

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
UNIVERSITE DE M'HAMED BOUGARA –BOUMERDES



Faculté des Sciences de l'Ingénieur
Département de Génie des Procédés

Mémoire

Présenté pour l'obtention du diplôme Master

Spécialité : Matériaux pour le Génie Civil

Filière : Génie Civil

THEME

**Amélioration des caractéristiques physico-mécaniques et
rhéologique du plâtre β extra fin de COLPA**

Par ajout des super-plastifiants

Réalisé Par :

MESSARA KAHINA

Proposé et suivi par :

Mme. RABEHI.B

The page is framed by a decorative border of pink and red flowers, possibly gerberas, with green leaves. The flowers are arranged in a pattern that frames the central text.

Remerciement Remerciement

*Je commence par remercier le bon Dieu tout puissant, de m'avoir
donner le courage et l'optimisme de finir ce travail.*

*Je tien à remercier vivement ma promotrice Mme : Ghernouti B ,
et Mme : Bouchelkia N , qui m'ont encadré le long de stage pratique et
pour leurs conseils, leurs orientations et la disponibilité durant l'élaboration de
ce travail.*

*Un grand merci pour l'ensemble des enseignants de faculté science de l'ingénieur
de Boumerdes pour leurs riches études et informations*

Sans oublier Mr Aksas chef de département

Mes sincères remerciements à l'ensemble de l'équipe de laboratoire de COLPA.

*Je présente mes chaleureux remerciements à mes parents et mes frères qui m'ont
soutenu.*

*Un grand merci également à toutes personnes ayant contribué de près ou
de loin à la finalisation de ce travail.*

.....Kahina



Dédicace

*Il est des moments dans la vie où l'émotion est si intense
que ceux qu'on aime nous viennent
immédiatement à l'esprit.*

*C'est donc là une occasion de m'adresser à eux et
leurs faire part de mes sentiments :*

*A ma chère et tendre maman qui m'a élevée sans jamais se plaindre et
donnée de l'affection sans limite.*

*Je pense à mon père pour sa présence permanente,
Mes frères Nssime Chafik Sami Smail et Ammar qui m'ont toujours soutenu
pour prendre la relève*

A ma sœur Nassima

A mes chères amies

*Je dédie aussi aux étudiants que j'ai côtoyés
et sans oublier tous les gens
que j'ai connus à la fac à la cité .*

*Enfin pour tous les gens qui m'estiment espérant bien
que je n'ai oublié personne dans cette courte page.*

SOMMAIRE

- Remerciement	
- Dédicace	
- Présentation de l'usine	
Introduction Générale	1
CHAPTRE I Plâtre, gypse, adjuvants,	
I.1. Introduction	5
Partie 01	
I.1. Définition du gypse	6
I.2.Catégories du gypse.....	7
I.2.1. Les gypses naturel.....	7
I.5.1. Extraction à ciel ouvert	10
I.5.2.Méthode d'extraction en galeries souterraines.....	10
I.6. Caractéristiques du gypse	11
Partie 02	
Le plâtre	11
I.1. Introduction.....	11
I. 2. Historique	12
I.3.Définition du liant.....	12
I.4.Liants aérien :	12
I.5.Formation du plâtre (procédé de fabrication)	13
I.5.1.Préparation du gypse.....	13
I.5.2.Cuisson du gypse	13
I.5.3.Phénomène et produits de déshydratation du gypse	14
I.5.4.Fours de cuisson.....	15
• Les marmites	16
I.6.Moutures, mélange, formulation ; distribution	17
I.7.Contrôles de fabrication.....	17
I.8.Les différents types de plâtre	18
I.9.Commercialisation des plâtres	18
I.10. Facteurs technologique influent la qualité du plâtre.....	18
Partie 03	
Cinétique d'hydratation	19
I.1. Hydratation du plâtre	19

I.2.1.Théorie de cristallisation et de durcissement du plâtre (des liants minéraux)	20
I.2.2. Théorie moderne de durcissement :	21
I.3.Paramètres modifiants l'hydratation	22
I.3.1.La température :	22

Partie 04

Propriétés du plâtre	23
I.1.Les propriétés physique du plâtre	23
I.1.1.La prise.....	23
I.1.2. La variation de volume (l'expansion)	24
I.1.3.Isolation thermique	24
I.1.4.Isolation acoustique.....	25
I.1.5. Correction acoustique	25
I.1.6. Résistance au feu.....	25
I.2. Propriétés chimiques et physiques de plâtre semi hydrate.....	25

Partie 05

I.1.Définition.....	26
I.2.Histoire des adjuvants.....	26
I.3. Mode d'action.....	27
I.4.Fonctions.....	27
I.5.Classification	27
I.5.1.Les modificateurs de prise	27
5.2. Les superplastifiants	29
I.5.2. 1.Classification	30
I.5.2.1.1 .Les plastifiants -réducteurs d'eau	30
I.5.2.1.2. Les superplastifiants -haut réducteur d'eau	30
I.5.3.Utilité des superplastifiants.....	30
I.5.4.Incompatibilité superplastifiant – pâte	31
I.5.5.Répulsions électrostatiques et stériques inter particules des polycarboxylates	31
Conclusion	32

Chapitre II Caractérisation des matériaux utilisés

II.1. Essais sur le gypse.....	40
II.1.1 Préparation de la matière première (MANHAR gypse).....	40
II.1.1.1 Échantillonnage	40

II.1.1.2 Préparation de l'échantillon	40
II.1.2. L'analyse granulométrique du gypse (EN 13279-2)	41
•L'objectif de l'opération.....	41
•Principe d'essai.....	41
II.1.3. L'analyse chimique du gypse (NF B 12401).....	41
II.1.4. L'analyse minéralogique du gypse.....	42
II.1.5. Détermination de la pureté, l'eau combiné et l'humidité du gypse	42
II.2.Essais sur le plâtre extra fin de COLPA	44
II.2.1 L'analyse chimique du plâtre COLPA.....	44
II.2.2 Analyse minéralogique : La technique de la diffraction X (DRX) :	44
II.2.3.Détermination de la pureté, l'eau combiné et l'humidité plâtre et l'anhydrite <i>III</i>	44
II.2.4 L'analyse granulométrique.....	44
II.2.5.Essais physiques	44
II.2.5. 1 La masse volumique	44
II.2.5.2. Détermination du temps de prise (EN 13279-2).....	46
II.2.5.3. Test d'étalement aux anneaux	46
II.2.6 Le PH du plâtre (NF B 12 401)	47
Principe :.....	47
II.2.7 Essais mécaniques	48
II.2.7.1. Préparation des éprouvettes (EN 13279-2).....	48
II.2.7.2. Conservation des éprouvettes	48
II.2.7.3.1. La résistance mécanique de rupture par flexion (Rf)	49
II.2.7.3.2 La résistance mécanique à la rupture par compression Rc	49
II.2.8. Détermination de L'absorption d'eau.....	50
II.2.8.1.Coefficient d'absorption	50
II.2.8.2.Taux de porosité %	50
II.3.1. Les superplastifiants	51
II.3.1.1 Propriétés de Mélamine Formaldéhyde Sulfonée (SMF).....	51
II.3.1.2 Propriétés de PC5	51
II.3.2. l'accélérateur de prise APG(accélérateur de prise gypse)	52
Conclusion :	53

Chapitre III Protocole expérimentale

III.1.Méthodologie du travail.....	59
III.1.1.Première étape	59
III.1.2.Deuxième étape	60

III.1.2.1. Le mélamine formaldéhyde sulfoné SMF	60
III.1.2.2. Le pentaflow PC5	60
III.2. Caractérisation de l'efficacité d'un fluidifiant	61
III. 3. Caractérisation de l'efficacité é d'un accélérateur (respectivement retardateur).....	61
III.4. Détermination de la consistance normal par méthode de table à secousse norme NA 5087-2 :2015 IANOR.....	61
III.5. Préparation des mélanges (déférents pourcentages ou dosages de superplastifiant).....	62
Conclusion :	63

CHAPITRE IV **Résultats et interprétations**

CHAPITRE IV Résultats et interprétations	64
Conclusion generale	104
- Referances bibloigraphie	
- Annexes	

Listes des figures

Figure I.1. Pièce d'un salon décoré par plâtre	3
Figure I .2. Diverses variétés minérales du gypse naturel[1]	4
Figure I .3. Projection de la structure cristalline du gypse sur le plan (001) [1]	6
Figure I .4. Cristal du gypse[3]	7
Figure I .5. Formation du gypse dans la nature	7
Figure I .6. Extraction en galeries souterraines [1]	8
Figure I .7. Images MEB des plâtres Prestia (usine Mériel du groupe Lafarge) obtenues respectivement par voie humide (α) et voie sèche (β)[2]	11
Figure I .8. Solubilité des sulfates de calcium [2]	17
Figure I.9. Image MEB de la microstructure d'un plâtre sec préparé avec un rapport de E/P = 0.8 [7]	20
Figure I.10. Faciès cristallographiques du gypse en présence d'adjuvants [5]	26
Figure I .11. Schéma mécanisme d'action des super plastifiants sur les grains du liant [2]	28
Figure I.12.: Potentiel zêta des particules de ciment en présence de super plastifiant[2]	29
Figure I.13. Localisation de COLPA à BOUIRA	31
Figure I.14. Carrière MENHAR (photos prise le 10 Mars 2018)	32
Figure I.15. Extraction du gypse avec des camions brise roche à ciel ouvert	32
Figure I.16. Transport de gypse concassé avec des camions vers l'usine	33
Figure I.17. Stockage du gypse	33
Figure I.18. Prélèvement d'échantillon pour un contrôle de qualité	34
Figure I .19. Expédition du produit	34
Figure II .1. Homogénéisation du gypse au laboratoire	40
Figure II .2 . Thermobalance	42
Figure II.3. Détermination de la masse volumique non tassé	44
Figure II.4. Détermination de la MV tassé	44
Figure II.5. Détermination des temps de prise	45
Figure II .6. Déroulement de l'essai d'étalement	46
Figure II .7. Appareil de détermination de l'expansion	46
Figure II.8. Préparation des éprouvettes	47
Figure II.9. Séchage des éprouvettes.....	48
Figure II .10. Déroulement des essais mécaniques	49
Figure II .11. Test d'absorption des éprouvettes	50

Figure III .1. Les étapes de détermination de E/P par la table à secousses	62
Figure III .2. Préparation des mélanges avec différents dosages de SP	63
Figure IV.1. Présentation graphique du taux de refus du gypse	64
Figure VI.2. Diffractogramme de l'analyse minéralogique du gypse	66
Figure IV.3. Diffractogramme de l'analyse minéralogique du plâtre	68
Figure IV.4. Présentation graphique du taux de refus de L'analyse granulométrique par diffraction laser du plâtre extra fin COLPA	69
Figure IV.5. Présentation graphique des résistances en compression et en flexion pour plâtre témoin	72
Figure IV.6. Influence du rapport E/P sur les temps de prise	73
Figure IV.7. Influence du rapport E/P sur l'étalement	74
Figure IV.8. Influence du rapport E/P sur les MV humide	74
Figure IV.9. Influence du rapport E/P sur l'absorption du plâtre durci	75
Figure IV.10. Présentation des résistances mécanique du plâtre extra fin avec diminution d'E/P	77
Figure IV.11. Influence du rapport E/P sur les résistances mécaniques du plâtre extra fin	77
Figure IV.12. Évaluation des E/P en fonction SMF	79
Figure IV.13. Temps de prise du plâtre adjuvanté avec SMF en fonction de différents pourcentages	80
Figure VI.14. Masses volumiques humide du plâtre adjuvanté avec SMF en fonction de différents pourcentages	81
Figure IV.15. Présentation graphique d'expansions du plâtre adjuvanté avec SMF en différents pourcentages	81
Figure IV.16. Présentation graphique d'absorption du plâtre adjuvanté avec SMF en différents pourcentages	83
Figure IV.17. Présentation graphique des résistances mécaniques en flexion du plâtre adjuvanté avec SMF en différents pourcentages après 7 jours	84
Figure IV.18. Présentation graphique des résistances mécaniques en compression du plâtre adjuvanté avec SMF en différents pourcentages après 7 jours	85
Figure IV .19. Influence de l'ajout de retardateur de prise (AC) sur les résistances mécaniques en flexion du plâtre avec adjuvant SMF	87
Figure IV.20. Influence de l'ajout de retardateur de prise (AC) sur les résistances mécaniques en compression du plâtre avec SMF	87
Figure IV.21 Présentation graphique des consistances normales (E/P) pour chaque pourcentage de PC5 ajouté au plâtre extra fin de COLPA	89
Figure IV.22. Présentation graphique de comparaison des consistances normales (E/P) avec SMF ET PC5 en utilisant les mêmes pourcentages dans plâtre extra fin de COLPA	90
Figure IV.23. Influence de PC5 sur les temps de prise du plâtre extra fin	91
Figure IV.24. Influence de PC5 sur la MV humide du plâtre extra fin	91

Figure IV.25. Présentation graphique de l'expansion pour plâtre extra fin adjuvanté avec PC5 de COLPA	92
Figure IV.26. Influence l'ajout de PC5 sur l'absorption du plâtre extra fin durcis	93
Figure IV.27. Influence de l'ajout de PC5 sur les résistances mécaniques du plâtre extra après 7 jours	94
Figure IV.28. Présentation graphique d'E/P du plâtre extra fin adjuvanté avec SMF et PC5 de COLPA	96
Figure IV.29. Rapport E/P du plâtre extra fin adjuvanté avec SMF et PC5 de COLPA en fonction du dosage en super plastifiants	97
Figure IV.30. Présentation graphique des MV Humide du plâtre extra fin adjuvanté avec SMF et PC5 de COLPA	98
Figure IV.31. Présentation graphique des expansions du plâtre extra fin adjuvanté durcis avec SMF et PC5 de COLPA	99
Figure IV.32. Présentation graphique des Porosités du plâtre extra fin adjuvanté durcis avec SMF et PC5 de COLPA	100
Figure IV.33. Comparaison des temps de prise du plâtre extra fin adjuvanté durcis avec SMF et PC5 de COLPA	101
Figure IV.34. Comparaison des résistances mécaniques en compression du plâtre extra fin adjuvanté durcis avec SMF et PC5 de COLPA	102

Liste des tableaux

Tableau I .1 : Action des superplastifiant sur le sulfate de calcium à l'état frais et durci	28
Tableau II .1. Propriétés de SMF	50
Tableau II.2 .propriétés de PC 5	51
Tableau II.3 .Propriétés et composition chimique de AC	51
Tableau IV.1 .Résultats de l'analyse granulométrique	64
Tableau IV. 2. Les différents constituants minéralogiques du gypse.....	65
Tableau IV. 3 . Résultats d'analyse du gypse par thermobalance.....	67
Tableau IV.4. Résultats d'analyse chimique du plâtre extra fin COLPA	67
Tableau IV.5. Résultats d'analyse par thermobalance du plâtre extra fin COLPA.....	68
Tableau IV.6. Résultats de l'analyse granulométrique du plâtre	69
Tableau IV.7. Résultats des masses volumiques.....	70
Tableau IV. 8. Résultats du temps de prise et étalement du plâtre extra fin COLPA	70
Tableau IV.9. Absorption du plâtre extra fin COLPA	71
Tableau IV. 10. Résistances mécaniques du plâtre extra fin COLPA.....	72
Tableau IV. 11. Résultats des essais physiques sur le plâtre durci à différents rapports E/P	73
Tableau IV. 12. Absorption du plâtre durci à différents rapports E/P	75
Tableau IV. 13. Résistances mécaniques en flexion et en compression avec variation d' E/P.....	76
Tableau IV .14. Caractérisations d'efficacité des adjuvants	78
Tableau IV. 15. Rapport E/P pour chaque dosage en SMF.....	78
Tableau VI. 16 .Résultats d'essais physiques sur le plâtre adjuvanté avec SMF.....	80
Tableau VI. 17. Résultats d'essais d'absorption sur le plâtre adjuvanté avec SMF	82
Tableau IV. 18. Resistances mécaniques du plâtre adjuvanté avec SMF	83
Tableau IV. 19. Resistances mécaniques le plâtre adjuvanté avec SMF et acide citrique	86
Tableau IV. 20. Rapports E/P pour le plâtre adjuvanté avec différents % PC5.....	88
Tableau IV. 21. Résultats d'essais physiques sur le plâtre adjuvante avec différents % PC5	90
Tableau IV. 22. Résultats d'absorptions sur le plâtre adjuvanté durcis avec différents % PC5	94
Tableaux IV.23 .Influence de l'ajout de PC5 sur les résistances mécaniques du plâtre extra fin.....	96
Tableaux IV 24. Comparaison d'E/P pour le plâtre avec SMF et avec PC5	97
Tableaux IV. 25. Comparaison d'étalements pour la pate du plâtre avec SMF et avec PC5	98
Tableaux IV.26. Comparaison des MV humide des pates du plâtre avec SMF et avec PC5.....	99
Tableaux IV. 27. Comparaison des expansions du plâtre durcis avec SMF et avec PC5	100
Tableaux IV. 28. comparaison des porosités des plâtres durcis avec SMF et avec PC5	101
Tableaux IV.29. Comparaison des temps de prise de plâtre avec SMF et avec PC5	101
Tableaux IV. 30. Comparaison des résistances mécaniques des plâtres durcis après 7 jours avec SMF et avec PC5	102

Abréviations :

SMF : Mélamine Formaldéhyde Sulfonée

PC5 : pentaflow PC5

APG : accélérateur de prise gypse

AC : acide citrique

MV H : masse volumique humide

DPC : début de prise

FPC : fin de prise

P : porosité

Présentation de l'unité industrielle



I.1.Histoire

COLPA spa (Cosider Lafarge Plâtres Algérie), créée en 2002, avec un capital social de 508.500.000 DA ; est le fruit de la volonté de deux grands groupes COSIDER, leader de la construction en Algérie et LAFARGE, leader mondial des matériaux de construction, d'unir leurs efforts dans le but d'apporter des solutions modernes dans l'aménagement intérieur.

COLPA est un acteur majeur dans

- La production et la commercialisation des plâtres en poudre manuels et projetés, pour le moulage et bâtiment, ainsi que d'autres plâtres formulés spécifiques et produits dérivés.
- Les systèmes à base de plaque de plâtre pour la réalisation de : cloisons, doublages, plafonds et tous ouvrages décoratifs répondant aux normes internationales en vigueur.

I.2.Localisation

- L'usine se situe dans la commune d'ELADJIBA à 30km de l'est de la wilaya de BOUIRA.



Figure I.13. Localisation de COLPA à BOUIRA

Présentation de l'entreprise

- **La carrière** se situe à 7 Km au sud de l'usine au lieu-dit MANHAR ; fait partie administrativement du territoire de la commune d'AHNIF, la superficie du périmètre d'exploitation est de 26,45 hectares



Figure I.14. Carrière MENHAR (photos prise le 10 Mars 2018)

I.3.Procédé de fabrication du plâtre de COLPA

I.3.1.Extraction de gypse (matière première)

L'extraction de la matière première (gypse cristallisé) se fait à ciel ouvert dans la carrière (Manhargypse) sous forme de roches à l'aide d'un brise roche. Le gypse fournit, très réputé pour sa pureté, sablancheur et sa régularité de teneur en humidité, qualités indispensables à la production des plâtres de spécialité.

L'acheminement : transport de la matière première jusqu'à l'usine avec des camions.



(Photo prise le 10 Mars 2018)



(Photo prise le 15 Mars 2018)

Figure I.15. Extraction du gypse avec des camions brise roche à ciel ouvert



(Photo prise le 15 Mars 2018)

Figure I.16.Transport de gypse concassé avec des camions vers l'usine

I.3.2. Concassage - criblage

Le concassage a pour but de réduire le gypse extrait de la carrière en produits plus fin. En premier lieu le gypse subit un concassage primaire donnant un diamètre de 60mm ; ce dernier sera donc transporté sur des bandes vers le hall de stockage.

Le gypse subit un tamisage: un criblage en fonction du diamètre pour repasser au concasseur afin d'être concasser une seconde fois pour atteindre un diamètre inférieur à 5mm.



Figure I.17.stockage du gypse

I.3.3.La cuisson

Utilise des fours modernes, automatisés et munis de différents filtres dépoussiéreux et plusieurs sondes contrôlant la pression, la température et le poids, ils peuvent traiter jusqu'à 45t de gypse/heure suivant leurs caractéristiques. Le gypse est donc cuit à une température de $145\text{ °c} \leq T \leq 155\text{ °c}$.

I.3.4. Le broyage

Le plâtre est réduit en particules de 200 μm grâce à un système sophistiqué.

