

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET
POPULAIRE

*Ministère de l'Enseignement supérieur
et de la Recherche Scientifique*

*Université M'hamed Bougara de Boumerdes
Faculté des sciences de l'ingénieur
Département génie des procédés*



MEMOIRE DE FIN D'ETUDE
*En vue d'obtention du diplôme
de MASTER*

*en
génie des procédés organique et macromoléculaire*

Thème

***Valorisation du matériau cimentaire
avec ajout de CVM et de résine
absorbante***

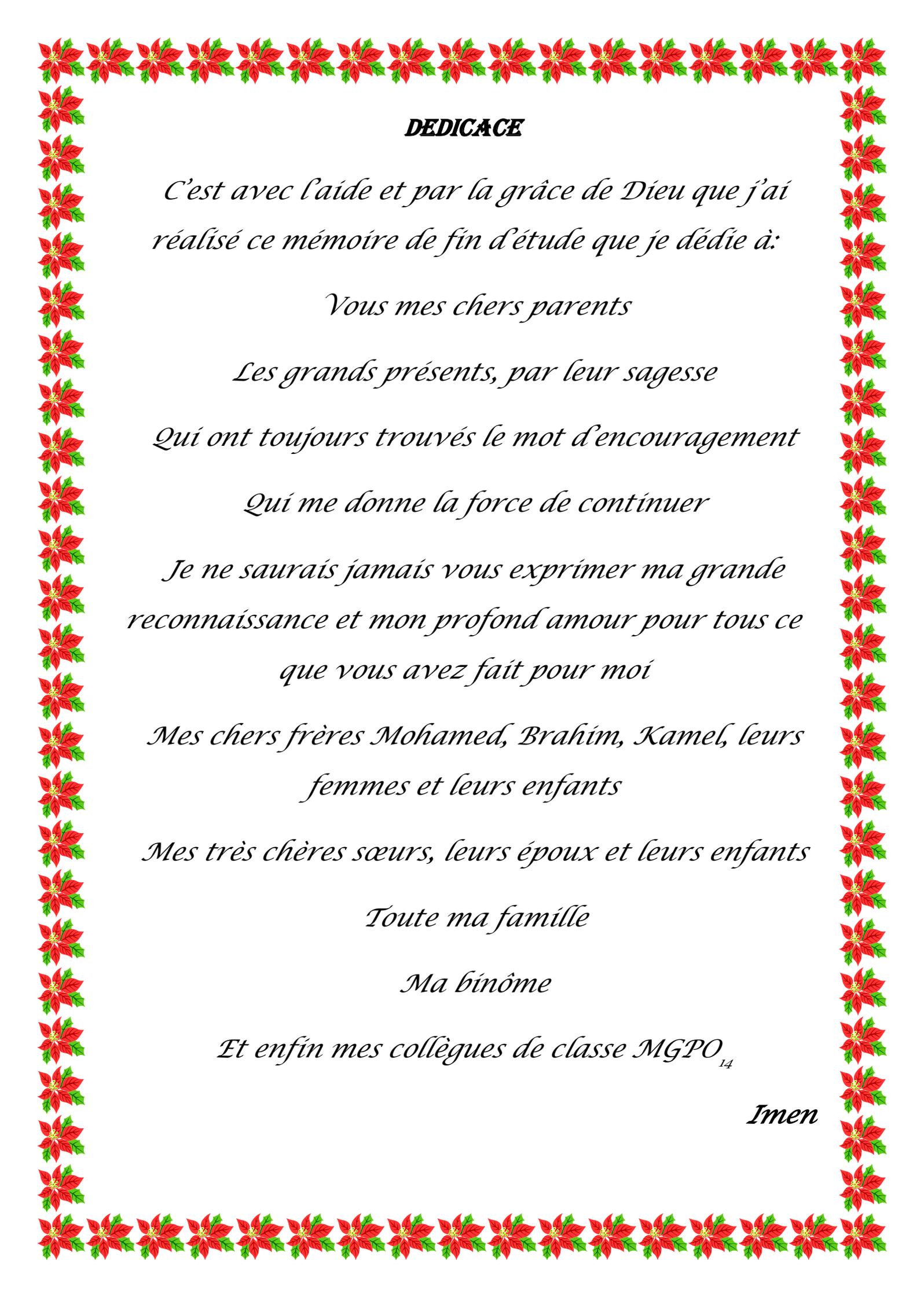
Présenté par:

- DAHMOUN Imen
- BELMOKHTAR Leila

Encadré par:

M^{me} AISSAT Fetta

MGPO 14
Année universitaire
2015/2016



DEDICACE

*C'est avec l'aide et par la grâce de Dieu que j'ai
réalisé ce mémoire de fin d'étude que je dédie à:*

Vous mes chers parents

Les grands présents, par leur sagesse

Qui ont toujours trouvés le mot d'encouragement

Qui me donne la force de continuer

*Je ne saurais jamais vous exprimer ma grande
reconnaissance et mon profond amour pour tous ce
que vous avez fait pour moi*

*Mes chers frères Mohamed, Brahim, Kamel, leurs
femmes et leurs enfants*

Mes très chères sœurs, leurs époux et leurs enfants

Toute ma famille

Ma binôme

Et enfin mes collègues de classe MGPO₁₄

Imen



DEDICACE

Je dédie ce travail

A mes parents pour leur amour inestimable, leur confiance, leur soutien, Leurs sacrifices et toutes les valeurs qu'ils ont su m'inculquer.

A ma grand-mère Fatima pour sa douceur et sa gentillesse.

A mes sœurs ainsi qu'à mes deux frères pour leur tendresse, leur complicité et leur présence.

A mes tantes et mon oncle et mes cousins et toute la famille en générale pour toute l'affection qu'ils m'ont donnée et pour leurs précieux encouragements.

A mes amis, ma plus grande source de bonheur, j'espère que la vie leurs réserve le meilleur.

Et bien sûr ma binôme Imen

*Ainsi que mes promotionnaires au Master Génie de
procédé organique*

Leïla

Résumé

Malgré le fait que le béton est une composante essentielle de l'infrastructure moderne, sa durabilité est un problème majeur affectant la durée de vie des structures de la construction impliquant les frais de réparations importantes, ceci est dû à l'infiltration de l'eau à travers la porosité existante au niveau de la structure causant ainsi des réactions chimiques qui causant la fissuration et la détérioration du matériau.

L'incorporation de CVM permet de diminuer cette porosité et l'ajout du polymère gonflant ferme les déférentes porosités et empêchant la pénétration de l'eau.

Abstract

Despite the fact that concrete is an essential component of modern infrastructure, its sustainability as a major problem affecting the life of structures involving the costs of major repairs, this is due to the infiltration of water through the existing porosity in the structure thus causing chemical reactions causing cracking and deterioration of the material.

The incorporation of CVM reduces the porosity and adding the firm swelling polymer deferent pores and prevents water penetration.

المخلص

على الرغم من حقيقة أن الخرسانة هي عنصر أساسي من البنية التحتية الحديثة، إلا ان الاستدامة بوصفها مشكلة رئيسية تؤثر على حياة هياكل البناء التي تنطوي على تكاليف الإصلاحات الرئيسية، وهذا يرجع إلى تسرب المياه من خلال المسامية الموجودة في الهيكل وبالتالي يسبب تفاعلات كيميائية تسبب تكسير وتخريب المواد. إدماج رماد حرق الأدوية يقلل من المسامية وإضافة المادة الماصة تغلق المسامية المتبقية وتمنع تغلغل المياه.

Liste des figures

Liste des figures

Figure I.1 : Polymère absorbant avant (a) et après (b) l'absorption d'eau.....	01
Figure I.2 : Représentation schématique de gonflement d'un polymère.....	05
Figure II.1 : Vue microscopique d'une cendre alumineuse.....	08
Figure II.2 : Vue microscopique d'une cendre calcaïque.....	09
Figure II.3 : Composition chimique des cendres volantes	10
Figure III.1 : Schéma de la fabrication de ciment portland.....	15
Figure III.2 : Le clinker.....	15
Figure III.3 : Schéma récapitulatif de l'hydratation de deux grains de ciment	17
Figure III.4 : CSH fibreux avec cristal de portlandite (X) entre des CSH (#), la porosité est repérée Par (O).....	19
Figure III.5 : Microscope électronique à balayage, ettringite aciculaire (aiguille) dans un béton.....	20
Figure III.6 : Une pâte de ciment partiellement hydratée.....	21
Figure III.7 : Changement de la quantité de chaux d'un ciment pouzolanique hydraté.....	25
Figure IV.1 : CVM.....	30
Figure IV.2 : Etuve de séchage du CVM	31
Figure IV.3 : Broyage de la CVM.....	31
Figure IV.4 : Dispositif d'analyse des éléments majeurs des CVM.....	33
Figure IV.5 : Ciment portland 52,5.....	34
Figure IV.6 : Une résine à base de PAA.....	35
Figure IV.7 : Appareil de Vicat muni de sa sonde de consistance.....	37
Figure IV.8 : Série de 03 éprouvettes couvertes de film plastique.....	39

Liste des figures

Figure IV.9 : Eprouvettes démoulées.....	39
Figure IV.10 : Conservation des éprouvettes	39
Figure IV.11 : Dispositif de la résistance à la flexion trois points.....	40
Figure IV.12 : Mesure de la résistance à la flexion pour les éprouvettes.....	40
Figure IV.13 : Mesure de la résistance à la compression sur des éprouvettes $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$	41
Figure V.1 : Analyse granulométrique de la CVM.....	43
Figure V.2 : DRX de la CVM.....	46
Figure V.3 : Développement de la résistance à la compression en fonction de l'âge des éprouvettes contenant différents pourcentages de CVM (10, 20,40%).....	48
Figure V.4: Développement de la résistance en flexion en fonction de l'âge des éprouvettes contenant différents pourcentages de CVM (10, 20,40%).....	50
Figure V.5 : Influence de l'incorporation de la résine sur la résistance à la compression des éprouvettes de ciment +cendres à l'âge de (2, 14, 28, 90).....	51
Figure V.6 : Influence de l'incorporation de la résine sur la résistance en flexion des éprouvettes de ciment+CVM à l'âge de (2, 14, 28, 90).....	52
Figure V.7 : Pâte de ciment sans résine.....	53
Figure V.8 : Pâte de ciment avec résine	53
Figure V.9 : Pâte de ciment seule.....	54
Figure V.10 : Ciment+CVM.....	54
Figure V.11 : Ciment+CVM+résine.....	54
Figure V.12 : Mécanisme de fermeture des pores.....	54
Figure V.13 : Eprouvette $C_{20\%/0,03}$	55
Figure V.14 : Eprouvette $C_{40\%/0,02}$	55

Liste des figures

Figure V.15 : Eprouvette de C _{10%/0,03}	55
Figure V.16 : Eprouvette de C _{40%/0,02} 80m de diamètre.....	56
Figure V.17 : Eprouvette de C _{40%/0,02} de diamètre 40M.....	56
Figure V.18 : Influence de la granulométrie de la résine sur la quantité de la résine incorporée dans la pâte à ciment de 40% de CVM.....	57
Figure V.19 : Influence de la granulométrie de résine sur la quantité de la résine incorporée dans la pâte à ciment de 20% de CVM.....	58
Figure V.20 : Influence de la granulométrie de la résine sur la quantité de la résine incorporée dans la pâte à ciment de 20% et de 40% de CVM.....	59

Liste des tableaux

Liste des tableaux

Tableau III.1 : Proportion et rôle des constituants du clinker	16
Tableau IV.1 : Composition chimique du ciment portland en %.....	34
Tableau IV.2 : Conditions opératoires pour la formation E1.....	35
Tableau IV.3 : Conditions opératoires pour la formation E2.....	35
Tableau IV.4 Les différents essais de consistance.....	37
Tableau IV.5 : La composition des éprouvettes sans résine	38
Tableau IV.6 : La composition des éprouvettes avec résine.....	38
Tableau IV.7 : Essais mécanique réalisés dans le cadre de l'étude.....	42
Tableau V.1 : Caractéristiques physiques des CVM.....	43
Tableau V.2 : Proportion des éléments majeurs dans les cendres.....	44
Tableau V.3 : Proportion des éléments mineurs dans les cendres.....	45
Tableau V.4 : Détermination de la quantité d'eau absorbée par gramme de résine.....	47
Tableau V.5 : Les différents essais de consistance.....	47
Tableau V.6 : La résistance à la compression de ciment avec différentes substitution de cendre (0,10, 20,40 %) en MPa.....	48
Tableau V.7 : Résistance en flexion de ciment avec différentes substitution de cendre (0,10, 20,40 %) en MP	50
Tableau V.8 : Résistance à la compression de ciment avec différentes substitution de cendre (0,10, 20,40 %) avec résine en MPa	51
Tableau V.9 : Résistance en flexion de ciment avec différentes substitution de cendre (0,10, 20,40% avec résine en MPa).....	52

Liste des tableaux

Tableau V.10 :	Variation de la quantité de la résine incorporée dans la pâte à ciment de 40% de CVM en fonction de la granulométrie.....	56
Tableau V.11 :	Variation de la quantité de la résine incorporée dans la pâte à ciment de 20% de CVM en fonction de la granulométrie.....	57

Liste des abréviations

Liste des abréviations

AP : Absorbents Polymers

AIBN : Azo-Bis IsobutyroNitrile

H₂SO₄ : Acide sulfurique

H₂O : L'eau

HCl : Acide chlorhydrique

USA : United State American.

E/C : Le rapport eau/ciment.

CVM : Cendres volantes d'incinération des médicaments périmés.

CP : Ciment portland.

E1b : Une résine absorbante à base de polyacide acrylique.

PAA : polyacide acrylique.

3CaO. SiO₂ (C₃S) : Silicate tricalcique (Alite).

2CaO. SiO₂ (C₂S) : Silicate dicalcique (Belite).

3CaO. Al₂O₃ (C₃A) : Aluminate tricalcique (Célite I).

4CaO. Al₂O₃.Fe₂O₃ (C₄AF) : Ferroaluminate calcique (Célite II).

(3CaO.Al₂O₃.3CaSO₄.31H₂O) : hydrosulfoaluminate de calcium.

3CaO.2SiO₂. 3H₂O (C-S-H) : silicate de calcium hydraté.

CHA : Aluminate calcique hydraté.

Ca(OH)₂ (CH) : hydroxyde de calcium ou Portlandite.

((CaO)₆(Al₂O₃)(SO₃)₃, 32H₂O) (TSA) : Trisulfoaluminate de calcium hydraté (étringite).

((CaO)₃(Al₂O₃)(CaSO₄), 12H₂O) (AFm) : monosulfate de calcium hydraté.

CaSO₄ : Gypse (sulfate de calcium)

Rc : Résistance à la compression

Rf : Résistance à la flexion

Pf : Perte au feu

DRX : Diffraction des rayons X

Liste des abréviations

E/C : Rapport Eau sur Ciment

C_{20%/0,03} : Pâte de ciment à 20 % de CVM et 0,03g de la résine

C_{40%/0,02} : Pâte de ciment à 40 % de CVM et 0,02g de la résine

C_{10%/0,03} : Pâte de ciment à 10 % de CVM et 0,03g de la résine

ND : Non détecté

As	Arsenic
Ni	Nickel
Cr	Chrome
Pb	Plomb
Zn	Zinc
Cu	Cuivre
Cd	Cadmium

SiO ₂	Silice
Al ₂ O ₃	Alumine
CaO	Oxyde de calcium
N ₂ O ₃	Trioxyle d'azote
Na ₂ O ₃	Trioxyle de sodium
MgO	Oxyde de magnésium
Fe ₂ O ₃	Oxyde ferrique
BaO	Oxyde de barium
Ti O ₂	Dioxyde de titane

Liste des abréviations

SO_3	Trioxyle de soufre
K_2O	Oxyde de potassium
ZnO	Oxyde de zinc
PbO	Oxyde de plomb

Glossaire

Valorisation action qui comme le réemploi ou le recyclage, vise à obtenir des matières

Premières, Des matériaux ou de l'énergie à partir de déchets.

Pâte de C'est la pâte liante du béton. On utilise le terme de pâte fraîche de ciment

Ciment pour désigner un mélange d'eau et de ciment de consistance plastique. Du

fait de l'hydratation, la consistance de cette pâte évolue dans le temps

Jusqu'à aboutir à de La pâte de ciment durcie.

Pouzzolanes produits regroupent des produits naturels ou industriels qui ne sont

pratiquement constitués que de silice vitreuse.

Mortier Mélange de ciment, de sable et d'eaux, utilisées notamment dans les

maçonneries et les enduits.

Béton Matériau de construction formé par le mélange de ciment, de granulats

et d'eau éventuellement complété par des adjuvants et des additions.

Sommaire

Introduction générale

A/Partie bibliographique

Chapitre I : Généralité sur le polymère

Introduction.....	01
I.1. Définition d'un polymère absorba.....	01
I.2. Polymérisation radicalaire	02
I.2.1. Réaction d'amorçage ou initiation	02
I.2.2. Réaction de propagation	03
I.2.3. Réaction de terminaisons.....	03
I.3. Acide acrylique	03
I.3.1. Préparation d'acide acrylique.....	03
I.4. Gonflement	04
I.5. Domaines d'utilisations des polymères absorbants.....	05, 06

Chapitre II : Généralité sur les cendres

II.1. Définition des cendres	07
II.2. Historique	07
II.3. Types des cendres volantes.....	07
II.3.1. Cendres volantes silico- alumineuses	07
II.3.2. Cendres volantes silico-calcique.....	08
II.4. La caractérisation des cendres volantes	09
II.4.1. Caractéristiques physiques.....	09
II.4.2. Caractéristiques chimiques.....	10
II.4.3. Caractéristiques géotechniques.....	11

Sommaire

II.5. Les filières de valorisation des cendres.....	11,12
II.6. La toxicité des cendres.....	13
Conclusion.....	13

Chapitre III : valorisation des cendres dans le ciment

Introduction	14
III.1. Définition de ciment portland.....	14
III.2. Fabrication de ciment Portland.....	14
III.3. Les Constituants du ciment.....	15
III.3.1. Le Clinker.....	15
III.3.2. Le gypse(CaSO_4).....	16
III.3.3. Les ajouts minéraux.....	16
III.4. L'eau de gâchage.....	17
III.5. Hydratation d'un ciment Portland.....	18
III.5.1. Processus d'hydratation.....	18
III.5.1.1. Hydratation du silicate tricalcique C_3S	18
III.5.1.2. Hydratation du silicate bi calcique C_2S	19
III.5.1.3. Hydratation de l'aluminate tricalcique C_3A	19, 20
III.5.1.4. Hydratation de l'aluminoferrite tétracalcique C_4AF	21
III.6. Les ajouts cimentaire.....	22
III.6.1. Influence des ajouts cimentaires.....	22
III.7. Incorporation des cendres dans le ciment.....	23
III.7.1. L'hydratation de ciment pouzzolanique (ciment + cendre).....	24
III.7.2. Influence de différents paramètres sur l'incorporation des cendres dans les pâtes de ciments.....	25
III.7.2.1. Forme des particules.....	25
III.7.2.2. Granulométrie des cendres.....	26
III.7.2.3. Rapport Eau/ ciment (E/C).....	26
III.8. Avantages de l'incorporation des cendres dans le ciment.....	27
III.8.1. Avantages économiques.....	27
III.8.2. Avantages techniques.....	27
III.8.3. Avantages environnementaux.....	28

