futurs chercheurs afin qu'ils poursuivent ce travail et corriger quelques déficit de ce ciment :

- Incorporer des ajouts actif en combinaison avec le calcaire afin d'améliorer les résistances mécaniques.
- Etendre le champ de la finesse de ce ciment, chercher son influence sur son comportement
- Etudier son comportement sous divers conditions de température et d'humidité, afin de tester son emploi en climat chaud.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

1. NF EN 197-1 (2001), “Ciment : Partie 1 : Composition, spécifications et critères de conformité des ciments courants”, Février, 27 p.
2. Dreux G., (2002), “Nouveau guide du béton et de ses constituants”, Edition Eyrolles, 8^{ème} édition, 404 p.
3. Vernet C., (1986), “Séquence cinétique des réactions d’hydratation de l’aluminatetricalcique en présence de gypse de chaux et de fillers calcaires”, Proceeding of the 8^{ème} Congrès International de la Chimie des Ciments. Rio de Janeiro-Brasil, pp. 70-74.
4. J. Baron, JP. Olivier et J.C.Weiss, (1997), “Les ciments courants : Les bétons, bases et données pour leur formulation ”, Edition Eyrolles, 806p.
5. EN 206-1 (2000), “Concrete - Part 1: Specification, performance, production and conformity”, Décembre, 72 p.
6. Shi C. et Day R.L., (2000), “Pouzzolanic reaction in the presence of chemical activators”. Part 2, Reaction Products and Mechanism”, Cement and Concrete Research, Vol. 30, pp 607-617.
7. Bjornstrom J. et Chandra S., (2003), “Effect of superplasticizers on the rheological properties of cements”, Materials and Structures, Vol. 36, pp. 685-692.
8. Yamada K., Takahashi T., Hanehara S., Matsuhisa M., (2000), “Effects of the chemical structure on the properties of polycarboxylate-type superplasticizer”, Cement and Concrete Research, Vol. 30, pp. 197–207.
9. Winnefeld F., Becker S., Pakusch J., Gotz T., (2007), “Effects of the molecular architecture of comb-shaped superplasticizers on their performance in cementitious systems”, Cement and Concrete Composites, Vol. 29, pp. 251–262.
10. Andriamanantsilavo N.,(2003), “Comportement des Matériaux Cimentaires dans un Coffrage: expérimentation, modélisation et simulation de la poussée et du processus de maturation”, thèse de doctorat de l’université Bretagne sud, 131 p.
11. Assaad J., Khayat K., (2004), “Variations of lateral and pore water pressure of self-consolidating concrete at early age, ACI Materials Journal, Vol:101, pp. 310– 317.
12. Khayat K., Assaad J., Mesbah H. et Lessard M., (2005),” Effect of section width and casting rate on variations of formwork pressure of self-consolidating concrete”, Materials and Structures, Vol. 38, pp. 73-78.
13. Khayat K. et Assaad J., (2008), “Measurement systems for determining formwork pressure of highly-flowable concrete”, Materials and Structures, Vol. 41, pp. 37–46.