Présentation de l'entreprise

I.3.5. Le refroidissement

Le produit fini est envoyé à la vis de vieillissement pour une parfaite homogénéisation et subit un refroidissement favorable pour sa qualité. Le produit obtenu est acheminé vers les silos de stockage.

I.3.6. Atelier de formulation (L'homogénéisation et l'adjuvantation)

Au niveau de COLPA, on dénombre 2 mélangeurs. On mélange des adjuvants avec le plâtre Beta (dans des proportions très variables selon l'usage que l'on souhaite faire du produit final), On ajoute des adjuvants, une expansion spécifique, une fluidité contrôlée et autres caractéristiques précises. Tout au long du processus, le plâtre fait l'objet de nombreux prélèvements et contrôles. Cela permet de corriger le produit et de l'améliorer jusqu'à ce qu'il colle parfaitement au cahier des charges du client.

I.3.7. Le contrôle et la validation des produits

En amont (à l'extraction), l'humidité et la pureté du gypse font l'objet de contrôles périodiques. Ensuite, des échantillons sont prélevés tout au long du processus de fabrication est contrôlés par le laboratoire de qualité de l'usine qui se consacre totalement à ce travail. Ces contrôles permettent la validation définitive des produits finis ainsi que le pilotage des paramètres de conduite des procédés de cuisson, de broyage et de mélange. Ils sont garantis de la qualité des plâtres mis en vente.



Figure I.18. Prélèvement d'échantillon pour un contrôle de qualité

I.3.8. Expédition

Des roto-packers et un palettiseur sont mis à la disposition de la logistique pour satisfaire le chargement des clients et la mise en stock des produits.



Figure I .19. Expédition du produit

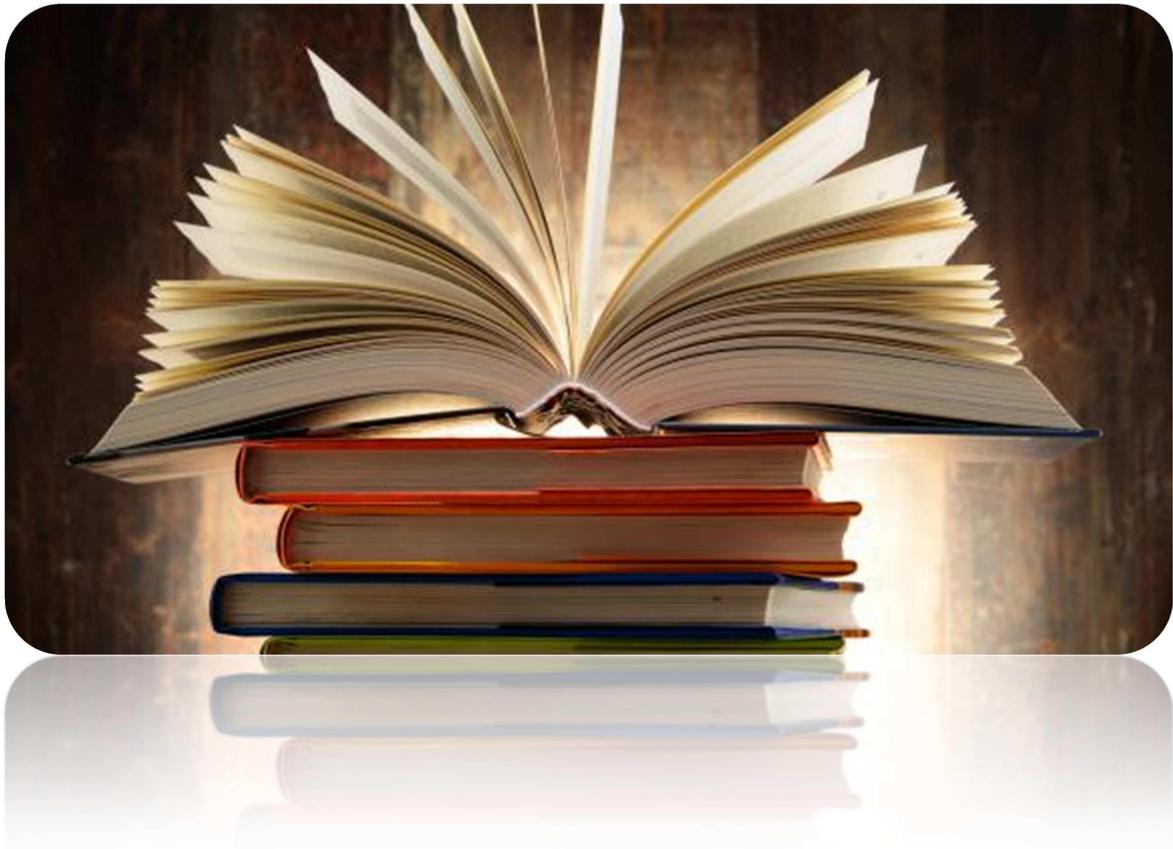
I.4. Les types de plâtres produits par COLPA

- **Plâtre de moulage** : additionné avec des ajouts et additifs pour modifier les caractéristiques de la pâte de plâtre gâché où les qualités finales sont alors affectés pour aboutir à différents produits qui sont :
- **PGC Plâtre de construction** : plâtre destiné au revêtement intérieur.
- **P. CER 113 : Plâtre céramique** destiné pour la fabrication des moules pour les produits en céramique tel que les accessoires sanitaire...etc
- **PSPN 313** : Plâtre à projection normale. Il est à projeter par machine.
- **Enduit de finition.**
- **Plâtre extra fin (SH fin)** : sa granulométrie est inférieure à 200 μ m. C'est le plâtre sur lequel l'étude s'est basé.

Conclusion

Afin de réaliser ce travail des protocoles expérimentaux sont effectués sur la matière première et le plâtre extra fin produit en usine. Dans les chapitres qui suivent ; on montre le parcours expérimental qui est basé sur l'amélioration des caractéristiques du plâtre extra fin β en incorporant au mélange des différents pourcentages d'adjuvant de nature superplastifiants réducteurs d'eau (SMF) et polycarboxylate .

Introduction générale



Introduction générale

Le plâtre est un matériau résultant de la cuisson du gypse, suivie de broyage. C'est aussi le même matériau gâché avec de l'eau et durci.

Il est très répandu et employé pour le moulage des formes ainsi que dans le bâtiment pour la confection d'éléments préfabriqués comme les carreaux, les panneaux, en enduit ainsi dans l'industrie céramique pour la réalisation des moules mère. Et aussi en médecine.

Les points forts du plâtre, par rapport aux autres matériaux de construction, sont essentiellement sa faible densité apparente et sa grande porosité (~50%), qui lui confèrent de très bonnes propriétés d'isolation thermique et phonique. Par ailleurs, ce matériau présente un pouvoir de régulation hygrométrique à l'intérieur des maisons et une bonne résistance au feu (présence d'eau de structure), tout cela pour un faible coût de production. La meilleure qualité du plâtre est que c'est un matériau recyclable à 100%, donc on le considère comme un matériau proprement écologique.

Toutefois ; ses trop faibles propriétés mécaniques dû au taux de porosité élevé ; n'en font pas de lui un matériau de structure. Pour cela mener une stratégie de développement durable ; liées à la problématique qui concerne les faibles caractéristiques mécaniques du plâtre de construction ; permet d'augmenter la productivité, la rentabilité et la durabilité du matériau en utilisant, par exemple, des sous-produits provenant d'autres industries ; ou des produits chimiques fabriqués industriellement de nature polymère , ou polycarboxylate (tensio-actives ou adjuvants).

L'objectif de ce travail est d'améliorer les caractéristiques physico-mécaniques et rhéologique du plâtre extra fin fabriqué en usine COLPA d' ELADJIBA BOUIRA.

Cette investigation expérimentale est focalisée sur le choix et le dosage en superplastifiant, plusieurs essais ont été effectués sur chaque type afin de voir son influence sur les performances du produit commercialisé.

Le manuscrit est divisé en cinq chapitres ;

Le premier chapitre I contient la recherche bibliographique exprimé en cinq parties la première est consacré à une présentation du gypse la deuxième pour le plâtre en citant les procédés de fabrication .La troisième pour les propriétés et on parlant de la cinétique d'hydratation. La quatrième partie est consacré pour les adjuvants : les accélérateurs et retardateur de prise, les superplastifiants de différents natures. Enfin la dernière est consacrée

Introduction générale

pour la présentation de l'usine de COLPA en indiquant le procédé de fabrication du plâtre extra fin.

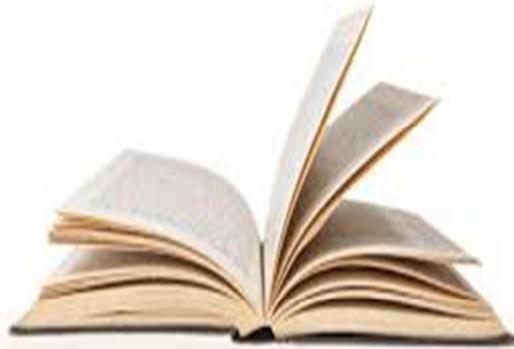
La partie pratique est divisée en trois chapitres :

Le chapitre II est consacré aux caractéristiques des matériaux utilisées et les essais effectués sur le plâtre extra fin qu'on considère comme la référence pour ce travail.

Le chapitre III contient les protocoles expérimentaux avec une explication détaillé des étapes du travail.

Le dernier chapitre IV couvrira les résultats obtenus avec les présentations graphiques en plus de leurs interprétations.

Chapitre I



Généralités : Plâtre, gypse, adjuvants.

I.1. Introduction

Les systèmes à base de sulfate de calcium comme le plâtre font partie de notre quotidien. Intégrés à tous types de bâtiments, ils se trouvent généralement sous forme d'aménagements intérieurs. Nous pouvons citer les systèmes d'isolation thermique et thermo-acoustique associant sulfate de calcium et isolant, les systèmes de cloisons séparatives, les systèmes de protection contre les incendies (liste non exhaustive). Il existe également les sulfates de calcium à projeter, les carreaux pour la réalisation de cloison ou les plâtres pour staff destinés à la fabrication de plaques de plafonds et d'éléments de décoration. Le sulfate de calcium peut aussi se trouver dans les systèmes au sol : chapes, bétons cirés...généralement dans des formulations de types composites. La photographie présentée sur la **figure I .1** illustre parfaitement l'usage du sulfate de calcium dans une pièce à vivre.[5]



Figure I .1 pièce d'un salon décoré par du plâtre [7]

Partie 01

Le gypse système $\text{CaSO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$

Dans cette partie on parle de gypse ; ses catégories ; son extraction ; ses caractéristiques et sa structure.

I.1. Définition du gypse

Le gypse est une roche sédimentaire appelé aussi pierre à plâtre de formule chimique $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (sulfate de calcium di-hydraté) est considéré comme matière première pour la fabrication industrielle des plâtres. On le nomme aussi le di-hydrate.

Il se trouve en grandes catégories: les gypses naturels et les gypses synthétiques.[1]

I.2.Catégories du gypse

I.2.1. Les gypses naturel

Sont sous forme d'une roche blanche, d'aspect mat, finement cristallin, tendre (rayable à l'ongle) et de densité 2,3. Quelques traces jaunes de soufre peuvent apparaître. Il est constitué en majeure partie de sulfate de calcium hydraté ($\text{CaSO}_4 \cdot 2(\text{H}_2\text{O})$). Le gypse d'EladjibaBouira est très pur (souvent 98%) et ne nécessite pas de purification lors de son exploitation. Ils se présentent sous diverses variétés minérales (forme micro-cristallisée ; macro-cristallisée) que nous présentons sur la figure I .2 :[5]



Figure I .2. Diverses variétés minérales du gypse naturel[1]

I.2.1.1. Les variétés micro-cristallisée

- **L'albâtre** : c'est un gypse massifs ; compact à grain fin et très pure ;il est utilisé pour la fabrication des plâtres spéciaux (chimique. dentaire),
- **Le sélénite** : est cristallisé en forme de gros cristaux il est aussi rare.

I.2.1.2. Le gypse saccharoïde

I.2.1.3. Les variétés macro-cristallisée

- le gypse lamellaire, le fer de lance, le gypse lenticulaire

Remarque : Les couches les plus profondes de gypse peuvent perdre leur eau de cristallisation. On obtient alors une roche composée de sulfate de calcium non hydraté (CaSO_4) appelé : **Anhydrite** d'une dureté 3-3.5 et masse volumique $2.8\text{-}3\text{g/cm}^3$; d'une couleur grise ; blanche ; bleu claire se trouve moins dans la nature que le gypse.

Le gypse exploité dans l'industrie plâtrière est une roche micro-cristallisée à grains généralement fins (gypse saccharoïde). Il est rarement pur et se trouve mélangé à des impuretés en nombre et proportion variables d'une carrière à l'autre : argile, silice, dolomie, anhydrite, etc.

I.2.2. Les gypses synthétiques

Ils proviennent généralement des sous-produits de fabrications industrielles ou résultent du traitement d'effluents contenant de l'acide sulfurique (H_2SO_4).

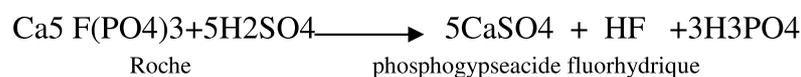
Les sources de production de gypse synthétiques sont majoritairement les fabrications d'acides : acide phosphorique (**phosphogypse**), acide fluorhydrique (**fluorogypse**), acide borique (**borogypse**), acides organiques (**citrique**, **tartrique**). Aussi la fabrication de l'oxyde de titane (TiO_2) conduit également à une production de gypse appelé **titanogypse**. [4]

- **Le phosphogypse :** obtenu est caractérisé par une haute teneur en humidité ; 30% de produit obtenu contient de :

94.5% de $\text{Ca SO}_4, 2\text{H}_2\text{O}$

2.5 % de $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)$

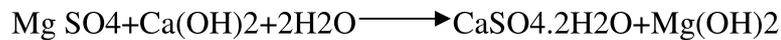
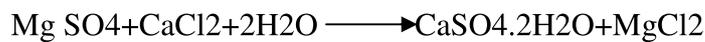
0.2% de CaF_2



- **L'anhydrite synthétique :** obtenue lors de la fabrication de l'acide fluorhydrique H-F le traitement de CaF_2 par $\text{H}_2\text{O SO}_4$.



Remarque : si c'est déchets n'existe pas on peut fabriquer du plâtre à partir d'une masse gypse magnésienne obtenu lors de la désulfurisation des saumures de mer (qui contient de sel) par traitement d'une chaux hydraté $\text{Ca}(\text{OH})_2$.



I. 3. La structure cristalline du gypse

La structure est l'empilement de couches d'ions de calcium Ca^{2+} et sulfate.

La projection de la structure sur le plan (001) (**figure I .3**) donne une représentation assez nette de la microstructure :

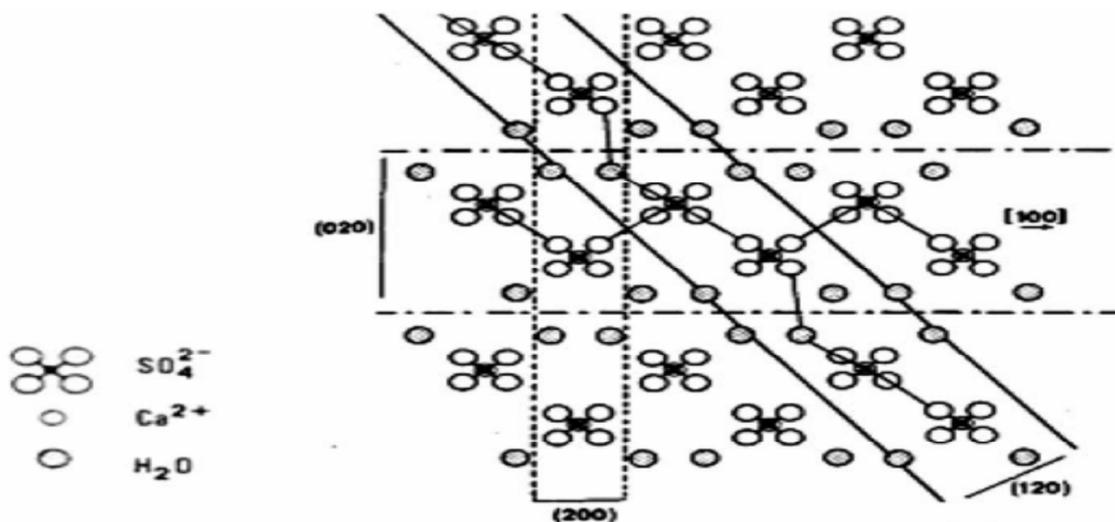


Figure I .3.Projection de la structure cristalline du gypse sur le plan (001)[1]

Dans la structure du gypse on retrouve deux types de liaisons chimiques :

- Des liaisons ioniques (fortes) dans les feuillets $\text{Ca}^{2+}/\text{SO}_4^{2-}$ dues aux différences de charges électriques.
- Des liaisons hydrogènes entre les molécules d'eau et les atomes d'oxygène des ions de sulfate. L'atome d'oxygène de la molécule d'eau étant relié à un ion de calcium, celles-ci sont beaucoup moins fortes que les liaisons ioniques $\text{Ca}^{2+}/\text{SO}_4^{2-}$. [1]



Figure I .4.Cristal du gypse[3]

I.4.Formation du gypse

Les principaux gisements de gypse de par le monde sont liés aux dépôts de roches sédimentaires, dites évaporites, dans les mers peu profondes, les lagunes et les lacs salés.

L'évaporation de l'eau dans ces milieux engendre une sursalinité et la précipitation des ions présents dans l'eau sous forme de roches solubles dites salines. Selon les conditions vont se déposer des chlorures ou sels (de sodium ou potassium) ou des sulfates de calcium. Les sulfates déposés cristallisent le plus fréquemment sous forme hydratée (gypse - $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) mais parfois sous forme anhydre (anhydrite - CaSO_4).[1]



Figure I .5.Formation du gypse dans la nature

I.5.Extraction du gypse

En premier lieu on va expliquer l'étape d'extraction de la matière première « le gypse » :

L'extraction du gypse se pratique à ciel ouvert ou en carrières souterraines suivant la profondeur de gypse à atteindre. [7]

I.5.1. Extraction à ciel ouvert

Ce mode d'exploitation permet l'enlèvement total du gypse mais présente des inconvénients

en cas d'intempéries (difficulté d'accès, humidification du gypse). Il comporte trois niveaux :

- Un niveau supérieur correspondant à la couverture.
- Un niveau mixte comportant la couverture et le minerai.
- Un troisième niveau correspondant au minerai pur.

I.5.2. Méthode d'extraction en galeries souterraines

Lorsque l'épaisseur des terres de recouvrement est importante (supérieure à 5 fois l'épaisseur de gypse) ou que la couche de gypses trouve sous un site classé ou protégé, l'extraction se fait en galeries souterraines par la méthode des chambres et piliers abandonnés. [4]

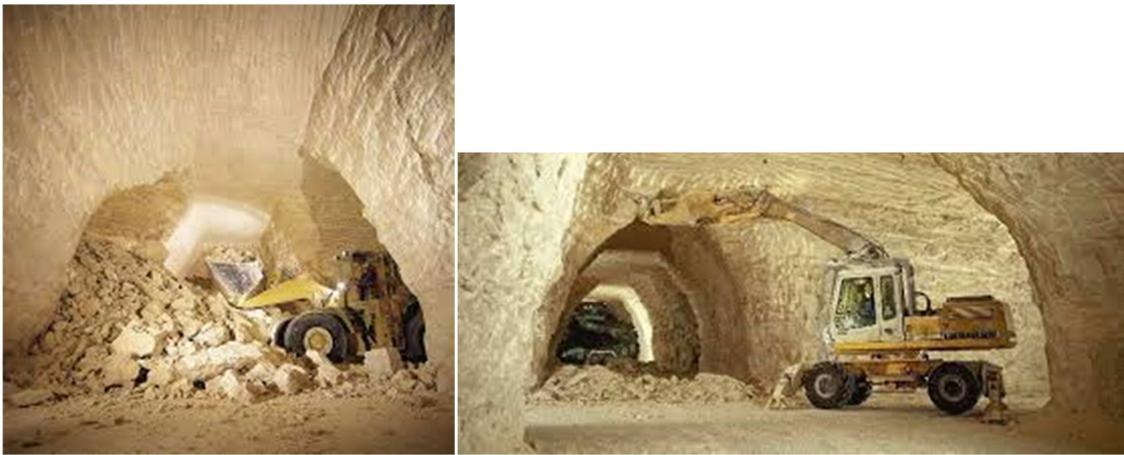
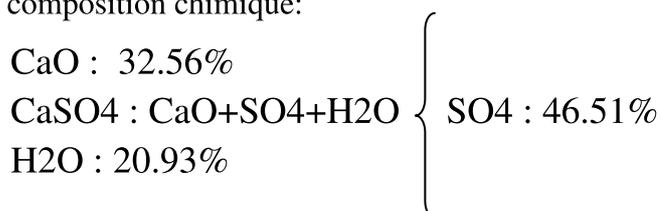


Figure I .6.Extraction en galeries souterraines[1]

I.6. Caractéristiques du gypse

- Le gypse naturel a une chaleur de dissolution qui est égale à 5.7 kilo cal/mol.
- Dureté dans l'échelle de Mohs $\theta=1.5-2$.
- Masse volumique $=2.3\text{g/cm}^3$.
- La solubilité : $S=2.05\text{g/l}$: le gypse a la plus grande solubilité à 40C° et elle diminue en augmentant la température .
- Le gypse pure est opaque ; les cristaux incolores mais il est souvent coloré par les impuretés (brin ; gris ; jaune)..[5]
- La composition chimique:



Partie 02

Le plâtre

I.1.Introduction

Le plâtre est un matériau de construction ignifuge. Il est utilisé sous forme de pâte constitué d'un mélange de poudre et d'eau, ou préparé sous forme de plaques.

