

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE M'HAMED BOUGARA-BOUMERDES



Faculté de Technologie

Thèse de Doctorat

Présentée par :

Mr. BOUALI Khaled

En vue de l'obtention du diplôme de **DOCTORAT** en :

Filière : Sciences et génie des matériaux

Spécialité : Physico-chimie des matériaux

**Rhéologie des pâtes et durabilité des mortiers à base des
ciments métallurgiques**

Devant le jury composé de :

OULDOUALI Mohand	Pr.	Univ-Tizi-Ouzou	Président
BOUZIANI Tayeb	Pr.	Univ-Laghouat	Examinateur
ARROUDJ Karima	MCA	Univ-Bab-Ezzouar	Examinatrice
MANSOUR Sabria-Malika	Pr.	Univ-Boumerdes	Examinatrice
SAFI Brahim	Pr.	Univ-Boumerdes	Directeur de Thèse
SAIDI Mohammed	Pr.	Univ-Boumerdes	Co-directeur de Thèse

Année Universitaire 2022/2023

REMERCIEMENTS

Ce travail a été réalisé au sein du département contrôle de qualité de la Société des Ciments de Sour-El-Ghozlane (S.C.S.E.G) et le Centre d'Etude et de Services Technologiques de l'Industrie des Matériaux de Construction (C.E.T.I.M).

Je tiens à remercier mon directeur de thèse, le professeur SAFI Brahim pour son support ainsi que l'intérêt qu'il m'a accordé afin de réaliser ce travail. Nos échanges aussi bien sur le plan scientifique que sur le plan humain ont permis à ma thèse d'aboutir. J'apprécie grandement l'opportunité qu'il m'a fournie. Je tiens également à remercier mon co-directeur de thèse, le Professeur SAIDI Mohamed qui m'a fait entièrement confiance. Je dois remercier le Professeur OULDOUALI Mohand de l'Université de Tizi-Ouzou qui a accepté de présider mon jury de thèse. Je dois remercier également le Professeur BOUZIANI Tayeb de l'Université de Laghouat, ARROUDJ Karima, Maitre de conférence de l'USTHB et MANSOUR Sabria-Malika, Maitre de conférence de l'UMBB, qui me font honneur d'examiner mon travail. Toute ma gratitude à l'équipe du C.E.T.I.M notamment Mr. BELLAL Ahmed, Directeur des laboratoires sans oublier toute l'équipe du laboratoire des essais physiques. Un très grand merci également à ma famille et mes amis, qui m'ont poussé souvent à accomplir ce travail.

ABSTRACT

The Ground-Granulated Blast Furnace Slag (GGBS) is considered as solid waste generated by the metallurgical industry. It is classified according to international regulations as non-hazardous waste, which is why it can be a relevant source to be reused in the concrete manufacturing. So far, research work has shown that this type of waste can be used as sand (fine aggregate) or powder (finely grounded) without disturbing the physical-mechanical performances of the mortar or concrete. However, in the literature, there is little work done on the impact of this type of waste on the durability of mortars or concrete.

In the first part of this thesis, we will deal with the rheological and mechanical behavior of mortars based on Nano-Silica (NS) combined with GGBS. An experimental study was carried out with a constant Water / Binder ratio ($E / L = 0.5$) used for all studied mortars. In order to increase the use of GGBS and reduce clinker consumption, the different amounts (36% and 66%) of GGBS and 3% of NS were chosen and added to Artificial Portland Cement (OPC). Rheological tests were carried out on cement-based pastes and mechanical tests were carried out on mortars produced with metallurgical cement studied. The results obtained show that the cement-based pastes with 3% NS without GGBS were the least viscous and had lower shear stress with acceptable workability compared to other cement pastes. However, in the presence of GGBS, these become more viscous, which makes the flow more difficult with a higher shear stress on flow. In addition, the results showed compared to the GGBS control mortars that the incorporation of a small amount of NS in the cement with GGBS presence of increases remarkably the compressive strength at 28 and 90 days. The incorporation of 3% NS in cement pastes with 36% and 66% of GGBS respectively gave very high compressive strength values at 90 days (71.70 and 56.30 MPa). NS and GGBS can remarkably reduce the porosity of the cement matrix, and increase the density of the latter, which also explains the high compressive strength.

The second part of the thesis will be devoted to the study of the durability of metallurgical cement-based mortars containing GGBS as a fine addition (by partial substitution of cement at 66%). Samples M (control mortar without GGBS) and L66 (mortar containing 66% GGBS) were immersed in different aggressive media, namely hydrochloric acid solution and nitric acid solution. A mass loss monitoring process was developed to characterize the behavior of samples M and L66 in the two aggressive media selected. Finally, an additional study on the analysis of the microstructure of these mortars will be carried out by means of investigation (DRX and SEM).

Keywords: Cement, Mortar, Ground-Granulated Blast Furnace Slag, Nano-Silica, Rheology, Hydration, Durability, Mechanical properties.

RÉSUMÉ

Le laitier de haut fourneau (LHF) est considéré comme un déchet solide généré par l'industrie métallurgique. Il est classé selon le règlement international en tant que déchet non-dangereux, c'est la raison pour laquelle il peut être une source pertinente pour être réutilisé dans la fabrication des bétons. Jusqu'à présent, les travaux de recherche réalisés ont montré que ce type de déchets peut être utilisé en tant que sable (granulat fin) ou poudre (finement broyée) sans perturber les performances physico-mécaniques du mortier ou du béton. Néanmoins, dans la littérature, il y a peu de travaux réalisés sur l'impact de ce type de déchets sur la durabilité des mortiers ou des bétons.

Nous traiterons dans la première partie de cette thèse le comportement rhéologique et mécanique des mortiers à base de Nano-Silice (NS) combinée avec du Laitier de Haut Fourneau (LHF). Une étude expérimentale a été menée avec un rapport Eau/Liant constant ($E/L = 0,5$) utilisé pour tous les mortiers étudiés. Afin de majorer l'utilisation du LHF et diminuer la consommation en clinker, les différentes teneurs (36% et 66%) de LHF et 3% de NS ont été choisies et ajoutées au Ciment Portland Artificiel (CEMI). Des tests rhéologiques ont été réalisés sur des pâtes à base de ciment et des tests mécaniques ont été réalisés sur des mortiers élaborés avec du ciment métallurgique étudié. Les résultats obtenus montrent que les pâtes à base de ciment avec 3% de NS sans LHF étaient les moins visqueuses et avaient une contrainte de cisaillement plus faible avec une maniabilité acceptable par rapport aux autres pâtes de ciment. Cependant, en présence de LHF, ces dernières deviennent plus visqueuses, ce qui rend l'écoulement plus difficile avec une contrainte de cisaillement plus élevée à l'écoulement. De plus, les résultats ont montré par rapport aux mortiers témoins à base de LHF que l'incorporation d'une faible quantité de NS dans le ciment en présence de LHF augmente remarquablement la résistance à la compression à 28 et à 90 jours. L'incorporation de 3% de NS dans les pâtes de ciment avec une teneur en LHF de 36% et 66% a donné respectivement des valeurs de résistance à la compression à 90 jours très élevées (71,70 et 56,30 MPa). NS et LHF peuvent réduire remarquablement la porosité de la matrice de ciment, et augmenter la densité de cette dernière, ce qui explique également la résistance élevée à la compression.

La deuxième partie de la thèse sera consacrée à l'étude de la durabilité des mortiers à base de ciments métallurgique contenant du LHF en tant qu'ajout fin (par substitution partielle du ciment à 66%). Des échantillons M (mortier témoin sans LHF) et L66 (mortier contenant 66% de LHF) ont été immergés dans de différents milieux agressifs en l'occurrence solution d'acide chlorhydrique et solution d'acide nitrique. Un processus de suivi de la perte de masse a été élaboré pour caractériser le comportement des échantillons M et L66 dans les deux milieux agressifs sélectionnés. En finalité, une

étude complémentaire sur l'analyse de la microstructure de ces mortiers sera réalisée par les moyens d'investigation (DRX et MEB).

Mots clés: Ciment, Mortier, Laitier de Haut Fourneau Granulé, Nano-Silice, Rhéologie, Hydratation, Durabilité, Propriétés mécaniques.

ملخص

يعتبر خبث أفران الصهر نفايات صلبة ناتجة عن صناعة المعادن. تم تصنيفها وفقاً للوائح الدولية على أنها نفايات غير خطيرة ما يرشحها أن تكون مصدراً مناسباً لإعادة استخدامها في تصنيع الخرسانة. حتى الآن، أثبتت الأبحاث أن هذا النوع من النفايات يمكن استخدامه كرمال (ركاماً ناعماً) أو مسحوق (مطحون ناعماً) دون الإخلال بالأداء الفيزيائي والميكانيكي للملاط أو الخرسانة. ومع ذلك، في المراجع، هناك القليل من الأعمال المنجزة حول تأثير هذا النوع من النفايات على متانة الملاط أو الخرسانة.

في الجزء الأول من هذه الأطروحة، سوف نتعامل مع السلوك الريولوجي والميكانيكي لبعض العينات التي تعتمد بشكل أساسي على النانو سيليكيا مع خبث الفرن العالي. أجريت دراسة تجريبية باستخدام نسبة ثابتة ماء / الإسمنت ($E/L = 0.5$) المستخدمة لجميع الملاط المدروس. من أجل زيادة استخدام خبث الفرن العالي وتقليل استهلاك الكلنكر، تم اختيار المحتويات المختلفة (36% و 66%) من خبث الفرن العالي و 3% من نانو سيليكيا وإضافتها إلى الإسمنت البورتلاندي الاصطناعي. أجريت الاختبارات الريولوجية على العينات التي تعتمد على الإسمنت، كما أجريت الاختبارات الميكانيكية على الملاط المنتج من الإسمنت المعدني. أظهرت النتائج التي تم الحصول عليها أن العينات التي تعتمد على الإسمنت بنسبة 3% من النانو سيليكيا بدون خبث الفرن العالي كانت الأقل لزوجة ولديها إجهاد قص أقل مع قابلية تشغيل مقبولة مقارنة بعينات الإسمنت الأخرى. ومع ذلك، في وجود خبث الفرن العالي، تصبح هذه الأخيرة أكثر لزوجة، مما يجعل التدفق أكثر صعوبة مع زيادة إجهاد القص على التدفق. بالإضافة إلى ذلك، أظهرت النتائج مقارنة بملاط خبث الفرن العالي المرجعي أن دمج كمية صغيرة من النانو سيليكيا مع الإسمنت في وجود خبث الفرن العالي يزيد بشكل ملحوظ من مقاومة الانضغاط عند 28 و 90 يوماً. أعطى دمج 3% من النانو سيليكيا في عينات الإسمنت بمحتوى 36% و 66% من خبث الفرن العالي على التوالي قيم مقاومة انضغاط عالية جداً خلال 90 يوماً (71.70 و 56.30 ميجا باسكال). يمكن أن يقلل النانو سيليكيا وخبث الفرن العالي بشكل ملحوظ من مسامية كتل الإسمنت، ويزيد من كثافة هذا الأخير، وهو ما يفسر أيضاً قوة الضغط العالية.

سيخصص الجزء الثاني من الأطروحة لدراسة مقاومة الملاط المعدني القائم على الإسمنت المحتوي على خبث الفرن العالي كإضافة دقيقة (عن طريق الاستبدال الجزئي للإسمنت بنسبة 66%). تم غمر العينات (M) ملاط تحكم بدون خبث الفرن العالي و (L66) ملاط يحتوي على 66% من خبث الفرن العالي في أوساط عدوانية مختلفة، وهي محلول حمض الهيدروكلوريك ومحلول حمض النيتريك. تم تطوير عملية مراقبة خسارة الوزن لتوصيف سلوك العينات M و L66 في الوسطين العدوانيين المختارين. أخيراً، سيتم إجراء دراسة إضافية حول تحليل البنية المجهرية لعينات الملاط هذه عن طريق التحقيق DRX و SEM.

الكلمات المفتاحية: إسمنت، ملاط، خبث الفرن العالي، نانو سيليكيا، ريولوجيا، مقاومة، خواص ميكانيكية

TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS	1
ABSTRACT	2
RÉSUMÉ	3
ملخص	4
TABLE DES MATIÈRES	5
LISTE DES FIGURES	9
LISTE DES TABLEAUX	11
INTRODUCTION GÉNÉRALE	12
CHAPITRE I	16
I. 1 DEFINITION DU CIMENT PORTLAND.....	16
I. 2 COMPOSITION CHIMIQUE ET MINÉRALOGIQUE DU CLINKER.....	16
I. 2. 1 Composition chimique.....	16
I. 2. 2 Composition minéralogique.....	17
I. 3 CARACTERISTIQUES DU CIMENT.....	17
I. 3. 1 Caractéristiques physico-chimiques.....	17
I. 3. 2 Caractéristiques chimiques.....	19
I. 4 LES MORTIERS.....	20
I. 4. 1 Constituants des mortiers.....	20
I. 4. 1. 1 Le liant.....	20
I. 4. 1. 2 Le sable.....	20
I. 4. 1. 3 L'eau de gâchage.....	21
I. 4. 1. 4 Les additifs.....	21
I. 4. 1. 4. 1 Les adjuvants.....	21
I. 4. 1. 4. 2 Les ajouts.....	22
I. 4. 2 Types des mortiers.....	24
I. 4. 2. 1 Mortiers de ciment.....	24
I. 4. 2. 2 Mortiers de chaux.....	24
I. 4. 2. 3 Mortiers bâtards.....	25
I. 4. 2. 4 Mortiers réfractaires.....	25
I. 4. 2. 5 Mortiers rapides.....	25
I. 4. 2. 6 Mortiers industriels.....	25
I. 4. 3 Classification des mortiers.....	25
I. 4. 3. 1 Classification générale des mortiers.....	25
I. 4. 3. 2 Classes des mortiers.....	27
I. 4. 4 Préparation des mortiers.....	27
I. 4. 5 Caractéristiques des mortiers.....	27
I. 4. 5. 1 Ouvrabilité.....	28
I. 4. 5. 2 Prise.....	29
I. 4. 5. 3 Résistance mécanique.....	29
I. 4. 5. 4 Retrait et gonflement.....	29
I. 4. 5. 5 Masse volumique apparente.....	30
I. 4. 5. 6 Masse volumique absolue.....	30
I. 4. 5. 7 Porosité et compacité.....	30
CHAPITRE II	31
II. 1 LAITIER DE HAUT FOURNEAU D'EL-HADJAR.....	31
II. 1. 1 Élaboration du Laitier d'El-Hadjar.....	33

II. 1. 1. 1	Les matières premières.....	33
II. 1. 1. 2	Formation du laitier	33
II. 1. 1. 3	Traitement du laitier.....	33
II. 1. 1. 3. 1	Refroidissement lent	34
II. 1. 1. 3. 2	Refroidissement brutal	35
II. 2	CARACTERISATION DU LAITIER GRANULE	36
II. 2. 1	Propriétés physiques.....	36
II. 2. 1. 1	Masses volumiques.....	36
II. 2. 1. 2	Granulométrie	36
II. 2. 2	Etude de la réactivité hydraulique.....	37
II. 2. 2. 1	Composition chimique	37
II. 2. 2. 1. 1	Analyse aux rayons X et détermination du taux de vitrification	37
II. 2. 2. 1. 2	Module chimique I.....	38
II. 2. 2. 1. 3	Les indices d'activité	38
II. 2. 2. 1. 4	L'essai accéléré à la soude	39
II. 2. 2. 1. 5	Indice d'efficacité hydraulique h	40
II. 2. 2. 2	Discussion.....	41
II. 2. 2. 3	Conclusion	43
II. 2. 3	Caractérisation du laitier cristallisé d'El-Hadjar	43
II. 2. 3. 1	Propriétés physiques	43
II. 2. 3. 1. 1	Masse volumique.....	43
II. 2. 3. 1. 2	Porosité.....	44
II. 2. 4	Propriétés chimiques	44
II. 2. 4. 1. 1	Composition chimique.....	44
II. 2. 4. 1. 2	Composition minéralogique	44
II. 2. 5	Discussion	45
II. 2. 6	Conclusion.....	45
II. 3	NANO-SILICE	46
II. 3. 1	Introduction	46
II. 3. 2	Définition de la Nano-Silice	46
II. 3. 3	Nano-technologie	47
II. 3. 4	Nano-matériaux	47
II. 3. 4. 1	Les nano-objets.....	47
II. 3. 4. 2	Les nano-structurés.....	47
II. 3. 5	Nano-produits et applications par secteur.....	48
II. 3. 6	La raison derrière l'utilisation de nanomatériaux.....	49
II. 3. 7	Méthodes de production de Nano-Silice.....	49
II. 3. 8	Composition chimique de la Nano-Silice	50
II. 3. 9	Effet de la Nano-Silice sur les propriétés des mortiers.....	50
II. 3. 10	Taux de dégagement de chaleur.....	50
II. 3. 11	Effet pouzzolnique	51
II. 3. 12	Problèmes d'addition de la Nano-Silice	54

CHAPITRE III 55

III. 1	COMPORTEMENT RHEOLOGIQUE DES FLUIDES	55
III. 1. 1	Différents types d'écoulement de la matière.....	55
III. 1. 2	Thixotropie	57
III. 1. 3	Fluides viscoplastiques.....	58
III. 2	CARACTERISATION RHEOLOGIQUE DES BETONS.....	59
III. 2. 1	Rhéologie des bétons.....	59
III. 2. 2	Comportement rhéologique des pates cimentaires	61
III. 2. 2. 1	Comportement indépendant du temps	61
III. 3	INFLUENCE DES ADJUVANTS SUR LE COMPORTEMENT RHEOLOGIQUE DES COULIS.....	62
III. 3. 1	Influence des superplastifiants	62

III. 3. 2	Influence des agents de viscosité	63
-----------	---	----

CHAPITRE IV 64

IV. 1	MATERIAUX UTILISES.....	64
IV. 1. 1	Ciment.....	64
IV. 1. 2	Sable.....	65
IV. 1. 3	Laitier de Haut Fourneau.....	66
IV. 1. 3. 1	Activité du laitier.....	66
IV. 1. 4	Nano-Silice.....	67
IV. 1. 4. 1	Applications et Propriétés	68
IV. 1. 4. 2	Propriétés.....	68
IV. 1. 5	Superplastifiant.....	69
IV. 1. 5. 1	Domaines d'application.....	69
IV. 1. 5. 2	Caractères généraux.....	69
IV. 1. 6	Eau de gâchage.....	69
IV. 1. 6. 1	Caractéristiques de l'eau utilisée.....	70
IV. 2	PROCÉDURES EXPERIMENTALES.....	70
IV. 2. 1	Composition des mortiers étudiés	70
IV. 2. 2	Méthodes d'essai.....	71
IV. 2. 2. 1	Étude rhéologique	71
IV. 2. 2. 1. 1	Thixotropie des pâtes cimentaires	71
IV. 2. 2. 1. 2	Méthode de mesure	72
IV. 2. 2. 2	Résistance à la flexion et à la compression	73
IV. 2. 2. 2. 1	Conduit de l'essai.....	73
IV. 2. 2. 2. 2	Essai de résistance à la flexion et à la compression	75
IV. 2. 2. 3	Microscopie Électronique à Balayage (MEB).....	75
IV. 2. 2. 3. 1	Principe d'un Microscopie Électronique à Balayage	75
IV. 2. 2. 3. 2	Préparation des échantillons et appareillage utilisé.....	76
IV. 2. 2. 4	Durabilité des mortiers dans de différents milieux agressifs.....	77
IV. 2. 2. 4. 1	Mode opératoire.....	77

CHAPITRE V 78

V. 1	RESULTATS ET DISCUSSIONS	78
V. 1. 1	Étude rhéologique des pâtes cimentaires.....	78
V. 1. 1. 1	Effet du LHF sur la rhéologie des pâtes.....	78
V. 1. 1. 2	Effet combiné de LHF et NS sur la rhéologie des pâtes	79
V. 1. 1. 3	Comportement rhéologique des pâtes cimentaires	80
V. 1. 1. 4	Mesures de la thixotropie des pâtes	81
V. 1. 1. 4. 1	Pâtes cimentaires sans Nano-Silice	81
V. 1. 1. 4. 2	Pâtes cimentaires en présence de Nano-Silice	82
V. 1. 1. 5	Effet de NS sur le caractère thixotrope des pâtes cimentaires	84
V. 1. 2	Propriétés des mortiers à l'état durci	85
V. 1. 2. 1	Masse volumique apparente des mortiers	85
V. 1. 2. 2	Développement des résistances à la flexion et à la compression	86
V. 1. 3	Microstructure des mortiers.....	90
V. 1. 3. 1	Microstructure du mortier témoin M	90
V. 1. 3. 2	Microstructure du mortier L66 à base de LHF	90
V. 1. 3. 3	Microstructure du mortier MNS à base de NS	92
V. 1. 3. 4	Microstructure du mortier L66NS à base de LHF et NS.....	93
V. 1. 4	Durabilité des mortiers dans les différents milieux agressifs	94
V. 1. 4. 1	Mode opératoire	94
V. 1. 4. 2	Résultats des différentes attaques de solutions.....	95
V. 1. 4. 3	Résistance mécanique après attaque chimique	96
V. 1. 4. 4	Microstructure des mortiers après attaque chimique	98
V. 1. 4. 4. 1	Microstructure du mortier L66 attaqué par solution HCl.....	98

V. 1. 4. 4. 2	Microstructure du mortier L66 attaqué par solution HNO ₃	100
V. 1. 4. 5	Interprétation des résultats	101
V. 2	CONCLUSION.....	101
	CONCLUSION GÉNÉRALE.....	103
	PERSPECTIVES.....	105
	RÉFÉRANCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	106
	ANNEXES	110

LISTE DES FIGURES

Figure I.1: Constituants des mortiers	20
Figure I.2: Table à secousses.....	28
Figure I.3: Principe de fonctionnement du maniabilimètre	28
Figure I.4: Volume quelconque	30
Figure I.5: Volume unitaire	30
Figure II.1: Coulée de Laitier à la sortie du Haut Fourneau	34
Figure II.2: Laitier cristallisé compact	34
Figure II.3: Laitier cristallisé poreux	35
Figure II.4: Granulation et trempe du Laitier à sa sortie du Haut Fourneau d'El-Hadjar	35
Figure II.5: Courbe granulométrique du Laitier granulé de Haut Fourneau d'El-Hadjar	36
Figure II.6: Diffractogramme aux rayons X du Laitier granulé d'El-Hadjar	38
Figure II.7: Evolution de l'indice h à 7 et à 28 jours en fonction de la finesse du Laitier granulé [32]	43
Figure II.8: Diffractogramme du laitier cristallisé d'El-Hadjar.....	45
Figure II.9: Courbes calorimétriques d'évaluation de la chaleur [52]	51
Figure II.10: Micrographies MEB d'une pâte contenant des particules de Nano-Silice (a) 10 000 et (b) 5000 [52]	52
Figure II.11: Micrographies MEB de pâte témoin : (a) 10 000 et (b) 5000 [52]	52
Figure II.12: Images MEB des échantillons de mortier après 7 jours de durcissement: a) témoin, grossissement x10 000; b) 10% NS, grossissement x7 500; c) 10% FS, grossissement x5 000; d) 10% CV, grossissement x10 000 [53]	53
Figure II.13: Images MEB des échantillons de mortier après 28 jours de durcissement: a) témoin, grossissement x 5 000; b) NS10, grossissement x 15 000; c) SF10, grossissement x5 000; d) FA10, grossissement x5 000 [53]	54
Figure III.1: Les différents types d'écoulement de la matière	55
Figure III.2: Le corps thixotropique	57
Figure III.3: Comportement d'un corps thixotrope	58
Figure III.4: (a) Variation de la viscosité de différents matériaux (b) variation de la viscosité d'un système thixotropique sous l'influence d'une contrainte de cisaillement maintenue constante [59]	58
Figure III.5: Lois de comportements rhéologiques du béton [64]	60
Figure III.6: Les diverses contributions rhéologiques des matériaux constitutifs du béton [64].....	60
Figure III.7: Evolution de la viscosité apparente d'un matériau cimentaire en fonction du cisaillement qui lui est appliqué.....	61
Figure IV.1: Composition granulométrique du sable normalisé	65
Figure IV.2: Diffractogramme du Laitier de Haut Fourneau de SIDER El-Hadjar	67
Figure IV.3: Microscopie Électronique à Balayage du Laitier de Haut Fourneau de SIDER El-Hadjar	67
Figure IV.4: Microscopie Électronique à Balayage de NS (AEROSIL® 200)	68
Figure IV.5: Cycle d'hystérésis d'un fluide thixotrope	72
Figure IV.6: Tests rhéologiques (a) Rhéomètre AR2000 (b) Valve à géométrie ronde	72
Figure IV.7: Protocole adopté pour caractériser le comportement thixotrope	73
Figure IV.8: Éprouvettes avant et après démoulage	74
Figure IV.9: Éprouvettes dans le bain marée	75
Figure IV.10: Microscope Electronique à Balayage (PHILIPS ESEM FEG XL 30)	76
Figure IV.11: Milieux acides (HNO ₃ et HCl)	77
Figure IV.12: Immersion des échantillons dans les milieux agressifs.....	77

Figure V.1: Contrainte de cisaillement des pâtes cimentaires à base de LHF	79
Figure V.2: Viscosité des pâtes cimentaires à base de LHF	79
Figure V.3: Contrainte de cisaillement des pâtes cimentaires à base de LHF en présence de NS.....	80
Figure V.4: Viscosité des pâtes cimentaires à base de LHF en présence de NS.....	80
Figure V.5: Contrainte de cisaillement des pâtes cimentaires à base de LHF en fonction de la vitesse de cisaillement	81
Figure V.6: Contrainte de cisaillement des pâtes cimentaires à base de LHF en présence de NS en fonction de la vitesse de cisaillement	81
Figure V.7: Evolution de la contrainte de cisaillement en mesure thixotropie en fonction de la vitesse de cisaillement	82
Figure V.8: Evolution de la contrainte de cisaillement en mesure thixotropie en fonction de temps	82
Figure V.9: Evolution de la contrainte de cisaillement en mesure thixotropie en fonction de la vitesse de cisaillement	83
Figure V.10: Evolution de la contrainte de cisaillement en mesure thixotropie en fonction de temps	83
Figure V.11: Evolution de la viscosité des pâtes étudiées sans NS en fonction de temps	84
Figure V.12: Evolution de la viscosité des pâtes étudiées avec NS en fonction de temps	84
Figure V.13: Evolution de la viscosité des pâtes étudiées en fonction de temps; effet de la présence de NS.	85
Figure V.14: Masse volumique des mortiers	86
Figure V.15: Développement des résistances mécaniques à la flexion.....	87
Figure V.16: Développement des résistances mécaniques à la compression	87
Figure V.17: Gain en résistance mécanique des mortiers à base de NS en présence de LHF par rapport au mortier de référence exempts de NS	89
Figure V.18: Effet combiné de LHF et NS sur le développement de la résistance mécanique des mortiers à la compression	89
Figure V.19: Cliché MEB du mortier témoin M après 90 jours	90
Figure V.20: Spectre d'analyse EDX du mortier témoin M après 90 jours	90
Figure V.21: Cliché MEB du mortier L66 après 90 jours	91
Figure V.22: Spectre d'analyse EDX du mortier L66 après 90 jours	91
Figure V.23: Cliché MEB du mortier MNS après 90 jours	92
Figure V.24: Spectre d'analyse EDX du mortier MNS après 90 jours	92
Figure V.25: Cliché MEB du mortier L66NS après 90 jours.....	93
Figure V.26: Spectre d'analyse EDX du mortier L66NS après 90 jours.....	94
Figure V.27: Etat des éprouvettes après 84 jours d'attaque par solution de HCl et HNO ₃	95
Figure V.28: Perte de masse des mortiers M et L66 dans la solution HCl (%)	96
Figure V.29: Perte de masse des mortiers M et L66 dans la solution HNO ₃ (%).....	96
Figure V.30: Résistance des mortiers à la compression après 84 jours d'attaque par solution HCl et HNO ₃ ..	97
Figure V.31: Perte de Résistance des mortiers à la compression après 84 jours d'attaque chimique par solution HCl et HNO ₃	98
Figure V.32: Cliché MEB du mortier L66 après 84 jours d'attaque par solution HCl	99
Figure V.33: Spectre d'analyse EDX du mortier L66 après 84 jours d'attaque par solution HCl	99
Figure V.34: Cliché MEB du mortier L66 après 84 jours d'attaque par solution HNO ₃	100
Figure V.35: Spectre d'analyse EDX du mortier L66 après 84 jours d'attaque par solution HNO ₃	100

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I.1: Exigences chimiques définies en termes de valeurs caractéristiques des ciments courants.....	19
Tableau I.2: Différentes actions des adjuvants.....	22
Tableau I.3: Dosages des mortiers.....	27
Tableau II.1: Production du Laitier de Haut Fourneau d'El-Hadjar.....	31
Tableau II.2: Consommation du laitier granulé par la cimenterie de Hadjr-Soud.....	32
Tableau II.3: Composition chimique du minerai de fer.....	33
Tableau II.4: Composition chimique du laitier granulé de hauts fourneaux d'El-Hadjar.....	37
Tableau II.5: Valeurs normalisées du module chimique I [40].....	38
Tableau II.6: Calcul des indices chimiques.....	39
Tableau II.7: Test à la soude: Résultats des essais de compression sur mortier de laitier active.....	40
Tableau II.8: Test à la soude: rapport K entre la résistance moyenne des mortiers de laitier et les valeurs limites minimales exigées. Influence de la finesse de mouture du laitier.....	40
Tableau II.9: Composition chimique du clinker.....	40
Tableau II.10: Composition minéralogique estimée du clinker.....	41
Tableau II.11: Classification des indices d'efficacité hydraulique des laitiers.....	41
Tableau II.12: Indice d'efficacité hydraulique h du laitier d'El-Hadjar.....	41
Tableau II.13: Composition minéralogique du laitier cristallisé d'El-Hadjar [25].....	44
Tableau II.14: Analyse des pâtes de ciment sans et avec différents ajouts.....	52
Tableau IV.1: Composition chimique du ciment CEM I (Sour-El-Ghozlane).....	64
Tableau IV.2: Composition minéralogique du ciment CEM I.....	64
Tableau IV.3: Délais de prise du ciment CEM I.....	64
Tableau IV.4: Résistances à la compression et à la flexion du ciment CEM I.....	65
Tableau IV.5: Composition chimique du Laitier de Haut Fourneau de SIDER El-Hadjar.....	66
Tableau IV.6: Caractéristiques techniques de NS (AEROSIL® 200).....	68
Tableau IV.7: Caractéristiques techniques du Superplastifiant (TEMPO 12).....	69
Tableau IV.8: Caractéristiques physico-chimiques et organiques de l'eau de gâchage.....	70
Tableau IV.9: Échantillons préparés pour la rhéologie.....	71
Tableau IV.10: Identification des mortiers confectionnés à base de LHF et NS.....	71
Tableau V.1: Masse volumique des mortiers.....	85
Tableau V.2: Résultats de résistance mécanique à la flexion (MPa).....	86
Tableau V.3: Résultats de résistance mécanique à la compression (MPa).....	87
Tableau V.4: Développement des résistances mécaniques à la compression par rapport au mortier témoin (%).....	88
Tableau V.5: Développement des résistances mécaniques à la compression par rapport au mortiers sans NS (%).....	88
Tableau V.6: Résistance des mortiers à la compression après 84 jours d'attaque par solution HCl et HNO ₃ ..	97

INTRODUCTION GÉNÉRALE

L'utilisation du Laitier de Haut Fourneau (LHF) en remplacement du ciment portland est l'une des réponses possibles à la nécessité de développer des liants cimentaires à faible empreinte carbone. En plus, l'effet pouzzolanique et l'effet physique des grains de LHF peut aussi améliorer la maniabilité, la résistance mécanique et la durabilité du béton. [1-4]

Dans les dernières années, plusieurs études ont montré que l'utilisation des Nano-Silices (NS) dans les matériaux à base de ciment peut remarquablement améliorer les propriétés à l'état solide. La recherche menée par Land et al. [5] a montré que lorsque NS se combine avec C_3S , les germes de C-S-H décrits par Thomas et al. [6] sont formés sur la surface de silice par une réaction pouzzolanique prématurée pour accélérer le processus d'hydratation de C_3S . Jo et al. [7] ont trouvé que l'ajout de 3% de NS peut développer la résistance du mortier. Nazari et al. [8-10] ont montré que NS peut réduire la porosité du bloc du béton en comblant les vides, ce qui améliore la structure de pores du béton durci; les résultats de Ji et al. [11] confirme que les NS peuvent promouvoir l'imperméabilité et la résistance au cycle gel-dégel du béton en améliorant la structure interne de pores. Ainsi, Le rôle des NS peut être résumé ci-dessous:

- Ne jouent pas uniquement le rôle de fillers, mais aussi un catalyseur de réactions pouzzolaniques [12].
- Se comportent comme un site de nucléation pour les germes de C-S-H ce qui accélère l'hydratation du ciment [5].
- Accélèrent l'hydratation de C_3S et la formation des cristaux de portlandite ($Ca(OH)_2$) et les groupes homogènes de C-S-H [5].

Zhang et al. [13 et 14] ont trouvé que l'utilisation de NS réduit le délai de prise et augmente la résistance de béton à jeune âge en présence de grandes quantités de LHF, Mais pour l'interaction entre NS et ce dernier, ils n'ont pas donné une explication claire. Selon le rapport de littérature [5, 12 et 15], nous pouvons déduire que NS et LHF peuvent régulariser la microstructure et les propriétés des matériaux cimentaires en exploitant au maximum l'effet synergique de remplissage, l'effet de nucléation et l'effet d'activité entre eux, par conséquent, une progression considérable en terme de performances des matériaux cimentaires.

La norme EN 197-1 (2012) définit les ciments contenant des taux élevés de LHF sous les dénominations CEM III/A, B et C, fonction du taux de substitution (36%-65%, 66%-80% et 81%-95% respectivement). Les bétons et mortiers contenant des liants cimentaires riches en LHF sont reconnus généralement comme plus durables. La maîtrise de la durabilité des produits constitue un enjeu majeur

INTRODUCTION GÉNÉRALE

afin de garantir la pérennité des structures et la sécurité des usagers. Elle permet également de limiter les réparations et le renouvellement des structures à moyen et à long terme en augmentant leur durée de vie. La norme EN 206 et son complément national (2014) définissent différentes classes d'exposition en fonction de l'environnement dans lequel se trouve l'ouvrage (risque de corrosion en présence de chlorures ou par carbonatation, gel/dégel, environnements chimiques agressifs, ...etc). Les formulations contenant de forts taux de substitution de LHF sont reconnues pour leur résistance à la pénétration des chlorures externes pouvant conduire à la corrosion en raison de leurs propriétés de transfert mais aussi d'une plus grande capacité de fixation des chlorures au sein de la matrice cimentaire. La durabilité d'un béton dépend essentiellement de sa porosité donc de la fissuration développée et de la résistance à la compression, mais aussi de la différence de concentration des alcalins entre la solution interstitielle et l'environnement extérieur.

Dans les ouvrages d'assainissement, le béton doit y avoir les propriétés globales suivantes:

- Être très dense et imperméable pour minimiser les contaminations vers l'environnement.
- Avoir le maximum de résistance vis-à-vis des agents chimiques naturels ou provenant des différents traitements.

Les travaux de cette thèse se sont déroulés majoritairement au sein du Centre d'Études et de Services Technologiques de l'Industrie des Matériaux de Construction (C.E.T.I.M), l'Unité de Recherche des Matériaux, Procédés et Environnement (UR-MPE), le Centre de Recherche et Développement de SONATRACH (CR&D) et le Département Contrôle de Qualité de la Société des Ciments de Sour-El-Ghozlane (SCSEG). L'axe principal des études réalisées se focalisent principalement sur le comportement rhéologique des pâtes et le comportement physico-mécanique des mortiers à base de LHF combiné avec NS, en outre, nous avons consacré une partie pour évaluer pendant 84 jours la durabilité des mortiers constitués d'un ciment portland de type CEMI en combinaison avec 66% de LHF (L66) face aux environnements agressifs à savoir: solution d'acide Chlorhydrique (HCl) et solution d'acide Nitrique (HNO₃).

Ce manuscrit est organisé en cinq chapitres:

Le premier sera consacré à présenter des généralités sur les ciments portlands en citant leurs caractéristiques chimiques et physico-mécaniques essentielles ainsi que leurs particularités du point de vue des propriétés à l'état frais et durci. Ce même chapitre va traiter les mortiers dans sa deuxième partie en décrivant leurs différents constituants, leurs types et leurs classifications selon le domaine d'utilisation (mortier de pose, mortier de joints, ...etc.) ou bien selon la nature de liant (mortier de ciment portland, mortier de chaux, mortier bâtard, ...etc.). Il va décrire également les différentes caractéristiques des mortiers telles que l'ouvrabilité, la prise, la résistance mécanique, la masse volumique, le retrait, le gonflement, ... etc.

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Le deuxième donnera un aperçu général sur les ajouts cimentaires utilisés tels que le Laitier de Haut Fourneau d'El-Hadjar et la Nano-Silice. Il va décrire en premier lieu le LHF d'El-Hadjar en attaquant brièvement les différents modes industriels d'élaboration (Laitier granulé et Laitier cristallisé), les propriétés physiques, les propriétés chimiques et la réactivité hydraulique. Dans un second lieu, il va définir la NS en indiquant également son rôle majeur dans les nano-matériaux et la nano-technologie en général sans oublier son application dans de différents secteurs. Ce chapitre sera clôturé en se projetant sur l'effet pouzzolanique de ces ajouts cimentaires sur la microstructure des matériaux.

Le troisième présentera un état de l'art relatif aux notions de la rhéologie des pâtes cimentaires, en décrivant le comportement rhéologique et les différents types d'écoulement de la matière à savoir visqueux ou visco-plastique. Les modèles cités, en l'occurrence les modèles de Herschel-Bulkley, Bingham, Newtonien ... etc. Il mettra également sur le volet thixotropie précisément les corps thixotropes, il abordera également les caractéristiques rhéologiques des bétons et l'influence des adjuvants sur le comportement rhéologique des coulis.

Le quatrième présentera l'ensemble des matériaux utilisés, leur mise en œuvre et les techniques expérimentales permettant leur caractérisation. D'autre part, il décrira les méthodologies adoptées lors de la réalisation de ce travail. Une étude rhéologique complète (modèle d'écoulement et comportement thixotropique) menée sur différentes variantes des pâtes cimentaires en premier lieu ensuite une étude physico-mécanique sera réalisée sur des mortiers de ciment métallurgique. Durant cette étude, des essais de résistance mécanique à la flexion et à la compression sur plusieurs dosages en NS et en LHF ont été réalisés à 3, 28 et 90 jours dans le but de suivre le comportement de ces derniers. Un ratio constant Eau sur Liant (E/L) de 0.5 a été fixé pour toutes les variantes. Les différents dosages de LHF (0%, 36% et 66%) en présence de 3% de NS seront ajoutés au ciment. Quant à la seconde partie, elle sera consacrée, plus particulièrement, à la problématique de durabilité d'un échantillon pré-sélectionné, en l'occurrence L66, cette éprouvette va être altérée continuellement pendant 84 jours à deux milieux agressifs à savoir: solution d'acide chlorhydrique (HCl) et solution d'acide nitrique (HNO₃), le degré d'acidité (pH) de chaque solution sera fixé à 1.25% et 1.75% respectivement. En achevant cette série d'essais par des observations sous Microscope Électronique à Balayage (MEB) afin d'identifier et décrire les différents composants et phénomènes susceptibles de naître dans les mortiers et pâtes confectionnés.

Le cinquième exposera les résultats des différents essais effectués sur des mortiers et des pâtes, en l'occurrence M, L36, L66, MNS, L36NS et L66NS. Ces compositions ont été confectionnées selon des formules bien définies en substituant partiellement le ciment par LHF et NS. D'autre part, des interprétations et des discussions appuyées par des références bibliographiques ont été abordées afin

INTRODUCTION GÉNÉRALE

de caractériser à la fois l'effet combiné de LHF et NS sur les propriétés rhéologiques et thixotropiques des pâtes cimentaires ainsi que le comportement physico-mécanique des mortiers. La partie suivante sera consacrée pour évaluer la durabilité des éprouvettes M et L66 soumises et non-soumises aux attaques agressives par la solution d'acide chlorhydrique (HCl) et la solution d'acide nitrique (HNO₃) respectivement. En finalisant cette partie expérimentale par la description des différents échantillons observés sous Microscopie Électronique à Balayage (MEB) dans le but d'identifier les différents phénomènes et composants développés à l'échelle microstructurale.

Nous finirons ce travail par une conclusion générale dans laquelle nous rappellerons les principaux résultats obtenus et nous clôturerons par développer quelques perspectives à poursuivre ultérieurement afin d'approfondir notre avancée dans cet axe de recherche.

CHAPITRE I

Ce chapitre sera consacré à présenter des généralités sur les ciments portlands en citant leurs caractéristiques chimiques et physico-mécaniques essentielles ainsi que leurs particularités du point de vue des propriétés à l'état frais et durci. Ce même chapitre va traiter les mortiers dans sa deuxième partie en décrivant leurs différents constituants, leurs types et leurs classifications selon le domaine d'utilisation (mortier de pose, mortier de joints, ...etc.) ou bien selon la nature de liant (mortier de ciment portland, mortier de chaux, mortier bâtard, ...etc.). Il va décrire également les différentes caractéristiques des mortiers telles que l'ouvrabilité, la prise, la résistance mécanique, la masse volumique, le retrait, le gonflement, ... etc.

I. 1 Définition du ciment portland

Le ciment est un liant hydraulique, matériau inorganique finement broyé, lorsqu'il est mélangé avec de l'eau, il forme une pâte qui fait prise, durcit et conserve sa résistance et sa stabilité même sous l'eau.

Le ciment ordinaire anhydre est constitué de clinker portland, de gypse et éventuellement d'additifs tels que les cendres volantes, le laitier granulé de haut fourneau, la fumée de silice, pouzzolanes naturelles, ...etc. [16]

Une notation cimentière a été établie pour simplifier l'écriture des phases solides. Les équivalences sont les suivantes: $\text{CaO}=\text{C}$; $\text{SiO}_2=\text{S}$; $\text{Al}_2\text{O}_3=\text{A}$; $\text{Fe}_2\text{O}_3=\text{F}$; $\text{SO}_3=\text{S}$; $\text{H}_2\text{O}=\text{H}$. [17]

I. 2 Composition chimique et minéralogique du clinker

I. 2. 1 Composition chimique

La composition chimique du clinker est comme suite: [18]

- **CaO:** Il est lié avec SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , à l'état libre on l'appelle chaux libre (CaO_l). Ce dernier provoque une inégalité de changement de volume du ciment pendant l'hydratation (expansion), la résistance du ciment augmente en cas d'augmentation de CaO liée, cependant la stabilité chimique de ce ciment diminue en milieu agressif.
- **SiO₂:** Il se combine avec le CaO en formant les silicates de calcium, un pourcentage élevé de C_2S , dans ce cas le ciment durci lentement ainsi sa résistance augmente à long terme. L'augmentation de C_2S donne une grande durabilité au ciment surtout au milieu agressif.
- **Al₂O₃:** Il contribue à la prise et au durcissement rapide du ciment, cependant une grande teneur en Al_2O_3 donne un ciment très sensible à la couche sulfatée.
- **Fe₂O₃:** Il joue le rôle du fondant, il diminue considérablement la température de clinkerisation. Il contribue à l'augmentation de la stabilité chimique dans les creux sulfatés.

- **MgO**: Il ne doit pas dépasser les 5%, l'augmentation de ce dernier provoque l'augmentation du volume (expansion).
- **TiO₂**: Il provient de l'argile.
- **MnO₂**: Il fait partie du clinker (1,5%).
- **P₂O₅**: Il est présent sous forme d'impureté (0,2 à 0,3%), il ralentit le durcissement.
- **Na₂O** et **K₂O**: Ils représentent un faible pourcentage (0,5%), la formation des alcalis provoque la diminution de la résistance mécanique et ralentit l'hydratation.

I. 2. 2 Composition minéralogique

On appelle clinker le produit tel qu'il sort du four après cuisson des matières premières, ces principaux minéraux sont:

- **Alite (C₃S)**: L'alite ou le silicate tricalcique, formulé 3CaOSiO_2 ou C_3S en notation cimentière, est le principal constituant anhydre du clinker, qui lui confère ses propriétés hydrauliques.
- **Belite (C₂S)**: La belite ou le silicate bicalcique, formulé 2CaOSiO_2 ou C_2S en notation cimentière, est le constituant qui permet au ciment d'atteindre des résistances élevées à moyen et à long terme.
- **Aluminate (C₃A)**: C'est la phase qui réagit en premier lors de l'hydratation en dégageant une grande quantité de chaleur (réaction exothermique), elle contribue essentiellement à la prise de la pâte du ciment. Elle est facilement attaquable par les sulfates.
- **Ferrite (C₄AF)**: Forme la solution solide C_2A et C_2F , elle réagit moins que C_3S , son rôle est mineur dans les réactions de durcissement.

En plus de ces quatre phases le clinker peut contenir également:

- **La chaux libre (CaO_l)**: dont le pourcentage ne peut pas dépasser 2% (risque d'expansion).
- **Périclase (MgO)**: dont le pourcentage ne peut pas dépasser 5% (risque d'expansion).

I. 3 Caractéristiques du ciment

I. 3. 1 Caractéristiques physico-chimiques

Une fois la poudre de ciment mélangé à l'eau, les réactions d'hydratation se développent, il se produit alors une cristallisation qui aboutit à un nouveau système de constituants hydratés avec formation de cristaux en aiguilles plus ou moins enchevêtrés produisant la prise. Les réactions chimiques d'hydratation s'accompagnent d'un dégagement de chaleur plus ou moins important selon le ciment et la rapidité de prise.

- **Indice d'hydraulicité**

L'indice d'hydraulicité ou indice de Vicat est le rapport de la fraction acide du ciment à la fraction basique.

$$I = \frac{\text{Fraction acide}}{\text{Fraction basique}} = \frac{\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3}{\text{CaO} + \text{MgO}} \quad \text{Eq. 1}$$

- **Prise**

On entend par la prise du ciment le phénomène d'épaississement du système: Ciment-Eau succédant au gâchage (augmentation brusque de la viscosité du mélange). La prise correspond chimiquement à une hydratation des principaux constituants et à la formation des composés hydratés assurant la cohésion de la matière.

- **Durcissement**

Le durcissement est l'ensemble des phénomènes physico-chimiques transformant après la prise, le système Ciment-Eau en une masse solide résistant aux efforts mécaniques. Il y a enchevêtrement des cristaux, ce qui donne à la pâte une adhésion et une dureté, c'est le durcissement.

- **Fausse prise**

Dans la composition des ciments la présence du gypse ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) est indispensable. Si le clinker est trop chaud ou s'échauffe trop au cours du broyage, il se forme alors un peu de plâtre ($\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$) dont la prise très rapide donne l'impression d'un début de prise, c'est la fausse prise. Dans ce cas il ne faut surtout pas ajouter d'eau mais augmenter la durée de malaxage.

- **Chaleur d'hydratation**

La dissolution des différents constituants est exothermique et, selon leur pourcentage relatif, le dégagement de chaleur est donc plus au moins important. Suivant le type de ciment, cette chaleur est comprise à 12h, approximativement, entre 65j/g pour certains CEM I.

- **Finesse de mouture**

La finesse de mouture, également appelée finesse de Blaine, exprimée en m^2/kg , représente la surface spécifique ou surface développée d'une masse de 1kg de ciment. Elle est d'une façon générale, comprise entre 300 et 350 (la finesse s'exprimait auparavant en cm^2/g et il existe de nombreux utilisateurs continuent à l'exprimer ainsi (il ressort qu'une finesse de 300 m^2/kg correspond à 3000 cm^2/g). Plus la finesse est grande, plus les résistances sont précoces et élevées, mais par contre, plus les risques de retrait qui accroissent par conséquent la fissuration ainsi que d'éventement du ciment.

• **Retrait**

C'est la diminution du volume apparent de la matière. On le mesure sur des éprouvettes prismatiques de mortier de 4x4x16cm, conservées dans l'air à une température de 20°C et une hygrométrie de 50%. La norme impose les valeurs limites à 28 jours de:

- 800 µm/m pour les CEM I et CEM II de la classe 32.5.
- 1000 µm/m pour des types de ciment identiques mais de classes 32.5 R-42.5 et 42.5 R.

• **Expansion**

Les causes possibles de l'expansion proviennent de l'hydratation des oxydes de calcium ou de magnésium que peuvent contenir certains ciments sous forme de chaux ou de magnésie libre. Les ciments doivent être stables, car les risques d'expansion dans le temps peuvent provoquer des désordres importants par dislocation des maçonneries.

• **Gonflement**

Bien que non normalisé, il est utile de rappeler qu'alors qu'il se rétracte dans l'air, le ciment augmente de volume lorsqu'il est immergé dans l'eau, sa variation dimensionnelle étant environ 1/10^{ème} de celle constatée dans l'air.

I. 3. 2 Caractéristiques chimiques

Les exigences les plus importantes à respecter sont résumées dans **Tableau I.1**

Tableau I.1: Exigences chimiques définies en termes de valeurs caractéristiques des ciments courants

Propriétés	Type de ciment	Classe de résistance	Valeur maximale (%)
Perte au feu	CPA-CEM I CHF-CEM III CLK-CEM III	Toutes les classes	≤ 5
MgO	CPA-CEM I	Toutes les classes	≤ 5
Résidu insoluble	CPA-CEM I CHF-CEM III CLK-CEM III	Toutes les classes	≤ 5
SO ₃	CPA-CEM I Et CPJ-CEM II (*)	32.5 32.5 R 42.5	≤ 3.5
	CPZ-CEM IV Et CLC-CEM V CHF-CEM III	42.5 52.5 52.5 R Toutes les classes	≤ 4
Chlorures	Tous les types de ciment (**)	52.5 R Toutes les autres classes	≤ 0.05 ≤ 0.10

(*) Valable pour les CPJ-CEM II/A et B à l'exception des ciments ne contenant que des schistes calcinés comme constituant, autre que le clinker, pour lesquels la limite est de 4.5 % pour toutes les classes de résistance.

(**) Les CHF-CEM II/A et B et les CLK-CEM III/C peuvent contenir plus de 0.10% de chlorures mais dans ce cas la teneur doit être déclarée.

I. 4 Les mortiers

Les mortiers sont couramment utilisés dans de différents types de travaux, ces derniers se déclinent en divers produits comme décrit dans **Fig. I.1**, qu'ils soient de ciment, de chaux ou de résine, tous ne s'utilisent pas de la même façon.

Le mortier est l'un des matériaux de construction que l'on utilise pour solidariser les éléments entre eux, assurer la stabilité de l'ouvrage, combler les interstices entre les blocs de construction. En général le mortier est le résultat d'un mélange de sable, d'un liant (ciment ou chaux) et d'eau dans des proportions données, différent selon les réalisations et d'adjuvant. Dans ce chapitre, nous présenterons les différents types ainsi que les caractéristiques principales telles que l'ouvrabilité, la prise, le retrait, ...etc.

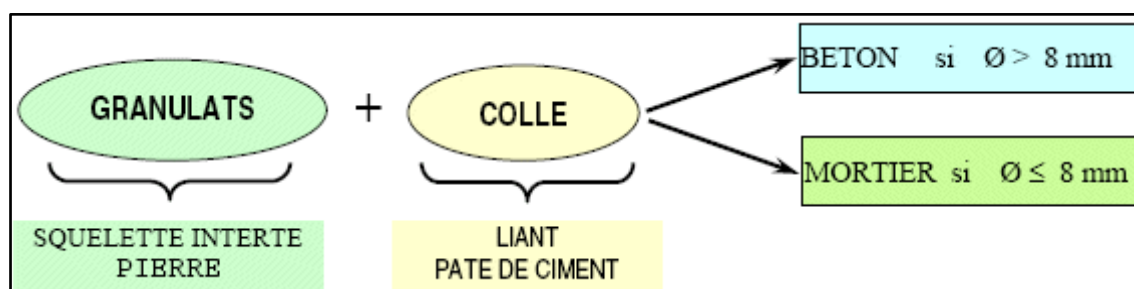


Figure I.1: Constituants des mortiers

I. 4. 1 Constituants des mortiers

I. 4. 1. 1 Le liant

On utilise généralement des liants hydrauliques qui peuvent être le ciment, ce dernier est une matière pulvérulente à base de silicate et d'aluminate, et de la chaux obtenue par la cuisson. [19]

Généralement, on peut utiliser:

- Les ciments normalisés (gris ou blanc).
- Les ciments spéciaux (alumineux fondu, prompt,).
- Les liants à maçonner.
- Les chaux hydrauliques naturelles.
- Les chaux éteintes.