Sommaire

Conclusion.....	28
-----------------	----

B/Partie pratique

Chapitre IV : Partie expérimentale

IV.1. Méthodologie de travail.....	29
IV.2. Produits et matériels utilisés.....	29
IV.2.1. Produits utilisés.....	29
IV.2.2. Matériels.....	29
IV.3. Protocole expérimental.....	30
IV.3.1. Préparation des échantillons de cendres volantes.....	30
IV.3.2. Caractérisations physico-chimiques de la CVM.....	31
IV.3.2.1. Analyse physique.....	31
IV.3.2.1.1. Taux d'humidité.....	31
IV.3.2.1.2. Détermination de la perte de feu (pf).....	32
IV.3.2.1.3. Densité.....	32
IV.3.2.1.4. Surface de Blaine.....	32
IV.3.2.1.5. Granulométrie.....	32
IV.3.2.2. Analyse chimique.....	33
IV.3.2.3. Analyse minéralogique.....	33
IV.3.3. Ciment portland CP.....	33
IV.3.3.1. Caractérisation chimique.....	34
IV.3.4. L'obtention de la résine.....	35
IV.3.4.1. Réaction de modification.....	35
IV.3.4.2. Etude de l'absorption en eau de la résine E1b par à port aux autres résines.....	35

Sommaire

IV.4. Méthodes d'essais.....	36
IV.4.1. Essai de consistance.....	36
IV.4.2. Essais Mécaniques.....	37
IV.4.2.1. Préparation des éprouvettes et déroulement des essais.....	37
IV.4.2.2. Confection et conservation des éprouvettes.....	38, 39
IV.4.2.3. Essais des résistances mécaniques.....	40
IV.4.2.3.1. Protocole de la résistance en flexion.....	40
IV.4.2.3.2. Protocole de la résistance à la compression.....	41
IV.4.2.3.3. Récapitulatif des essais réalisés.....	42
IV.5. Etude d'Influence de l'ajout de la CVM et de la résine E1b au ciment.....	42
IV.6. Etude de l'effet de la granulométrie de la résine.....	42

Chapitre V : Résultats et discussions

V.1. Caractéristiques des résidus (cendres).....	43
V.1.1. Caractérisations physiques.....	43
V.1.2. Caractérisation géotechnique par une étude granulométrique de CVM.....	43
V.1.3. Caractérisations chimiques des résidus solides.....	44
V.1.4. Caractérisations minéralogiques des résidus solides.....	45
V.2. Détermination de l'absorption en eau par le PAA modifié.....	46
V.3. Détermination de la consistance normale.....	47
V.4. Déterminations des essais mécaniques.....	48
V.4.1. Résistance à la compression.....	48, 49
V.4.2. Résistance en flexion.....	50
V.4.3. Résistance à la compression après l'ajout de la résine.....	51
V.4.4. Résistance en flexion après l'incorporation de la résine.....	52

Sommaire

V.5. Influence de l'ajout de CVM et de la résine E1b au ciment.....	53
V.5.1. Ciment sans ajout.....	53
V.5.2. Ciment avec ajout de la résine E1b.....	53
V.5.3. Ciment avec ajout des cendres et de la résine.....	54
V.6. Déroulement de l'hydratation dans la pâte à ciment.....	54
V.7. Détermination de la quantité de la résine nécessaire pour la fermeture des pores.....	55
V.8. Effet de la granulométrie de la résine.....	56, 57, 58, 59

Conclusion générale

Introduction générale

Le ciment est un liant hydraulique servant principalement à produire du béton, le matériau de construction le plus polyvalent et le plus durable au monde. D'autres utilisations du ciment prennent toutefois de plus en plus d'importance non seulement dans le domaine du génie civil, Le ciment est utilisé aussi pour résoudre des problèmes environnementaux par la solidification de certains déchets dangereux qui peuvent se propager dans la nature en provoquant la pollution de celle-ci. Le ciment est incorporé à la substance contaminée, immobilisant les contaminants et les empêchant d'atteindre les plantes, les animaux ou les êtres humains.

Le problème majeur du ciment ou du béton est sa durabilité dans le temps, induisant à sa fissuration ainsi sa détérioration provient des différentes réactions chimiques causées suite à la pénétration de l'eau à travers la porosité du ciment ou béton.

La gestion des déchets joue un rôle capital dans le développement durable puisque les déchets peuvent être utilisés comme remplacement de la matière première dans divers domaines.

Dans notre étude, les déchets issue l'incinérations ont utilisés dans le domaine du génie civil pour l'amélioration des propriétés mécaniques des pâtes de ciment par la diminution de la porosité à la surface de ciment, D'autre part, leurs utilisation ont pour objectif de réduire la consommation de ciment, en contribuant de manière simple et économique à résoudre les problèmes environnementaux. Cette étude expérimentale consiste à préparer une pâte de ciment avec addition minérale en remplaçant un certain pourcentage de ciment par l'ajout pouzolanique des cendres volantes.

Le point le plus important et intéressant de ce travail est l'incorporation d'un polymère absorbant dans la pâte de ciment qui va absorber de l'eau et gonfler produisant ainsi la fermeture des pores afin d'éviter d'éventuelle réactions chimiques amenant à l'apparition des fissures endommageant ainsi le matériau cimentaire.

Le matériau qu'on a réalisé est composé d'un mélange ciment, CVM et résine permet d'avoir un double impact environnemental et économique, par la diminution de la quantité de ciment, l'incorporation d'un sous-produit industriel en tant que valeur ajouté et l'ajout de la résine permet sa durabilité dans le temps en maintenant sa résistance à long terme puisque aucune dégradation n'est effectué suite à la fermeture de la porosité.

Introduction générale

- La première partie de ce mémoire est un bilan bibliographique est subdivisé en trois chapitres :
 - Le premier chapitre explore une présentation des polymères en générale, de polymère absorbant, ainsi que leur gonflement...etc.
 - Le deuxième chapitre donne un aperçu sur les cendres volantes et ces caractéristiques.
 - Le troisième chapitre présente le ciment portland (définition, fabrication et composition), ces mécanismes d'hydratation et l'incorporation des CVM dans le ciment.

-La deuxième partie notre contribution expérimentale pour l'élaboration des éprouvettes [(le ciment), (le ciment+CVM), (le ciment+CVM+polymère)] suivie par résultats et discussion des analyses sur ses éprouvettes.

Ce mémoire se termine par une conclusion générale.

Introduction

Le terme polymère vient du grec "polus" plusieurs et "meros" parties, ce qui signifie qu'il s'agit d'une structure ayant une architecture le plus souvent linéaire (chaîne de polymère) ou tridimensionnelle (réseau tridimensionnel) constituée par l'enchaînement covalent de plusieurs unités chimiques de répétitions ou motifs unitaires.

Ces motifs unitaires constituant les chaînes de polymères sont issus de la réaction entre des monomères, du grec "monos" un seul ou une seule et "meros" partie. Les monomères sont généralement des entités chimiques de faibles masses molaires ou des masses molaires peu élevées. En outre, les monomères possèdent une ou plusieurs fonctions chimiques potentiellement réactives (insaturation ou cycle pour la polyaddition, fonctions dites antagonistes pour la polycondensation). Le nombre et la nature de ces fonctions permettent de déterminer ce que l'on appelle la fonctionnalité du monomère, c'est-à-dire le nombre de liaisons qu'un monomère peut établir avec d'autres monomères lors de la réaction chimique appelée polymérisation.

Les monomères, comme les polymères peuvent être d'origines diverses : naturelles (bactériennes, végétale ou animale), artificielle (polymères naturels ayant subi une modification chimique) ou synthétique (polymères obtenus selon différentes voies de synthèse).

I.1. Définition d'un polymère absorbant

Les polymères super-absorbants(en anglais, *absorbents polymers* ou AP) sont des polymères qui peuvent absorber et conserver de très grandes quantités de liquides (l'eau ou un liquide organique) par rapport à leur propre masse, sans se dissoudre. Ce sont généralement des polyacrylates réticulés obtenus par polymérisation radicalaire d'acide acrylique en présence d'un agent de réticulation.

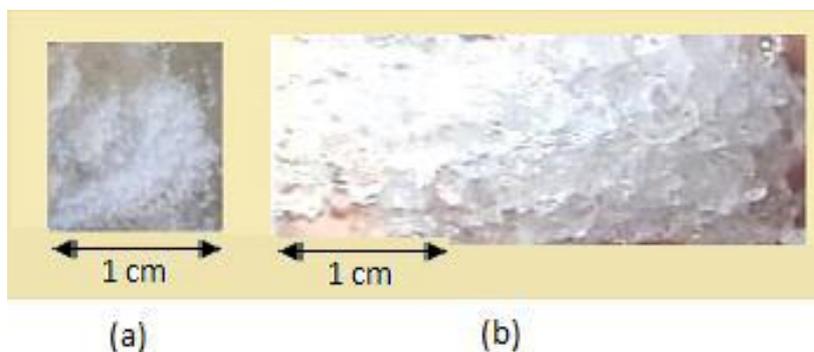


Figure I.1 : polymère absorbant avant (a) et après (b) l'absorption d'eau

Dans notre travail on a utilisé le polymère absorbant qui est synthétisé par voie radicalaire.

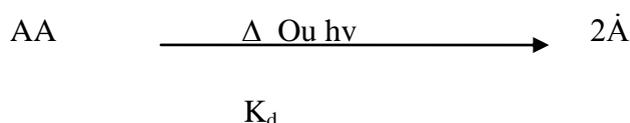
I.2. Polymérisation radicalaire

Les principaux monomères sont l'éthylène, les composés vinyliques monosubstitués ou 1,1 di substitués tels que (CHOCHX) ou acrylique (CHCHCOOR) et les diènes. La polymérisation radicalaire d'un monomère, amorcée par des radicaux libres engendrés par la chaleur et/ou la lumière se déroule en trois étapes : amorçage, propagation et terminaison.

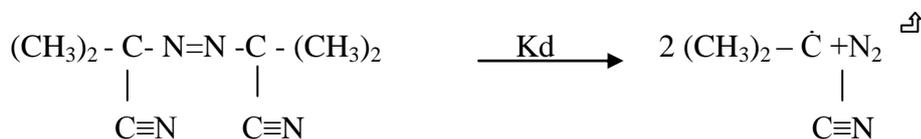
I.2.1. Réaction d'amorçage ou initiation

Le mécanisme détaillé de l'amorçage est complexe, et n'a pas été élucidé avec certitude le mode d'amorçage le plus souvent utilisé au niveau industriel, est l'amorçage chimique.

Les amorceurs sont des composés dont les molécules renferment une liaison labile qui sous l'influence de la chaleur ou de lumière peuvent donner naissance à des radicaux libres par suite de la rupture homolytique d'une liaison covalente.



si des centaines d'amorceurs radicalaires ont été synthétisés, quelques dizaines seulement, dont les peroxydes sont utilisés dans la pratique. Les azoïques, en particulier l'azo-bis isobutyronitrile, (AIBN), moins employés industriellement, sont très intéressants pour certaines études aux laboratoires. L'AIBN présente les propriétés physiques suivantes : une température de décomposition de 60°C, une constante d'équilibre $K_d = 0,85 \cdot 10^5 \text{ s}^{-1}$, et une énergie d'activation de $E_a = 30 \text{ KJ/mole}$. Sa réaction de décomposition se fait selon le schéma suivant :



Et l'amorçage se complète par la création d'un centre radicalaire sur le monomère selon le processus réactionnel suivant :



I.2.2. Réaction de propagation

Après la formation de ce centre actif, les molécules du monomère s'additionnent successivement selon une réaction en chaîne, l'addition peut être tête à tête ;



Queue à queue ;



Ou tête à queue ;



Ce dernier mode est le plus général, car il est favorisé par l'effet stérique et la stabilité du radical formé. La maîtrise des mécanismes des réactions de propagation est très importante car c'est au cours de cette étape que se forme le polymère, de plus, ces mécanismes conditionnent la structure et les propriétés du polymère obtenu en raison des différents types d'enchaînement.

I.2.3. Réaction de terminaison

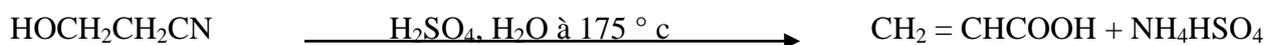
La destruction des centres actifs radicalaires se produit par réaction des radicaux entre eux, et l'on distingue trois types de réactions (désactivation par combinaison des radicaux, désactivation par dissimulation et la réaction de transfert).

I.3. L'Acide acrylique

Le monomère acide acrylique $\text{CH}_2=\text{CHCOOH}$ a été préparé pour la première fois en 1843 par oxydation de l'acroléine, l'acide acrylique est actuellement synthétisé industriellement selon plusieurs procédés.

I.3.1. Préparation de l'acide acrylique

A/Conversion de l'éthylèncyanohydrine en acide acrylique par traitement avec l'acide sulfurique en présence de vapeur d'eau :



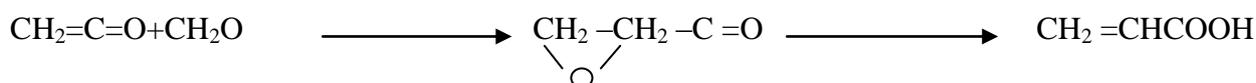
B/Conversion de l'acrylonitrile en acide acrylique par l'acrylamide sulfate ;



C/Préparation par le processus de Reppe à partir de l'acétylène, le monoxyde de carbone et l'eau en présence de Nickel ou autres métal qui peuvent former un carbonyle :



D/Réactions des Ketènes et du formaldéhyde et à partir de la β-propiolactone :



E/Oxydation de l'acroléine en présence du phosphomolybdate de bismuth ou autre catalyseur convenable :



I.4. Le gonflement

Lorsqu'on effectue la condensation d'un système dont la fonctionnalité est supérieure à deux, il y'a formation d'un réseau tridimensionnel. La structure de molécules formées devient extrêmement complexe par suite du grand nombre d'extrémités réactives. La formation de ce réseau tridimensionnel se traduit par une prise en masse soudaine, appelée aussi gélification. A partir de ce point de gélification le système se sépare en deux fonctions l'une insoluble dans tous les solvants qui ne la dégradent pas c'est le gel, l'autre est soluble, c'est ce qu'on appelle le sol, si la réaction se poursuit, la fraction de sol va diminuer progressivement au profit du gel.

En présence d'un liquide, un composé macromoléculaire peut subir une augmentation de volume désigné par le nom de gonflement. Ce gonflement peut être illimité, cela entrainera la dispersion des macromolécules, c'est le phénomène de dissolution. Il peut être limité, quand les composés macromoléculaires demeurent insolubles. L'explication du gonflement limité est simple lorsqu'il s'agit d'un polymère réticulé, car, alors les liaisons pontales empêchent une dispersion des chaînes dans le liquide gonflant. Il existe deux types de gonflement :

Lorsque le liquide ne pénètre que dans les domaines amorphes, région où la cohésion moléculaire est la plus faible, le réseau cristallin n'est pas modifié, le gonflement est du type extra-réticulaire. Par contre si le liquide pénètre dans le réseau cristallin et modifie la disposition et l'écartement des chaînes de polymères, le gonflement est dit intra-réticulaire.

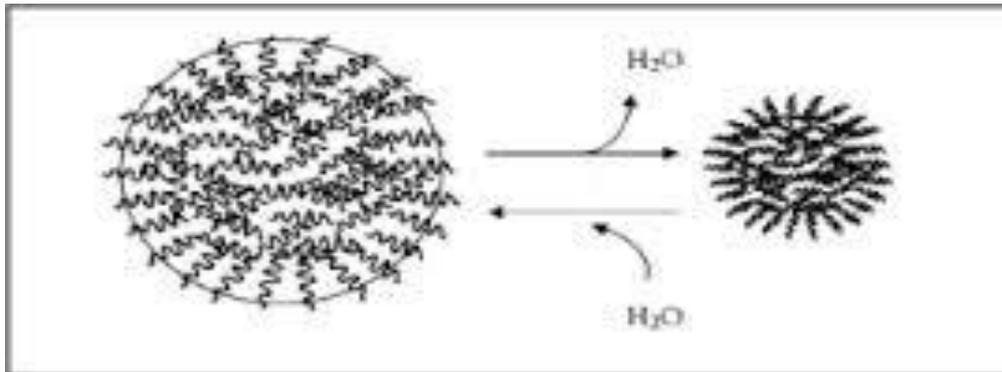


Figure I.2 : Représentation schématique de gonflement d'un polymère

I.5. Domaines d'utilisations des polymères absorbants

Les polymères absorbants sont largement utilisés dans les différents domaines grâce à leurs caractéristiques physico-chimiques exceptionnelles, on les trouve dans :

Les garnitures de couches bébés et les produits d'hygiène féminine, où elle peut absorber des quantités énormes de liquide.

Dans le domaine médical pour absorber le sang lors des opérations chirurgicales.

Ils sont retrouvés également dans la lutte contre les brûlures cutanées.

Il est utilisé comme agent de contrôle de l'humidité dans l'emballage alimentaire, ou comme agent d'étanchéité pour l'enrobage des câbles.

En agriculture pour rétention de l'eau au voisinage des plants.

En génie civil dans le but d'améliorer les caractéristiques d'isolation thermique d'un produit durci destiné au bâtiment, par abaissement de sa conductivité thermique. Dans le béton aussi pour essayer de résoudre les problèmes de fissuration et donc l'amélioration de comportement mécanique des ouvrages et des constructions c'est le cas de notre travail de recherche qui est basé sur le

gonflement de polymère à l'intérieur des pores et des fissures et brèche ces derniers après hydratation.

Ce chapitre comprend une présentation générale des cendres issues de l'incinération ainsi que les filières de valorisation de celles-ci.

II.1. Définition des cendres

Les cendres volantes sont des fines particules recueillies lors du dépoussiérage des gaz résultant de la combustion du charbon pulvérisé, utilisé dans les centrales thermiques [6]. Les particules de cendres volantes peuvent avoir des formes très différentes les unes des autres. Elles peuvent avoir une forme sphérique, avec une distribution granulométrique semblable à celle du ciment Portland [7]. Leur composition est en relation avec les différents types de matières incombustibles présentes dans le charbon. D'une façon générale, les éléments présents sont : le silicium, l'aluminium le fer, le calcium et le magnésium [6].

II.2. Historique

L'expression "cendres volantes" a été créée par l'industrie de l'énergie électrique vers 1930 lorsque les quantités récupérées de ces résidus de charbon deviennent de plus en plus importantes dans les centrales thermiques. En 1937, Davis et ses collaborateurs de l'université de Californie aux USA ont publié des résultats de recherches sur un béton contenant des cendres volantes. Ce travail a servi de base aux premières spécifications contribuant à la valorisation des cendres volantes dans la construction et l'industrie.

En Europe, l'utilisation des cendres volantes s'est beaucoup développée après la seconde guerre mondiale lorsqu'il a fallu faire face aux besoins grandissants de la construction. Il fallait toutefois attendre les années soixante-dix pour noter une bonne croissance de leur utilisation après la crise du pétrole et l'augmentation du coût d'énergie [8].

II.3. Types des cendres volantes

Selon leurs compositions, on distingue deux grandes familles de cendres volantes : Les cendres volantes de nature alumineuse ou calciques.

II.3.1. Cendres volantes silico- alumineuses

Qui se présente sous la forme d'une poudre noire douce au toucher, composée de sphères pleines ou creuses de nature vitreuse et captées au niveau des fumées par des dépoussiéreurs. Leurs

propriétés sont pouzzolaniques (capacité à température ordinaire et en présence d'eau de fixer la chaux hydratée pour donner des composés stables ayant des propriétés hydrauliques), elles contiennent moins de 10 % de CaO, elles sont essentiellement constituées de silice (SiO_2) réactive et d'alumine (Al_2O_3). Le restant contient de l'oxyde de fer (Fe_2O_3) et d'autres composants. La proportion d'oxyde de calcium (CaO) réactif doit être inférieure à 10 % en masse, la teneur en oxyde de calcium libre ne devant pas dépasser 1 % en masse. La teneur en silice (SiO_2) réactive ne doit pas être inférieure à 25 % en masse [9], [10].