Les propriétés spécifiques en font un matériau à part dans le monde de la construction ; il est connu plus de 9000 ans par les humains et que les anciens l'utilisent uniquement pour les enduits. Les sources écrites disponibles indiquent que les propriétés spécifiques du plâtre sont connues et exploitées au moins dès le moyen âge.

Le plâtre est utilisé depuis des millénaires d'années comme un complément de plomb à sceller les pièces métalliques pour la décoration, le revêtement ainsi dans multiples usages tel que : pour hourder les planches et les murs et les cloisons, pour isoler les fers des conduits de cheminé, pour produire des objets en staff...etc . Avec l'apparition des plaques de plâtre qui sont utilisées pour réaliser les cloisons non porteuses et plafonds suspendus. Il connaît une évolution avec l'apparition de différents additifs qui modifient ses propriétés et augmentent sa résistance.

Le plâtre on l'appelle aussi un liant hydraulique. Il existe plusieurs catégories de plâtre ici dans le compte rendu qui suit on a effectué sur le plâtre de construction B des essais pour déterminer les propriétés mécaniques. Qu'on montre en détail les opérations qui ont été suivies afin de les prouver. [8]

I. 2. Historique

Le plâtre est connu depuis la haute antiquité, les premiers signes de son emploi remontent à environ 9000 ans sous forme de support pour fresques murales (fouilles en Anatolie). Que les anciens l'utilisent uniquement pour les enduits (1803), avec un mortier de chaux additionné de poudre de marbre qui étaient leur préféré. L'un des premiers exemples d'utilisation du plâtre en construction est l'assemblage de blocs de pierre constituant la grande pyramide de Kéops.

Utilisé par les romains pour leurs stucs au début ils utilisent la chaux et après elle sera remplacée par le plâtre au VIII^{ème} siècle. Il est utilisé principalement dans les pays à climats secs ou très secs ex. en Egypte. Son gonflement est mis à profit pour la mise en charge des étalements lors des reprises en sous-œuvre des piliers (la charge de la vieille muraille).

Le début du XX^{ème} siècle voit l'apparition des plaques de plâtre inventées aux ETAS_UNIS en 1890 et le plâtre connaît un vif succès jusqu'à nos jours et finalement utilisé dans la construction

grâce à ses propriétés d'isolation thermique et acoustique et sa résistance au feu ce qui explique sa très grande porosité et par la présence d'eau de structure.[1]

I.3.Définition du liant

C'est toute matière susceptible d'enrober les particules solide inerte on distingue **les liants organique** et les **liants minéraux** qui se divisent en **liants aériens** et **liants hydraulique**.

I.4.Liants aérien : c'est un liant qui garde ses propriétés à l'air et les perd à l'eau comme le plâtre.

I.5.Formation du plâtre (procédé de fabrication)

I.5.1.Préparation du gypse

Avant d'être introduit dans les fours, le gypse subit un **concassage** et un **criblage** avec recyclage en fonction du procédé de cuisson. Le gypse peut éventuellement être séché dans des cylindres rotatifs avant d'être cuit. Des stocks sont constitués pour éviter de créer des discontinuités dans l'approvisionnement des fours.[2]

I.5.2.Cuisson du gypse

Le plâtre est produit à partir de gypse, extrait en carrière, cependant il est broyé et chauffé pour donner du semi hydrate (appelé aussi mihydrate) de formule brute ($\text{CaSO}_4 \cdot 0.5\text{H}_2\text{O}$) ou poudre de plâtre, à des températures entre 105 et 160 dans des fours industriels (four rotatif ; chaudière de cuisson ; broyeur préchauffeur ; grille à agglomère). Le solide obtenu garde la morphologie du gypse de base avec une structure cristalline très proche de celle du gypse, formé d'empilement des feuillettes de ($\text{Ca}^{2+} \cdot \text{SO}_4^{2-}$) et de molécules d'eau. Selon les conditions de pression et de vapeurs d'eau imposées deux phases hémihydratées peuvent être obtenues :

I.5.2.1.Voie sèche (variétés β) : quand on a la pression de vapeur d'eau est inférieure à 0.1MPa (atmosphère sec) dans des fours discontinu à chauffage indirect ;l'eau est éliminée sous forme de vapeur cause de nombreux pores du corps obtenu ;qui est floconneux et présente des fissures ; métastable ;soluble dans l'eau demande beaucoup d'eau de gâchage 70% .Possède des résistances mécaniques faible d'une dureté $d=2.62$ (le semi hydrate obtenu est dite de **type β ou plâtre de construction**.)Elle est pratiquée pour obtenir la plus grande partie du plâtre.

I.5.2.2.Voie humide (variété α) :obtenu par chauffage en atmosphère humide sous pression de vapeur d'eau dans des autoclaves sous 2 à 7 bars pendant quelques heures à des $T > 100^\circ\text{C}$. Ou dans des solutions de sel ou Na cl ou CaCl_2 ou NaSO_4 . Ce procédé est utilisé pour obtenir le semi

hydrate α qui a un corps compact ($d=2.76$) et cristallin ; faiblement soluble dans l'eau possède une forte résistance mécanique ; un tel plâtre appelé plâtre de haute résistance jusqu'à 40Mpa. Il est produit en faible quantité.(on l'utilise comme plâtre dentaire ; aussi pour l'industrie céramique).[5]

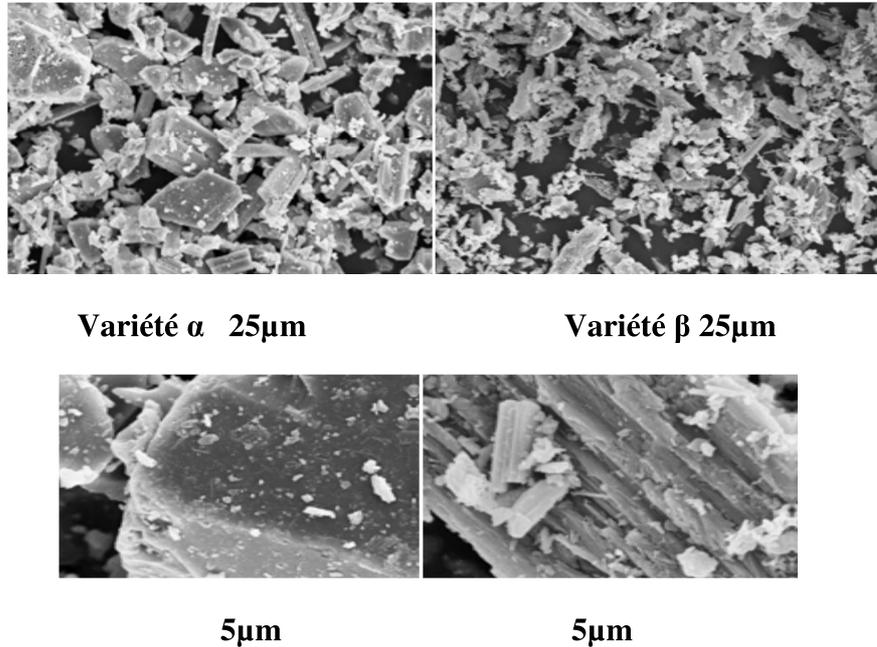


Figure I .7. Images MEB des plâtres Prestia (usine Mériel du groupe Lafarge) obtenues respectivement par voie humide (α) et voie sèche (β) [2]

I.5.3. Phénomène et produits de déshydratation du gypse

Il est très complexe il dépend de **contact de matière** ; de **la finesse du gypse** et de **la présence des impuretés**. Ce qui entraîne l'apparition des différents produits.

Donc quelque soit l'origine du gypse, synthétique ou naturelle, une déshydratation partielle est nécessaire pour obtenir l'hémihydrate, qui est la poudre blanche connue sous le nom commercial de plâtre. Cette déshydratation se fait sous chauffage à une température entre 110

et 180 °C, selon la réaction chimique suivante (**pour les deux variétés (α) et (β) (c'est un phénomène endothermique)** :



Un chauffage à des températures plus élevées (au delà de 200°C) donne d'anhydrites complètement déshydratées (**les anhydrites I, II ou III** qui présentent des structures cristallographiques différentes).

L'anhydrite III : est la première forme allotropique obtenue à 200 C°. Elle est soluble dans l'eau et se réhydrate très rapidement en semi hydrate au contact de l'eau en phase vapeur, au cours d'une réaction appelée réversion :



L'anhydrite III de structure hexagonale se transforme en **anhydrite II** de structure orthorhombique vers 220 C° pour le semi hydrate α et vers 350 C° pour le semi hydrate β .

L'anhydrite II : est une espèce stable thermodynamiquement qui se réhydrate lentement au contact de l'eau liquide.

A température supérieure à 600C° on obtient un produit inerte incapable de faire prise.

A 1230 C°, l'anhydrite se transforme en **anhydrite I** de structure cubique qui ne se réhydrate que très difficilement. **L'anhydrite I** est instable à température ambiante et se décompose à 1250 C° Selon la réaction



Au delà 1350C° la fusion total [7]

I.5.4.Fours de cuisson

Il existe de nombreux appareillages de cuisson que l'on classe habituellement comme suivant :

- **Le mode de cuisson** : atmosphère sèche ou humide ;
- **Le type de four** : fixe, rotatif ou autre.

I.5.4.1. En atmosphère sèche

Les gaz de combustion viennent en contact avec le gypse à traiter. Plusieurs types de fours :

- **Fours fixes** : four culé et four droit, analogue au four à chaux, ils sont abandonnés aujourd'hui.

-**Fours rotatifs** : il existe de très nombreux types de fours rotatifs constitués par des cylindres en tôle de 1 à 2,50 m de diamètre et de 10 à 30 m de long. Ils peuvent être ou non revêtus intérieurement, et sur une certaine longueur, de briques réfractaires (c'est le cas pour la fabrication du plâtre surcuit). Le four comporte à l'intérieur un système de pâles permettant le brassage et le relevage de la matière. Les gaz peuvent suivre la marche du gypse ou au contraire suivre un chemin inverse. Ces fours permettent la fabrication, suivant les températures, soit du semi-hydrate (entre 110 et 180 C°), soit du plâtre surcuit anhydrite II (au-delà de 500 C°). Les fours modernes sont automatisés et munis de **dépoussiéreur**s très efficaces (cyclones, filtres à manches, électro filtres). Ils peuvent traiter de 5 à 30 t de gypse à l'heure suivant leurs caractéristiques et la variété de sulfate à obtenir.

- **Grilles de cuisson**: elles sont utilisées principalement en Allemagne.

I.5.4.2. En atmosphère humide

• **Four à cuisson indirecte:** il existe également de très nombreux fours à cuisson indirecte, ou le combustible ou les gaz ne sont pas en contact direct avec la matière. Parmi ceux-ci, mentionnons:

• **Les fours fixes du type four de boulanger (abandonnés);**

• **Les fours autoclaves :** chauffés à la vapeur sous pression de 2.105 Pa à 12.105pa. On obtient des plâtres (semi-hydrate alpha) de très bonne qualité, très durs et utilisés comme plâtre de moulage.

• **Les marmites :** le gypse finement broyé est déversé dans une marmite en tôle fixe ou rotative placée au-dessus d'un foyer. La vapeur d'eau est évacuée par une cheminée. La marmite contient un agitateur vertical brassant continuellement le gypse (marmite fixe). La marmite peut également tourner et le gypse est alors homogénéisé par des palettes fixées à l'intérieure de la marmite. La vidange se fait par une trappe, la température peut atteindre 180 C°. Le produit obtenu est très homogène, mais cette cuisson ne permet pas une grande production; le procédé est, de plus, assez onéreux. Les marmites américaines peuvent contenir jusqu'à 15 ou 20 t de gypse finement moulu. La cuisson, à 180 C0, dure 2 h environ et le fioul ou le gaz naturel sont souvent utilisés comme combustibles. Les marmites coniques anglaises à cuisson immergée, qui ont d'excellents rendements énergétiques, sont employées pour la production de semi-hydrate de préfabrication pour plaques de plâtre.

• **Four rotatifs:** le gypse broyé finement est déversé dans un four rotatif fermé et chauffé extérieurement. Les fours les plus utilisés sont les fours Beau ou leurs variantes, véritables marmites allongées, tournantes, à chargement et vidange pratiquement automatiques (diamètre de l'ordre de 2m, longueur de 8 à 10 m). Après cuisson, la moitié de la matière est déversée grâce à une inversion du sens de rotation du tube muni de releveurs intenses et l'on complète à charge avec du gypse froid à traiter qui peut ainsi se réchauffer rapidement.

La température à l'intérieur est de 150 à 180 C⁰ et le débit de ces fours de 4 à 8/h.

• **Autres types de fours :** il existe encore différents types de fours utilisés en Europe.

Citons par exemple :

- Les fours broyeur cuiseurs utilisés pour la production du plâtre à préfabrication.
- Les fours à lit fluidisé.
- Les vis Holoflites (sorte de vis creuse sans fin parcourue par un fluide chauffant)
- Les cuiseurs flash.

Des recherches menées par les sociétés plâtrières se poursuivent en vue d'utiliser l'**énergie solaire** pour la cuisson du gypse. A l'état actuel de ces recherches, les rendements restent insuffisants pour une production industrielle.

En règle générale, dans les fours couramment utilisés, les consommations de fioul pour la cuisson sont de l'ordre de 25 à 35 kg /t pour le surcuit (anhydrite). [1]

Remarque : La meilleure méthode d'obtenir le plâtre de construction β c'est celle ALLMANDE car le produit fini subit une cuisson après un broyage qui n'empêche d'avoir un plâtre surcuit.

I.6. Moutures, mélange, formulation ; distribution

Autrefois, le gypse était cuit en morceaux assez gros qui renfermaient, à la fin du traitement à la fois du semi-hydrate et de l'anhydrite. Les morceaux étaient ensuite broyés pour obtenir, en une seule opération, le plâtre de construction. Ce dernier s'obtient actuellement par mélange en proportions convenables de semi-hydrate et d'anhydrite.

La finesse des plâtres est un facteur important à considérer. Après la cuisson, la matière est broyée dans des appareils de type assez différents d'une plâtrière à l'autre.

Le plâtre peut ensuite être bluté, c'est-à-dire séparé en classes granulométriques différentes à l'aide de :

Bluteries rotatives ;

Prisme hexagonal creux incliné sur lequel est tendue une tôle métallique au travers de laquelle passe le plâtre ;

- Tube cylindrique rotatif revêtu d'une toile métallique (trommel) ;
- Tamis vibrants ;
- Séparateurs à air.

Des ajouts de produits destinés à modifier les caractéristiques de la pâte de plâtre gâché ou les qualités finales de l'enduit sont alors effectués.

Le plâtre ainsi parvenu à l'état de poudre d'une granulométrie bien déterminée est entreposé dans des silos.

Il peut être expédié directement en vrac dans des camions conteneurs, ou mis en sacs kraft de 40 kg par des machines automatiques rapides (60 t à l'heure) et précises. Le chargement est effectué directement sur camion ou wagon à l'aide de transporteurs. Munis d'un tapis télescopique, le plâtre stocké quelques jours parfait son homogénéisation et subit un **vieillissement** favorable à sa qualité. [1]

I.7. Contrôles de fabrication

La marche des appareils de production est contrôlée en permanence et régulière par des cabines de télécommande. A la sortie des fours et avant la mise en silo, les caractéristiques chimiques et physiques du produit sont contrôlées 24 h sur 24. Ces contrôles portent notamment sur la granulométrie, les temps de prise et les résistances mécaniques en flexion et en compression au niveau du laboratoire.

Les contrôles effectués varient selon la nature des plâtres fabriqués. Ils sont destinés à garantir, dans tous les cas, le respect des caractéristiques souhaitées par l'utilisateur. [2]

I.8. Les différents types de plâtre

Les plus commercialisés ainsi que leurs principales utilisations sont en fonction des différentes variétés suivantes :

- Plâtre gros qui ont une forte granulométrie .Le refus au tamis est 800 μ pouvant être +9mélange du sable et de chaux ; est serve par principe au première couche d'enduit ; pour effectuer le dressage des murs et plafonds. Pour exécuté le remplissage des scellements etc.
- Plâtre fin à enduire. Pour lesquels le refus au tamis 800 μ est inferieur à 1%et celui de tamis de 200 μ est inferieur à 25% et même peuvent aller jusqu'à inferieur 1% .Il existe plusieurs types soit normaux ; ou présentant une très haute dureté THD ou encor alléger à la perlite.ces plâtres sont généralement gâché avec un E/P voisin de l'unité.ils peuvent être appliqué manuellement ou projeté mécaniquement.

L'industrie du plâtre fourni également des plâtre à usages particuliers ; c'est ainsi qu'on trouve des plâtre a briqueter, destiner au montage des cloisons de distribution, les plâtre de chaux de surfaçage , ainsi et surtout les plâtres pour préfabrication .essentiellement utilisé pour la fabrication des carreaux du plâtre, d'éléments de cloison en plaques de parement.[2]

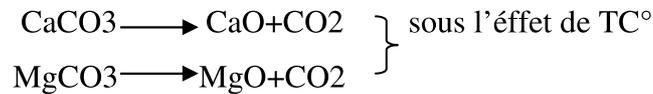
I.9. Commercialisation des plâtres sont en fonction de :

- **Leurs granularités** : plâtre Gros G, plâtre Fin F.
- **Mode de mis en œuvre** : Manuel M, Projeté P.
- **Temps d'emploi** : 1- court. 2- moyen 3- lent.
- **La dureté** : Normale N. très haute dureté THD.

Exemple : PGM1N : plâtre gros pour application manuel à temps de prise court de dureté normal.

I.10. Facteurs technologique influent la qualité du plâtre

- Dépend de la qualité de la matière première ; pour un bon plâtre il faut utiliser un gypse dont la teneur en CaSO_4 est $\geq 95\%$ car la présence d'impureté est nocive ils peuvent provoquer l'expansion car :



- La qualité de plâtre dépend aussi de la présence d'humidité dans le gypse. Dans ce cas le séchage préliminaire s'impose avant le broyage. (humidité $< 12\%$).
- La grande finesse de mouture de gypse influe négativement sur la qualité du plâtre dans ce cas il est facile d'obtenir un plâtre surcuit (anhydrite soluble). Qui diminue la qualité de produit fini.
- Lors de la cuisson du gypse dans le four rotatif il est indispensable d'utiliser un gypse ayant les mêmes dimensions 15 à 25 mm.
- Il est indispensable de maintenir le plâtre après la cuisson dans une trémie fermée pour homogénéiser la composition du plâtre et pour refroidir le plâtre chaud.
- La température de cuisson et la durée de cuisson de gypse peuvent être diminuées en présence de sels. En qualité d'ajouts, on utilise différents sels inorganiques. Suivant l'influence de ces sels sur l'abaissement de la température de cuisson, on classe ces sels dans l'ordre suivant :

$\text{MgCl}_2 > \text{CaCl}_2 > \text{KCl} > \text{Mg(NO}_3)_2 > \text{Ca(NO}_3)_2 > \text{NaNO}_3$ la quantité varie entre 0.1 et 0.15% de la masse de gypse. [5]

Partie 03

Cinétique d'hydratation

I.1. Hydratation du plâtre

Beaucoup de théories ont été émises sur la description de la réaction d'hydratation des hémihydrates. Parmi celles-ci, nous pouvons citer la théorie de la germination hétérogène, la théorie colloïdale, la théorie du modèle topo-chimique etc.