I. 4. 1. 2 Le sable

C'est une matière minérale siliceuse ou calcaire qui se présente dans le sol sous la forme de grains ou de poudre, suivant qu'il s'agit de sable grossier ou de sable fin. Les sables proviennent de la

désagrégation des roches qui constituent l'écorce terrestre; suivant leur composition, ils sont blancs, jaunes, gris ou rougeâtres. On peut encore classer les sables d'après leur origine et distinguer les sables de carrière, les sables de mer et les sables de rivière. Le terrain dans lequel le sable grossier domine, manque d'homogénéité, sa trop grande perméabilité ne lui permet pas de retenir les engrais solubles, qui sont entraînés par les eaux avant d'avoir produit leur effet, amenant, en outre, l'assèchement rapide du sol. Des amendements sont nécessaires pour corriger les défauts des sols sableux; l'apport de marne argileuse donne de la cohésion aux terrains qui en manquent, mais le fumier de ferme, en augmentant l'humus, est dans tous les cas le meilleur des traitements: il apporte au sable grossier l'agglomérant dont il a besoin et au sable fin l'allègement et l'aération qui lui font défaut. [20]

L'introduction des sables permet de diminuer le retrait du liant (ossature mortier) en augmentant les résistances mécaniques, ajoutant de ça, sa disponibilité et son aspect esthétiques (couleur). Les sables de bonne granulométrie doivent contenir des grains fins, moyens et gros. Les grains fins se disposent dans les intervalles entre les gros grains pour combler les vides. Ils jouent un rôle important: Ils réduisent les variations volumiques, les chaleurs dégagées et même le prix. Les dosages se feront en poids plutôt qu'en volume comme c'est souvent le cas, afin d'éviter les erreurs de dosage, par suite de l'augmentation de volume de sable humide.

Le diamètre maximum des grains de sable utilisés pour les mortiers est:

- Extra-fins: jusqu'à 0,08 mm (en tamis), soit 1 mm (en passoire).
- Fins: jusqu'à 1,6 mm.
- Moyens: jusqu'à 3,15 mm.
- Gros: jusqu'à 5 mm.

I. 4. 1. 3 L'eau de gâchage

L'eau joue un rôle important, elle sert à hydrater le ciment, elle facilite aussi la mise en œuvre du béton ou du mortier, ainsi elle contribue à son ouvrabilité. L'eau doit être propre et ne pas contenir d'impuretés nuisibles (matières organiques, alcalis). L'eau potable convient toujours au gâchage contrairement à l'eau de mer qui est déconseillée, surtout pour le béton armé. Les caractéristiques des eaux requises pour la confection des mortiers et des bétons sont précisées dans la norme NA 442. Les mortiers devraient contenir la quantité d'eau maximale compatible avec une ouvrabilité optimale.

I. 4. 1. 4 Les additifs

I. 4. 1. 4. 1 Les adjuvants

Les adjuvants sont des produits chimiques que l'on utilise dans le cas des bétons et mortiers. Ils modifient les propriétés des bétons et des mortiers auxquels ils sont ajoutés en faible proportion

(environ de 5% du poids de ciment). Leurs différentes actions sont détaillées dans **Tableau I.2**. Les mortiers peuvent comporter différents types d'adjuvants, les superplastifiants (haut réducteurs d'eau), les entraîneurs d'air, les modificateurs de prise (retardateurs et accélérateurs) et les hydrofuges. Cependant, leur emploi n'est généralement pas recommandé, pour les raisons suivantes:

- On ajoute les adjuvants qui servent à aérer en vue d'améliorer la maniabilité et la durabilité du mortier. Toutefois, des recherches ont démontré que des contenus d'air dans le mortier en excès de 12% augmentent la probabilité que l'humidité y pénètre en plus de diminuer l'adhérence.
- On utilise quelque fois un antigel ou autre produit semblable pour abaisser le point de congélation du mortier afin de poser de la brique par temps froid. Toutefois, pour que cette méthode soit efficace, il faut ajouter une quantité considérable et cela diminue considérablement l'adhérence, en plus de contribuer à l'efflorescence et à l'effritement des surfaces du briquetage.
- Les accélérateurs comme le chlorure de calcium servent à accélérer l'hydratation du mortier par temps froid en vue d'éviter de chauffer les matériaux du mortier. Toutefois, le chlorure de calcium chlorite tend à corroder l'armature dans le mortier. Les accélérateurs, même ceux qui ne contiennent pas de chlorure de calcium, ont tendance à causer de l'efflorescence.
- Une bonne composition du mélange, l'utilisation de matériaux de qualité et une bonne technique permettent habituellement d'obtenir une maçonnerie solide. Par contre, une mauvaise composition, l'utilisation de matériaux de qualité inférieure et une technique défectueuse ne peuvent pas être corrigées par l'emploi d'adjuvants. Selon l'effet recherché, on peut distinguer trois grandes familles d'adjuvants. [21]

Tableau I.2: Différentes actions des adjuvants

Action	Rôle	Domaine d'emploi
La prise	Il diminue le temps ou prise ou durcissement du ciment.	Bétonnage pour temps froid, décoffrage rapide, travaux sous l'eau.
	Il augmente le temps de prise.	Bétonnage par temps chaud, avec coffrage glissant.
L'ouvrabilité	A teneur en eau égale, il augmente l'ouvrabilité du béton et mortier.	Travaux Génie civil, bétonnage avec coffrage glissant.
	A même maniabilité, il augmente les résistances.	Travaux Génie civil, bétonnage avec coffrage glissant.
	Il provoque un fort croissement de maniabilité.	Fondation, dalles, raideurs, béton pompé.
Les résistances aux agents extérieurs	Il entraîne la formation de microbulle d'air uniformément.	Béton exposé au gel, bétons routiers
	Ils diminuent l'absorption capillaire des bétons et mortiers.	Ouvrage hydraulique, mortiers d'étanchéité.

I. 4. 1. 4. 2 Les ajouts

Les cendres volantes, le laitier de haut fourneau granulé broyé, la fumée de silice et les pouzzolanes naturelles, telles que le schiste calciné, l'argile calcinée ou le métakaolin sont des matériaux qui,

combinés au ciment portland, contribuent aux propriétés du béton et mortiers durci par action hydraulique ou pouzzolanique ou les deux à la fois.

- **Les cendres volantes**

Il existe quatre classes qui sont :

- **Classe F:** moins de 10% de CaO.
 - Grande proportion de Silice et d'Alumine.
 - Structure: verre d'Aluminosilicate.
 - Composition: cristaux de mullite ($3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$), quartz, hématite, magnétite.
- **Classe C:** de 15 à 35% de CaO.
 - Plus réactif que la classe F.
- **Classe F et C:** 60 à 85% de verre.
 - 10% à 30% phases cristallines.
 - 10% carbone non calciné.
 - Diamètre de 1 à $100\mu m$.

- **Le laitier de haut fourneau**

- **Laitier acide:**
 - Pourcentage élevé de la silice fondue de 50 à 60%.
 - Alumine.
 - 25 à 30% de chaux.
 - Le rapport pondéral $SiO_2/CaO \leq 1.10$.
- **Laitier basique:**
 - Rapport pondéral: $CaO/SiO_2 \geq 1.30$.
 - Composition chimique: 40 à 55% de CaO, 25 à 35% de SiO_2 , 12 à 25% de Al_2O_3 .

- **Les pouzzolanes**

- **Pouzzolane naturelle:**

L'argile calcinée, le schiste calciné et le métakaolin.

- **Pouzzolane artificielle:**

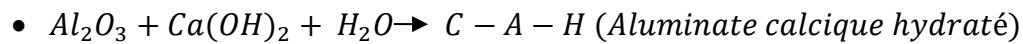
Matière essentiellement composée de silice, d'alumine, d'oxyde de fer et de schiste cuit.

Les réactions d'hydratation du ciment et des pouzzolanes donnent:

- $C_3S + H_2O \rightarrow C - S - H + CH$ (réaction rapide)
- $Pouzzolane + CH \rightarrow C - S - H + C - A - H$ (réaction lente)

Les réactions qui se déroulent:

- $SiO_2 + Ca(OH)_2 + H_2O \rightarrow C - S - H$ (Silicate calcique hydraté)



- **Les calcites**

Ce sont des ajouts incolores de couleur blanche, jaune, brune, rouge, et noire. Elles se composent que de $CaCO_3$, leur densité varie entre 2,6 et 2,8, leur Indice de réfraction varie entre 1,48 et 1,65. Elles éclatent dans la flamme et libèrent CO_2 , le CaO naissant colore la flamme en orange, bouillonne dans HCl.

- **La fumée de silice**

Elle est composée essentiellement de silice (SiO_2) avec un diamètre qui varie entre 0,1 et 2μ , elle est utilisée dans la confection des Bétons Hautes Performances (BHP) et les bétons coulés sous l'eau comme elle peut être utilisée aussi comme ajout au ciment (10% du poids du ciment).

- **Les fillers**

Selon les normes françaises NF 1979, les fillers sont des produits obtenus par broyage fin ou par pulvérisation de certaines roches (calcaire, basalte, laitier ou cendre volante) naturelles ou non.

- **Le gypse**

C'est une espèce minérale qui se compose essentiellement de sulfate de calcium hydraté ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$). Le rôle principal du gypse est de réguler la prise du ciment.

- **Les colorants**

On peut donner la couleur au mortier par des granulats ou des pigments minéraux. Ces derniers devraient avoir la composition d'oxydes minéraux et ne pas représenter plus de 6% du poids du ciment portland. On doit soigneusement choisir les pigments et ne pas en employer plus qu'il n'en faut pour obtenir la couleur désirée. L'ajout d'une trop grande quantité de pigment diminuera la résistance et la durabilité. Le poids maximal de pigment ne devra pas dépasser, en poids, 1% du ciment, sauf dans le cas de noir de carbone qui ne devrait pas représenter plus de 2%.

I. 4. 2 Types des mortiers

Les mortiers se partagent en différents types. [22]

I. 4. 2. 1 Mortiers de ciment

Les mortiers de ciment, très résistants, font prise et durcissent rapidement. De plus un dosage en ciment suffisant les rend pratiquement imperméables. Les dosages courants en ciment sont de l'ordre de 300 à 400kg / m³.

I. 4. 2. 2 Mortiers de chaux

Les mortiers de chaux sont gras et onctueux. Ils durcissent plus lentement que les mortiers de ciment, surtout lorsque la chaux est calcique.

I. 4. 2. 3 Mortiers bâtards

Le mélange de ciment et de chaux permet d'obtenir conjointement les qualités de ces deux liants. Généralement, on utilise la chaux et le ciment par parties égales; mais on mettra une quantité plus ou moins grande de l'un ou de l'autre suivant l'usage et la qualité recherchée.

I. 4. 2. 4 Mortiers réfractaires

Ce sont des mortiers fabriqués avec du ciment fondu, qui résiste à des températures élevées. Il est utilisé pour la construction des cheminées et barbecues, ...

I. 4. 2. 5 Mortiers rapides

Ce sont des mortiers fabriqués avec du ciment prompt, il est rapide et résistant pour les scellements.

I. 4. 2. 6 Mortiers industriels

Ce sont des mortiers que l'on fabrique à partir de constituants secs, bien sélectionnés, conditionnés en sacs, contrôlés en usine et parfaitement réguliers. Pour utiliser ce type de mortier, il suffit de mettre la quantité d'eau nécessaire et malaxer pour ensuite les mettre en œuvre. Les fabricants de mortiers industriels proposent une gamme complète de produits répondant à tous les besoins:

- Mortiers pour enduits de couleur et d'aspect varié.
- Mortiers d'imperméabilisation.
- Mortier d'isolation thermique.
- Mortier de jointoiement.
- Mortier de ragréage.
- Mortier de scellement, mortier pour chapes.
- Mortier-colle pour carrelages, sur fond de plâtre ou de ciment, ...
- Mortier de réparation.

I. 4. 3 Classification des mortiers

La classification des mortiers est comme suite: [23]

I. 4. 3. 1 Classification générale des mortiers**• Selon leur domaine d'utilisation**

Généralement les mortiers varient selon leur domaine d'application, et ce dernier qu'est très vaste et leurs domaines permet de citer les catégories suivantes:

- Mortier de pose.
- Mortier de joints.
- Mortier pour les crépis.

- Mortier pour le sol.
- Mortier pour les stucs.
- Pierres artificielles.
- Support pour les peintures murales.
- Mortier d'injection.
- Mortier pour les mosaïques.
- Mortier de réparation pour pierres.

- **Selon la nature du liant**

On peut classer les mortiers selon la nature du liant en:

- **Mortier de ciment portland**

Le ciment portland donne au mortier de maçonnerie sa résistance mécanique, en particulier la résistance initiale, qui est indispensable à une époque où la vitesse de construction est telle que l'on exige qu'un mur puisse supporter une charge importante le lendemain même de sa construction. Les mortiers de ciment portland manquent de plasticité, ont un faible pouvoir de rétention d'eau et sont difficiles à travailler. Le dosage du rapport entre le ciment et le sable est en général volumétrique de 1/3 et le rapport de l'eau sur ciment est environ 0,35. De plus, un dosage en ciment les rend pratiquement imperméables.

- **Mortier de chaux**

C'est le composant traditionnel du mortier, il possède une plasticité et un pouvoir de rétention d'eau excellent, mais sa résistance mécanique est faible et sa cure est lente. La chaux grasse, obtenue par extinction de la chaux vive en la laissant vieillir, est le produit de qualité que l'on devrait utiliser, mais le vieillissement prend beaucoup de temps et le travail de la chaux grasse est très salissant. C'est pourquoi il est plus pratique d'utiliser la chaux hydratée sèche. La cure des mortiers de chaux s'effectue lentement par carbonatation sous l'effet du gaz carbonique de l'air; ce processus peut être fortement ralenti par un temps froid et humide.

- **Mortiers bâtards**

Ce sont les mortiers, dont le liant est le mélange de ciment et de chaux, dans les proportions égales, suivant leur domaine d'utilisation éventuelle, les compositions de chaux et ciment peuvent être variées.

- **Mortier à base de ciment de maçonnerie**

C'est un produit déposé contenant du ciment portland et un filler minéral inerte (calcaire) et des adjuvants tels que des agents mouillants, des agents hydrofuges et des entraîneurs d'air, les adjuvants donnent la plasticité et le pouvoir de rétention d'eau que confère la chaux aux mortiers de ciment. Certains ciments de maçonnerie sont des mélanges de ciment portland et de chaux hydratée, avec des adjuvants.

I. 4. 3. 2 Classes des mortiers

- **Classe 1:** Adjuvant modifiant les caractéristiques des mortiers, bétons et coulis à l'état frais.
- **Classe 2:** Adjuvant modifiant les caractéristiques des mortiers, bétons et coulis pendant la prise et le durcissement.
- **Classe 3:** Adjuvant modifiant la teneur en air ou en autre gaz.
- **Classe 4:** Adjuvant modifiant la résistance des mortiers, bétons et coulis.
- **Classe 5:** Adjuvant améliorant la durabilité des mortiers, bétons et coulis.
- **Classe 6:** Adjuvant modifiant des propriétés spéciales.

I. 4. 4 Préparation des mortiers

Les quantités nécessaires en fonction des dosages et des travaux à faire comme il est montré dans **Tableau I.3. [24]**

Tableau I.3: Dosages des mortiers

Sable	Ciment	Eau
Unité (g)	Unité (g)	Unité (ml)
1350	450	225

- Prévoir une surface de gâchage plate et assez grande, balayer cette aire de gâchage au balai de chantier, elle doit être propre et surtout sans débris végétaux.
- Installer la bétonnière ou le seau de maçon à proximité des produits.
- Prévoir un tuyau d'alimentation en eau muni d'un robinet d'arrêt.
- Déposer sur l'aire prévue à cet effet la quantité de sable.
- Verser le ciment (ou la chaux) sur le sable.
- Commencer à mélanger à la pelle le sable et le ciment. Afin d'obtenir un bon mélange, déplacer le tas deux ou trois fois. Le mélange doit être de couleur homogène.
- Creuser le tas en cratère et verser 2/3 de l'eau prévue.
- Faire tomber peu à peu les bords du cratère dans l'eau pour humidifier le mélange.
- Mélanger le tas afin de répartir l'eau. Pour homogénéiser le mélange, le déplacer deux ou trois fois comme pour le mélange à sec.
- Couper le dessus du tas de mortier avec la pelle. S'il ne se forme pas de boudins, ajouter un peu d'eau et mélanger à nouveau.
- Le mortier est correctement humidifié lorsqu'on passe le plat de la pelle dessus, il se lisse et l'eau remonte en surface.

I. 4. 5 Caractéristiques des mortiers

Les caractéristiques principales des mortiers sont: [21]

I. 4. 5. 1 Ouvrabilité

L'ouvrabilité d'un mortier se mesure à l'aide de divers appareils. Les plus connus sont:

- **Table à secousses**

Comme il est montré dans **Fig. I.2**. Après le démoulage du mortier, ce dernier reçoit 15 chocs en 15 secondes. On mesure le diamètre de la galette ainsi obtenue. L'étalement en % est donné par la formule:

$$E\% = 100 \frac{D_r - D_i}{D_i} \quad \text{Eq. 2}$$

Avec: D_r : diamètre final

D_i : diamètre initial

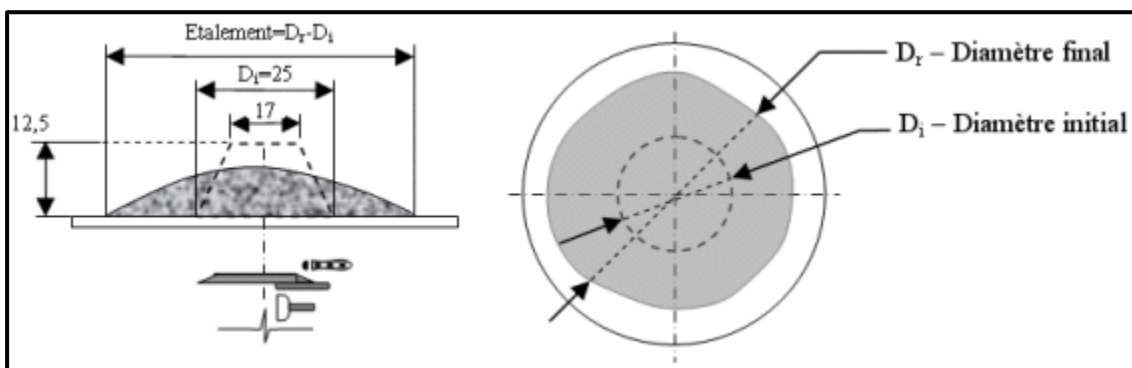


Figure I.2: Table à secousses

- **Maniabilimètre du LCPC**

Il est constitué d'un moule parallélépipédique comportant une paroi mobile et un vibreur. Le principe de l'essai montré dans **Fig. I.3** consiste, après avoir enlevé la paroi mobile, à mesurer le temps mis par le mortier sous vibrations pour atteindre un repère gravé sur la face intérieure du moule.

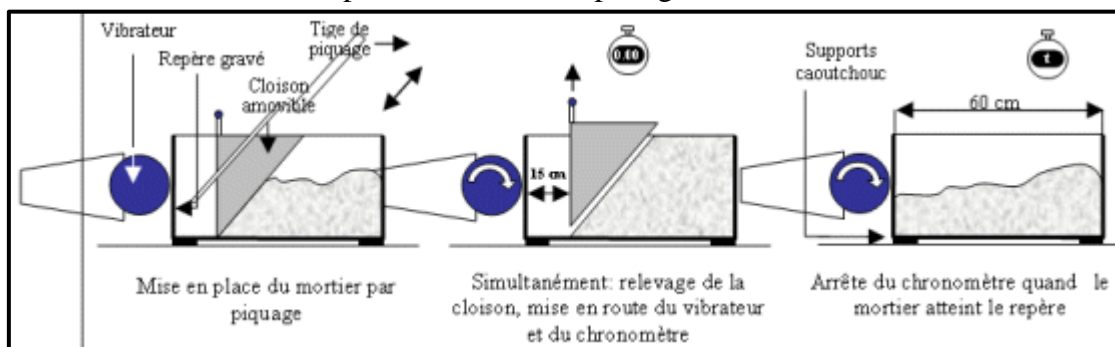


Figure I.3: Principe de fonctionnement du maniabilimètre

- **Le cône**

Dans le cas d'un mortier fluide, on peut mesurer le temps d'écoulement d'une certaine quantité de mortier au travers d'un ajustage calibré situé à la partie inférieure d'un cône. Le cône peut aussi être muni d'un vibreur.

I. 4. 5. 2 Prise

Le temps de prise se mesure habituellement sur une pâte pure de ciment de consistance normale (24 à 30% d'eau) et conformément à la norme concernée (à l'aide de l'appareil de Vicat). Il est possible d'obtenir (hors norme) le temps de prise d'un mortier avec le même appareillage mais en plaçant une surcharge de 700 grammes sur le plateau supérieur. Le poids de l'aiguille pénétrant dans le mortier est de 1000 grammes. Le début de prise est l'instant où l'aiguille s'arrête à 2,5 mm du fond (taille des plus gros grains de sable) et la fin de prise est l'instant où l'aiguille s'arrête à 2,5 mm du niveau supérieur.

I. 4. 5. 3 Résistance mécanique

Les essais sont souvent effectués sur les éprouvettes prismatiques de 4x4x16 cm conservés dans l'eau à 20°C. Les éprouvettes sont rompues en traction par flexion puis en compression. Les résistances, aussi bien en traction par flexion qu'en compression, progressent à peu près comme logarithme du temps (entre 1 et 28 jours).

Les résistances des mortiers dépendent de très nombreux facteurs:

- Nature et dosage en ciment.
- Rapport E/C.
- Granulométrie et nature du sable.
- Energie de malaxage et mise en œuvre.
- Protection des premiers jours.

I. 4. 5. 4 Retrait et gonflement**• Le Retrait**

Le retrait se mesure sur des prismes 4x4x16 cm en mortier 1/3, munis de plots à leurs extrémités et conservés, après démoulage, dans une enceinte à 20°C et à 50% d'humidité relative. Ce retrait progresse à peu près comme le logarithme entre 1 et 28 jours. Le mortier prend son retrait plus rapidement que la pâte pure. Le rapport du retrait de la pâte pure sur le retrait du mortier croît avec le temps. Il est de l'ordre de 1,5 à 2,5 les premiers jours, puis augmente pour atteindre 2,5 à 3,5 en un an. En moyenne, le retrait sur mortier est 2 à 3 fois plus faible que celui de la pâte pure (avec le même ciment).

• Le gonflement

Le gonflement des mortiers (qui se produisent lorsqu'ils sont conservés dans l'eau) se mesure sur les mêmes éprouvettes de 4x4x16 cm conservées dans l'eau à 20°C. Ils sont en général assez faibles (cas de ciment stable ayant une expansion aux aiguilles de le Chatelier inférieure sur pâte pure à 10mm).

I. 4. 5. 5 Masse volumique apparente

C'est la masse d'un corps par unité de volume apparent en état naturel (y compris les vides et les capillaires). Elle est exprimée en (g/cm³, kg/m³ ou t/m³).

I. 4. 5. 6 Masse volumique absolue

C'est la masse d'un corps par unité de volume absolu de matière pleine (volume de matière seule sans tenir compte les vides et les pores). Elle est exprimée en (g/cm³, kg/m³ ou t/m³).

I. 4. 5. 7 Porosité et compacité

- **La porosité**

La porosité est le rapport du volume de vide sur le volume total comme il est montré dans Fig.

I.4.

$$p = \frac{\text{volume de vide}}{\text{volume total}} \quad \text{Eq. 3}$$

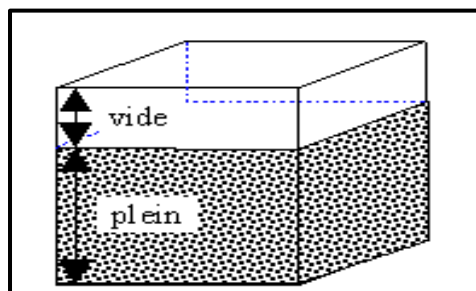


Figure I.4: Volume quelconque

- **La compacité**

La compacité est le rapport du volume des pleins sur le volume total comme il est montré dans

Fig. I.5.

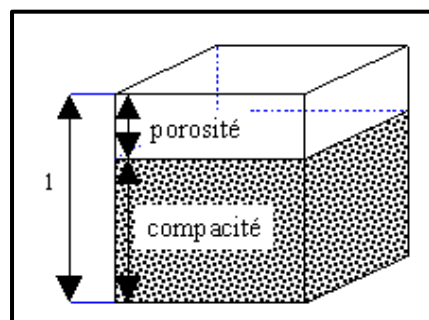


Figure I.5: Volume unitaire

CHAPITRE II

Ce chapitre donnera un aperçu général sur les ajouts cimentaires utilisés tels que le Laitier de Haut Fourneau d'El-Hadjar et la Nano-Silice. Il va décrire en premier lieu le LHF d'El-Hadjar en attaquant brièvement les différents modes industriels d'élaboration (Laitier granulé et Laitier cristallisé), les propriétés physiques, les propriétés chimiques et la réactivité hydraulique. Dans un second lieu, il va définir la NS en indiquant également son rôle majeur dans les nano-matériaux et la nano-technologie en général sans oublier son application dans de différents secteurs. Ce chapitre sera clôturé en se projetant sur l'effet pouzzolanique de ces ajouts cimentaires sur la microstructure des matériaux.

II. 1 Laitier de Haut Fourneau d'El-Hadjar

Le complexe sidérurgique d'El-Hadjar génère des déchets industriels appelés les Laitiers de Hauts Fourneaux. Selon le mode de refroidissement on peut obtenir deux types de laitier: granulé et cristallisé. Une tonne de fonte produite génère à El-Hadjar en moyenne 380 kg de laitier [25]. Ce chiffre dépend en effet du minerai de fer et du procédé. La capacité de production de laitier granulé et cristallisé par les hauts fourneaux d'El-Hadjar est de l'ordre de 600 000 tonnes par an [25] dont en moyenne 430 000 tonnes de laitier granulé et 170 000 tonnes de laitier cristallisé [26].

La granulation du laitier à sa sortie du haut fourneau n'est pas une opération automatique mais elle est programmée en fonction de la demande en laitier granulé. Cette restriction est due au manque d'eau, l'Algérie ayant vécu une grande sécheresse durant les dix dernières années.

Le **Tableau II.1** résume les statistiques de production du laitier granulé et cristallisé par les hauts fourneaux d'El-Hadjar [25 et 27].

Tableau II.1: Production du Laitier de Haut Fourneau d'El-Hadjar

Désignation	Production *10 ³									
	1987		1988		1989		1995		2002	
	t/an	%	t/an	%	t/an	%	t/an	%	t/an	%
Laitier granulé	167	58	484	70	347	63	129	34	467	83
Laitier cristallisé	124	42	196	29	206	37	250	66	99	17
Total	291	100	680	100	553	100	379	100	566	100

La production du laitier granulé au sein du complexe sidérurgique d'El-Hadjar a connu trois périodes:

- La première période de production dans les années 1970: la production de laitier granulé et cristallisé était mise en décharge ce qui a conduit à la formation de deux terrils, aujourd'hui inexploités à cause de leur solidification.

- La deuxième période remonte aux années 1980: des tentatives à l'échelle industrielle ont été menées pour l'emploi du laitier dans la construction des assises de chaussées et en cimenterie, mais en faible quantité ne permettant pas d'absorber totalement la production des hauts fourneaux.
- La troisième période (actuelle): si l'emploi du laitier pour la construction des assises de chaussée s'est sensiblement réduit pour des raisons de récession économique, son emploi en cimenterie est toujours constant, de l'ordre de 20% comme ajout au clinker **Tableau II.2**.

Les premières utilisations du laitier granulé de haut fourneau d'El-Hadjar dans le domaine du génie civil concernent deux axes:

- Fabrication de ciment composé (CEM II)

L'intégration du laitier granulé de hauts fourneaux d'El-Hadjar dans la fabrication des ciments a été faite pour la première fois en 1982 par la cimenterie de Hadjr-Soud après des essais satisfaisant en laboratoire, validés plus tard par une autre étude [28], suivis d'essais à l'échelle industrielle. Cependant le dosage adopté qui était de 15% ne permettait pas d'absorber tout le laitier granulé de fraîche production et encore moins les stocks de laitier.

L'intégration du laitier granulé dans les ciments a posé un problème aux cimentiers car sa teneur en eau est très élevée, en moyenne 14%, ce qui nécessitait son séchage. La cimenterie de Hadjr-Soud s'est doté d'un sécheur spécialement pour sécher le laitier granulé. Le dosage en laitier granulé dans le CEM II fluctue entre 15 et 25% en fonction de la qualité du clinker produit.

Le **Tableau II.2** illustre les dosages de laitier granulé utilisés par la cimenterie de Hadjr-Soud de 1994 à 2002 [29 et 30].

Tableau II.2: Consommation du laitier granulé par la cimenterie de Hadjr-Soud

Année	1994	1995	1996	1997	2002
Consommation du laitier granulé en %	19.74	18.28	17.08	13.55	20

- Granulats pour bétons:

L'utilisation du laitier granulé ou cristallisé d'El-Hadjar en qualité de granulats dans le béton est restée au stade expérimental [31 et 32]. Ces deux études ont montré toutefois l'intérêt de l'emploi du laitier en qualité de granulats dans les bétons.

Dans le cadre de cette étude qui traite la valorisation du laitier (cristallisé et granulé) dans les ciments et bétons, nous avons structuré ce chapitre en trois parties. L'étude du processus d'élaboration du laitier granulé et cristallisé constitue la première partie, la deuxième partie est consacrée à la caractérisation physique, chimique et à l'approche de la réactivité hydraulique du laitier granulé par différentes méthodes dans l'optique de son utilisation en cimenterie après broyage ou son emploi à

l'état brut dans le béton. La dernière partie traite la caractérisation physique et chimique du laitier cristallisé pour une éventuelle utilisation comme granulats dans le béton en substitution au granulats naturels.

II. 1. 1 Élaboration du Laiter d'El-Hadjar

II. 1. 1. 1 Les matières premières

Le minerai de fer utilisé provient de deux gisements, Boukhadra et El Ouenza situés dans la wilaya de Tébessa à environ 250 km du complexe sidérurgique d'El-Hadjar.

Le minerai de fer est composé de différents oxydes de fer (Fe_3O_4 et FeO) dont la plus forte proportion est sous hématite (Fe_2O_3), de roches stériles principalement du quartz (SiO_2), de la kaolinite ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) et de carbonates de calcium et de magnésium (CaCO_3 et MgCO_3).

Les compositions chimiques du minerai de fer des deux gisements sont données dans le **Tableau II.3. [25]**

Tableau II.3: Composition chimique du minerai de fer

Origine du Minerai de fer	Oxydes (%)			
	Fe	CaO	SiO ₂	Pertes au feu
EL OUENZA	46.1	9.77	5.56	13.2
BOUKHADRA	50.1	3.77	8.80	9.45

II. 1. 1. 2 Formation du laitier

Dans le haut fourneau, à une température de l'ordre de 1400 à 1500°C, les constituants non-métalliques et non-gazeux (la chaux, la silice, l'alumine et la magnésie) se liquéfient et se séparent de la fonte par différence de densité. Les oxydes du laitier réagissent entre eux pour former des minéraux tels que la gehlénite, l'akermanite, la merwinite, la melilite et le silicate bicalcique dont la forme (α , α' , β ou γ) [33 et 34] dépend de la vitesse de refroidissement du laitier à sa sortie du haut fourneau.

Les dispositions des hauts fourneaux d'El-Hadjar comportent un trou de coulée, permettant d'évacuer la fonte (plus dense) d'abord, ensuite le laitier.

II. 1. 1. 3 Traitement du laitier

A sa sortie du haut fourneau **Fig. II.1** par le trou de coulée haut à la température d'environ 1400°C, le laitier subit un refroidissement qui peut être lent ou brusque en fonction de son usage ultérieur.



Figure II.1: Coulée de Laitier à la sortie du Haut Fourneau

II. 1. 1. 3. 1 Refroidissement lent

Le refroidissement lent est un procédé simple qui n'a pas changé depuis l'apparition de l'industrie sidérurgique. Le laitier à l'état liquide séparé de la fonte coule dans une rigole vers un camion à benne qui le transporte vers la fosse où il sera déversé et où il se refroidit naturellement et se solidifie en cristallisant d'où son nom de laitier cristallisé.

Le matériau ainsi obtenu peut être utilisé en l'état comme remblai, soit sous forme de granulat avec une gamme de classes granulaires (de 0 à 20 mm) élaborées par concassage et criblage. La porosité des granulats de laitier concassé est plus ou moins hétérogène selon les conditions de refroidissement et en particulier la situation des granulats dans la fosse. Au début de la cristallisation, les bulles formées par réaction entre le soufre et l'oxygène (S et O_2) peuvent monter à la surface, et il y a diminution de la porosité des couches inférieures, mais quand la cristallisation est avancée, les bulles ne peuvent plus se dégager d'où la formation de pores [33].

- Observation au microscope électronique à balayage de la structure du laitier:

Les observations au microscope électronique à balayage du laitier cristallisé des hauts fourneaux d'El-Hadjar ont permis de voir sur un même échantillon deux formes de structure, compacte **Fig. II.2** et poreuse **Fig. II.3**.

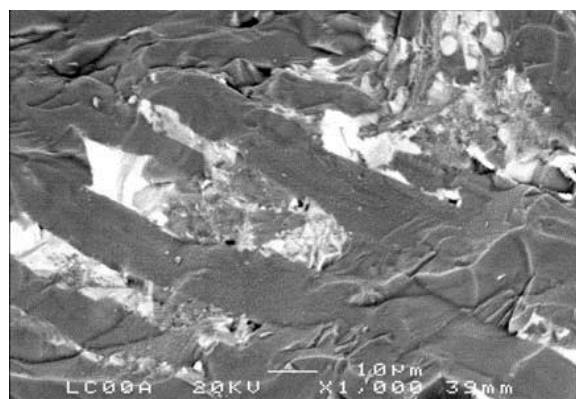


Figure II.2: Laitier cristallisé compact

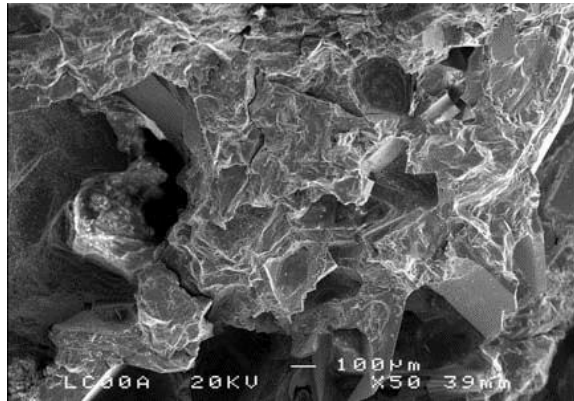


Figure II.3: Laitier cristallisé poreux

II. 1. 1. 3. 2 Refroidissement brutal

Le procédé consiste à refroidir rapidement le laitier liquide par un jet d'eau sous pression au moment de son déversement de la rigole de plancher de coulée vers le bassin d'eau. Le jet d'eau est perpendiculaire à la trajectoire de la coulée de laitier ce qui permet de le fragmenter en grains **Fig. II.4**. Il est appelé alors laitier granulé et le procédé: « Procédé de granulation ».



Figure II.4: Granulation et trempe du Laitier à sa sortie du Haut Fourneau d'El-Hadjar

L'eau utilisée pour la trempe du laitier à sa sortie du haut fourneau à la température de 1400 °C est une eau douce non-traitée pompée du barrage de la CHAFIA situé à 15 km d'El-Hadjar. Le laitier nécessite beaucoup d'eau pour son refroidissement brutal et son passage de l'état liquide à l'état solide. Le calcul du bilan thermique, qui tient compte de la variation de l'enthalpie, quand le laitier passe de 1400 °C à moins de 100°C, montre qu'il faut près de 600 l d'eau par tonne de laitier [25]. Dans la pratique pour éviter une réaction explosive due à la décomposition instantanée de la molécule d'eau en ses constituants (l'oxygène et l'hydrogène) provoquée par la présence de la fonte entraînée accidentellement par le laitier, la quantité d'eau est au moins décuplée [25 et 33]. En conséquence bien qu'une partie de l'eau contenue dans le laitier granulé s'évapore, sa teneur en eau reste quand même élevée en moyenne 14% [25]. Les sidérurgistes recommandent une mise en stock prolongée (emmagasiner) sans préciser la durée pour réduire l'humidité du laitier granulé. Cette technique, si elle est économique, pose de nombreux aléas:

- Si le stockage se fait à l'air libre, le séchage peut être perturbé par les pluies ou les condensats dû aux baisses de température la nuit.
- Comme le laitier est stocké sous forme de tas, le séchage sera hétérogène, la teneur en eau du laitier granulé est différente d'un point à un autre.
- Si la durée de stockage est longue, le laitier granulé risque de se solidifier.

Le séchage artificiel à une température de l'ordre de 100°C reste le moyen le plus efficace et le plus rapide pour réduire la teneur en eau dans le laitier. Il faut aussi souligner que si le laitier granulé nécessite un séchage, ce qui laisse supposer qu'il sera utilisé en ajout au clinker, les cimentiers ont la possibilité, afin de réduire le coût de séchage, de récupérer les gaz chauds du four rotatif à clinker et de les injecter dans le sécheur à laitier.

II. 2 Caractérisation du laitier granulé

II. 2. 1 Propriétés physiques

II. 2. 1. 1 Masses volumiques

Le laitier granulé d'El-Hadjar se présente sous forme de grains sphériques, de couleur jaune claire, de structure poreuse et de masse volumique apparente (ρ_{app}) de 1000 kg/m³ et de masse volumique réelle (ρ_{abs}) de 2800 kg/m³.

II. 2. 1. 2 Granulométrie

Le laitier granulé d'El-Hadjar est un sable gros de classe granulométrique 0-5 mm et de module de finesse voisin de 3. Sa courbe granulométrique est présentée dans la **Fig. II.5**.

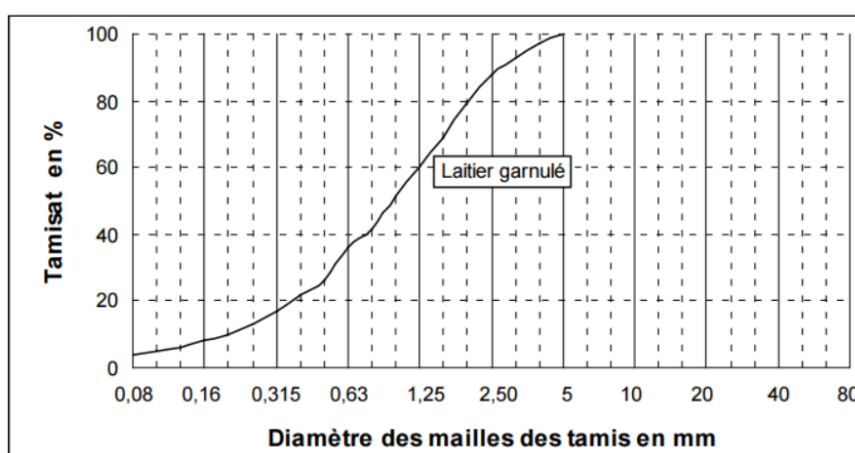


Figure II.5: Courbe granulométrique du Laitier granulé de Haut Fourneau d'El-Hadjar

II. 2. 2 Etude de la réactivité hydraulique

II. 2. 2. 1 Composition chimique

La composition chimique résultant du contrôle et du suivi de fabrication effectué par l'entreprise est donnée dans le **Tableau II.4**. La dernière ligne du tableau correspond à la composition chimique moyenne d'un laitier français donnée par DEMOULIAN. [35]

Le laitier granulé d'El-Hadjar se caractérise par une teneur en silice élevée et une teneur en alumine plutôt faible par rapport à la composition chimique moyenne des laitiers. [36]

Tableau II.4: Composition chimique du laitier granulé de hauts fourneaux d'El-Hadjar

Année	Composition chimique (%)									
	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	FeO	MnO	K ₂ O	TiO ₂	SiO ₂	S	Total
1987	39.2	39.5	9.50	8.75	0.80	-	-	-	1.10	98.85
1995	39.3	39.4	6.00	8.20	0.70	2.35	-	-	0.07	96.02
2000	40.1	40.2	4.68	6.00	2.0	2.64	1.07	1.16	0.15	98
DEMOULIAN	33.5	42.2	5.99	13.3	1.24	0.64	0.70	0.55	0.94	99.06

II. 2. 2. 1. 1 Analyse aux rayons X et détermination du taux de vitrification

Le laitier granulé se caractérise par une structure vitreuse. En effet, le gradient thermique est suffisamment important, la température du laitier passant de 1400°C à moins de 100°C, pour qu'il y ait trempe des particules solides que forme le laitier liquide mis brutalement au contact de l'eau. Elles acquièrent aussi une structure vitrifiée qui correspond à la température ambiante, c'est-à-dire que leur évolution normale vers une structure organisée est stoppée. Le laitier granulé conserve ainsi une énergie latente qui constitue en partie son potentiel de réactivité hydraulique. A cet effet, nous allons quantifier la phase vitreuse du laitier par DRX.

L'analyse par diffraction des rayons X a été réalisée à l'aide d'un diffractomètre SIEMENS D 5000, utilisant une anticathode de cobalt ($K\alpha$ Co, $\lambda = 1.789 \text{ \AA}$), sur une plage de 10 à 70° avec un pas d'avancement de 0.02° et un temps de comptage de 12s. La **Fig. II.6** présente le diffractogramme du laitier typique d'un matériau essentiellement vitreux. En effet, les laitiers vitreux présentent en diffraction des rayons X un ou plusieurs halos larges et diffus: ces halos sont l'image du désordre local qui existait dans le liquide et qui a été figé pendant la trempe. Outre la fraction vitreuse, le laitier présente de faibles quantités de minéraux cristallisés, probablement sous la forme de calcite (CaCO₃, $d = 3.035 \text{ \AA}$), de fer métallique (Fe, $d = 2.021 \text{ \AA}$) et de traces de gehlénite et/ou akermanite.

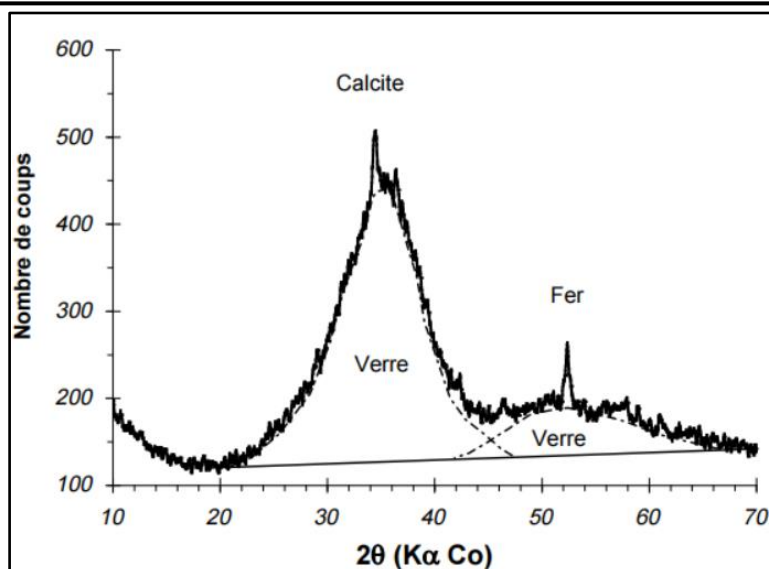


Figure II.6: Diffractogramme aux rayons X du Laitier granulé d'El-Hadjar

Il est généralement reconnu que la réactivité du laitier granulé dépend non seulement de sa structure mais aussi de la teneur en phase vitreuse [35]. Pour être utilisé en cimenterie, le laitier granulé de haut fourneau doit contenir au moins 2/3 en masse de laitier vitreux selon la norme NF EN 197-1 [37]. A partir du diagramme de diffraction des rayons X, nous avons cherché à évaluer le pourcentage de phase vitreuse. La méthode utilisée consiste à soustraire de 100% la somme des teneurs des phases cristallisées (CaCO_3 et Fe), ces dernières étant déterminées par analyse quantitative en DRX et par analyse chimique [38 et 39].

II. 2. 2. 1. 2 Module chimique I

D'après la norme NF P 18 - 506 [40] concernant l'utilisation de laitier comme addition au béton, la qualité de laitier est caractérisée par le module chimique $I = C^*A$, produit du pourcentage en CaO par le pourcentage en Al_2O_3 . Les valeurs trouvées sont comprises entre 241 et 344, ce qui classe ce laitier dans la catégorie 1 ($C^*A < 425$). Les valeurs normalisées du module chimique I sont données au Tableau II.5.

Tableau II.5: Valeurs normalisées du module chimique I [40]

Catégorie	Valeurs normalisées
1	$C^*A < 425$
2	$425 < C^*A < 450$
3	$C^*A > 425$

II. 2. 2. 1. 3 Les indices d'activité

Les indices chimiques sont calculés à partir de la composition chimique du laitier et sont supposés être reliés à son activité hydraulique. De nombreux indices [33, 35 et 41] ont été proposés par plusieurs auteurs, mais ils sont souvent contradictoires les uns avec les autres et pas toujours pertinents, notamment par rapport à l'objectif visé qui est de prédire la réactivité du laitier à partir de sa seule composition chimique. DEMOULIAN et al. [35] ont passé en revue et testé de nombreux indices en

cherchant ceux qui donnaient les meilleures corrélations avec les résistances mécaniques. Ils ont constaté que les indices I8, I9, I6, I10 et I1 ont, dans un ordre décroissant, les plus forts coefficients (r) de corrélation: r varie de 0.91 à 0.85 pour les résistances à 2 jours, de 0.82 à 0.78 pour celles à 7 jours et de 0.84 à 0.76 pour 28 jours. Ce sont ces indices qui ont été retenus pour caractériser le laitier granulé d'El-Hadjar. Ils sont présentés au **Tableau II.6**.

Tableau II.6: Calcul des indices chimiques

Indices	Valeurs calculées		Valeurs optimales trouvées dans la littérature
	(1)	(2)	
$I_8 = \frac{CaO + Al_2O_3 + MgO}{SiO_2}$	1.26	1.83	1.3 à 1.4
$I_9 = 20 + CaO + Al_2O_3 + 0.5MgO + 2SiO_2$	11.56	11.57	12 < I < 20
$I_6 = \frac{CaO + 0.56Al_2O_3 + 1.4MgO}{SiO_2}$	1.25	1.73	> 1.65
$I_{10} = \frac{CaO + 0.66Al_2O_3 + MgO}{SiO_2 + 0.33Al_2O_3}$	1.16	1.49	-
$I_1 = \frac{CaO}{SiO_2}$	1.00	1.25	Maximum 1.4
(1) Selon la composition chimique du LHF d'El Hadjar (cf. Tableau II.4)			
(2) Selon la composition chimique du LHF donnée par DEMOULIAN (cf. Tableau II.4)			

II. 2. 2. 1. 4 L’essai accéléré à la soude

Cette méthode, non-normalisée [42], consiste à préparer des éprouvettes prismatiques 4x4x16 cm de mortier normal, l'eau étant remplacée par une solution constituée de 200g de soude concentrée dissoute dans un litre d'eau et la partie liante étant composée de laitier granulé moulu. Le rapport solution/laitier est égal à 0,5. Les éprouvettes sont démoulées et testées en compression après 6 et 24 heures de durcissement. Les résistances mécaniques doivent être comprises respectivement entre 7 et 8 MPa après 6h de durcissement et 12.5 à 15 MPa après 24h. Les **Tableau II.7** et **Tableau II.8** présentent les résultats obtenus du test accéléré à la soude pour trois finesses (SSB) de broyage du laitier granulé: 2800, 3600 et 4600 cm²/g.

Tableau II.7: Test à la soude: Résultats des essais de compression sur mortier de laitier active

N°	Surfaces Spécifiques Blaine (cm ² /g)					
	2800		3600		4600	
	6	24	6	24	6	24
Résistance à la compression σ_c (MPa)						
1	1.03	3.75	3.06	3.12	3.13	4.50
2	1.25	3.37	2.5	3.12	3.13	2.87
3	1.25	3.37	2.44	3.75	3.25	3.88
4	1.03	3.37	2.38	4.00	3.06	4.62
5	1.15	3.15	2.00	3.88	3.25	4.62
6	1.15	3.15	-	4.00	-	4.88

Tableau II.8: Test à la soude: rapport K entre la résistance moyenne des mortiers de laitier et les valeurs limites minimales exigées. Influence de la finesse de mouture du laitier

Finesse	2800 cm ² /g		3600 cm ² /g		4600 cm ² /g	
Age	6	24	6	24	6	24
$K = \sigma_m / \sigma_l$	0.15	0.24	0.33	0.26	0.30	0.42

σ_m : Résistance moyenne à un âge donné. (Tableau II.7)

σ_l : Résistance limite à un âge donné (à 6h: 8 MPa et à 24h: 15 MPa).

II. 2. 2. 1. 5 Indice d'efficacité hydraulique h

Le pouvoir hydraulique est estimé conventionnellement à l'aide d'un l'indice d'efficacité hydraulique h (norme française NF P 18 – 506 [40]). Cet indice est défini par le rapport, à un âge donné, de la résistance à la compression d'un mortier dont la partie liante est composée en masse de 50% de laitier et de 50% de ciment portland témoin à celle obtenue au même âge sur mortier témoin à partir du même ciment. Le ciment témoin a une teneur en C₃A comprise entre 6 et 10% et une teneur maximale en SO₃ de 3%.

Le ciment utilisé est un CEMI conforme à la norme algérienne NA 442 [43] fabriqué par la cimenterie de Hadjr-Essoud sans aucune addition, de masse volumique apparente $\rho_{app} = 1108 \text{ kg/m}^3$ et de masse volumique absolue $\rho_{abs} = 3150 \text{ kg/m}^3$. D'après la norme algérienne [43] la résistance minimale garantie à 28 jours est de 35 MPa. Le Tableau II.9 donne la composition chimique du clinker [30] et le Tableau II.10 sa composition minéralogique calculée d'après les formules de BOGUE corrigées. [44]

Tableau II.9: Composition chimique du clinker

Oxyde	CaO (Libre)	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	Cl	SiO ₂ Ins	PAF	SO ₃
Teneur (%)	65.7 (0.1)	5.20	2.70	21.7	0.70	0.44	0.70	0.0	0.3	0.3	0.6

Tableau II.10: Composition minéralogique estimée du clinker

	Les minéraux	Désignation	Formule chimique	Teneur (%)
1	Le silicate tricalcique	C ₃ S	3CaOSiO ₂	58.2
2	Le silicate bicalcique	C ₂ S	2CaOSiO ₂	18.5
3	L'aluminate tricalcique	C ₃ A	3CaOAl ₂ O ₃	9.3
4	Le ferro-aluminate- tétra calcique	C ₄ AF	4CaOAl ₂ O ₃ Fe ₂ O ₃	8.2
Total				94.2

Le sable utilisé dans cette étude et qui a servi à la confection des éprouvettes en mortier est un sable siliceux de rivière, de granulométrie fine 0-1.25 mm, de module de finesse $M_f = 2.04$, de masse volumique apparente $\rho_{app} = 1450 \text{ kg/m}^3$ et de masse volumique absolue $\rho_{abs} = 2700 \text{ kg/m}^3$

En fonction de la valeur numérique de h, on classe le laitier en trois catégories (h_1 à h_3) de réactivité croissante **Tableau II.11**.