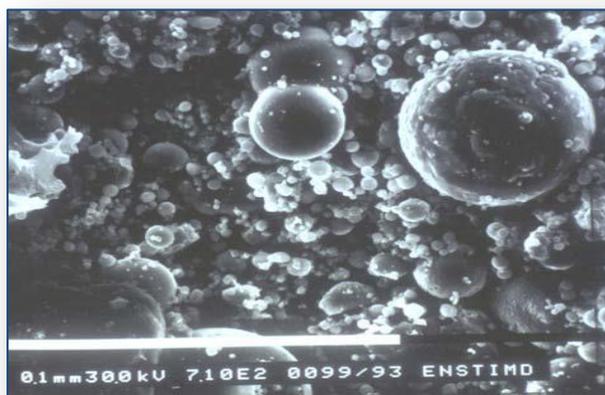


Figure II.1 : Vue microscopique d'une cendre alumineuse [10].

II.3.2. Cendres volantes silico-calcique

Leurs propriétés sont pouzzolaniques et/ou Hydrauliques (réactions d'hydratation et de prise). Elles sont essentiellement constituées de calcium (CaO) réactif, de silice (SiO_2) réactive et d'alumine (Al_2O_3). Le restant contient de l'oxyde de fer (Fe_2O_3) et d'autres composants. La proportion de calcium (CaO) réactif ne doit pas être inférieure à 10 % en masse. Les cendres volantes calciques contenant entre 10 à 15 % en masse d'oxyde de calcium (CaO) réactif, doit contenir au moins 25 % en masse de silice (SiO_2) réactive [9].

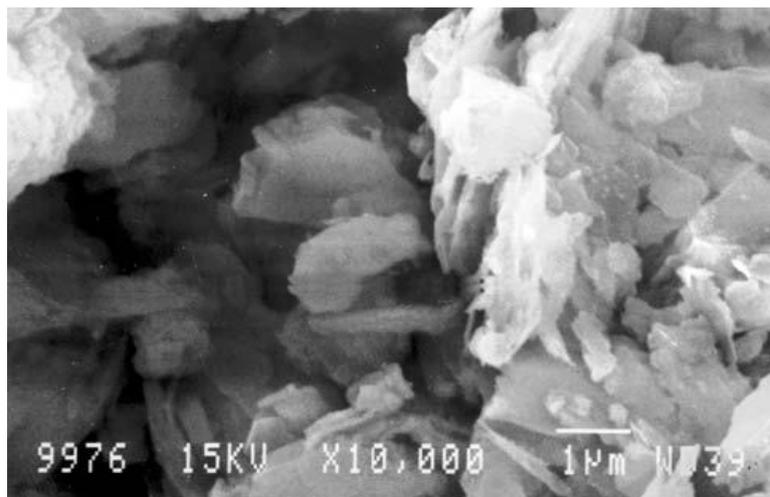


Figure II.2 : Vue microscopique d'une cendre Calcique [10].

II.4. La caractérisation des cendres volantes

II.4.1. Caractéristiques physiques

✓ Structure minéralogique

La matière initiale (stériles du combustible) est généralement constituée de silice Cristallisée sous forme de quartz et de minéraux phylliteux du groupe des argiles (Schistes). Au cours de la combustion, ces minéraux, étant donné la finesse de broyage Du combustible et les températures atteintes dans la flamme, changent de structure et Donnent naissance à une faible partie cristallisée sous forme de mullite et une partie Amorphe. Le quartz inerte ne change pas de structure et reste sous cet état [11].

✓ Forme et état de surface des grains

Les cendres volantes sèches se présentent sous forme de poudre fine, veloutée, douce Au toucher, analogue à une poudre de ciment. Les cendres volantes humides ont l'aspect D'un sable très fin. Au microscope, elles apparaissent comme un mélange de grains de formes et de couleurs variées ; Elles sont constituées d'une forte proportion de billes pleines ou creuses, avec parfois des grains anguleux avec boursouflures et vides, coquilles ouvertes. D'une façon générale, la surface des cendres volantes est lisse et brille [11].

✓ Finesse

La dimension des grains des cendres volantes s'échelonne de 0.5 à 200 microns. Leur Finesse varie en fonction de la nature du charbon (friabilité, teneur en matières volatiles),

Du type de chaudières et de l'état de broyeurs.

La surface spécifique Blaine est le plus souvent comprise entre 2200 et 4500 cm²/g, elle

Est analogue à celle d'un ciment [22].

✓ Densité

Les cendres volantes sont des matériaux particulièrement légers en travaux publics.

- La densité apparente moyenne des grains varie de 1.90 à 2.4 g/cm³.

- La densité de la matière est de l'ordre de 2.65 à 2.80 g/cm³ [11].

II.4.2. Caractéristiques chimiques

✓ Teneur en imbrûlés

La combustion n'est jamais totalement complète, il subsiste des petits grains de charbon

Entraînés avec les cendres. La teneur en imbrûlés des cendres peut varier de 1 à 6% ;

Dans des cas exceptionnels (de marche faible allure), et en présence d'un charbon

Pauvre en matières volatiles, cette teneur peut atteindre 10% [11].

✓ Composition chimique élémentaire

Les cendres volantes sont essentiellement composées de silice, d'alumine et de faibles

Quantités d'oxyde alcalin et alcalinoterreux dont la chaux à l'état combinée. Leur

Composition chimique varie dans le tableau ci-dessous en fonction de la provenance du charbon.

SiO ₂	43	à	54 %
Al ₂ O ₃	22	à	32 %
Fe ₂ O ₃ + TiO ₂	4	à	15 %
CaO	1	à	8 %
MgO	1	à	3 %
K ₂ O	2	à	5 %
Na ₂ O	0.5	à	1 %
SO ₃	0.2	à	2 %

Figure II.3 : composition chimique des cendres volantes.

✓ Pouvoir pouzzolanique

A la température ordinaire, les cendres volantes fixent la chaux pour donner un liant Hydraulique faisant prise en présence d'eau. Ce pouvoir pouzzolanique se manifeste par Deux phénomènes : combinaison avec la chaux donnant des composés insolubles, et Durcissement [11].

II.4.3. Caractéristiques géotechniques**✓ Granularité**

Les cendres volantes sont des matériaux très fins. En outre cette granularité est relativement serrée, presque la totalité du matériau étant comprise entre 5 et 20 microns. Le refus au tamis de 80 microns est généralement entre 10 et 20 % en poids et le refus au tamis de 50 microns est entre 15 et 40% [11].

✓ Perméabilité

Les cendres volantes sont relativement perméables par comparaison avec une argile. Le Coefficient de perméabilité des cendres compactées est de l'ordre de $0.5 \text{ à } 5 \cdot 10^{-5} \text{ cm/s}$, Analogue à celui des sables fins pollués [11].

✓ Sensibilité à l'eau

Les cendres volantes sont hydrophiles, elles peuvent absorber des quantités d'eau Notables (jusqu'à 20 à 25%) sans perdre leur stabilité mécanique. Mais dès que la teneur En eau atteint une valeur voisine de 40% les cendres forment une boue liquide. Elles Sont sensibles à l'eau : l'excès d'eau réduit la résistance et accroît leur déformabilité [11].

II.5. Les filières de valorisation des cendres

Les cendres volantes sont utilisées pour de nombreuses applications, soit seul soit mélangé à d'autres constituants. Elles peuvent rentrer dans la composition de ciments (conformément à la NF P 15-301), de liants hydrauliques routiers (conformément à la NF P 15-108), de béton (conformément la NF EN 450) [10].

➤ Valorisation en injection et comblements de cavités

Les travaux d'injection sont extrêmement divers et variés tant par leurs domaines d'application que par les produits employés. Ils consistent généralement à pomper un coulis qui doit faire prise une fois en place. Les cendres y trouvent traditionnellement un emploi important, surtout par les comblements de cavités [10].

➤ Valorisation en dépollution et inertage de déchets

L'inertage des déchets s'effectue par le piégeage des métaux lourds dans des procédés de prises pouzzolaniques. Les capacités de prise hydraulique des cendres volantes activées par l'adjonction d'un réactif présentent un intérêt économique non négligeable vu leur faible coût [10].

➤ Valorisation dans les bétons

- Les cendres volantes peuvent être ajoutées au béton à raison de 40 à 100 kg par m³ de béton, soit à l'état sec, soit à l'état humide. Il convient de bien les mélanger au béton pour obtenir une teinte uniforme.
- L'action des cendres volantes permet une amélioration de l'ouvrabilité, de la plasticité et de la compacité des bétons. Elles remplissent plus facilement les coffrages et l'aspect du béton au démoulage est amélioré (cela est dû en partie à la forme arrondie des cendres brutes jouant un peu le rôle de petits roulements à billes).
- Les cendres permettent de réduire la teneur en eau à ouvrabilité égale et dans ce cas de diminuer le ressuage, d'augmenter l'imperméabilité et par conséquent la durabilité. L'amélioration est d'autant plus marquée que les cendres sont plus fines [6].

➤ Valorisation dans le ciment

Les cendres volantes sont utilisées en cimenterie :

- Soit pour la préparation de la matière première (le cru), en remplaçant de l'argile puisqu'elles apportent la silice, l'alumine et le fer. Le cimentier n'a plus à broyer et à sécher l'argile, les cendres sont faciles à doser, à transporter et les imbrûlés qu'elles contiennent constituent un apport de combustible suffisant.

- Soit lors du broyage final (avec le clinker, le gypse et les éventuels autres constituants secondaires). Le passage dans le broyeur permet d'augmenter leur réactivité et d'obtenir un mélange homogène. De plus, les cendres volantes favorisent le broyage et augmentent le rendement des broyeurs (grâce aux imbrûlés) [6].

Les ciments contenant des cendres volantes présentent des caractéristiques améliorées.

II.6. La toxicité des cendres

Puisque les cendres volantes peuvent contenir des traces de métaux lourds et autres contaminants, le débat est ouvert quant aux dangers pour la santé que représente l'exposition au béton contenant des cendres volantes.

Conclusion

La connaissance approfondie de la cendre, sa composition chimique et minéralogique, visant à connaître son pourcentage en métaux lourds et en composé organique toxique ainsi que les différents minéraux qui la constituent et le pouvoir pouzolanique de celle-ci permettent d'appréhender la valorisation de la cendre dans divers domaines. En ce qui nous concerne, nous allons étudier sa valorisation dans le ciment, le chapitre suivant va nous renseigner sur les conditions et la faisabilité de l'incorporation des cendres dans le ciment.

Introduction

La valorisation des cendres dans le ciment permet d'une part de résoudre les problèmes qui se posent sur le plan écologique et la pollution de l'environnement, et d'autre part l'utilisation rationnelle et économique des matériaux locaux.

Depuis plusieurs années, l'incorporation des cendres volantes dans le ciment est une pratique largement répandue et documentée. En plus d'améliorer plusieurs propriétés du ciment, le remplacement partiel du ciment par les cendres offre plusieurs avantages. Ce chapitre comprend une présentation générale d'un ciment portland, ses caractéristiques et son mécanisme d'hydratation, et met en évidence les éventuels effets bénéfiques des cendres, sur les propriétés de ce ciment.

III.1. Définition de ciment portland

Le ciment portland est un liant hydraulique qui se présente sous forme de poudre minérale s'hydratant en présence d'eau. Il forme une pâte qui fait prise et qui durcit progressivement à l'air. C'est le constituant fondamental du béton puisque c'est lui qui joue le rôle de cohésion des différents constituants [12].

III.2. Fabrication de ciment Portland

La base du ciment Portland, le clinker, est fabriquée à partir d'un mélange de calcaire et d'argile extraits de carrières. Après extraction et concassage, ces deux roches sont mélangées, décarbonatées et transformées lors d'une cuisson dans un four où la température atteint 1450c°. Le produit formé, le clinker, est trempé à l'air. Les granules de clinker sont ensuite broyés finement. À ce clinker, sont ajoutés du gypse (3 à5%), qui agit comme régulateur de prise, et éventuellement d'autres constituants tels que des fillers calcaires, de la fumée de silice, des laitiers de haut-fourneau ou des cendres volantes, en fonction du ciment à composer [13].

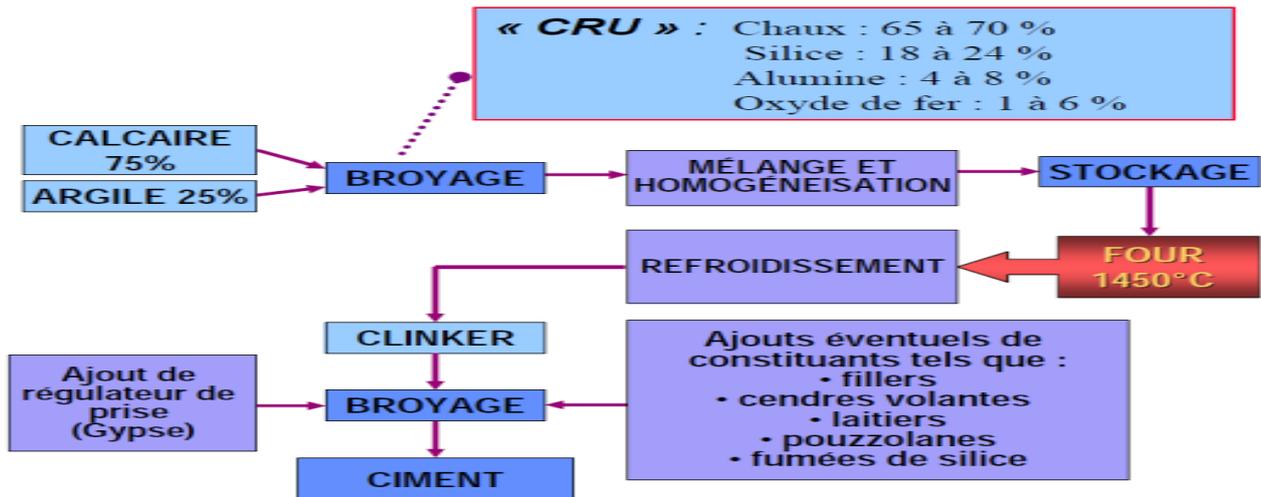


Figure III.1 : Schéma de la fabrication de ciment portland [14].

III.3. Les Constituants du ciment portland

III.3.1. Le Clinker



Figure III.2 : le clinker

Le composant principal du ciment Portland est le clinker. Il est obtenu à partir d'un mélange de silicates et d'aluminates de calcium résultant de la combinaison de la chaux (CaO) avec la silice (SiO₂), l'alumine (Al₂O₃) et l'oxyde ferrique (Fe₂O₃) [15].

Le clinker est un matériau hydraulique se présentant sous la forme de petits nodules très durs composés essentiellement des quatre phases cristallines suivantes [18]:

- Silicate tricalcique C₃S (Alite) ;
- Silicate dicalcique C₂S (Belite) ;
- Aluminate tricalcique C₃A (Célite I);
- Ferro aluminate calcique C₄AF (Célite II).

Tableau III.1 : proportion et rôle des constituants du clinker [16]

Constituant et notation	Formule chimique	Proportion dans le clinker	Rôle dans l'hydratation, la prise et le durcissement du ciment
Alite C_3S	$3CaO.SiO_2$	50-70 %	Prise initiale et contribution à la résistance initiale.
Bélite C_2S	$2CaO.SiO_2$	15-30 %	Résistance au-delà d'une semaine.
Célite I C_3A	$3CaO.Al_2O_3$	5-10 %	Dégagement de chaleur lors de l'hydratation, prise rapide en l'absence de gypse.
Célite II C_4AF	$4CaO.Al_2O_3Fe_2O_3$	5-15%	Diminution de la température de clinkérisation, hydratation rapide mais faible contribution à la résistance.

III.3.2. Le gypse($CaSO_4$)

Le clinker « pur » très fin est caractérisé par de courts délais de prise (3 à 5 min), ce qui le rend pratiquement inutilisable. Ce fait est surtout dû à la célite (C_3A) qui s'hydrate rapidement tandis que ses hydrates deviennent rapidement compacts et se cristallisent. Il s'ensuit que pour ralentir la prise du ciment, il faut lier les hydro-aluminates de calcium en d'autres composés. Ce rôle peut bien être joué par le gypse qui réagit énergiquement avec l'hydro-aluminate tricalcique et produit un sel insoluble l'hydro-sulfo-aluminate de calcium ($3CaO.Al_2O_3.3CaSO_4.31H_2O$) [7].

III.3.3. Les ajouts minéraux

Ces ajouts jouent le rôle suivant: d'après leur composition ils se présentent principalement par de la silice amorphe qui réagit activement avec l'hydroxyde de chaux qui se forme lors de l'hydratation des minéraux faisant partie du clinker [7].

III.4. L'eau de gâchage

L'eau destinée au gâchage des pâtes de ciments doit être propre et ne doit pas contenir d'impuretés qui pourraient nuire à la qualité de la pâte (matières organiques ou chimiques...). Il faut être attentif au dosage, car un excès d'eau nuit à la durabilité et diminue la résistance des pâtes durcies. **La norme NF EN 206-1** fixe la quantité d'eau maximale de gâchage, le ciment portland demande environ 25% de son poids en eau pour s'hydrater complètement. Toute variation de la quantité d'eau entraîne des modifications de la vitesse de durcissement et des performances mécaniques.

Les différentes phases du ciment vont s'hydrater suivant un processus **exothermique de dissolution-précipitation** pour former un matériau cohésif [33], [34].

L'hydratation du ciment Portland se décompose en cinq phases (Figure III.3) :

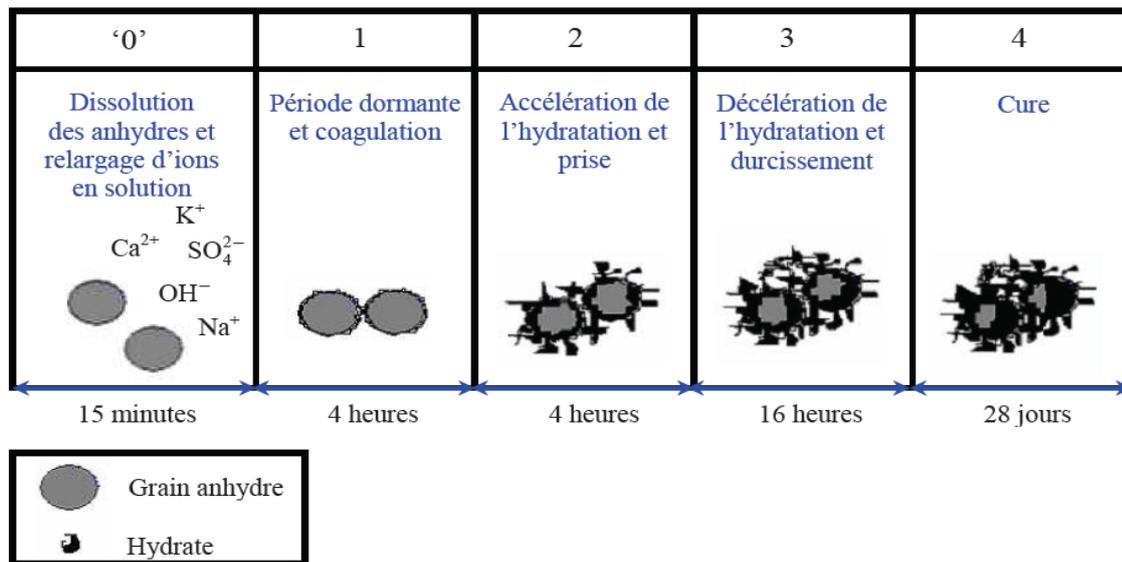


Figure III.3 : Schéma récapitulatif de l'hydratation de deux grains de ciment [19].

Le processus d'hydratation évolue dans le temps et est découpé en 5 étapes :

- ✓ **Etape I** : la période initiale est marquée par un important dégagement de chaleur consécutif à la dissolution des phases anhydres qui libèrent très rapidement différents ions (Ca^{2+} , Na^+ , K^+ , SO_4^{2-}). La concentration des espèces devient rapidement constante.