Dans ce travail nous nous baserons sur la théorie de la dissolution-cristallisation de Le Chatelier que nous jugeons être plus pertinente pour décrire la prise du plâtre. Cette théorie fût formulée en 1887 par Le Chatelier, comme suit :

La force motrice de la réaction d'hydratation du semihydrate est la différence de la solubilité apparente des phases du gypse ; qui est présenté dans le diagramme ci-dessous le degré de solubilité dans l'eau entre 0 C° et 150C° : [2]

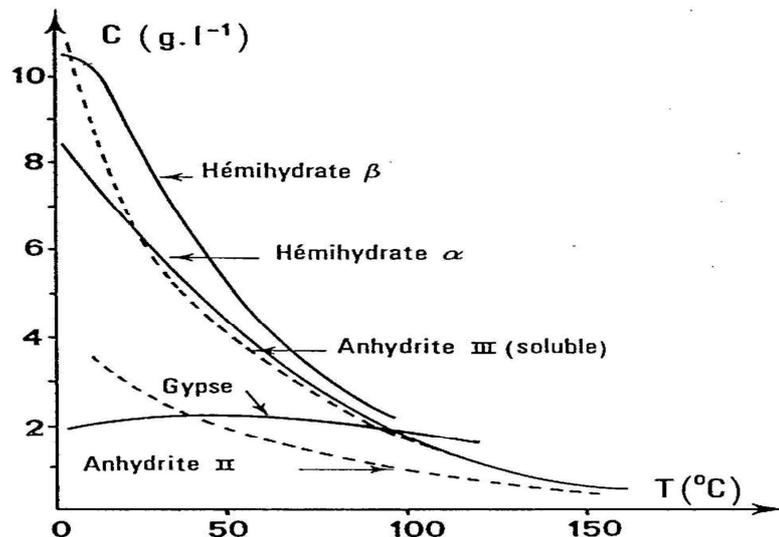


Figure I .8 .Solubilité des sulfates de calcium [2]

Les valeurs de solubilité sont vrais pour le gypse, par contre pour les semihydrates elle dépend de la vitesse de solubilisation. Celle de semi hydrate est toujours supérieure à celle du gypse pour des T inférieure à 100°C .

I.2. Théories d'hydratation

I.2.1. Théorie de cristallisation et de durcissement du plâtre (des liants minéraux)

(selon le Chatelier) : la première période de durcissement est caractérisée par la formation d'une solution saturée de $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, car la solubilité est inférieure à celle de semihydrate. [1]

Schémas de formation de $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

1. Dissolution de $\text{CaSO}_4 \cdot 0,5 \text{H}_2\text{O}$.
2. 2-hydratation des ions (Ca^{2+} ; SO_4^{2-})
3. Formation de germes de cristallisation, (phase nouvelle).

La cristallisation de $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ assure de désolution dans l'eau de nouvelle portion de $\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$, dans ces conditions la solution saturé en $\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$ est sursaturé en $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Ce dernier va se dégager de solution sous forme de cristaux.

La nuisance des cristaux ayant une forme irrégulière (souvent sous forme d'aiguilles) contribue à leur enchevêtrement et à la formation d'une masse dense, et assurer par le fait que la quantité d'eau de gâchage est limité .lors de l'augmentation du rapport E/P il se forme de grand cristaux de $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ayant la forme d'aiguilles. Mais ils s'enchevêtrent pas et le durcissement n'as pas lieu. C'est pourquoi pour assurer le processus de durcissement il faut limiter la quantité d'eau de gâchage.

En conformité avec la théorie de cristallisation on peut expliquer l'augmentation de la résistance mécanique des articles à base du plâtre au cours du séchage de la façon suivante :

- Les cristaux isolés dans la produit durci sont séparé par les molécules intermédiaires de liquide (eau).
- L'évaporation de l'eau est l'augmentation du contacte dans la texture (structure) du plâtre durcis sont favorisé par la le séchage .De plus la phase liquide représente la solution saturé de $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dans l'eau. C'est pourquoi l'évaporation de l'eau est liée avec la cristallisation supplémentaire de $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ et par conséquent l'augmentation de la densité et de la résistance mécanique du produit.[2]

I.2.2. Théorie moderne de durcissement : se passe en 3 étapes

- **La première période**

Est marqué par la dissolution des produits anhydres et la formation des produits sur saturé en produits d'hydratation .Accompagner par une faible élévation de la TC° (dégagement de chaleur exothermique) qui est due au réaction chimiques dont l'énergie est compensé par l'effet endothermique de la solution.

- **Deuxième période**

est marqué par la formation d'une masse colloïdale les produits d'hydratation ne peuvent pas se dessoude dans le milieu aqueux et se trouvent à l'état colloïdal sous forme d'un gel donc on observe pendant cette période une élévation de la TC° (grave à l'absence de dissolution) qui

entraînent l'augmentation de la vitesse de réaction et la pâte perd sa plasticité mais n'as pas de résistance mécanique et le cohésion entre les particules n'existe pas.

- **La troisième période de durcissement**

Regroupe cette période les processus de cristallisation et de durcissement. Caractérisé par la transformation du gel (état colloïdal). En macles cristallin, avec dégagement de chaleur et apparition de la résistance mécanique.

C'est trois périodes ne succèdent pas d'une façon catégorique, la formation de la masse colloïdale sur les particules de plâtre commencent déjà avant la sursaturation de la solution et la transformation de cette masse commence déjà avant l'enchevêtrement de la formation de colloïde de toute la masse par l'eau de gâchage.

L'augmentation de la résistance mécanique se termine en bihydrate $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. L'hydratation de la masse principale du plâtre et la cristallisation de bihydrate se trouve terminé en même temps de 20 à 40 minutes après le gâchage. A ce moment la résistance mécanique maximal est atteinte.

Au fur et à mesure de la dessiccation (séchage), la résistance mécanique du plâtre durcit augmente sera s'expliqué par l'évaporation de l'eau en excès. étant donné que l'hydratation est terminé.

I.3. Paramètres modifiants l'hydratation

I.3.1. La température : a une influence remarquable sur l'hydratation suite à la variation de solubilité apparente de semi hydrate entre 0 et 100°C (voir la figure I.8). Lorsque la température augmente, la sursaturation diminue mais la mobilité des ions augmentent. En mesurant la conductivité en cour de prise, Amathieu a montré que la cinétique d'hydratation est maximale à 35°C puis diminue à la plus forte température. L'observation de microstructure de plâtres gâchés 5°C , 20°C et 70°C laissent apparaitre de différence très net de taille de cristaux : d'une moyenne de $10 \times 1 \times 1 \mu\text{m}^3$ à 5°C et les cristaux passent à la $55 \times 10 \times 5 \mu\text{m}^3$ à 70°C . Cette augmentation de volume est bien corrélé à la diminution de la capacité de germination à haute température.

I.3.2. L'ajout de gypse broyé : permet d'augmenter le nombre de germes présent dans la solution. Accélération la cinétique de prise. Et réduisant la taille des aiguilles de gypse. Le broyage de semihydrate crée des défauts de surface qui augmente la solubilité et favorise la germination hétérogène du gypse. La cinétique de gypse est également accéléré et les cristaux sont de plus petites tailles.

I.3.3. Les additifs : ceux-ci peuvent agir de plusieurs manières sur la cristallisation : soit modifier la solubilité de semihydrate ou de gypse, soit en d'adsorbant sur la surface du cristal du

gypse c ad ils entraînent une modification de la cinétique de croissance et de la morphologie du cristal. La forme final peut varier énormément ; d'une aiguilles élan c a des cristaux tabulaire ou cubique.

Le pl atre est un matériau poreux polycristallin de microstructure fragile et sensible   toutes les préparations préalables susceptibles de l'altérer.

La microstructure du pl atre est tr s dépendante des conditions de cristallisation (sursaturation, pH, température, présence d'additifs...), mais aussi de la granulométrie de l'h mihydrate initial. L'observation au Microscope Electronique   Balayage (Figure I.9) fait appara tre une structure d'aiguilles de gypse enchev tr es en amas. La taille moyenne de ces cristaux form s dans des conditions classiques de g chage (25 C, sans adjuvant) est environ $15 \times 2 \times 2 \mu\text{m}^3$.

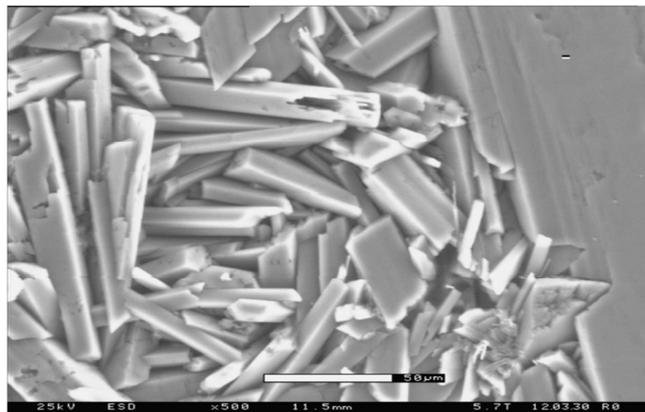


Figure I.9. Image MEB de la microstructure d'un pl atre sec prépar  avec un rapport de E/P = 0.8[7]

La quantité d'eau théorique d'hydratation est de 18.6% ; mais la quantité d'eau de g chage CN est toujours plus grande de celle de l'hydratation. La consistance normale du pl atre de construction est de 60   80%, celle de la haute résistance est de 35   45%.

L'exc s d'eau reste dans les pores qui se vident apr s l' vaporation cette porosité s' l ve   50-60% du volume total. Donc plus la quantité d'eau employ e est basse et plus l'article est compact et résistant. L'hydratation du pl atre s'accompagne de l'augmentation de volume   la suite de la croissance des cristaux de CaSO_4 . La présence de l'anhydrite soluble dans le pl atre renforce l'augmentation de volume car il est capable d'augmenter son volume d'hydratation.[2]

Partie 04

Propriétés du plâtre

I.1. Les propriétés physique du plâtre

I.1.1. La prise : la prise du plâtre est une réaction du type dissolution-germination- croissance, elle est donc très sensible au milieu dans lequel elle se produit. La présence de défauts, tels que la présence d'impuretés dans le récipient de gâchage ou d'impuretés extérieures, est à l'origine des germes de dihydrate.

Aussi, l'utilisation d'un malaxeur à grande vitesse peut broyer des cristaux de gypse fraîchement formés et favoriser la formation de nouveaux germes.

Le plâtre présente un temps de prise rapide ; lorsque il se retrouve avec l'eau, il retrouve son degré d'hydratation initiale et de reconstituer le gypse. Donc la prise est la réaction inverse du cuisson : [7]



I.1.1.1. Facteurs influents sur la prise et le durcissement

Les temps de prise et de durcissement varient évidemment avec la nature du plâtre (présence en plus du semi-hydraté d'incuits, de surcuits ...), et avec sa finesse. Les autres paramètres importants sont les suivants :

- Quantité et nature de l'eau : plus la quantité d'eau est importante plus la prise est lente.
- Les impuretés contenues dans l'eau peuvent modifier beaucoup les temps de prise.
- Mode et durée de malaxage.
- Température : l'eau chaude agit comme retardateur de prise.
- Adjuvants.

I.1.2. La variation de volume (l'expansion)

On constate expérimentalement que le plâtre augmente de volume surtout aux premières heures, mais il peut après plusieurs jours ou plusieurs semaines de séchage, prendre un léger retrait par rapport au gonflement maximum atteint. Comme le propose CHASSEVENT, les variations de volume dues à :

- L'hydratation des plâtres et qui sont d'origine chimique.
- Conditions extérieures et qui sont d'origine physique (variation d'hygrométrie de température). Il se produit, lors de l'hydratation, une augmentation du volume apparent dû au développement des cristaux de gypse lors de la prise.

- Après prise et jusqu'à l'hydratation complète. Le gonflement final varie en moyenne de 0,3% à 1,5%, il est plus important si lors de la prise les éprouvettes sont recouvertes d'un film d'eau.
- Le coefficient de dilatation thermique des plâtres est de l'ordre de 15 à 20 μ/m par C° . [4]

I.1.3. Isolation thermique

Du fait de sa faible conductivité thermique, le plâtre peut s'employer seul ou associé à d'autres matériaux pour améliorer l'isolation thermique des parois (C 3 370). Un enduit plâtre appliqué sur une paroi de béton ou de terre cuite forme un revêtement continu qui améliore l'isolation thermique.

En outre, du fait de sa forte inertie thermique et de sa faible conductivité thermique, le plâtre élimine le phénomène de **paroi froide** le plâtre permet de plus- en association avec des matériaux isolants minéraux ou de synthèse ayant des conductivités thermiques très faibles (0,03 à 0,04 $W.m^{-1}.K^{-1}$), qui sont des matériaux spécifiques de l'isolation mais qui ne constituent pas comme lui des matériaux de construction de réaliser des systèmes d'isolation efficace. [1]

I.1.4. Isolation acoustique

Les enduits manuels ou projetés assurent une isolation aux transmissions de bruits aériens et une garantie contre les ponts phoniques résultant de fissures, de la porosité des matériaux, etc.

Le coefficient d'absorption phonique (coefficient de Sabine) d'une plaque de parement en plâtre de 12 mm, perforée et posée sur une couche de 18 mm de laine minérale, est de 0,74 alors que celui d'une couche de 50 mm de laine minérale est de 0,93.

Le plâtre, grâce à son aptitude au moulage, à la préfabrication comme à la constitution d'éléments décoratifs à reliefs, se prête à la réalisation de panneaux, de structures architecturales ou ornementales capables de supprimer ou d'atténuer les réverbérations gênantes des bruits ou des sons émis dans une pièce. [1]

I.1.5. Correction acoustique

La transmission de l'énergie sonore se fait aussi, à l'intérieur d'un même local, par réflexion sur les différentes parois qui en limitent le volume.

Enfin, sous l'action du feu, le plâtre ne donne naissance à aucun gaz ou vapeur de caractère toxique, corrosif ou asphyxiant, aucune fumée, ni aucun produit de décomposition combustible ou susceptible d'activer la combustion. [1]

I.1.6. Résistance au feu

L'une des propriétés les plus caractéristiques du plâtre est son comportement remarquable au feu, qui a été reconnu et éprouvé de tout temps. Cette protection a pu autrefois être obtenue grâce à de larges garnissages de plâtre remplissant complètement les intervalles séparant les éléments de construction. Elle peut aussi consister en enduits projetés de plâtres spéciaux (spécial feu) ou en enduits traditionnels comportant, de préférence, une armature légère de solidarisation ancrée sur l'ouvrage.

Le plâtre est incombustible. Il est mauvais conducteur de la chaleur. Il a une conductivité thermique relativement faible pour un matériau de construction qui, de plus, prend ses valeurs minimales dans la zone de la température. Allant de 400 à 500 °C, la plus critique pour les éléments porteurs.[1]

I.2. Propriétés chimiques et physiques de plâtre semi hydrate

I.2.1. Les semi-hydrates α

- Les semi-hydrates α sont compacts et cristallins.
- Sa solubilité dans l'eau est inférieure à celle du composé β .
- Le contact avec l'eau donne un mélange fluide.
- C'est un constituant de très haute qualité, utilisé en particulier, comme plâtre dentaire.
- Ils possèdent une grande résistance mécanique.
- Leur temps de prise est inférieur à celle des semi hydrate β [1]

I.2.2. Les semi- hydratent β

- Il est floconneux et il présente des fissures écailleuses.
- Sa solubilité dans l'eau est supérieur à celle de composé α
- La combinaison avec de l'eau donne un mélange plus épais.
- Il nécessite une grande quantité d'eau pour le gâchage.
- Leur temps de pris est plus long.
- Ils possèdent une faible résistance mécanique (10 fois moins que les semi hydrate α).
- Il est considéré comme un constituant essentiel de plâtre préfabriqué.[1]

Partie 05

Utilisation des adjuvants dans la fabrication du plâtre

I.1.Définition

La norme NF EN 934-32 de 1998 définit un adjuvant comme étant un produit dont l'incorporation à faible dose (<5% de la masse de ciment) aux bétons, mortiers, ou coulis lors du malaxage ou avant la mise en œuvre, provoque les modifications recherchées de l'état frais à l'état durci.

Ils sont des produits chimiques solubles dans l'eau qui modifient principalement:

- les solubilités
- les vitesses de dissolution
- l'hydratation des divers constituants d'un liant hydraulique[6]

I.2.Histoire des adjuvants

Le sang ainsi que des blancs d'œufs ont été les premiers adjuvants du béton. La fabrication de ciment portland, initiée dès 1850, va rapidement intégrer du gypse ou du chlorure de calcium en tant qu'adjuvant pour obtenir des prises plus régulières. Cette incorporation remonterait à 1875-1890. Ainsi, les maçons français de cette époque additionnaient au ciment un peu de plâtre sur le chantier, au moment du gâchage du béton. Le premier brevet fut déposé en 1885 avec l'addition du chlorure de calcium comme adjuvant des bétons. A cette époque, les préoccupations des utilisateurs du béton furent de maîtriser la durée de prise et son accélération. Cette préoccupation reste d'actualité. Les plastifiants furent commercialisés en 1935.

C'est après 1960 que les adjuvants se sont développés et que des recherches sont effectuées un peu partout dans le monde, plus particulièrement au Japon depuis 1970.[6]

I.3. Mode d'action

Leur action est différente d'un adjuvant à un autre en contact des grains du liant. D'une manière générale, les adjuvants enrobent le grain pendant l'hydratation pour augmenter une charge négative sur la surface de la particule du liant.[4]

I.4.Fonctions

Les adjuvants possèdent une fonction principale et une fonction secondaire

I.4.1.Fonction Principale

Chaque adjuvant est défini par une fonction principale unique.Elle est caractérisée par la ou les modifications majeures qu'elle apporte aux propriétés du la pâte à l'état frais ou durci.

Cette fonction peut varier selon le dosage de l'adjuvant et les matériaux utilisés.

I.4.2. Fonctions secondaires

En plus de sa fonction principale, un adjuvant peut avoir une ou plusieurs fonctions secondaires(ex: plastifiant-retardateur, retardateur-plastifiant-réducteur d'eau).

L'adjuvant peut avoir des effets secondaires néfastes au produit fini.[6]

I.5.Classification

La norme NF P18-103 classe les adjuvants pour béton, mortier et coulis, suivant leur fonction principale (Rhéologie, teneur en air, prise et durcissement).On peut distinguer trois grandes catégories :

- Ceux qui modifient l'ouvrabilité : plastifiant réducteurs d'eau, superplastifiants réducteurs d'eau (anciennement fluidifiants).
- Ceux qui modifient la prise et le durcissement (accélérateurs et retardateurs)
- Ceux qui modifient certaines propriétés particulières : entraîneurs d'air, hydrofuge de masse[6]

I.5.1.Les modificateurs de prise

L'hydratation du plâtre passe par la mise en solution de semihydrate suivie d'une cristallisation du dihydrate en solution sursaturée. La cinétique de ce processus peut être modifiée, par l'addition dans l'eau de gâchage ou dans le plâtre, de composés minéraux ou organiques qui agissent sur la solubilité des phases anhydres ou sur leur vitesse de dissolution. Industriellement, les retardateurs et accélérateurs sont utilisés pour contrôler les temps de prise[2]

I.5.1.1 Les retardateurs de prise

Les retardateurs peuvent former un complexe avec le semihydrate, ralentissant ainsi sa dissolution, et se déposent sur les sites de croissance des cristaux. La forme finale des cristaux de gypse peut varier énormément d'une aiguille élancée à des cristaux tubulaires ou cubiques.