Le **Tableau II.12** donne l'indice d'efficacité hydraulique h du laitier d'El-Hadjar pour quatre SSB (2500, 3000, 3500 et 4000 cm^2/g).

Tableau II.11: Classification des indices d'efficacité hydraulique des laitiers

Indice	7 jours	28 jours
h_1	-	> 0,60
h_2	> 0,60	> 0,75
h_3	> 0,70	> 0,85

Tableau II.12: Indice d'efficacité hydraulique h du laitier d'El-Hadjar

	Résistance à la compression (MPa)							
	7 jours				28 jours			
	Finesse du laitier cm^2/g							
$\Sigma_{\text{CEMIII}} = \text{CEMI} + 50\% \text{ de laitier (MPa)}$	2500	3000	3500	4000	2500	3000	3500	4000
$\Sigma_{\text{CEMI}} \text{ (MPa)}$	15.0	18.0	20.5	21.5	31.5	36.0	39.0	44.5
$h = \sigma_{\text{CEMIII}} / \sigma_{\text{CEMI}}$	0.42	0.51	0.58	0.68	0.70	0.75	0.81	0.92

II. 2. 2. 2 Discussion

Le degré de vitrification du laitier d'El-Hadjar est satisfaisant, ainsi que sa composition chimique qui s'inscrit dans les limites préconisées par la norme [40]. Cependant les teneurs en CaO et SiO₂ sont proches alors que la plupart des laitiers, la teneur en CaO est généralement supérieure à celle de SiO₂ de l'ordre de 5 à 10%. On peut noter aussi que la composition chimique du laitier a peu varié entre 1987 et 2000; il est vrai que dans cette période il y a eu peu de modification de procédé d'une part, de l'origine du minerai d'autre part.

L'approche de l'activité hydraulique du laitier granulé d'El-Hadjar par les indices est délicate. Nous avons tenté d'utiliser les indices susceptibles de donner les meilleures corrélations avec les résistances mécaniques [36]. La composition chimique donnée au **Tableau II.4** (année 2000) conduit au calcul des indices **Tableau II.6** qui classent 2 fois sur 4 le laitier d'El-Hadjar comme étant de très faible

hydraulicité. Il faut pondérer toutefois ce résultat car le même calcul à partir de la composition moyenne donnée par DEMOULIAN [35] conduit à des valeurs à peine meilleures. Peut-être faut-il se poser la question de la pertinence de ces indices ou plus sûrement des valeurs limites trouvées dans la littérature. En effet, SMOLCZYK [34] affirme que ces modules n'ont pas de caractère de corrélation fonctionnelle, d'application générale, entre hydraulicité et composition chimique, et ne sont pas valables pour classer des laitiers de haut fourneau provenant de différentes origines.

Les essais sur mortier de laitier activé à la soude **Tableau II.7** confirment ce mauvais classement **Tableau II.8**, les valeurs atteintes étant de 2 et 7 fois plus faibles que les minima requis. Tout au plus peut-on remarquer qu'un accroissement de la finesse de mouture de 62% active la réaction initiale de 180%. La résistance à 6h est presque triplée, mais n'influe que très peu sur sa capacité totale de réaction (l'augmentation à 24h n'est que de 34%), qui demeure à un niveau très faible seulement 30%, par rapport au niveau fixé par l'essai. Il faut cependant remarquer que la soude ne peut pas être considérée comme un activant mais alcalinisant et ne participe pas aux réactions d'hydratation.

Par contre, les résistances mécaniques en compression **Tableau II.12** obtenues sur un ciment composé de 50% de CEM I et de 50% de laitier moulu (équivalent à un CEM III) sont satisfaisantes aussi bien à 7 jours qu'à 28 jours, principalement pour le laitier le plus finement broyé à 4150 cm²/g. Le classement du laitier selon le **Tableau II.11** doit prendre en compte sa finesse et l'âge de durcissement **Fig. II.7**.

- À 7 jours de durcissement, les laitiers broyés à 2480, 2900 et 3470 cm²/g sont déclassés par rapport aux indices h_2 et h_3 , car les indices sont trop faibles (0.42 et 0.57); le laitier le plus fin à 4150 cm²/g de finesse est classé en 2^{ème} catégorie ($h = 0.60$).
- À 28 jours de durcissement tous les laitiers sont classés: en catégorie 1 pour celui de finesse de 2500 cm²/g, en catégorie 2 pour ceux de finesses 3000 et 3500 cm²/g et en catégorie 3 pour le plus fin, à 4000 cm²/g grâce à son indice $h = 0.93$.

On constate donc que la finesse de mouture du laitier est un facteur fortement influent sur sa réactivité et que le laitier d'El-Hadjar présente une assez faible réactivité à court terme, mais plus intéressante à 28 jours, traduisant ainsi une cinétique de réaction plus lente que pour un laitier granulé standard.

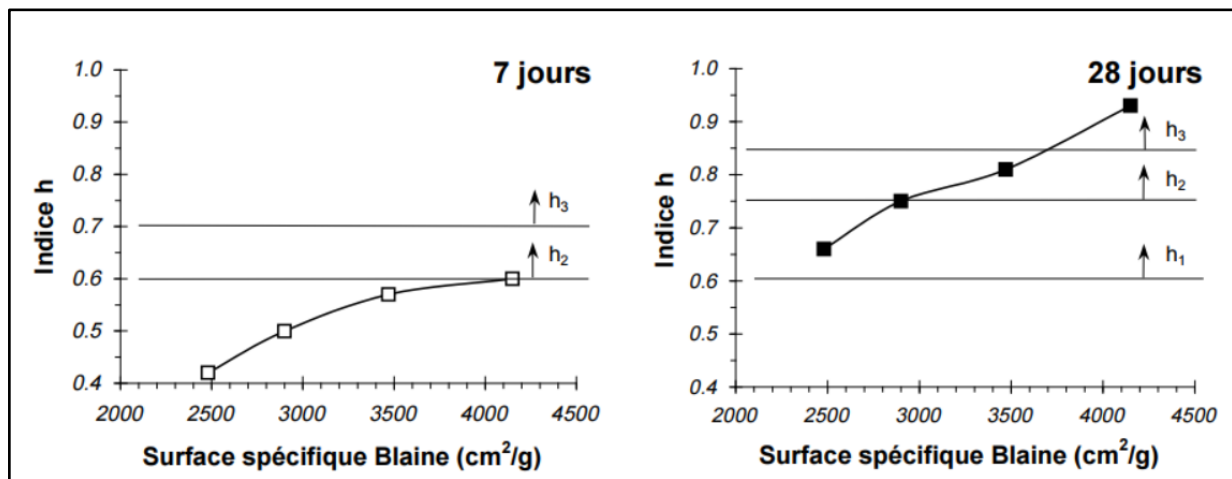


Figure II.7: Evolution de l'indice h à 7 et à 28 jours en fonction de la finesse du Laitier granulé [32]

II. 2. 2. 3 Conclusion

Le laitier granulé d'El-Hadjar est vitreux à environ 97%, ce qui est un indice de bonne réactivité, mais pas nécessairement optimal, dans la mesure où un taux de cristallinité de l'ordre de 5 à 10% favorise la germination et par suite l'hydratation [35]. Sa composition chimique montre une quantité de silice (SiO_2) un peu forte et une quantité d'alumine (Al_2O_3) inférieure à la moyenne des laitiers granulés.

Plusieurs indices d'activités ont été calculés à partir de la composition chimique. Deux d'entre eux I1 et I8, pour lesquels on a trouvé dans la littérature des valeurs optimales, donnent des valeurs satisfaisantes. Deux autres indices I9 et I6, sont hors limites, mais le même calcul effectué sur un laitier moyen donne une valeur juste limite pour l'un (I9) et hors limite pour l'autre (I6).

La détermination normalisée de l'indice d'activité classe ce laitier dans les catégories h₂ et h₃, ce qui est satisfaisant. Il est apparu que la cinétique de durcissement est assez lente et que la finesse de mouture influe grandement sur les résistances mécaniques, particulièrement pour les échéances tardives (28 jours). Pour une plus grande efficacité de ce laitier, dans un ciment de type CEMII ou CEMIII, un broyage d'au moins 3500 cm²/g avant ajout au clinker est donc recommandé.

II. 2. 3 Caractérisation du laitier cristallisé d'El-Hadjar

II. 2. 3. 1 Propriétés physiques

II. 2. 3. 1. 1 Masse volumique

La masse volumique apparente du laitier cristallisé de haut fourneau d'El-Hadjar varie selon la porosité du granulat de 1200 à 1450 (kg/m³), la moyenne des résultats obtenus est de 1300 (kg/m³). La masse volumique apparente des laitiers français varie dans les mêmes limites que le laitier algérien de 1200 à 1400 (kg/m³).

La masse volumique absolue du laitier cristallisé d'El-Hadjar est assez homogène égale à 2680 (kg/m^3), légèrement inférieure à celle des laitiers français qui est de l'ordre de 2800 (kg/m^3).

La masse volumique réelle des grains varie en fonction de la structure des grains de 2455 à 2585 kg/m^3 , la moyenne des résultats est de l'ordre de 2480 kg/m^3 . Les laitiers cristallisés français sont plus denses, la masse volumique apparente du grain variant de 2650 à 2900 kg/m^3 . La masse volumique des grains est assez faible en comparaison avec les valeurs données par ALEXANDRE [33] et qui correspondent aux laitiers français, ce qui a une influence directe sur la porosité et la résistance mécanique du granulat.

II. 2. 3. 1. 2 Porosité

La porosité totale du laitier cristallisé est de 13%, calculée à partir de la masse volumique apparente et absolue du grain. La porosité des laitiers français varie de 3 à 20%. La porosité est un facteur important car il influe directement sur la résistance mécanique. Le laitier cristallisé a des propriétés mécaniques similaires à celle du basalte selon certains auteurs [45 et 46].

II. 2. 4 Propriétés chimiques

II. 2. 4. 1. 1 Composition chimique

La composition chimique du laitier cristallisé est la même que celle du laitier granulé présentée dans Tableau II.4.

II. 2. 4. 1. 2 Composition minéralogique

Le Tableau II.13 donne les minéraux formés dans ce laitier lorsque ce matériau est refroidi lentement à l'air libre [40] déduit de l'analyse aux rayons X effectuée sur un laitier cristallisé du haut fourneau d'El-Hadjar présenté dans la Fig. II.8.

Tableau II.13: Composition minéralogique du laitier cristallisé d'El-Hadjar [25]

N°	Les minéraux	Désignation	Formule chimique
1	Gehlénite	C_3AS_2	$3\text{CaOAl}_2\text{O}_3\text{2SiO}_2$
2	Akermanite	C_2MS_2	2CaOMgO2SiO_2
3	Calcite	CC	CaCO_3
4	α' Silcate bicalcique	α' C_2S	2CaOSiO_2

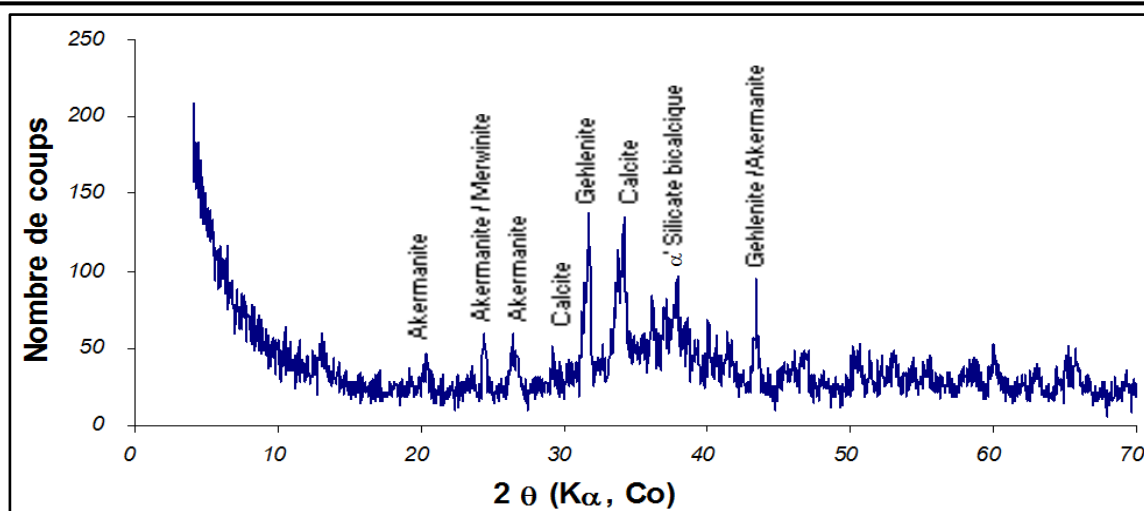


Figure II.8: Diffractogramme du laitier cristallisé d'El-Hadjar.

II. 2. 5 Discussion

La composition minéralogique du laitier cristallisé donnée au **Tableau II.13** est en accord avec les données bibliographiques, sauf que nous n'avons pas détecté la merwinite. Selon SMOLCZYK [34], ce minéral se forme dans les laitiers basiques seulement. Par contre, le silicate bicalcique sous la forme α' a été détecté par DRX et selon la même référence, la larnite ne peut être détectée que dans les laitiers acides, c'est-à-dire, lorsque le rapport CaO/SiO_2 est inférieur à 1, cela n'est pas une limite aux laitiers hydrauliques car si la teneur en CaO est faible, elle est compensée par les teneurs en MgO et Al_2O_3 .

II. 2. 6 Conclusion

La caractérisation par différentes méthodes du laitier granulé, notamment sa réactivité pour une utilisation en cimenterie, a permis de mettre en évidence une certaine contradiction entre les résultats obtenus sur mortiers et les divers indices calculés, qui peuvent d'ailleurs être eux-mêmes, contradictoires les uns par rapport aux autres. Ces résultats demandent à être d'une part confirmés et affinés, par une étude sur mortier de l'influence de la finesse et du taux de laitier sur les résistances mécaniques et chimiques et d'autre part validés par une étude sur béton. Aucune application dans le béton n'a été faite en Algérie et assez peu dans le monde. Ceci est dû au fait que le laitier est surtout produit sous forme de granulé, essentiellement pour l'industrie cimentière, et que le laitier cristallisé produit est utilisé exclusivement en technique routière.

L'utilisation du laitier granulé comme granulat à l'état brut dans le béton peut être envisagée surtout comme sable actif.

L'utilisation du laitier cristallisé comme granulat dans le béton peut également être intéressante, compte tenu de ses propriétés minéralogiques et physiques comparables à celles données par la bibliographie. [33 et 34]

Le taux d'intégration actuel du laitier granulé dans le ciment (20% en moyenne) est faible et ne permet pas d'absorber la production du haut fourneau d'El-Hadjar.

Les ciments au laitier issus de cette première étude seront ensuite caractérisés du point de vue physique et mécanique.

II. 3 Nano-silice

II. 3. 1 Introduction

Le ciment est l'un des composants principaux du béton et son principal produit d'hydratation, c-à-d que le C-S-H est une nano-structure. La résistance et les qualités mécaniques du béton dépendent principalement de la structure de la pâte pour l'améliorer en ajoutant diverses compositions.

L'ajout de matériaux pouzzolaniques de différentes manières telles que les cendres volantes, les scories de haut fourneau, la fumée de silice, augmentent les propriétés du ciment, car la silice réagit avec la Portlandite formant du silicate de calcium hydraté (C-S-H) de 2^{ème} génération et réduit la taille des pores.

La silice est l'un des plus éléments importants pour l'amélioration de la qualité des microstructures en béton. Par conséquent, une multitude de recherches étaient effectuées sur l'addition des matériaux pouzzolaniques aux bétons au cours des dernières années. L'ajout de la Nano-Silice a la meilleure performance sur les bétons.

Le traitement de ce matériau est sous la forme de grains sphériques de 0,01 micromètre en raison de la présence de surabondance de silice amorphe (90%). L'utilisation de ce nouveau matériau a été connue depuis les années 80 en béton. Outre la Micro-Silice, la Nano-Silice est un autre nouveau matériau pouzzolanique qui contient un pourcentage élevé de silice.

Dans ce chapitre, nous allons parler sur les nanoparticules de silice et de leur impact sur les propriétés des mortiers et le comportement rhéologique des pâtes cimentaires.

II. 3. 2 Définition de la Nano-Silice

La Nano-silice (NS) est généralement un matériau pouzzolanique très efficace. Elle est constituée de particules de nanomètre de taille (1-50 nm) composées presque entièrement de SiO₂ amorphe insolubles dans l'eau. La taille, la distribution granulométrique et la surface spécifique sont des paramètres qui sont conditionnées par le processus de synthèse. Quand c'est mélangé avec les ions de calcium, de sodium ou de potassium, comme les produits de la réaction d'hydratation du ciment, produisent des particules de C-S-H (gel), ce qui reste cohérent pour toutes les particules de la matrice de ciment.

La Nano-Silice réduit le temps de prise et augmente la résistance (compression et traction par flexion) du ciment résultant par rapport à d'autres silices qui ont été testés [47]. La Nano-Silice est obtenue par synthèse directe du sol de silice ou par cristallisation de cristaux nano-dimensionnés de quartz.

II. 3. 3 Nano-technologie

Le terme « Nano-technologie » est un terme générique qui désigne les procédés de fabrication et/ou de manipulation de structures à l'échelle nanométrique, c'est-à-dire de structures dont au moins une des dimensions se situe entre 1 et 100 nm. L'intérêt de travailler à cette échelle est que les éléments possèdent des propriétés complètement différentes de celles qu'ils auraient à l'échelle normale ou bien voient leurs propriétés renforcées. En effet, ils sont tellement petits qu'ils disposent d'une surface de contact plus grande par rapport à leur volume.

Les nano-matériaux sont donc fabriqués intentionnellement par l'homme pour exploiter les caractéristiques spécifiques des matériaux à l'échelle nanométrique. Mais il existe aussi des nano-particules naturelles: ce sont par exemple les poussières d'érosion ou les poussières issues d'éruption volcanique. D'autres nano-particules sont produites involontairement lors de phénomènes de combustion: par exemple, lors de la combustion du bois ou de la combustion des moteurs diesel. [47]

II. 3. 4 Nano-matériaux

Par rapport à la définition de l'Organisation Internationale de Normalisation – ISO, un nano-matériau est un matériau comportant toute dimension externe à l'échelle nanométrique ou une structure interne ou en surface à l'échelle nanométrique. Les nano-matériaux peuvent être des métaux, céramiques, carbones, polymères ou encore des silicates qui présentent la particularité d'avoir des caractéristiques différentes par rapport aux mêmes matériaux à l'échelle macro. Il y a deux catégories de nano-matériaux: les nano-objets et les matériaux nano-structurés.

II. 3. 4. 1 Les nano-objets

Définis selon la norme XP ISO/TS 80004-1:2010 comme étant des matériaux dont au moins 1, 2 ou 3 dimensions externes sont à l'échelle nanométrique (comprise entre 1 et 100 nm). Par exemple: nano-particules, nano-tubes, nano-plaques, nano-feuillets, nano-fibres, ... etc.

II. 3. 4. 2 Les nano-structurés

Matériaux possédant une structure interne ou une surface à l'échelle nanométrique. Par exemple: agrégats et agglomérats de nano-objets, matériaux nano-poreux ou nano-composites (nano-objets incorporés dans une matrice ou sur une surface). [47]

II. 3. 5 Nano-produits et applications par secteur

- **Automobile**
 - Peintures et revêtements destinés aux automobiles et aux avions, pièces détachées automobiles, additifs de carburant, batteries, pneus durables et recyclables.
 - Systèmes électroniques supportant les radiations.
 - Systèmes de nano capteurs intégrés.
 - Capteurs optiques.
- **Biomédical, pharmaceutique**
 - Nanomatériaux pour l'administration de médicaments, ouverture à distance de microcapsules par rayon laser.
 - Revêtement de textiles hospitaliers, masques, blouses de chirurgie, cathéters, pansements pour les plaies, imagerie moléculaire, additifs dans les matériaux dentaires polymérisables, additifs dans le ciment osseux, charge de résine en dioxyde de silicone, revêtement d'implants pour prothèses articulaires.
- **Chimie et matériaux**
 - Pigments, revêtements autonettoyants anti-éraflures, poudres céramiques, inhibiteurs de corrosion, surfaces et textiles antibactériens, isolation thermique, encres.
- **Cosmétiques et soins personnels**
 - Écrans solaires, hydratants pour le visage, pâte dentifrice, rouge à lèvres, traitement de l'acné, produite de soins pour bébé.
 - Shampoings, conditionneurs, sèche-cheveux, fers à cheveux.
- **Défense**
 - Tenue de combat pour les soldats, systèmes de surveillance médicale et de soins médicaux.
- **Énergie**
 - Cellules photovoltaïques, batteries, matériaux isolants.
 - Stockage de l'hydrogène dans du graphène.
- **Environnement**
 - Modélisation climatique.
 - Pesticides et fertilisants.
 - Traitement de l'eau et filtres.
 - Catalyseur pour une meilleure qualité de l'air.
- **Sports**
 - Textiles sportifs.

- Cannes à pêche en résine époxy.
- Revêtement pour bateaux. [47]

II. 3. 6 La raison derrière l'utilisation de nanomatériaux

- En terme d'amélioration des performances du béton, les propriétés des particules à l'échelle nanométrique sont extrêmement meilleures que la taille des particules classiques pour le même élément chimique.
- Ils accélèrent la réaction et augmentent la résistance initiale du béton.
- Servent à renforcer le béton.
- Ils sont très réactifs caractérisés par une grande surface spécifique.
- Ils améliorent les propriétés et les performances des matériaux à cause de leur aspect économique. [48]

II. 3. 7 Méthodes de production de Nano-Silice

De nos jours, il existe différentes méthodes pour fabriquer des produits NS parmi lesquelles on cite:

- Une méthode de production alternative basée sur la vaporisation de silice entre 1500 et 2000 °C par réduction du quartz (SiO_2) dans un four à arc électrique. De plus, NS est produits en tant que sous-produit de la production de métaux de silicium et d'alliages de ferro-silicium, où il est collecté par condensation ultérieure en fines particules dans un cyclone. La Nano-Silice obtenue par ce procédé est une poudre très fine constituée de particules sphériques ou des microsphères avec un diamètre moyen de 150 nm avec une surface spécifique élevée de l'ordre de 15 à 35 m^2/g .
- Une méthode de production basée sur un procédé sol-gel (solution-gélification). Dans ce processus, les produits de départ (principalement Na_2SiO_4 et organométalliques comme TMOS/TEOS) sont ajoutés à un solvant et le pH de la solution est changé, atteignant la précipitation de gel produit est vieilli et filtré pour devenir un xérogel. Ce xérogel est séché et à nouveau brûlé ou dispersé avec des agents de stabilisation (Na, K, NH_3 , ...etc.) pour produire une dispersion concentrée (teneur en solides de 20 à 40%), appropriée pour l'industrie du béton. [49]
- Méthode biologique: Il est issu de la calcination de l'humus produit par la digestion de vers rouges de Californie. Ces particules ont été produites en se nourrissant de ce type de vers avec des coquilles de riz, qui est un matériau de déchets biologique qui contient 22% de SiO_2 . La taille des particules de la NS est entre (55 et 245 nm) en fonction de la température de calcination, Au moyen de cette méthode, la silice des nanoparticules de forme sphérique peut être obtenue avec une efficacité de traitement de 88%. [49]

II. 3. 8 Composition chimique de la Nano-Silice

Vous pouvez trouver une variété d'ajouts de Nano-Silice commercialisées, trouve dans chacun de ces légères variations dans leur composition chimique. Toutefois, dans tous les produits et composants principaux en $\text{SiO}_2 > 99\%$. La densité des indépendants spécifiquement dans la présente étude est de 1295 g/cm^3 et sa richesse en masse de 40.6% . [50]

II. 3. 9 Effet de la Nano-Silice sur les propriétés des mortiers

Lorsque des nanoparticules sont incorporées dans la pâte de ciment Portland et mortier, des matériaux présentant des caractéristiques différentes des matériaux classiques ont été obtenus. La performance de ces matériaux à base de ciment dépend fortement des particules solides de taille Nano, telles que les particules d'hydrates de silicate de calcium (C-S-H) d'où une porosité nanométrique à la zone de transition interrassiale entre le ciment et les agrégats.

Les Propriétés typiques affectées par les nanoparticules sont la résistance, la durabilité et le retrait, Les nanoparticules de SiO_2 peuvent se remplir les espaces entre les particules de gel de C-S-H, agissant comme une nano-charge. En outre, par la réaction pouzzolanique avec l'hydroxyde de calcium, la quantité de C-S-H augmente, entraînant une densification plus élevée de la matrice, ce qui améliore la résistance et la durabilité du matériau. Des recherches antérieures indiquent que le l'intégration de nanoparticules modifie les propriétés de l'état frais et durci, même par rapport aux additions minérales conventionnelles. Les particules colloïdales de silice amorphe semblent avoir un impact considérable sur la processus d'hydratation de C_3S . La Nano-Silice diminue le temps de prise du mortier par rapport à la fumée de silice (SF) et la réduction des saignements d'eau et de la ségrégation, tout en améliorant la cohésion des mélanges. [51]

II. 3. 10 Taux de dégagement de chaleur

La finesse de broyage joue un rôle important dans l'évolution du taux de chaleur d'hydratation. Elle peut être définie comme étant la quantité de chaleur dégagée pendant la prise et le durcissement.

La **Fig. II.9** compare les taux de dégagement de chaleur des pâtes cimentaires avec 10% de Nano-Silice (10% du poids du ciment), sans ajout et avec 10% de Fumées de Silice (10% du poids du ciment).

Lorsque le mélange est en contact avec de l'eau, une période de dégagement de chaleur rapide se produit (Stade 1). Ceci est suivi par une période d'inactivité de l'induction ou en veille stade (stade 2), raison pour laquelle le ciment reste plastique pendant plusieurs heures.

À la fin de la période d'induction, le C_3S a commencé à réagir à nouveau avec vigueur renouvelée.

Le silicate continue de s'hydrater rapidement, atteindre un taux maximal à la fin de la période d'accélération (stade 3), qui correspond au taux maximum de dégagement de chaleur.

Ensuite, la vitesse de réaction ralentit à nouveau vers le bas (stade 4) jusqu'à ce qu'il atteigne un état stable.

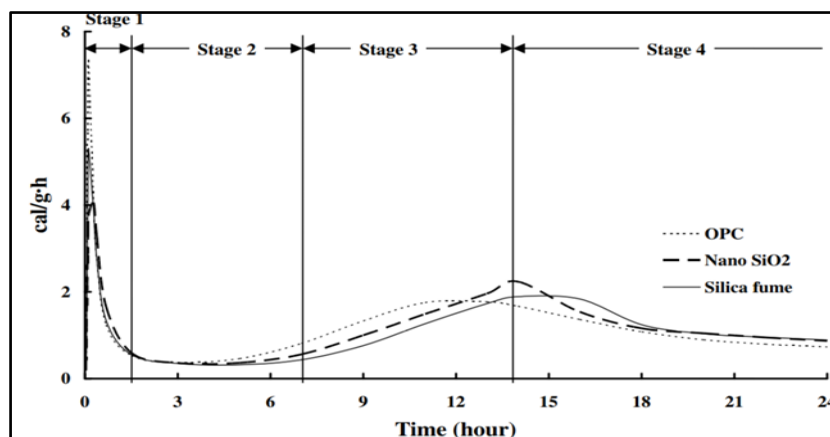


Figure II.9: Courbes calorimétriques d'évaluation de la chaleur [52]

La quantité de chaleur dégagée par les différents mélanges dans 72 h est comme suite:

- 245,5 J/g (10% NS),
- 235,7 J/g (10% FS)
- 231,1 J/g (OPC)

Ces résultats indiquent que l'ajout de NS augmente la quantité de chaleur dégagée au cours de la prise et le durcissement du ciment.

II. 3. 11 Effet pouzzolnique

Une pâte de ciment est composée de petits grains hydratés de gels de silicate de calcium, pores individuels de taille nanométrique, pores capillaires et grands cristaux de produits hydratés. Ainsi, il devrait y avoir de la place pour les matériaux en phase nanométrique pour remplir les pores de la pâte de ciment. La silice nanométrique amorphe ou vitreuse qui est le composant majeur d'une pouzzolane, réagit avec les hydroxydes de calcium pour former les C-S-H. Le taux de réaction pouzzolnique est proportionnel à la valeur de la finesse de Blaine. [52]

L'étendue d'une réaction pouzzolnique peut être suivie en surveillant la diminution de l'hydroxyde de calcium. La silice amorphe ou vitreuse réagit avec l'hydroxyde de calcium formé à partir d'hydratation de silicate de calcium.

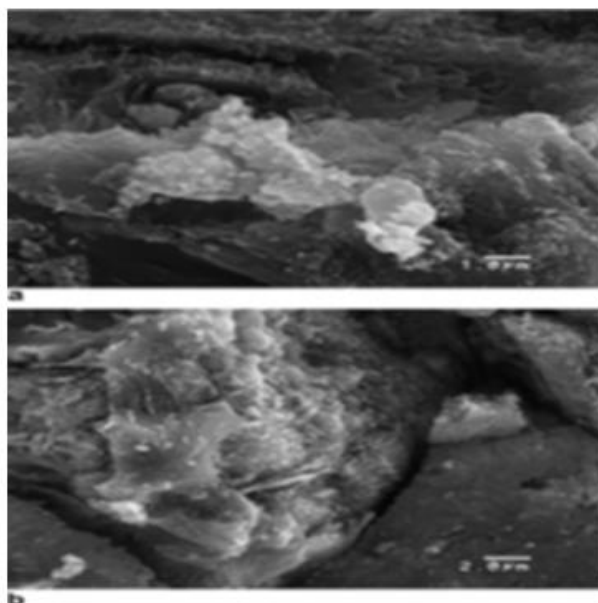


Figure II.10: Micrographies MEB d'une pâte contenant des particules de Nano-Silice (a) 10 000 et (b) 5000 [52]

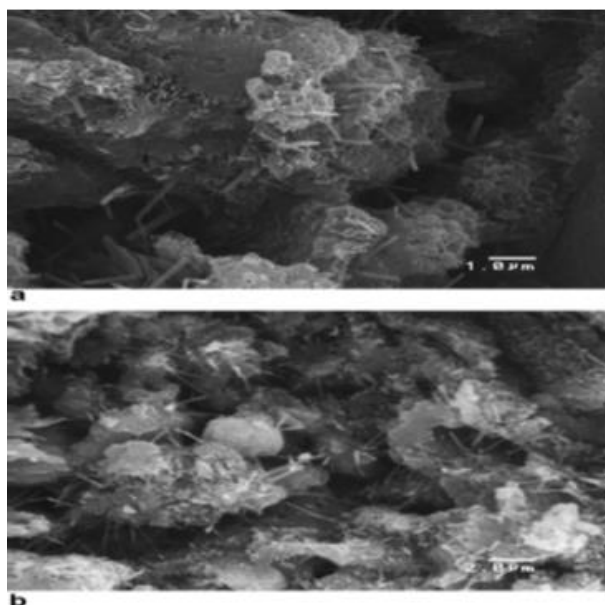


Figure II.11: Micrographies MEB de pâte témoin : (a) 10 000 et (b) 5000 [52]

Les pâtes durcies **Fig. II.10** et **Fig. II.11** sont des micrographies MEB de pâtes de ciment avec et sans NS à 7 jours. Le gel C-S-H existait de manière isolée, entourée et reliée avec de nombreuses aiguilles-hydratés dans la micrographie MEB de pâte sans NS **Fig. II.11**.

D'autre part, la microstructure du mélange contenant du NS a révélé une densité, formation compacte de produits d'hydratation et une réduction de nombre de cristaux de $\text{Ca}(\text{OH})_2$. [51]

Tableau II.14: Analyse des pâtes de ciment sans et avec différents ajouts

	$\text{Ca}(\text{OH})_2$ (%)
Sans ajout	8,89
10% FS	6,09
10%NS	4,06

Par conséquent, l'effet pouzzolanique conduit à une variation importante dans la microstructure des mortiers cimentaires, des recherches réalisées ont montré que l'addition de NS au mortier de ciment améliore leur microstructure.

La **Fig. II.12** représente les images MEB réalisées sur des mortiers après 7 jours de durcissement sans et avec différents ajouts pozzolanique reflétaient le changement de structure des cristaux en surbrillance, C-H et C-S-H. [53]

- a) Témoin (sans ajout).
- b) Avec 10% de NS (15 nm).
- c) Avec 10% de Fumée de Silice (444,2 nm).
- d) Avec 10% de Cendre Volante (1513 nm).

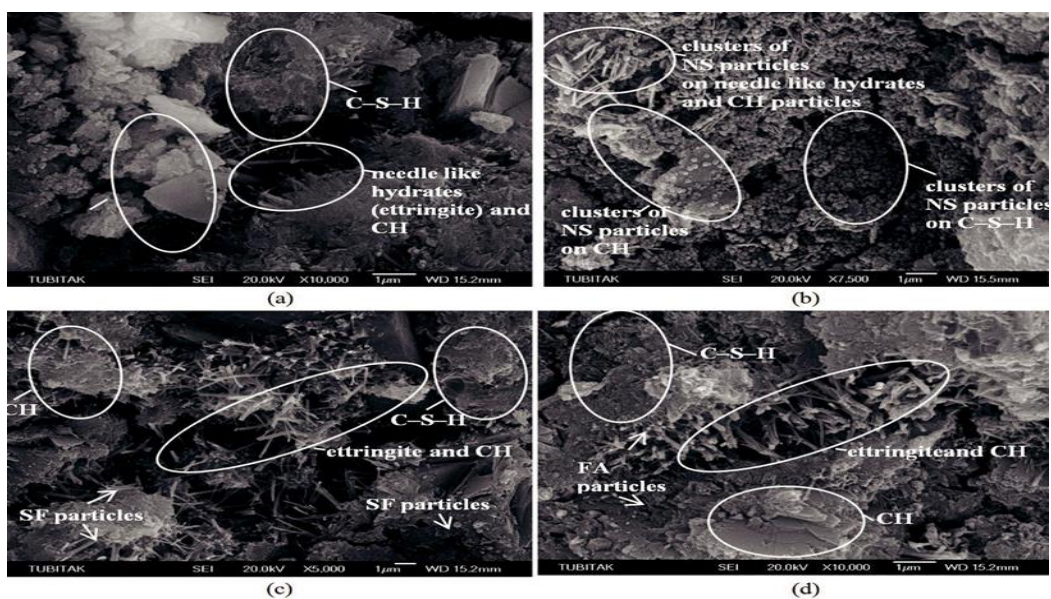


Figure II.12: Images MEB des échantillons de mortier après 7 jours de durcissement: a) témoin, grossissement x10 000; b) 10% NS, grossissement x7 500; c) 10% FS, grossissement x5 000; d) 10% CV, grossissement x10 000 [53]

- **Image a:** l'image MEB de mortier présente une distribution hétérogène de grains C-S-H et C-H et cristaux d'ettringite en forme d'aiguilles. Le gel C-S-H existait de manière isolée, entourée et reliée avec de nombreuses aiguilles-hydratées.
- **Image b:** Avec 10 % de NS, l'image MEB illustre une structure de mortier très condensée et bonne dispersion des agglomérations de NS sur toute la surface des produits de ciment hydratés. Les grains CH sont moins visibles par rapport aux autres variantes.
- **Images c et d:** Les images MEB de FS10 et CV10 sont similaires et montrent les produits d'hydratation de ciment condensés. Les particules minérales FS ou CV sont irrégulières dispersées dans les produits de ciment hydratés, des cristaux de CH et d'ettringite entre les cristaux C-S-H.

Les images MEB d'évolution de la micro structure des différentes variantes de mortier après 28 jours de durcissement **Fig. II.13** montrent que:

- Le mortier avec 10% de NS (image b) diffère des images MEB (a, c et d) des autres variantes de mortier, où la texture des produits d'hydratation est plus dense et plus compacte. Les gros cristaux de CH ne sont pas observés tout au long de la structure.
- Les autres variantes affichent tous les produits des ciments hydratés comprenant le gel de C–S–H. Au même temps, les dépôts de petits et de gros cristaux de CH sont dispersés dans le corps des mortiers de ciment durci, qui sont souvent dans le témoin et sont assez occasionnel dans les mortiers avec % 10 CV et % 10 FS. [53]

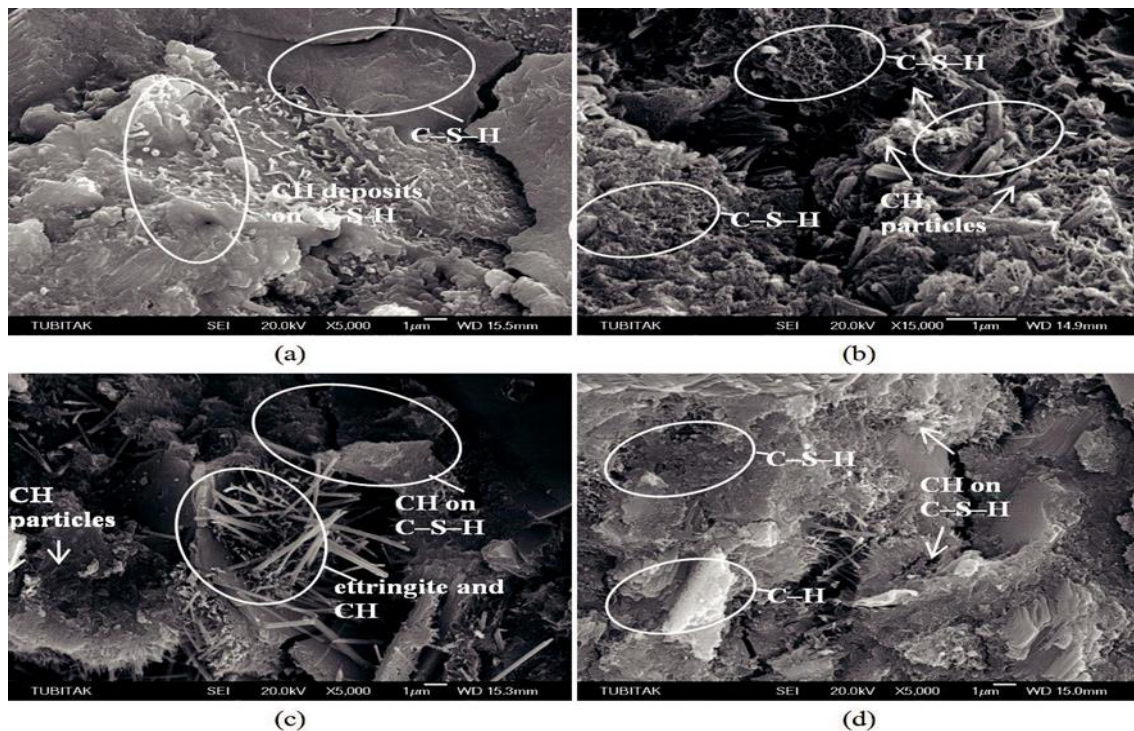


Figure II.13: Images MEB des échantillons de mortier après 28 jours de durcissement: a) témoin, grossissement x 5 000; b) NS10, grossissement x 15 000; c) SF10, grossissement x5 000; d) FA10, grossissement x5 000 [53]

II. 3. 12 Problèmes d'addition de la Nano-Silice

Deux problèmes importants, en ce qui concerne l'utilisation de NS dans les composites de ciment. Une difficulté importante est la dispersion des particules NS dans un mélange cimentaire. Les études précédentes ont montré que la dispersion des particules NS affecte l'ouvrabilité des pâtes cimentaires, Certains auteurs ont conclu que le pourcentage approprié de NS devait être petit (1-5% en poids) pour éviter l'agglomération des particules pendant le malaxage, alors que d'autres ont indiqué que les propriétés peuvent également être améliorées avec des doses plus élevées jusqu'à environ 10% en poids si ces nanoparticules sont dispersées avec succès dans le mélange de ciment initial.

CHAPITRE III

Ce chapitre présentera un état de l'art relatif aux notions sur la rhéologie des pâtes cimentaires, en décrivant le comportement rhéologique et les différents types d'écoulement de la matière à savoir visqueux ou visco-plastique. Les modèles cités en l'occurrence, Modèle de Herschel-Bulkley, Bingham, Newtonien ... etc. Il mettra également sur le volet de Thixotropie précisément les corps Thixotropes, comme il va aborder également les caractéristiques rhéologiques des bétons et l'influence des adjuvants sur le comportement rhéologique des coulis.

III. 1 Comportement rhéologique des fluides

Les fluides peuvent être classés en différentes catégories selon leurs propriétés d'écoulement. Les principaux types de fluides connus et leurs lois d'écoulement associées sont présentés ci-dessous. Ensuite, le cas particulier des pâtes et mortiers de ciment est abordé.

III. 1. 1 Différents types d'écoulement de la matière

Les propriétés rhéologiques des différents fluides sont définies selon l'allure de leur courbe d'écoulement, ou rhéogramme, qui représente l'évolution de la contrainte de cisaillement τ en fonction de la vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}$. Les différents écoulements sont réunis à la **Fig. III.1**.

La contrainte de cisaillement représente la résistance que la substance oppose au mouvement de cisaillement et à la dimension d'une pression. La vitesse de cisaillement est la variation de la vitesse du mouvement à l'intérieur de l'échantillon et s'exprime en s^{-1} .

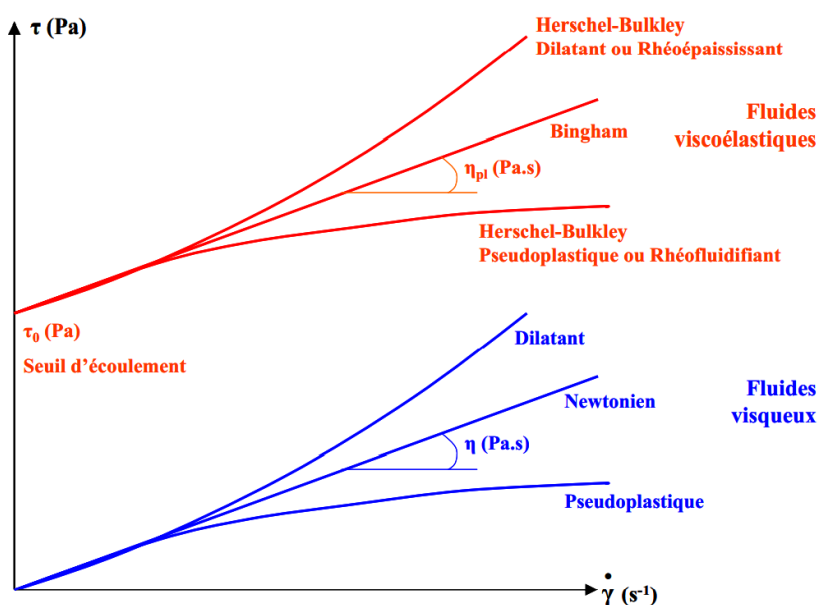


Figure III.1: Les différents types d'écoulement de la matière

La réaction d'un fluide soumis à une force extérieure permet de différencier deux types de matériaux. Les fluides visqueux s'écoulent quelle que soit l'intensité de la force, alors que les fluides viscoélastiques ne commencent à s'écouler qu'une fois que la force de cisaillement appliquée a atteint une valeur limite, appelée seuil d'écoulement τ_0 .

Les fluides newtoniens ont l'écoulement le plus simple. La contrainte de cisaillement est directement proportionnelle à la vitesse de cisaillement. L'équation rhéologique décrivant ce type de fluide est la suivante:

$$\tau = \eta \cdot \dot{\gamma} \quad \text{Eq. 4}$$

Le coefficient de proportionnalité est η la pente de la courbe et est définie comme la viscosité du matériau. Elle représente la résistance que le matériau oppose à l'augmentation de la vitesse de cisaillement [54]. Elle est une constante du matériau et est indépendante de la vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}$.

Lorsque l'écoulement d'une substance n'est pas linéaire, la viscosité évolue avec la vitesse de cisaillement. La notion de viscosité apparente est alors utilisée. C'est le cas de l'écoulement pseudoplastique, pour lequel la viscosité apparente diminue lorsque la vitesse de cisaillement augmente, et de l'écoulement dilatant où, au contraire, la viscosité apparente augmente avec la vitesse de cisaillement. Ces deux types de fluide sont décrits par le modèle mathématique représenté par l'équation ci-dessous:

$$\tau = m \cdot \dot{\gamma}^p \quad \text{Eq. 5}$$

m = coefficient d'écoulement,

p = exposant:

$p < 1$, écoulement pseudoplastique,

$p > 1$, écoulement dilatant.

Les fluides viscoélastiques ne commencent à s'écouler qu'une fois que l'intensité de la force extérieure appliquée a dépassé une certaine valeur. La valeur minimale que doit présenter la contrainte de cisaillement pour que de telles substances s'écoulent est appelée le seuil d'écoulement, lequel représente la résistance à l'écoulement du matériau. [55]

Lorsque la contrainte de cisaillement est inférieure au seuil d'écoulement, le fluide se comporte comme un solide élastique pouvant se déformer de façon réversible selon la loi de Hooke. Par contre, dès que la contrainte de cisaillement dépasse le seuil d'écoulement, le matériau se comporte comme un fluide visqueux et s'écoule d'une façon irréversible. [56]

Selon la réaction de la contrainte de cisaillement lors de l'écoulement visqueux, deux modèles mathématiques sont utilisés pour décrire les différents fluides:

- Le modèle de Bingham définit les fluides viscoélastiques dont la viscosité plastique est indépendante de la vitesse de cisaillement:

$$\tau = \tau_0 + \eta_{pl} \cdot \dot{\gamma} \quad \text{Eq. 6}$$

τ_0 = seuil d'écoulement de Bingham,

η_{pl} = viscosité plastique. [57]

- Le modèle d'Herschel-Bulkley s'applique aux fluides viscoélastiques pour lesquels la viscosité apparente évolue avec la vitesse de cisaillement: [56]

$$\tau = \tau_h + m \cdot \dot{\gamma}^p \quad \text{Eq. 7}$$

τ_h = seuil d'écoulement d'après Herschel-Bulkley,

m = coefficient d'écoulement,

p = exposant :

$p < 1$, comportement pseudoplastique ou rhéofluidifiant,

$p > 1$, comportement dilatant ou rhéoépaississant.

III. 1. 2 Thixotropie

Certaines suspensions peuvent présenter un écoulement dont les caractéristiques dépendent du temps ou des traitements antérieurs (fluides à mémoire). C'est le cas des corps thixotropes caractérisés par une diminution réversible de la viscosité apparente lors d'une sollicitation à vitesse constante. Cette propriété est généralement caractéristique des suspensions floculées. Elle est liée à la destruction progressive des floccs sous cisaillement. Les rhéogrammes de telles suspensions présentent une boucle d'hystérésis, c'est-à-dire que la courbe de montée en cisaillement ne coïncide pas avec la courbe de descente. [58]

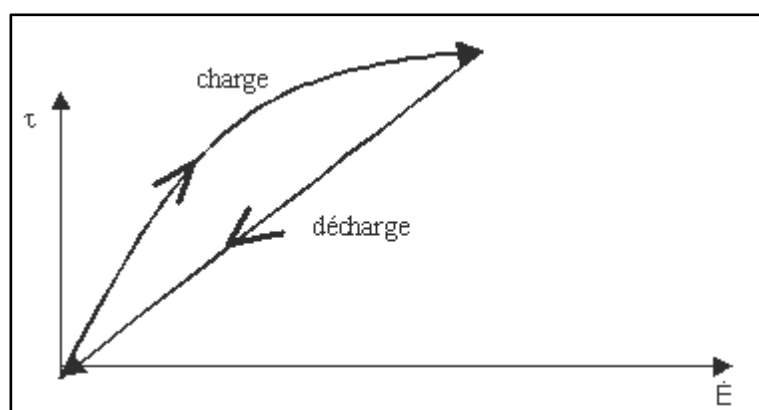


Figure III.2: Le corps thixotrope

Pour certains corps, si après ce cycle de charge et décharge, on laisse au repos pendant un temps assez long, la structure se réorganise et si on recommence une charge, on obtient le premier rhéogramme à nouveau.

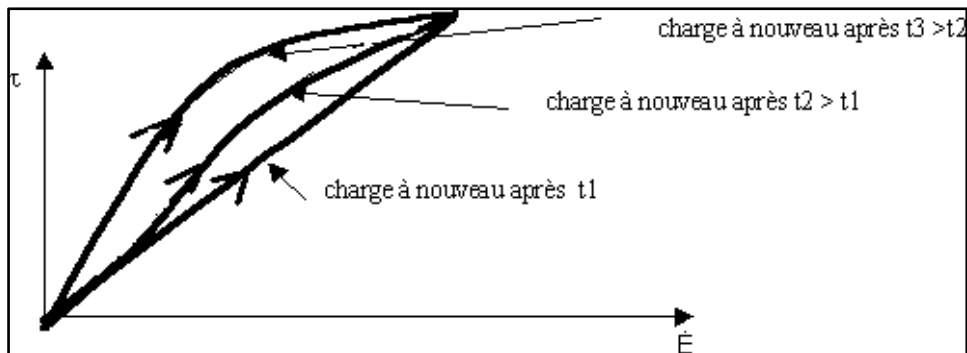


Figure III.3: Comportement d'un corps thixotrope

D'un point de vue physique, la thixotropie est le résultat d'une déstructuration du fluide en écoulement s'accompagnant d'une diminution provisoire de la barrière d'énergie potentielle associée aux interactions entre particules. [59]

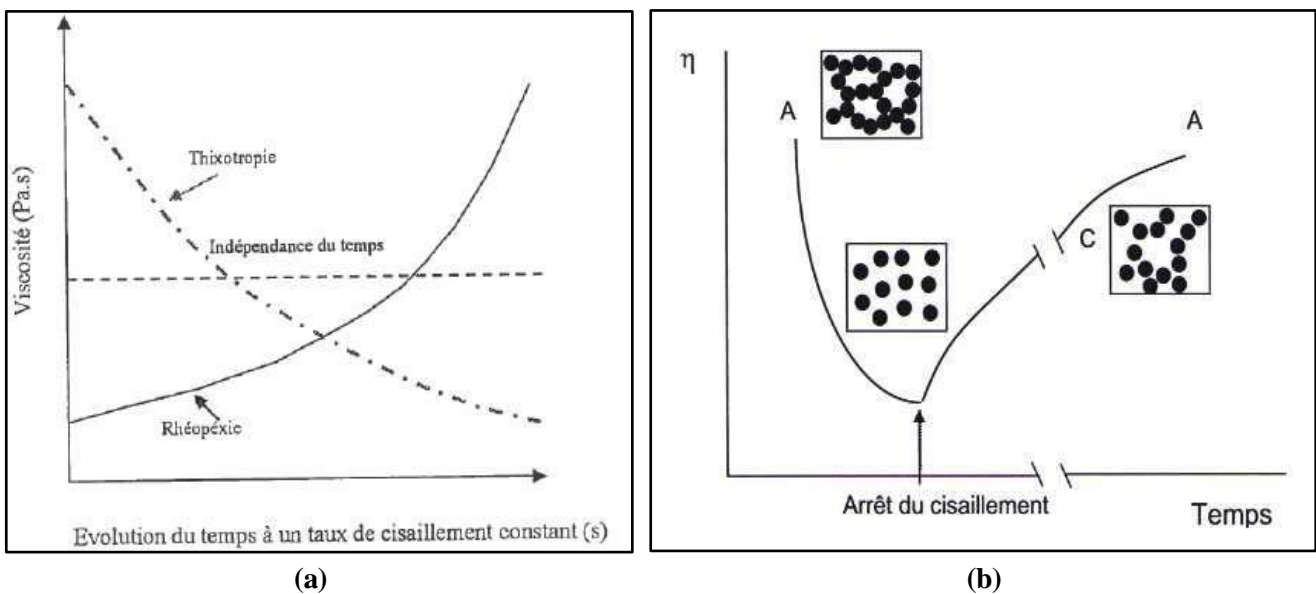


Figure III.4: (a) Variation de la viscosité de différents matériaux (b) variation de la viscosité d'un système thixotrope sous l'influence d'une contrainte de cisaillement maintenue constante [59]

III. 1. 3 Fluides viscoplastiques

Les fluides viscoplastiques présentent un comportement à la fois d'un solide de Hooke avec des valeurs de cisaillement inférieures au seuil d'écoulement ($\tau < \tau_0$) et d'un fluide visqueux si la contrainte de cisaillement appliquée est supérieure au seuil de cisaillement ($\tau \geq \tau_0$). Le comportement viscoplastique est souvent associé aux suspensions de polymères très concentrées.