✓ **Etape II** : la période d'induction se traduit par la diminution du flux thermique lié à la diminution de la vitesse de dissolution. Formation de l'étrangéité et des hydrates (C-S-H,...). Ces phénomènes déterminent le comportement rhéologique du ciment.

✓ **Etape III** : la période d'accélération correspond à la précipitation des hydrates et plus particulièrement aux points de contact entre les grains ce qui engendre à la prise du ciment.

✓ **Etape IV** : la période de décélération se traduit par une lente diminution du flux thermique, par le ralentissement de la précipitation des hydrates et par le durcissement de la pâte [20].

✓ **Etape V** : l'hydratation se poursuit et des hydrates se forment pendant plusieurs jours voire plusieurs années après la prise. La porosité décroît continuellement et le réseau de produits hydratés devient de plus en plus dense.

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

III.5. Hydratation d'un ciment Portland

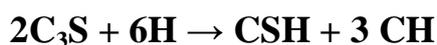
III.5.1. Processus d'hydratation

Le terme "hydratation" désigne l'ensemble des réactions chimiques qui se produisent quand un ciment anhydre se trouve en contact avec l'eau.

L'hydratation d'un ciment Portland peut se résumer, dans une approche simplifiée, à l'hydratation des quatre phases majoritaires du clinker : C_3S , C_2S , C_3A et C_4AF [15].

III.5.1.1. Hydratation du silicate tricalcique C_3S

L'hydratation des silicates produit des gels de silicate de calcium hydraté et l'hydroxyde de Calcium. La réaction du C_3S avec de l'eau est la suivante:



Où CSH représente le $3CaO \cdot 2SiO_2 \cdot 3H_2O$ (Silicate de calcium hydraté) et CH représente le $Ca(OH)_2$ (Portlandite).

Les hydrates ainsi obtenus au cours de l'hydratation du C_3S (figure III.4) sont:

➤ Les silicates de calcium hydratés (CSH) qui occupent entre 60 et 70% du volume de solide d'une pâte de ciment complètement hydratée. Ils ont une structure en feuillets formée de cristaux très petits et mal cristallisés.

➤ L'autre composant principal dans l'hydratation des silicates tricalciques est l'hydroxyde de calcium CH (ou Portlandite) qui occupe entre 20 à 25% du volume des solides de la pâte de ciment complètement hydratée. La portlandite a une morphologie hexagonale prismatique. Elle participe peu au développement de la résistance. En fait, la présence de la portlandite peut être un risque, parce qu'elle est fortement soluble et susceptible à l'attaque d'acide et de sulfate [21].

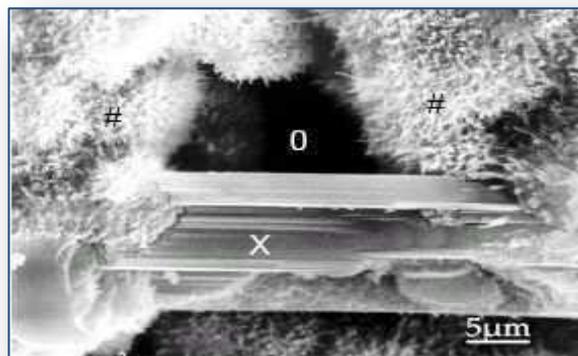


Figure III.4 : CSH fibreux avec Cristal de Portlandite (X) entre des CSH (#),
La porosité est repérée par (O) [22].

III.5.1.2. Hydratation du silicate bi-calcique C_2S

Une fois hydraté, C_2S donne aussi des CSH. La réaction est donnée par:



L'hydratation de C_2S produirait 82% de gel de CSH et seulement 18% de CH, donc une quantité plus élevée de C_2S dans le ciment aurait comme conséquence plus de résistance. Pour la résistance au jeune âge, cependant, plus de C_3S est nécessaire, parce que sa vitesse de réaction est plus élevée [18].

III.5.1.3. Hydratation de l'aluminate tricalcique C_3A

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

Cette réaction globale d'hydratation de C_3A s'effectue en étapes suivantes



Étape 1 : Formation d'ettringite (phase AFt)

Les aluminates réagissent avec le sulfate du gypse pour former de l'ettringite TSA (tri-sulfo-aluminate de calcium hydraté) : $((CaO)_6(Al_2O_3)(SO_3)_3, 32H_2O)$. Cette réaction est fortement exothermique. Une couche d'hydrates vient entourer les aluminates qui forment alors une couche protectrice autour du grain.

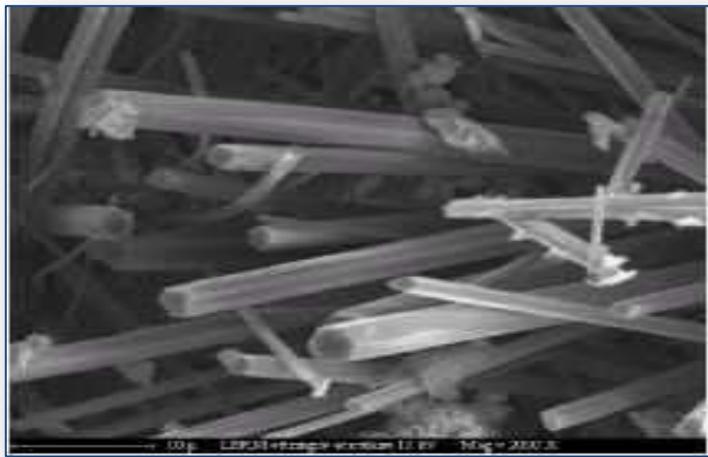


Figure III.5 : Microscopie Electronique à Balayage, ettringite aciculaire (aiguille) dans
Un béton [23].

Étape 2 : Transformation de l'ettringite en mono sulfate de calcium hydraté

Lorsque le gypse est épuisé, la concentration en sulfates de la solution baisse. L'ettringite devient alors instable et se dissout pour former du mono-sulfate de calcium hydraté (appelé AFm) : $((CaO)_3(Al_2O_3)(CaSO_4), 12H_2O)$. Les réactions chimiques s'intensifient.

Étape 3 : Hydratation des aluminates résiduels

Au bout de quelques semaines, en général, l'ettringite se transforme totalement en mono-Sulfo-aluminate. Au-delà d'un mois, les réactions se poursuivent lentement avec l'aluminate (C_3A) et l'aluminoferrite (C_4AF) pour former de l'aluminoferrite de calcium hydraté. Même si les séquences

réactionnelles sont proches du C₃A, l'alumino-ferrite tétra-calcique (C₄AF) est nettement plus lent à réagir et n'apparaît de manière significative qu'une fois que le gypse est totalement épuisé.

III.5.1.4. Hydratation de l'alumino-ferrite tétra-calcique C₄AF

Le C₄AF réagit avec le gypse avec un mode semblable que celui de C₃A, mais dans ce cas, la réaction est beaucoup plus lente. Dans la première étape de la réaction, le C₄AF produit une forme élevée de sulfo-aluminate de calcium qui réagit avec l'excès de C₄AF pour donner une basse forme de sulfo-aluminate. Ces sulfo-aluminates occupent environ 15-20% du volume de solides dans la pâte. La réaction du C₄AF dégage peu de chaleur et participe peu au développement de la résistance [21].

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

➤ Représentation schématique de la pâte de ciment hydratée

Le schéma suivant nous montre une pâte de ciment partiellement hydratée (on ne montre pas les bulles d'air).

Des grains de ciment (de l'ordre de 10 à 20 μm au départ) sont partiellement dissous et recouverts de la couche d'hydrates initiale. Les C-S-H et la chaux hydratée sont déposés autour des grains.

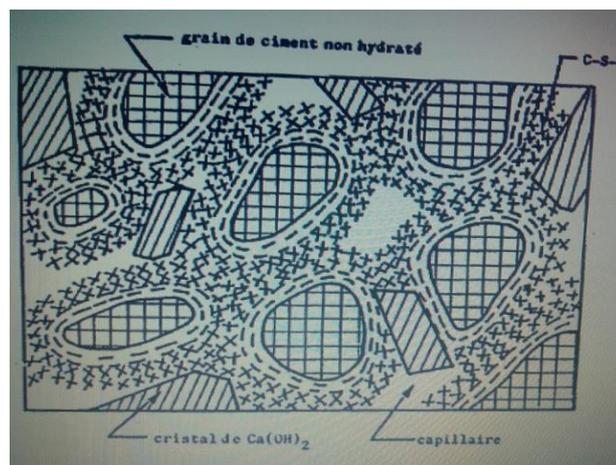


Figure III.6 : Une pâte de ciment partiellement hydratée

Les capillaires, les espaces remplis d'eau entre les grains de ciment, sont, comme nous l'avons dit, de toutes les dimensions. Sur ce schéma, leur dimension est fortement exagérée. Dans cette pâte, à mesure que l'hydratation va progresser, les hydrates, principalement les C-S-H et la chaux, vont remplir les capillaires et

les réduire graduellement. La pâte se densifie avec l'hydratation. Les pores de gel ne sont évidemment pas visibles sur ce schéma.

III.6. Les ajouts cimentaire

Les ajouts sont des matières premières naturelles, artificielles, sous-produits d'une autre industrie, résidus industriels ou déchets industriels polluants. Ils sont ajoutés soit au mélange de matières premières avant le broyage, soit à la farine crue, soit au clinker portland avant ou après le broyage. Leurs utilisations apportent une amélioration des propriétés mécaniques des matériaux cimentaires. Parmi les ajouts cimentaires couramment utilisés figurent des déchets d'autres industries tels que cendres volantes, laitier de haut fourneau et fumée de silice.

III.6.1. Influence des ajouts cimentaires

Depuis quelques années, des ajouts cimentaires sont utilisées pour remplacer une partie du ciment. Les ajouts cimentaires peuvent être de nature hydraulique, c'est-à-dire qu'ils s'hydratent de façon autonome au contact de l'eau. Ils peuvent aussi réagir de façon pouzzolanique, c'est à dire qu'en présence d'eau, l'ajout réagit avec la portlandite pour former des C-S-H. Cette réaction est particulièrement intéressante puisque la portlandite, qui contribue peu à la résistance, est remplacée par des C-S-H qui sont beaucoup plus liants [24].

Selon les réactions suivantes [25] :

- Réaction chimique principale :



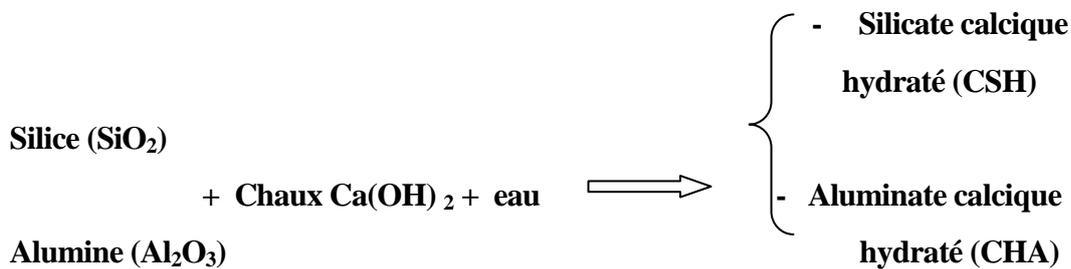
- Réaction pouzzolanique :



Les ajouts cimentaires modifient aussi la cinétique d'hydratation et l'évolution de la résistance dans le temps [26]. À long terme, la composition des hydrates et la porosité qui résultent de l'hydratation des ajouts cimentaires peuvent varier par rapport à celles résultant de l'hydratation du ciment [27]. Ces différences microstructurales sont susceptibles d'influencer divers aspects de la durabilité, notamment la résistance aux agressions chimiques. Ces aspects sont élaborés davantage dans d'autres ouvrages (de Larrard 1999; Neville 2000; Mindess et coll. 2003; Malhotra et Mehta 2005).

III .7. Incorporation des cendres dans le ciment

On peut fabriquer des pâtes de ciment en utilisant seulement du ciment Portland. Mais son hydratation libère une grande quantité de chaux par suite de la réaction d'hydratation du C_2S et du C_3S (30 % de la masse anhydre du ciment). Cette chaux contribue à la chute de résistance de la pâte de ciment hydraté. Elle peut même être responsable des problèmes de durabilité puisqu'elle peut être assez facilement lessivée par de l'eau, ce lessivage augmente alors la porosité de la pâte de ciment [7]. Par contre, la substitution partielle d'une certaine quantité de ciment par des cendres peut être avantageuse, les cendres sont l'une des pouzzolanes les plus couramment utilisées dans l'industrie de la construction, elles présentent des propriétés pouzzolaniques, elles contiennent des phases silicates et aluminates capables de former des hydrates du système ternaire $CaO-SiO_2-Al_2O_3-H_2O$ en présence de chaux et d'eau [28]. L'effet pouzzolanique des cendres est lié à son aptitude à fixer de la chaux en milieu aqueux, avec production de phases nouvelles ayant le caractère de liant. Ainsi, mélangées au ciment portland, les cendres consomment de la portlandite (hydroxyde de calcium) un hydrate du ciment portland, pour former un gel silico-calcique ($CaO_x-SiO_2 y -H_2O_z$) qui constitue la phase principale du ciment hydraté [29]. La réaction pouzzolanique des cendres volantes s'écrit [20]:



Le bénéfice de cette réaction est double puisque d'une part, la formation de gel CSH qui remplit les pores capillaires et augmente la résistance et l'imperméabilité des matériaux (par affinage de ces pores capillaires et par transformation des gros cristaux de CH en des CSH cristal) qui est à l'origine des résistances mécaniques du ciment et d'autre part, la disparition de la portlandite renforce la durabilité du ciment composé [29].

La réaction pouzzolanique se déroule lentement, elle se manifeste essentiellement après 28 jours. J. BARON et al [30] ont montré que cette réaction est pratiquement constante entre 2 et 28 jours, mais après 28 jours, l'activité pouzzolanique augmente, faisant croître la résistance mécanique et la présence de cendres volantes modifie l'hydratation du clinker dans la mesure où [31] :

- Elle agit sur la cinétique d'hydratation,
- Elle dilue et consomme la portlandite par réaction pouzzolanique,

- Elle modifie la composition des hydrates du clinker et produit ses propres hydrates.

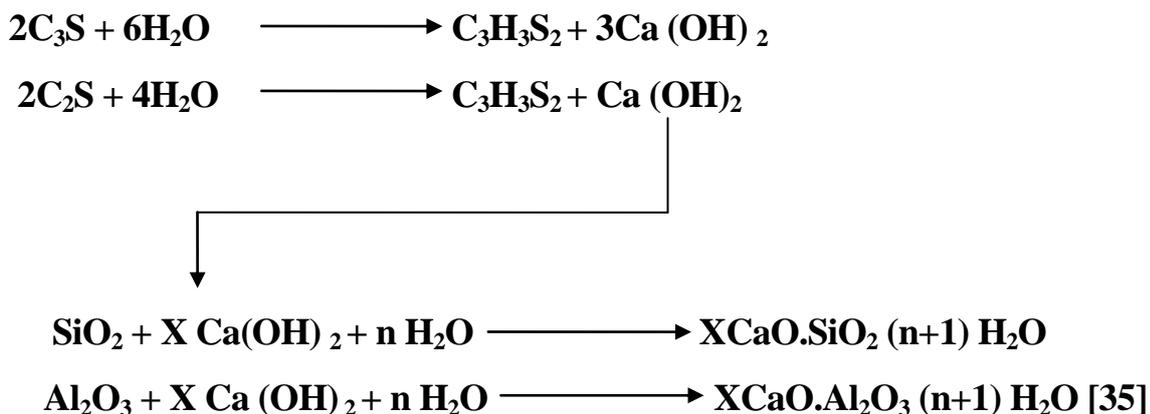
La cinétique de réaction pouzzolanique des cendres volantes est très lente et dépend de nombreux facteurs (surface spécifique, composition, inclusions de phases cristallines dans la phase vitreuse, teneurs en alcalin et en sulfate du ciment, ...).

En conclusion, les cendres volantes comme les autres ajouts (le laitier, les pouzzolanes) présentent une caractéristique commune : elles contiennent les trois constituants fondamentaux du clinker (la chaux, la silice et l'alumine).

III.7.1. L'hydratation de ciment pouzzolanique (ciment + cendre)

Les réactions d'hydratation du ciment pouzzolanique (ciment + cendre) peuvent être considérées séparément, bien que dans une certaine mesure elles se produisent en même temps. En fait pouzzolanique, qui est plus lent que la réaction d'hydratation du ciment, peut avoir lieu seulement après l'hydrolyse de C₃S et de C₂S qui forment l'hydroxyde de calcium [32]. Il est noté que la première est une réaction de consommation de chaux, tandis que la dernière est une réaction de production de chaux [33].

En ce qui concerne la réaction pouzzolanique, puisque les composants principaux sont SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃ et CaO, les produits de l'hydratation du ciment pouzzolanique sont semblables à ceux de l'hydratation du ciment Portland ; ces produits sont le silicate de calcium hydraté (CSH) et l'aluminate de calcium hydraté (CAH) qui sont les produits de la réaction entre la silice et l'alumine de la pouzzolane avec l'hydroxyde de calcium [34].



Cette réaction est généralement lente et peut se développer sur plusieurs semaines, dans une première phase de l'hydratation, ces cendres sont inactives et retardent plus ou moins la montée en résistance des pâtes de ciment. Dans une deuxième phase, ils réagissent lentement avec l'hydroxyde de

calcium pour former des composés insolubles, analogues aux hydrates de ciment. Donc par cet effet pouzzolaniques, ces cendres contribuent ainsi à élever la compacité et la résistance finale de la pâte de ciment, mais ils nécessitent en conséquence un allongement de la durée de cure.

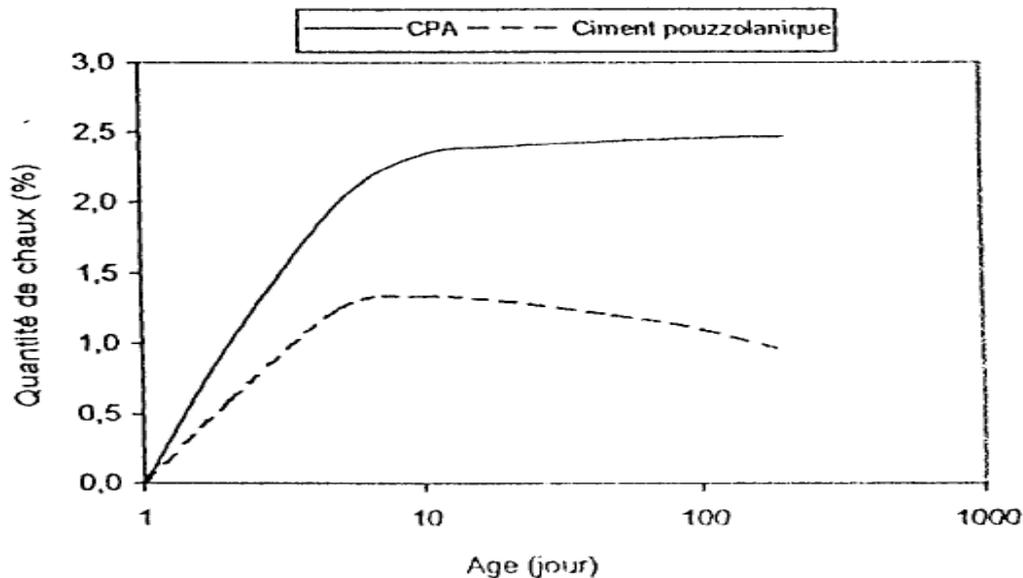


Figure III.7: Changement de la quantité de chaux d'un ciment pouzzolanique hydraté [34].