Les retardateurs de prise les plus utilisés dans l'industrie plâtrière sont les acides carboxyliques type **acide citrique** ou **acide malique**. L'acide citrique est connu pour son pouvoir retardateur, que l'on attribue à deux phénomènes : le dépôt de citrate de calcium à la surface des grains de semihydrate, gênant la germination hétérogène, et l'adsorption sélective d'un complexe sur les cristaux de gypse en train de croître car la prise du plâtre est une réaction du type dissolution - germination - croissance,**autrement dis que les retardateurs de prise** peuvent agir dans la phase aqueuse en diminuant la solubilité et la vitesse de dissolution des constituants anhydres [18] .En se précipitant autour des grains de sulfate de calcium (ou en formant avec la chaux des

précipités enrobant certaines parties des grains anhydres), il y a formation d'un « voile » plus ou moins continu, sensiblement imperméable et d'épaisseur variable (la couche colmatante pouvant être mono moléculaire).[2]

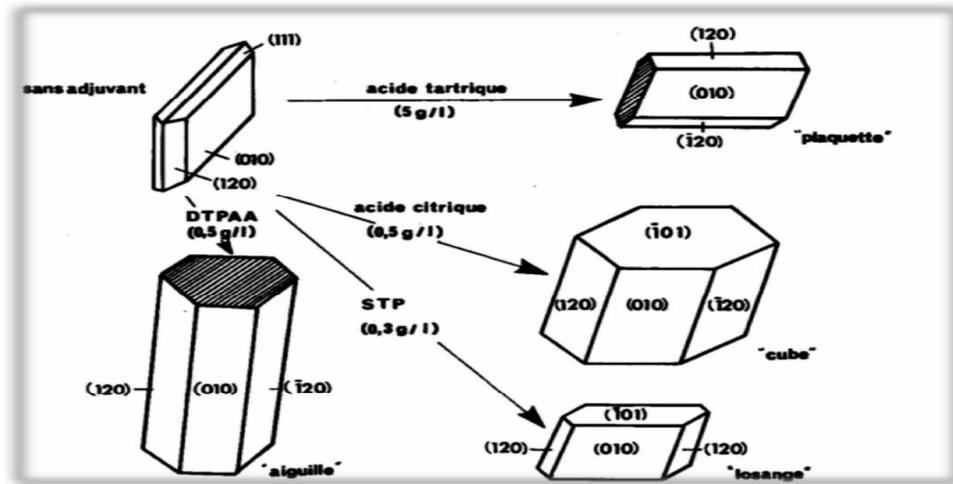


Figure I.10. Faciès cristallographiques du gypse en présence d'adjuvants [5]

I.5.1.2 Les accélérateurs: On distingue 2 sortes d'accélérateurs :

- les accélérateurs de prise.
- les accélérateurs de durcissement.

C'est des adjuvants dont leurs fonction principale est d'accélérer le début et la fin de prise du liant. Mais en contrepartie, l'accélération recherchée peut entraîner une résistance mécanique moins élevée que le témoin.

- **Mode d'action**

Les adjuvants chimiques sont des produits solubles dans l'eau et le plus souvent d'origine minérale : acide ou base fort et leurs sels.

Ils agissent en modifiant sélectivement la solubilité et la vitesse d'hydratation des liants , constituants anhydrides.

Dans le cas de la préfabrication, il peut être nécessaire d'accélérer la prise du plâtre pour procéder à un démoulage plus rapide. L'introduction des accélérateur entraînent la formation de germes de cristallisation ou diminuant la solubilité de sulfate de calcium dihydraté.

5.2. Les superplastifiants

Selon la norme NA774, un super plastifiant (un dispersant organique) est un adjuvant qui est introduit dans un béton, un mortier ou coulis ainsi dans le plâtre, a pour fonction principale de

provoquer un accroissement important de l'ouvrabilité du mélange en diminuer la quantité d'eau de gâchage pour augmenter les résistances mécaniques (sans modifier l'ouvrabilité du mélange). Autrement dit les super plastifiants sont des adjuvants réducteurs d'eau qui améliorent la capacité d'écoulement de matériaux résistants, améliorant ainsi les propriétés mécaniques des produits durcis. Ils comprennent des polymères organiques à haut poids moléculaire contenant de plusieurs groupe polaire (force polaire) qui les rendent solubles dans l'eau. Basé sur leurs compositions chimiques, les super plastifiants sont généralement classés comme condensats de mélamine-formaldéhyde sulfonée (SMF), Condensat naphthalène-formaldéhyde sulfoné (SNF), modifié lignosulfonates (MLS) et polymères synthétiques à double fonctionnalité.

Depuis leur introduction commerciale dans les années 1970, les superplastifiants ont été largement utilisés dans le ciment, le mortier et le béton. Mais en ce qui concerne les matériaux à base de gypse, les recherches sont largement à la traîne. Aussi après l'apparition des polymères carboxyliques.[2]

Dans ce travail nous focalisons une large étude pour l'amélioration des caractéristiques physico-mécanique et rhéologique du plâtre extra fin produit en usine de COLPA ADJIBA BOUIRA ; en utilisant deux types d'adjuvants de fonctions super plastifiants haut -réducteurs d'eau de différents poids moléculaires :

Type 1 : Les sulfonâtes de mélamine (MS) ou mélamine-formaldéhyde sulfonée (SMF).

Type 2 : le polycarboxylate de dernière génération PC5.

I.5.2. 1.Classification

I.5.2.1.1 .Les plastifiants -réducteurs d'eau

Ce sont essentiellement des adjuvants fabriqués à base de lignosulfonates modifiés et éventuellement certains gluconates.

Leur addition dans le béton (plâtre) réduit considérablement la teneur en eau (10%) pour une ouvrabilité identique à celle d'un béton (plâtre) non adjuvanté.

I.5.2.1.2. Les superplastifiants -haut réducteur d'eau

Leurs actions sont plus importantes sur les bétons (plâtre) que celles des plastifiants- réducteurs d'eau.

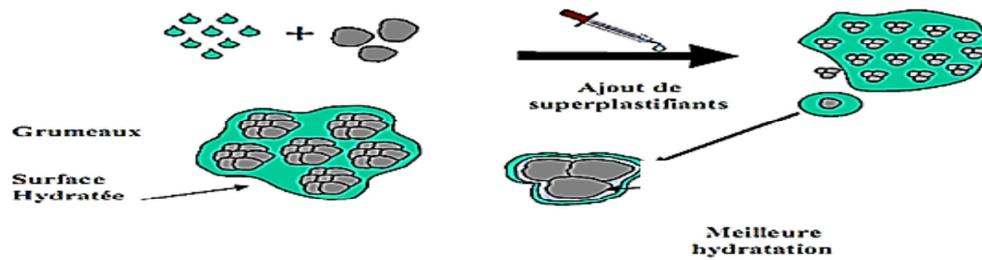


Figure I .11 .Schéma mécanisme d'action des super plastifiants sur les grains du liant[2]

I.5.3.Utilité des superplastifiants

De nombreux avantages ressortent de l'utilisation de superplastifiants, nous pouvons lister dans le tableau I-1 les principales actions des super plastifiants sur du sulfate de calcium :

Tableau I .1 : Action des superplastifiant sur le sulfate de calcium à l'état frais et durci.[2]

Sulfate de calcium à l'état frais	Sulfate de calcium à l'état durci
Diminuer la quantité d'eau de gâchage	Améliorer les propriétés mécaniques
Augmenter l'ouvrabilité	Améliorer la durabilité

I.5.4.Incompatibilité superplastifiant – pâte

Ces phénomènes d'incompatibilité liant- super plastifiant sont dus à une interaction entre le superplastifiant et le sulfate de calcium ($\text{gypse CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ produit non cuit) contenu dans le plâtre, en empêchant ce dernier de débloquent l'hydratation du semi hydrate en formant une coquille d'tringite. [2]

I.5.5. Répulsions électrostatiques et stériques inter particules des polycarboxylates

L'adsorption des super plastifiants à la surface des particules d'un liant est à l'origine d'un potentiel de surface important, comme en témoigne les courbes de potentiel zêta montrées à la (figure I .12). Le potentiel est négatif en raison de la charge négative portée par les super plastifiants. Les doubles couches électriques résultant de ce potentiel occasionnent répulsion électrostatique entre les grains de liant (plâtre). Plus le potentiel de surface est élevé, plus la force de répulsion est grande. Une densité de charge importante du polymère permet une

adsorption forte et une bonne répulsion électrostatique, un potentiel zêta de -15 mV est suffisant pour garder la dispersion stable, ce qui n'est pas difficile à atteindre avec les super plastifiants .[2]

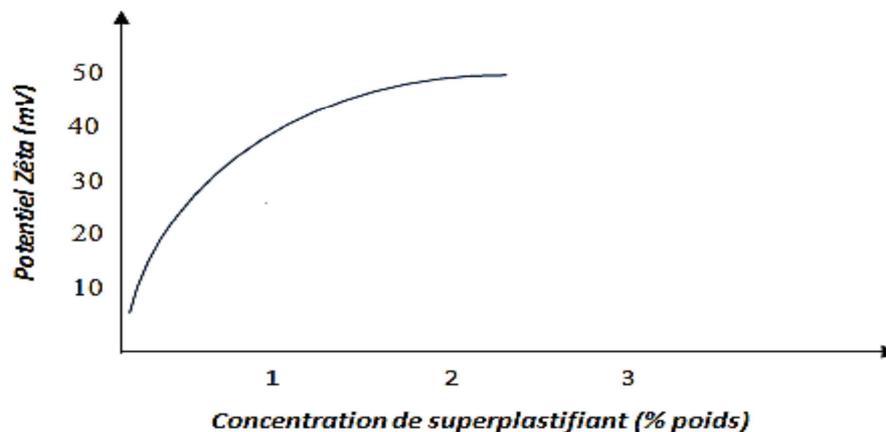


Figure I.12.: Potentiel zêta des particules de ciment en présence de super plastifiant [2].

La répulsion qui est responsable de la dispersion des grains s'explique par la difficulté pour les chaînes de polymères de s'enchevêtrer lorsque les particules s'approchent. Cela résulte de la perte d'entropie engendrée lorsque les chaînes s'entremêlent. Et de la pression osmotique créée par l'augmentation de la concentration en polymères entre les deux particules. Les molécules de superplastifiant constituent alors des barrières physiques entre les particules pour empêcher la coagulation.

Une augmentation de l'épaisseur de la couche adsorbée et de la densité des chaînes des polymères améliorent la dispersion. Ainsi ; les polymères de grande masse moléculaire accentuent la répulsion stérique. [4]

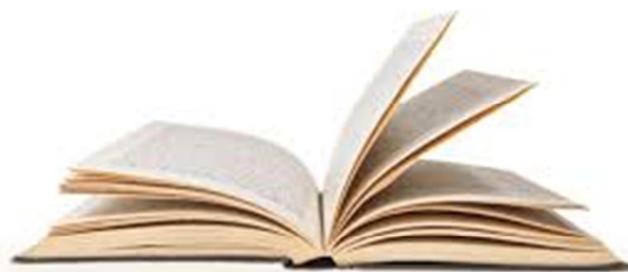
Conclusion

Plusieurs mécanismes d'adsorption régissant le mode d'action des dispersants sont possibles :

- Les super plastifiants s'adsorbent sur la surface des particules et changent ainsi leurs propriétés interfaciales dans les suspensions : la charge des particules devient très négative et les particules n'ont plus tendance à s'agglomérer.
- Les polymères adsorbés à la surface peuvent empêcher le rapprochement des particules entre elles par encombrement stérique surtout si les chaînes polymériques sont suffisamment longues.

- L'adsorption d'une couche de polymère peut agir comme lubrifiant en permettant un meilleur glissement des particules, les unes par rapport aux autres. Les suspensions peuvent ainsi s'écouler plus aisément et elles deviennent plus maniables. (ex : les mélamines sulfonées)
- Par le nouveau mécanisme d'action successif : la première agit immédiatement et la seconde au fur et à mesure que la basicité du mélange augmente. Ce qui explique le prolongement de l'ouvrabilité sans effet retardateur (ex : le polycarboxylique d'éther) [1]

Chapitre II



Chapitre II caractérisation de matériaux**II.1 Introduction**

Pour réaliser cette étude expérimentale on a procédé tout d'abord à la préparation de la matière première (le gypse) ainsi du produit fini.

Dans ce chapitre des différents essais sont effectués sur le gypse et le plâtre de COLPA afin de déterminer leurs propriétés et leurs compositions chimiques et minéralogiques.

Ainsi une description des adjuvants utilisés (superplastifiants ; accélérateur et retardateur de prise) .Décrite sur les fiches technique des produits.

II.1. Essais sur le gypse**II.1.1 Préparation de la matière première (MANHAR gypse)****II.1.1.1 Échantillonnage**

L'échantillonnage doit être effectué conformément à la norme 'EN 196-7.(norme IANOR).Le gypse prélevé du hall de stockage du gypse au niveau du l'usine. Dont les dimensions anarchiques qui ne dépassent pas les 60 mm (passé auparavant au concassage primaire), ensuite, on dépose le tout dans une étuve réglée à une température (40° - 45°C) durant 3 jours.

II.1.1.2 Préparation de l'échantillon

- Avant les essais, la masse de l'échantillon doit être homogénéisée.
- Avant la réalisation des analyses chimiques, un échantillon représentatif de 50 g \pm 5 g doit être prélevé et sa granulométrie doit être réduite jusqu'à une taille \leq 0,1 mm.
- Puis, on procède au finissage dans un broyeur à boulet à une granulométrie de (80 μ m – 63 μ m) L'échantillon obtenu est destiné à l'analyse chimique.



Figure II .1. Homogénéisation du gypse au laboratoire

II.1.2. L'analyse granulométrique du gypse (EN 13279-2)

- **L'objectif de l'opération**

L'analyse granulométrique consiste à déterminer la distribution dimensionnelle des grains constituant un granulat dont les dimensions sont comprises entre (0.63/16 mm).

- **Principe d'essai**

L'essai consiste à prélever 5000g sur l'échantillon de laboratoire conservé hermétiquement et les passer à travers une série de tamis dans l'ordre suivant :

0.63 --- 3.15 --- 5 --- 6.3 --- 8 --- 10 --- 12.5 --- >16 (mm)

II.1.3. L'analyse chimique du gypse (NF B 12401)

Elle est régie par un ensemble de normes :

- Le pH est mesuré par une électrode de verre (NF T 90-008) ; le titre alcalimétrique est déterminé par volumétrie avec un acide minéral dilué (NF EN ISO 9963-1) ;
- Les sulfates sont dosés par gravimétrie sous forme de sulfate de baryum (NF T 90-009) ;
- Le magnésium et le calcium sont déterminés par absorption atomique (SAA) [NF T 90-005)
- Les ions chlorure sont dosés par une solution de nitrate d'argent (NF T 90-014)
- Les hydrocarbures peuvent être analysés par spectrométrie infrarouge (T 90-114) ou par chromatographie en phase gazeuse après une extraction par un solvant approprié.

Il est également possible de doser les principaux anions inorganiques (chlorures, nitrates, sulfates,...) par chromatographie ionique.

L'analyse chimique ne pourra être faite que sur des liqueurs obtenues par l'attaque de

l'échantillon par des acides dilués. La dissolution de la poudre sera facilitée par une surface spécifique élevée. Il sera convenable de broyer le produit jusqu'à ce que le tout passe au tamis de 0,1 mm (norme NF B 12401).

Le plâtre peut contenir un peu d'anhydrite soluble. Il faut donc l'étaler à l'air en couche mince pour transformer l'anhydrite III instable en semi-hydrate. (dans le cas d'analyse chimique du plâtre).

Le plâtre ou le gypse, seront ensuite séchés en étuve ventilée, dont la température sera réglée 40° - 50° C.

L'analyse par fluorescence x nous a donné la composition chimique de la matière première (gypse).

II.1.4. L'analyse minéralogique du gypse

Elle a pour objet l'identification et le dosage des minéraux constitutifs du matériau. Son processus est très différent de celui de l'analyse chimique qui ne donne que la composition élémentaire des matériaux, exprimée en oxydes, à l'exception de quelques cas où les teneurs de certaines espèces minérales peuvent être calculées directement à partir des données de l'analyse élémentaire (chlorures alcalins, carbonates de calcium).

L'analyse minéralogique utilise les résultats de plusieurs méthodes instrumentales qui sont utilisées pour caractériser un minéral par :

- Sa structure cristalline (répartition des atomes dans des réseaux géométriques), qui est mise en évidence par la diffraction de rayons x ;
- Son réseau cristallin, qui peut être extrait du spectre de diffraction de rayons x obtenu sur l'échantillon pulvérulent (méthode de Debye et Scherrer).

I.1.5. Détermination de la pureté, l'eau combiné et l'humidité du gypse

Les mesures s'effectuent dans le laboratoire par la thermobalances qui travail par mesure électronique. En effet, elle a deux fonctions: peser, chauffer (pour le départ d'eau) et peser de nouveau afin d'établir des mesures comparatives des échantillons. Ainsi, la différence de ces deux pesées favorise la détermination de la quantité de matière qui s'est évaporée et donc le taux d'humidité, l'eau combinée, la pureté et l'anhydrite III cas du plâtre.



Figure II .2 .Thermobalance

Principe : il consiste à mettre 5 à 6 g d'un échantillon prélevé directement de la production en usine (gypse ou plâtre) dans l'appareille thermobalance pour un chauffage de 200 C° et déterminer la perte de masse due au départ ou gain d'eau.

Fonctionnement et calcul

- **Humidité** : C'est la quantité d'eau adsorbée en surface (eau d'humidité ou d'interposition), partiellement éliminé a 50°C, sa valeur est en pourcentage et elle se calcule sauf si $M_0 > M_1$

Sa formule est donnée par la relation :

$$H\% = ((M_1 - M_2) / M_0) * 100$$

- **l'eau combinée** : (l'eau de cristallisation) C'est l'eau appartenant a la structure chimique du produit, sa valeur est en pourcentage et sa formule est donnée par la relation :

$$EC\% = ((M_1 - M_2) / M_1) * 100 + 0.3$$

- **la pureté** : C'est la quantité de $\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$ pur existant dans le plâtre produit. C'est aussi la quantité de $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ pur existant dans le Gypse Sa formule est donnée par la relation :

$$P = EC * 145/9 \text{ (plâtre)}$$

$$P = EC * 170/36 \text{ (gypse)}$$

- **L'anhydrite III (A III)**: C'est la quantité de plâtre caractérisé par une formule chimique $\text{CaSO}_4 \cdot \varepsilon \text{H}_2\text{O}$ tel que $0.06 < \varepsilon < 0.11$. L'AIII représente la fraction la plus sensible à l'humidité. En contact de cette dernière, le AIII se transforme en $\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$. (car elle est métastable).

$$\text{Si } M_0 > M_1 : \%AIII = 0$$

$$\text{Si } M_0 < M_1 : \%AIII = ((M_1 - M_0) / M_0) * 1511$$

Dont :

- M_0 Le poids initial
- M_1 est la masse pesée après chauffage à 50°C (g).
- M_2 est la masse pesée après chauffage à 200°C (g).

II.2. Essais sur le plâtre extra fin de COLPA**II.2.1 L'analyse chimique du plâtre COLPA**

La fluorescence X, nous a donné la composition chimique plâtre.

II.2.2 Analyse minéralogique: La technique de la diffraction X (DRX) :

L'analyse par diffraction des Rayons X apporte des informations sur la composition minéralogique du produit mais aussi sur sa structure cristalline.

II.2.3. Détermination de la pureté, l'eau combiné et l'humidité plâtre et l'anhydrite III

S'effectue avec la thermobalance dans le laboratoire avec une prise d'essai 5 à 6g pour une durée de 60 minutes.

II.2.4 L'analyse granulométrique par diffractions laser

But : C'est l'analyse la plus précise car elle détermine la répartition granulométrique d'une poudre entre 0.05 μm et 800 μm .

Principe consiste à :

- Faire traverser un faisceau de lumière monochromatique laser de longueur d'onde de 630nm dans une cuve transparente contenant l'échantillon poudre (plâtre extra fin COLPA) en mouvement.
- Mesurer la répartition de la lumière diffractée sous formes d'anneaux concentriques dont les rayons sont proportionnels aux diamètres des particules et l'intensité lumineuse à la concentration.
- Calculer, au moyen d'un algorithme approprié ; les populations des différentes classes granulométrique définies au préalable.

II.2.5. Essais physiques**II.2.5. 1 La masse volumique****II.2.5.1.1. La masse volumique non tassée**

- On prend un récipient d'un litre et on pèse P1.

- On place un tamis dont l'ouverture de maille est de 2mm au dessus de récipient d'une distance de 10cm.
- On passe l'échantillon (plâtre extra fin COLPA) à travers le tamis, quand le récipient est rempli, on arase la partie supérieure par une raclette, puis on pèse P2.

$$Q = P2 - P1 ; (g/l)$$

Dont

- P1 : La masse de récipient.
- P2 : La masse du récipient+ plâtre.