La détermination du seuil de cisaillement est la plupart du temps un exercice fastidieux, considérant qu'elle est fonction de la technique utilisée. Pour un fluide viscoplastique, le terme « seuil de

cisaillement » désigne souvent le seuil de cisaillement dynamique, cette valeur est obtenue par extrapolation de la contrainte pour des taux de cisaillement nul ($\dot{\gamma}=0$). D'autre part, le seuil de cisaillement statique est déterminé sur un matériau au repos ($\dot{\gamma}$ très faible) en augmentant la valeur du cisaillement jusqu'à ce que le matériau commence à s'écouler. Ce seuil est très sensible à la thixotropie du mélange considéré.

Généralement, le seuil de cisaillement statique est plus élevé que le seuil dynamique pour un matériau donné [60]. La détermination du type de seuil d'écoulement dépend du type d'écoulement que l'on souhaite étudier. Si l'on désire évaluer l'arrêt de l'écoulement d'un fluide, il est important de déterminer le seuil dynamique, alors que le seuil statique est déterminé pour évaluer l'effort nécessaire requis par un fluide pour s'écouler. Dans la présente étude, les deux seuils seront à différents niveaux exploités.

III. 2 Caractérisation rhéologique des bétons

III. 2. 1 Rhéologie des bétons

Le béton est un matériau hétérogène de part ses éléments constitutifs. C'est une suspension de particules de tailles diverses dans un fluide suspensif. Son comportement rhéologique est classiquement considéré comme celui d'un fluide à seuil. De nombreux travaux associent à de telles suspensions concentrées un comportement rhéologique viscoplastique, par exemple de type Bingham [61] depuis les travaux de Tattersall et Banfill [62] et Tattersall. [63]

Rappelons que le comportement rhéologique des fluides visqueux newtoniens (fluide classique) est caractérisé par une relation linéaire entre contrainte τ et taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ Fig. III.5. Un tel comportement semble trop réducteur pour caractériser les bétons, même s'ils sont autoplaçants. De même, une viscosité évolutive (en loi puissance) constitue une alternative non suffisante. Parmi les modèles de fluides à seuil, nous pouvons distinguer le modèle de Bingham caractérisé par une viscosité plastique définie du modèle de Herschel-Bulkley pour lequel la composante visqueuse évolue en loi puissance. [64]

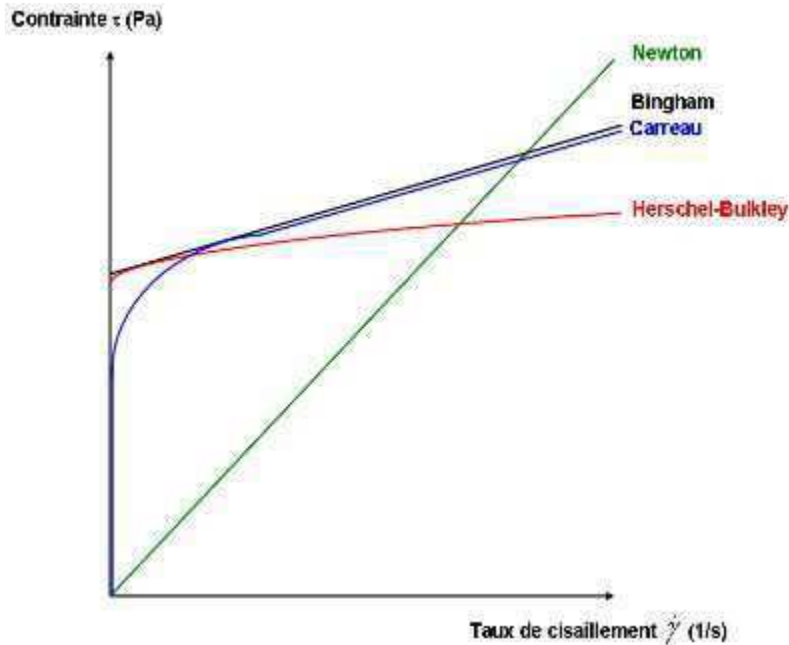


Figure III.5: Lois de comportements rhéologiques du béton [64]

Le modèle de Bingham est le modèle le plus utilisé pour modéliser le comportement rhéologique du béton en raison du faible nombre de paramètres à ajuster (le seuil de cisaillement τ_0 et la viscosité plastique μ_{pl}).

Dans le cas unidimensionnel, cette loi de comportement s’écrit simplement pour retraduire les conditions d’arrêt de l’écoulement du béton ainsi que les dissipations liées à son écoulement:

$$\dot{\gamma} = 0 \text{ si } \tau < \tau_0 \quad \text{Eq. 8}$$

$$\tau = \tau_0 + \mu_{pl} \cdot \dot{\gamma} \text{ si } \tau > \tau_0 \quad \text{Eq. 9}$$

Le seuil de cisaillement correspond à la contrainte minimale à dépasser pour avoir un écoulement [65 et 66]. Il peut être interprété physiquement par la présence de frottements inter granulaires. La viscosité plastique est caractéristique d’une dissipation visqueuse du fluide suspendant entre les espaces interstitiels du squelette granulaire. La quantité et la qualité de la pâte du béton vont donc logiquement conditionner sa viscosité plastique. [64]

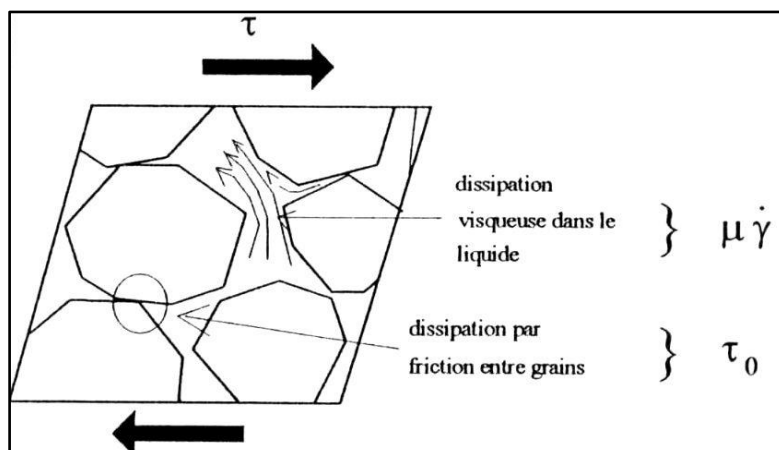


Figure III.6: Les diverses contributions rhéologiques des matériaux constitutifs du béton [64]

III. 2. 2 Comportement rhéologique des pâtes cimentaires

Au court du temps, et dès l'arrêt du malaxage, le comportement de la matrice cimentaire évolue d'une part à court terme par des interactions réversibles entre particules, d'autre part, à plus long terme par des réactions chimiques irréversibles entraînant la prise.

III. 2. 2. 1 Comportement indépendant du temps

- Régimes d'écoulement

Le comportement macroscopique d'un composite cimentaire résulte de la compétition entre toutes les interactions auxquelles ses particules sont soumises. Différents régimes d'écoulements macroscopiques en résultent en fonction des vitesses de cisaillement, au cours desquels les mécanismes de dissipation d'énergie dominants varient. Ces régimes macroscopiques sont décrits sur la **Fig. III.7** à travers la viscosité apparente (rapport entre la contrainte et le taux de déformation à chaque instant).

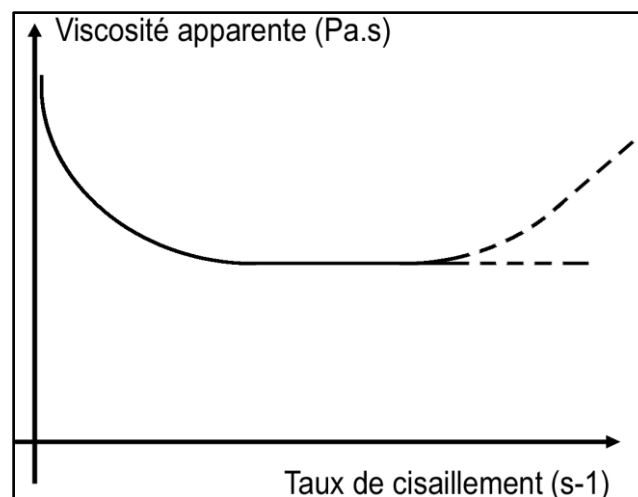


Figure III.7: Evolution de la viscosité apparente d'un matériau cimentaire en fonction du cisaillement qui lui est appliqué

Selon l'échelle adoptée, le modèle de Bingham peut modéliser le comportement macroscopique de la pâte de ciment, du mortier ou du béton. La séparation d'échelle choisie dans ce travail séparant matrice cimentaire et inclusions **Fig. III.7** la pâte de ciment est considérée comme un fluide de Bingham homogène auquel des inclusions sont ajoutées.

A l'échelle des inclusions, le comportement du béton est lui-même modélisé de manière macroscopique par un modèle de Bingham dont les paramètres rhéologiques dépendent de ceux du fluide suspendant et des inclusions.

L'industrie du génie civil distingue un Béton Ordinaire (BO) dont le seuil est de l'ordre de quelques milliers de Pa pour une viscosité d'environ 100 Pa.s, un Mortier Ordinaire (MO) de seuil de l'ordre de quelques centaines de Pa pour une viscosité d'environ 10 Pa.s, un Béton Auto Plaçant (BAP) de seuil de l'ordre de quelques dizaines de Pa pour une viscosité d'environ 100 Pa.s, une pâte de ciment

de seuil de l'ordre de quelques Pa et 1 Pa.s de viscosité, et enfin un coulis dont le seuil est de l'ordre de quelques dixièmes de Pa. [67]

III. 3 Influence des adjuvants sur le comportement rhéologique des coulis

III. 3. 1 Influence des superplastifiants

Les superplastifiants sont des polymères à caractère anionique qui sont ajoutés dans les coulis cimentaires pour améliorer la fluidité de ces derniers en s'opposant la floculation qui est favorisée par les interactions attractives entre les particules cimentaires. Le mécanisme d'action des superplastifiants repose essentiellement sur les deux effets: l'effet électrostatique et l'effet stérique. L'effet électrostatique est lié au caractère anionique des molécules du superplastifiant. Ces dernières viennent s'adsorber et charger négativement la surface des particules cimentaires, entraînant par conséquent la répulsion électrostatique entre ces dernières. L'adsorption du superplastifiant s'effectue de préférence sur les composants C_3A et C_4AF plutôt que sur les composants C_2S et C_3S du ciment. Ceci concorde avec les mesures du potentiel électrique zêta effectuées en l'absence de superplastifiant, qui montrent que le potentiel électrique zêta est positif sur les composants C_3A et C_4AF et négatif sur les composants C_2S et C_3S du ciment. L'effet stérique est lié à l'interaction entre les couches de polymère adsorbées sur la surface des particules. Il se manifeste par le fait que les particules cimentaires n'arrivent pas à rapprocher l'une à l'autre à cause de l'encombrement stérique des polymères adsorbés. Lorsque les particules s'approchent, les polymères adsorbés sur leur surface s'interpénètrent, conduisant à augmenter la concentration en polymère dans la zone entre les particules et à rejeter par conséquent les molécules d'eau de cette zone. Il en résulte donc des pressions osmotiques qui ont pour l'effet de s'opposer au rapprochement des particules en faisant déplacer les molécules d'eau vers les zones de concentration en polymère élevée. L'importance relative des effets électrostatique et stérique varie en fonction du type et de la masse molaire du superplastifiant. Pour les superplastifiants de l'ancienne génération qui sont des dérivés sulfonés (polynaphtalènesulfonates, polymélaminesulfonates, les lignosulfonates, ...etc), l'effet électrostatique prédomine. Au contraire, pour les superplastifiants de nouvelle génération qui sont des polymères greffés, à base de polycarboxylate, composés d'une chaîne polymérique principale chargée négativement sur laquelle sont greffés d'autres chaînes latérales se déployant dans la solution, l'effet stérique est prépondérant. Comparativement aux superplastifiants de l'ancienne génération, les nouveaux superplastifiants permettent de mieux améliorer ainsi que de mieux maintenir en fonction du temps la fluidité des coulis cimentaires.

Dans la littérature, il existe de très nombreuses études consacrées à l'influence des superplastifiants sur le comportement rhéologique des coulis cimentaires. En considérant les coulis cimentaires comme des fluides de Bingham, Banfill a constaté que le seuil d'écoulement et la viscosité plastique des coulis

cimentaires diminuent en fonction du dosage en superplastifiant. Ceci a été confirmé par Michaux qui a cependant constaté une augmentation avant la diminution du seuil d'écoulement. Certains chercheurs ont également constaté un comportement de type rhéo-épaississant pour les coulis cimentaires totalement défoulés (dispersés) obtenus à des dosages en superplastifiant suffisamment élevés. [68]

III. 3. 2 Influence des agents de viscosité

Les agents de viscosité (viscosants) sont des polymères qui sont ajoutés dans les coulis cimentaires pour améliorer la résistance de ségrégation et donc l'homogénéité en augmentant la viscosité de ces derniers. Les produits le plus largement utilisés sont des dérivés cellulosiques et des polysaccharides dont le mécanisme d'action repose sur les trois effets suivants:

- **Adsorption:** Les molécules d'eau sont adsorbées et fixées sur les chaînes polymériques du viscosant, entraînant l'augmentation de la viscosité de l'eau interstitielle et donc de la viscosité du coulis cimentaire.
- **Association:** Les molécules polymériques du viscosant peuvent être associées les unes aux autres sous l'effet des forces attractives de Van der Waals ou à travers les ponts d'hydrogène en formant des gels qui bloquent le mouvement des molécules d'eau et qui entraînent par conséquent l'augmentation de la viscosité de l'eau interstitielle et de la viscosité du coulis cimentaire.
- **Entrelacement:** À faibles vitesses de cisaillement, les chaînes de polymères s'entrelacent et s'enchevêtrent, entraînant l'augmentation de la viscosité des coulis cimentaires. L'enchevêtrement des polymères peut se délier au fur et à mesure que la vitesse de cisaillement augmente, à cause de l'orientation des chaînes polymériques dans le sens de l'écoulement. Ceci confère aux coulis cimentaires le comportement rhéo-fluidifiant dont la viscosité du coulis diminue en fonction de la vitesse de cisaillement. Cela permet donc d'assurer la stabilité des coulis à faibles vitesses de cisaillement et de faciliter l'écoulement des coulis à grandes vitesses de cisaillement.

Dans la littérature, il existe de nombreuses études consacrées à l'influence des agents de viscosité sur le comportement rhéologique des coulis cimentaires. Elles ont montré que l'incorporation des agents de viscosité augmente non seulement la viscosité mais également le seuil d'écoulement, l'effet rhéo-fluidifiant et l'effet thixotrope des coulis cimentaires. [68]

CHAPITRE IV

Ce chapitre présentera l'ensemble des matériaux utilisés, leur mise en œuvre et les techniques expérimentales permettant leur caractérisation. D'autre part, il décrira les méthodologies adoptées lors de la réalisation de ce travail. Une étude rhéologique complète (Modèle d'écoulement et comportement Thixotropique) menée sur différentes variantes de pâtes cimentaires en premier lieu ensuite une étude physico-mécanique sera réalisée sur des mortiers de ciment métallurgique. Durant cette étude, les essais de résistance mécanique à la flexion et à la compression des mortiers en variant les dosages en NS et en LHF ont été réalisés à 3, 28 et 90 jours dans le but de suivre le comportement de ces derniers. Un ratio constant Eau sur Liant (E/L) de 0.5 a été fixé pour toutes les variantes. Les différents dosages de LHF (0, 36 et 66%) en présence de 3% de NS seront ajoutés au ciment. Quant à la seconde partie, elle sera consacrée, plus particulièrement, à la problématique de durabilité d'un échantillon pré-sélectionné, en l'occurrence L66, soumis continuellement pendant 84 jours à deux milieux agressifs à savoir: solution d'acide chlorhydrique (HCl) et solution d'acide Nitrique (HNO₃), le degré d'acidité (pH) pour chaque solution sera fixé à 1.25 et 1.75% respectivement. En achevant cette série d'essais par des observations sous Microscope à balayage électronique (MEB) afin d'identifier et décrire les différents composants et phénomènes relatifs aux mortiers et pâtes confectionnés.

IV. 1 Matériaux utilisés

IV. 1. 1 Ciment

Le ciment utilisé est un ciment portland (CEMI) préparé à base de clinker produit dans la cimenterie de Sour-El-Ghozlane (SCSEG). Sa masse volumique absolue est de 3.1 g/cm³. Sa composition chimique et sa composition minéralogique calculée à l'aide des formules de Bogue ainsi que les délais de prise sont récapitulées dans les **Tableau IV.1**, **Tableau IV.2** et **Tableau IV.3** respectivement.

Tableau IV.1: Composition chimique du ciment CEM I (Sour-El-Ghozlane)

Composant	CaO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	PAF	SSB (cm ² /g)	R _{C28j} (MPa)
Teneur (%)	64.77	21.24	4.84	3.73	1.90	2.11	0.84	0.22	0.91	4000	56.95

Tableau IV.2: Composition minéralogique du ciment CEM I

Composant minéralogique	C ₃ S	C ₂ S	C ₃ A	C ₄ AF
Teneur (%)	58.82	22.40	8.33	10.45

Tableau IV.3: Délais de prise du ciment CEM I

Propriété	Ciment (M)
Début de prise	82 min
Fin de prise	149 min

Les essais sont réalisés suivant les modalités de norme NF EN 196-1 sur des éprouvettes prismatiques de 4x4x16 cm.

Tableau IV.4: Résistances à la compression et à la flexion du ciment CEM I

Résistance à la flexion (MPa)			Résistance à la compression (MPa)		
3j	28j	90j	3j	28j	90j
4.11	7.90	8.83	24.10	58.64	61.95

D'après les résultats présentés dans le **Tableau IV.4**, on remarque l'évolution des résistances dans le temps d'une façon différente d'un ciment à l'autre de sorte que:

- **3 jours**

Le CEMI donne une meilleure résistance, grâce à sa composition riche en aluminates de calcium qui forment les premiers cristaux hydratés responsables du durcissement initial et des premières résistances par formation de l'ettringite.

- **28 jours**

Concernant les résistances à 28 jours, le C₂S et C₃S contribuent aux résistances à long terme, le CEMI a des bonnes résistances.

- **90 jours**

Concernant les résistances à 90 jours, le C₂S contribue aux résistances à long terme, le CEMI a des bonnes résistances.

IV. 1. 2 Sable

Le sable utilisé est un sable normalisé conforme à la norme EN 196-1. Il est commercialisé en sacs de plastique de 1350g±5g. Il est siliceux et stable vis à vis de la dégradation sous lixiviation et il n'y a pas de risque de réaction alcali-silice. La granulométrie de ce sable est comprise entre 0.08 et 2 mm comme illustré dans **Fig. IV.1**. Sa masse volumique est de 2.7 g/m³.

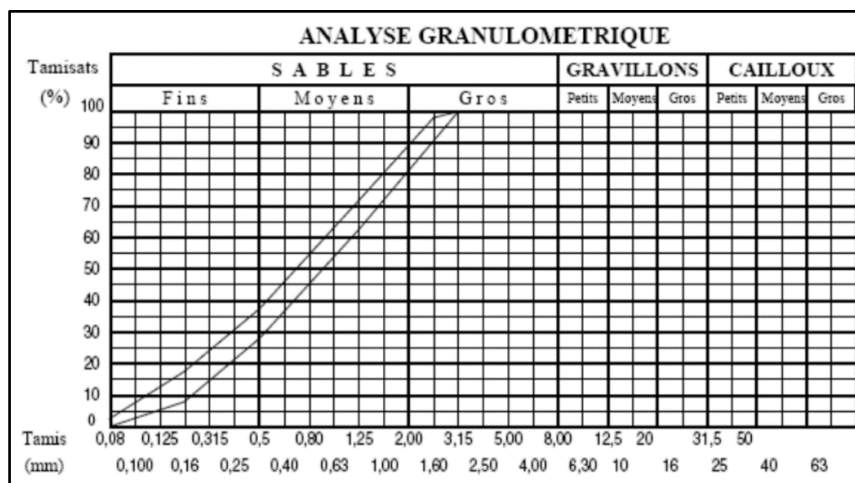


Figure IV.1: Composition granulométrique du sable normalisé

IV. 1. 3 Laitier de Haut Fourneau

Le Laitier Granulé de Haut Fourneau d'El-Hadjar (SIDER El-Hadjar) est obtenu par refroidissement brusque par un jet d'eau (trempe à l'eau) et chute dans un grand bassin, il se présente sous forme de granulats de couleur grise claire, de granulométrie de 0-5 mm.

Le Laitier de Haut Fourneau (LHF) utilisé était récupéré à partir du complexe sidérurgique SIDER El-Hadjar. Dans la mesure de l'utiliser dans cette étude, nous avons eu recours à un broyage poussé afin d'atteindre une finesse de l'ordre de 5000 cm²/g. Sa composition chimique est représentée dans le **Tableau IV.5**. Nous l'avons soumis également à une diffraction par rayons X (DR-X) comme il est montré dans **Fig. IV.2**. La structure microscopique du LHF par microscopie à balayage électronique (MEB) est également représentée dans **Fig. IV.3**.

Le Laitier Granulé de Haut Fourneau utilisé dans notre étude expérimentale est composé principalement de silico-aluminate de calcium et de magnésium, il est constitué essentiellement de quatre oxydes (SiO₂, Al₂O₃, CaO, MgO).

Tableau IV.5: Composition chimique du Laitier de Haut Fourneau de SIDER El-Hadjar

Oxyde	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	MnO	CaO ₁
Teneur (%)	38,58	5,68	1,41	41,28	6,72	0,15	2,58	1,6

IV. 1. 3. 1 Activité du laitier

- **Module de basicité**

$$M_b = (\text{CaO} + \text{MgO}) / (\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3) = 1,12 \quad \text{Eq. 10}$$

$M_b > 1$: le laitier est basique.

- **Module d'activité**

$$M_a = (\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2) = 0,14 \quad \text{Eq. 11}$$

$0.017 < M_a < 0.25$: le laitier est actif

Par rapport aux résultats obtenus ci-dessus relatifs aux modules de basicité et d'activité, nous avons pu classer notre LHF comme étant basique.

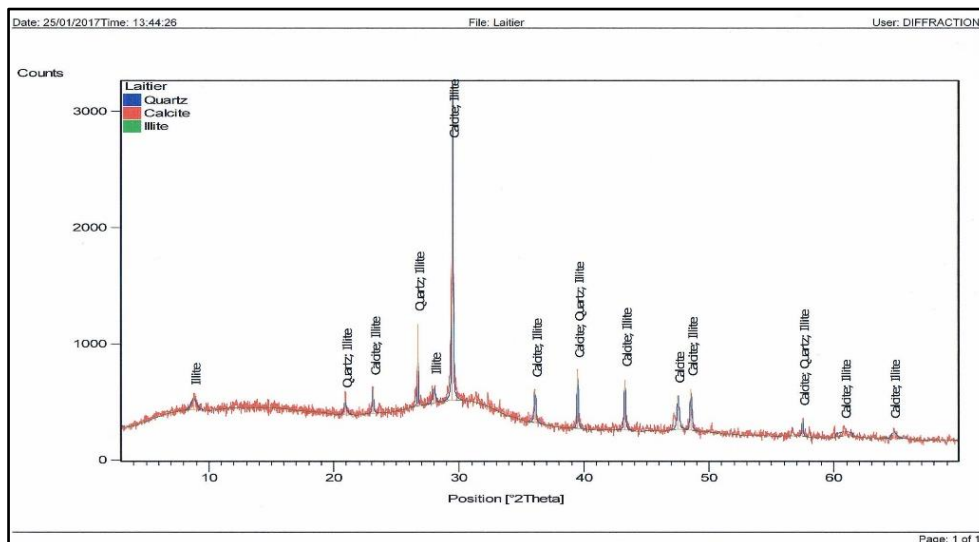


Figure IV.2: Diffractogramme du Laitier de Haut Fourneau de SIDER El-Hadjar

Le diffractogramme dans **Fig. IV.2** confirme la présence quantitative remarquable des minéraux principaux tels que la Calcite (CaCO_3), le Quartz (SiO_2) et l'Illite contribuant dans l'activité pouzzolanique du LHF.

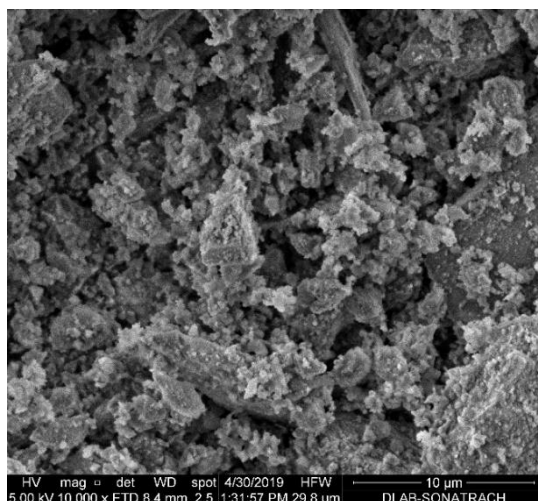


Figure IV.3: Microscopie Électronique à Balayage du Laitier de Haut Fourneau de SIDER El-Hadjar

Le cliché présenté dans **Fig. IV.3** réalisé au Microscope Électronique à Balayage (MEB) du LHF granulé issu du complexe sidérurgique d'EL-HADJAR illustre une microstructure compacte caractérisée par une porosité très faible.

IV. 1. 4 Nano-Silice

Un dioxyde de Nano-Silice (NS) importée avec un taux de Silice $>99.8\%$ et d'une très grande finesse de $200\text{K m}^2/\text{kg}$ a été utilisé dans ce travail. L'AEROSIL® 200 est une silice pyrogène hydrophile.

L'observation au microscope à balayage électronique (MEB) montre que les particules de NS présentent une forme sphérique assez régulière de taille variable comme il est clair dans **Fig. IV.4**. Les différentes caractéristiques techniques de la NS sont récapitulées dans le **Tableau IV.6**.

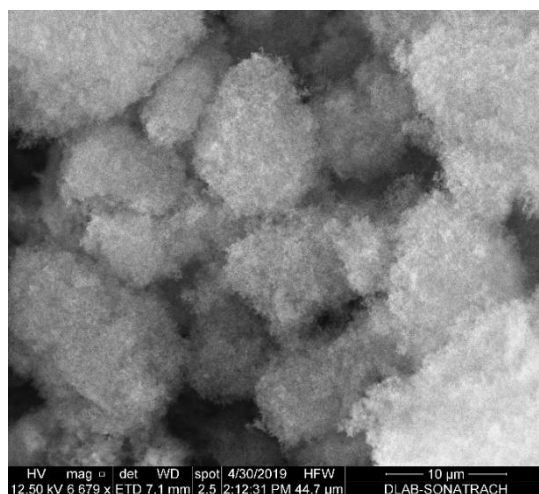


Figure IV.4: Microscopie Électronique à Balayage de NS (AEROSIL® 200)

Tableau IV.6: Caractéristiques techniques de NS (AEROSIL® 200)

Propriété	Unité	Valeurs indicatives
Surface spécifique (BET)	m ² /g	200±25
Densité après tassement selon DIN-EN-ISO 787/11, Aout 1983	g/l	Environ 50
Teneur en humidité*2h à 105°C	% en masse	1.5
Pert à la calcination	% en masse	1.0
2h à 1000°C, par rapport à la substance séchée 2h à 105°C		
pH Dispersion /H ₂ O à 4%		3.7-4.5
Teneur en SiO ₂ sur produit calciné	% en masse	>9.8

IV. 1. 4. 1 Applications et Propriétés

- Peintures et vernis,
- Résines polyester insaturées,
- Caoutchouc silicone HTV et RTV-2 c.
- Colles et mastics.
- Encres d'imprimerie.
- Compounds pour câblerie et gel pour câble.
- Produits phytosanitaires.
- Cosmétiques.

IV. 1. 4. 2 Propriétés

- Contrôle de la rhéologie et thixotropie des systèmes liquides, des liants, des polymères, ...etc.
- Employé comme agent de suspension, agent épaississant et agent anti-coulures.

- Renforcement des caoutchoucs-silicone HTV et RTV-2 c.
- Amélioration de l'écoulement et anti-mottage des poudres.

IV. 1. 5 Superplastifiant

Les adjuvants sont des produits chimiques incorporés au béton frais en faible quantité (inférieure à 5%). Ils améliorent les propriétés physico-mécaniques des bétons et des mortiers auxquels ils sont ajoutés. Au cours de la préparation du mortier, on a incorporé un superplastifiant haut réducteur d'eau d'une nouvelle génération fabriqué par SIKA (SIKA VISCOCRETE TEMPO 12), conforme à la norme NF EN 934-2, Il est conçu à base de copolymère acrylique et améliore considérablement les propriétés des mortiers et bétons. Les différentes caractéristiques techniques sont récapitulées dans le **Tableau IV.7.**

Tableau IV.7: Caractéristiques techniques du Superplastifiant (TEMPO 12)

Caractéristiques	Valeur
Forme	liquide
Couleur	brun clair
Densité	1,06±0,01
pH	6±1
Teneur en chlore	≤0,1%
Teneur en Na ₂ O Eq	≤1%
Extrait sec	30,2±1,3%
Teneur	≤0,1%

IV. 1. 5. 1 Domaines d'application

- Fabrication de bétons auto-plaçants pompés et transportés sur de longues distances.
- Améliore la stabilité des bétons auto-plaçants, limite la ségrégation du béton et rend les formules moins susceptibles aux variations d'eau et des constituants.

IV. 1. 5. 2 Caractères généraux

SIKA VISCOCRETE TEMPO 12 est un superplastifiant puissant qui confère aux bétons les propriétés suivantes:

- Longue rhéologie (>2h)
- Robustesse à la ségrégation
- Qualité de parement

IV. 1. 6 Eau de gâchage

De l'eau distillée doit être utilisée pour les essais de validation. Pour les autres essais, on peut utiliser de l'eau potable.

IV. 1. 6. 1 Caractéristiques de l'eau utilisée

Toutes les eaux peuvent être utilisées pour gâcher les bétons et les mortiers, l'eau potable est toujours utilisable, mais dans certains cas l'eau contient des impuretés, ce qui nécessite une analyse chimique pour déterminer les impuretés qui s'y trouvent. Ces impuretés sont, soit des composés chimiques qui peuvent être actifs vis-à-vis du ciment, des granulats ou des armatures, soit des particules en suspension qui sont indésirables. L'excès d'impuretés détériore les propriétés physiques et mécaniques du béton (prise et résistance), les propriétés esthétiques (tâches, efflorescences), la durabilité (corrosion des armatures), ...etc. Les caractéristiques physico-chimiques et organiques de l'eau de gâchage requises sont récapitulées dans le **Tableau IV.8**.

Tableau IV.8: Caractéristiques physico-chimiques et organiques de l'eau de gâchage

Paramètres organiques	Quantités et qualités selon la norme AF P 18 303
Couleur	Clair
Odeur	Bonne
Gout	Bon
pH	7.94
Salinité (%)	9
CO ₂ libre (mg/l)	9.26
Oxygène dissous (mg/l)	5.47

IV. 2 Procédures expérimentales**IV. 2. 1** Composition des mortiers étudiés

L'étude expérimentale a été menée en deux parties. Dans un premier temps, les travaux consistent à étudier l'effet de la NS sur le comportement rhéologique des pâtes de ciment à base de LHF. Pour cela, le travail a été réalisé sur deux séries de pâtes (avec et sans ajout de NS) en présence de LHF. Ceux-ci sont identifiés dans le **Tableau IV.9** en détaillant les différents rapports de mélange pour chaque échantillon. Le rapport Eau/Liant ($E/L = 0,5$) a été choisi et maintenu constant dans ce travail. Dans la seconde partie de ce travail, une étude a été menée sur les mortiers de ciment tout en étudiant l'effet de NS en présence de LHF sur l'évolution des résistances mécaniques des mortiers de ciment; à savoir résistance à la compression et à la flexion. Le mortier de contrôle (M) a été préparé selon la norme européenne EN 196-1. Ensuite, d'autres mortiers ont été préparés en variant les dosages de LHF et de NS. Cette dernière a été fixée à 3% en poids avec différentes quantités de 36% et 66% de LHF ont été ajoutées au ciment afin de favoriser l'effet synergique entre NS et LHF. Dans cette partie également, le rapport E/L a été maintenu constant. Le **Tableau IV.10** détaille les compositions des mortiers étudiés.

Tableau IV.9: Échantillons préparés pour la rhéologie

	CEM I (g)	LHF (g)	NS (g)	Eau (g)	Superplastifiant (g)
PM	100	0	0	50	0
PL36	64	36	0	50	0
PL66	34	66	0	50	0
PMNS	97	0	3	50	2
PL36NS	62.08	36	1.92	50	2
PL66NS	32.08	66	1.02	50	2

- (P): La lettre **P** qui précède les nomenclatures signifie une pâte.

Tableau IV.10: Identification des mortiers confectionnés à base de LHF et NS

IDF	CEMI (g)	LHF (g)	NS (g)	Sable (g)	Eau (g)	Superplastifiant (g)
M	450	0	0	1350	225	0
L36	288	162	0	1350	225	0
L66	153	297	0	1350	225	0
MNS	436.5	0	13.5	1350	225	2
L36NS	274.5	162	13.5	1350	225	2
L66NS	139.5	297	13.5	1350	225	2

- **M**: Mortier de contrôle.
- **MNS**: Mortier avec Nano-Silice.
- **L36**: Mortier avec 36% de LHF.
- **L66**: Mortier avec 66% de LHF.
- **L36NS**: Mortier avec 36% de LHF combiné avec NS.
- **L66NS**: Mortier avec 66% de LHF combiné avec NS.

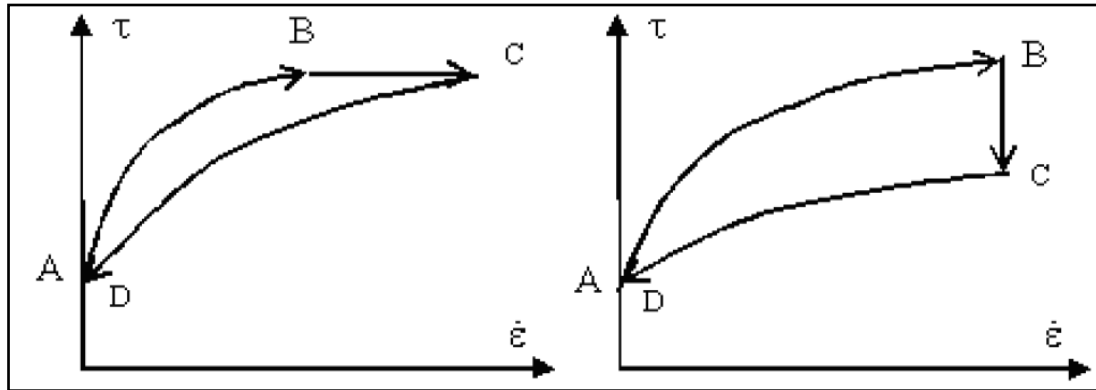
IV. 2. 2 Méthodes d'essai

IV. 2. 2. 1 Étude rhéologique

IV. 2. 2. 1. 1 Thixotropie des pâtes cimentaires

La thixotropie est l'une des propriétés rhéologiques caractéristiques des matériaux cimentaires dont les propriétés d'écoulement varient avec le temps [69-73]. Par définition, la thixotropie se traduit par une viscosité du liquide synovial qui diminue lorsque le gradient de vitesse de déplacement de l'articulation augmente. De nombreux matériaux cimentaires présentent des phénomènes d'hystérésis [70, 72 et 73]. Tout se passe comme si les contraintes subies dans un passé relativement récent modifiaient leur comportement à l'écoulement présent. Mais ils ne seront considérés comme thixotropes que s'ils retrouvent les propriétés initiales. Cela se traduit par des rhéogrammes qui présentent un cycle d'hystérésis. Ce dernier peut être expliqué par l'exemple du fluide thixotrope. La **Fig. IV.5** montre un fluide thixotrope qui voit sa viscosité décroître sous l'augmentation de la vitesse de cisaillement (AB). Sous l'effet d'une contrainte constante (ou d'une vitesse de cisaillement

imposée constante), la viscosité continue à diminuer (BC). L'effet destructurant est retardé. Il s'ensuit que la descente en contrainte (resp. en vitesse imposée) se fait sous une viscosité plus faible. Le fait d'observer que les points A et D sont confondus permet d'affirmer que l'on a affaire à un matériau thixotrope.



(a): Mesure à contrainte imposée

(b): Mesure à vitesse de cisaillement imposée

Figure IV.5: Cycle d'hystérésis d'un fluide thixotrope

IV. 2. 2. 1. 2 Méthode de mesure

La reprise de thixotropie étant néanmoins une propriété souvent très importante, cela est possible grâce à la rhéométrie à l'aide d'un rhéomètre AR2000 à géométrie vanne rotor montré dans **Fig IV. 6**. [69, 74-76].

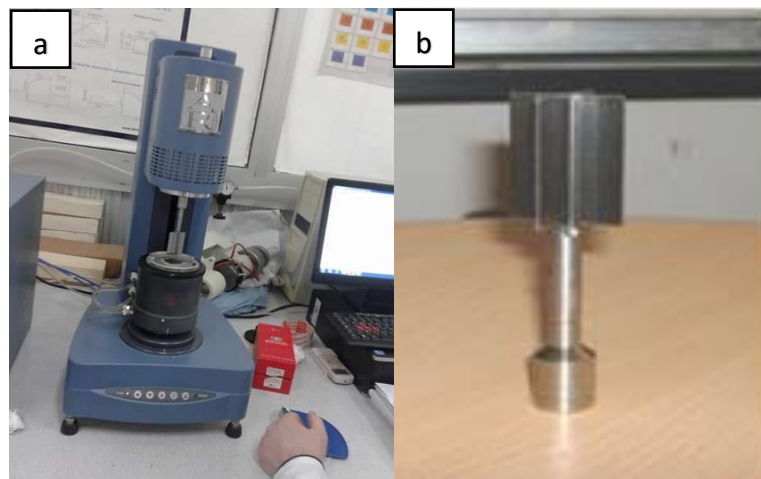


Figure IV.6: Tests rhéologiques (a) Rhéomètre AR2000 (b) Valve à géométrie ronde

Dans notre cas d'étude, les mesures de la thixotropie des pâtes cimentaires étudiées, à vitesse imposée selon un protocole d'essai qui est représenté dans **Fig. IV.7**. Dans cette partie, on va étudier également l'évolution de la contrainte de cisaillement ainsi que la viscosité en fonction du temps des pâtes cimentaires afin d'évaluer l'effet combiné de NS et LHF sur le caractère thixotrope des pâtes étudiées. La méthodologie utilisée pour caractériser la capacité de reprise thixotropique se compose de trois phases.

- **Phase 1:** Pré-cisaillement à une vitesse de cisaillement imposée à 350 s^{-1} durant 60s pour obtenir un matériau référence à l'état initial avec une première déstructuration sans grands floccs. Le pré-cisaillement est nécessaire afin d'améliorer la reproductibilité en provoquant un cisaillement de l'échantillon toujours identique lors de la mise en place de la géométrie de mesure.
- **Phase 2:** Phase de repos pendant 60s afin d'obtenir un vrai état de repos de la pâte qui permet la génération de la structure.
- **Phase 3:** Phase de cisaillement et défloculation pendant 300s (5min) à vitesse de cisaillement imposée à 500 s^{-1} . Cette phase est plus longue pour mesurer la restructuration et observer l'évolution de la viscosité de la pâte à la fin d'enregistrement du cycle. Toutes les mesures sont maintenues à une température de $20 \pm 1^\circ\text{C}$ avec le rhéomètre AR2000.

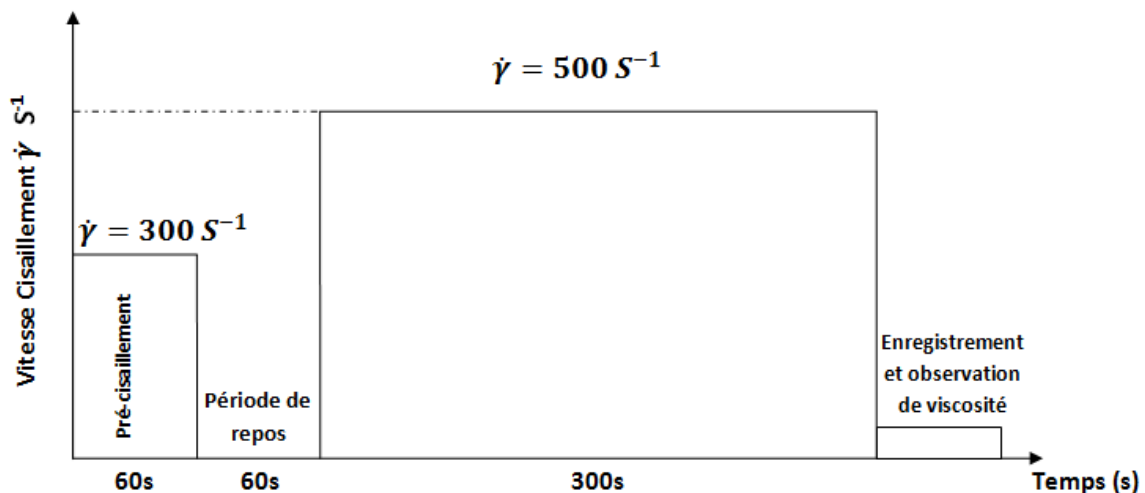


Figure IV.7: Protocole adopté pour caractériser le comportement thixotrope

IV. 2. 2. 2 Résistance à la flexion et à la compression

Les éprouvettes de mortier utilisées sont de forme prismatique ($4 \times 4 \times 16 \text{ cm}$). Elles sont élaborées de la même façon afin d'assurer une reproductibilité dans les manipulations conformément à la spécification ASTM. Les éprouvettes ont été démoulées après 24h puis durcies dans l'eau. Les résistances à la compression des éprouvettes de mortier de ciment ont été testées à 3, 28 et 90 jours en utilisant une presse hydraulique uniaxiale sous un taux de contrôle de charge de $0,20 \text{ MPa/s}$. Des essais de flexion en trois points ont été réalisés sur des échantillons prismatiques selon ASTM C348 [77]. Des semi-échantillons ont été soumis à une contrainte de compression en utilisant une presse hydraulique d'une capacité de 3000 KN selon ASTM C349 [42].

IV. 2. 2. 2. 1 Conduit de l'essai

Nous avons introduit l'eau dans la cuve du malaxeur en premier lieu, et ensuite le ciment aussitôt, après, on a mis le malaxeur en marche à vitesse lente, après 30s de malaxage on va régulièrement

déverser le sable pendant les 30s suivantes. On continue le malaxage à vitesse rapide pendant 30s supplémentaires. On arrête le malaxeur pendant 90s. pendant les 15 premières secondes, on enlève au moyen d'une raclette tout le mortier adhérent aux parois et au fond du récipient en le repoussant vers le milieu de celui-ci. En répétant ensuite le malaxage à grande vitesse pendant 60s.

- **Préparation des éprouvettes**

Les moules sont fabriqués à base de fonte de forme prismatique (4x4x16 cm). Les éprouvettes doivent être moulées après la confection du mortier directement comme le montre la **Fig. IV.8**. Le moule métallique à trois alvéoles et sa hausse étant fermement fixés à la table à choc, on introduit la première des deux couches de mortier. La couche est étalée uniformément en utilisant une grande spatule puis serrée par 60 chocs. La deuxième couche est alors introduite, nivelée avec une petite spatule et serrée à nouveau par 60 chocs. Le moule est enlevé de la table à choc, et après avoir retiré la hausse, on enlève l'excédent de mortier par arasage. La surface des éprouvettes est ensuite lissée.



Figure IV.8: Éprouvettes avant et après démoulage

- **Conservation des éprouvettes**

Les échantillons ont été séchés pendant 24h après le démoulage **Fig. IV.9**, ensuite, nous avons immergé ces derniers dans l'eau à l'intérieur d'une chambre climatique pendant 3, 28 et 90 jours. Cette opération est effectuée pour éviter l'évaporation d'eau en cours de la phase de prise de ciment et assurer un durcissement afin de maintenir les caractéristiques réelles du mortier.



Figure IV.9: Éprouvettes dans le bain marée

• Répartition et positionnement des éprouvettes

Avant de passer à l'écrasement des éprouvettes, il faut tenir en compte les recommandations citées ci-dessous:

- Essuyer complètement l'humidité excessive de la surface d'éprouvette avant de la positionner dans la machine d'essai.
- Tous les plateaux de la machine d'essai doivent être essuyés et toutes particules ou corps étrangers retirés des surfaces de l'éprouvette qui seront en contact avec eux.
- Positionnement de l'éprouvette sur la machine d'essai.

IV. 2. 2. 2. 2 Essai de résistance à la flexion et à la compression

Pour effectuer cet essai, on a préparé trois (03) éprouvettes prismatiques (4x4x16 cm) pour chaque âge (3, 28 et 90 jours) afin d'avoir une valeur moyenne. Placer le prisme dans le dispositif de flexion avec une face latérale de moulage sur les rouleaux d'appui et son axe longitudinal perpendiculaire à ceux-ci. Appliquer la charge verticalement par le rouleau de chargement sur la face latérale opposée du prisme et l'augmenter de 50 N/s±10 N/s.

Concernant l'essai de la résistance à la compression, centrer chaque demi-prisme latéralement par rapport aux plateaux de la machine.

IV. 2. 2. 3 Microscopie Électronique à Balayage (MEB)

IV. 2. 2. 3. 1 Principe d'un Microscopie Électronique à Balayage

L'interaction entre un faisceau d'électrons incidents et un matériau conduit à l'émission d'électrons secondaires, électrons rétrodiffusés, rayons X et électrons Auger, Les électrons secondaires sont faiblement énergétiques (leur énergie est inférieure à 50 eV) et proviennent de la zone superficielle de la cible (quelques nanomètres).

Le principe du microscope électronique à balayage MEB est de balayer un échantillon par une sonde

électronique. Les informations provenant de l'interaction faisceau incident-matière (en particulier les électrons secondaires) sont transformées en signal électrique. Ce signal est traduit sur l'écran par une image.

Dans notre cas, nous avons utilisé un Microscope Electronique à Balayage Environnemental MEBE (ESEM Environnemental Scanning Electron Microscope) associé à un analyseur E.D.A.X (Analyseur X à Energie Dispersive). C'est un microscope plus performant que le MEB classique et il permet d'observer l'échantillon sans métallisation avec la même qualité d'image donnée par le MEB conventionnel. Les charges sont évacuées grâce à l'ionisation de l'atmosphère de la chambre.

Le MEBE est aussi le seul microscope permettant de travailler dans trois modes de vide différents: High vacuum (pression de l'atmosphère de la chambre $\sim 10^6$ mbar), Low vacuum (0,1-1,33 mbar) pour les semi-conducteurs et Environnemental (1,33-26 mbar) pour les isolants et ce, dans le cas d'un filament de tungstène ou un canon à émission de champ.

Le détecteur employé dans la technique MEBE est un GSED (Gaseous Secondary Electron Detector) qui utilise un effet d'avalanche sur les molécules de vapeur d'eau pour amplifier le signal. Il permet de détecter tous les éléments à partir du bore.

Par ailleurs, l'analyse chimique des éléments est effectuée en exploitant les spectres obtenus par l'E.D.A.X. L'interprétation de ces spectres est facilitée par une carte de référence qui sert à localiser les éléments détectés.

IV. 2. 2. 3. 2 Préparation des échantillons et appareillage utilisé

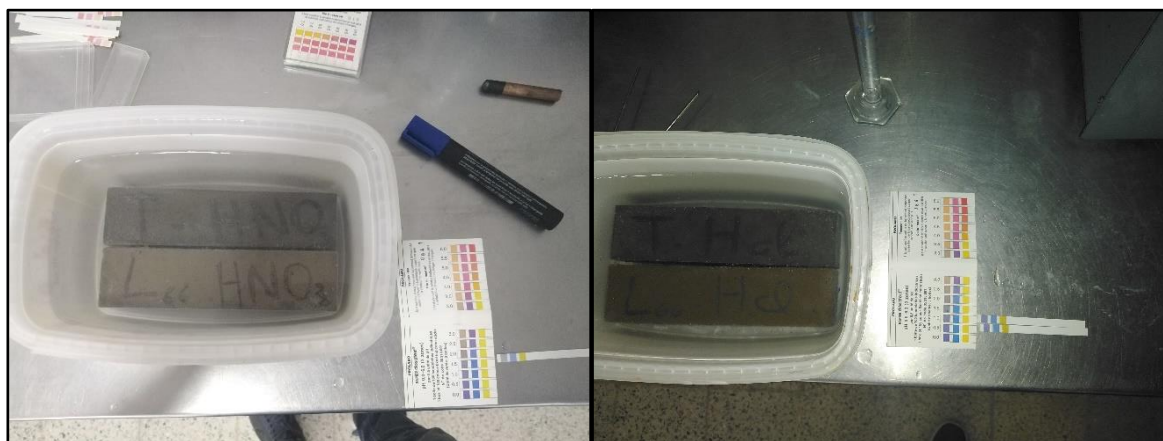
Les examens micrographiques par Microscopie Électronique à Balayage Environnemental MEBE ont été effectués sur des échantillons sélectionnés afin d'observer la texture des grains dans un premier temps. Ensuite, nous avons effectué des microanalyses. L'appareil utilisé est un microscope PHILIPS ESEM FEG XL 30 **Fig IV.10** associé à un analyseur E.D.A.X (Analyseur X à Energie Dispersive).



Figure IV.10: Microscope Electronique à Balayage (PHILIPS ESEM FEG XL 30)

IV. 2. 2. 4 Durabilité des mortiers dans de différents milieux agressifs**IV. 2. 2. 4. 1 Mode opératoire**

Dans le but de caractériser la résistance chimique des éprouvettes prismatiques (4x4x16 cm) confectionnées, démoulées après 24h et conservées au niveau du laboratoire dans l'eau pendant 28 jours à une température de $20\pm 2^{\circ}\text{C}$. Nous avons procédé par la suite au séchage de ces dernières par étuvage à $105\pm 5^{\circ}\text{C}$ jusqu'à l'obtention d'une masse constante (élimination intégrale de l'eau liée physiquement) dans le but de pouvoir mesurer la perte de masse de chaque éprouvette. Ces éprouvettes ont été immergées par la suite dans différentes solutions agressives (solution d'acide nitrique et solution d'acide chlorhydrique). Afin d'assurer un milieu agressif constant et dans le but d'évaluer le comportement chimique des mortiers à base de LHF en comparaison du mortier témoin, les pH ont été maintenus à 1.75 et 1.25 pour les milieux HNO_3 et HCl respectivement comme illustré dans **Fig. IV.11**. Les différentes éprouvettes à savoir: mortier témoin (T) et mortier à base de 66% de LHF (L66) ont été immergées dans les milieux acides précités comme illustré dans la **Fig. IV.12**.

**Figure IV.11: Milieux acides (HNO_3 et HCl)****Figure IV.12: Immersion des échantillons dans les milieux agressifs**

Les combinaisons performantes que nous avons sélectionnées pour les essais de durabilité sont:

- T: 100% CEM I (Mortier témoin).
- L66: 34% CEM I + 66% LHF.