14. Assaad J., Khayat K., (2005), “Kinetics of formwork pressure drop of self-consolidating concrete containing various types and contents of binder”, *Cement and Concrete Research*, Vol. 35, pp. 1522– 1530.
15. Khayat K. et Assaad J., (2006), “Effect of w/cm and High-Range Water-Reducing Admixture on Formwork Pressure and Thixotropy of Self-Consolidating Concrete” *ACI Materials Journal*, pp.186-193.
16. Amziane S., (2006), “Setting time determination of cementitious materials based on measurements of the hydraulic pressure variation”, *Cement and Concrete Research*, Vol. 36, pp. 295 – 304.
17. Baron J., Sautrey R., (1995), “béton hydraulique (connaissance et pratique) ”, Presses de l’école nationale des Ponts et Chaussées, France, 560 p.
18. Gartner E.M., Young J.F., Damidot D.A., Jawed I., (2002), “Hydration of Portland cement”, *Structure and Performance of Cements* (Ed. Bensted & Barnes) Spoon Press, London.
19. Neville, A. M. (2000), *Propriétés des bétons*, Edition Eyrolles, 806 p.
20. Nonat, A., (1994), “Interactions between chemical evolution (hydration) and physical evolution (setting) in the case of tricalcium silicate”, *Materials and Structures*, vol. 27, pp. 187-195.
21. Ye G., Lura P., van Breugel K. et Fraaij A.L.A. (2004), “Study on the development of the microstructure in cement-based materials by means of numerical simulation and ultrasonic pulse velocity measurement”, *Cement and Concrete Composites*, Vol. 26, pp. 491–497.
22. Koenders E.A.B. et van Breugel K., (1997), “Numerical modelling of autogenous shrinkage of hardening cement paste”, *Cement and Concrete Research*, Vol. 27, pp. 1489-1499.
23. Powers, T. C., Copeland, L. E. et Mann, H. M. (1959), “Capillary continuity or discontinuity in cement pastes”, *Journal Portland Cement Association Research and Development Laboratories*, pp.38-48.
24. Locher F.W. et Richartz Wet Sprung S. (1976), “Erstarren von Zement. Teil I : Reaktion und gefügegenwicklung” *Zement-Kalk-Gips*, Vol.29, pp. 435-442.
25. Mitani H., (2003), “Variations volumiques des matrices cimentaires aux très jeunes âges : approche expérimentale des aspects physiques et microstructuraux”, thèse de l’école nationale des ponts et chaussées, 185 p.
26. Acker P., (1992), “Retraits et fissurations du béton”. Documents scientifiques et techniques, Association Française Pour la Construction (AFPC), 42 p.

-
27. Esping O., (2007), “Early age properties of self-compacting concrete – Effects of fine aggregate and limestone filler”, thèse de doctorat, Chalmers University of Technology, Göteborg, Sweden, 101 p.
28. Garcia Boivin S., (1999), “Retrait au jeune âge du béton : Développement d'une méthode expérimentale et contribution à l'analyse physique du retrait endogène”, thèse de l'École Nationale des Ponts et Chaussées, 251 p.
29. Holt E., Leivo M., (2004), “Cracking risks associated with early age shrinkage”, *Cement and Concrete Composites*, Vol. 26, pp. 521–530.
30. Yang Y., Satob R., Kawaib K., (2005), “Autogenous shrinkage of high-strength concrete containing silica fume under drying at early ages”, *Cement and Concrete Research*, Vol. 35, pp. 449–456.
31. Baroghel-Bouny V., Mounanga P., Khelidjb A., Loukili A., Rafai N., (2006), “Autogenous deformations of cement pastes Part II. W/C effects, micro–macro correlations, and threshold values”, *Cement and Concrete Research*, Vol. 36, pp. 123–136.
32. Lura P., Breugela K., Maruyamab I., (2001), “Effect of curing temperature and type of cement on early-age shrinkage of high-performance concrete”, *Cement and Concrete Research*, Vol. 31, pp. 1867–1872.
33. Bouasker M., (2007), “Etude numérique et expérimentale du retrait endogène au très jeune âge”, thèse de doctorat de l'université de Nantes, 199 p.
34. Mounanga P., Baroghel-Bouny V., Loukili A., Khelidj A., (2006), “Autogenous deformations of cement pastes: Part I. Temperature effects at early age and micro–macro correlations”, *Cement and Concrete Research*, Vol. 36, pp. 110–122.
35. NF EN 196-1 (1995), “Méthodes d'essais des ciments Partie 1 : Détermination des résistances mécaniques”, AFNOR, 25 p.
36. NF EN 196-3 (1990), “Méthodes d'essais de ciment, Détermination du temps de prise et de la stabilité”, AFNOR – Paris, 10 p.
37. NF P 15-433 (1994), “Méthodes d'essais des ciments: Détermination du retrait et du gonflement”, AFNOR, 05 p.
38. NF P 15-480 (2004), “Méthodes d'essais des ciments Partie 9 : Chaleur d'hydratation — Méthode semi-adiabatique ”, AFNOR, 20 p.
39. Chandra S. and Bjomstrom J. (2002).” Influence of cement and superplasticizers type and dosage on the fluidity of cement mortars - Part I”, *Cement and Concrete Research*, Vol. 32, pp. 1605–1611.
40. Hattori K., (1979). ”Experience with mighty superplasticizer in Japan, in: V.M. Malhotra (Ed.), *ACI SP 62*, pp. 37–66.