III.7.2. Influence de différents paramètres sur l'incorporation des cendres dans les pâtes de ciments

III.7.2.1. Forme des particules

La forme sphérique des particules des cendres a une influence positive sur les propriétés mécaniques des pâtes de ciment. Cependant, la forme non sphérique des particules des cendres a une influence négative sur la « maniabilité » ou la « viscosité » des mortiers contenant des cendres. En effet, il n'y a pas « d'effet lubrifiant » sur le mélange, et les cendres absorbent plus d'eau que le ciment [36,37]. Pour pallier ce problème et obtenir une maniabilité équivalente à celle d'un mélange sans cendres, on pourrait naturellement augmenter la quantité d'eau. Toutefois, l'augmentation de rapport eau/ciment n'est pas sans conséquence sur les propriétés mécaniques des matériaux obtenus après hydratation [38].

III.7.2.2. Granulométrie des cendres

L'utilisation d'ajouts cimentaires (cendres) a des effets sur plusieurs propriétés de ciment. La forme géométrique et la finesse des particules influent sur la maniabilité et le ressuage des pâtes frais [39]. Cependant plus la cendre est fine et vitreuse, plus sa réaction avec la chaux est rapide.

La granulométrie des cendres a également une influence sur la maniabilité déjà évoquée des mortiers. En effet, celle-ci diminue lorsque la finesse des cendres augmente. La finesse des cendres est un paramètre important pour le développement de la résistance mécanique des mortiers : les fractions les plus grossières rendent les plus faibles valeurs de résistance [40]. Le broyage mécanique peut diminuer la granulométrie, tandis que l'activité pouzzolanique des cendres change peu en fonction de leur surface spécifique. Ce broyage ne modifie pas les constituants cristallins et la densité.

III.7.2.3. Rapport Eau/ ciment (E/C)

Pour obtenir un ciment durci de caractéristiques correctes il est important que le mélange du ciment en poudre et l'eau soient faits dans des proportions convenables. Pour assurer une hydratation complète du ciment il vaut mieux un excès d'eau au départ. Pour cela on utilise un rapport (E/C) variable, selon les conditions de cimentation.

Le rapport eau/ciment exerce une grande influence sur les propriétés des pâtes de ciment :

- **E/C croissant (Excès d'eau) peut provoquer :**
 - Une augmentation de la porosité.
 - Une diminution de la pression hydrostatique sur la formation.
 - Un allongement de temps de comptabilité.
 - Une diminution de la résistance mécanique et chimique du ciment.

- **E/C décroissant (Une faible teneur en eau) donne :**
 - Un laitier de ciment plus dense.
 - Donne des ciments moins perméables.
 - Minimise le retrait.
 - Diminution de volume total des pores capillaires, permet aussi de réduire leur Diamètre [35].

III.8. Avantages de l'incorporation des cendres dans le ciment

III.8.1. Avantages économiques

- ❖ Economie de la matière (clinker), et de l'énergie.

L'introduction des ajouts (cendres volantes) dans la confection du ciment présente un facteur bénéfique car la consommation en clinker baisse en fonction des taux d'ajouts. En effet, le clinker étant obtenu par transformation de la crue (argile + calcaire) nécessite une dépense d'énergie très importante pouvant être réduite par l'introduction des cendres [41]. La réaction pouzzolanique étant à base de produits de faible coût et la durabilité est garantie [42].

III.8.2. Avantages techniques

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

- D'une meilleure résistance aux agressions chimiques (la résistance à l'attaque des sulfates où la cendre volante se combine avec l'hydroxyde de calcium libre, ce qui l'empêche de réagir avec les sulfates).

- Perméabilité réduite L'effet de tassement des particules sphériques de la cendre volante contribue à diminuer sa perméabilité. La cendre volante réagit chimiquement avec la chaux pour former des chaînes (C-S-H) supplémentaires qui bloquent les canaux de ressuage et obturent les pores des pâtes de ciment. En effet, les actions chimiques sont réduites quand la portlandite est moins abondante, soit qu'elle est consommée (ciment aux cendres).

- Les résistances mécaniques sont un peu plus faibles les premiers jours, mais elles deviennent plus importantes à long terme (effet de la pouzzolanité des cendres). L'amélioration des résistances mécaniques due aux pouzzolanes (cendres) n'est pas liée exclusivement à l'effet pouzzolanique. Il existe aussi des effets physiques, en relation avec leur finesse et leur morphologie [43], [44], [45]. Les grains de cendre vont notamment accélérer l'hydratation du ciment portland, sous l'effet de la germination hétérogène, conduisant à une amélioration de la résistance mécanique du matériau, du moins au jeune âge. Leur finesse améliore aussi la compacité des pâtes de ciment (effet filler) [46].

III.8.3. Avantages environnementaux

En incorporant des cendres volantes aux ciments, les fabricants de ciment et de béton peuvent réduire les émissions des gaz à effet de serre qui accompagnent la fabrication du ciment portland et du béton. L'emploi accru des cendres volantes dans la fabrication des Ciment assure une protection durable de l'environnement en ce qu'il permet d'éviter l'aménagement de nouveaux lieux d'enfouissement, d'économiser d'autres ressources naturelles et par ailleurs de conserver cette précieuse ressource pour utilisation éventuelle [47].

Conclusion

Economiser de l'énergie et préserver les ressources naturelles comparées au ciment Portland. Cet argument est en partie juste, mais le principal argument en faveur de l'incorporation des cendres dans les pâtes de ciment est en réalité qu'ils apportent des avantages techniques considérables. et ceci en raison de leur composition chimique, de leur réactivité, de leur granulométrie ainsi que de la forme de leurs éléments. Donc l'utilisation des cendres volantes s'inscrit dans une politique de développement durable.

IV.1. Méthodologie de travail

Pour répondre aux différents objectifs de la recherche, les essais ont été divisés en trois grandes parties :

Tout d'abord, une caractérisation approfondie de la CVM. Cette caractérisation a pour objectif de vérifier que celle-ci peut répondre à un certain nombre de critères conformes à un déchet inerte ou non dangereux.

Dans une deuxième partie :

Détermination de la capacité d'absorption de plusieurs résines afin de choisir celle dont l'absorption est importante et enfin la mélanger dans le matériau cimentaire (CP, CVM, résine). Les pâtes de ciment à différentes substitutions (CVM, résine) ont été élaborées. Pour cette partie, il a fallu mis au point une formulation satisfaisante et vérifier que les propriétés mécaniques des pâtes répondaient bien aux caractéristiques d'usage.

Enfin, étude du comportement de la résine sur le matériau cimentaire (optimisation de la quantité de polymère, comportement du matériau lors de la pulvérisation d'eau, ainsi que l'effet de la granulométrie de la résine au niveau du matériau cimentaire).

IV.2. Produits et matériels utilisés

Pour la réalisation des expériences de notre travail de recherche, on a besoin d'avoir des produits, des équipements et des dispositifs d'analyse qui sont les suivants :

IV.2.1. Produits utilisés

- Ciment 52,5 ;
- CVM (cendres d'incinération des médicaments) ;
- Eau distillée ;
- Eau potable ;
- Une résine absorbante à base de PAA : E1b ;

IV.2.2. Matériels

- Mortier ;
- Série des tamis (80, 70, 60, 50, 40, 30 μ m...) ;
- Etuve ;
- Agitateur ;
- Balance électrique ;
- Appareil de Vicat ;

- moules prismatiques 40 x 40 x 160 mm³ ;
- Dispositif de la Résistance en flexion ;
- Dispositif de la Résistance à la compression ;
- Dispositif d'analyse :
 - Fluorescence X : spectromètre de marque thermo Scientific niton XL3t tube à rayons X à base (XRF), ECFERAL
 - Diffraction des rayons X (DRX) : PANalyticalX'Pert PRO, laboratoire de recherche université Boumerdes.
 - Absorption atomique : Thermo Elemental de marque SOLAAR. Unité de recherche université Boumerdes.

IV.3. Protocole expérimental

IV.3.1. Préparation des échantillons de cendres volantes

➤ Les cendres volantes que nous avons utilisées dans ce travail sont des cendres de couleur noire. Ces cendres sont venues d'une usine d'incinération des déchets pharmaceutiques (ECFERAL), de l'incinération de différents médicaments périmés et mis en stock le jour même de l'incinération.



Figure IV.1 : CVM

- Les échantillons de CVM prélevés ont subi les opérations préliminaires suivantes :
 - Séchage de la CVM dans l'étuve à 105°C°



Figure IV.2 : Étuve de séchage du CVM.

- Broyage de la CVM à l'aide d'un mortier et pillant



Figure IV.3 : Broyage de la CVM.

- Tamisage de la poudre de la CVM afin d'obtenir une cendre très fine (tamis de 80µm ,40µm).

IV.3.2. Caractérisations physico-chimiques de la CVM

IV.3.2.1. Analyse physique

IV.3.2.1.1. Taux d'humidité

Le taux d'humidité a été mesuré conformément à la norme française NF ISO 11465. Des échantillons de cendre ont été placés dans un four à 105°C jusqu'à l'obtention d'une masse constante. Le taux d'humidité est alors calculé comme suit :

$$W_{\text{eaux}} = m_{\text{eau}} / m_{\text{total}} \times 100$$

Où :

W_{eaux} : est le taux d'humidité d'échantillon (en %);

m_{eau} : est la masse d'eau évaporée lors de l'essai (en g);

m_{total} : est la masse initiale de l'échantillon (en g).

IV.3.2.1.2. Détermination de la perte de feu (pf)

La mesure de la perte au feu ou LOI (loss on ignition en anglais) donne une indication sur le taux de matière organique et la teneur en carbone organique.

Sécher environ 3g d'échantillon dans une étuve à 105°C. Prendre une prise d'essai de 1g, dans un creuset en porcelaine probablement taré, soit p_1 . Introduire dans un four à moufle froid, augmenté progressivement la température jusqu'à 1000°C et la maintenir pendant 1 heure. Retirer le creuset et le mettre dans un dessiccateur puis laisser refroidir et peser p_2 . La valeur de la perte au feu est donnée par la relation suivante :

$$Pf = (p_1 - p_2 / p_1) \times 100$$

IV.3.2.1.3. Densité

Peser un volume de 100 ml de CVM grâce à un tube gradué de 100 ml puis calculer la densité par la formule suivante :

$$\text{Densité} = \text{masse} / \text{volume}$$

IV.3.2.1.4. Surface de Blaine

La finesse de broyage de CVM est exprimée par sa surface spécifique. C'est-à-dire la surface développée par unité de masse cette valeur s'exprime en [cm²/g]. Elle est mesurée au moyen du test de Blaine selon la norme [NF P 196 - 6], dit de perméabilité à l'air, selon la relation d'Arcy-Kozeny, qui établit que la traversée d'un lit de granules par un fluide est affectée par la surface spécifique de ces granules. Ainsi, en calculant la durée que met un gaz sous pression à traverser un volume donné de granules, on peut déduire la surface des granules. Plus le broyage est fin, plus la surface calculée est importante. Cette expérience se produisant dans un volume déterminé.

IV.3.2.1.5. Granulométrie

L'analyse granulométrique de la CVM est effectuée par le granulomètre laser par voie sèche à différentes pressions (type Mater Sizer 2000).

IV.3.2.2. Analyse chimique

L'analyse des éléments majeurs a été analysée par un spectromètre de marque Thermo Scientific Niton XL3t tubes à rayons X à base (XRF) avec la technologie GOLDD™



Figure IV.4 :Dispositif d'analyse des éléments majeurs des CVM.

Les éléments mineurs ont été détectés avec une absorption atomique Thermo Elemental de marque SOLAAR. Unité de recherche université Boumerdes.

IV.3.2.3. Analyse minéralogique

D'une manière générale, la diffraction des rayons X permet d'identifier les phases minéralogiques présentes dans les cendres.

IV.3.3. Ciment portland CP

Le ciment Portland CEM I 52,5 R est un ciment Portland pur broyé à finesse élevée qui répond largement aux spécifications imposées pour la classe de résistance 52,5 N suivant la norme européenne du ciment (EN 197-1), notamment en ce qui concerne les résistances à court terme.



Figure IV.5 : Ciment portland 52.5

- La poudre de ciment est tamisée (tamis de 80 µm)

IV.3.3.1. Caractérisation chimique

La composition chimique de ciment est donnée par le tableau suivant :

Tableau IV.1: Composition chimique du ciment Portland en %.

Elément	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O
%	20,23	5,24	2,00	65,77	1,13	3,06	0,19

Elément	Na ₂ O	P.F	Total	Cl ⁻	CaOL	Insol	H ₂ O
%	0.19	0.42	99.61	0.002	-	-	-

▪ L'eau de gâchage

Nous avons utilisé dans nos expériences l'eau potable du robinet de la ville de BOUMERDES.

IV.3.4. L'obtention de la résine

On a utilisé la résine E1b à base de PAA synthétisé au niveau du laboratoire de Bab Zouar



Figure IV.6 : une résine à base de PAA

IV.3.4.1. Réaction de modification

Les modifications de poly (acide acrylique) ont été effectuées en solution, en absence et en présence d'un catalyseur acide.

Les conditions expérimentales des réactions de modification sont données dans les tableaux suivants :

Tableau IV.2 : Conditions opératoires pour la formation E1.

PAA (moles)	Solvant	Catalyseur	Température du bain (°C)	Temps de réaction (mn)
0.041	DMF	Sans catalyseur	100	45

Tableau IV.3 : Conditions opératoires pour la formation E2.

PAA (moles)	Solvants	Catalyseur	Température du bain (°C)	Temps de réaction (mn)
0.041	Benzène	HCl concentré	100	65

IV.3.4.2. Etude de l'absorption en eau de la résine E1b par à port aux autres résines

L'étude de l'absorption en eau a été menée par gravimétrie selon le protocole suivant :

Dans un bêcher on introduit une quantité de résine, puis on ajoute progressivement de l'eau sous agitation magnétique jusqu'à absorption totale du liquide.

L'addition d'eau est renouvelée jusqu'à saturation de la résine.

IV.4. Méthodes d'essais**IV.4.1. Essai de consistance****➤ Le but de la consistance**

Détermination de la consistance normale de ciment (Norme : NF. P15 358) .Il faut pouvoir partir d'une consistance qui soit la même pour toutes les pâtes étudiées.

➤ Principe de la consistance

La consistance dite "consistance normalisée" peut être déterminée par l'essai en utilisant un appareil qui s'appelle "Vicât" (figure 7)

La distance (d) caractérise l'aptitude de la consistance de la pâte étudiée.

- Si $(d) = 6\text{mm} \pm 1\text{mm}$, on dit que la consistance de la pâte étudiée est normalisée, (Consistance normalisée).

- Si (d) n'atteint pas cette valeur (c.à.d. $d > 7\text{ mm}$ ou $d < 5\text{ mm}$), il convient de refaire l'essai avec une valeur différente du rapport E/C jusqu'à atteindre la valeur recherchée de la consistance.

➤ Protocole de la consistance

- peser 400g de ciment.
- Préparer un volume d'eau bien déterminé.
- Verser l'eau dans un récipient.
- Mettre le malaxeur en marche à la première vitesse.
- Puis verser le ciment dans le récipient, dès que le ciment touche l'eau on d'éclanche le chronomètre.
- Pendant 2min et 30s le malaxeur tourne à la vitesse lente.
- Juste après on fait racler les parois de récipient (30s).
- Continue le malaxage à la deuxième vitesse pendant 2min.
- On prend la pâte de ciment et on la mettre dans un moule tronconique de l'appareil de VICAT qu'est équipée d'une sonde.
- L'extrémité de la sonde doit être en contact avec la pâte.
- Débloquer la tige mobile et laisser la sonde pénétrer dans la pâte sous son propre poids.

- Mesurer la distance entre l'extrémité de la sonde et le fond de moule.
- Lorsque la distance est égale à 6mm on dit que la pâte est normale.

Les différents essais sont résumés dans les tableaux suivants :

Tableau IV.4 : Les différents essais de consistance.

Ciment(g)	Eau (ml)	E/C
400	200 ml	0.5
400	160 ml	0.4
400	140 ml	0.35
400	128 ml	0.32
400	116 ml	0.29



Figure IV.7 : Appareil de Vicat muni de sa sonde de consistance.

IV.4.2. Essais Mécaniques

IV.4.2.1. Préparation des éprouvettes et déroulement des essais

On a utilisé des éprouvettes prismatiques $40 \times 40 \times 160 \text{ mm}^3$ pour les essais de flexion et compression. Les éprouvettes ont été préparées à partir de différents pourcentages de CVM $40\mu\text{m}$ de diamètre (0, 10, 20, 40%) et avec différentes quantités de résine E1a (0 ; 0,01 ; 0,02 ; 0,03g).

Le ciment, la CVM et la résine sont mélangés à sec pendant 3 min, L'eau est ensuite introduite durant le mélange, sur une période de 30 secondes. L'ensemble est ensuite malaxé pendant 3 min.

Les différentes expériences sont résumées dans les tableaux suivants :

Tableau IV.5 : La composition des éprouvettes sans résine

Remplacement (%)	0(témoin)	10	20	40
Ciment (g)	400	360	320	240
CVM (g)	0	40	80	160
E/C	0,29	0,32	0,36	0,4
Eau (ml)	116	128	144	160

Tableau IV.6 : La composition des éprouvettes avec résine

Remplacement (%)	0 (témoin)			10			20			40		
Ciment (g)	400			360			320			240		
Cendre (g)	0			40			80			160		
Résine (g.10 ⁻²)	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
E/C	0,29			0,32			0,36			0,4		
Eau (ml)	116			128			144			160		

IV.4.2.2. Confection et conservation des éprouvettes

Pour la confection de toutes nos éprouvettes, nous avons adopté la procédure suivante :

Avant le remplissage des moules, on applique un lubrifiant sur les parois pour éviter toute cohésion de la pâte. Les échantillons d'essai ont été confectionnés selon la norme NF15 403 dans des moules prismatiques (40 x 40 x 160 mm³) et compactés mécaniquement à l'aide d'une table à choc. Une fois arasés, les moules contenant les échantillons sont couverts de film plastique et stockés pendant vingt-quatre heures dans l'environnement de laboratoire sous une température de $20 \pm 1^\circ\text{C}$ pour les protéger contre les chocs, les vibrations et la déshydratation [BS EN 12390-2]. Le démoulage est effectué après 24 heures et les échantillons sont conservés au laboratoire dans l'eau jusqu'au jour de l'échéance.

- * Il est à noter que les essais mécaniques ont été effectués aux échéances de : 2 - 14 - 28 - 90.



Figure IV.8 : série de 03 éprouvettes couvertes de film plastique



Figure IV.9 : Epreuves démoulées.



Figure IV.10 : Conservation des éprouvettes

IV.4.2.3. Essais des résistances mécaniques

✓ Principe des essais

La résistance est mesurée par la charge maximale qui peut être appliquée à l'éprouvette dans des conditions déterminées avant qu'elle ne soit pliée ou cassée. Les conditions expérimentales utilisées pour la mesure des résistances mécaniques sont celles décrites par la norme

[NF EN 196-1].

IV.4.2.3.1. Protocole de la résistance en flexion

La mesure de la résistance à la flexion a été effectuée à l'aide d'un appareil IBERTEST pourvu d'un dispositif de flexion trois points (figure 11)



Figure IV.11 : Dispositif de la résistance à la flexion (trois points)

Les éprouvettes de mortier ont été placées dans un dispositif (fig 11) de flexion avec une face latérale de moulage sur les rouleaux d'appui et son axe longitudinal perpendiculaire à ceux-ci. La charge a été appliquée verticalement par le rouleau de chargement sur la face latérale opposée du prisme. La charge a été augmentée sans à-coups à raison de $50 \text{ N/s} \pm 10 \text{ N/s}$, jusqu'à rupture.