Figure II.3. Détermination de la masse volumique non tassé

II.2.5.1.2 La masse volumique tassée

- On tare un récipient d'un litre et on pèse P1 sur une balance technique.
- On fait remplir le récipient par l'échantillon (plâtre extra fin COLPA) jusqu'au remplissage parfait.
- Après, on place le récipient sur la table à secousse et on le tasse avec 10 coups.
- On remplit le vide du récipient avec du plâtre et on pèse P2.

$$Q = P2 - P1 ; (g/l)$$



Figure II.4. Détermination de la MV tassé

II.2.5.1.3. La masse volumique humide

- On tare un récipient d'un litre et on pèse P1 sur une balance technique.
- On prépare une pâte du plâtre (extra fin de COLPA) avec $E/P = 0.75$ et 1200g de poudre de plâtre extra fin.
- Après le mélange on le verse dans le récipient et on le sur la table à secousse et on le tasse avec 10 coups.
- On nettoie le superflu avec une éponge et on pèse P2.

$$Q = P2 - P1 ; (g/l)$$

II.2.5.2. Détermination du temps de prise (EN 13279-2)

- Nous déterminons le temps de début de prise en découpant des fentes dans la galette.
- Ensuite on nettoie le couteau et le sèche après chaque découpe. Les fentes doivent être pratiquées dans des intervalles de temps ne dépassant pas 1/20 du temps de prise escompté.
- Utiliser deux galettes pour les découpes préalables, la troisième étant réservée à la découpe d'essai.
- Le temps de début de prise t_i est obtenu au moment où les bords d'une fente découpée au temps t_1 cessent de se rapprocher.

Fin de prise**Début de prise****Figure II.5.** Détermination des temps de prise**II.2.5.3. Test d'étalement aux anneaux**

Le test d'étalement est réalisé à l'aide d'un anneau cylindrique placé sur une plaque de verre plane, l'anneau est rempli de pâte juste après le malaxage puis est soulevé manuellement. L'étalement est libre et les mesures du diamètre d'étalement et de la hauteur de l'échantillon

sont réalisées après arrêt de l'écoulement. Les photographies de la figure montrent le soulèvement et les galettes obtenues.

Ces essais seront réalisés sur la pâte de plâtre extra fin et les mélanges avec des superplastifiants, avec un anneau métallique anneau de SMIDTH (hauteur 50 mm ; diamètre 60 mm



Figure II .6. Déroulement de l'essai d'étalement

II.2.5.4 Détermination de l'expansion

- Préparer une pâte de plâtre avec 100g de poudre (extra fin COLPA) et un rapport E/P=0.75.
- Après le gâchage on verse la plâtre dans l'appareil de détermination de l'expansion.
- Après 4 heures on prend la valeur indiquée par l'aiguille.



Figure II .7. Appareil de détermination de l'expansion

II.2.6 Le pH du plâtre (NF B 12 401)

Principe : les concentrations seront désormais de 5% (5g du poudre de plâtre COLPA dans 100ml d'eau distillée fraîchement bouillie et refroidis à l'abri de l'air ou d'eau déminéralisé).

- Soit t_0 ; le temps où l'on met en contact l'eau et la poudre.
- Porter le bécher sous l'électrode sur un agitateur magnétique.
- Agiter durant 2min 50s.
- Lire la valeur du PH à t_0+3 min.

II.2.7 Essais mécaniques

II.2.7.1. Préparation des éprouvettes (EN 13279-2)

La confection des éprouvettes avec des dimensions de 4×4×16 a pour but de déterminer les essais mécaniques à la rupture par flexion et par compression pour le plâtre extra fin de COLPA. En le considérant comme témoin (référence) dans le travail expérimental. Les étapes suivies sont :

- Préparer le mélange avec 700 g de plâtre prélevé de 04 sacs différents de production .et la quantité d'eau correspondante à cette masse d'après l'eau de gâchage ($E/P=0.75$).
- Verser l'eau dans le récipient.
- Mettre le malaxeur en marche à la vitesse V1 pendant 1 min.
- Verser au fur et à mesure la matière.
- Changer la vitesse du malaxeur V2 pendant 2 min.
- Verser le tout dans le moule.
- Faire subir les moules à des chocs continus afin d'assurer le bon remplissage.
- Démouler le moule après la fin de prise.
- Le nombre de mélange est de 12.

II.2.7.2. Conservation des éprouvettes

Les nombre total des éprouvettes pour chaque mélange est de 2 donc le tout c'est 18 éprouvettes, on les conserve dans l'atmosphère du laboratoire suivant les démarches suivantes :

- Après le démoulage on laisse les éprouvettes à l'air libre pour le séchage.
- On effectue des essais mécanique après 02 heures ;24 h et après 07 jours.
- Quand le temps de 07 jours est écoulé on met les éprouvettes dans l'étuve de séchage à 40 C° jusqu'au poids constant environs 3 jours.
- Après on effectue les essais mécaniques ainsi que l'absorption.



FigureII.8 .Préparation des éprouvettes



Figure II.9. Séchage des éprouvettes

II.2.7.3. Les résistances mécaniques

II.2.7.3.1. La résistance mécanique de rupture par flexion (R_f)

- **Principe :** L'essai de flexion est effectué sur prisme ($4 \times 4 \times 16$) cm. Le prisme ou (épreuve) est placé dans une machine automatique de flexion (presse hydraulique), et est soumis à une charge croissante jusqu'à sa rupture.

$$R_f = \frac{3FL}{2b \times h}^2 \text{ (N/mm}^2\text{)}$$

Dont :

R_f : Résistance à la flexion (N/mm²)

-
- **F** : La force appliquée. (N).
- **L** : La distance entre les appuis (mm)
- **b** : L'arête de la section carrée de prisme (mm)
- **h** : Hauteur de l'éprouvette.

II.2.7.3.2 La résistance mécanique à la rupture par compression R_c

Principe :

Déterminer la résistance à la compression en appliquant une charge sur la partie brisée du prisme qui a été utilisée pour déterminer la résistance à la flexion.

Disposer les éprouvettes entre les plaques en acier, de sorte que les faces du prisme qui collaient aux parois du moule soient en contact avec les plaques sur une section de 40 mm × 40 mm.

Laisser la plaque supérieure s'incliner jusqu'à ce que le contact entre l'éprouvette et la plaque soit parfait. L'axe de rotation de la plaque supérieure passe par le centre des surfaces sur lesquelles la compression s'exerce. Appliquer la charge jusqu'à rupture de l'éprouvette.

$$R_c = \frac{F_c}{S} \text{ (N/mm}^2\text{)}$$

Dont :

- **Rc**: la résistance mécanique à la compression (N/mm²).
- **Fc**; charge à la rupture (N).



Figure II .10 .Déroulement des essais mécaniques

II.2.8. Détermination de L'absorption d'eau

But : c'est la détermination de taux de porosité et de coefficient d'absorption.

Principe :

- Prendre 02 éprouvettes de chaque mélange déjà confectionné et séché faire la pesé P₀.
- Remplir une cuvette avec 01 mm d'eau .mettre les éprouvettes sur l'eau 5orientation longitudinale).
- Prendre les pesés après 04 minute 25 minutes et 24 heure.
- Calculer le coefficient d'absorption et le taux de porosité en %.

II.2.8.1.Coefficient d'absorption

$$coef\ ab = \frac{P_{25} - P_4}{3} (\%)$$

Dont :

- **P₂₅** : poids après 25 minutes.
- **P₄** : poids après 04 minutes.
- **P₀** : poids initial.
- **P_{24h}** : poids après 24heurs.

II.2.8.2.Taux de porosité %

$$P\ \% = \frac{(P_{24} - P_0) \times 100}{P_0}$$



Figure II .11. Test d'absorption des éprouvettes

II.3. Les adjuvants utilisés

II.3.1. Les superplastifiants

II.3.1.1 Propriétés de Mélamine Formaldéhyde Sulfonée (SMF)

apparus au milieu des années 70, ces polymères sont également constitués de la répétition d'une même unité composée d'une molécule de mélamine sulfonée ($20000 \leq n \leq 30000$), utilisé dans le plâtre avec un dosage du 0,1 à 2 % ,

Tableau II .1. Propriétés de SMF

Aspect	Solide
Forme	Poudre blanche dispersible dans l'eau
Teneur en eau(%)	Max.4.0
Valeur du pH (20 ° C, solution à c/420%)	9.0–11.0
Densité apparente (g / 100cm ³)	50.0–80.0
Poids moléculaire moyen	10 000
Dosage recommandé (%)	0.1 à 2.0

II.3.1.2 Propriétés de PC5

Présentation

Le Pentaflow PC5 est un superfluidifiant en poudre à base de dispersants polycarboxyliques qui, grâce à l'action dispersante élevée de ses composants, permet d'améliorer la qualité du béton, des micro-bétons et des mortiers en termes d'ouvrabilité, imperméabilité, résistance et durabilité. Il est employé avec succès aussi dans la dispersion de poudres fines, extra fines et micro produits dans la préparation de pâtes et de systèmes en dispersion aqueuse.

Tableau II.2 .propriétés de PC 5

Composition chimique	Polymère polycarboxylique
État	Poudre
Couleur	Beige
Masse volumétrique apparente	0,600 ± 0,100 kg/dm ³
Granulométrie	Min. 80,0% < 0,300 mm
Humidité	Max. 4,0%
Solubilité dans l'eau	Min. 96,0%
Température d'emploi	> 0°C
Contenu en chlore	Max. 0,05%
Dosage	0,1 à 0,8%

II.3.2. l'accélérateur de prise APG (accélérateur de prise gypse)

Description

L'APG est composé de 90% de gypse naturel et de 10% de Calcium d'Ammonium (Lignosulfonate). (On ajoute Lignosulfonate pour facilité le broyage de gypse).

Granulométrie: d₅₀ = 40 µm

Densité: 0,7 g/L.

II.3.3. Le retardateur de prise (acide citrique AC)

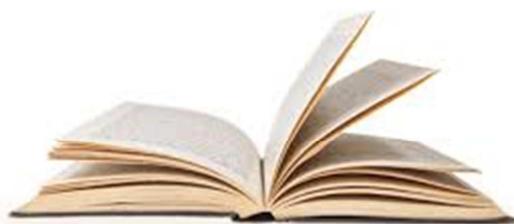
Tableau II.3 .Propriétés et composition chimique de AC

Humidité %	Max 0.5%
Cendre sulfaté	0.05%max
Calcium	30mg/kg max
Métaux lourd	5mg/kg max
Fer	3mg/kg max
Mercuré	0.5mg/kg max
Chlorure	5mg/kg max
Sulfate	100mg/kg max
Acide oxalique	100mg/kg max

Conclusion :

Les résultats d'essais sur le gypse et le plâtre obtenus on les prend comme référence pour le travail expérimental qui sera présenté dans le chapitre suivant (chapitre III).

Chapitre III



Chapitre III protocole expérimental**III.1.Méthodologie du travail**

Après avoir déterminé les caractéristiques physiques et mécaniques du plâtre témoin extra fin de COLPA, on passe aux étapes importantes qui suivent:

III.1.1.Première étape

Sachant bien que le taux de gâchage joue un rôle important sur la porosité du matériau durci donc une influence directe des performances mécaniques.

Le rapport E/P du plâtre extra fin de COLPA est de 0.75 .Dans cette première étape on diminue le rapport E/P avec des quantités d'eau de gâchage moindre.

Les rapports E/P introduits dans la pâte de plâtres sont : **(0.72 ,0.70, 0.68, 0.65)** .Avec ces différents pourcentages on confectionne des éprouvettes (06 éprouvettes pour chaque E/P).

Ensuite on détermine les caractéristiques physiques et mécaniques :

- Densité humide (masse volumique à l'état frais)
- Les temps de prise
- Les étalements
- L'expansion
- Les résistances mécaniques (en flexion et en compression)
- L'absorption (coefficient d'absorption et le taux de porosité)

Une fois les résultats obtenus ; une comparaison sera effectuée avec les caractéristiques du témoin, afin de corriger les impacts et les changements sur les performances.

III.1.2.Deuxième étape

Vu que le rapport E/P influe sur la rhéologie du plâtre (étalement et fluidité) pour cela cette partie est focalisée sur l'utilisation de superplastifiants hauts réducteur d'eau afin de garder la rhéologie (un étalement parfait) de la pâte de plâtre. Le choix est fait sur des adjuvants commerciaux en se basant sur la compatibilité avec le plâtre. Donc 02 adjuvants différents ; l'un de nature SMF et l'autre un polycarboxylate (PC5) de dernière génération. Seront utilisés.

III.1.2.1. Le mélamine formaldéhyde sulfoné SMF

De nature SMF (mélamine-formaldéhyde sulfonée) avec des dosages (pourcentages) déférents choisis suivant la fiche technique délivré (**0.1% ,0.2%,0.4%, 0.6% ,0.8%, 1% et 1.5%**) .Afin d'étudier l'évolution des performances physiques et rhéologique et mécaniques de chaque pourcentage.

- Pour chaque dosage de SMF ; on détermine la consistance normale CN avec la méthode de la table à secousse qui est décrite par la norme NA 5087-2 :2015 IANOR.
- Comme auparavant on confectionne 06 éprouvettes pour chaque pourcentage de SMF pour la détermination des caractéristiques physique et mécaniques.
- Après obtention des résultats ils sont comparer au témoin afin de corriger les anomalies. La fonction secondaire de SMF c'est accélération de prise donc un retardateur de prise est recommandé.
- L'utilisation de l'acide citrique comme retardateur de prise a été choisis.
- La détermination de la quantité de retardateur de prise par l'essai du temps de prise jusqu'à obtention d'un début de prise correspondant à celui du témoin.
- Les résultats sont présentés sous formes de tableaux ; histogrammes et courbes

III.1.2.2. Le pentaflow PC5

C'est un polycarboxylate de dernière génération .Choisis expérimentalement après un essayage de 03 polycarboxylates pour voir celui qui est compatible sans impacts et sans effets secondaires tel que bulles d'air ou ségrégation. Après le choix de cet adjuvant les mêmes étapes effectué avec le SMF sont appliquées pour PC5.

- Les pourcentages de PC5 utilisés sont : **0.1% ,0.2% ,0.4%, 0.6%, 0.8%** car le maximum c'est 0.8%.
- Le PC5 joue aussi le rôle de retardateur de prise, on le comparant avec le témoin un accélérateur de prise est recommandé.
- Le APG (accélérateur de prise gypse) joue le rôle d'un régulateur de prise. On détermine la quantité de APG à ajouter au plâtre par l'essai du temps de prise jusqu'à on avoir un début de prise correspondant à celui du témoin.

Remarque : avant de procéder expérimentalement on a étudié l'efficacité de chaque adjuvants : super plastifiant, accélérateur et retardateur de prise par la détermination du coefficient d'efficacité.

III.2. Caractérisation de l'efficacité d'un fluidifiant

But : Caractérisation de l'efficacité d'un fluidifiant sur la rhéologie de plâtre.

Principe : comparer l'étalement d'un semi hydrate avant et après addition d'un fluidifiant. Il consiste à rechercher un taux de gâchage permettant un étalement compris entre 180 et 200 et noter E1. Ajouter 0.01% de super plastifiant au plâtre avec ce taux de gâchage noter l'étalement E2.

$$Eff(\%) = \frac{(E2 - E1) \times 100}{E1}$$

III. 3. Caractérisation de l'efficacité é d'un accélérateur (respectivement retardateur)

But : caractériser le pouvoir accélérateur sur la prise d'une pate de plâtre.

Principe : comparer les temps de prise (début et fin de prise) d'un semi-hydrate avant et après addition d'accélérateur on ajoutant 0.05% d'accélérateur ou retardateur.

Soit : DPC FP les résultats de l'essai sur semi hydrate non accéléré (resp. non retardé).

DPC1 FP1 les résultats de l'essai sur semi hydrate accéléré (resp. retardé)

$$EffDPC = \frac{(DPC - DPC1) \times 100}{DPC}$$

$$EffFP = \frac{(FP - FP1) \times 100}{FP}$$

III.4. Détermination de la consistance normal par méthode de table à secousse norme NA 5087-2 :2015 IANOR

But : Détermination du rapport eau/plâtre du plâtre prémélangé selon une consistance donnée.

Principe

- Détermination de la consistance par mesurage du diamètre d'une galette après étalement de celle-ci.
- On prend le diamètre de la galette confectionné avec E/P =0.75 après 15 secousses comme référence (refaire l'essai 3 fois) on note la valeur de E/P.
- Le même principe pour la pâte adjuvanté avec chaque pourcentage ; on diminue la valeur de rapport E/P (<0.75) et on mesure le diamètre de la galette après 15 secousses jusqu'à l'obtention d'un diamètre équivalent de celui du témoin. C'est la valeur d'E/P équivalent qui correspond à la consistance normale pour chaque pourcentage du superplastifiant.



Figure III .1 .Les étapes de détermination deE/P par la table à secousses

III.5. Préparation des mélanges (différents pourcentages ou dosages de superplastifiant)

- Pour chaque adjuvant on prend un pourcentage par rapport au poids du plâtre.
- On pèse les poids voulu.
- L'homogénéisation se fait dans un mélangeur électrique avec rotation pendant 15 minutes.

Exemple : 1000g (plâtre) \longrightarrow 100%
 X (SP)0.1% \longrightarrow
 $X = 1000 * 0.1/100$ $X = 1g$

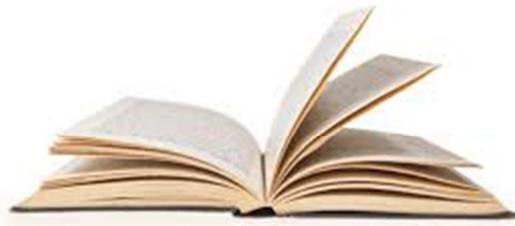
- Donc le mélange avec 0.1 % du SP est 1000g plâtre +1g du SP
- Ensuite on procède à la confection des éprouvettes.
- On pèse 700g du plâtre adjuvanté.
- On pèse la quantité d'eau nécessaire pour chaque pourcentage dans un récipient en inox.
- On saupoudre le plâtre adjuvanté sur l'eau et mélangé bien jusqu'à obtenir un mélange liquide.
- On fait verser le mélange dans le moule à plâtre (pour éprouvette).
- On démoule le tout.
- Conserver les éprouvettes dans les temps conseillé(07 jours) et on procède au séchage jusqu'au le poids constant après 02 à 03 jours.
- Procéder au test de flexion et puis la compression.



Figure III .2 . Préparation des mélanges avec différents dosages de SP

Conclusion : après avoir exposé toutes les étapes qui concernent le travail expérimental sur l'amélioration des caractéristiques physico-mécaniques et rhéologique du plâtre extra fin de COLPA. Les résultats et leurs interprétations sont représentés dans le chapitre suivant

Chapitre IV



Chapitre IV Résultats et interprétations

Dans ce chapitre on va représenter tous les résultats obtenus au cours du travail, ainsi que leurs interprétations.

IV.1. Préparation de la matière première

IV.1.1. La granulométrie du gypse (EN 13279-2)

Tableau IV.1 .Résultats de l'analyse granulométrique

Ø des tamis (mm)	Refus (g)	Refus (%)	Refus cumulé(g)
>16.00	374	7,48	374
12.50	992	19,84	1364
10	1245	24,9	2609
8,00	594	11,88	3203
6 ,30	287	5,74	3490
5,00	323	6,46	3813
3,15	108	2,16	3921
0,63	336	6,72	4257
<0,63	741	14.82	5000

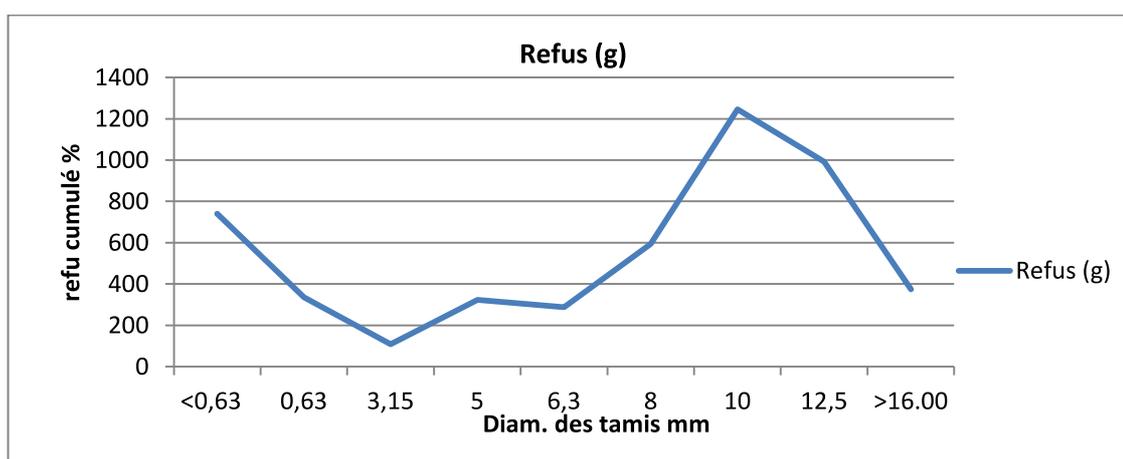


Figure IV.1. Présentation graphique du taux de refus du gypse

- **Interprétation**

Les résultats montrent que la répartition granulométrique du gypse montre deux zones : La zone dont les grosses particules sont dominant [16-8] mm ; inférieure à 8 mm c'est a zone des particules fines.