- 41.** Jolicoeur C, Simard MA. (1998).” Chemical admixture-cement interactions: phenomenology and physical–chemical concepts”. *Cement and Concrete Composites*, Vol. 20, pp. 87–101.
- 42.** Uchikawa H, Sawaki D, Hanehara S. (1995) “Influence of kind and added timing organic admixture on the composition, structure, and property of fresh cement paste”, *Cement Concrete Research*, vol. 25, pp. 353–64.
- 43.** Chandra S. et Bjomstrom J. (2002) “Influence of superplasticizer type and dosage on the slump loss of Portland cement mortars - Part II”, *Cement and Concrete Research*, Vol. 32, pp.1613–1619.
- 44.** Bentz D. P., (2007), “Cement hydration: building bridges and dams at the microstructure level”, *Materials and Structures*, Vol. 40, pp. 397–404.
- 45.** Amziane S., Ferraris CF., (2004), “Caractérisation de la prise des matériaux cimentaires”. Proc. of the GFR convention, Mulhouse (France) October (in French)
- 46.** Amziane S, Ferraris CF (2005) Monitoring of setting evolution of cementitious materials by measurements of rheological properties and hydraulic pressure variations. *ACI Materials Journal*.
- 47.** Mounanga P. (2003) “Étude expérimentale du comportement de pâtes de ciment au très jeune âge : hydratation, retraits, propriétés thermophysiques”, thèse de doctorat de l’université de Nantes, 245 p.
- 48.** Bentz D. P. (2008), “A review of early-age properties of cements-based materials”, *Cement and Concrete Research*, Vol. 38, pp. 196-204.
- 49.** Irassar E.F., Violini D., Rahhal V.F., Milanesi C., Trezza M.A., Bonavetti V.L., (2011),” Influence of limestone content, gypsum content and fineness on early age properties of Portland limestone cement produced by inter-grinding”, *Cement and Concrete Composites*, Vol, 33, pp. 192–200.
- 50.** Kakali G., Tsvivilis S., Aggeli E., Bati M., (2000), “Hydration products of C3A, C3S and Portland cement in the presence of CaCO₃”, *Cement and Concrete Research*, Vol. 30, pp. 1073–1077.
- 51.** Mounanga P., Ahmad Khokhar M. I., El Hachem R., Loukili A., (2011) “Improvement of the early-age reactivity of fly ash and blast furnace slag cementitious systems using limestone filler”, *Materials and Structures*, Vol. 44, pp. 437–453.
- 52.** De Weerdt K., Ben Haha M., Le Saout G., Kjellsen K.O., Justnes H., Lothenbach B.,(2011) “Hydration mechanisms of ternary Portland cements containing limestone powder and fly ash”, *Cement and Concrete Research*, Vol. 41, pp. 279–291.