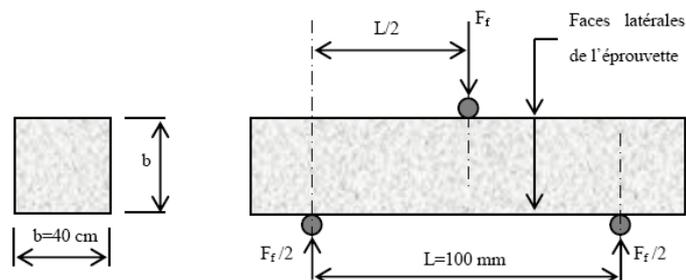


Figure IV.12 : Mesure de la résistance à la flexion pour les éprouvettes.

$$R_f = \frac{1,5 \times F_f \times L}{b^3}$$

R_f : Résistance à la flexion en mégapascals.

b : côté de la section carrée du prisme, en millimètre.

F_f : charge appliquée au milieu du prisme à la rupture, newton.

L : distance entre les supports, en millimètre.

IV.4.2.3.2. Protocole de la résistance à la compression

Après la mesure de résistance en flexion, les demi-prismes ont été utilisés pour la mesure de la résistance en compression sur les faces latérales de moulage (Figure 13).

Chaque demi-prisme a été centré latéralement par rapport aux plateaux de la machine à $\pm 0,5$ mm près et longitudinalement de façon que le bout du prisme soit en porte-à-faux par rapport aux plateaux ou aux plaques auxiliaires d'environ 10 mm.

La charge a été augmentée sans à-coups à la vitesse de $2400 \text{ N/s} \pm 200 \text{ N/s}$ durant toute la durée d'application de la charge jusqu'à la rupture.

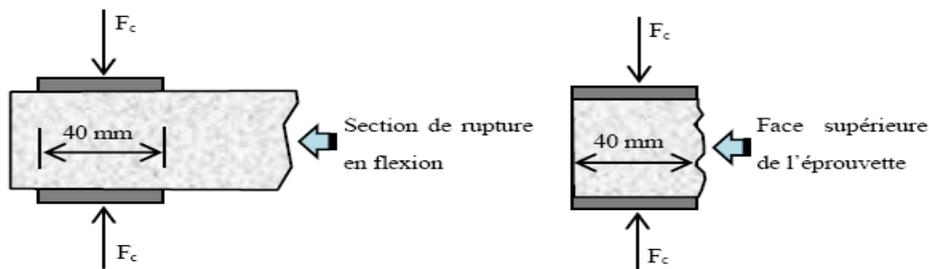


Figure IV.13: Mesure de la résistance à la compression sur des éprouvettes $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$.

La résistance à la compression sera alors donnée par la relation :

$$R_c = \frac{F_c}{b^2}$$

Avec

$b = 40 \text{ mm}$

R_c : résistance à la compression ; en mégapascals (MPa).

F_c : la charge maximal à la rupture ; en newton (N).

b^2 : section des plaques d'auxiliaires (40 mm x 40 mm). En millimètres carres.

IV.4.2.3.3. Récapitulatif des essais réalisés

Les différentes mesures de résistance mécanique réalisées sont résumées dans le Tableau suivant

Tableau IV.7 : Essais mécanique réalisés dans le cadre de l'étude.

Temps de cure	02 jours	14 jours	28 jours	90 jours
Eprouvettes de ciment	Flexion	Flexion	Flexion	Flexion
	Compression	Compression	Compression	Compression

IV.5. Etude d'Influence de l'ajout de la CVM et de la résine E1b au ciment

Cette étude a été constaté visuellement suit à la diminution et la fermeture des pores.

IV.6. Etude de l'effet de la granulométrie de la résine

La résine est séchée puis tamisée à différents diamètres (80, 70, 60, 50, 40, 30 μ) pour l'incorporer dans le matériau cimentaire.

L'étude d'effet de la granulométrie a été identifiée visuellement.

V.1. Caractéristiques des résidus (cendres)

V.1.1. Caractérisations physiques

Les résultats d'analyses physiques caractérisant les CVM sont données dans le tableau suivant:

Tableau V.1 : Caractéristiques physiques des CVM

ph	Couleur	% d'humidité	% en Composés organiques (LOI)	Densité	Surface de Blaine [cm ² /g]
8,64	Noir	9,2	1,3	1,40	3667

La couleur de la cendre CVM (noir) indique la présence de pyrite de fer (FeS_2), nous renseignant ainsi sur sa cristallinité qui doit être un solide vitreux. La grande surface spécifique de CVM, signifie que le matériau réagit facilement avec l'hydroxyde de calcium. Les pourcentages en composés organiques de CVM sont conformes à la norme fixée à 5% (Norme NF EN450 répondant à la valorisation).

V.1.2. Caractérisation géotechnique par une étude granulométrique de CVM

L'analyse granulométrique permet de déterminer la dimension des particules. Les résultats

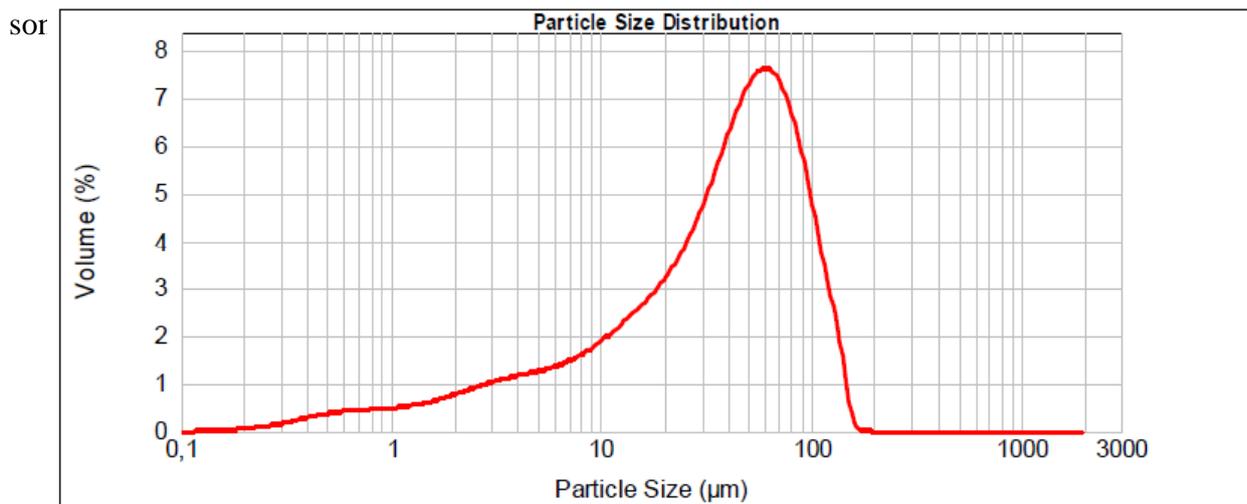


Figure V.1 : Analyse granulométrique de la CVM

La population granulométrique de la cendre CVM (figure 1) s'échelonne entre 10 μm et 100 μm avec un pourcentage élevé de 7%, montrant ainsi la finesse des particules de cendres.

V.1.3. Caractérisations chimiques des résidus solides

A-Les éléments majeurs dans les cendres

Tableau V.2 : Proportion des éléments majeurs dans les cendres

Eléments	(%)
SiO ₂	46.3
Al ₂ O ₃	16,6
CaO	05.2
N ₂ O ₃	16.6
Na ₂ O ₃	-
MgO	11.0
Fe ₂ O ₃	11.6
BaO	-
Ti O ₂	02.2
SO ₃	00.7
K ₂ O	01.3
ZnO	-
PbO	00.8
Autres	-

La composition chimique des éléments majeurs (tableau V.2) montre que la CVM est un matériau pouzzolanique constitué essentiellement de 46,3% en SiO₂, 16,6% en Al₂O₃ et de 11,6 % en Fe₂O₃ [48] représentant ainsi 74,5% du contenu de la cendre, c'est donc une silico-alumine de classe F2 selon la norme NF P 11-300 [48], les concentrations des autres éléments principaux sont faibles, à l'exception de MgO qui a une teneur de 11% et 5,2% de CaO.

B-Les éléments mineurs dans les cendres**Tableau V.3 :** Proportion des éléments mineurs dans les cendres

Eléments	(ppm)
As	20.11
Ni	524.66
Cr	263 .82
Pb	82.103
Zn	1115. 31
Cu	121.60
Cd	ND
Sulfates	16,32
Chlorures	27

Concernant les éléments mineurs (tableau V.3), l'ensemble des valeurs obtenues sont inférieures aux normes de toxicité dans l'environnement, puisque la plupart sont considérés soit inertes ou non dangereux selon la norme européenne.

V.1.4. Caractérisations minéralogiques des résidus solides

Les principales phases détectées pour les cendres sont les suivantes : la famille des silicates telle que le quartz(SiO_2), la famille des oxydes telle que l'hématite (Fe_2O_3), la famille des hydroxydes telle que la portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$ et la famille des carbonates comme la calcite CaCO_3 .

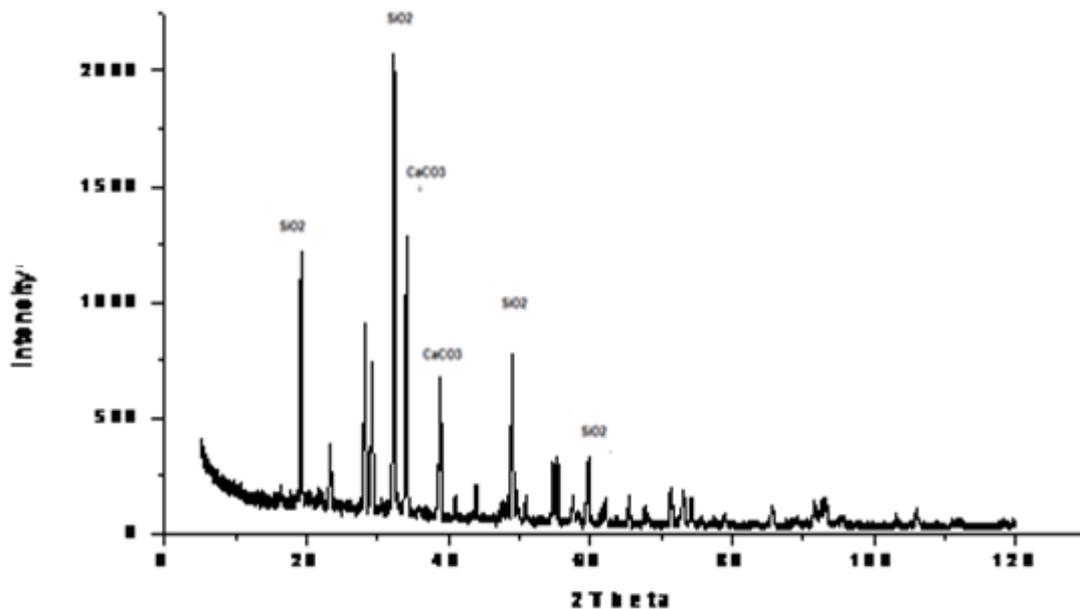


Figure V.2 : DRX de la CVM.

La composition minéralogique (figure V.2) montre que la CVM est principalement amorphe composée de M (mullite) $Al_6Si_2O_{13}$, Q (Quartz) SiO_2 , R (rutile) TiO_2 , Ma (maghémite) Fe_3O_4 , P (périclase) MgO , E (ettringite) $Ca_6Al_2(SO_4)(OH)$ et de A (anatase) TiO_2 . Ces résultats corroborent plusieurs études des cendres silicoalumine [49-50], et lui donne un potentiel pouzzolanique fort. D'après la littérature, la minéralogie complexe de résidu de cendres est le résultat de plusieurs processus qui se produisent pendant le traitement et l'incinération des gaz de combustion, ce qui peut comprendre la vaporisation, la fusion, la cristallisation, la vitrification, la condensation et la précipitation, malgré la complexité de la composition minéralogique des résidus, la littérature indique une analyse complète, où les phases minéralogiques principales sont identifiées.

V.2.Détermination de l'absorption en eau par le PAA modifié

Le taux d'absorption en eau des résines obtenue par modification du poly (acide acrylique) a été déterminé par mesures gravimétriques après imprégnation dans l'eau. Les résultats de la variation en poids de la résine sèche, sous forme de grains et de la résine saturée en eau sont donnés dans le tableau suivant :

Tableau V.4 : Détermination de la quantité d'eau absorbée par gramme de résine

	E1		E2
	A	b	
La masse d'eau absorbée par gramme de résine (g)	44	90	24
Taux pondéral d'absorption en eau (%)	4400	9000	2400

Les résultats (tableau V.4) montrent que la résine E1a, E2 synthétisées absorbent une quantité appréciable d'eau, elles présentent un taux pondéral d'absorption de 4400 et 2400% respectivement. La différence observée entre l'E1a et E2, serait due à l'action de dégradation de l'acide chlorhydrique utilisé comme catalyseur de réaction dans le cas d'E2.

Mais le meilleur taux d'absorption est celle d'E1b qui accroît jusqu'à 9000% à cause de leur neutralisation.

V.3. Détermination de la consistance normale

Tableau V.5 : Les différents essais de consistance

Ciment (g)	Eau (ml)	E/C	d (mm)
400	200	0,5	18
400	160	0,4	17
400	140	0,35	12
400	128	0,32	10
400	116	0,29	6

D'après les résultats obtenus (tableau V.5), nous constatons que la distance (d) dans les quatre premières expériences est supérieure à 7 mm à cause d'un excès d'eau, il convient de refaire l'essai avec une valeur différente du rapport E/C jusqu'à atteindre la valeur recherchée de la consistance. Par contre la distance dans la dernière expérience égale à 6 mm donc on dit que la consistance de la pâte étudiée est normalisée, (consistance normalisée). Il faut pouvoir partir de cette consistance normalisée qui soit la même pour toutes les pâtes étudiées.

V.4. Déterminations des essais mécaniques

V.4.1. Résistance à la compression

Les résultats des résistances à la compression sont donnés dans le tableau suivant:

Tableau V.6 : Résistance à la compression de ciment avec différentes substitutions de cendre (0,10, 20,40 %) en MPa

Résistance Ciment	Résistance (MPa) 2 jours	Résistance (Mpa) 14 jours	Résistance (Mpa) 28 jours	Résistance Mpa 90 jours
Ciment + 0% cendre (témoin)	15	30	55	58
Ciment + 10% cendre	08	22	42	55
Ciment + 20% cendre	09	25	45	59
Ciment + 40% cendre	11	27	51	61

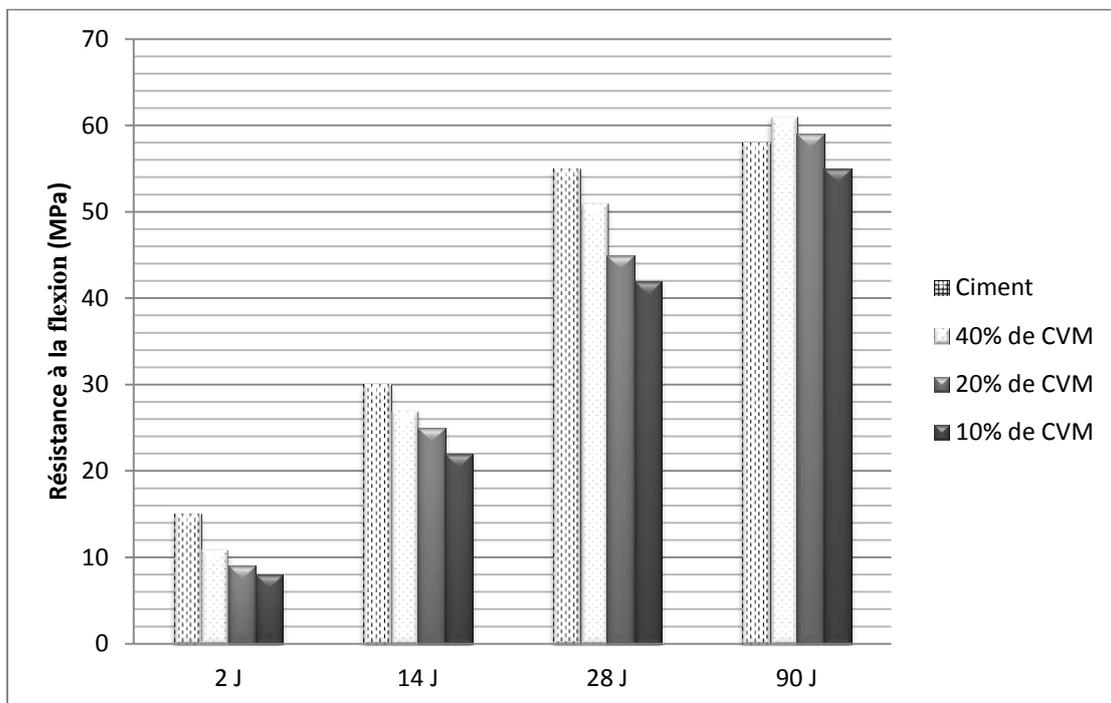


Figure V.3 : Développement de la résistance à la compression en fonction de l'âge des Éprouvettes contenant différents pourcentages CVM (10, 20,40%).

D'après la (figure V.3) On observe que les résistances de toutes les éprouvettes augmentent régulièrement avec l'âge et ne présentent aucune chute de résistance. Mais au jeune âge ces résistances restent toujours inférieures à celle d'éprouvette témoin. Les résistances de ces éprouvettes sont faibles par rapport à celle d'éprouvette témoin. Cette diminution de la résistance aux jeunes âges est due au fait que la réaction pouzzolanique n'est pas prédominante aux jeunes âges, ceci mène à une hydratation du minéral C_3S (silicate tricalcique) et C_2S (silicate bi calcique) moins intense aux jeunes âges en induisant de faibles résistances. Ces derniers sont les deux principaux minerais qui assurent le développement des résistances à court et à moyen terme.

À long terme les éprouvettes à substitution 40 % développent des résistances comparables à celles d'éprouvettes témoin et parfois supérieur. Ceci peut être attribué à l'activité pouzzolanique qui se déroule lentement qui consiste à fixer la portlandite $Ca(OH)_2$ libérée par l'hydratation du ciment portland pour donner naissance à des silicates de calcium hydratés.

C-S-H supplémentaires de deuxième génération occupant un espace important de la matrice cimentaire et contribuant ainsi au développement de la résistance, elle se manifeste essentiellement après 28 jours. J. BARON et *al* ont montré que cette réaction est pratiquement constante entre 2 et 28 jours, mais après 28 jours, l'activité pouzzolanique augmente, faisant croître la résistance mécanique et la durabilité. Cette réaction continue son effet en formant des C-S-H supplémentaires qui améliorent l'interface pâte-granulat, donnant par la suite des résistances comparables et parfois élevées par rapport à celle d'éprouvette témoin.