CHAPITRE V

Ce chapitre exposera les résultats des différents essais effectués sur des mortiers et des pâtes, en l'occurrence, M, L36, L66, MNS, L36NS et L66NS. Ces compositions sont confectionnées selon des formules bien définies par substitution partielle de ciment par LHF et NS. D'autre part, des interprétations et des discussions appuyées par des références bibliographiques ont été abordées afin de caractériser à la fois l'effet du LHF et NS sur les propriétés rhéologiques et thixotropiques des pâtes cimentaires ainsi que le comportement physico-mécanique des mortiers. La partie suivante sera consacrée pour évaluer la durabilité de l'échantillon témoin M et l'autre échantillon L66 (66% de LHF) soumis et non-soumis aux attaques agressives par l'acide Chlorhydrique (HCl) et l'acide Nitrique (HNO₃) respectivement. En finalisant ce travail par la description des différents échantillons observés sous Microscopie Electronique à Balayage (MEB) dans le but d'identifier les différents phénomènes et composants développés à l'échelle microstructurale.

V. 1 Résultats et discussions

V. 1. 1 Étude rhéologique des pâtes cimentaires

V. 1. 1. 1 Effet du LHF sur la rhéologie des pâtes

Les rhéogrammes **Fig. V.1** et **Fig. V.2** représentent respectivement l'évolution de la contrainte de cisaillement et la viscosité plastique des pâtes cimentaires à base de LHF (0, 36 et 66%). Il est clair d'après ces résultats, que la présence de LHF a augmenté considérablement la contrainte de cisaillement et la viscosité plastique des pâtes cimentaires par rapport à la pâte témoin exempte de LHF, une augmentation de 38% de la contrainte de cisaillement a été enregistrée. Cette augmentation suivie aussi par une augmentation de la viscosité toute en rendant les pâtes cimentaires plus visqueuses. Cela est expliqué par la nature et l'activité de LHF qui fait augmenter souvent la viscosité des pâtes.

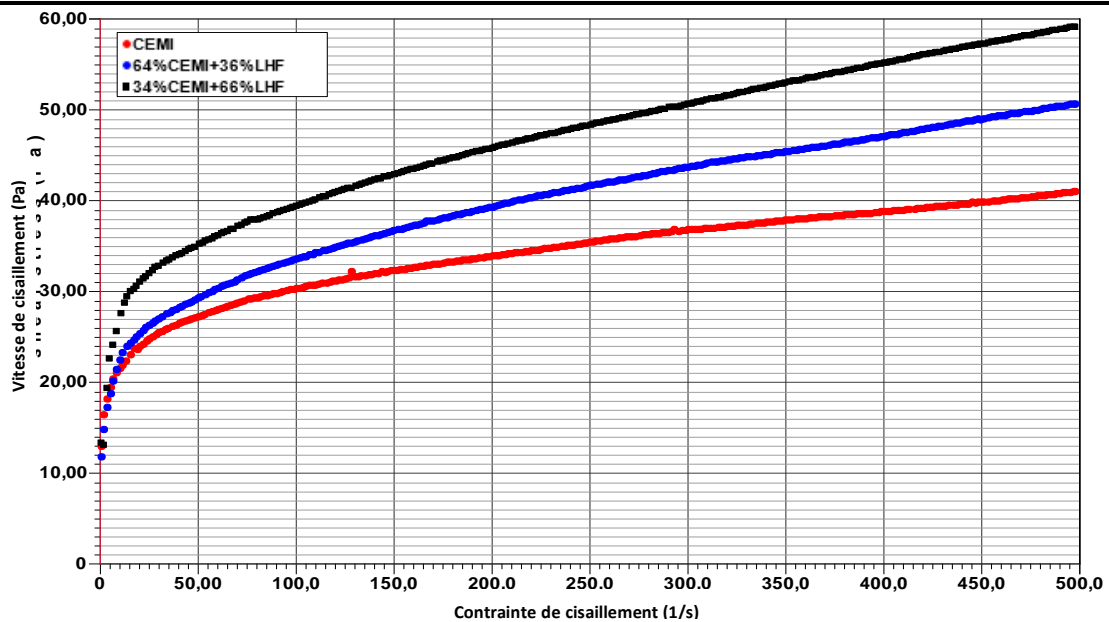


Figure V.1: Contrainte de cisaillement des pâtes cimentaires à base de LHF

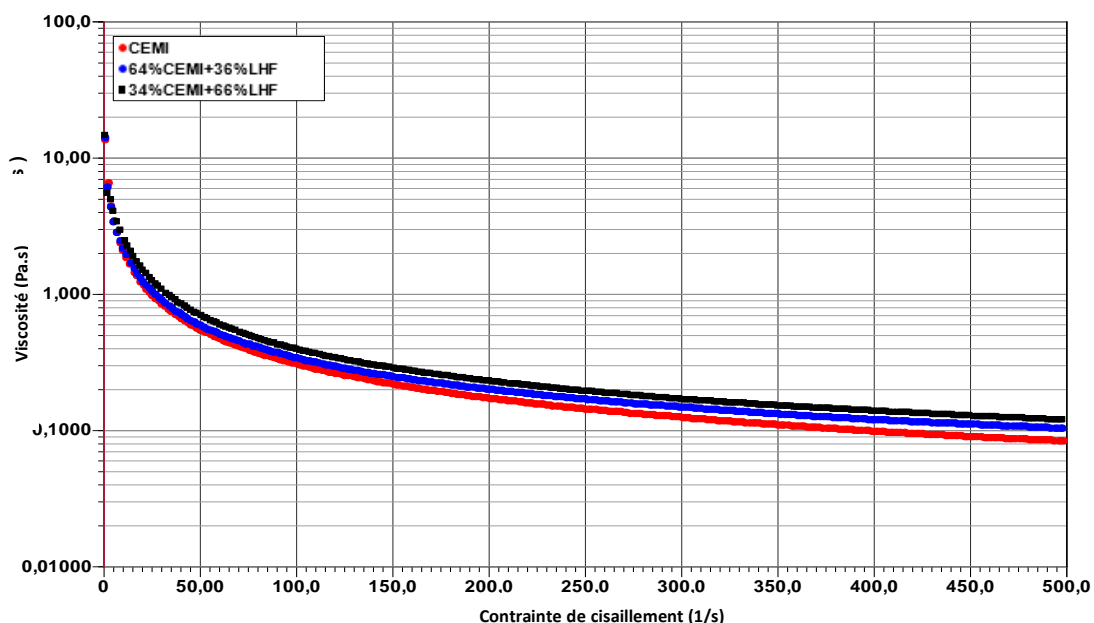


Figure V.2: Viscosité des pâtes cimentaires à base de LHF

V. 1. 1. 2 Effet combiné de LHF et NS sur la rhéologie des pâtes

Les Fig. V.3 et Fig. V.4 représentent l'évolution de la contrainte de cisaillement et la viscosité plastique des pâtes cimentaires à base de LHF (0%, 36% et 66%) en présence de 3% de NS. Il est remarquable que les pâtes cimentaires avec 3% de NS sans LHF sont les moins visqueuses et présentent une contrainte de cisaillement plus faible ayant une maniabilité acceptable par rapport aux autres pâtes. Cependant, en présence de LHF, les pâtes cimentaires deviennent plus visqueuses ce qui rend l'écoulement plus difficile avec une contrainte de cisaillement à l'écoulement plus importante. Il est à noter également que ces pâtes ne contiennent que 2% (2g) de superplastifiant.

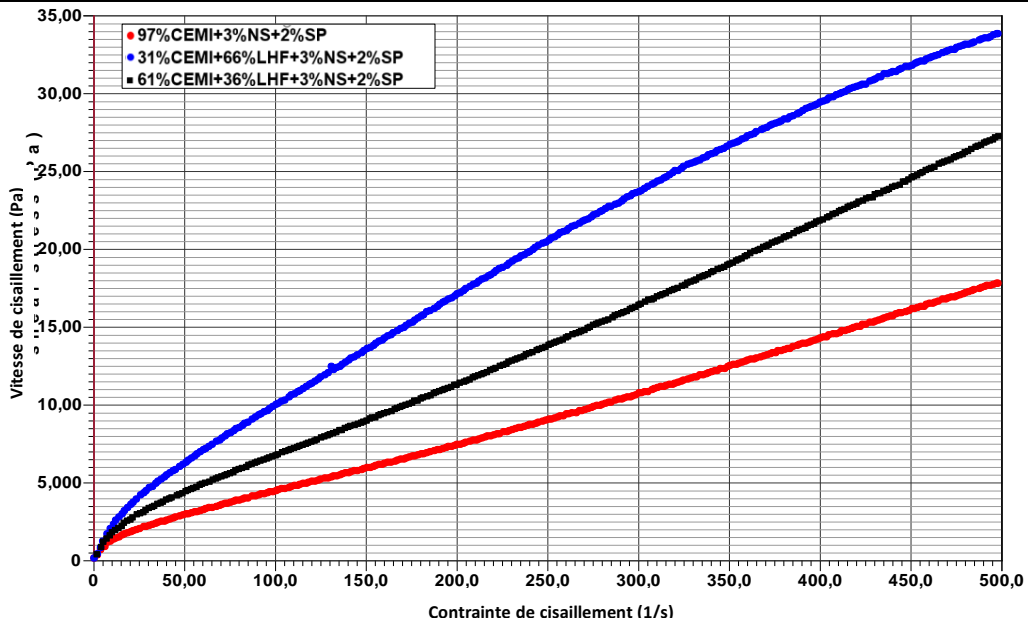


Figure V.3: Contrainte de cisaillement des pâtes cimentaires à base de LHF en présence de NS

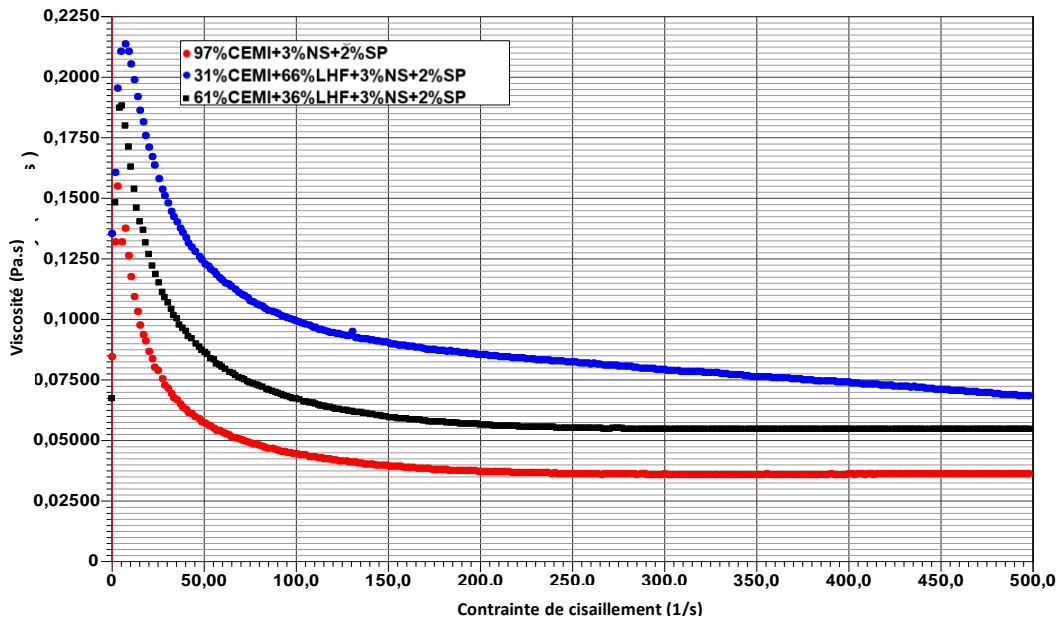


Figure V.4: Viscosité des pâtes cimentaires à base de LHF en présence de NS

V. 1. 1. 3 Comportement rhéologique des pâtes cimentaires

Nous étions en mesure d'identifier le comportement rhéologique des pâtes cimentaires à l'aide de l'utilitaire du viscosimètre utilisé par calage des modèles intégrés comme illustré dans **Fig. V.5** et **Fig. V.6**. D'après les résultats obtenus, nous pouvons considérer que toutes les pâtes ont un comportement identique à celui de Herschel-Bulkley décrit ci-dessous par **Eq. 12**, ce qui est approuvé dans les ressources bibliographiques. Les rhéogrammes des pâtes cimentaires montrent l'évolution de la contrainte de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement. Il est clair, d'après ces figures que le comportement rhéologique des pâtes suit exactement le modèle de Herschel-Bulkley décrit par l'équation suivante:

$$\tau = \tau_0 + K \cdot \dot{\gamma}^n \quad \text{Eq. 12}$$

τ_0 : contrainte seuil;

K : consistance;

n : Indice d'écoulement.

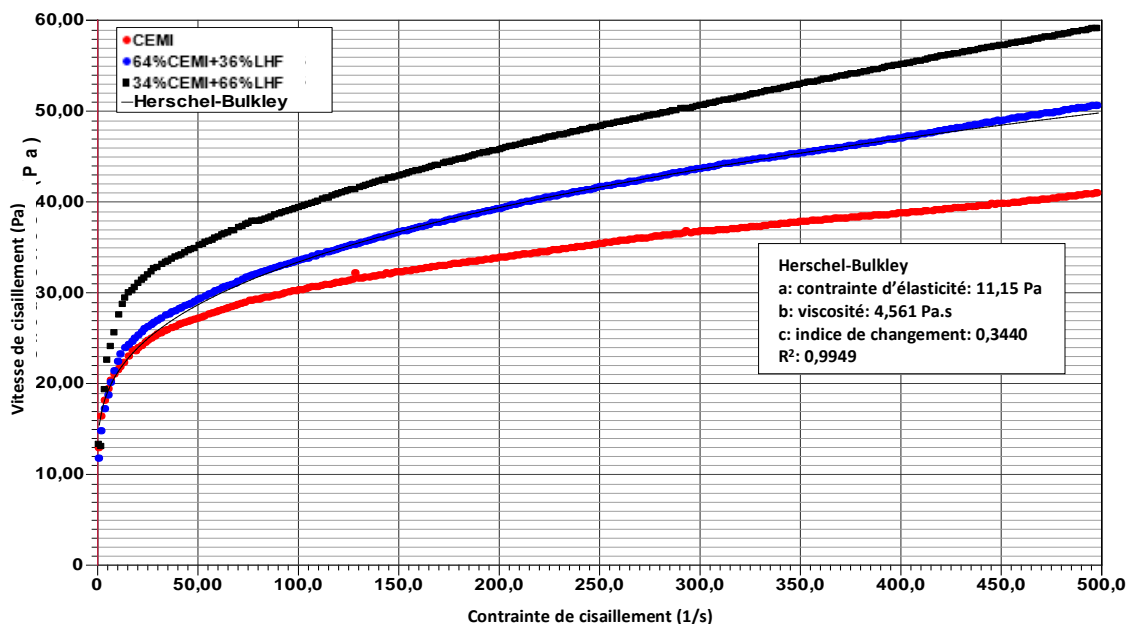


Figure V.5: Contrainte de cisaillement des pâtes cimentaires à base de LHF en fonction de la vitesse de cisaillement

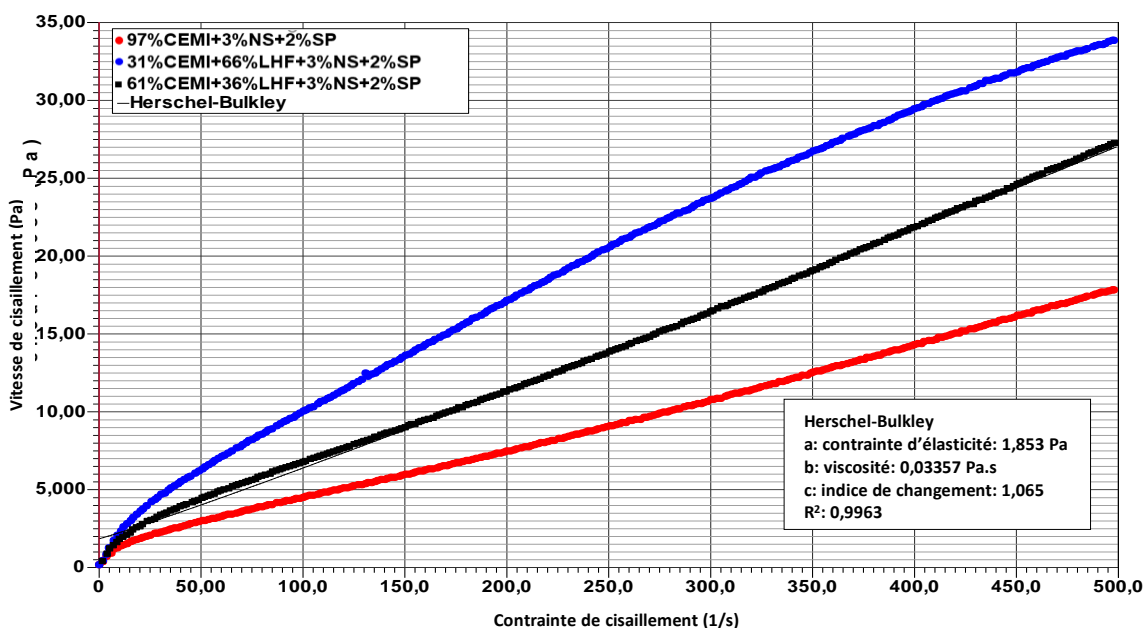


Figure V.6: Contrainte de cisaillement des pâtes cimentaires à base de LHF en présence de NS en fonction de la vitesse de cisaillement

V. 1. 1. 4 Mesures de la thixotropie des pâtes

V. 1. 1. 4. 1 Pâtes cimentaires sans Nano-Silice

Les résultats des tests de la thixotropie des pâtes cimentaires à base de LHF sont présentés sous forme des cycles d'hystérésis dans Fig. V.7 et Fig. V.8 respectivement. Ce résultat montre clairement

que pour toutes les pâtes cimentaires, la contrainte de cisaillement augmente en fonction de la vitesse de cisaillement puis elle décroît au repos. Ce résultat est confirmé par l'ensemble des chercheurs. [73, 76 et 78]

La déstructuration au cisaillement et la restructuration au repos **Fig. V.8** est presque identique pour les pâtes cimentaires de références sans exemptes de LHF. Cependant, en présence de ce dernier, la thixotropie est totalement modifiée une fois le ciment est substitué par LHF. Cela peut être expliqué par une insuffisance au niveau des réactions d'hydratation des minéraux de clinker à savoir C_3A et C_3S qui sont responsables à la restructuration et développement de la contrainte formant ainsi un gel thixotropique. [74-76]

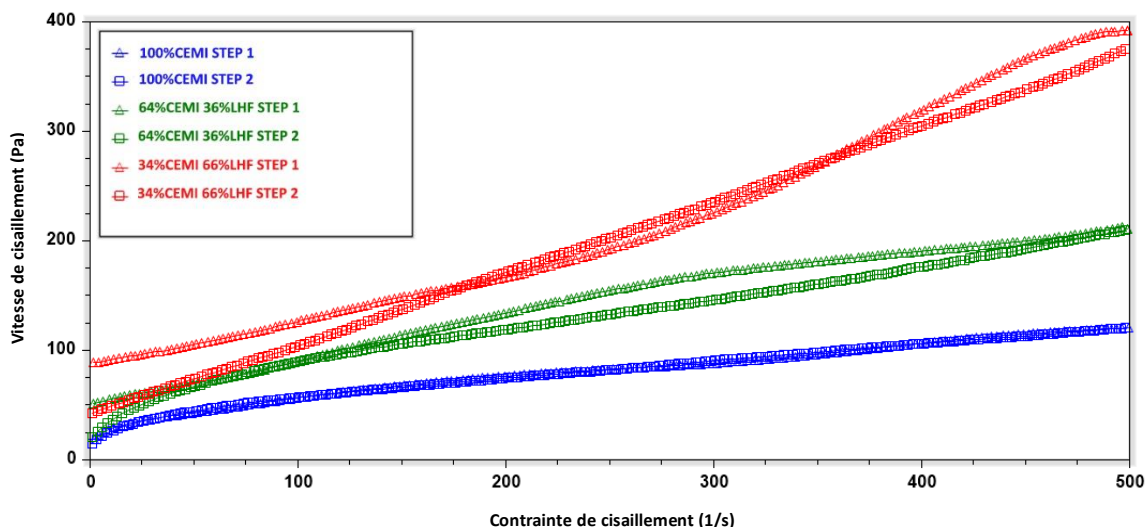


Figure V.7: Evolution de la contrainte de cisaillement en mesure thixotropie en fonction de la vitesse de cisaillement

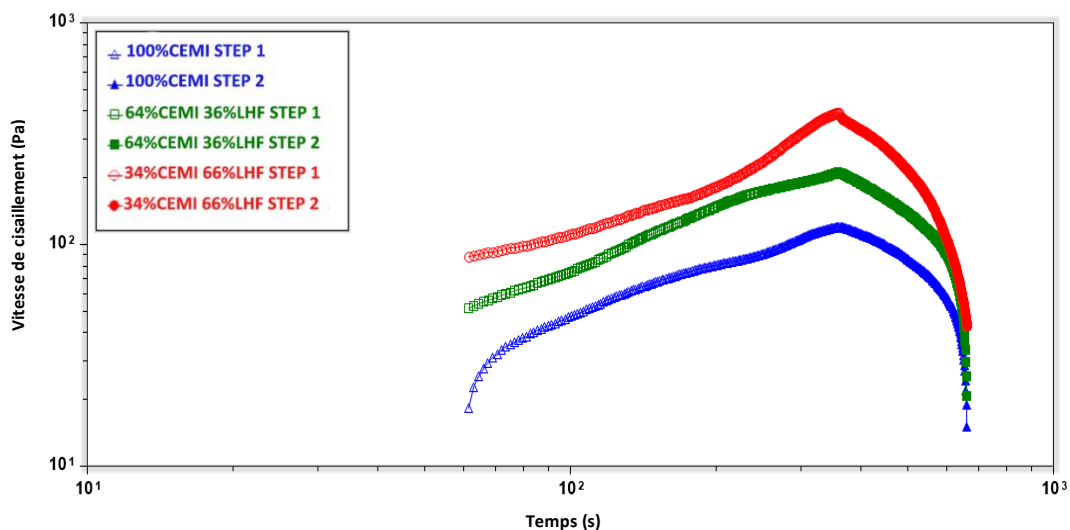


Figure V.8: Evolution de la contrainte de cisaillement en mesure thixotropie en fonction de temps

V. 1. 1. 4. 2 Pâtes cimentaires en présence de Nano-Silice

Les mêmes observations ont été enregistrées pour l'évolution de la contrainte de cisaillement des pâtes cimentaires à base de LHF en présence de NS en thixotropie. Les cycles d'hystérésis de ces pâtes

en présence de NS sont présentés dans **Fig. V.9** et **Fig. V.10** respectivement. Cependant, le dosage élevé en LHF combiné avec NS avec peu de ciment a considérablement augmenté la contrainte de cisaillement ayant une thixotropie différente que celle de la pâte de référence. Les pâtes cimentaires (31% CEM I et 66% LHF) combinée à 3% de NS ont un comportement thixotropique différent que les autres pâtes présentant une contrainte de cisaillement plus au moins faible au repos. Ces pâtes peuvent développer un gel après un repos de 300s. Ce constat nous a permis de déduire que l'effet combiné de NS et LHF ait amélioré la thixotropie des pâtes cimentaires. En effet, après défloculation des pâtes cimentaires (31% CEM I et 66% LHF) et en présence de NS, il y aura une compétition entre NS et LHF sur la consommation de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ provoquant également une restructuration de la structure cimentaire **Fig. V.10**. [79-81]

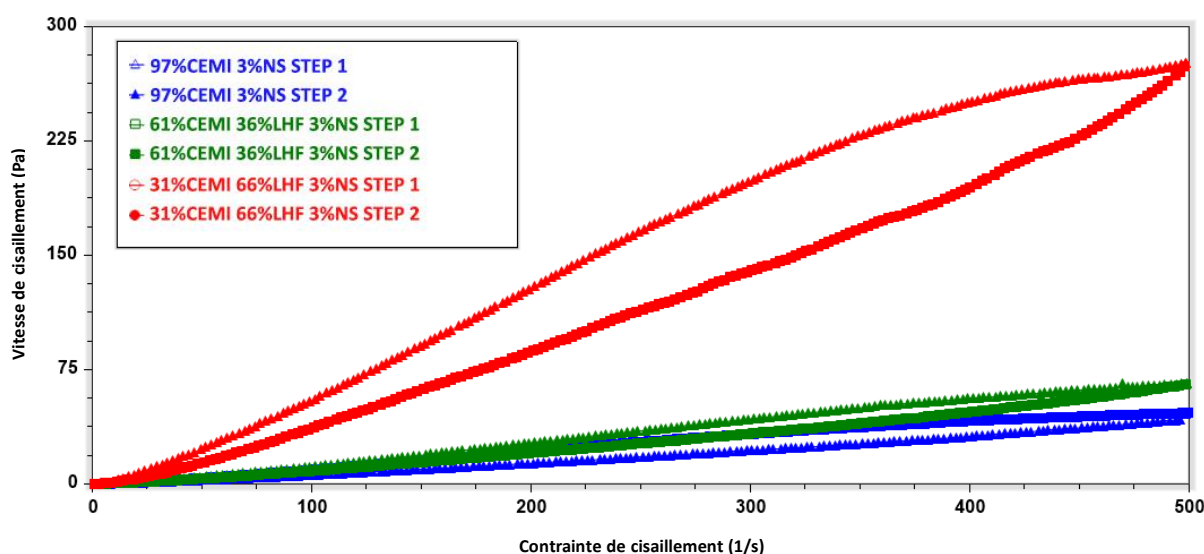


Figure V.9: Evolution de la contrainte de cisaillement en mesure thixotropie en fonction de la vitesse de cisaillement

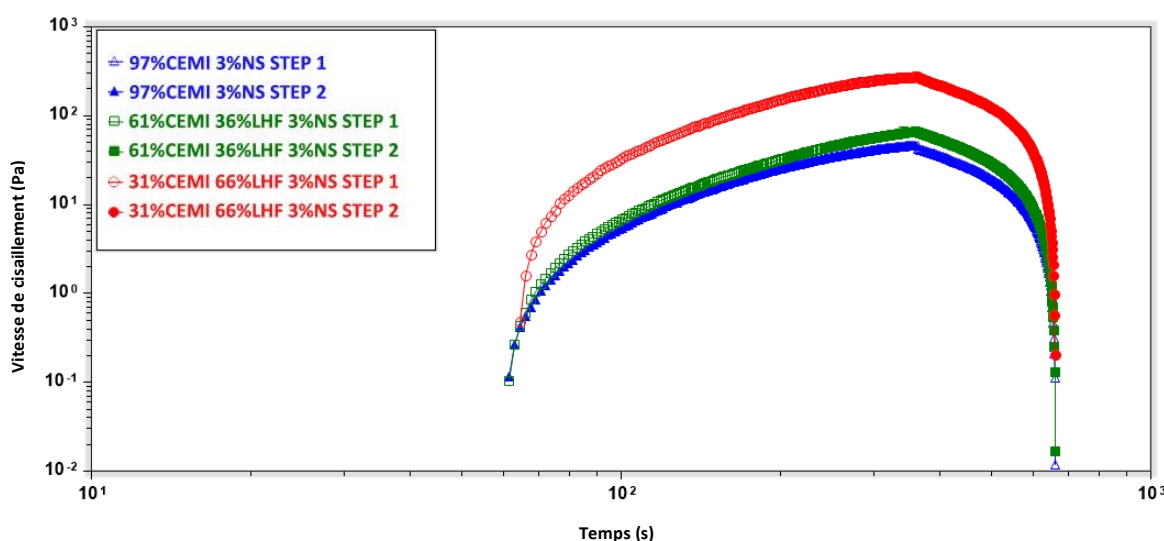


Figure V.10: Evolution de la contrainte de cisaillement en mesure thixotropie en fonction de temps

V. 1. 1. 5 Effet de NS sur le caractère thixotrope des pâtes cimentaires

Pour mieux visualiser le caractère thixotrope des pâtes cimentaires étudiées, l'évolution de la viscosité en fonction du temps de toutes les pâtes a été présentée dans **Fig. V.11** et **Fig. V.12**. D'après les résultats obtenus, il est très clair que le comportement rhéologique et le caractère thixotrope ont été totalement modifiés en présence de NS. En effet, en phase 1 (step 1), les pâtes cimentaires à base de LHF avaient un comportement rhéofluidifiant avec diminution de la viscosité au fur et à mesure que la vitesse de cisaillement augmente puis qu'au repos phase 2 (step 2), la viscosité augmente en fonction de temps développant ainsi un gel **Fig. V.11**. Cependant, les pâtes cimentaires à base de LHF en présence de NS avaient un comportement rhéoépaississant ayant une viscosité qui augmente en fonction de temps en phase 1 (step1), ensuite une diminution de la viscosité des pâtes après repos **Fig. V.12**. [82 et 83]

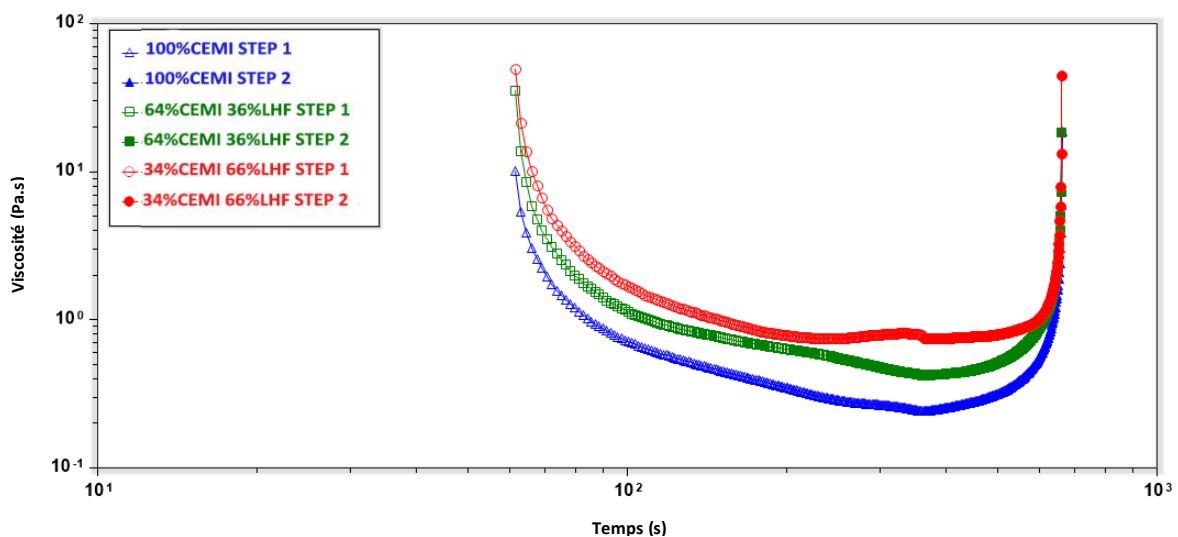


Figure V.11: Evolution de la viscosité des pâtes étudiées sans NS en fonction de temps

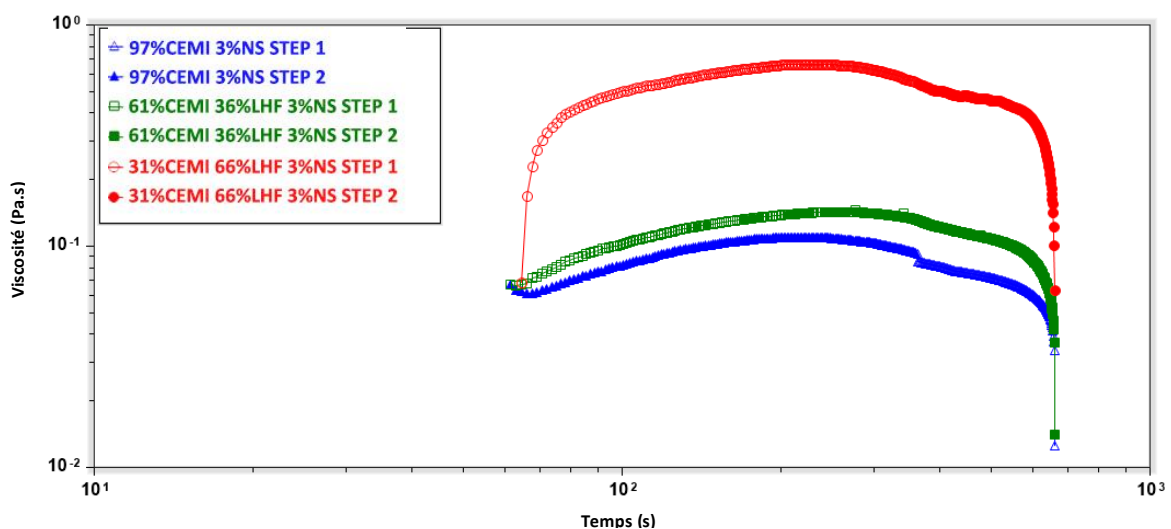


Figure V.12: Evolution de la viscosité des pâtes étudiées avec NS en fonction de temps

Afin de mieux visualiser l'effet combiné de NS et LHF sur le caractère thixotrope des pâtes cimentaires étudiées, nous avons présenté la thixotropie des pâtes avec et sans NS sur **Fig. V.13**. Cette dernière montre clairement le changement significatif du comportement thixotrope de ces pâtes. L'évolution de la viscosité en fonction du temps des pâtes cimentaires à base de LHF en présence de NS est différente par rapport aux autres pâtes [82 et 83]. D'après les résultats obtenus, deux comportements rhéologiques en thixotropie ont été enregistrés.

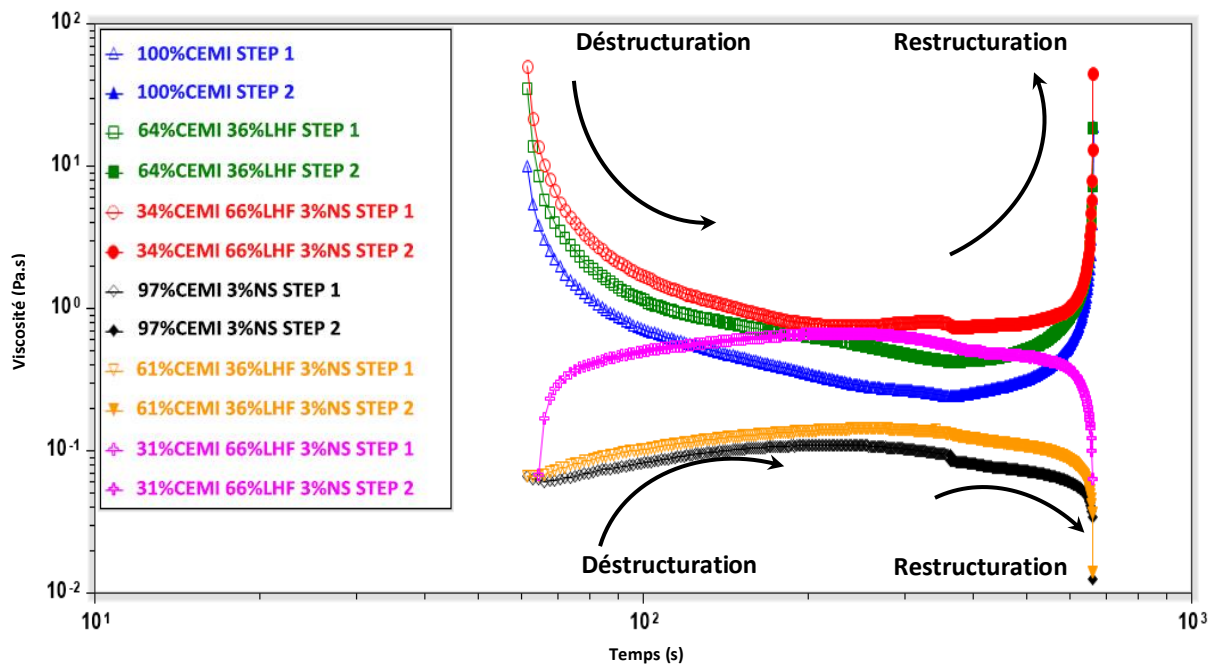


Figure V.13: Evolution de la viscosité des pâtes étudiées en fonction de temps; effet de la présence de NS

V. 1. 2 Propriétés des mortiers à l'état durci

V. 1. 2. 1 Masse volumique apparente des mortiers

Le volume de chaque éprouvette est de 256 cm³ (4x4x16 cm)

Le **Tableau V.1** représente la masse volumique des mortiers à l'âge de 3, 28 et 90 jours

Tableau V.1: Masse volumique des mortiers

Composition	Masse volumique (g/cm ³)		
	3j	28j	90j
M	2.21	2.20	2.19
L36	2.26	2.24	2.22
L66	2.23	2.22	2.20
MNS	2.21	2.19	2.25
L36NS	2.20	2.20	2.25
L66NS	2.23	2.24	2.23

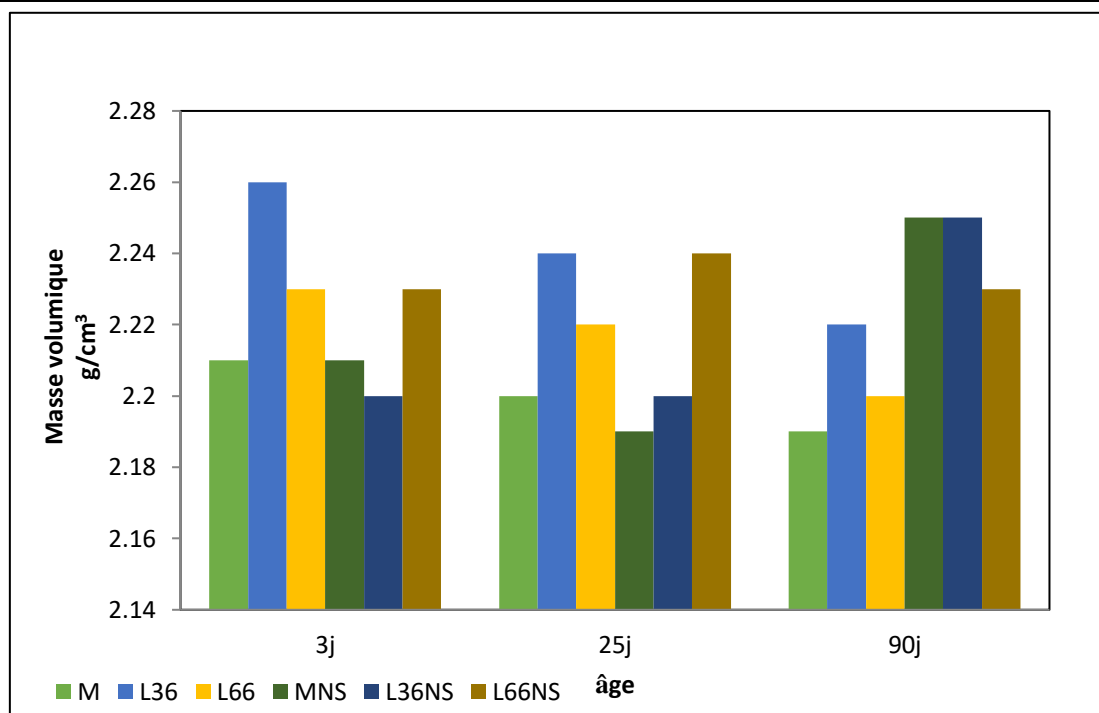


Figure V.14: Masse volumique des mortiers

La **Fig. V.14** montre l'évolution de la masse volumique des différents mortiers confectionnés dans le cadre de ce travail. En se référant aux résultats obtenus, la masse volumique est inversement proportionnelle par rapport à l'augmentation de LHF et NS. Dans l'ensemble, on peut conclure que la densité tend vers la diminution en additionnant NS et LHF. Malgré les résultats pas tellement divergents, ça n'empêchera pas de dire que cette observation est différente en comparaison des travaux précédents [84 et 85] d'où l'augmentation de densité a été observée lors de l'ajout de NS par l'effet de remplissage des vides.

V. 1. 2. 2 Développement des résistances à la flexion et à la compression

Le développement des résistances mécaniques à la flexion et à la compression des différents mortiers à 3, 28 et 90 jours est présenté respectivement dans **Fig. V.15** et **Fig. V.16**. Ces résultats sont détaillés également dans **Tableau V.2** et **Tableau V.3**.

Tableau V.2: Résultats de résistance mécanique à la flexion (MPa)

IDF	3j	28j	90j
M	6.10	7.47	7.81
L36	5.43	8.37	8.86
L66	1.69	8.70	8.42
MNS	5.98	7.92	7.95
L36NS	5.28	7.92	8.46
L66NS	1.89	4.40	6.27

Tableau V.3: Résultats de résistance mécanique à la compression (MPa)

IDF	3j	28j	90j
M	30.08	56.95	66.65
L36	18.32	52.33	64.43
L66	4.86	41.33	59.35
MNS	38.59	70.05	75.95
L36NS	24.12	62.45	71.70
L66NS	6.50	44.88	56.30

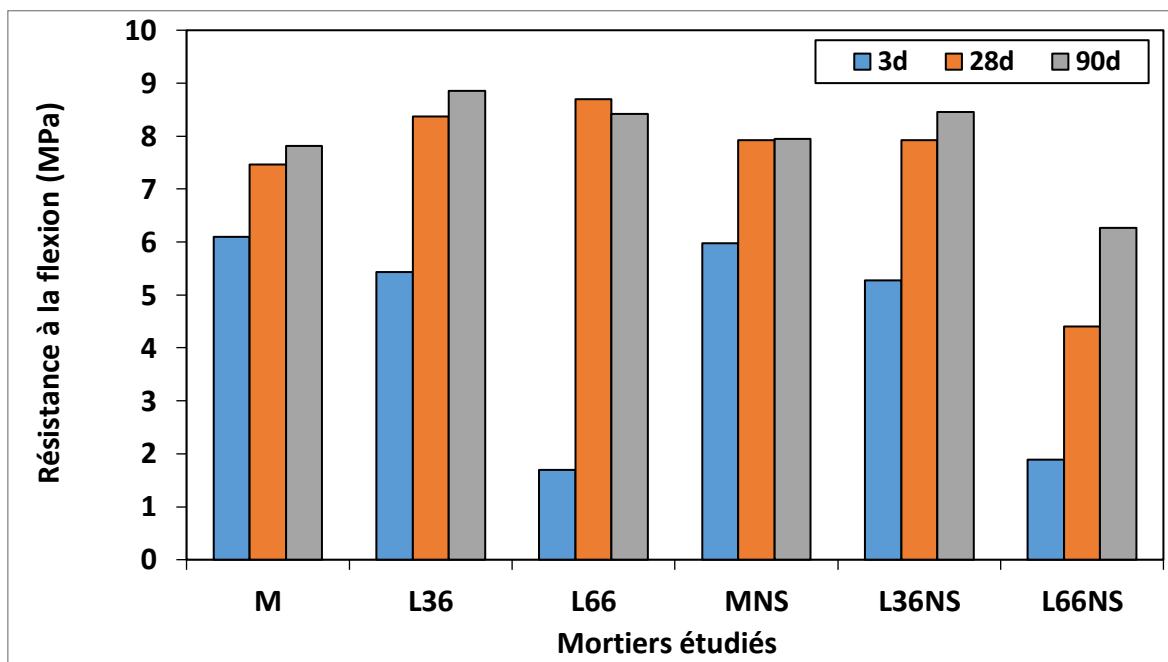


Figure V.15: Développement des résistances mécaniques à la flexion

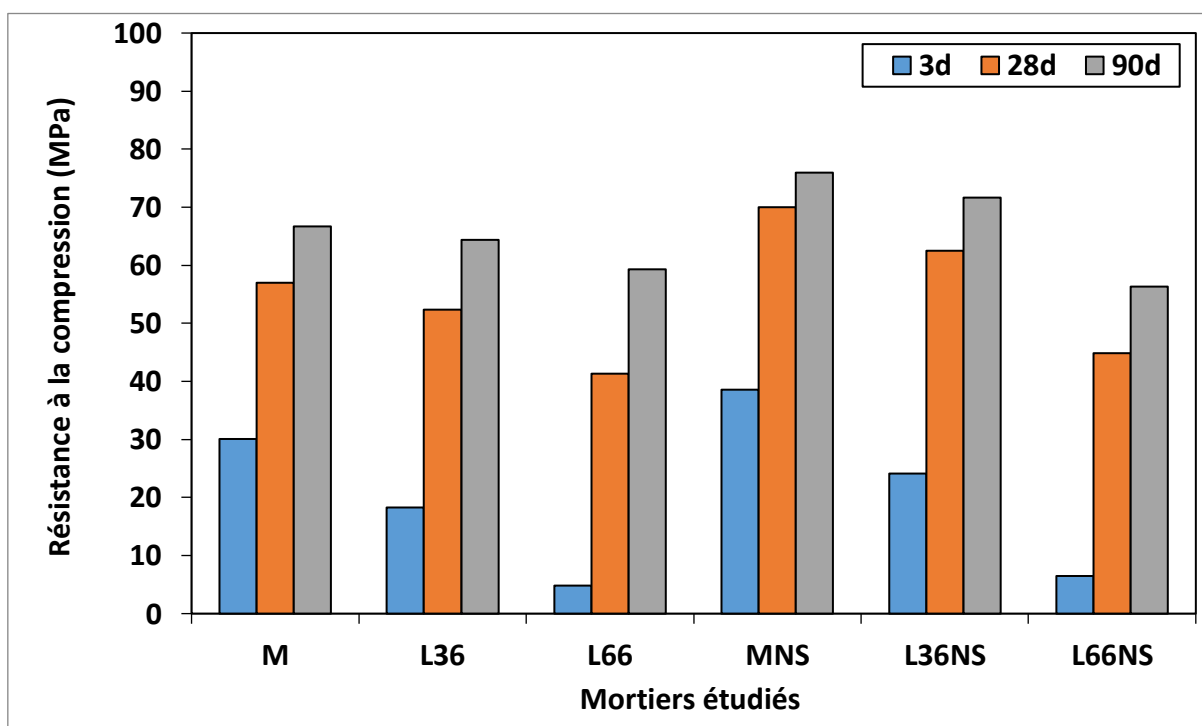


Figure V.16: Développement des résistances mécaniques à la compression

Le **Tableau V.2** récapitule les résultats obtenus lors de l'écrasement des différentes éprouvettes. Nous apercevons clairement le développement des résistances mécaniques en fonction de temps. La valeur obtenue en ajoutant 66% de LHF en présence de NS a donné une valeur modérée de 44.88 MPa à 28 jours. Cette dernière peut promouvoir le ciment à être classé comme étant un CEM III/B 42.5 R.

Il est apparent dans **Tableau V.3** que l'addition progressive de LHF (36% et 66%) pénalise les mortiers en terme de résistance mécanique à la compression notamment à jeune âge. D'autre part, l'incorporation de ce dernier avec les mêmes dosages en présence de 3% de NS (L36NS) a donné un meilleur résultat comme détaillé dans **Tableau V.4**. Ce résultat est traduit par le gain en résistance mécanique à la compression de 9.66% et 7.58% à 28 et à 90 jours respectivement.

Tableau V.4: Développement des résistances mécaniques à la compression par rapport au mortier témoin (%)

IDF	3j	28j	90j
L36	-39.10	-8.11	3.33
L66	-83.84	-27.43	-10.95
MNS	28.29	23.00	13.95
L36NS	-19.81	9.66	7.58
L66NS	-79.39	-21.19	-15.53

La **Tableau V.5** récapitule la contribution de NS en présence de LHF dans les différents mortiers. Des valeurs importantes de résistances à la compression à 3 jours accrues (28.29%, 31.66% et 33.74%) ont été enregistrées pour les mortiers MNS, L36NS et L66NS respectivement, néanmoins une régression de 5.14% à 90 jours relative au mortier L66NS a été enregistrée ce qui nous conduit vers un comportement dysfonctionnel entre NS et LHF.

Tableau V.5: Développement des résistances mécaniques à la compression par rapport au mortiers sans NS (%)

IDF	3j	28j	90j
MNS	28.29%	23.00	13.95
L36NS	31.66%	19.34	11.28
L66NS	33.74%	8.59	-5.14

La **Fig. V.17** montre le gain en résistance mécanique à la compression en combinant NS et LHF. Il est clair que l'effet de NS est significatif à jeune âge notamment en présence de LHF. D'autre part, un développement considérable de résistance mécanique à la compression au niveau des mortiers à base de NS et LHF était clair par rapport à ceux exempts de ce dernier. Ce développement de résistance mécanique à la compression est de l'ordre de 30%. Cependant, nous avons remarqué que NS a influé négativement sur la résistance mécanique des mortiers à long terme notamment ceux formulés avec des pourcentages élevés de LHF [73, 81 et 86]. Il est supposé que cela est dû à la surface spécifique élevée de NS, ce qui procure au besoin supplémentaire en eau ainsi que la compétition entre NS et LHF pour consommer la portlandite en formant des C-S-H [81 et 86].

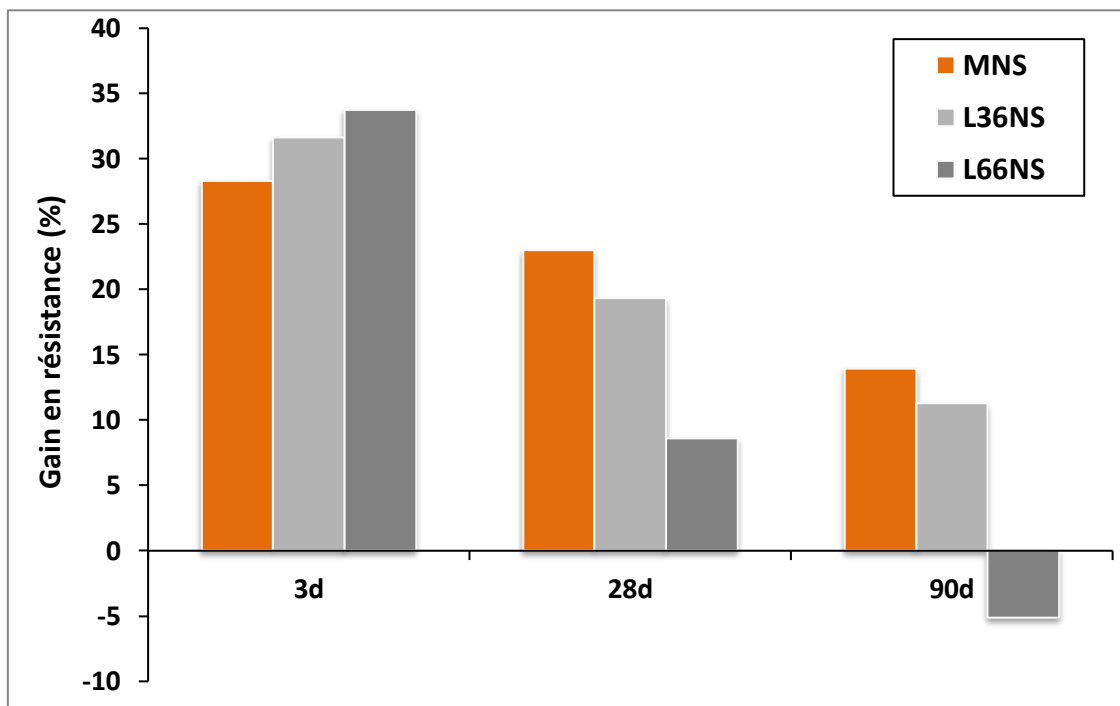


Figure V.17: Gain en résistance mécanique des mortiers à base de NS en présence de LHF par rapport au mortier de référence exempts de NS

Afin d'estimer convenablement l'effet combiné de LHF et NS, il est illustré dans Fig. V.18 la résistance mécanique à la compression des mortiers (L36NS et L66NS) par rapport à celui basé uniquement sur NS (MNS). Il faut avouer que le développement de résistance des mortiers à base de LHF et NS est similaire à celui à base de NS seule, toutefois, la teneur élevée en LHF combiné avec NS a réduit considérablement la résistance mécanique des mortiers.