IV.1.2. L'analyse chimique du gypse d'El Adjiba (NF B 12401)

Tableau IV. 2. Les différents constituants chimiques du gypse.

PAF (%)	Σ des constituants (%)	SiO ₂ (%)	Al ₂ O ₃ (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	CaO (%)	MgO (%)	SO ₃ (%)	K ₂ O (%)	Na ₂ O (%)	P ₂ O ₅ (%)	TiO (%)
23,220	100	0.87	0.29	0.16	34.05	2.56	37.8	0.05	0.92	0.01	0.01

- **Interprétation**

Le gypse d'Adjiba MANHAR représente une grande pureté. Sa pureté élevée en CaSO₄.2H₂O (81%) nous permet d'envisager son utilisation pour la fabrication du plâtre.

La teneur en **Fe₂O₃** sous forme de trace confère au gypse un degré de blancheur important donc un plâtre extra blanc.

IV.1.3. L'analyse minéralogique

Les résultats sont indiqués sur le Diffractogramme ci-dessous (dans la page suivante):

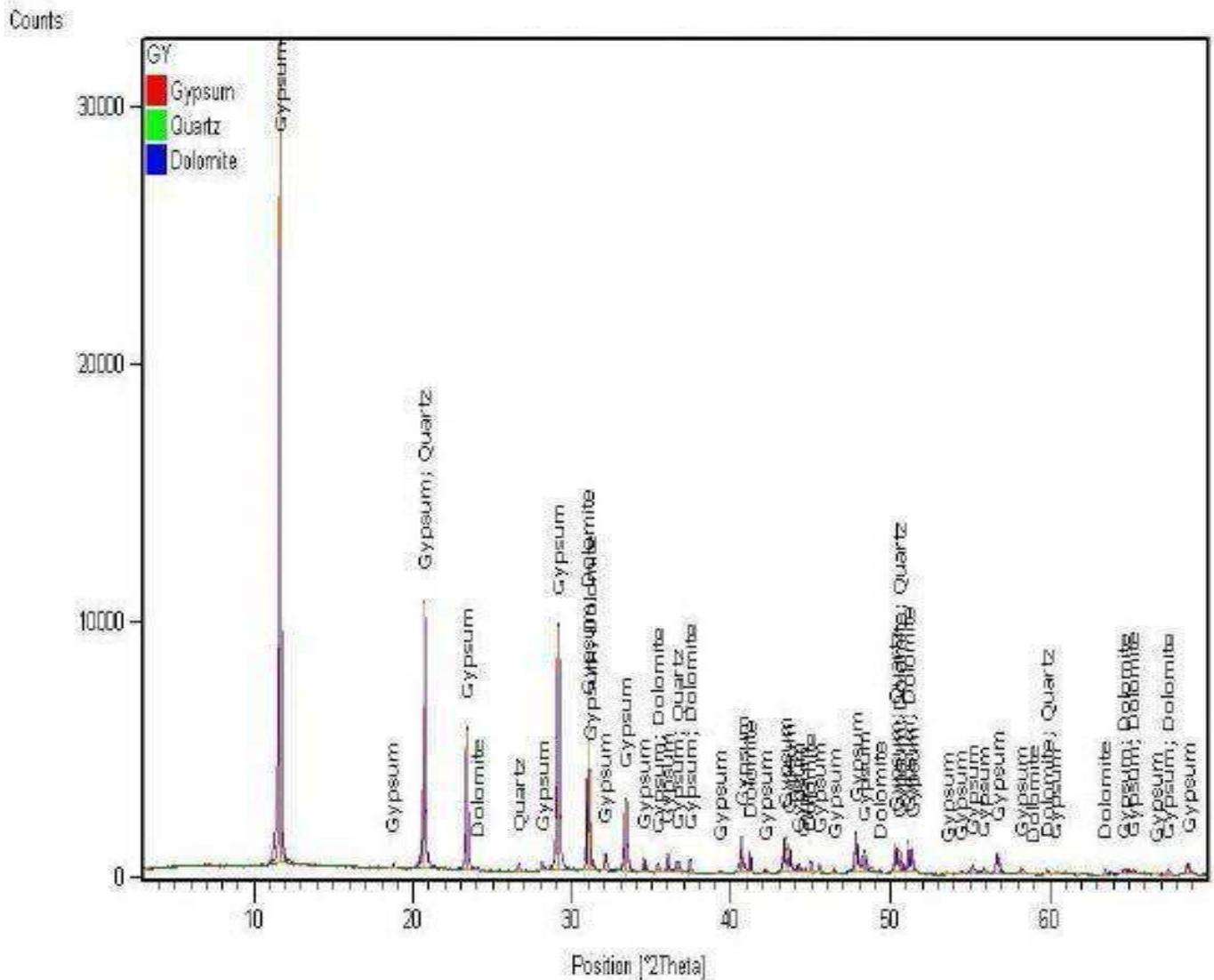


Figure IV.2. Diffractogramme de l'analyse minéralogique du gypse

- **Interprétation des résultats**

D'après le diffractogramme de la figure IV.2 on constate que les phases minérales majeures dans notre gypse sont le gypse, le quartz et la dolomie tout au long du parcours des pics obtenus, et d'un autre côté la pureté de ce gypse se situe avec un taux de 81% ce qui signifie que ce gypse est de très bonne qualité.

IV.1.4 Détermination de la pureté, l'eau combinée et l'humidité du gypse

Tableau IV. 3 .Résultats d'analyse du gypse par thermobalance

Echantillons	Humidité (%)	Eau combinée(%)	Pureté (%)	Anhydrite III (%)
01	00	5.45	87.85	17.12
02	00	5.34	86.04	3.25
03	00	5.42	87.29	11.69
Moyenne	00	5.40	87.06	10.66

- **Interprétation**

L'analyse par la thermobalance montre que le gypse d'Adjiba MNHAR est très pure dont la pureté varie dans les alentours de 90% et même plus .Avec un taux d'humidité bas donc on dit que MANHAR gypse est de très bonne qualité.

IV.2. Résultats d'essais sur le plâtre extra fin de COLPA (témoin):

IV.2.1 L'analyse chimique du plâtre

Tableau IV.4.Résultats d'analyse chimique du plâtre extra fin COLPA

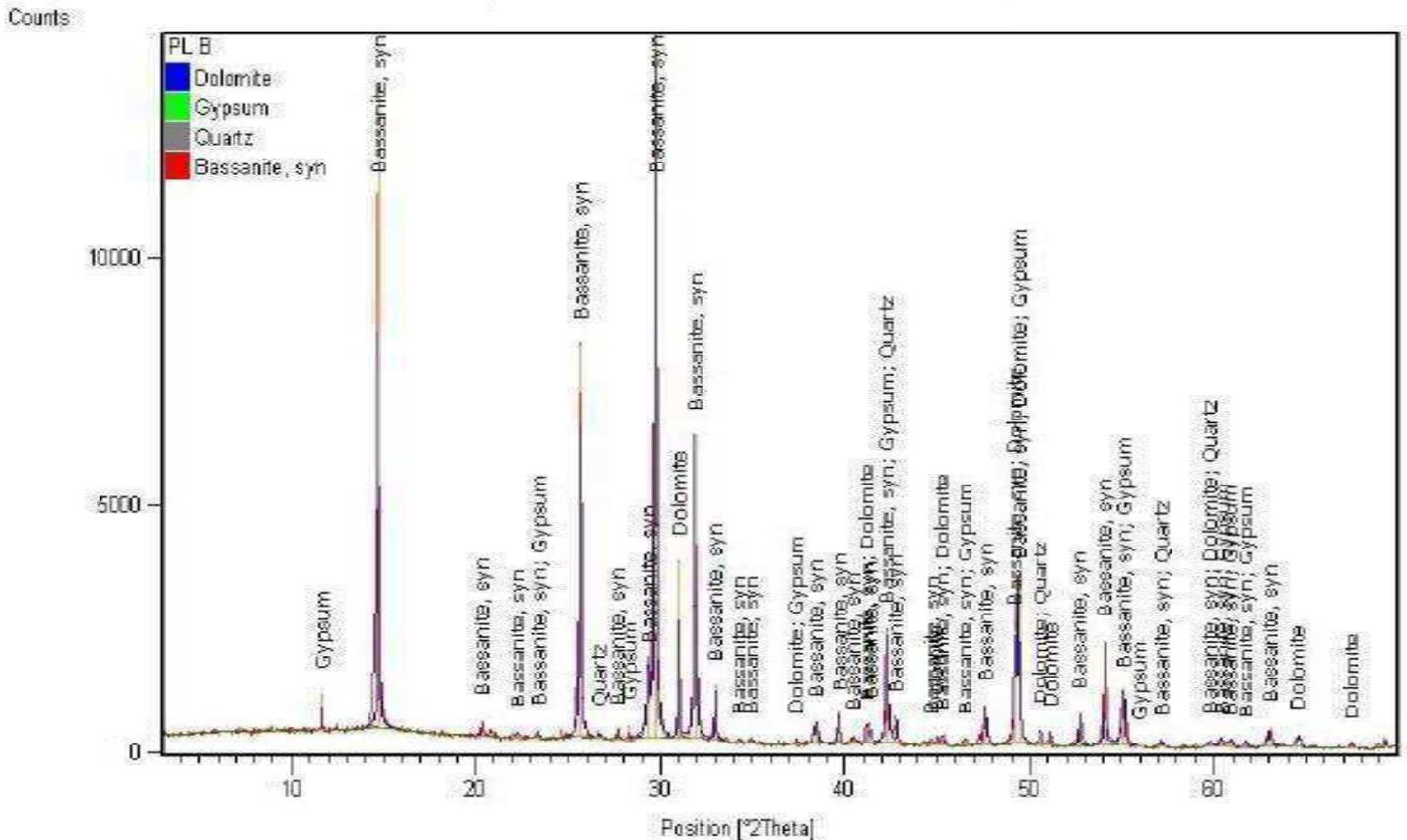
Perte au feu (%)	Somme des constituants (%)	SiO ₂ (%)	Al ₂ O ₃ (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	CaO (%)	MgO (%)	SO ₃ (%)	K ₂ O (%)	Na ₂ O (%)	P ₂ O ₅ (%)	TiO (%)
10.38	100	0.84	0.26	0.02	40.16	1.42	46.40	0.06	0.44	0.02	0.01

- **Interprétation**

L'analyse chimique nous donne une idée du contenu minéralogique, présente des quantités importantes de CaO 40.16% et de SO₃ 46.40.

IV.2.2 L'analyse minéralogique du plâtre

Les résultats sont indiqués sur leDiffractogramme ci-dessous (dans la page suivante):



IV.3. Diffractogramme de l'analyse minéralogique du plâtre

- **Interprétation**

Ce diffractogramme nous révèle que les pics représentent une grande majorité en quantités de Bassanite (c.-à-d. : le plâtre pure) ce qui nous apporte que le plâtre extra fin de COLPA a une pureté située aux environs de 83%.

Quelques traces d'incuit résultantes de la cuisson incomplète.

IV.2.3 Détermination de la pureté, l'eau combinée et l'humidité et de l'anhydrite III du plâtre

Tableau IV.5. Résultats d'analyse par thermobalance du plâtre extra fin COLPA

Echantillons	Humidité (%)	Eau combinée (%)	Pureté (%)	Anhydrite III (%)
01	00	5.45	87.85	17.12
02	00	5.34	86.04	3.25
03	00	5.42	87.29	11.69

• Interprétation

Cette analyse montre que l'eau combinée ou l'eau de cristallisation est proportionnelle à la température de cuisson, car la température favorise le départ en eau des plâtres.

L'eau de cristallisation montre que la température de cuisson à l'intérieure du gypse était suffisante pour l'obtention de l'hémi-hydrate recherché.

On remarque que la pureté du plâtre est importante elle arrive jusqu'à 87.85% c'est dû à la pureté du gypse d'ADJIBA.

La présence de l'anhydrite III à des teneurs non négligeable 17% montre une bonne cuisson du gypse.

IV.2.4 .L'analyse granulométrique du plâtre par diffractions laser

Tableau IV.6. Résultats de l'analyse granulométrique du plâtre

Ø (µm)	volume %	Ø (µm)	volume %	Ø (µm)	volume %
0,105		1,096		11,482	
0,120	0,00	1,259	1,38	13,183	3,93
0,138	0,00	1,445	1,38	15,136	3,25
0,158	0,00	1,660	1,50	17,378	2,61
0,182	0,00	1,905	1,76	19,953	2,04
0,209	0,09	2,188	2,15	22,909	1,57
0,240	0,35	2,512	2,67	26,303	1,19
0,275	0,57	2,884	3,27	30,200	0,88
0,316	0,83	3,311	3,92	34,674	0,63
0,363	1,15	3,802	4,56	39,811	0,34
0,417	1,49	4,365	5,15	45,709	0,09
0,479	1,76	5,012	5,61	52,481	0,00
0,550	1,90	5,754	5,92	60,256	0,00
0,631	1,94	6,607	6,03	69,183	0,00
0,724	1,89	7,586	5,93	79,433	0,00
0,832	1,77	8,710	5,64	91,201	0,00
0,955	1,62	10,000	5,18	104,713	0,00
1,096	1,47	11,482	4,59	120,226	0,00

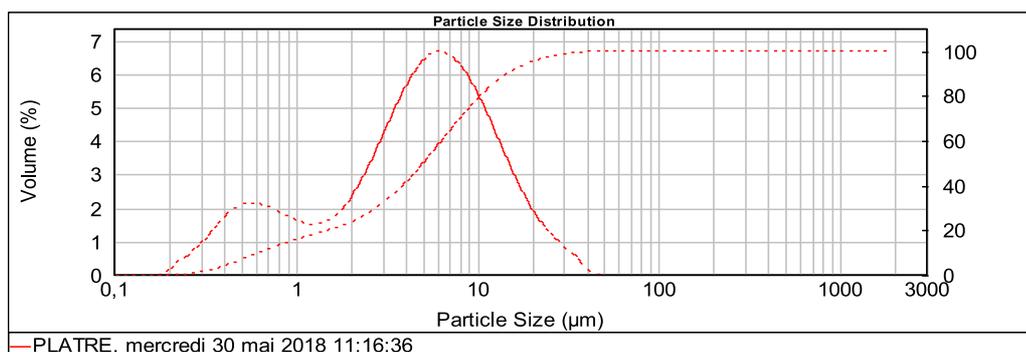


Figure IV.4. Présentation graphique du taux de refus de L'analyse granulométrique par diffraction laser du plâtre extra fin COLPA

- **Interprétation**

Cette analyse a donné précisément la distribution granulométrique du plâtre de COLPA. Elle nous montre que les particules sont extra fin.

Le plâtre contient des petites quantités de chaque diamètre du 0.204µm, jusqu'à 45µm.

De très faible quantité de fine 2%(en max) de diamètre entre 0.2 µm à 2 µm et entre 17 et 45 µm. Et une quantité qui s'élève jusqu'à 6 % pour les fine de 15 µm.

IV.2.5 Essais physiques sur le plâtre

IV.2.5.1. La masse volumique

Tableau IV.7.Résultats des masses volumiques

Echantillons	Masse volumique en (g/l)		
	Tassée	Non tassée	Humide
01	905	407.2	1486.9
02	901	420.9	1462,5
03	900	418.6	1496,9
Moyenne	902	415.6	1482.1

- **Interprétation**

La masse volumique non tassé est inférieure à la masse volumique tassé ce qui confirme que le plâtre extra fin de COLPA est léger.

La masse volumique humide représente une faible valeur 1482.1 g/l ce qui explique la légèreté du plâtre.

IV.2.5.2. Temps de prise et étalements

Tableau IV.8. Résultats du temps de prise et étalement du plâtre extra fin COLPA

Echantillons	Temps de prise (mn)		Etalements (mm)
	Début de prise	Fin de prise	
01	10 :20	26 :20	180
02	10 :04	23 :90	190
03	11 :50	25 :60	200
Moyenne	10 :50	24 :60	190

- **Interprétation**

Le début de prise est au alentour de 10 minute à 11 min, la fin de prise arrive jusqu'au 26 minutes. Il représente un temps de prise rapide.

La fourchette d'étalement avec anneau est du 180 à 200 mm.

IV.2.5.4 L'expansion et PH du plâtre et absorption

pH= 10.3

Expansion : 0.15 mm

Tableau IV.9. Absorption du plâtre extra fin COLPA

Absorption	Essais 1	Essai 2	Essais 3	Moyenne
Coefficient d'abs (%)	9.9	5.7	9.1	8.23
Taux de porosité (%)	44.1	43.9	44.9	44.3

- **Interprétation**

Le PH du plâtre de COLPA est basique.

Le taux de porosité du plâtre durci est de plus de 44 % à cause de l'excès d'eau de gâchage car la quantité théorique d'eau pour l'hydratation du plâtre est de 18.6% et le reste s'évapore et laisse des vides (porosité importante) ce qui explique la faible résistance du plâtre β extra fin.

L'hydratation du plâtre accompagne de l'augmentation de son volume à la suite de la croissance des cristaux de CaSO₄. La présence de l'anhydrite soluble renforce l'augmentation de volume aussi.

IV.2.6 Essais mécaniques

IV.2.6.1. La résistance mécanique de rupture par flexion et par compression de témoin (extra fin de (COLPA))

Tableau IV. 10.Résistances mécaniques du plâtre extra fin COLPA

Essais	Résistance à la flexion Mpa		
	02h	24h	07jours
01	0.76	0.93	1.7
02	0.62	0.71	1.6
03	0.75	0.90	1.6
Moyenne	0.71	0.84	1.63
	Résistance à la compression Mpa		
01	00	00	8.14
02	00	00	7.31
03	00	00	8.66
Moyenne	00	00	8.03

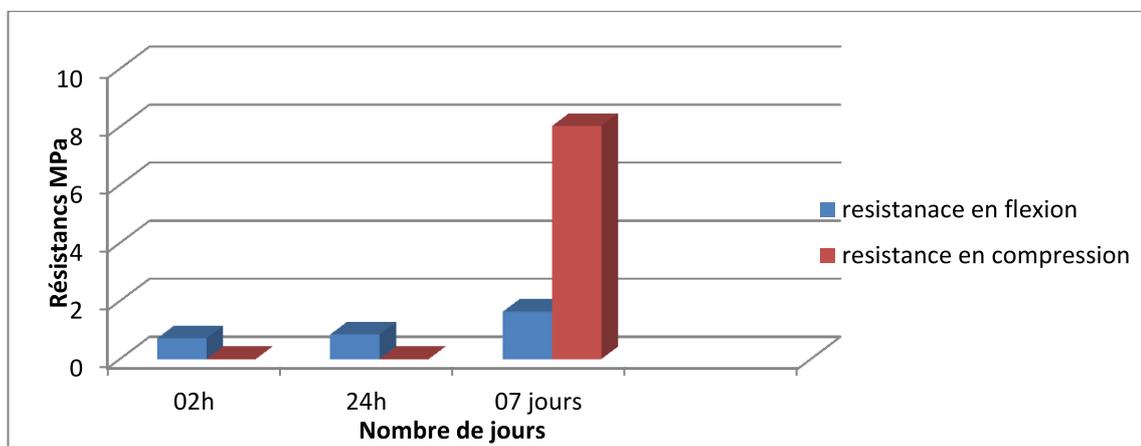


Figure IV.5.Présentation graphique des résistances en compression et en flexion pour plâtre témoin

• **Interprétations**

On constate que la résistance en flexion naissse dès les premier âges après 2 h et augmente un peut à 7 jours et sa valeur max est 1.63 MPa .Par contre la résistance en compression est nulle après 2 h et 24 h.

Les résistances des éprouvettes confectionnées après 7 jours varient entre 07 et 08 MPa ; le plâtre présente une résistance mécanique acceptable à 7 jours.