53. Bentz D.P., Jensen O.M., Hansen K.K., Olesen J.F., Stang H., Haecker C.J., (2001) “Influence of cement particle size distribution on early age autogenous strains and stresses in cement-based materials, *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 84 pp.129–135.
54. Lura P., O.M. Jensen, K. van Breugel (2003). “Autogenous shrinkage in high-performance cement paste: an evaluation of basic mechanisms”, *Cement and Concrete Research*, Vol. 33, pp. 223-232.
55. Chen W., Brouwers H.J.H., Shui Z.H., (2007), “Three-dimensional computer modelling of slag cement hydration”, *Journal of Materials Sciences*, Vol. 42, pp. 9595-9610.
56. Bonavetti V., Donza H., Menéndez G., Cabrera O., Irassar E.F., (2003), “Limestone filler cement in low w/c concrete: A rational use of energy”, *Cement and Concrete Research*, Vol. 33, pp. 865–871.
57. Bonavetti V., Rahhal V. F., Irassar E. F., (2001) “Studies on the carboaluminate formation in limestone filler-blended cements”. *Cement and Concrete Research*, Vol. 31, pp 853–859.
58. Lothenbach B, Le Saout G, Gallucci E, Scrivener K., (2008), “Influence of limestone on the hydration of Portland cements. *Cement and Concrete Research*, Vol. 38, pp. 848–860.
59. Tsvivilis S., Chaniotakis E., Kakali G., Batis G., (2002), “An analysis of the properties of Portland limestone cements and concrete”, *Cement and Concrete Composites*, Vol. 24, pp. 371-378.
60. Kadri E. H, Aggoun S, De Schutter G, Ezziiane K (2010), “ Combined effect of chemical nature and fineness of mineral powders on Portland cement hydration”, *Materials and Structures*, Vol. 43, pp. 665–673.
61. Itim A., Ezziiane K., Kadri E. H., (2011) “Compressive strength and shrinkage of mortar containing various amounts of mineral additions”, *Construction and Building Materials*, Vol. 25, pp 3603–3609.
62. Loser R., Leemann A., (2009), “Shrinkage and restrained shrinkage cracking of self-compacting concrete compared to conventionally vibrated concrete”, *Materials and Structures*, vol. 42, pp.71–82.
63. Bentz D.P, Peltz M. A., (2008), “reducing thermal and autogenous shrinkage contributions to Early-Age Cracking”, *ACI Materials Journal*, vol. 105, pp. 414–420.
64. Ghrici M., Kenai S., Said-Mansour M., (2007), “Mechanical properties and durability of mortar and concrete containing natural pozzolana and limestone blended cements”, *Cement and Concrete Composites*, vol. 29, pp. 542–549.

- 65.** Bonavetti V., Donza H., Rahhal V., Irassar E., (2000), “Influence of initial curing on the properties of concrete containing limestone blended cement”, *Cement and Concrete Research*, vol. 30, pp. 703–708.
- 66.** Tongaroonsri S., Tangtermsirikul S., (2009), “Effect of mineral admixtures and curing periods on shrinkage and cracking age under restrained condition”, *Construction and Building Materials*, Vol. 23, pp. 1050–1056.
- 67.** Rozière E., Granger S., Turcry Ph., Loukili A., (2007), “Influence of paste volume on shrinkage cracking and fracture properties of self-compacting concrete”, *Cement and Concrete Composites*, vol. 29, pp. 626–636.
- 68.** Brooks J.J., “Influence of mix proportions, plastizers and superplastizers on creep and drying shrinkage of concrete”, *Mag. Concr. Res.* Vol. 41, pp. 145-154.
- 69.** Kadri E. H., R Duval R., (2009), “Hydration heat kinetics of concrete with silica fume”, *Construction and Building Materials*, vol, 23, pp. 3388–3392.
- 70.** Zhang Y., Sun W., Liu S., (2002), “Study on the hydration heat of binder paste in high-performance concrete”, *Cement and Concrete Research*, Vol. 32, pp. 1483–1488.
- 71.** Bresson A. (2006), “ Influence de la minéralogie sur le comportement des mortiers de ciment au jeune age”, thèse de doctorat de l’Université Laval, 150 p.
- 72.** Zhang M. H., Sisomphon K., Siong Ng T., Sun D. J., (2010), “ Effect of superplasticizers on workability retention and initial setting time of cement pastes”, *Construction and Building Materials*, vol. 24, pp. 1700–1707.
- 73.** Ye G., Liu X., Poppe A. M., De Schutter G., van Breugel K. (2007) Numerical simulation of the hydration process and the development of microstructure of self-compacting cement paste containing limestone as filler” *Materials and Structures*, Vol. 40, pp 865–875.
- 74.** Maia L., Azenha M., Faria R., Figueiras J., (2011). “Influence of the cementitious paste composition on the E-modulus and heat of hydration evolutions”, *Cement and Concrete Research*, Vol. 41, pp. 799–807.