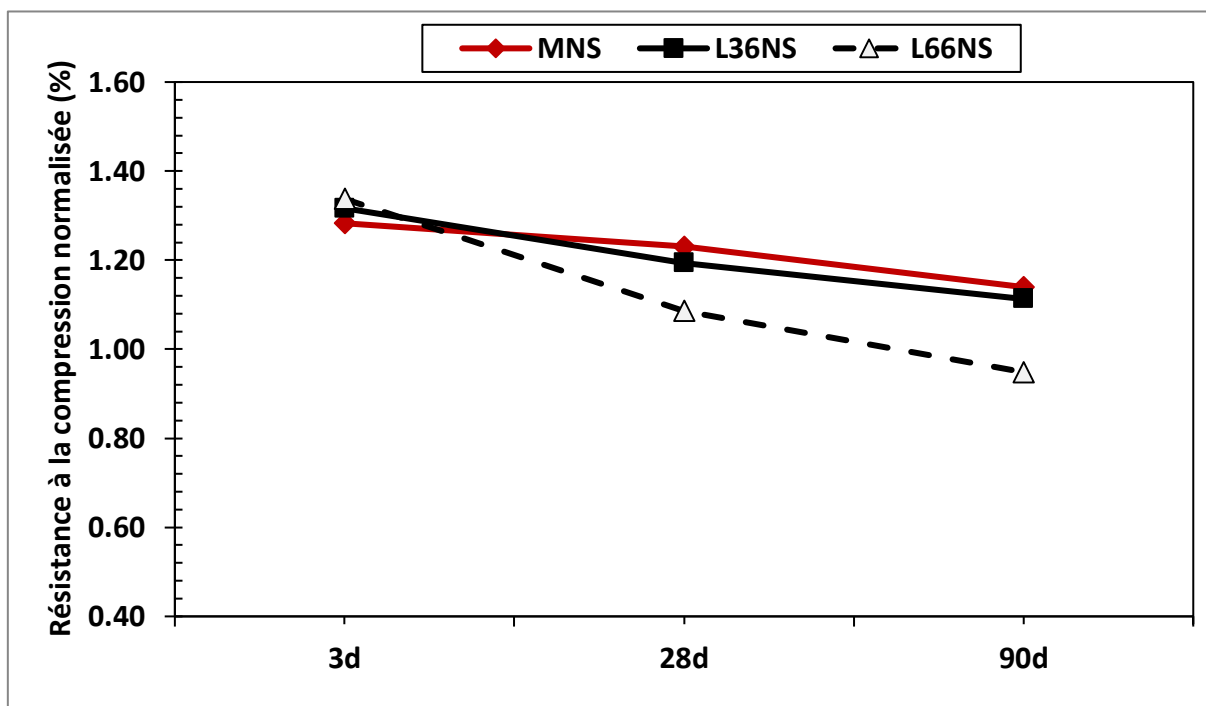


Figure V.18: Effet combiné de LHF et NS sur le développement de la résistance mécanique des mortiers à la compression

V. 1. 3 Microstructure des mortiers

V. 1. 3. 1 Microstructure du mortier témoin M

Les deux clichés présentés dans **Fig. V.19** réalisés au Microscope Électronique à Balayage (MEB) illustrent la surface d'une pastille y afférente à la formulation témoin M après 90 jours de maturation.

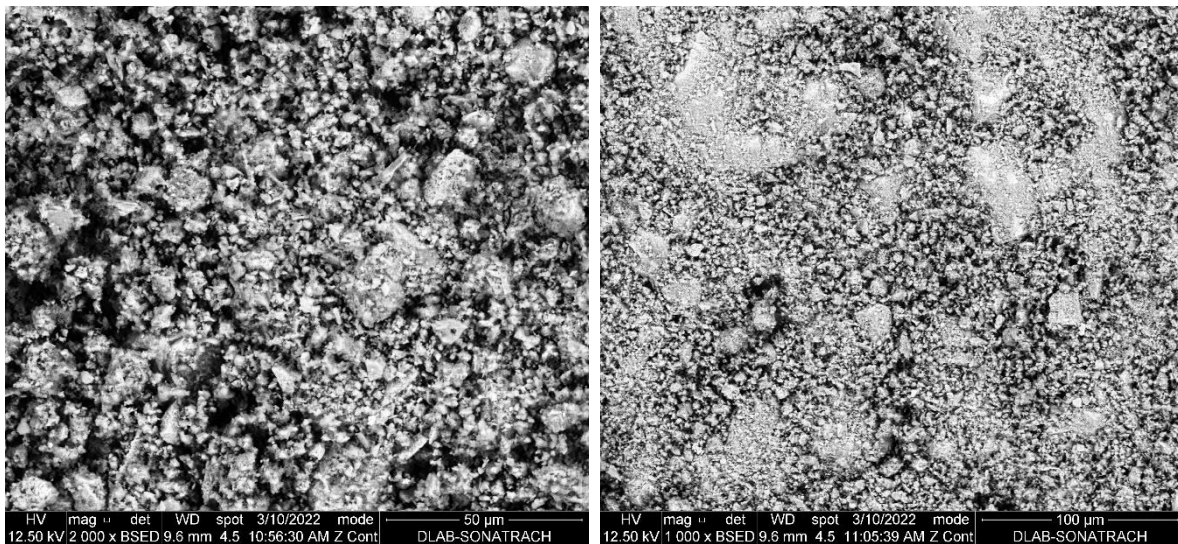


Figure V.19: Cliché MEB du mortier témoin M après 90 jours

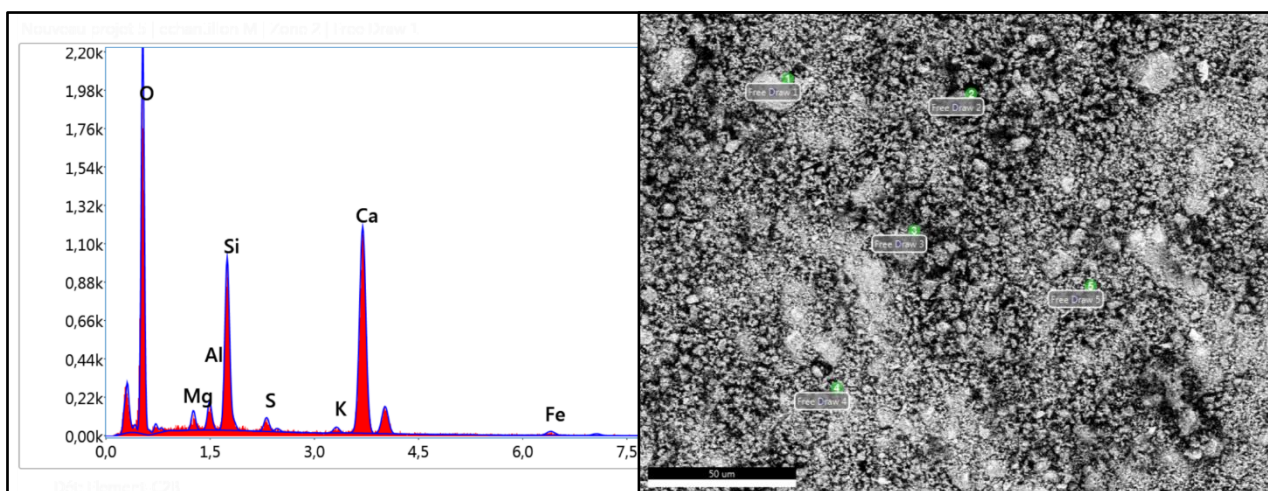


Figure V.20: Spectre d'analyse EDX du mortier témoin M après 90 jours

Le système formé par le liant et par les granulats (sable) est très cohésif. Le spectre EDX (noté 1) correspondant à la pâte de ciment est présenté dans **Fig V.20**. Il contient du silicium, du calcium et de l'oxygène, caractéristique des C-S-H formés.

V. 1. 3. 2 Microstructure du mortier L66 à base de LHF

Les deux clichés présentés dans **Fig. V.21** réalisés au Microscope Électronique à Balayage (MEB) illustrent la surface d'une pastille y afférente à la formulation L66 après 90 jours de vieillissement.

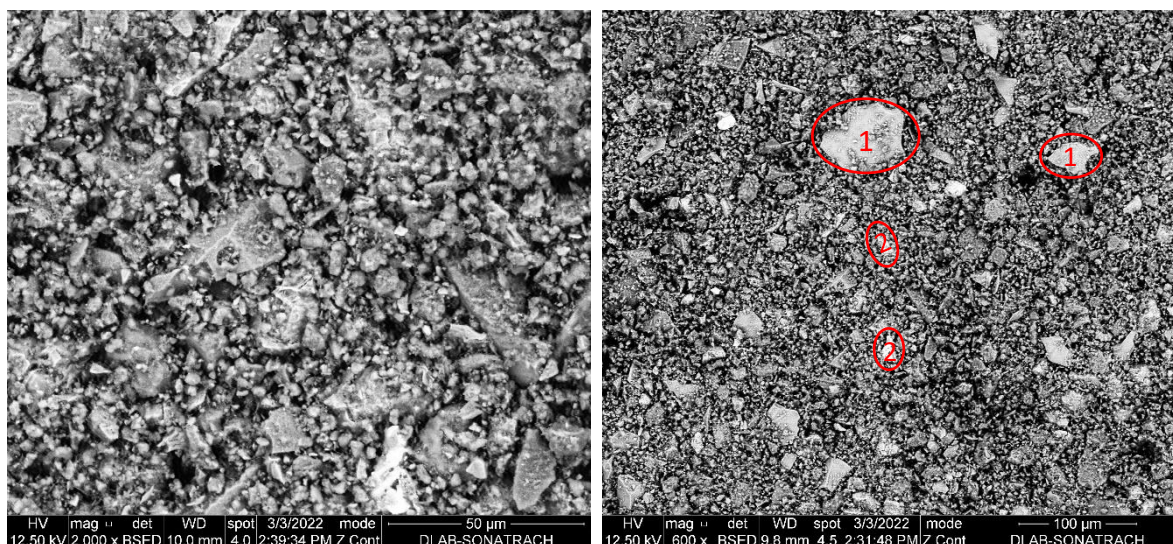


Figure V.21: Cliché MEB du mortier L66 après 90 jours

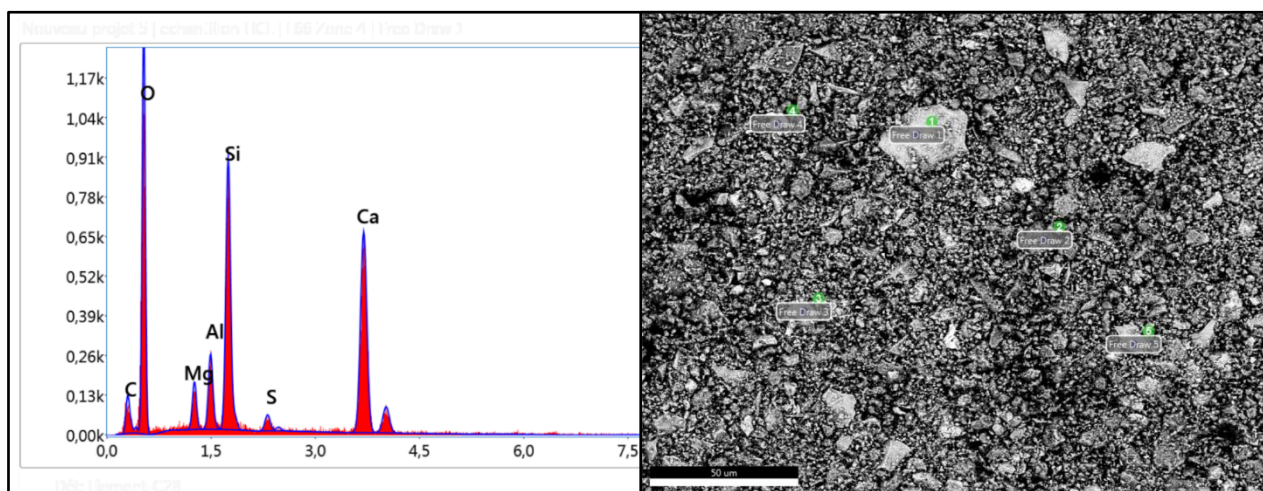


Figure V.22: Spectre d'analyse EDX du mortier L66 après 90 jours

Tel que le mortier témoin M, une bonne cohésion de l'ensemble pâte de ciment/granulat est observée. Sur **Fig. V.21**, un grain de LHF anhydre de l'ordre de 20 µm de diamètre est observable (noté 1). Cette formulation présente également une porosité remarquable susceptible de la rendre moins résistante mécaniquement par rapport à la formulation témoin.

Dans cette formulation, on distingue deux types de grains anhydres au niveau de la matrice cimentaire. Les grains de clinker (noté 1) dans **Fig. V.21** représentent les grains les plus gros. Très peu de ces grains sont présents par rapport au deuxième type de grains de LHF (noté 2) pas encore dissous, qui se présentent sous la forme d'éclats de plus petite taille que les grains de clinker. Ces deux types de grains sont mis en évidence par le spectre EDX présenté dans **Fig. V.22** (noté 1) en adéquation avec le précédent spectre EDX réalisé sur la formulation témoin. Cette caractérisation microstructurale nous conduit à déduire qu'une quantité de LHF est encore présente sous sa forme anhydre, ce qui laisse à penser que l'hydratation de la partie liante n'est pas encore achevée totalement à ce stade. L'hydratation de clinker dans cette formulation binaire est plus rapide que l'hydratation de laitier car

on observe plus de grains anhydres de LHF que des grains anhydres de clinker. Après 90 jours, c'est LHF, par son hydratation, qui pourra améliorer la résistance mécanique.

V. 1. 3. 3 Microstructure du mortier MNS à base de NS

Les deux clichés présentés dans Fig. V.23 réalisés au Microscope Électronique à Balayage (MEB) illustrent la surface d'une pastille y afférente à la formulation MNS après 90 jours de vieillissement.

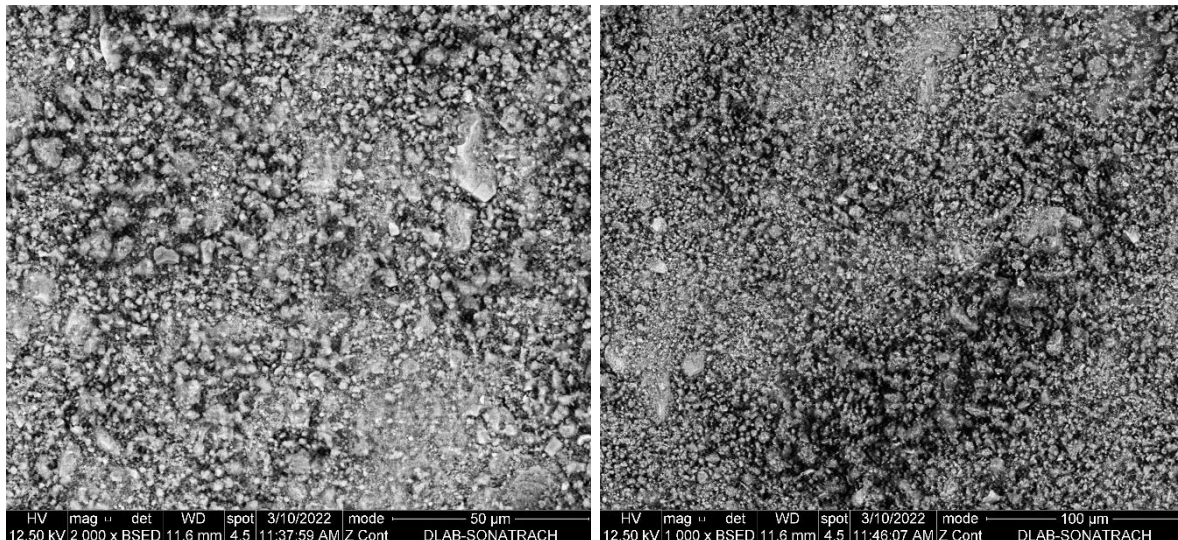


Figure V.23: Cliché MEB du mortier MNS après 90 jours

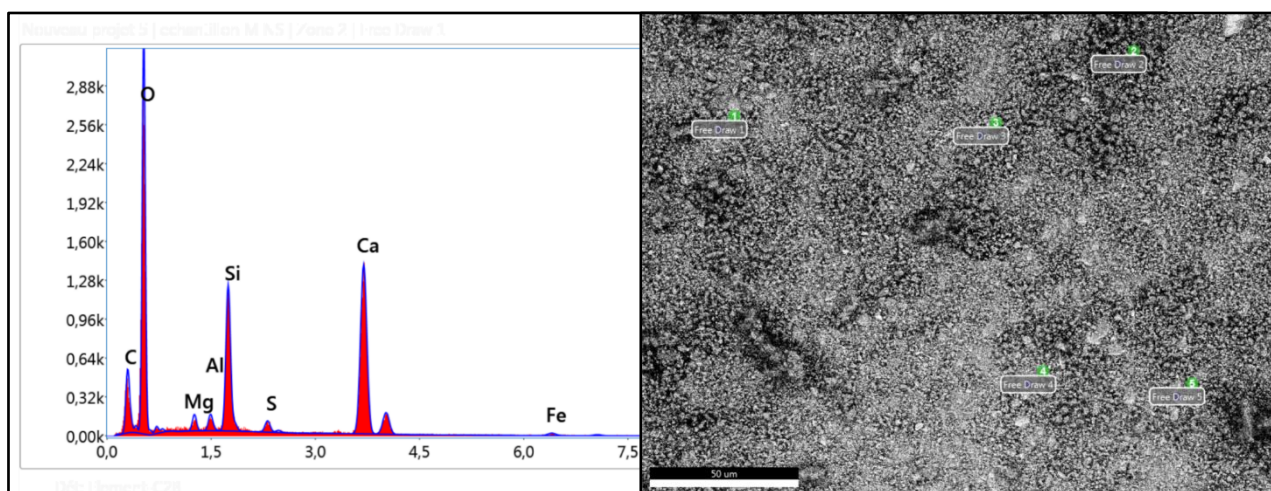


Figure V.24: Spectre d'analyse EDX du mortier MNS après 90 jours

En observant le cliché présenté dans Fig. V.23, nous avons remarqué une distribution parfaite de NS dans la matrice, ceci argumente la microstructure uniforme et épaisse par rapport au mortier exempt de NS. L'élément commun de tous les ciments contenant NS est la structure interne très stable, dans laquelle tous les cristaux sont attachés entre eux. Cela s'explique principalement par le processus d'absorption et la transformation des cristaux de portlandite en C-S-H, permet une nouvelle restructuration débogage et élimine les gros cristaux (Portlandite) par d'autres composés de taille plus petite et plus résistants (gel C-S-H). L'autre aspect important de NS est lorsqu'il est ajouté à des taux faibles, de très importantes variations à l'échelle microstructurale sont appréciées. La principale raison

est due à sa forte activité pouzzolanique motivée par sa petite taille et haute surface spécifique. Pour hydrater des prélèvements de nanoparticules, sont plus susceptibles de demeurer incorporées que dans les autres particules qui y a une surface spécifique plus faible. Il a été observé dans de nombreux essais, quelques variations de 0,5 % aptes de provoquer le matériau à avoir des caractéristiques structurelles micro complètement différentes.

En d'autre terme, c'est un processus par lequel nous pouvons arranger la microstructure interne, en transformant les cristaux qui ne nous intéressent pas en gels plus petits, qui, en plus d'être plus résistants, ils seront liés fortement entre eux à tous les cristaux.

Le système formé par le liant, le sable et NS est très uniforme et stable. Le spectre EDX présenté dans **Fig. V.24** (noté 1) nous a permis d'identifier une quantité plus importante de silicium, de calcium et d'oxygène par rapport aux autres éléments chimiques tels que l'aluminium et le magnésium, cela confirme la formation des gels C-S-H de 1^{ère} et 2^{ème} génération.

V. 1. 3. 4 Microstructure du mortier L66NS à base de LHF et NS

Les deux clichés présentés dans **Fig. V.25** réalisés au Microscope Électronique à Balayage (MEB) illustrent la surface d'une pastille y afférente à la formulation L66NS après 90 jours de vieillissement.

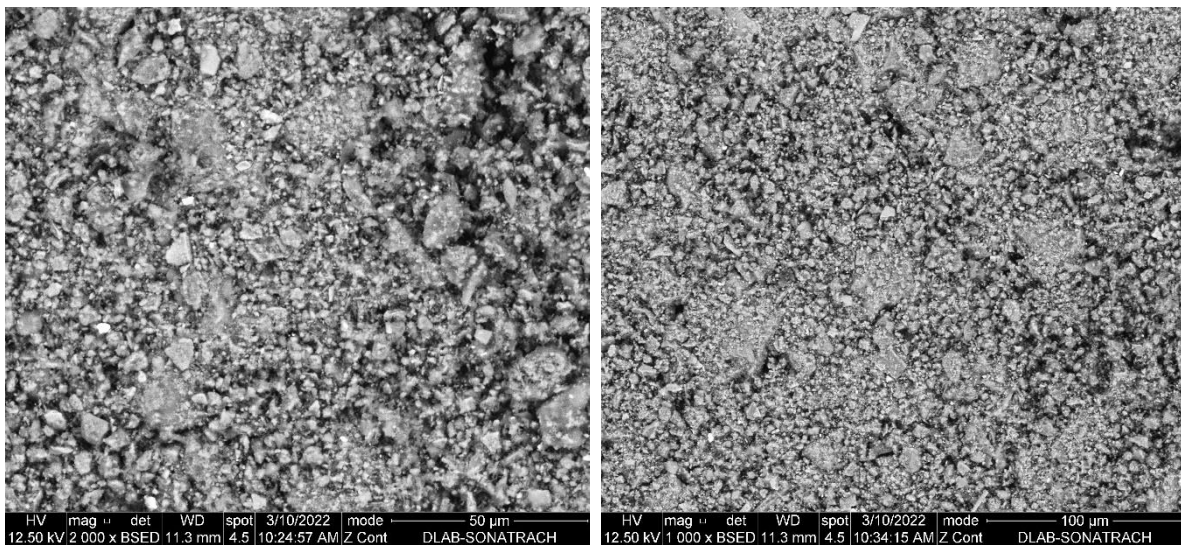


Figure V.25: Cliché MEB du mortier L66NS après 90 jours

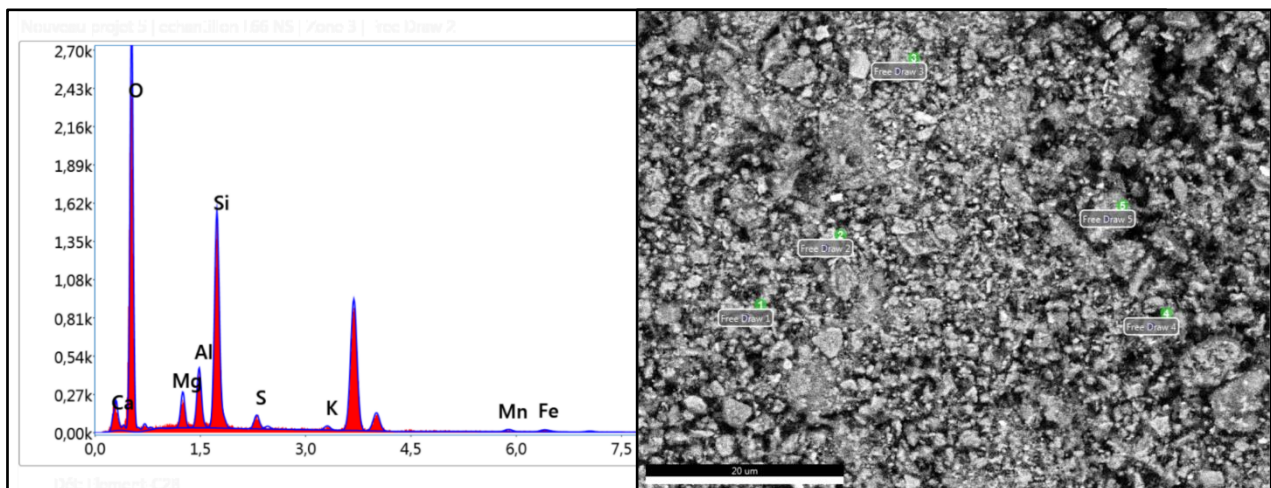


Figure V.26: Spectre d'analyse EDX du mortier L66NS après 90 jours

Comparativement au mortier L66, une bonne cohésion de l'ensemble des composants de la matrice a été observée dans **Fig. V.25**, néanmoins, cette formulation est caractérisée par une porosité moins importante traduite par l'effet physique (comblement de vides) des nano-particules de NS.

Le spectre EDX présenté dans **Fig. V.26** (noté 2) nous a conduit à déduire qu'uniquement une quantité très limitée de LHF est encore présente sous sa forme anhydre, ce qui laisse à penser que l'hydratation de la partie liante est beaucoup plus importante que celle du mortier L66. Ce spectre EDX nous a permis également d'identifier une quantité plus importante de silicium, de silicium et d'oxygène par rapport aux autres éléments chimiques tels que l'aluminium, le magnésium, le fer, le manganèse et le potassium, ça confirme encore une fois la formation des gels C-S-H de 1^{ère} et 2^{ème} génération en consommant la quasi-totalité de l'hydroxyde de calcium.

V. 1. 4 Durabilité des mortiers dans les différents milieux agressifs

V. 1. 4. 1 Mode opératoire

L'attaque due aux agressions chimiques des éprouvettes immergées dans ces solutions est évaluée selon la norme ASTM C 267-96.

Les pH des solutions ont été mesurés régulièrement chaque semaine à l'aide du papier pH avant l'immersion des éprouvettes à savoir: 7, 14, 21, 28, 35, 42, 49, 56, 63, 70, 77 et 84 jours. L'état des éprouvettes après 84 jours d'attaque par les solutions d'acides, en l'occurrence, HCl et HNO₃ est représenté dans **Fig. V.27** (T est équivalent au mortier témoin M).

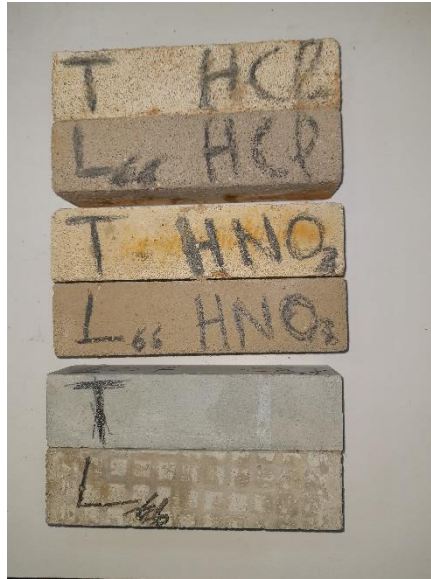


Figure V.27: Etat des éprouvettes après 84 jours d'attaque par solution de HCl et HNO₃

Afin d'évaluer le degré de dégradation en calculant la perte de masse des éprouvettes immergées dans les différents milieux agressifs en fonction de temps, nous avons adopté le mode opératoire décrit ci-dessous:

Chaque 7 jours d'attaque et pendant 84 jours, les éprouvettes ont été retirées, nettoyées par l'eau distillée pour éliminer le mortier altéré, séchées et étuvées jusqu'à l'élimination totale de l'humidité absorbée (la masse devait être constante) à une température de $105 \pm 5^\circ\text{C}$.

Le degré de dégradation est évalué par la formule de perte de masse suivante:

$$\text{Perte de Masse (\%)} = \frac{(M_1 - M_2)}{M_1} \times 100 \quad \text{Eq. 13}$$

D'où:

M_1 : masse sèche des éprouvettes avant immersion.

M_2 : masse sèche des éprouvettes après immersion.

V. 1. 4. 2 Résultats des différentes attaques de solutions

Pendant 84 jours, nous avons utilisé des solutions d'acide chlorhydrique et d'acide nitrique comme moyen de contrôle de perte de masse des mortiers M et L66.

D'après ces résultats obtenus sur les différentes éprouvettes dans les deux milieux agressifs, nous avons pu noter les remarques suivantes:

- L'éprouvette du mortier L66 présente de meilleures résistances chimiques dans les deux milieux agressifs par rapport au mortier témoin M.
- L'éprouvette du mortier témoin M présente par rapport à celle du mortier L66 une faible résistance

chimique caractérisée par des pertes de masse de l'ordre de 2,69% et 2,10% vis-à-vis des attaques chimiques par solution de HCl et HNO₃ respectivement.

- La solution d'acide HCl est beaucoup plus agressive que la solution d'acide HNO₃ pour les raisons suivantes:
 - Le degré d'acidité (pH de la solution);
 - L'aptitude de former des composants expansifs tels que le sel et l'ettringite.

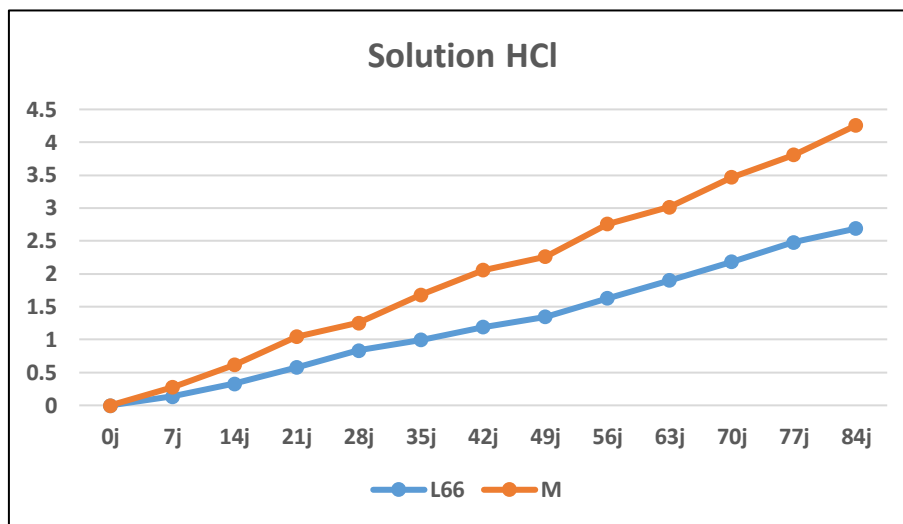


Figure V.28: Perte de masse des mortiers M et L66 dans la solution HCl (%)

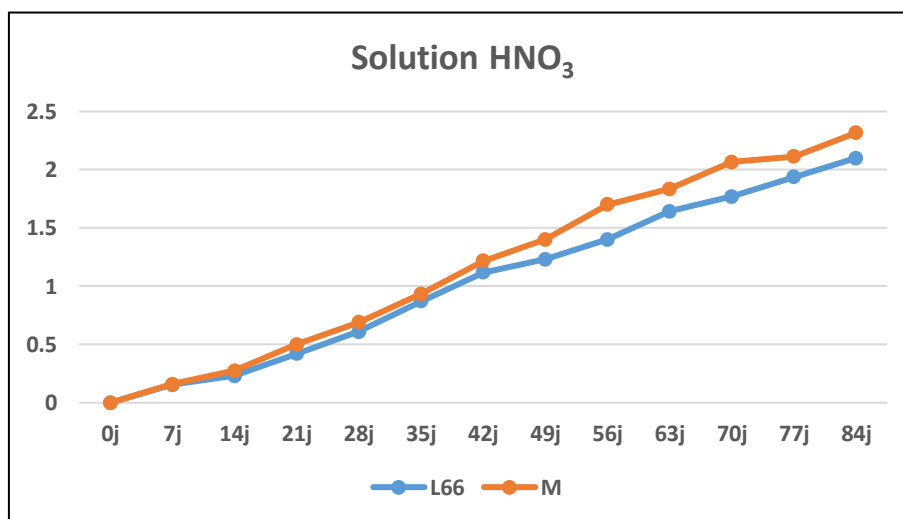


Figure V.29: Perte de masse des mortiers M et L66 dans la solution HNO₃ (%)

V. 1. 4. 3 Résistance mécanique après attaque chimique

Il est évident que la dégradation des bétons ou bien des mortiers influe négativement sur le comportement mécanique de ces derniers, la raison pour laquelle nous avons procédé à des essais de résistance à la compression pour confirmer cette théorie, la réalisation de ces essais est similaire à celle de 28 jours. Le **Tableau V.6** récapitule les résultats de la résistance à la compression après altérations par les solutions agressives pendant 84 jours. Il est clair dans **Fig. V.30** que les résistances ont chuté

après l'attaque chimique dans les deux milieux agressifs en comparaison avec les milieux sains.

Tableau V.6: Résistance des mortiers à la compression après 84 jours d'attaque par solution HCl et HNO₃

Milieu	Saines	HCl	HNO ₃
M	58.64	46.75	48.70
L66	39.40	26.55	30.50

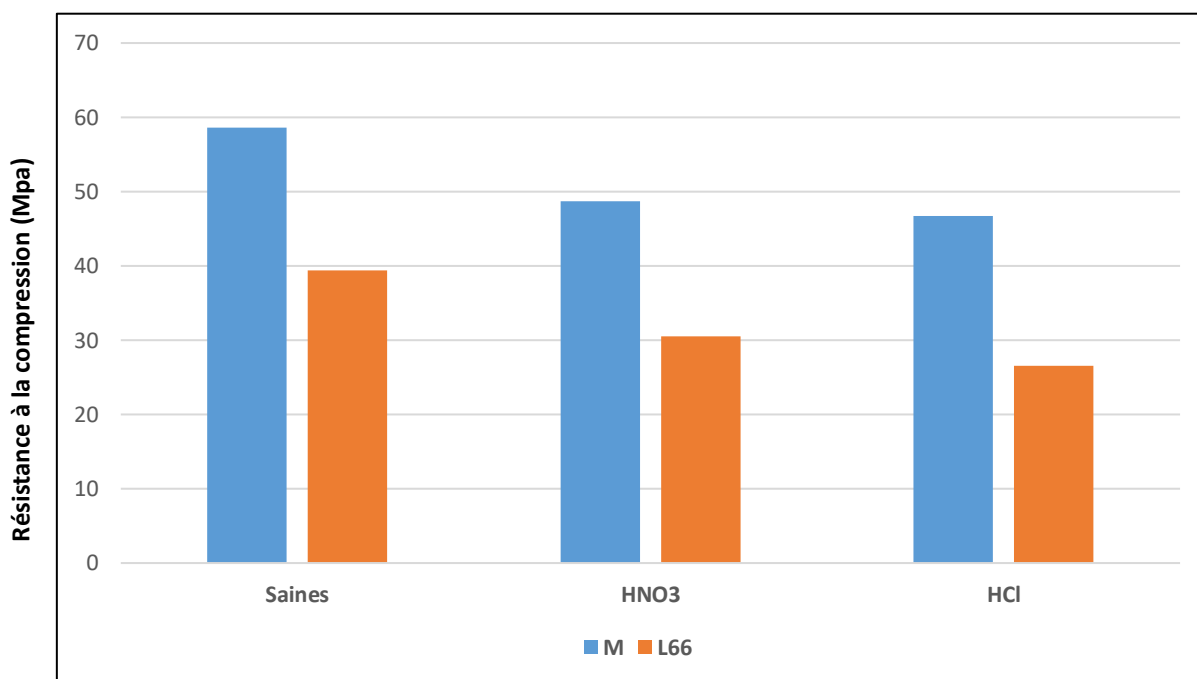


Figure V.30: Résistance des mortiers à la compression après 84 jours d'attaque par solution HCl et HNO₃

La Fig. V.31 représente la perte de résistance à la compression des mortiers M et L66 qui ont subi des attaques chimiques continues pendant 84 jours ainsi que les résistances des éprouvettes saines. Cette perte a été calculée en pourcentage selon l'équation suivante:

$$\text{Perte de resistance (\%)} = \frac{(R_{28} - R_d)}{R_{28}} \times 100 \quad \text{Eq. 14}$$

D'où:

R_d: Résistance des éprouvettes après dégradation.

R₂₈: Résistance des éprouvettes saines à 28 jours.

La comparaison de ces résultats a été effectuée selon le type de dégradation et le type de mortier.

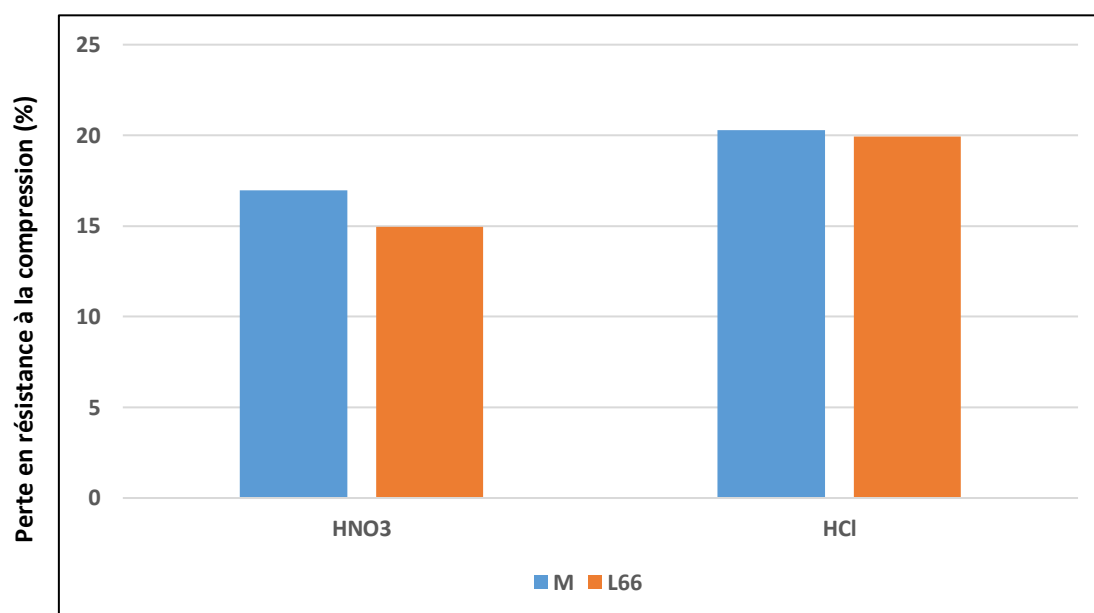


Figure V.31: Perte de Résistance des mortiers à la compression après 84 jours d'attaque chimique par solution HCl et HNO₃

L'addition des ajouts minéraux, sans tenir compte de leur contribution du point de vue économique et écologique, se manifeste en:

- Fixation de l'hydroxyde de calcium par l'ajout actif,
- Freinage la pénétration des agents agressifs en réduisant la porosité de la pâte de ciment durci.

On remarque que l'incorporation des additions minérales augmente la résistance chimique des mortiers dans les milieux agressifs, comme il a été mis en évidence en plusieurs recherches. [87]

Dans les ciments avec ajouts, la quantité de portlandite étant de manière significative moins importante que dans le ciment sans ajout, cela est dû à la réaction pouzzolanique qui fixe la chaux. Par conséquent, les pores capillaires sont réduits par formation des gels C-S-H, bloquant ainsi l'absorption de la solution acide, d'où une certaine minimisation de la perte de masse.

V. 1. 4. 4 Microstructure des mortiers après attaque chimique

V. 1. 4. 4. 1 Microstructure du mortier L66 attaqué par solution HCl

Les deux clichés présentés dans **Fig. V.32** réalisés au Microscope Électronique à Balayage (MEB) illustrent la surface d'une éprouvette y afférente à la formulation L66 après 84 jours d'immersion sous solution HCl.

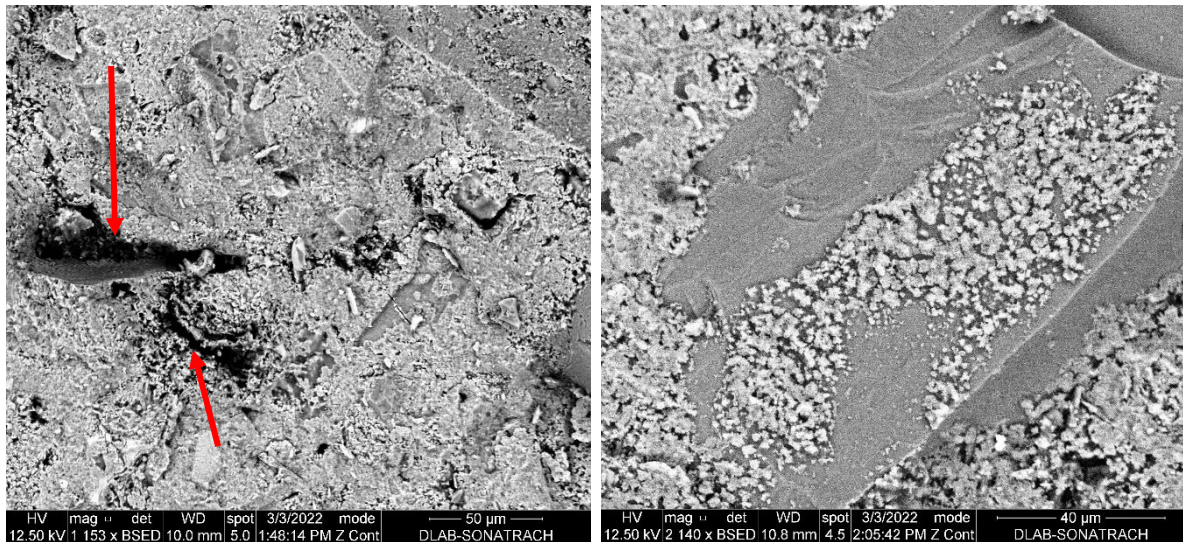


Figure V.32: Cliché MEB du mortier L66 après 84 jours d'attaque par solution HCl

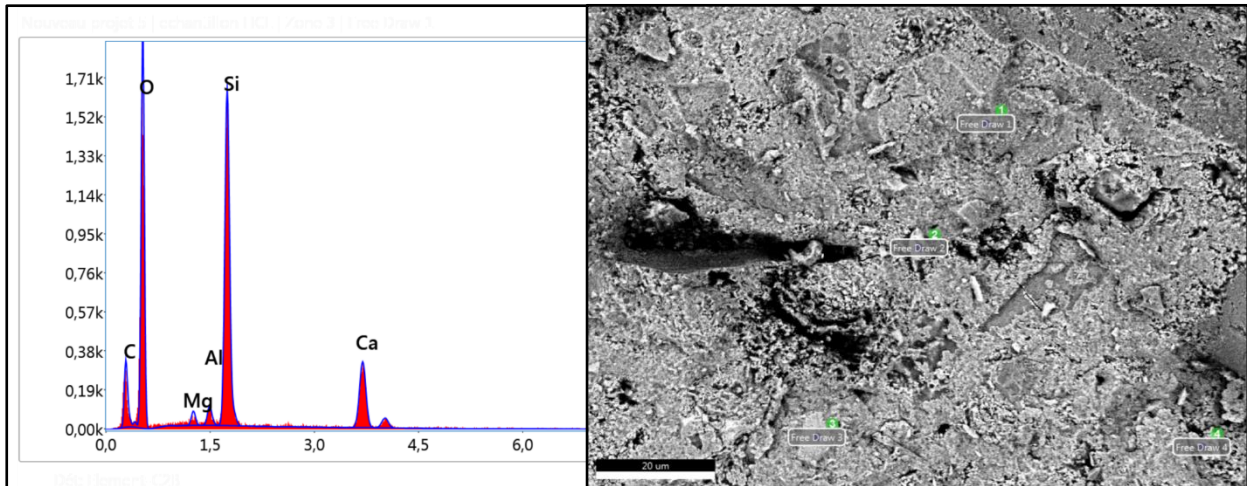


Figure V.33: Spectre d'analyse EDX du mortier L66 après 84 jours d'attaque par solution HCl

En se référant au cliché présenté dans **Fig. V.32**, nous pouvons constater clairement quelques lacunes dues à la destruction de la matrice, ce qui confirme les pertes de masse déjà calculées. Ces dernières ont été causées par le fait que le ciment, après hydratation, a libéré une partie considérable d'hydroxyde de calcium libre (CH) qui peut être lessivée à l'extérieur quand elle est soumise à la solution HCl.

L'effet de contact du mortier L66 avec la solution HCl provoque la réaction de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ avec cette dernière pour former le chlorure de calcium (CaCl_2) qui est déposé comme sel anhydre. Pendant que l'attaque se poursuit, tous les composants de ciment sont par la suite décomposés et lessivés. En outre, le chlorure de calcium constitué durant la première réaction va réagir avec la portlandite résiduelle pour former l'oxychlorure de calcium $\text{Ca}(\text{OCl})_2$ (composant inorganique), qui, après cristallisation, peut causer l'expansion du mortier. La couche de l'oxychlorure de calcium précipitée est facilement lessivée ayant pour résultat une perte de masse considérable.

Le spectre EDX présenté dans **Fig. V.33** (noté 2) nous a conduit à déduire qu'un déséquilibre chimique remarquable a été remarqué entre les éléments chimiques principaux de la matrice d'où le

calcium qui a considérablement diminué par rapport au silicium.

V. 1. 4. 4. 2 Microstructure du mortier L66 attaqué par solution HNO₃

Les deux clichés présentés dans **Fig. V.34** réalisés au Microscope Électronique à Balayage (MEB) illustrent la surface d’une éprouvette y afférente à la formulation L66 après 84 jours d’immersion sous solution HNO₃.

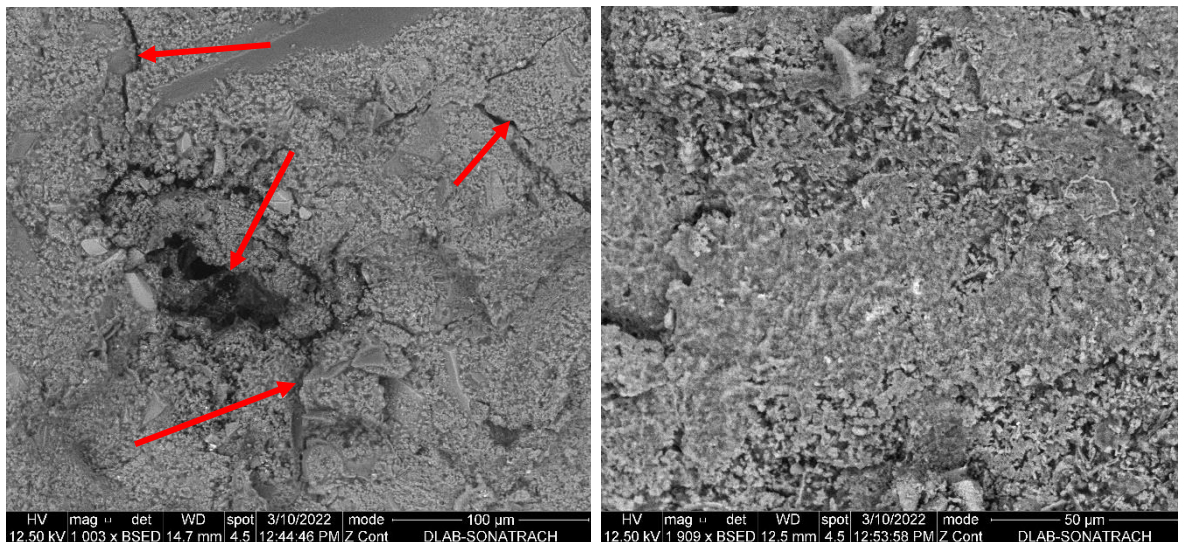


Figure V.34: Cliché MEB du mortier L66 après 84 jours d’attaque par solution HNO₃

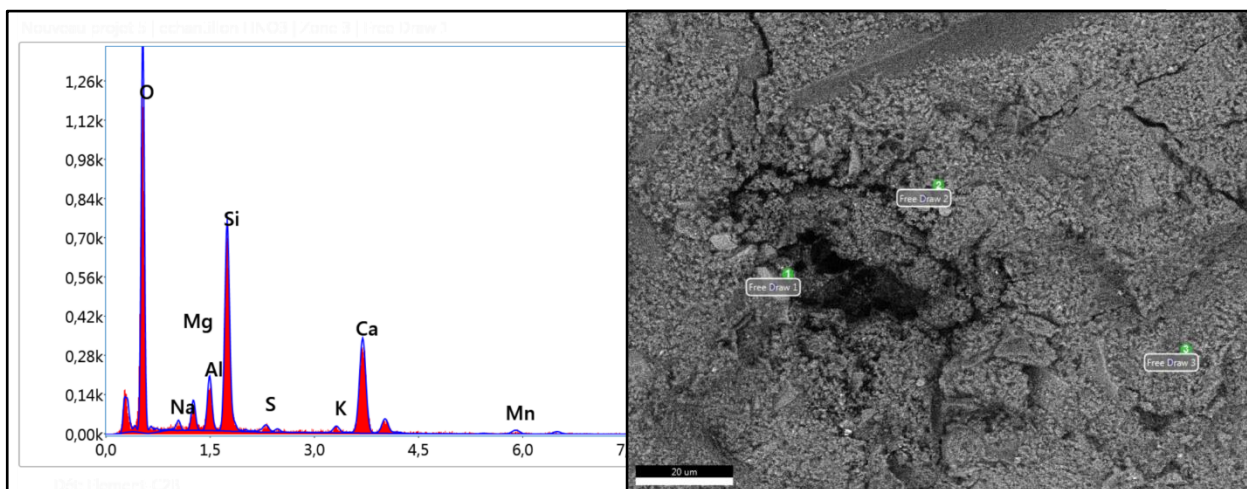


Figure V.35: Spectre d’analyse EDX du mortier L66 après 84 jours d’attaque par solution HNO₃

En observant le cliché présenté dans **Fig. V.34**, nous avons remarqué des microfissures dans certains endroits voire, des détériorations qui argumentent les pertes de masse constatées. Ces dernières ont été causées par le fait que le ciment, après hydratation, a libéré une partie considérable d’hydroxyde de calcium libre qui peut être lessivée à l’extérieur quand elle est soumise à la solution HNO₃.

La réaction de la portlandite avec la solution HNO₃ pourra former le nitrate de calcium (Ca(NO₃)₂) qui est un sel hygroscopique soluble caractérisé par des cristaux incolores à blancs. Toutefois, la plupart des composants du ciment ont subi par la suite des décompositions et des lessivassions.

Le spectre EDX présenté dans **Fig. V.35** (noté 1) nous a conduit à déduire que le déséquilibre

chimique entre les éléments chimiques principaux de la matrice était moins aigu par rapport à celui constaté précédemment dans **Fig. V.33**.

V. 1. 4. 5 Interprétation des résultats

À partir des résultats des attaques chimiques après immersion des éprouvettes dans les différents milieux agressifs, nous avons constaté que:

- Toutes les variantes ont subi une détérioration et une perte de masse à cause de l'attaque soit par solution d'acide chlorhydrique ou par solution d'acide nitrique.
- L'acide chlorhydrique fait dissoudre $\text{Ca}(\text{OH})_2$ car leur caractère lessivant est très agressif. Il est utilisé pour l'étude de décalcification des matériaux cimentaires.
- Avec le temps, l'agressivité de l'acide chlorhydrique devient de plus en plus importante car ils se cristallisent dans les pores et sa concentration augmentera.

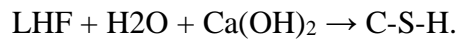
V. 2 CONCLUSION

Après avoir interprété et discuter les résultats obtenus dans cette étude nous avons abouti finalement aux conclusions suivantes:

- Le comportement rhéologique des pâtes préparées en combinant LHF et NS suit exactement le modèle de Hershel-Bulkley.
- Les pâtes cimentaires à base de LHF en présence de NS, avaient un comportement rhéoépaississant ayant une viscosité qui augmente en fonction du temps en phase 1 ensuite une diminution de la viscosité des pâtes après repos.
- La présence de LHF lors de l'hydratation fait absorber la portlandite émise par le clinker pour former des minéraux de propriétés liantes.
- Certaines particules de LHF en présence de l'eau se gonflent, en compactant le mortier, ce compactage fait augmenter au ciment ses capacités de résister face à l'agressivité des sels, et rend la pénétration des solutions aqueuses qui causent la destruction du mortier plus difficile.
- Dans l'atmosphère humide, le ciment métallurgique présente une meilleure résistance que dans l'atmosphère sèche grâce aux réactions avec l'eau et la portlandite.
- L'addition de LHF à des proportions modérées de l'ordre de 36% est qualifiée d'être plus rentable en terme de durabilité des mortiers soumis à des attaques chimiques par solution HCl ou HNO_3 .
- Toutes les variantes présentent une augmentation de la résistance mécanique vis-à-vis des attaques par solution HCl ou HNO_3 sauf les éprouvettes témoins, cette augmentation de la résistance mécanique est directement proportionnelle au taux de substitution de LHF. Ceci peut s'expliquer par l'activité de laitier à long terme. Le laitier a une forme de silice vitreuse réactive qui, en

présence d'eau, peut se combiner avec la chaux pour former un silicate de calcium hydraté (C-S-H) de même type que celui formé durant l'hydratation du ciment portland.