V.4.2. Résistance en flexion

Les résultats de la résistance en flexion sont donnés dans le tableau suivant :

Tableau V.7 : Résistance en flexion de ciment avec différentes substitutions de cendre (0,10, 20,40 %) en MPa

Résistance Ciment	Résistance (MPa) 2 jours	Résistance (MPa) 14 jours	Résistance (MPa) 28 jours	Résistance MPa 90 jours
Ciment + 0% cendre (témoin)	2.5	5	6.2	6.4
Ciment + 10% cendre	2	3.8	5.1	6.6
Ciment + 20% cendre	2.1	4	5.4	7.5
Ciment + 40% cendre	2.2	4.5	5.8	8

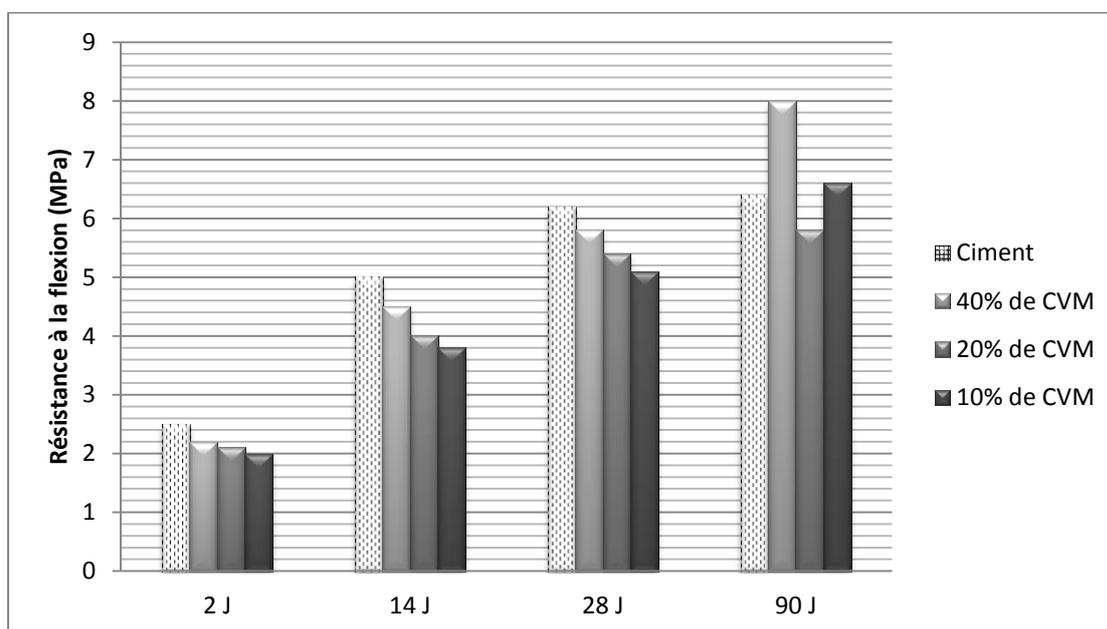


Figure V.4 : Développement de la résistance en flexion en fonction de l'âge des éprouvettes Contenant différents pourcentages de CVM (10, 20,40%).

On constate aussi comme dans le cas de la résistance à la compression, une augmentation régulière des résistances à la flexion de toutes les éprouvettes avec l'âge. Les éprouvettes contenant de la cendre développent leurs résistances plus faiblement que les éprouvettes témoins

(figure V.4). Les résultats obtenus ont montré une remarquable amélioration des caractéristiques, notamment de la résistance à la compression et à la flexion des pâtes de ciment à différentes substitutions de CVM par rapport à la pâte de ciment sans CVM.

V.4.3. Résistance à la compression après l’ajout de la résine

Les résultats de la résistance à la compression des éprouvettes après l’ajout de la résine sont donnés dans le tableau suivant:

Tableau V.8 : Résistance à la compression de ciment avec différentes substitutions de cendre (0,10, 20,40 %) avec résine en MPa.

Résistance Ciment	Résistance (MPa) 2 jours	Résistance (MPa) 14 jours	Résistance (MPa) 28 jours	Résistance MPa90 jours
Ciment + 0% cendre+0.003g de E1b	16	31	56	59
Ciment + 10% cendre+0.003g de E1b	09	22	43	55
Ciment + 20% cendre+0.003g de E1b	10	27	46	60
Ciment + 40% cendre+0.002g de E1b	11	28	52	61

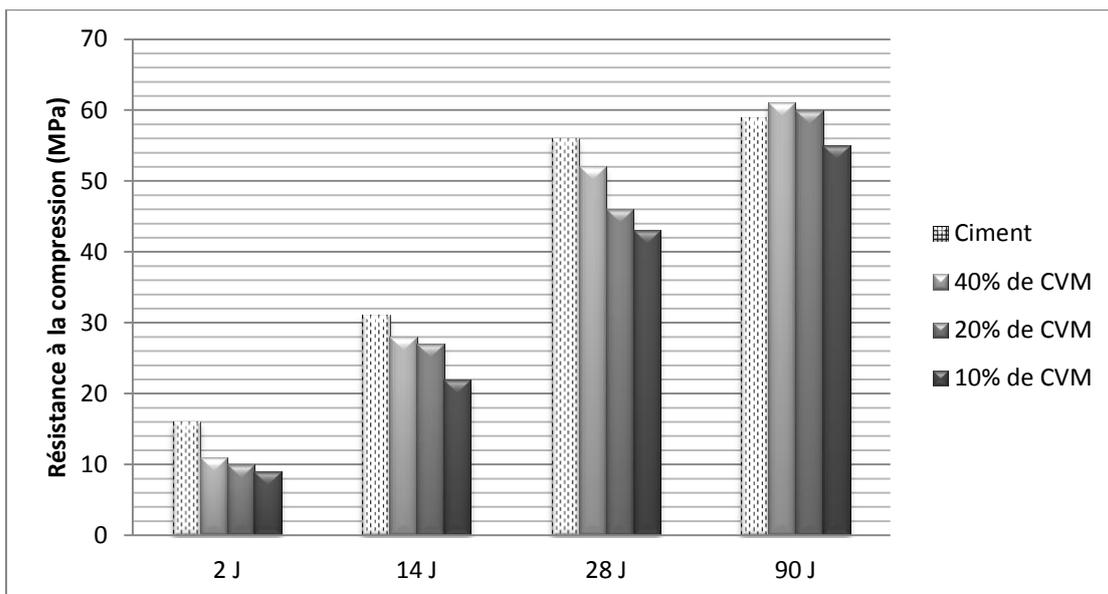


Figure V.5 : Influence de l’incorporation de la résine sur la résistance à la compression des éprouvettes de ciment +cendres à l’âge de (2, 14, 28, 90).

V.4.4. Résistance en flexion après l'incorporation de la résine

Les résultats de la résistance en flexion des éprouvettes après l'ajout de polymère sont donnés dans le tableau suivant :

Tableau V.9 : Résistance en flexion de ciment avec différentes substitutions de cendre (0,10, 20,40%) avec résine en MPa.

Résistance Ciment	Résistance (MPa) 2 jours	Résistance (MPa) 14 jours	Résistance (MPa) 28 jours	Résistance MPa 90 jours
Ciment + 0% cendre (témoin) +0,03g E1b	3	5,5	6,5	7
Ciment+10% cendre+0,03g E1b	2	4	5,3	6.7
Ciment + 20% cendre+0,03g E1b	2,4	4,4	5.8	7.9
Ciment + 40% cendre + 0,02g E1b	2.5	4.9	6	8,4

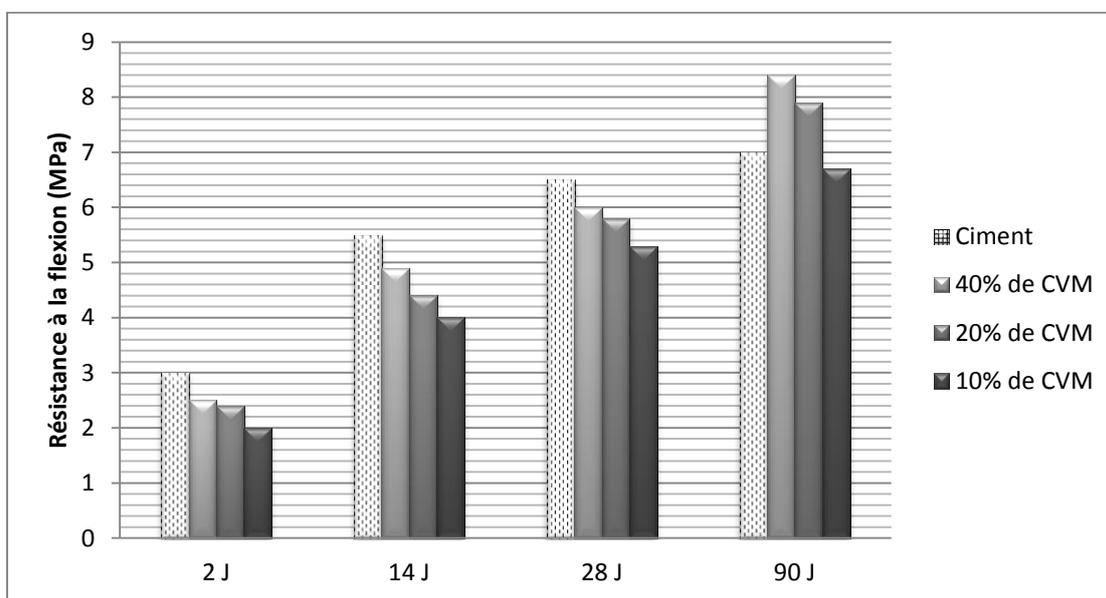


Figure V.6 : Influence de l'incorporation de la résine sur la résistance en flexion des éprouvettes de ciment+CVM à l'âge de (2, 14, 28, 90)

Pratiquement les mêmes résultats sont observés sur les figures (V.5 et V.6) suite à l'incorporation du polymère dans la pâte à ciment, puisque le rôle de l'ajout de la résine E1b dans le ciment est la fermeture des pores et n'a pas du tout le rôle d'améliorer la résistance de la pâte à ciment.

V.5. Influence de l'ajout de CVM et de la résine E1b au ciment

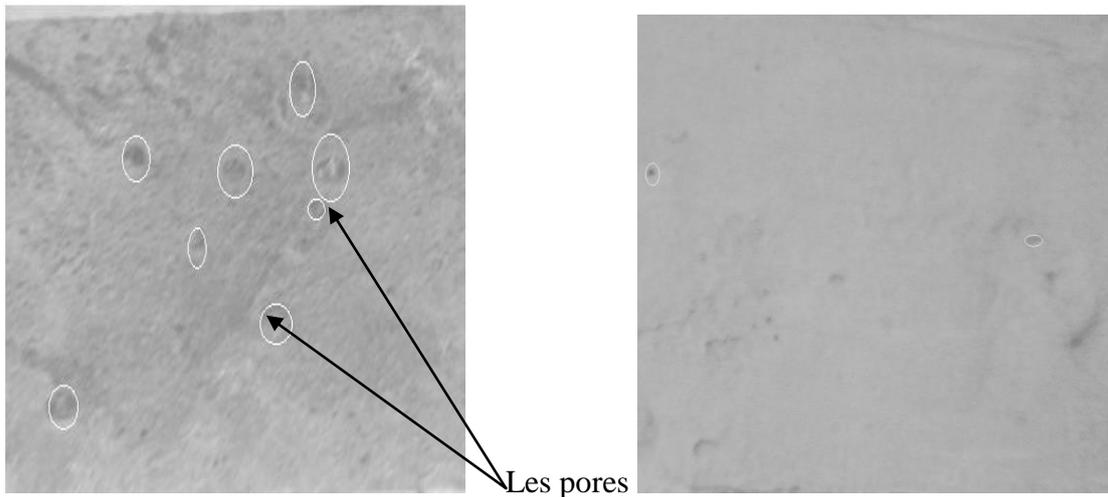


Figure V.7 : Pâte de ciment sans résine

figure V.8 : pate de ciment avec résine

V.5.1. Ciment sans ajout

On observe dans la figure (V.7) que la pâte de ciment présente une certaine quantité des pores, cela s'explique par la quantité de la porthlandite dans la pâte.

V.5.2. Ciment avec ajout de la résine E1b

L'incorporation de E1b dans la pâte à ciment figure (V.8) a permis la fermeture des pores suite au gonflement de la résine lors de la pulvérisation avec de l'eau, l'incorporation de la résine s'avère intéressant puisque elle a permis la fermeture des pores mais cela nécessite une consommation importante en résine.

Afin de diminuer cette quantité de résine, il est judicieux d'utiliser du ciment avec ajout de cendre.

V.5.3. Ciment avec ajout des cendres et de la résine:



Fig V.9:Pâte de ciment seule

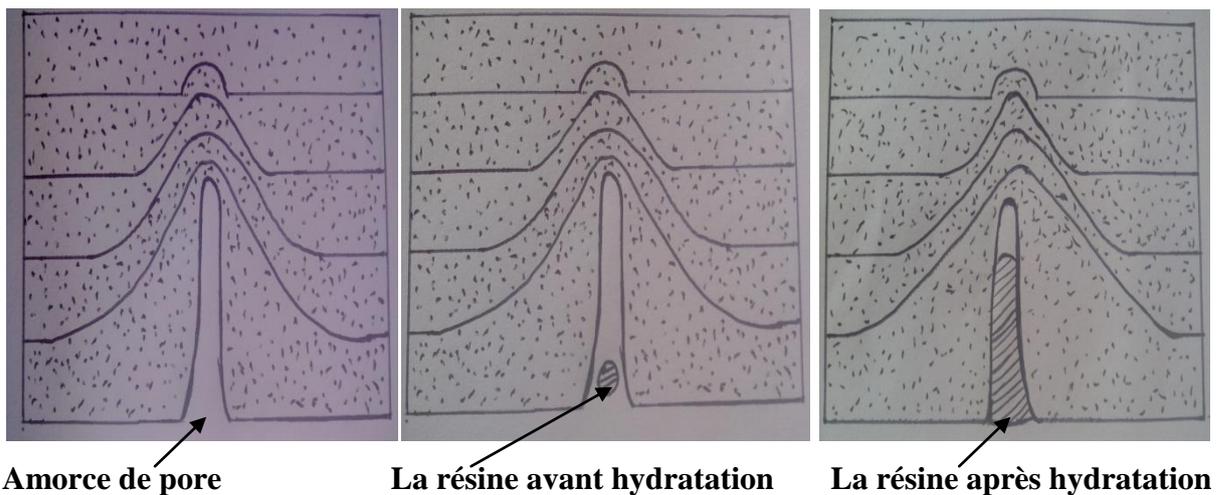
fig V.10:ciment+CVM

fig V.11: ciment+CVM+résine

L'ajout des cendres dans le ciment a permis la diminution de la porosité par rapport au ciment sans ajout, c'est sous l'effet de la forme des particules de cendre qu'on puisse diminuer cette porosité puisque les CVM sont caractérisés par une forme sphérique qui diminue l'espace entre les grains de mélange ciment et cendre et donc diminue les pores dans la pâte (ciment, cendre) comme elle montre la figure (V.10).

Cette diminution des pores a permis de diminuer l'ajout de la résine dans la pâte (figureV.11).

V.6. Déroulement de l'hydratation dans la pâte à ciment



Amorce de pore

La résine avant hydratation

La résine après hydratation

Figure V.12 : Mécanisme de fermeture des pores

Le mécanisme de fermeture des pores (figure V.12) montre que la résine qui se trouve à l'intérieur des pores du ciment sera hydratée, suite à cette hydratation, celui-ci va gonfler, ce gonflement aura par conséquent la fermeture de tous les pores et ainsi l'eau ne pourra pas s'infiltrer dans la pâte à ciment et provoquer des modifications de la structure du ciment suite à des réactions chimiques provoquant ainsi la fissuration du ciment.

V.7. Détermination de la quantité de la résine nécessaire pour la fermeture des pores

La quantité de la résine qui a donné un meilleur résultat concernant une distribution homogène sur la pâte de ciment et un bon recouvrement de toute la surface de ciment est la pâte $C_{20\%/0,03}$ (figure V.13) et $C_{40\%/0,02}$ (figure V.14).

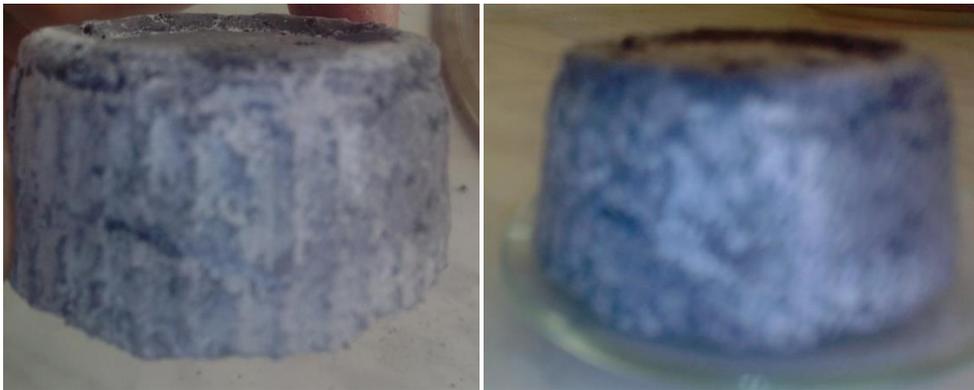


Figure V.13 : Eprouvette $C_{20\%/0,03}$

Figure V.14 : Eprouvette $C_{40\%/0,02}$

Par contre, pour la pâte de ciment à 10% des cendres (figure V.15), il faut mettre une quantité plus importante en résine car jusqu'à une quantité de résine de 0,03g celle-ci était insuffisante comme elle est montrée dans la figure suivante :



Figure V.15 : Eprouvette de $C_{10\%/0,03}$

V.8. Effet de la granulométrie de la résine



Fig V.16:épreuve de C_{40%/0,02}
80 μ de diamètre



fig V.17: épreuve de C_{40%/0,02} de
40 μ de diamètre

La figure (V.16) montre l'hétérogénéité de la résine sur la surface de la pâte à ciment, cela pouvait s'expliquer par le fait que la résine utilisée avec une granulométrie de 80 μ . De ce fait, il serait intéressant d'étudier l'effet de la granulométrie de la résine suite à s'incorporation au ciment.

La diminution de la granulométrie de la résine à 40 μ (figure V.17) a mène à l'homogénéité de la résine sur la surface de la pâte à ciment.

Tableau V.10 : Variation de la quantité de la résine incorporée dans la pâte à ciment de 40% de CVM en fonction de la granulométrie.

Granulométrie de la résine(μ)	30	40	50	60	70	80
Quantité de la résine E1b (g)	0,0045	0,0047	0,005	0,01	0,015	0,02

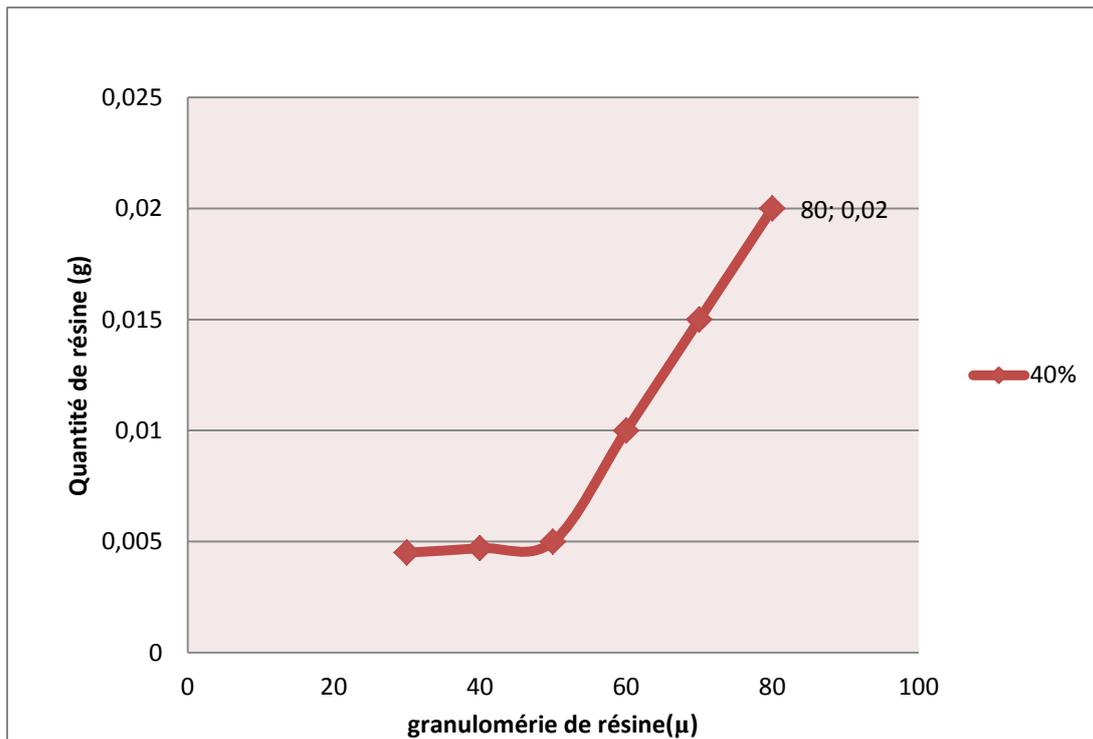


Figure V.18 : Influence de la granulométrie de la résine sur la quantité de la résine incorporée
Dans la pâte à ciment de 40% de CVM.