On peut donc décrire une réaction pouzzolanique de la façon simple suivante:



CONCLUSION GÉNÉRALE

Le comportement rhéologique et mécanique des ciments métallurgiques à base de nano-silice (NS) combinée avec du Laitier de Haut Fourneau (LHF) a été étudié dans le cadre de produire un ciment plus performant à faible empreinte carbone. Les conclusions de cette étude ont été récapitulées ci-dessous:

- Les résultats des tests rhéologiques sur les pâtes de ciment, ont montré que le ciment à base de LHF a significativement augmenté la contrainte de cisaillement et la viscosité plastique des pâtes de ciment par rapport à la pâte témoin exempte de LHF. Cela nous a permis de conclure que la nature et l'activité de LHF ont un effet important. Cependant en présence de LHF, les pâtes de ciment à base de 3% NS deviennent plus fluides favorisant l'écoulement avec une contrainte de cisaillement plus faible. Concernant le comportement rhéologique des pâtes de ciment étudiées, les résultats ont montré que toutes les pâtes ont un comportement fluide plastique Binghamien identique à celui du modèle rhéologique Herschel-Bulkley, cela a été prouvé par plusieurs chercheurs.
- Il est très clair que le comportement rhéologique et le caractère thixotrope ont été totalement modifiés en présence de NS. En effet, en phase 1, les pâtes cimentaires à base de LHF avaient un comportement rhéofluidifiant avec diminution de la viscosité au fur et à mesure la vitesse de cisaillement augmente puis qu'au repos phase 2, la viscosité augmente en fonction du temps développant ainsi un gel **Fig. V.11**. Cependant, les pâtes cimentaires à base de LHF en présence du NS, avaient un comportement rhéoépaississant ayant une viscosité qui augmente en fonction du temps en phase 1 ensuite une diminution de la viscosité des pâtes après repos **Fig V.12. [82 et 83]**
- Les résultats des tests mécaniques ont révélé que l'effet de NS était significatif à court terme notamment son effet en présence de LHF. En effet, il y a eu une amélioration remarquable de la résistance à la compression des mortiers à base de NS en présence de LHF par rapport à ceux exempts de LHF. Cette amélioration de la résistance à la compression est de l'ordre de 30%. L'incorporation de 36% en poids de LHF combiné à 3% de NS a donné des valeurs significatives de résistance à la compression (62,45 MPa à 28 jours et 71,70 MPa à 90 jours). L'incorporation de 66% de LHF combiné à 3% de NS a donné une valeur suffisante de 44,88 MPa à 28 jours qui pourra promouvoir ce ciment d'être classé comme étant un CEM III / B 42,5 R.
- La NS a influé négativement sur la résistance mécanique des mortiers à long terme, en particulier ceux avec un dosage plus élevé de LHF. Cela est dû à sa grande surface spécifique qui réclame un besoin supplémentaire en eau sans oublier la concurrence de NS et LHF pour consommer la portlandite.

CONCLUSION GÉNÉRALE

- Il est évident que la durabilité des bétons ou bien des mortiers est affectée directement par le comportement mécanique de ces derniers, la raison pour laquelle nous avons procédé à des essais de résistance à la compression pour confirmer cette théorie. Les résultats obtenus après altérations par les solutions agressives pendant 84 jours ont montré clairement que les résistances ont chuté après l'attaque chimique par solution d'acide (HCl et HNO₃) en comparaison avec les milieux sains.
- L'incorporation des additions minérales augmente la résistance chimique des mortiers dans les milieux agressifs, comme il a été mis en évidence par plusieurs chercheurs [87]
- Dans les ciments avec ajouts, la quantité de portlandite étant de manière significative moins importante que dans le ciment sans ajout, cela est dû à la réaction pouzzolanique qui fixe la chaux. Par conséquent, les pores capillaires sont réduits par formation des gels C-S-H, bloquant ainsi l'absorption de la solution acide, d'où une certaine minimisation de la perte de masse.
- Il est reconnu que les Laitiers de Haut Fourneau permettent aux bétons d'améliorer plusieurs aspects de leur durabilité sachant que l'utilisation de ce dernier à des quantités modérées de l'ordre de 36% et même en introduisant des quantités considérables de l'ordre de 66%, pourra aboutir à des résultats acceptables dans les deux milieux agressifs (HNO₃ et HCl) en termes de résistances chimiques et mécaniques.

PERSPECTIVES

Cette étude nous a permis d'apporter des éléments de réponse quant aux problématiques industrielles et scientifiques définies. Les perspectives suivantes sont envisagées:

- L'étude du comportement rhéologique représente un outil fondamental pour caractériser les performances d'un mortier ou d'un béton. Toutefois, elle mérite d'être couplée avec des observations directes, réalisées essentiellement dans ce travail par des autopsies, c'est-à-dire des essais destructifs. Nous visons prochainement à mettre en place des essais non destructifs par suivi en microtomographie aux rayons X. Cette méthode pourrait être très avantageuse pour un suivi d'attaque chimique in-situ des mêmes échantillons au cours du temps.
- Le modèle sur lequel nous avons focalisé dans la partie de durabilité, en l'occurrence L66 méritera encore des validations expérimentales afin d'améliorer la confiance des résultats calculés. Il a de plus été montré dans le chapitre V que les performances mécaniques des mortiers avec un taux élevé en LHF (66%) ont chuté sévèrement. Cela pourrait représenter une perspective importante, en cherchant notamment des moyens de rendre ces mortiers et plus précisément des bétons plus efficaces face aux milieux agressifs tels que l'eau de mer, l'eau de barrage, les eaux usées, ... etc. L'autre défi consiste toujours à garder ce produit (mortier ou béton) écologique (green product) à faible empreinte carbone.

RÉFÉRANCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Y. Li, Y. Liu, X. Gong, et al. (2016), Environmental impact analysis of blast furnace slag applied to ordinary Portland cement production *J. Cleaner Prod.* 120, 221-230.
- [2] H. Yaz.c. H. Yig .iter, AS. Karabulut, Baradan B., (2008), Utilization of fly ash and ground granulated blast furnace slag as an alternative source silica year in reactive powder concrete, *Fuel* 87 (12) 2401-2407.
- [3] E. Crossin (2015), the greenhouse gas implications of using ground granulated blast furnace slag as a cement substitute, *J. Cleaner Prod.* 95, 101-108.
- [4] P. Sharmila, Dhinakaran G., (2016), Compressive strength, porosity and sorptivity of ultra-fine slag based high strength concrete, *Constr. Build. Mater.* 120, 48-53.
- [5] G. Land, Stephan D., (2012), the effect of Nano-silica on the hydration of ordinary Portland cement, *J. Mater. Sci.* 47 (2), 1011-1017.
- [6] JJ Thomas, HM Jennings, JJ Chen, (2009). Influence of nucleation seeding on the hydration of tricalcium silicate Mechanisms and cement, *J. Phys. Chem. C* 113 (11), 4327-4334.
- [7] B.-W. Jo C.-H. Kim, GH Tae, JB Park (2007), Characteristics of cement mortar with nano-SiO₂ particles, *Constr. Build. Mater.*, 21 (6), 1351-1355.
- [8] A. Nazari, S., Riahi (2010), Microstructural, thermal, physical and mechanical behavior of the self-compacting concrete Containing SiO₂ nanoparticles, *Mater., Sci. Eng.*, 527 (29-30) 7663-7672
- [9] Nazari, S. Riahi (2011), the effects of SiO₂ nanoparticles on physical and mechanical properties of high strength concrete compacting, *Dial. B Eng.* 42 (3), 570-578.
- [10] Y. Qing, Z. Zenan, K. Deyu, Rongshen C., (2007), Influence of nano-SiO₂ addition there properties of hardened cement paste as Compared with silica smoke, *Constr. Build. Mater.*, 21 (3), 539-545.
- [11] T. Ji (2005), Preliminary study on the water permeability and microstructure of concrete Incorporating nano-SiO₂, *Cem. Concret. Res.* 35 (10), 1943-1947.
- [12] Jo, C. Kim, J. Lim, (2007), Investigations on the development of concrete powder with nano-SiO₂ particles, *KSCE J. Civ. Eng.* 11 (1), 37-42.
- [13] M.-H. Zhang, J. Islam (2012), Use of nano-silica to Reduce Increase setting time and early strength of concrete with high volumes of fly ash slag gold *Constr. Build. Mater.*, 29, 573-580. 179 Rheological and Physic-mechanical study of metallurgical cements based on Nano-silica combined with blast furnace slag
- [14] M.-H. Zhang, J. Islam Peethamparan S., (2012), Use of nano-silica to increase early strength and reduce setting time of concrete with high volumes of slag, *Cem. In. concrete, Dial.* 34 (5), 650-662.
- [15] E. Tsampali, E.C. Tsardaka, E. Pavlidou, K.M. Paraskevopoulos and M. Stefanidou (2019) Comparative Study of the Properties of Cement Pastes Modified with Nano-Silica and Nano-Alumina, *Solid State Phenomena*, 286: pp 133-144
- [16] J. P Olivier: livre de " Durabilité des bétons ". (A.NONAT :chapitre2; V. BAROGHEL-BOUNY, B. CAPRA, S. LAURENS: chapitre9; A. CARLES-GIBERGUES, H.HORNAIN :chapitre11; G. ESCADEILLAS, H. HORNAIN: chapitre 12 (Edition: Presse de l'école nationale des ponts et chaussées-2008).
- [17] Nicolas HYVERT: Application de l'approche probabiliste à la durabilité des produits préfabriqués en béton (Thèse de doctorat-l'Université Toulouse III-Paul Sabatier-2009).
- [18] M.ADAM, « Guide pratique pour l'emploi des ciments ».
- [19] WILLIAM.D, CALLISTER.JR « Science et génie des matériaux » modolu Editeur, 2001.
- [20] R.DUPAIN, R.LANCHON, J-C.SAINT-ARROMAN «Granulat, sols, ciment et béton» Edition CASTEILLA-PARIS-2004.
- [21] Arezki Tagni Hamou « Microstructure et physico-chimie des ciments et des bétons, chapitre 8 ».
- [22] GCI712 « Durabilité ET réparation du béton », département Génie civil, Université de Sherbrooke-Canada, Avril 2009.
- [23] SYLVER.P «science des matériaux», université pierre et marie curie 2005 ,2006.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [24] PDF réalisé par Zile-Marie Durosier Richard Bonneville.
- [25] MALEK A., « Caractéristiques physico - chimiques du laitier de haut fourneau ». Séminaire sur la valorisation des laitiers et des coproduits sidérurgiques - Annaba 29 et 30 Nov. 1998 (Algérie), p17 – 25
- [26] Document technique de la direction de la recherche appliquée (DRA) du complexe sidérurgique d'El Hadjar, 1989.
- [27] Document technique, statistiques de production de COPROSID, Janvier 2003.
- [28] BEHIM M., « utilisation du laitier de haut fourneau d'El Hadjar en cimenterie », Thèse de Magister, Université d'Annaba – Algérie, 1987, pp 118.
- [29] Document technique du laboratoire de la cimenterie de HADJR SOUD, Décembre 2002.
- [30] MECCHOIUK, « Utilisation des laitiers granulés a la cimenterie de HADJR SOUD », Séminaire sur la valorisation des laitiers et des coproduits sidérurgiques -Annaba 29 et 30 Nov. 1998 (Algérie), p 80 – 90.
- [31] MENADI S., « Contribution à l'étude des caractéristiques mécaniques des bétons de laitier », thèse de magister, université d'Annaba, département de génie civil, 1994.
- [32] GUETTECHE N., « Valorisation des laitiers dans les ciments et les bétons », thèse d'état, université de Constantine, département de génie civil, 2002.
- [33] ALEXANDRE L. et SEBILEAU J L., « Le laitier de haut fourneau », édité par le centre technique et de promotion des laitiers, 1988, 340 p.
- [34] SMOLCZYK H. G., « Structure et caractérisation du laitier », rapport principal du 7ème Congrès International de la Chimie du Ciment, Paris, volume 2, thème 3, 1980, P 1 - 16.
- [35] DEMOULIAN E., GOURDIN P., HAWTHORN F. et VERNET C., « Influence de la composition chimique et de la texture des laitiers sur leur hydraulicité », 7ème Congrès International de la Chimie du Ciment, Paris, volume 2, thème 3, 1980, p 89 -94.
- [36] ROPER H., « Composition, morphologie, hydratation et propriétés adhésives de quelques laitiers granulés », 7ème Congrès International de la Chimie du Ciment, Paris, volume 2, thème 3, 1980, p 13 – 17.
- [37] Norme Européenne NF EN 197 – 1, « ciment – partie 1, février 2001 »
- [38] Y. Li, Y. Liu, X. Gong, et al. (2016). Environmental impact analysis of blast furnace slag applied to ordinary Portland cement production, *J. Cleaner Prod.* 120, 221–230.
- [39] H. Yaz.c., H. Yig .iter, A.S.. Karabulut, B. Baradan, (2008). Utilization of fly ash and ground granulated blast furnace slag as an alternative silica source in reactive powder concrete, *Fuel* 87 (12), 2401–2407.
- [40] Normes Françaises NF P 18 – 506, « Addition pour béton hydraulique , laitier vitrifié moulu de haut fourneau », mai 1992.
- [41] MANTEL D. G., « Activity of five granulated blast furnace slag with eight different portland cements », *ACI, Materials Journal*, vol 91, n°5, 1994, 471 – 475.
- [42] REGOURD M., « Structure and behaviour of slag portland cement hydrates », 7ème Congrès International de la Chimie du Ciment, Paris, volume 2, thème 3, 1980, p 10.
- [43] Normes algériennes NA 442, « Liants hydrauliques - Définition, classification et spécification des ciments », 1994.
- [44] E. Crossin, (2015). The greenhouse gas implications of using ground granulated blast furnace slag as a cement substitute, *J. Cleaner Prod.* 95, 101–108.
- [45] P. Sharmila, G. Dhinakaran, (2016). Compressive strength, porosity and sorptivity of ultrafine slag based high strength concrete, *Constr. Build. Mater.* 120, 48–53.
- [46] B.-W. Jo, C.-H. Kim, G.-H. Tae, J.-B. Park, (2007). Characteristics of cement mortar with nano-SiO₂ particles, *Constr. Build. Mater.* 21 (6), 1351–1355.
- [47] Roi Ríos López: Nano-Silice Nuevos Materiales y Sistemas para la Ejecución José Benito Rodríguez Cheda M.R.A. 2011-2012.
- [48] Mohamed Mostafa Ali Hasan Ammar: The Effect Of Nano-Silice On The Performance Of Portland Cement Mortar. The American University in Cairo, The School of Sciences & Engineering. Mars 2012.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [49] SAKSHI GUPTA: Application of Silica Fume and Nano-Silice in cement and concrete P87.
- [50] Carlos Henche Guijaroo: Analisis de la Adicion de Nano-Particulas en la microestructura de materials de base cément, Février 2011.
- [51] Björnström, J., Martinelli, A., Matic, A., Börjesson, L. et Panas, I. (2004). Accelerating effects of colloidal nano-silica for beneficial calcium–silicate–hydrate formation incement. *Chem Phys Lett*, 392(1–3):242–8.
- [52] Byung-Wan Jo, Chang-Hyun Kim, Ghi-ho Tae, Jong-Bin Park, Characteristics of cement mortar with nano-SiO₂ particle, *Construction and Building Materials* Volume 21, Issue 6, June 2007, Pages 1351-1355
- [53] Hasan Biricika, Nihal Sarier, Comparative Study of the Characteristics of Nano-Silica, Silica Fume and Fly Ash Incorporated Cement Mortars, *Materials Research*. 2014; 17(3): 570-582.
- [54] PUNKKI J., GOLASZEWSKI J., GIORV, O.E.: Workability loss of high-strength concrete. *ACI Materials Journals*, Vol. 93, No.5, p. 427-431, 1996.
- [55] GRIESSER A.: Cement-Superplasticizer Interactions at Ambient Temperatures. Rheology, Phase Composition, Pore Water and Heat of Hydration of Cementitious Systems. Thèse de Doctorat, Swiss Federal Institute of Technology, Zürich, 2002.
- [56] HACKLEY V.A., FERRARIS C.F.: The use of nomenclature in dispersion science and technology. NIST recommended practice guide 960-3, National Institute of Standards and Technology, Washington, U.S.A., 2001.
- [57] TATTERSALL G.H., BANFILL P.F.G.: The rheology of fresh concrete. Pitman Publishing Inc., Londres, Royaume-Uni, 356 pages, 1983.
- [58] Thèse de doctorant présentée à l'école normale supérieure de cachan spécialité: mécanique – génie mécanique – génie civil par M. Phan Trung Hieu.
- [59] Kaci, A. (2008). Comportement Rhéologique des mortiers industriels. PhD thesis, École Normale Supérieure de Cachan.
- [60] Heirman, G. (2011) Modelling and Quantification of the Effect of Mineral Additions on the Rheology of Fresh Powder Type Self-Compacting Concrete. status: accepted, n°July.
- [61] E. C. Bingham. Fluidity and plasticity. Mc Graw-Hill Book Co, 1922.
- [62] G. H. Tattersall and P. F. G. Banfill. The rheology of fresh concrete. Pitman, London, 1983.
- [63] G. H. Tattersall. Workability and quality control of concrete. E & FN SPON, 1991.
- [64] F. de Larrard, C. F. Ferraris, and T. Sedran. Fresh concrete: A Herschel-Bulkley material. *Materials and Structures*, 31, pp.494-498, 1998.
- [65] H. A. Barnes. The yield stress - everything flows, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 81, pp.133-178, 1999.
- [66] P. C. F. Moller, J. Mencis, and D. Bonn. Yield stress and thixotropy : on the difficulty of measuring yield stress in practice. *Soft Matter*, 2, pp.274-283, 2006.
- [67] Nicolas Roussel, Laboratoire Central des Ponts et Chaussées (LCPC) ISSN: 1161-028X, Écoulement et mise en oeuvre des bétons, 2008-8.
- [68] Banfill, P. (2006). Rheology of fresh cement and concrete. *Rheology reviews*, pages 61–130.
- [69] Coussot, P. (2012). Rhéophysique des pâtes et des suspensions. EDP sciences.
- [70] Coussot, P. and Roussel, N. (2006), 'Quantification de la thixotropie des matériaux cimentaires et de ses effets, *Revue Européenne de Génie Civil*, 10, 45 – 63.
- [71] Barnes, H.A. (1997), 'Thixotropy – a review', *J. Non-Newtonian Fluid Mech*, 70, 1 – 33.
- [72] Otsubo, Y., Miyai, S. and Umeya, K. (1980), 'Time-dependant flow of cement pastes', *Cem.Concr Res*, 10, 631 – 638.
- [73] Roussel, N. (2005), 'Steady and transient flow behaviour of fresh cement pastes', *Cem.Concr Res*, 35, 1656 – 1664.
- [74] Bouras, R., Chaouche, M., & Kaci, S. (2008). Influence of viscosity-modifying admixtures on the thixotropic behaviour of cement pastes. *Applied Rheology*, 18(4), 45604-1.
- [75] Wallevik, J. E. (2009). Rheological properties of cement paste: thixotropic behavior and structural breakdown. *Cement and Concrete Research*, 39(1), 14-29.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [76] Ouyang, J., Tan, Y., Corr, D. J., & Shah, S. P. (2016). The thixotropic behavior of fresh cement asphalt emulsion paste. *Construction and Building Materials*, 114, 906-912.
- [77] WOLTER A., FRISCHAT G.H. and OLBRICH E, « Investigation of granulated blast furnace slag reactivity by Secondary Neutral Mass Spectrometry » (SNMS)
- [78] Coussot, P. (2005), 'Rheometry of pastes, suspensions, and granular materials', John Wiley & Sons, New Jersey.
- [79] Yuan, Q., Zhou, D., Li, B., Huang, H., & Shi, C. (2018). Effect of mineral admixtures on the structural build-up of cement paste. *Construction and Building Materials*, 160, 117-126.
- [80] Jarny, S., Roussel, N., Le Roy, R., & Coussot, P. (2008). Modelling thixotropic behavior of fresh cement pastes from MRI measurements. *Cement and Concrete Research*, 38(5), 616-623.
- [81] Jiao, D., De Schryver, R., Shi, C., & De Schutter, G. (2021). Thixotropic structural build-up of cement-based materials: A state-of-the-art review. *Cement and Concrete Composites*, 122, 104152.
- [82] Zhang, X., Sun, H., Yang, H., Mu, R., & Chen, H. (2021). Rheological properties of nanosilica-modified cement paste at different temperatures and hydration times. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 33(1), 04020404.
- [83] Sun, H., Zhang, X., Zhao, P., & Liu, D. (2021). Effects of Nano-Silica Particle Size on Fresh State Properties of Cement Paste. *KSCE Journal of Civil Engineering*, 25(7), 2555-2566.
- [84] BEHIM M., CYR M., HABITA M F. et CLASTRES P. « Hauts-Fourneaux d'El HADJAR (Algérie): Réactivité du laitier granulé »; Revue : "Ciments, Bétons, Plâtres, chaux" N° 860 - Avril - Mai 2003.
- [85] FREARSON J. P. H. and UREN J.M., « Investigation of a ground granulated blast furnace slag containing mervinitic crystallite » to be presented at the 2nd Int. Conf. On the use fly ash, silica fume, slag and natural pozzolan in concrete, Madrid april, 1986, p 21 – 26.
- [86] GENNINGS H. M., *Am. Ceram.soc*, 1986, 614 – 618.
- [87] S. Sayamipuk (1999). "Strength and durability of mortars containing métakaolin from Thailand", PhD Thesis School of Civil Engineering, Asian Institute of Technology, pp 201.

ANNEXES

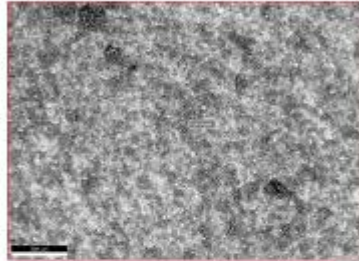
EDAX APEX

Page 1

Nouveau projet 5

Auteur : SONATRACH DLAB STRATIGRAPHIE
 Création : 03/10/2022 10:48:17
 Nom de l'échantillon : echantillon M

Zone 1

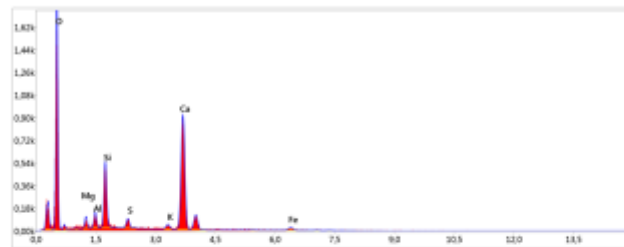


Page 2

EDAX APEX

Full Area 1

IV 12.5 Grossissement 100 Tabcoff 34.6 LiveTime(s) 50 Amp Time(μs) 7.58 Resolution(eV)128.2



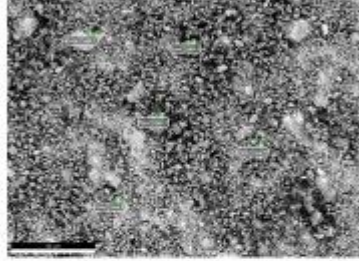
Résultats quantitatifs intelligents

Élément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
C K	0.01	0.01	0.02	99.99
O K	48.16	58.57	219.56	10.60
Mg K	1.13	1.06	13.84	11.95
Al K	1.49	1.26	19.82	10.59
Si K	6.23	5.05	87.26	5.92
S K	1.30	0.92	14.03	14.76
K K	1.07	0.82	8.23	22.43
Ca K	37.05	21.06	287.20	3.65
Fe K	3.57	1.48	8.20	21.31

Nouveau projet 5

Auteur : SONATRACH LAB STRATIGRAPHIE
 Création : 03/10/2022 10:52:58
 Nom de l'échantillon : échantillon M

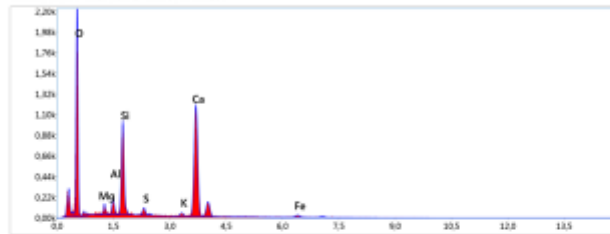
Zone 2



EDAX APEX

Free Draw 1

W 12.5 Grossissement: 501 Taille: 34.7 Live Time(s): 50 Acq Time(s): 7.88 Resolution (eV): 128.2



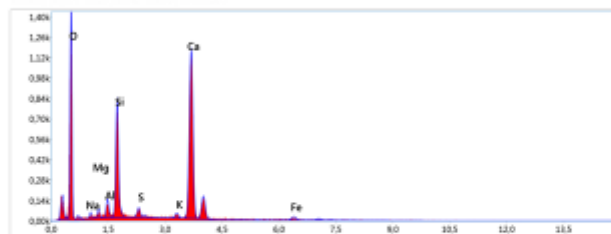
Résultats quantitatifs intelligents

Élément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	46.10	86.32	259.04	10.59
MgK	1.05	1.00	16.40	11.54
AlK	1.49	1.27	25.10	10.50
SK	9.13	7.48	181.36	5.23
S K	1.68	0.77	14.43	15.06
K K	0.75	0.44	7.17	23.09
CaK	37.45	21.51	282.20	3.55
FeK	2.95	1.21	6.42	20.95

EDAX APEX

Free Draw 2

W 12.5 Grossissement: 501 Taille: 34.7 Live Time(s): 50 Acq Time(s): 7.88 Resolution (eV): 128.2



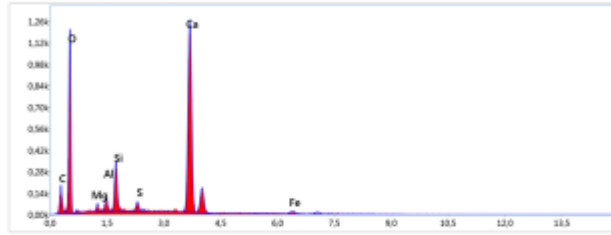
Résultats quantitatifs intelligents

Élément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	39.44	80.21	187.11	10.59
NaK	0.68	0.72	5.84	20.94
MgK	0.75	0.76	9.91	15.21
AlK	1.37	1.24	19.64	10.59
SK	8.81	7.66	132.64	5.42
S K	1.54	0.79	11.94	17.46
K K	0.87	0.55	7.27	22.87
CaK	43.61	26.57	260.32	3.55
FeK	3.41	1.49	8.31	20.03

EDAX APEX

Free Draw 3

IV 12.5 Grossissement :801 Takeoff: 34.7 LiveTime(s): 50 Amp Time(µ): 7.65 Resolution(eV):128.2



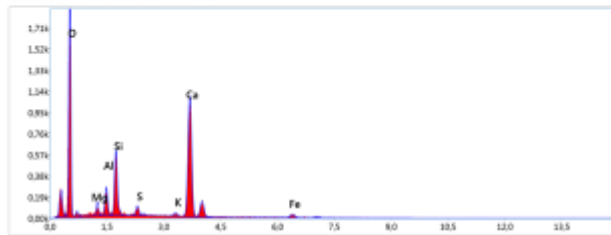
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
C K	2.88	5.38	11.87	15.97
O K	38.36	57.91	136.75	11.29
Mg K	0.65	0.64	7.93	15.90
Al K	1.12	1.00	14.87	11.68
Si K	3.80	3.26	53.79	6.73
S K	1.04	0.79	11.57	16.70
Ca K	49.33	29.71	278.21	3.44
Fe K	3.00	1.30	5.20	18.78

EDAX APEX

Free Draw 4

IV 12.5 Grossissement :801 Takeoff: 34.7 LiveTime(s): 50 Amp Time(µ): 7.65 Resolution(eV):128.2



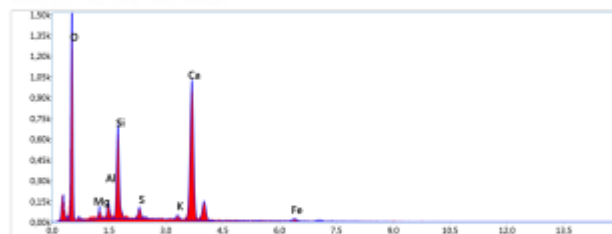
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	46.14	66.71	238.95	10.57
Mg K	1.27	1.21	17.95	11.43
Al K	2.58	2.22	39.52	8.26
Si K	6.08	5.01	97.33	5.89
S K	1.27	0.92	15.78	14.81
K K	0.71	0.42	6.31	24.99
Ca K	37.72	21.77	242.86	3.82
Fe K	4.23	1.75	8.44	16.21

EDAX APEX

Free Draw 5

IV 12.5 Grossissement :801 Takeoff: 34.7 LiveTime(s): 50 Amp Time(µ): 7.68 Resolution(eV):128.2



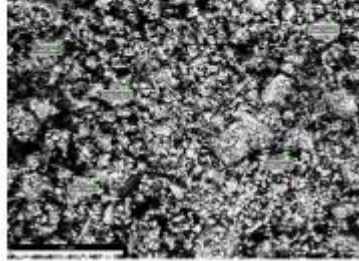
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	43.84	64.51	187.51	10.82
Mg K	1.59	1.06	13.87	11.98
Al K	1.41	1.23	19.07	10.75
Si K	7.85	6.58	111.98	5.55
S K	1.41	1.03	15.34	14.27
K K	0.92	0.56	7.24	24.91
Ca K	40.43	23.75	228.72	3.80
Fe K	3.05	1.29	5.36	19.45

Nouveau projet 5

Auteur : SONATRACH LAB STRATIGRAPHIE
 Création : 03/10/2022 11:01:06
 Nom de l'échantillon : échantillon M

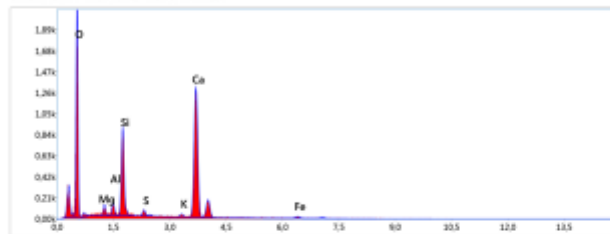
Zone 3



EDAX APEX

Free Draw 1

W 12.5 Grossissement: 2003 Takeoff: 34.6 LiveTime(s): 50 Amp Time(μs): 7.88 Resolution(eV)128.2



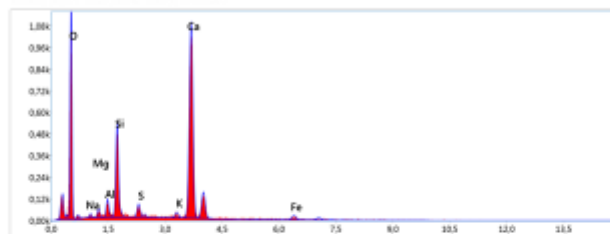
Résultats quantitatifs intelligents

Élément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	45.67	86.14	245.93	10.70
MgK	1.01	0.96	15.79	12.71
AlK	1.13	0.97	19.12	10.95
SiK	8.00	6.80	142.73	5.33
S K	0.82	0.59	11.16	22.10
K K	0.61	0.36	6.04	27.32
CaK	40.61	23.40	286.79	3.45
FeK	2.15	0.89	4.72	26.17

EDAX APEX

Free Draw 2

W 12.5 Grossissement: 2003 Takeoff: 34.6 LiveTime(s): 50 Amp Time(μs): 7.88 Resolution(eV)128.2



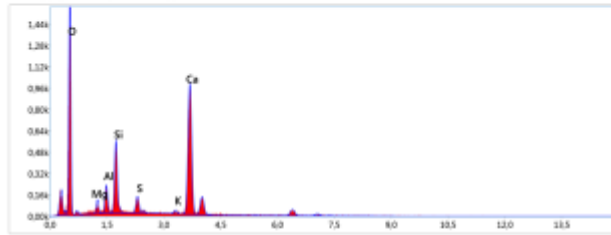
Résultats quantitatifs intelligents

Élément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	38.64	59.92	137.05	11.24
NaK	0.42	0.46	3.11	29.82
MgK	0.67	0.69	7.65	15.98
AlK	1.23	1.13	15.29	11.97
SiK	6.54	5.78	85.64	6.93
S K	1.31	1.02	13.28	15.36
K K	0.88	0.56	6.44	24.63
CaK	46.33	28.60	241.43	3.56
FeK	3.96	1.76	6.30	18.67

EDAX APEX

Free Draw 3

HV 12.5 Grossissement : 2003 Takeoff: 34.6 LiveTime(s): 50 Amp Time(μs): 7.68 Resolution(eV):128.2



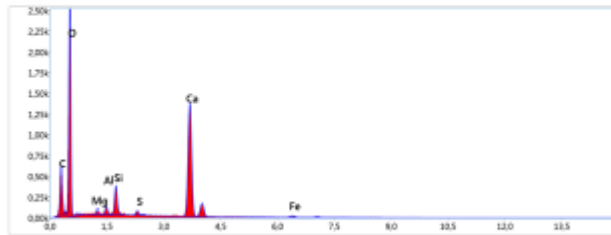
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	42.28	83.51	195.07	10.73
MgK	1.21	1.22	15.29	11.83
AlK	2.39	2.13	32.82	8.93
SiK	6.24	5.34	90.06	6.11
S K	2.04	1.53	22.86	11.01
K K	0.73	0.45	5.85	29.62
CaK	38.01	22.79	221.90	3.89
FeK	7.10	3.65	12.84	11.97

EDAX APEX

Free Draw 4

HV 12.5 Grossissement : 2003 Takeoff: 34.6 LiveTime(s): 50 Amp Time(μs): 7.68 Resolution(eV):128.2



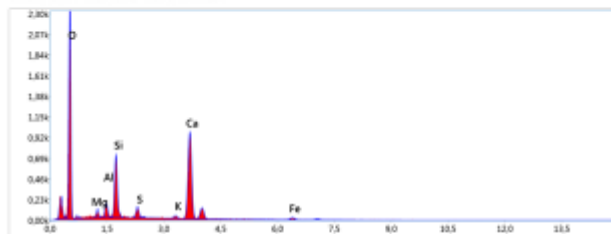
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
C K	4.52	8.08	29.11	13.32
O K	49.57	86.47	303.55	10.53
MgK	0.66	0.58	11.21	14.83
AlK	0.85	0.67	15.74	13.03
SiK	2.90	2.22	57.90	6.98
S K	0.85	0.44	10.56	22.13
CaK	38.67	20.70	302.28	3.35
FeK	2.18	0.84	5.25	21.14

EDAX APEX

Free Draw 5

HV 12.5 Grossissement : 2003 Takeoff: 34.6 LiveTime(s): 50 Amp Time(μs): 7.68 Resolution(eV):128.2



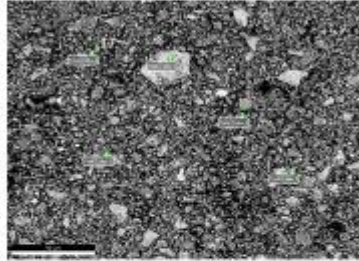
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	50.03	89.87	273.34	10.35
MgK	1.02	0.94	14.15	11.90
AlK	1.69	1.40	25.55	10.03
SiK	7.21	5.73	114.12	5.83
S K	1.87	1.31	22.78	11.57
K K	0.79	0.45	6.76	23.54
CaK	33.92	18.91	213.81	3.84
FeK	3.46	1.38	6.79	16.98

Nouveau projet 5

Auteur : SONATRACH LAB STRATIGRAPHIE
 Création : 03/03/2022 2:37:13
 Nom de l'échantillon : échantillon L66

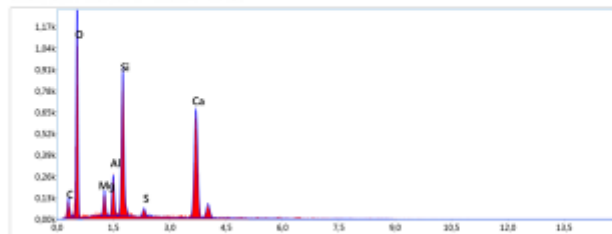
Zone 1



EDAX APEX

Free Draw 1

W 12.5 Grossissement: 501 Takeoff: 35.0 Live Time(s): 30 Avg Time(s): 7.88 Resolution(eV):128.2



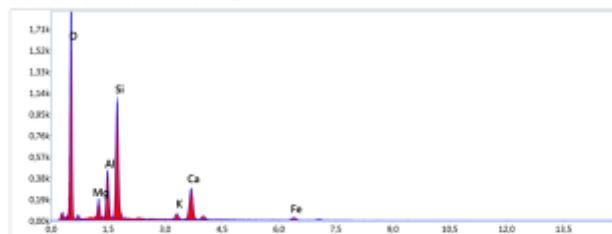
Résultats quantitatifs intelligents

Élément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
C K	2.83	4.86	10.31	20.34
O K	43.34	80.15	258.14	10.00
MgK	2.24	2.05	38.00	9.93
AlK	3.55	2.92	63.48	7.94
SK	13.25	19.47	243.07	5.24
S K	1.17	0.81	16.01	19.53
CaK	33.82	18.74	244.23	3.98

EDAX APEX

Free Draw 2

W 12.5 Grossissement: 501 Takeoff: 35.0 Live Time(s): 30 Avg Time(s): 7.88 Resolution(eV):128.2



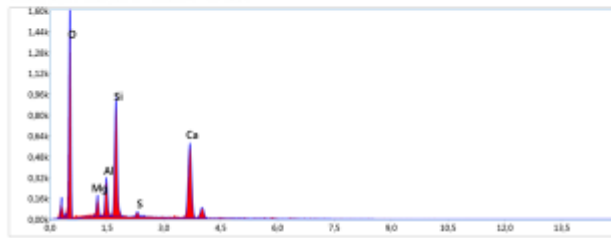
Résultats quantitatifs intelligents

Élément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	48.31	85.75	373.75	9.70
MgK	2.82	2.53	42.79	9.22
AlK	6.90	5.57	109.05	6.78
SK	18.10	14.03	288.27	5.29
K K	2.25	1.25	18.50	16.02
CaK	15.96	8.87	103.07	5.34
FeK	5.67	2.21	11.60	13.11

EDAX APEX

Free Draw 3

HV 12.5 Grossissement :821 Takeoff: 35.0 LiveTime(s): 30 Amp Time(µs): 7.68 Resolution(eV):128.2



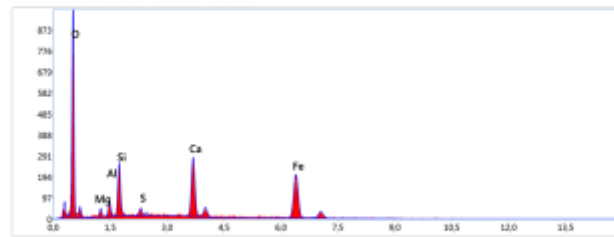
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	48.53	86.47	318.11	10.39
MgK	2.43	2.19	40.29	9.53
AlK	4.38	3.56	76.67	7.69
SiK	13.84	19.80	247.24	5.25
S K	0.96	0.66	12.77	21.09
CaK	29.87	16.33	211.46	4.12

EDAX APEX

Free Draw 4

HV 12.5 Grossissement :821 Takeoff: 35.0 LiveTime(s): 30 Amp Time(µs): 7.68 Resolution(eV):128.2



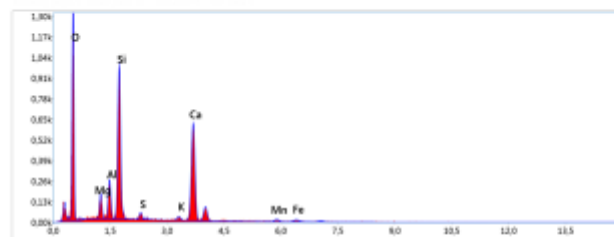
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	24.89	49.13	195.43	10.02
MgK	0.93	1.21	10.03	17.94
AlK	1.45	1.69	18.90	13.47
SiK	5.01	5.63	69.00	7.81
S K	0.94	0.93	10.58	29.96
CaK	16.36	12.89	104.69	5.48
FeK	50.42	28.52	98.12	5.96

EDAX APEX

Free Draw 5

HV 12.5 Grossissement :821 Takeoff: 35.0 LiveTime(s): 30 Amp Time(µs): 7.68 Resolution(eV):128.2



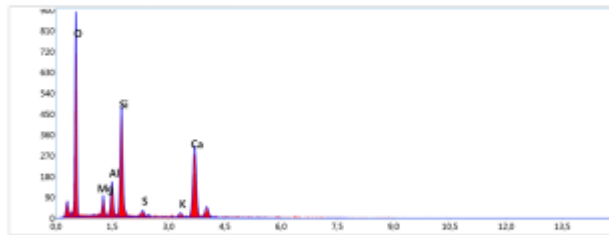
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	41.41	80.67	257.89	10.72
MgK	2.39	2.31	39.57	10.03
AlK	3.64	3.16	63.79	8.18
SiK	14.65	12.22	284.45	5.27
S K	1.82	0.75	13.72	21.25
K K	0.92	0.55	8.78	25.73
CaK	31.62	18.49	227.34	4.13
MnK	2.18	0.93	6.14	28.32
FeK	2.17	0.91	4.90	29.33

EDAX APEX

Free Draw 1

WV 12.5 Grossissement : 2003 Takeoff: 37 Live Time(s): 30 Amp Time(µs): 7.88 Resolution (eV): 128.2



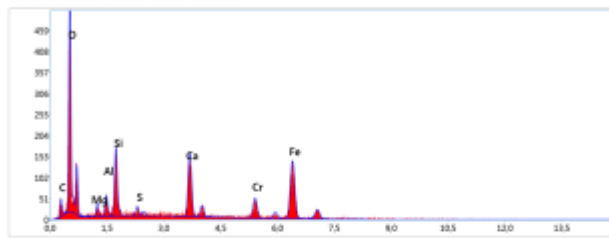
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	48.24	68.36	174.47	10.91
Mg K	2.38	2.14	21.88	11.57
Al K	3.98	3.25	39.10	8.59
Si K	13.40	10.50	134.55	5.73
S K	1.13	0.77	8.40	21.58
K K	1.28	0.72	8.79	27.46
Ca K	28.61	18.26	117.30	4.73

EDAX APEX

Free Draw 2

WV 12.5 Grossissement : 2003 Takeoff: 37 Live Time(s): 30 Amp Time(µs): 7.88 Resolution (eV): 128.2



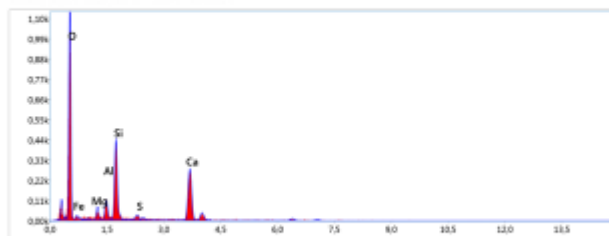
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
C K	2.17	6.05	5.02	25.45
O K	17.92	37.50	104.25	10.66
Mg K	1.08	1.49	8.08	20.00
Al K	1.54	1.91	13.33	14.73
Si K	4.92	5.86	47.23	8.77
S K	0.84	0.88	6.64	31.88
Ca K	12.92	10.79	50.50	6.90
Cr K	0.67	5.52	21.39	11.72
Fe K	50.05	30.01	60.49	6.76

EDAX APEX

Free Draw 3

WV 12.5 Grossissement : 2003 Takeoff: 37 Live Time(s): 30 Amp Time(µs): 7.88 Resolution (eV): 128.2



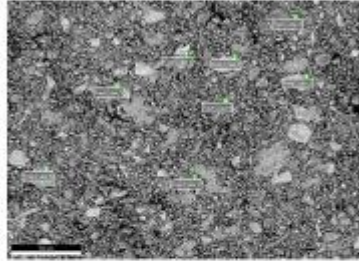
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	54.65	72.29	238.09	10.35
Mg K	1.79	1.56	17.52	12.46
Al K	2.84	2.23	28.85	9.47
Si K	11.75	8.85	123.44	5.83
S K	0.97	0.64	7.64	21.85
Ca K	25.76	13.61	107.76	4.72
Fe L	2.19	0.83	3.25	21.27

Nouveau projet 5

Auteur : SONATRACH DLAB STRATIGRAPHIE
 Création : 03/03/2022 2:53:56
 Nom de l'échantillon : échantillon L66

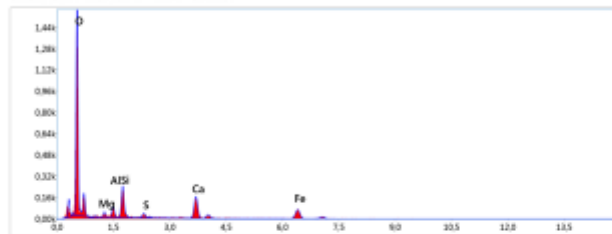
Zone 3



EDAX APEX

Free Draw 1

W 12.5 Grossissement : 500 Takeoff: 35.0 Live Time(s): 30 Acq Time(μs): 7.68 Resolution(eV):128.2



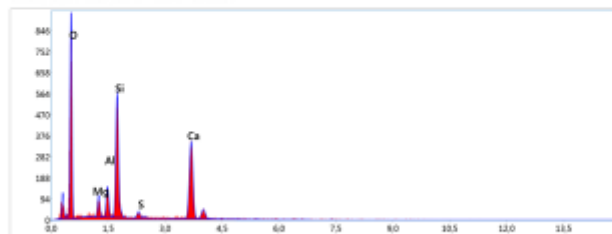
Résultats quantitatifs intelligents

Élément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	51.24	73.26	323.08	9.31
MgK	1.15	1.08	10.01	19.20
AlK	2.19	1.86	21.22	12.25
SiK	6.36	5.18	65.87	7.27
S K	1.20	0.85	9.73	28.09
CaK	14.00	7.99	62.51	5.90
FeK	23.07	9.78	32.66	8.07

EDAX APEX

Free Draw 2

W 12.5 Grossissement : 500 Takeoff: 35.0 Live Time(s): 30 Acq Time(μs): 7.68 Resolution(eV):128.2



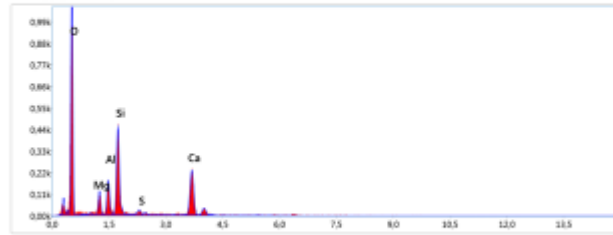
Résultats quantitatifs intelligents

Élément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	47.50	85.65	179.43	10.91
MgK	2.44	2.22	23.98	11.36
AlK	3.44	2.82	35.65	9.14
SiK	14.52	11.43	154.43	5.58
S K	1.15	0.79	9.01	21.62
CaK	30.96	17.08	129.71	4.88

EDAX APEX

Free Draw 3

HV 12.5 Grossissement: 500 Taille(µ): 35.0 LiveTime(s): 30 Acq. Time(µ): 7.88 Resolution (eV):128.2



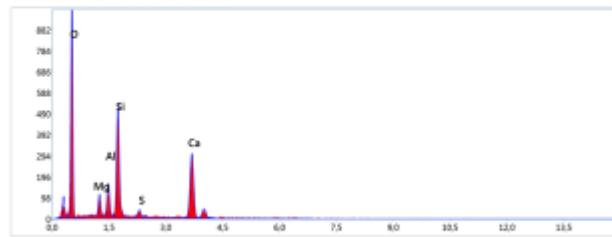
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	54.76	71.16	232.59	10.23
MgK	3.32	2.84	30.19	9.78
AlK	4.85	3.74	46.16	8.21
SiK	13.11	9.71	127.03	5.82
S K	0.94	0.61	6.76	23.24
CaK	23.00	11.93	80.98	5.20

EDAX APEX

Free Draw 4

HV 12.5 Grossissement: 500 Taille(µ): 35.0 LiveTime(s): 30 Acq. Time(µ): 7.88 Resolution (eV):128.2



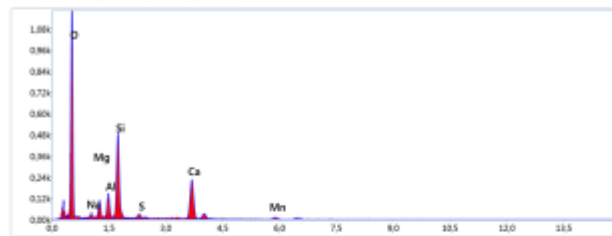
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	46.79	67.43	194.70	10.73
MgK	2.71	2.41	25.87	11.21
AlK	4.06	3.26	40.82	8.53
SiK	13.99	10.80	143.96	5.69
S K	1.31	0.88	9.99	22.41
CaK	26.15	15.22	114.59	4.73

EDAX APEX

Free Draw 5

HV 12.5 Grossissement: 500 Taille(µ): 35.0 LiveTime(s): 30 Acq. Time(µ): 7.88 Resolution (eV):128.2



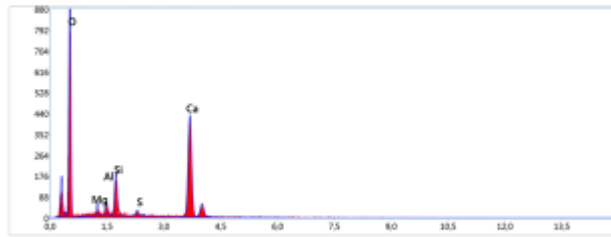
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	52.56	69.80	238.81	10.12
NaK	0.99	0.02	8.02	28.06
MgK	2.81	2.45	25.65	10.28
AlK	3.85	3.03	37.25	8.88
SiK	13.80	10.43	137.16	5.80
S K	0.96	0.64	7.12	23.88
CaK	21.34	11.31	85.19	5.25
MnK	3.66	1.42	5.74	13.99

EDAX APEX

Free Draw 7

HV 12.5 Grossissement 500 Takeoff 35.0 Live Time(s) 30 Amp Time(s) 7.88 Resolution(eV)128.2



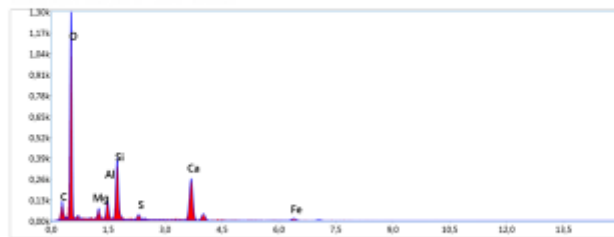
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	53.41	72.60	191.94	10.95
MgK	1.41	1.28	13.48	13.17
AlK	1.57	1.27	16.28	13.01
SiK	4.72	3.88	51.44	7.18
S K	0.88	0.66	7.44	28.00
CaK	38.01	20.62	184.63	4.19

EDAX APEX

Free Draw B

HV 12.5 Grossissement 500 Takeoff 35.0 Live Time(s) 30 Amp Time(s) 7.88 Resolution(eV)128.2