La courbe de la figure (V.18) montre que la quantité de la résine à différents diamètres dans la pâte à ciment avec ajout à 40% de CVM diminue avec la diminution de la granulométrie jusqu'à une valeur pratiquement fixe de 40μ avec une quantité de la résine de 0.0047g. Donnant ainsi un recouvrement et une homogénéité sur toute la pâte de ciment.

Les quantités de la résine au-dessous à 0,0047g sont insuffisantes pour recouvrir d'une façon homogène la surface de pâte à ciment c'est pour ça on fixe la granulométrie à 40μ.

Tableau V.11: Variation de la quantité de la résine incorporée dans la pâte à ciment de 20% de CVM en fonction de la granulométrie.

Granulométrie de la résine(μ)	30	40	50	60	70	80
Quantité de la résine(g)	0,0047	0,005	0,006	0,018	0,022	0,03

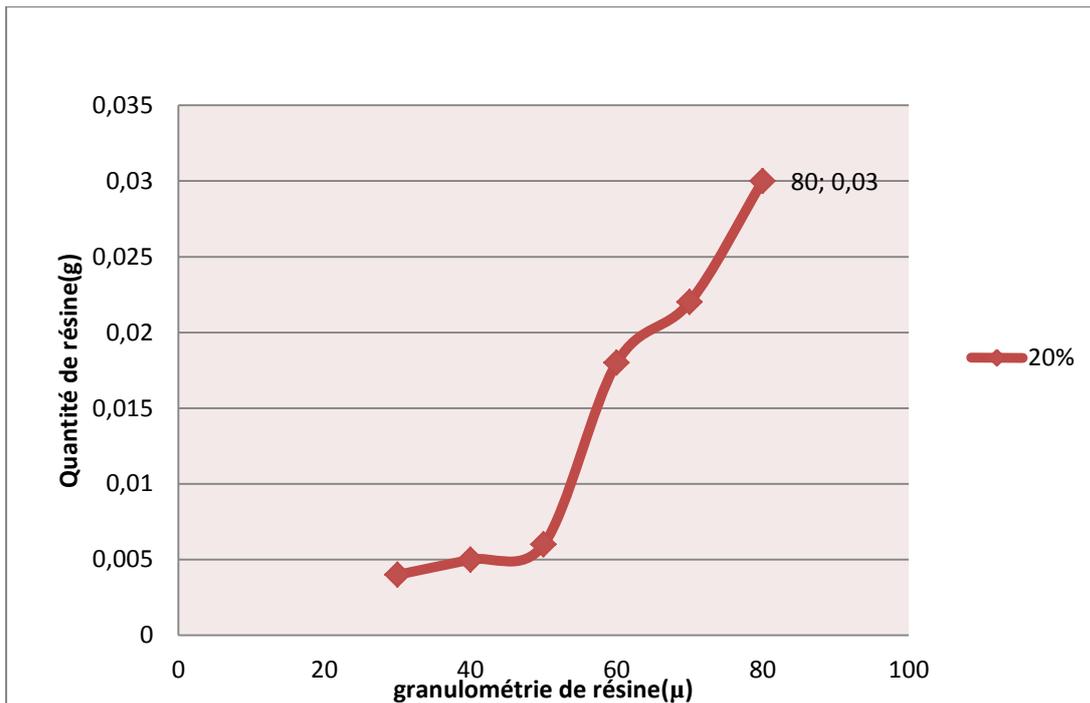


Figure V.19: Influence de la granulométrie de la résine sur la quantité de la résine incorporée dans la pâte à ciment de 20% de CVM.

La courbe de la (figure V.19) montre que la quantité de la résine à différents diamètres dans la pâte à ciment avec ajout à 20% de CVM diminue avec la diminution de la granulométrie jusqu'à une valeur fixe de 30μ avec une quantité de polymère de 0.0047g. Donnant ainsi un recouvrement et une homogénéité sur toute la surface de pâte à ciment.

On conclut que l'étude granulométrique de la résine permet de minimiser leur quantité incorporée au ciment puisqu'on remarque que dans les figures précédentes que plus le diamètre du grain de la résine est petit, la quantité de la résine ajoutée au ciment sera inférieure, ceci s'explique par le fait que le grain de la résine à petit diamètre va être dispersée d'une manière homogène sur toute la surface de la pâte à ciment et lors de l'hydratation, il va y avoir gonflement de ce dernier au niveau des pores provoquant ainsi leur fermeture.

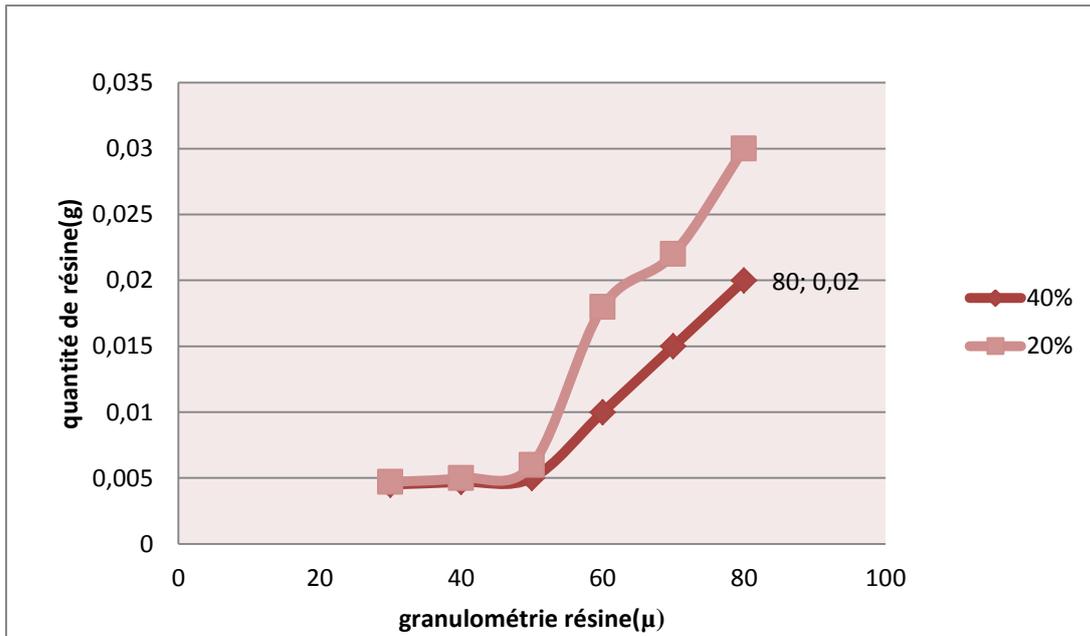


Figure V.20: Influence de la granulométrie de la résine sur la quantité de la résine incorporée dans la pâte à ciment de 20% et de 40% de CVM.

À partir de la figure (V.20) on a remarqué qu'on peut recouvrir la surface de façon homogène des deux éprouvettes de 40% et de 20% de CVM avec les mêmes quantités de la résine 0,0047g, mais avec une granulométrie déferente.

CONCLUSION GENERALE

A la lumière de ce qui précède, nous avons pu certifier que la CVM d'une entreprise ECFERAL est une cendre valorisable dans le domaine du génie civil suite à une caractérisation générale à savoir physique, chimique, minéralogique ainsi que leur comportement à l'environnement.

Une étude plus approfondie a été entamée suite à l'incorporation des CVM au ciment CEMI a permis de mettre en évidence que celle-ci assurent une protection durable de l'environnement (réduction des déchets dans notre environnement ; réduction des gaz à effet de serre et aussi économie d'énergie), contribue d'une façon positive sur les performances mécanique-environnementale et la durabilité de ces ciments selon les différentes combinaisons avec ces cendres.

L'étude de la capacité d'absorption de la résine E1b et son incorporation dans les mélanges : ciment et ciment-CVM a permis les résultats suivants :

- Détermination de la capacité d'absorption de la résine : taux d'absorption élevé qui accroît jusqu'au 9000%
- Augmentation de la résistance du ciment : les essais mécaniques à la compression et la flexion ont indiqué que le ciment au CVM continue d'acquérir de la résistance après 28 jours, ce qui lui permet d'atteindre des niveaux de résistances élevés et prolonge sa durabilité. On a vu aussi qu'on fonction de l'âge des éprouvettes contenant différents pourcentages en CVM (10, 20 et 40%) augmentent régulièrement. L'ajout de la résine permis de maintenir cette résistance pratiquement fixe donc cette dernière n'a pas d'influence sur la résistance.
- Diminution de la porosité suite à l'ajout des CVM, ensuite la fermeture des pores après incorporation de la résine qui gonfle à l'intérieur des pores, empêchant ainsi la fissuration du ciment on assurant sa durabilité dans le temps.
- Effet de la granulométrie : la quantité de la résine incorporée décroît avec la diminution de la granulométrie de la résine qui permet une distribution homogène dans les pâtes de ciment et par conséquent minimiser la quantité de la résine incorporée.

Bibliographie

- [1] **Aissat Fetta** «synthèse d'une résine absorbante». Thèse d'ingénieur.
- [2] http://www.valagro-rd.com/IMG/pdf/technologie_superabsorbant.pdf
- [3] « *superabsorbent polymer [archive]* », IUPAC, *Compendium of Chemical Terminology* (« *Gold Book* »), 2^eéd. (1997). Version corrigée en ligne: (2006-).
- [4] http://www.m2polymer.com/html/history_of_superabsorbents.html [archive]
- [5] selon un article dans Le Point du 19/01/2012 "Cet homme qui a inventé l'eau solide" Un ingénieur chimiste a peut-être trouvé la solution pour résoudre le problème de sécheresse qui dévaste le nord du Mexique. [archive]
- [6] **Azzedine KAROUTTE., 2003.** « Utilisation des cendres volantes pour la prévention des désordres dus à l'alcali-réaction ».Ecole HASSANIA des travaux publics.
- [7] **Kerbouche1 A.,Mouli1 M., 2009.** « Influence des ajouts minéraux sur les résistances mécaniques des mortiers ». Thèse. ENSET Oran.
- [8] **Lahlou K.,Arjouane M., Farah A., ZaghmagK., EtMazzouz M., 1998.** «Valorisation des cendres volantes Marocaines dans les bétons de barrages ». Séminaire organisé par LPEE-Rabat 12-13 Février 1998.
- [9] **CENTRE D'INFORMATION SUR LE CIMENT ET SESAPPLICATIONS 2001.** La normalisation française des ciments ; Norme NF EN I 97-1.
- [10] Guide d'utilisation des matériaux lorrains en technique routière (guide cendres)
- [11] **Afechkar M., Nahhass M.,** «valorisation des cendres volantes dans le domaine routier (terrassements et couches de chaussé ».
- [12] **Makhloof née chergui Nadia., 2010.** «Caractérisation en statique du comportement en traction direct du béton armé de fibre en copeaux ». Mémoire de magister en génie civil option : structure et matériaux. Université mouloud Mammeri faculté de génie de la construction, Tizi-Ouzou 2010.

Bibliographie

- [13] **Emmanuel Guillon., 2004.** «Durabilité des matériaux cimentaires – Modélisation de l'influence des équilibres physico - chimiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques résiduelles». Thèse de doctorat de l'école normale supérieure de CACHAN.
- [14] **S- Laldji (hiver 2012)** «Caractéristiques fondamentales de béton» cours –ETS
- [15] **Monsef Bourissaai., 2010** «comportement thermo – chimio-hydro-mécanique d'un ciment pétrolier au très jeune âge en condition de prise HP/HT». «Approche expérimentale et analyse par changement d'échelle» thèse de doctorat, Ecole doctorale : science, ingénierie et environnement, université paris-EST, France 2010.
- [16] **Sing-teniere. C., 1998.** «Etude des procédés de stabilisation/solidification (des déchets solides poreux) à base de liant hydrauliques ou de liant bitumineux » thèse pour l'obtention du grade de docteur. Institut national de sciences appliquées de Lyon, 1988.
- [17] **Taylor., H. F. W. 1988.** Comment chemistry, Thomas Telford Ltd»
- [18] **Michaux M., Nelson, E. B. et Vidick B ; 1990.**«Well cementing: Chemistry and characterization of Portland cement (chapter 2) », schlumberger.
- [19] **Rixom R., et Mailvagnam N., 1999.** « Chemical admixtures for concrete».
- [20] **Berkouk k., ET Adjal N., 2010.** « Influence des ajouts minéraux : Métakolin, Fumée de silice et pouzzolane sur les caractéristiques rhéologiques, électrocinétiques et physico-mécanique des pâtes cimentaire en présence de polycarboxylate» Mémoire d'ingénieur d'état, option génie des matériaux, Boumerdès.
- [21] **Kiran Pokkuluri.,** «Effect of admixtures, chlorides, and moisture on dielectric proprieties of portland cement concrete in the low microwave frequency range»-Master thesis-Virginia University-210p-October1998.
- [22] **Regourd M.;Hornain H.,** «Applications de la microscopie électronique à balayage» Revue des matériaux de construction, 693 : 73-87-1975.
- [23] **Guillon E.; 2004.** «Durabilité des matériaux cimentaires-Modélisation de l'influence des équilibres Physico-chimiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques résiduelles», thèse de doctorat, ENS Cachan/CNRS/Université Paris 6, France-2004.

Bibliographie

- [24] **Marie-Hélène Tremblay., 2009.** «écaillage des bétons contenant des ajouts cimentaires influence des méthodes de mûrissement utilisées en chantier sur le comportement à l'écaillage en laboratoire» Mémoire présenté à la Faculté des études supérieures de l'Université Laval dans le cadre du programme de maîtrise en génie civil pour l'obtention du grade de maître ès sciences (M.Sc) QUÉBEC.
- [25] **Jacques Beaulieu.,** ing.M.Sc.A.Groupe Qualitas «Utilisation des ajouts cimentaires au Québec» Laboratoire de béton ltée.
- [26] **Kosmatka,S.H., Kerkhoff,B., Panarese, W.C., MacLoad, N.F., McGrath, R.j., 2002** «.Design and Control of Concrete Mixtures, 7th Canadian Edition, Cement Association of Canada, Ottawa, 355p».
- [27] **Taylor, H.F.W. 1997.** Cement Chemistry, Second Eddition, Thomas Telford, London, 459 p. Mindess, S., Young, j.F., Darwin, D. (2003) Concrete, Second Edition, Prentice-Hall, 644p.
- [28] **A. Tassart., 1998.** «Valorisation en génie civil de scories L.D. et de résidus calciques issus des centrales thermiques équipées de système de désulfuration ». Thèse de Doctorat. Université de l'Artois. 1998.
- [29] **Fabien AYRINHAC.,2005.** «Valorisation des cendres volantes de chaudière à lit fluidisé circulant dans la filière du génie civil ». Thèse de Doctorat en génie civil. Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse.
- [30] **J. BARON et al., 1995.** «Le béton hydraulique (connaissance et pratique) ;Presses de l'école nationale des ponts et Chaussées », France, 1995.
- [31] **CEA-COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE** «Syntèse Des Connaissances Sur Le Comportement A Long Terme Des Bétons ». Applications Aux Colis Cimentés ; Rapport CEA-R-6050 ; 2004.quees de Toulouse en 1994.
- [32] **A. Ramezianpour.,** «Engineering properties and morphology of pouzzolanic cementconcrete», PhD Thesis, University of Leeds, 310 pages-April 1987.
- [33] **P.K. Mehta.,** «Studies on blended portland cements containing cements containing santorinearth », Cement and Concrete Research, Vol.11, pp. 507-518-1981.
- [34] **C. Shi., and R.L. Day.,** «Pouzzolanic reaction in the presence of chemical activators». Part 2- Reaction products and Mechanism-Cement and Concrete Research-Vol 30-pp 607-617-2000.

Bibliographie

- [35] **GHERNOUTI YOUCEF., 2002.** «Effets des ajouts cimentaires ultrafins sur les propriétés physico-mécaniques et la durabilité des bétons », mémoire de magister en sciences et techniques des matériaux, option liants minéraux et béton. UMBB, Boumerdes, 2002.
- [36] **Cyr M., Coutand M., Clastres P., 2007.** «Technological and environmental behavior of sewage sludge ash (SSA) in cement-based materials». Cement and concrete Research, Volume 37, issue 8, pp. 1278-1289.
- [37] **Monzó J., payá J., Borrachero M.V., Córcoles A., 1996.** «Use of sewage sludge ash (SSA)-cement admixtures in mortars». Cement and concrete Research, Volum 26, Issue 9, pp.1389-198.
- [38] **Kosmatka S.H., Kerkhoff B., Panarase W.C., 2003.** «Design and control of concrete mixtures (fourteenth edition) ». PCA (portland cement Association), pp. 57-61, 315-318.
- [39] **Neville, A.M., 2000.** «Propriétés des bétons », Eyrolles, 806 p.
- [40] **Monzó J., payá J., Borrachero M.V., Gérébés I., 2003.** «Reuse of sewage sludge ashes (SSA) in cement mixtures: the effect of SSA on the workability of cement mortars». Waste Management, volume 23, Issue 4, pp. 373-381.
- [41] **B. C. BENI-REMOUR., 1993.** «Matériaux pouzzolainique: étude physico-chimique et mécanique des mortiers et bétons contenant de la pouzzolane », mémoire d'ingénieur-IGCM ORAN-1993.
- [42] **A.MEBROUKI., 2003.** « Influence de la pouzzolane de Beni-Saf sur les caractéristiques mécaniques des mortiers » thèse de Magister-Université Mostaganem- juin 2003.
- [43] **Marie Agnes MINOUX., 1994.** « cendres volantes et micro cendres :procédés d'obtention, conséquences physiques et chimiques sur le système micro cendres-ciment-eau »Thèse de doctorat. Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse.
- [44] **NAPROUX P., 1994.** «Les micro cendres (cendres volantes traitées) et leurs emplois dans les bétons hydrauliques » Thèse de doctorat. Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse.
- [45] **PHILIPPE LA WRENCE, MARTIN CYR AND ERICK RINGOT –**Mineral admixtures in mortars : Effect of inert materials on short-term hydration, cement and Concrete Research, Volum 33, Issue 12, December 2003, pages 1939-1947.

Bibliographie

[46] **LA WRENCE P.**, 2000. «L'activité des cendres volantes et des additions minérales chimiquement inertes dans les matériaux cimentaires », thèse de doctorat. Université Paul Sabatier, Toulouse, 2000.

[47] **www.groupecorbeil.com**, «les avantages des cendres dans le béton ».

[48] v.s. Ramachandran ; Concrete admixtures handbook , properties, science and technology Noyes Publications, NJ, USA (1984).

[49] **Vigil de la villa R., Frias M., Sánchez de Rojas MI., Vegas I., Garcia R.**, Mineralogical and morphological changes of calcined papersludge at different temperatures and retention in furnace, Appl. Clay Sci.'voll.36,p279-289,2007.

[50] **Fraias M., Garcia R., Vigil R., Ferreiro S.**, Calcination of art paper sludge waste for the use as a supplementary cementing material, Applied Clay Science, 42(1-2), p189-193,2008.