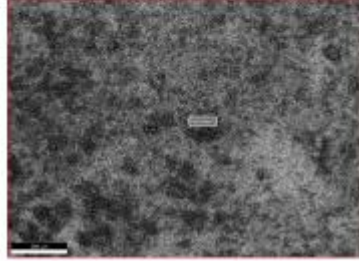
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
C K	4.28	7.30	11.12	18.30
O K	53.38	68.27	253.23	10.25
MgK	1.67	1.40	16.42	12.63
AlK	2.93	2.22	30.98	9.45
SiK	9.48	6.91	103.90	6.26
S K	1.21	0.77	10.05	20.10
CaK	22.25	11.36	97.86	4.76
FeK	4.81	1.76	6.61	15.97

Nouveau projet 5

Auteur : SONATRACH DLAB STRATIGRAPHIE
 Création : 03/10/2022 11:29:00
 Nom de l'échantillon : échantillon M NS

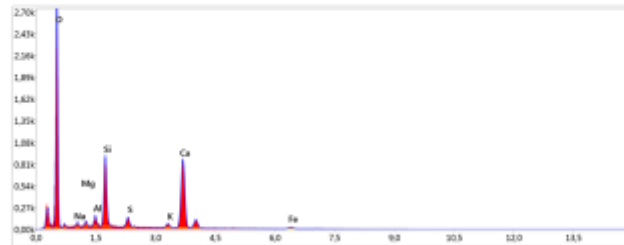
Zone 1



EDAX APEX

Full Area 1

UV 12.5 Grossissement: 100 Taille: 38.7 Live Time(s): 50 Amp: 7.60 Résolution(eV): 128.2



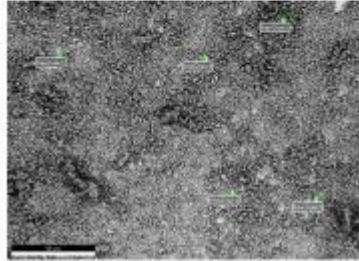
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
C K	0.00	0.01	0.02	99.99
O K	53.20	71.93	329.99	10.07
NaK	0.93	0.87	8.70	17.91
MgK	0.73	0.85	10.48	14.90
AlK	1.37	1.10	21.50	10.45
SiK	8.70	6.70	142.09	5.29
S K	1.80	1.21	22.36	11.86
K K	1.26	0.70	11.54	17.95
CaK	29.11	15.71	189.36	3.77
FeK	2.89	1.12	5.09	21.41

Nouveau projet 5

Auteur : SONATRACH LAB STRATIGRAPHIE
 Création : 03/10/2022 11:34:25
 Nom de l'échantillon : échantillon M NS

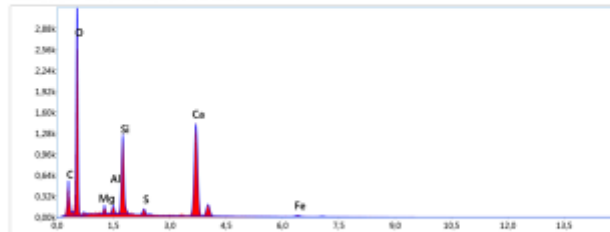
Zone 2



EDAX APEX

Free Draw 1

IV 12.5 Grossissement: 821 Takeoff: 35.6 Live Time(s): 50 Amp Time(μ): 7.68 Resolution(eV):128.2



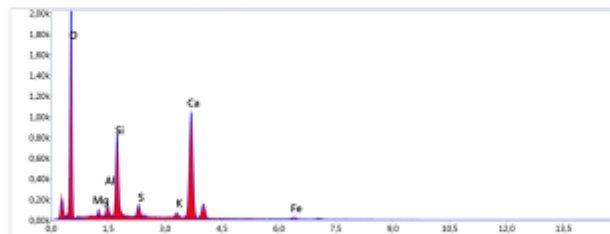
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
C K	4.38	7.80	26.98	14.51
O K	48.96	64.82	375.04	10.33
MgK	0.96	0.84	19.73	11.12
AlK	0.95	0.75	20.98	11.01
SK	8.44	6.41	196.63	5.94
S K	0.96	0.84	16.95	18.07
CaK	33.72	17.96	309.34	3.40
FeK	2.64	0.78	5.81	24.99

EDAX APEX

Free Draw 2

IV 12.5 Grossissement: 821 Takeoff: 35.6 Live Time(s): 50 Amp Time(μ): 7.68 Resolution(eV):128.2



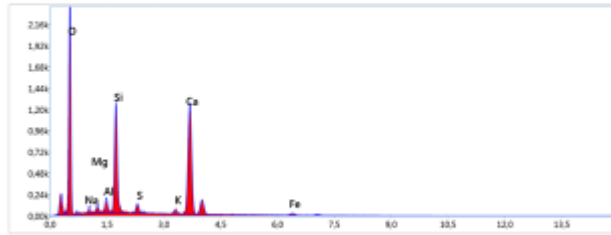
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	47.81	67.92	245.31	10.58
MgK	0.77	0.72	10.76	14.84
AlK	1.26	1.06	19.12	11.26
SK	8.26	6.88	131.19	5.35
S K	1.83	1.36	22.89	12.04
K K	1.23	0.71	10.54	19.18
CaK	36.18	20.52	226.95	3.62
FeK	2.65	1.08	5.19	23.78

EDAX APEX

Free Draw 3

HV 12.5 Grossissement :821 Takeoff: 35.0 Live Time(s): 50 Acq. Time(s): 7.88 Resolution (eV):128.2



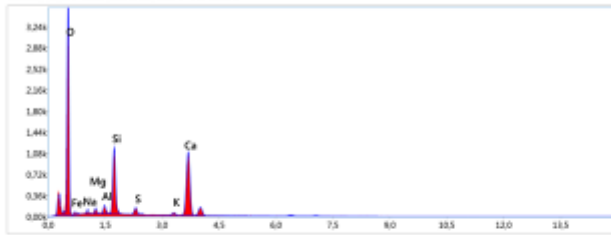
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	45.09	84.91	280.58	10.47
NaK	1.07	1.07	11.94	14.12
MgK	0.88	0.85	15.25	11.74
AlK	1.40	1.19	25.82	10.09
SK	19.46	8.58	202.76	5.89
S K	1.35	0.87	19.87	13.01
K K	1.05	0.82	10.97	19.03
CaK	36.09	29.74	276.16	3.55
FeK	2.80	1.07	6.21	19.75

EDAX APEX

Free Draw 4

HV 12.5 Grossissement :821 Takeoff: 35.0 Live Time(s): 50 Acq. Time(s): 7.88 Resolution (eV):128.2



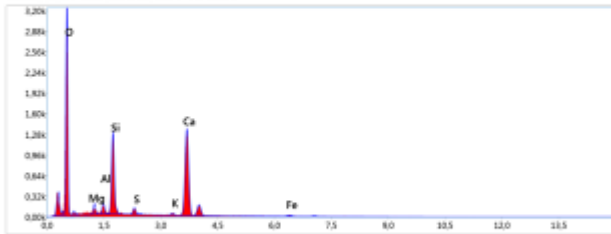
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	54.24	72.55	415.20	9.97
NaK	0.98	0.91	11.49	17.06
MgK	0.84	0.74	15.13	14.07
AlK	1.19	0.94	23.09	11.07
SK	9.68	6.92	185.10	5.10
S K	1.43	0.95	21.98	12.12
K K	0.84	0.48	9.07	22.29
CaK	29.80	15.91	239.78	3.59
FeL	1.80	0.81	4.44	15.36

EDAX APEX

Free Draw 5

HV 12.5 Grossissement :821 Takeoff: 35.0 Live Time(s): 50 Acq. Time(s): 7.88 Resolution (eV):128.2



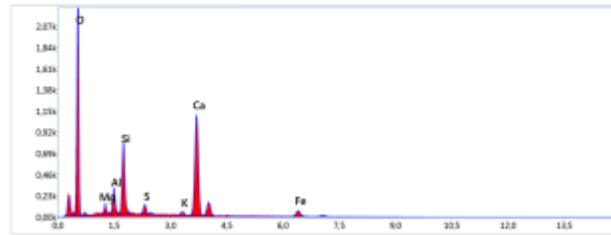
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	50.17	69.54	375.60	10.22
MgK	1.26	1.15	24.46	10.79
AlK	1.26	1.04	26.41	10.00
SK	9.42	7.44	207.31	5.08
S K	1.15	0.80	19.18	15.78
K K	0.81	0.34	7.20	24.05
CaK	34.25	18.95	297.48	3.45
FeK	1.87	0.74	5.00	23.23

EDAX APEX

Free Draw 1

WV 12.5 Grossissement: 2003 TakeOff: 35.6 LiveTime(s): 50 Amp.Tonage(u): 7.65 Résolution(eV):128.2



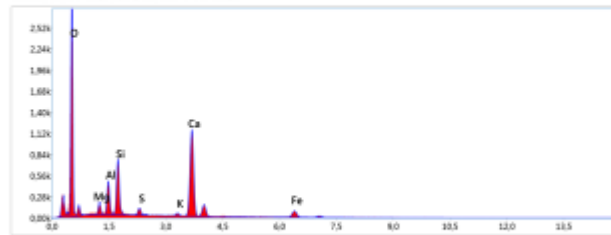
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	44.99	85.98	279.32	10.41
MgK	1.11	1.07	17.15	11.85
AlK	2.59	2.25	43.69	8.22
SiK	7.19	6.01	127.30	5.71
S K	1.45	1.06	19.84	11.74
K K	0.90	0.54	8.71	22.75
CaK	33.54	19.63	240.89	3.62
FeK	8.23	3.46	18.35	10.80

EDAX APEX

Free Draw 2

WV 12.5 Grossissement: 2003 TakeOff: 35.6 LiveTime(s): 50 Amp.Tonage(u): 7.65 Résolution(eV):128.2



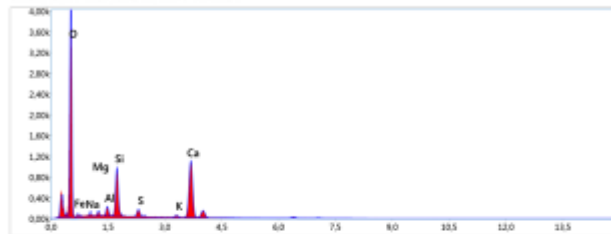
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	45.94	86.86	332.14	10.23
MgK	1.42	1.36	24.25	11.00
AlK	3.65	3.15	67.92	7.66
SiK	6.14	5.09	119.40	5.93
S K	1.14	0.83	17.30	17.69
K K	0.70	0.42	7.53	23.36
CaK	31.69	18.41	253.22	3.60
FeK	9.32	3.89	23.69	9.72

EDAX APEX

Free Draw 3

WV 12.5 Grossissement: 2003 TakeOff: 35.6 LiveTime(s): 50 Amp.Tonage(u): 7.65 Résolution(eV):128.2



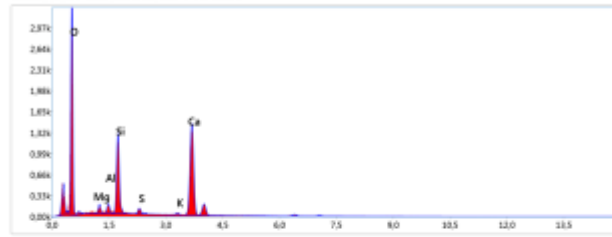
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	56.99	74.86	489.58	9.80
NaK	1.11	1.02	13.73	15.19
MgK	0.85	0.74	10.10	12.80
AlK	1.42	1.11	29.28	9.80
SiK	7.08	5.29	152.81	5.25
S K	1.82	1.06	26.89	10.68
K K	0.71	0.38	8.27	21.55
CaK	28.20	14.78	242.15	3.57
FeL	2.01	0.76	5.88	14.26

EDAX APEX

Free Draw 4

UV 12.5 Grossissement : 2003 TailleF: 35.6 LiveTime(s): 50 Amp.Temps(e): 7.68 Resolution(eV):128.2



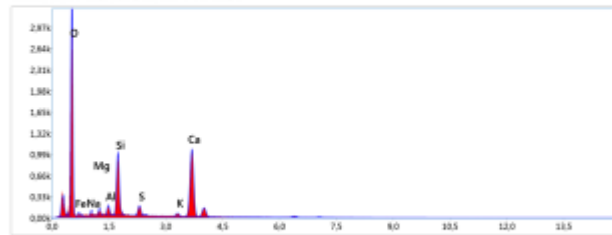
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	50.04	89.69	385.20	10.30
MgK	1.03	0.95	20.74	11.13
AlK	1.07	0.88	23.15	11.30
SiK	8.89	7.05	203.21	5.07
S K	0.96	0.67	16.63	17.19
K K	0.52	0.30	8.45	27.13
CaK	35.11	19.52	317.33	3.42
FeK	2.38	0.95	6.70	18.77

EDAX APEX

Free Draw 5

UV 12.5 Grossissement : 2003 TailleF: 35.6 LiveTime(s): 50 Amp.Temps(e): 7.68 Resolution(eV):128.2



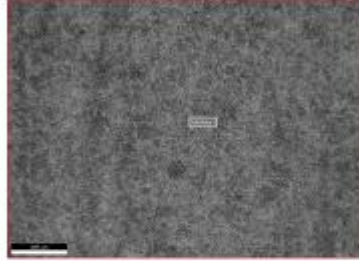
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	53.30	71.94	389.70	10.02
NaK	1.10	1.03	12.39	14.11
MgK	1.00	0.88	17.21	11.55
AlK	1.34	1.07	24.99	10.09
SiK	8.20	6.29	160.13	5.22
S K	1.95	1.31	20.88	9.98
K K	0.95	0.53	9.23	18.55
CaK	29.96	16.12	231.93	3.61
FeL	2.12	0.82	5.67	13.90

Nouveau projet 5

Auteur : SONATRACH DLAB STRATIGRAPHIE
 Création : 03/10/2022 10:09:24
 Nom de l'échantillon : échantillon L66 NS

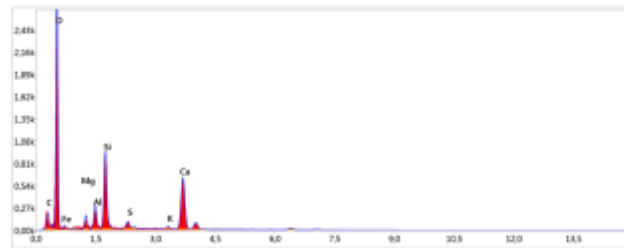
Zone 1



EDAX APEX

Full Area 1

W 12.5 Grossissement 100 TailleF: 38.3 Live Time(s): 50 Acq. Time(μs): 7.88 Resolution (eV): 128.2



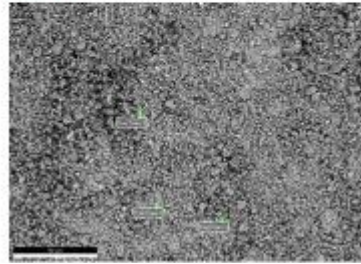
Résultats quantitatifs intelligents

Élément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
C K	0.01	0.01	0.02	99.99
O K	55.96	72.91	337.25	9.87
Mg K	1.85	1.60	24.27	9.56
Al K	3.15	2.45	44.28	7.98
Si K	10.00	8.07	156.64	5.31
S K	1.44	0.94	15.65	12.03
K K	0.75	0.41	5.75	28.57
Ca K	24.79	12.99	142.09	4.13
Fe L	1.85	0.82	3.37	20.06

Nouveau projet 5

Auteur : SONATRACH LAB STRATIGRAPHIE
 Création : 03/10/2022 10:22:40
 Nom de l'échantillon : échantillon L66 NS

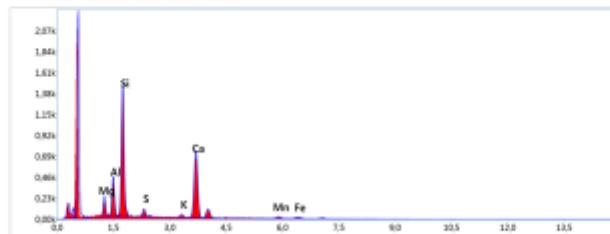
Zone 2



EDAX APEX

Free Draw 1

IV 12.5 Grossissement: 001 Takeoff: 35.3 LiveTime(s): 50 Amp Time(μs): 7.68 Resolution(eV):128.2



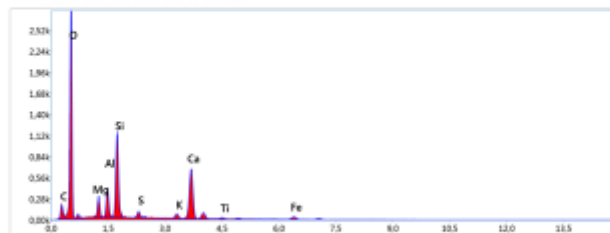
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
MgK	3.97	5.81	33.37	8.71
AlK	7.84	10.00	67.81	8.79
SiK	27.61	33.80	236.96	5.11
S K	2.87	2.87	16.31	14.68
K K	1.60	1.48	7.19	23.14
CaK	47.90	41.09	183.08	4.23
MnK	4.26	2.87	5.72	25.74
FeK	4.15	2.58	4.47	21.12

EDAX APEX

Free Draw 2

IV 12.5 Grossissement: 001 Takeoff: 35.3 LiveTime(s): 50 Amp Time(μs): 7.68 Resolution(eV):128.2



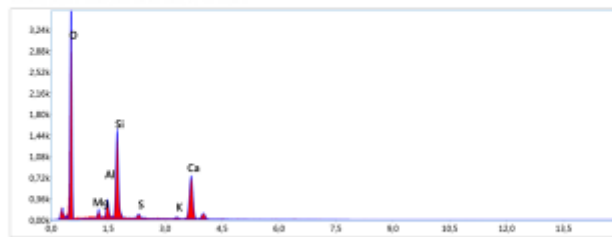
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
C K	2.32	4.15	8.20	20.10
O K	48.01	85.03	327.15	9.82
MgK	2.80	2.47	41.42	8.74
AlK	3.68	2.93	57.86	7.54
SiK	11.35	8.68	183.93	5.23
S K	1.27	0.85	15.54	14.79
K K	1.57	0.88	13.34	17.01
CaK	22.36	11.99	145.77	4.15
TiK	0.88	0.39	4.25	27.94
FeK	4.77	1.83	9.75	13.94

EDAX APEX

Free Draw 3

HV 12.5 Grossement 001 Takeoff 35.3 Live Time(s) 50 Avg. Time(s) 7.65 Resolution(eV)128.2



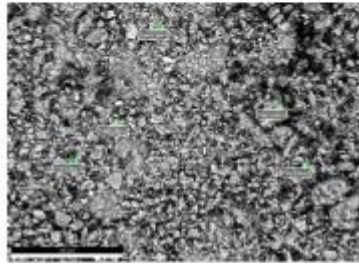
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	57.00	73.52	430.56	9.85
Mg K	1.37	1.16	22.07	10.74
Al K	2.80	2.14	48.25	7.81
Si K	13.83	10.16	245.05	4.81
S K	1.05	0.87	13.65	17.65
K K	0.82	0.33	5.69	27.44
Ca K	23.34	12.02	182.20	3.98

Nouveau projet 5

Auteur : SONATRACH LAB STRATIGRAPHIE
 Création : 03/10/2022 10:30:34
 Nom de l'échantillon : échantillon L66 NS

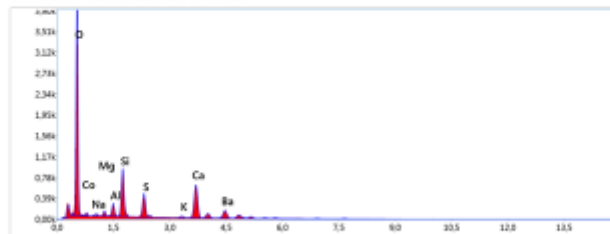
Zone 3



EDAX APEX

Free Draw 1

IV 12.0 Gascasenero - 2020 Takeoff: 35.3 LiveTime(s): 50 Amp:Time(s): 7.68 Resolution(eV):128.2



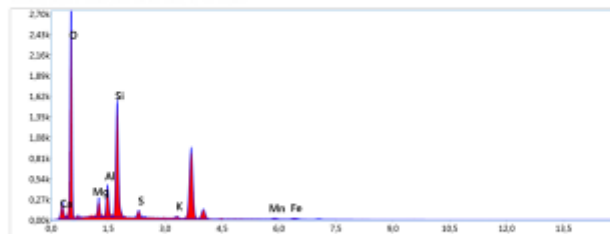
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	47.27	71.73	471.19	9.38
NaK	0.63	0.67	6.80	24.56
MgK	0.92	0.92	14.79	14.79
AlK	2.11	1.90	37.23	9.08
SK	7.67	6.63	144.94	6.09
S K	5.44	4.12	80.53	5.88
K K	0.62	0.38	6.32	27.29
CaK	16.74	10.14	136.35	4.49
CaL	0.96	0.40	3.95	34.41
BaL	17.65	3.12	35.96	11.00

EDAX APEX

Free Draw 2

IV 12.0 Gascasenero - 2020 Takeoff: 35.3 LiveTime(s): 50 Amp:Time(s): 7.68 Resolution(eV):128.2



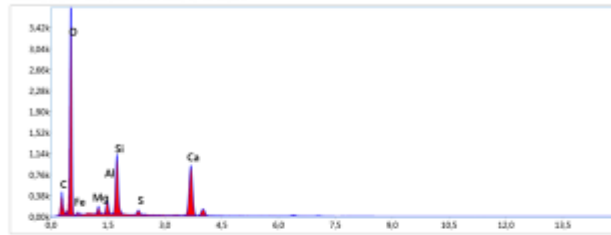
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	50.99	67.70	333.46	9.37
MgK	3.02	2.64	36.97	6.69
AlK	5.06	3.98	64.92	7.12
SK	19.29	14.59	250.42	4.93
S K	1.90	1.26	17.83	13.60
K K	0.95	0.52	6.23	25.94
CaL	14.44	7.65	2.88	13.70
MnK	2.15	0.83	4.41	32.90
FeK	2.21	0.84	3.63	26.62

EDAX APEX

Free Draw 3

W 12.5 Grossissement : 2003 Takeoff: 35.3 Live Time(s): 50 Amp Time(µs): 7.68 Resolution(eV):128.2



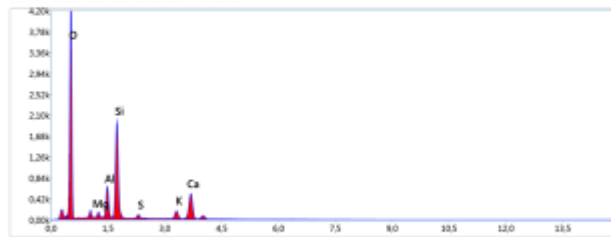
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
C K	5.21	8.86	27.23	13.76
O K	55.52	89.21	458.22	9.78
Mg K	1.17	0.96	21.46	10.80
Al K	2.00	1.48	39.53	8.38
Si K	8.62	6.12	176.69	5.09
S K	1.03	0.84	15.90	17.29
Ca K	24.77	12.33	200.82	3.89
Fe L	1.68	0.60	4.79	16.63

EDAX APEX

Free Draw 4

W 12.5 Grossissement : 2003 Takeoff: 35.3 Live Time(s): 50 Amp Time(µs): 7.68 Resolution(eV):128.2



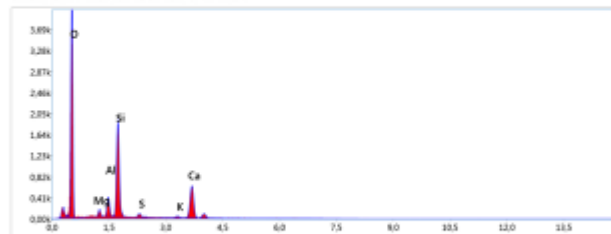
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	55.12	75.79	482.97	9.34
Na K	1.82	1.83	21.49	12.41
Mg K	1.01	0.85	17.60	11.11
Al K	5.23	3.98	97.38	6.34
Si K	16.87	12.34	316.45	4.75
S K	1.02	0.86	13.88	17.80
K K	3.59	1.89	33.88	8.72
Ca K	15.33	7.86	112.79	4.56

EDAX APEX

Free Draw 5

W 12.5 Grossissement : 2003 Takeoff: 35.3 Live Time(s): 50 Amp Time(µs): 7.68 Resolution(eV):128.2



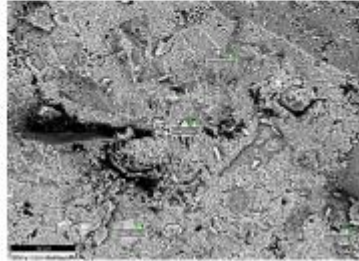
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	57.97	73.73	494.17	9.39
Mg K	1.25	1.05	21.23	10.72
Al K	3.27	2.47	59.66	7.38
Si K	16.52	11.96	304.34	4.68
S K	0.98	0.82	13.16	19.57
K K	0.75	0.39	8.97	22.44
Ca K	19.25	9.77	138.59	4.17

Nouveau projet 5

Auteur : SONATRACH LAB STRATIGRAPHIE
 Création : 03/03/2022 1:55:54
 Nom de l'échantillon : échantillon HCL

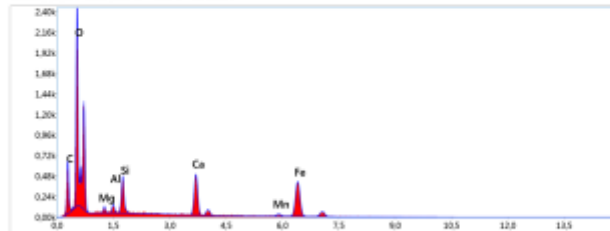
Zone 1



EDAX APEX

Free Draw 1

UV 12.5 Grossissement: 1155 TailleF: 35 LiveTime(s): 30 Avg.Tone(s): 7.65 Resolution(eV):128.2



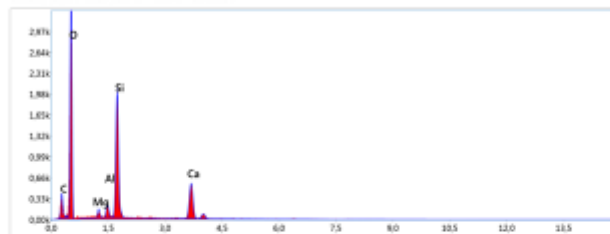
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
C K	10.72	23.38	92.68	12.36
O K	25.57	41.85	445.70	9.54
MgK	0.75	0.81	10.80	16.45
AlK	0.92	0.90	26.42	15.18
SK	3.70	3.45	116.67	7.19
CaK	12.14	7.94	175.22	4.97
MnK	2.02	0.96	11.60	28.16
FeK	44.10	29.72	191.05	5.35

EDAX APEX

Free Draw 2

UV 12.5 Grossissement: 1155 TailleF: 35 LiveTime(s): 30 Avg.Tone(s): 7.65 Resolution(eV):128.2



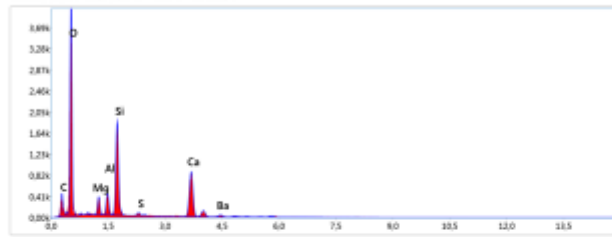
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
C K	8.55	13.69	51.71	13.66
O K	52.46	63.07	669.17	9.83
MgK	1.22	0.97	33.70	10.60
AlK	1.87	1.33	54.62	8.20
SK	18.10	12.39	541.64	4.45
CaK	17.81	8.55	205.26	4.21

EDAX APEX

Free Draw 3

HV 12.5 Grossissement : 1155 TailleF: 35 Live Time(s): 30 Amp Time(µ): 7.65 Resolution(eV):128.2



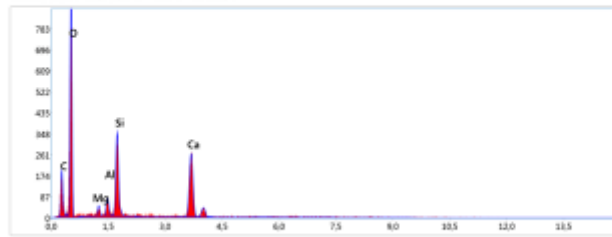
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
C K	6.10	10.45	52.47	13.66
O K	49.64	83.78	857.07	9.72
Mg K	2.46	2.88	85.64	8.46
Al K	3.06	2.33	113.06	7.41
Si K	13.05	9.55	497.41	4.88
S K	0.88	0.42	18.73	17.40
Ca K	21.02	10.78	321.69	3.83
Ba L	4.80	0.60	15.35	24.33

EDAX APEX

Free Draw 4

HV 12.5 Grossissement : 1155 TailleF: 35 Live Time(s): 30 Amp Time(µ): 7.65 Resolution(eV):128.2



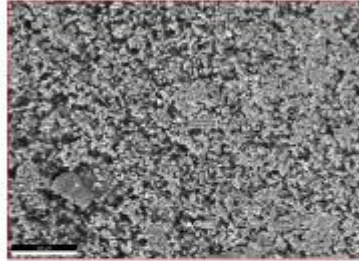
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
C K	10.26	16.61	26.35	14.35
O K	50.65	81.53	180.57	10.76
Mg K	1.21	0.97	10.75	15.74
Al K	2.04	1.47	19.42	11.28
Si K	9.87	6.83	96.87	5.99
Ca K	25.97	12.59	99.65	4.77

Nouveau projet 5

Auteur : SONATRACH DLAB STRATIGRAPHIE
 Création : 03/03/2022 2:04:48
 Nom de l'échantillon : échantillon HCL

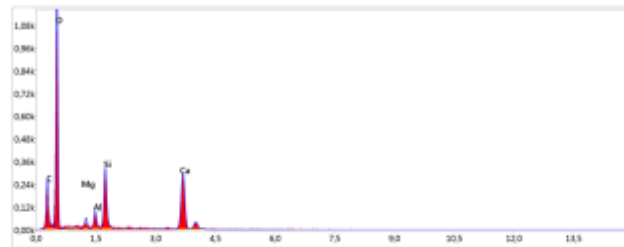
Zone 2



EDAX APEX

Full Area 1

IV 12.5 Grossissement: 2350 Taille/F: 35.3 Live Time(s): 30 Atq/Tonajul: 7.88 Résolution(eV):128.2



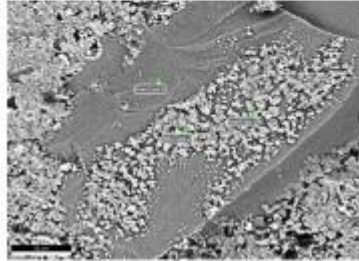
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
C K	10.37	18.33	35.55	13.70
O K	54.95	84.98	257.62	10.42
N K	1.21	0.94	13.18	14.12
Al K	1.99	1.40	23.22	10.75
Si K	7.42	5.00	89.54	6.30
Ca K	24.05	11.35	114.12	4.85

Nouveau projet 5

Auteur : SONATRACH DLAB STRATIGRAPHIE
 Création : 03/03/2022 2:10:51
 Nom de l'échantillon : échantillon HCL

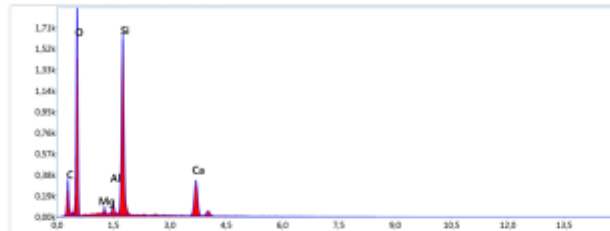
Zone 3



EDAX APEX

Free Draw 1

IV 12.5 Grossissement : 2143 Takeoff: 35.0 Live Time(s): 30 Amp.Tonage(u): 7.68 Resolution (eV): 128.2



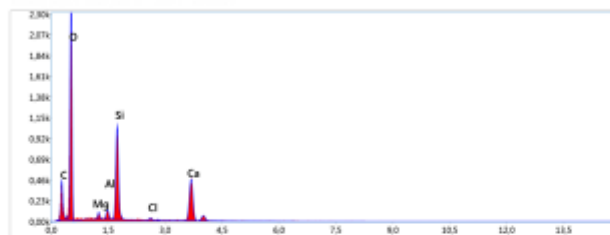
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
C K	12.80	25.28	45.88	13.79
O K	46.43	55.21	386.47	10.00
Mg K	0.92	0.72	16.80	14.34
Al K	1.25	0.88	24.30	11.36
Si K	22.66	15.35	446.42	4.38
Ca K	15.94	7.56	118.71	5.05

EDAX APEX

Free Draw 2

IV 12.5 Grossissement : 2143 Takeoff: 35.0 Live Time(s): 30 Amp.Tonage(u): 7.68 Resolution (eV): 128.2



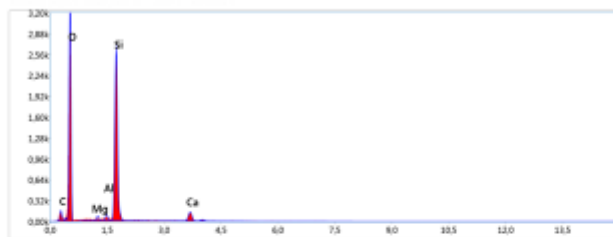
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
C K	11.45	17.93	59.21	13.14
O K	52.90	82.16	466.49	9.93
Mg K	0.96	0.74	19.28	14.21
Al K	1.32	0.92	20.10	10.83
Si K	12.76	8.56	282.02	4.89
Cl K	0.58	0.31	8.23	20.35
Ca K	20.00	9.38	170.53	4.27

EDAX APEX

Free Draw 3

EV 12.5 Grossissement : 2143 TailleP: 35.0 Live Time(s): 30 Avg. Time(s): 7.65 Resolution(eV): 128.2



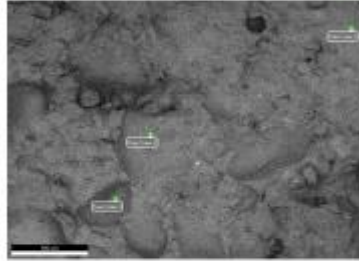
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
C K	6.24	9.91	19.55	18.84
O K	53.52	83.06	840.40	8.90
Mg K	0.79	0.62	16.43	14.41
Al K	1.00	0.71	22.06	11.87
Si K	32.37	22.00	716.98	4.06
Ca K	6.09	2.90	50.28	7.42

Nouveau projet 5

Auteur : SONATRACH LAB STRATIGRAPHIE
 Création : 03/10/2022 12:36:34
 Nom de l'échantillon : échantillon HNO3

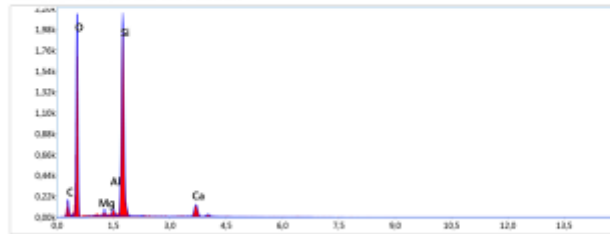
Zone 1



EDAX APEX

Free Draw 1

HV 12.5 Grossissement: 55 Takeoff: 35.5 LiveTime(s): 50 Amp.Temps(a): 7.68 Resolution(eV):128.2



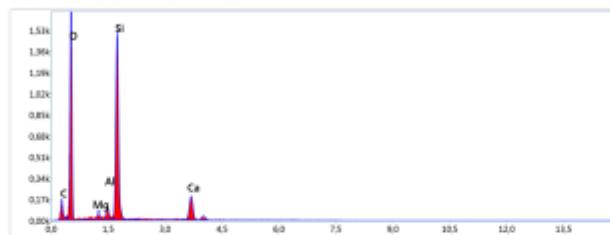
Résultats quantitatifs intelligents

Élément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
C K	9.86	15.64	14.85	15.42
O K	47.99	57.11	249.47	9.42
Mg K	1.94	0.82	10.63	11.76
Al K	1.34	0.94	14.24	10.78
Si K	32.55	22.07	347.81	4.15
Ca K	7.21	3.43	28.85	7.23

EDAX APEX

Free Draw 2

HV 12.5 Grossissement: 55 Takeoff: 35.5 LiveTime(s): 50 Amp.Temps(a): 7.68 Resolution(eV):128.2



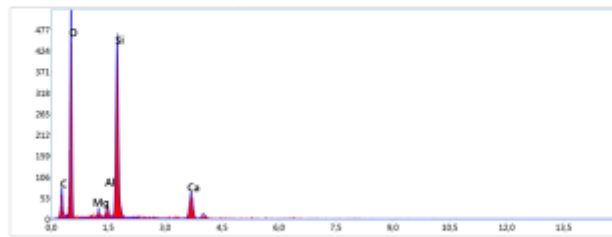
Résultats quantitatifs intelligents

Élément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
C K	8.91	14.31	13.40	15.53
O K	49.05	59.15	208.07	9.75
Mg K	1.22	0.97	10.75	11.89
Al K	1.75	1.25	16.23	9.41
Si K	26.81	19.42	251.04	4.41
Ca K	12.26	5.90	43.34	5.82

EDAX APEX

Free Draw 3

EV: 12.5 Grossissement: 55 Taille: 35.5 Live Time(s): 50 Amp. Time(µs): 7.55 Resolution(eV): 128.2



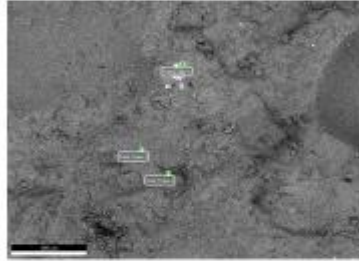
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
C K	12.05	18.92	6.46	17.94
O K	48.18	55.78	65.03	10.68
Mg K	1.20	0.83	3.49	17.65
Al K	1.56	1.09	4.70	15.37
Si K	24.24	16.27	75.30	5.25
Ca K	12.77	6.01	15.01	7.27

Nouveau projet 5

Auteur : SONATRACH LAB STRATIGRAPHIE
 Création : 03/10/2022 12:43:04
 Nom de l'échantillon : échantillon HNO3

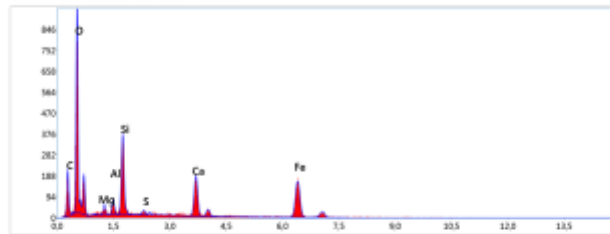
Zone 2



EDAX APEX

Free Draw 1

UV 12.5 Grossissement: 270 TailleF: 35.4 LiveTime(s): 50 Amp.TonageJ: 7.88 Résolution(eV):128.2



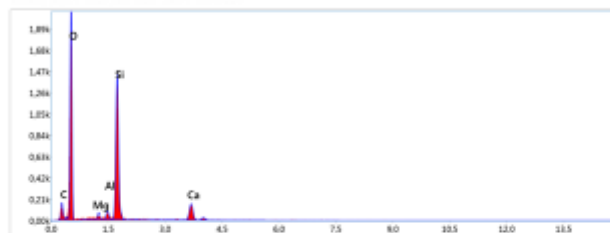
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
C K	9.73	21.28	18.64	14.28
O K	24.85	40.79	109.94	10.08
MgK	1.87	1.15	6.95	18.24
AlK	1.45	1.41	10.88	13.42
SK	7.54	7.85	60.72	6.86
S K	0.54	0.44	3.47	33.47
CaK	11.30	7.41	41.11	6.28
FeK	43.51	29.46	47.55	6.14

EDAX APEX

Free Draw 2

UV 12.5 Grossissement: 270 TailleF: 35.4 LiveTime(s): 50 Amp.TonageJ: 7.88 Résolution(eV):128.2



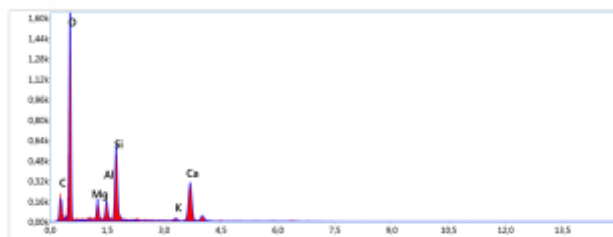
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
C K	8.38	13.16	12.98	16.30
O K	53.55	83.15	245.36	9.41
MgK	1.13	0.88	9.78	12.09
AlK	1.44	1.00	13.14	10.89
SK	25.31	17.00	234.97	4.47
CaK	10.20	4.80	35.88	6.15

EDAX APEX

Free Draw 3

EV 12.5 Grossement 270 Tube#F 35.4 Live Time(s) 50 Avg. Time(s) 7.65 Resolution(eV)128.2



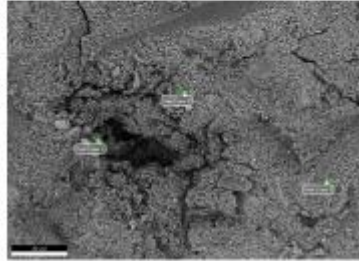
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
C K	0.01	0.02	0.02	99.99
O K	57.90	73.90	228.07	9.83
Mg K	3.39	2.85	25.08	9.25
Al K	3.15	2.39	24.48	8.91
Si K	12.50	8.09	100.02	5.62
K K	1.06	0.55	4.43	28.02
Ca K	21.98	11.20	69.91	4.74

Nouveau projet 5

Auteur : SONATRACH LAB STRATIGRAPHIE
 Création : 03/10/2022 12:49:30
 Nom de l'échantillon : échantillon HNO3

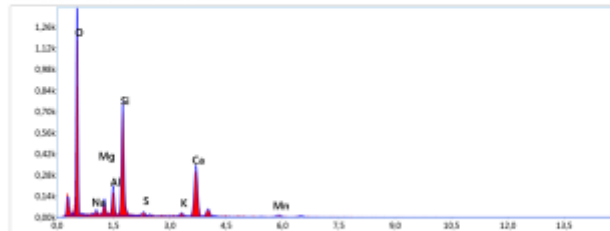
Zone 3



EDAX APEX

Free Draw 1

W 12.5 Grossissement : 1004 Takeoff : 35.5 LiveTime(s) : 50 Avg.Time(s) : 7.68 Resolution(eV) : 128.2



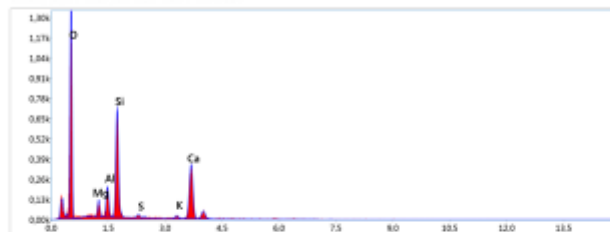
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	49.65	67.44	171.63	10.31
NaK	0.77	0.73	3.89	32.58
MgK	2.10	1.88	16.11	11.32
AlK	3.82	3.08	31.08	8.50
SK	15.25	11.80	127.11	5.42
S K	0.65	0.44	3.99	28.50
K K	1.19	0.66	5.16	23.51
CaK	23.61	12.80	78.19	4.72
MnK	2.96	1.17	3.86	16.90

EDAX APEX

Free Draw 2

W 12.5 Grossissement : 1004 Takeoff : 35.5 LiveTime(s) : 50 Avg.Time(s) : 7.68 Resolution(eV) : 128.2



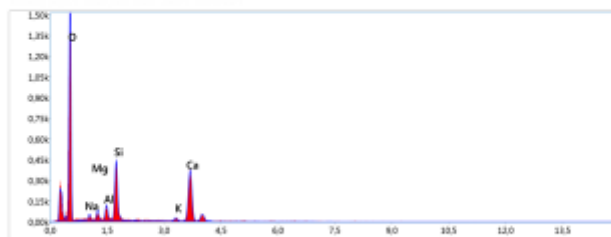
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	52.21	65.41	185.42	10.37
MgK	2.20	1.82	16.13	11.11
AlK	3.97	3.13	30.76	8.40
SK	14.75	11.17	118.69	5.39
S K	0.65	0.43	3.78	36.82
K K	0.66	0.53	4.02	27.76
CaK	25.26	13.41	78.88	4.83

EDAX APEX

Free Draw 3

HV 12.5 Grossement 1004 Takeoff 35.5 Live Time(s) 50 Avg. Time(s) 7.65 Resolution(eV)128.2



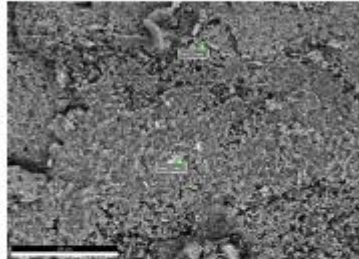
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	58.09	74.90	193.07	10.18
NaK	1.13	1.01	5.30	25.24
MgK	1.57	1.33	11.38	12.29
AlK	2.27	1.73	17.65	9.56
SiK	9.09	6.67	73.70	5.86
K K	1.20	0.83	5.18	23.80
CaK	26.66	13.72	85.95	4.46

Nouveau projet 5

Auteur : SONATRACH DLAB STRATIGRAPHIE
 Création : 03/10/2022 12:58:32
 Nom de l'échantillon : échantillon HNC3

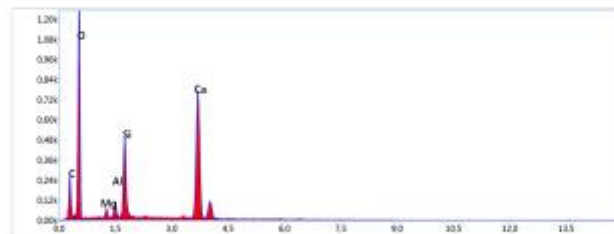
Zone 4



EDAX APEX

Free Draw 1

HV 12.5 Grossissement : 1812 TailleF: 37.4 Live Time(s): 50 Amp Time(μs): 7.65 Résolution(eV):128.2



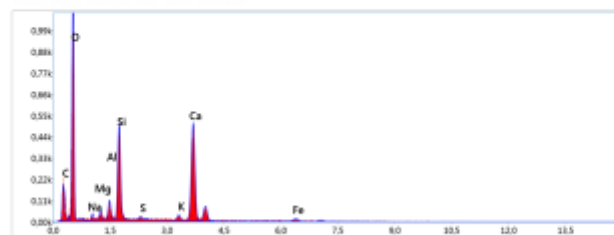
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
C K	6.58	11.67	21.60	13.50
O K	45.25	65.41	149.11	10.95
MgK	0.87	0.78	3.61	15.29
AlK	1.33	1.05	14.21	11.61
SK	7.93	5.35	78.93	5.83
CaK	38.96	25.76	171.56	3.73

EDAX APEX

Free Draw 2

HV 12.5 Grossissement : 1812 TailleF: 37.4 Live Time(s): 50 Amp Time(μs): 7.65 Résolution(eV):128.2



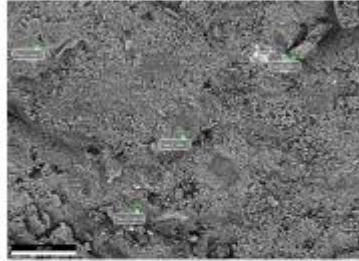
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
C K	1.24	2.31	2.72	35.08
O K	48.96	65.71	140.38	10.74
NaK	0.89	0.87	4.47	23.52
MgK	1.13	1.04	3.67	13.08
AlK	1.87	1.56	15.60	10.91
SK	9.46	7.54	82.47	5.86
S K	0.47	0.33	3.12	40.57
K K	1.28	0.73	6.03	22.77
CaK	32.96	18.41	114.41	4.17
FeK	3.74	1.56	4.04	21.61

Nouveau projet 5

Auteur : SONATRACH LAB STRATIGRAPHIE
 Création : 03/10/2022 1:07:51
 Nom de l'échantillon : échantillon HNO3

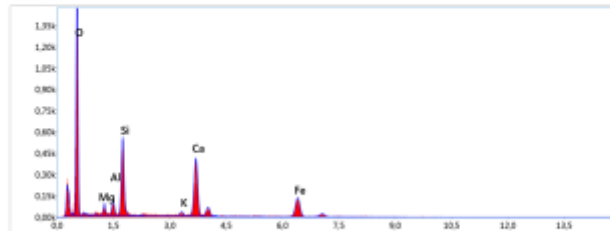
Zone 5



EDAX APEX

Free Draw 1

HV 12.5 Grossissement : 1185 Takeoff: 37.5 LiveTime(s): 50 Amp.Tone(s): 7.68 Resolution(eV):128.2



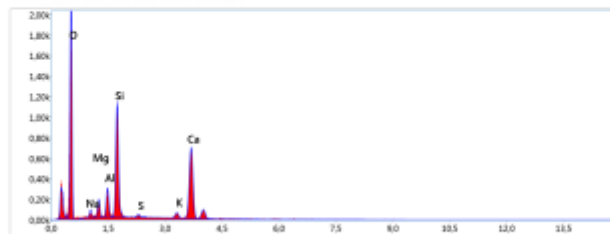
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	37.54	61.03	188.74	10.05
MgK	1.42	1.51	12.31	12.84
AlK	1.75	1.68	16.95	11.13
SiK	8.92	8.26	93.18	6.18
K K	1.94	0.89	5.00	26.60
CaK	20.96	13.60	94.52	4.88
FeK	28.30	13.22	30.35	6.84

EDAX APEX

Free Draw 2

HV 12.5 Grossissement : 1185 Takeoff: 37.5 LiveTime(s): 50 Amp.Tone(s): 7.68 Resolution(eV):128.2



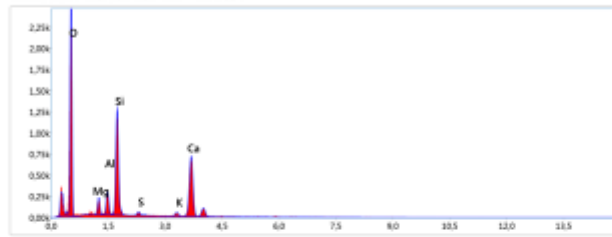
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	49.00	88.94	248.57	10.26
NaK	1.25	1.18	10.45	15.75
MgK	2.10	1.89	26.45	8.29
AlK	3.34	2.70	44.82	7.94
SiK	13.41	10.42	184.23	6.15
S K	0.94	0.37	5.54	33.36
K K	1.57	0.88	11.37	18.95
CaK	28.70	15.63	155.69	4.07

EDAX APEX

Free Draw 3

HV 12.5 Grossissement : 1105 TailleF: 37.5 Live Time(s): 50 Amp. Time(µ): 7.65 Resolution(eV):128.2



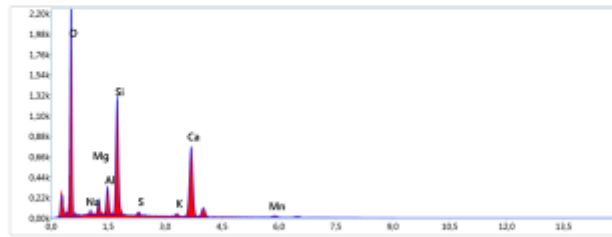
Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	52.22	89.75	300.95	10.10
MgK	2.16	1.89	29.50	9.59
AlK	3.62	2.39	43.80	8.11
SiK	13.80	10.50	225.98	5.01
S K	0.74	0.49	8.13	23.88
K K	1.19	0.85	9.25	19.11
CaK	26.88	14.33	157.80	4.00

EDAX APEX

Free Draw 4

HV 12.5 Grossissement : 1105 TailleF: 37.5 Live Time(s): 50 Amp. Time(µ): 7.65 Resolution(eV):128.2



Résultats quantitatifs intelligents

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	47.94	86.29	268.66	10.24
NaK	0.86	0.83	7.65	17.98
MgK	1.84	1.68	24.85	10.57
AlK	3.25	2.87	46.78	7.79
SiK	14.05	11.07	288.14	5.94
S K	0.66	0.47	7.52	23.56
K K	0.83	0.47	6.44	23.25
CaK	28.34	15.94	166.37	3.99
MnK	2.21	0.89	5.08	17.92