IV.3. Résultats d’essais des méthodes utilisés

IV.3.1. Influence du rapport E/P (plâtre non adjuvanté)

IV.3.1.1. Essais physiques

Tableau IV. 11. Résultats des essais physiques sur le plâtre durci à différents rapports E/P

E/P %	Temps de prise (min)		Etalement (mm)	Mv humide (g/l)	Expansion (mm)
0.72	10 :00	23 :00	185	1551.1	0.15
	09 :00	19 :50	180		
	08 :20	24 :00	185		
0.70	08 :50	20 :30	180	1554.6	0.15
	09 :20	21 :20	165		
	08 :10	21 :00	175		
0.68	07 :00	21 :00	155	1558.9	0.15
	08 :20	20 :10	150		
	07 :20	20 :5	140		
0.65	06 :20	20 :30	120	1585.3	0.15
	06 :30	18 :20	130		
	05 :00	14 :20	114		

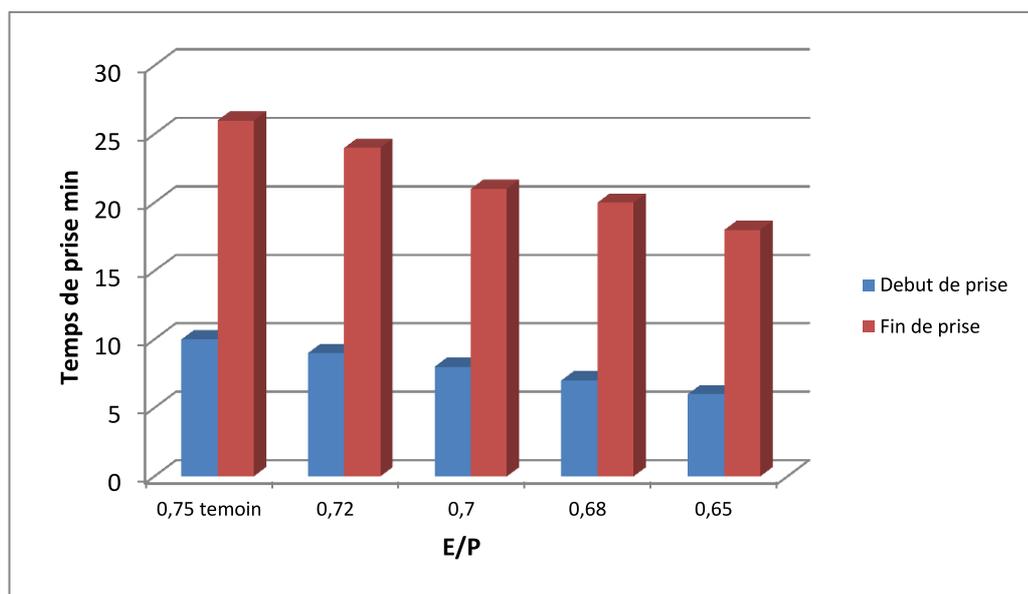


Figure IV.6. Influence du rapport E/P sur les temps de prise

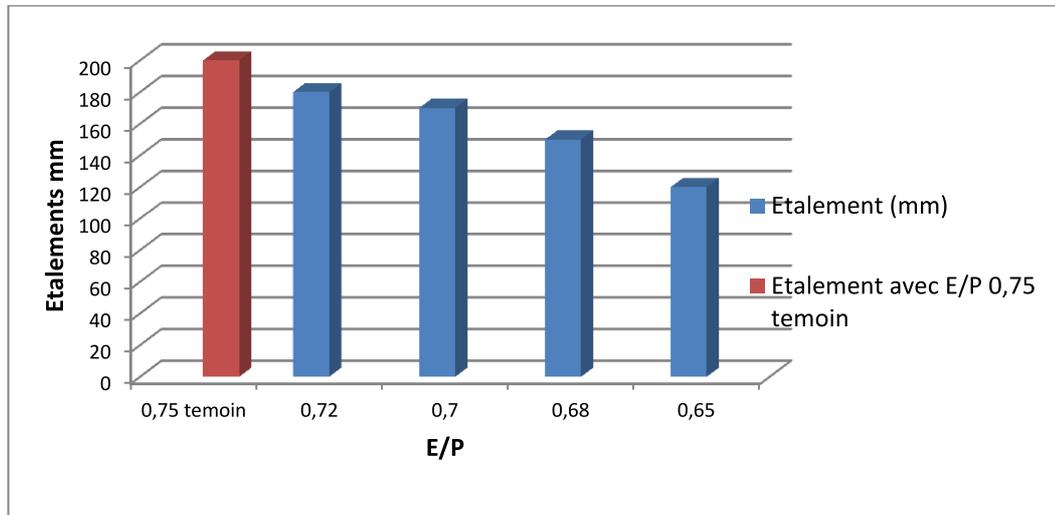


Figure IV.7. Influence du rapport E/P sur l'étalement

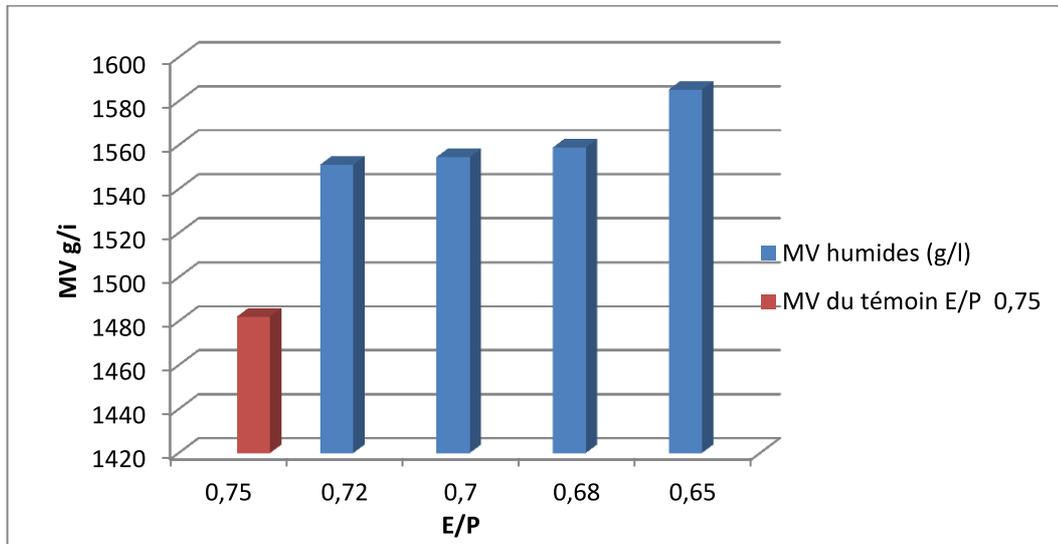


Figure IV.8. Influence du rapport E/P sur les MV humide

IV.3.1.2. L'absorption : les résultats sont présentés dans ce tableau

Tableau IV. 12. Absorption du plâtre durci à différents rapports E/P

Rapports E/P	Coefficient d'abs(%)	Porosité (%)
0.72	10.7	44.0
	10.4	43.7
Moyenne	10.55	43.7
0.70	9.4	42.3
	9.5	42.4
Moyenne	9.45	42.35
0.68	8.1	40.7
	8.6	41.0
Moyenne	8.65	40.85
0.65	9.1	38.9
	8.0	37.8
Moyenne	8.55	38.35

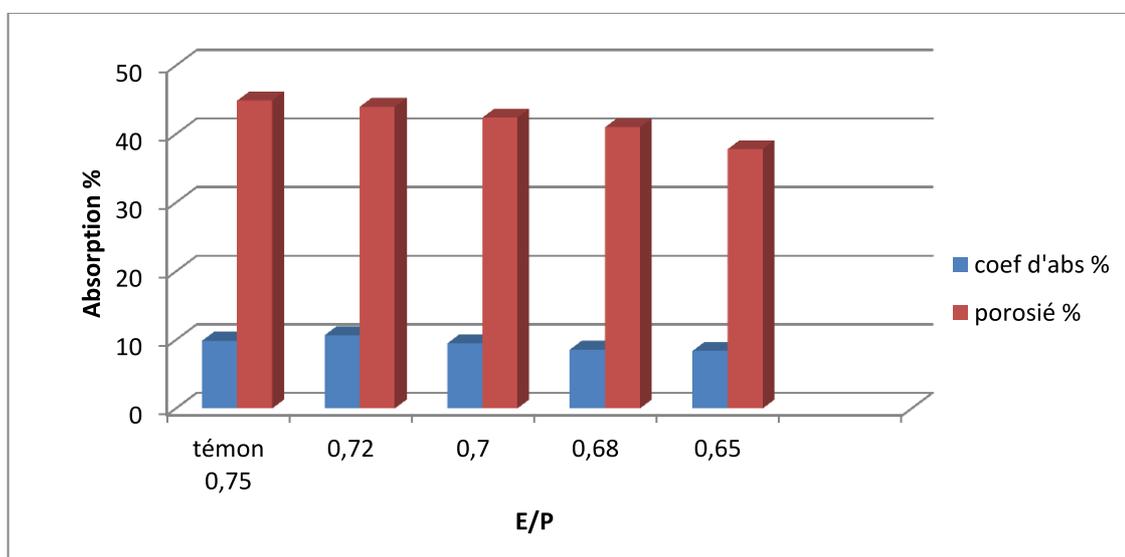


Figure IV.9. Influence du rapport E/P sur l'absorption du plâtre durci

- **Interprétation**

La quantité théorique d'eau d'hydratation du plâtre est de 18.6% .Mais la quantité d'eau de gâchage (CN) est toujours plus grande. Le plâtre extra fin COLPA sa (CN) est de 0.75 % une quantité d'eau très importante ce qui donne une grande porosité 44%.

La diminution de l'E/P fait diminuer la rhéologie (l'étalement) donc l'ouvrabilité de la pate du plâtre sera diminué faute au manque d'eau qui lui fait perdre son ouvrabilité.

La diminution du E/P accélère les temps de prise et peut arriver jusqu'après 5 minute avec E/P= 0.65.ce qui n'est pas évident pour la mise en place du plâtre.

La diminution de la quantité d'eau de gâchage (E/P) donne une diminution du taux de porosité donc une augmentation des résistances mécaniques.

L'eau en excès par rapport à la stœchiométrie, en s'évaporant, provoque la formation de pores. C'est pour cette raison que la quantité d'eau de gâchage initiale influe sur la porosité finale du matériau.

IV.3.1.3 .Essais mécaniques : les résultats sont présentés dans ce tableau :

Tableau IV. 13. Résistances mécaniques en flexion et en compression avec variation d'E/P

Rapports E/P (%)	Eprouvettes	Resistance en flexion (MPa)	Resistance en compression (MPa)
0.72	01	1.50	9.07
	02	2.10	9.46
	03	1.90	8.82
Moyenne		1.83	9.11
0.70	01	2.00	10.55
	02	1.90	8.85
	03	1.99	11.06
Moyenne		1.96	10.15
0.68	01	2.50	10.30
	02	1.99	10.39
	03	1.90	10.50
Moyenne		2.13	10.39
0.65	01	2.30	12.75
	02	2.20	11.00
	03	2.20	11.40
Moyenne		2.23	11.71

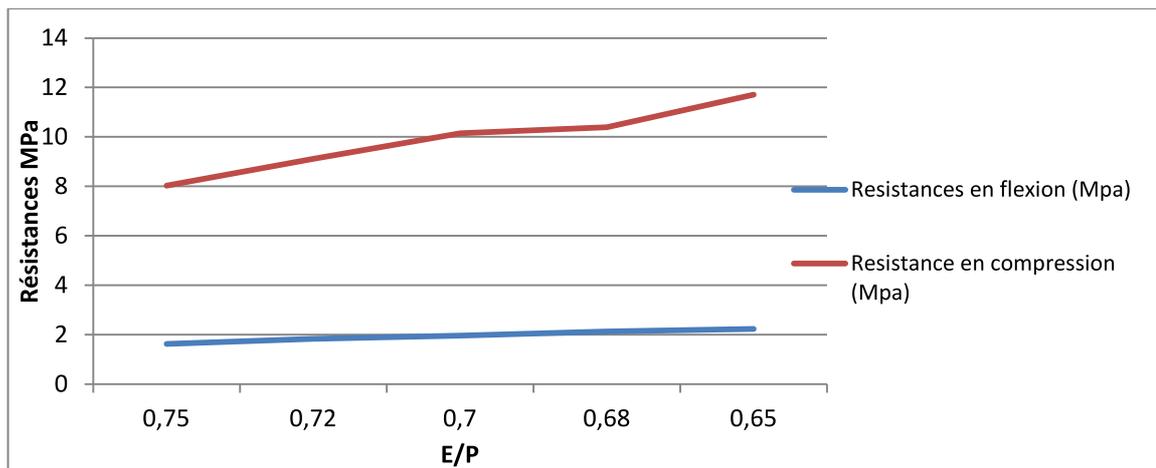


Figure IV.10 .Présentation des résistances mécanique du plâtre extra fin avec diminution d'E/P

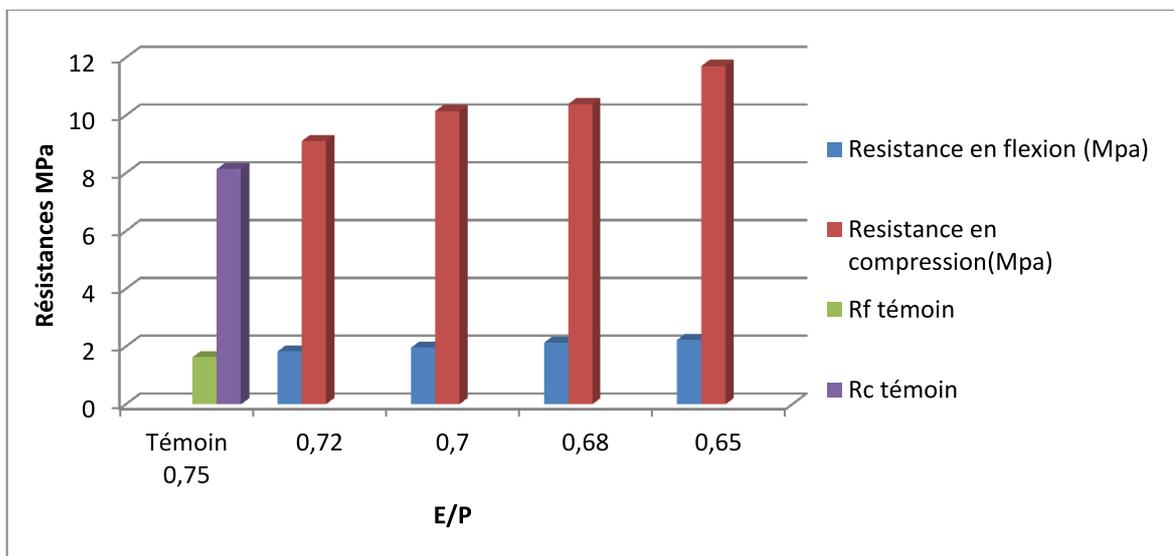


Figure IV.11. Influence du rapport E/P sur les résistances mécanique du plâtre extra fin

• **Interprétation**

La courbe montre une augmentation de la résistance mécanique en fonction du rapport E/P . L'augmentation des résistances s'explique par la diminution de la quantité d'eau de gâchage donc diminution de la quantité d'eau évaporé donc porosité moindre.

Le plâtre obtenu après durcissement est un matériau poreux, constitué principalement de cristaux de gypse enchevêtrés. Il doit sa bonne cohésion à cet enchevêtrement et aux interactions inter cristallines. Sa microstructure finale dépend de la porosité totale, de l'organisation de son réseau poreux (distribution de tailles de pores), de la texture cristalline

(enchevêtrement, taille et faciès des cristaux) et des forces d'adhésion mises en jeu. En effet, au cours de la prise, les cristaux de gypse apparaissent, croissent et s'enchevêtrent pour former une structure solide continue et résistante.

La prise du plâtre est également associée à des variations volumiques importantes :

- Lors de leur croissance, les cristaux s'allongent et se repoussent les uns les autres (au niveau des points de contacts) entraînant une expansion qui souvent compense et dépasse le retrait d'hydratation.

Conclusion 01 : avec la diminution de la consistance normale on obtient une augmentation de résistances mécaniques mais le plâtre perd sa rhéologie (son étalement) ainsi son temps de prise devient très rapide.

IV.3.2. Résultats d'essais après l'ajout de superplastifiant mélamine formaldéhyde sulfoné :

IV.3.2.1 Caractérisations d'efficacité des adjuvants :

Tableau IV .14.Caractérisations d'efficacité des adjuvants

Coefficient d'efficacité de SMF (%)	Coefficient d'efficacité de PC5 (%)	Retardateur acide citrique (%)		Accélérateur APG (%)	
		DP	FP	DP	FP
12.5	22.5	74.35	50.90	30	25.92

- **Interprétation**

Les résultats montrent que l'acide citrique est le retardateur de prise le plus compatible utilisé dans le cas du plâtre. Le polycarboxylate PC5 est mieux efficace que le SMF d'après les résultats.

IV. 3.2.2 Détermination du rapport (E/P) : (EN 13279-2)

Tableau IV. 15. Rapport E/P pour chaque dosage en SMF

% de SMF	0.1%	0.2%	0.4%	0.6%	0.8%	01%	1.5%
E/P	0.73	0.71	0.69	0.67	0.62	0.60	0.48

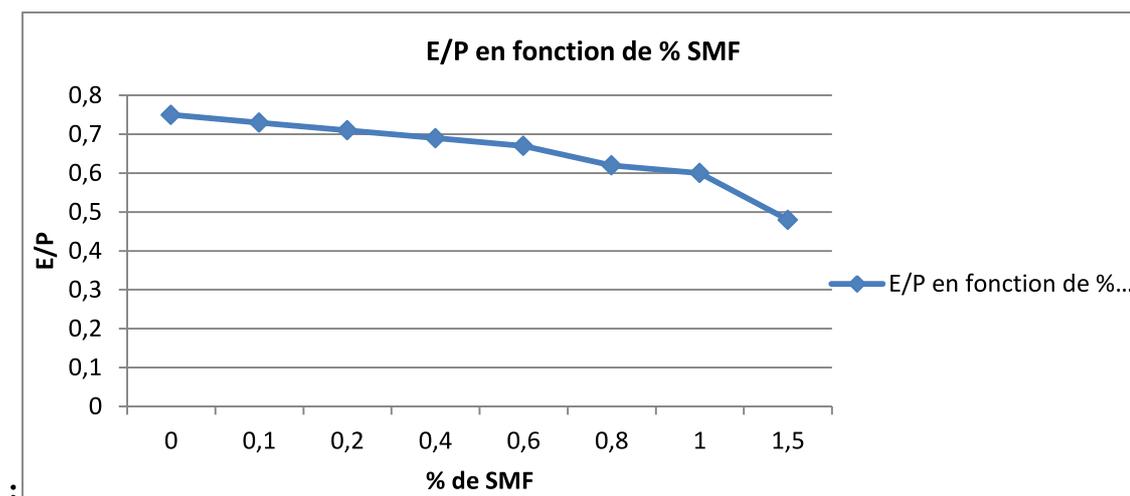


Figure IV.12 .Évaluation des E/P en fonction de SMF

- **Interprétation**

Le taux de gâchage (E/P), est une grandeur de première importance dont dépendent en particulier de la densité et la porosité du matériau final.

L'ajout de superplastifiants mélamine formaldéhyde sulfoné entraîne une diminution de taux de l'eau de gâchage.

Le rôle principal de SMF c'est l'augmentation de la mouillabilité et la maniabilité du mélange tout en permettant une bonne mise en œuvre et mise en place du plâtre. Ce qui permet une diminution de taux d'eau de gâchage.

SMF comprennent des polymères organiques à haut poids moléculaire contenant plusieurs groupes polaires qui les rendent soluble dans l'eau.

L'ajout de superplastifiant contribue à augmenter la fluidité des matériaux : il a rapporté que le superplastifiant adsorbé sur la surface du gypse et les particules font passer le potentiel zêta de positif à négatif. Cela conduit une répulsion électrostatique entre les particules ce qui évite la floculation et entraîne une dispersion rapide des grains de plâtre individuels. Cependant, l'augmentation de la fluidité et l'ouvrabilité de la pâte de gypse dépend de la concentration du superplastifiant. Petite quantité de SP dans le plâtre β -hémihydrate a peu d'effet sur sa consistance. Sur d'autre part, l'ajout d'un dosage plus élevé de l'adjuvant provoque une réduction élevée de la demande en eau du plâtre. Pour 0.8 % et 1% de SMF une quantité importante d'eau qui est diminué au arrivant à 1.5 % de SMF le E/P sera diminué jusqu'à 0.48 65 % d'eau c'est le maxi de qui peut réagir le SMF.

IV.3.2.3 Détermination des essais physiques

Tableau IV. 16.Résultats d’essais physiques sur le plâtre adjuvanté avec SMF

SMF (%)	Temps de prise (min)		Etalements (mm)	Expansion (mm)	MV Humide (g/l)
	Début	Fin			
0.1	07 :20	23 :00	175	0.16	1510.2
	07 :10	21 :00	185		
0.2	07 :10	20 :00	207	0.16	1566.1
	07 :50	20 :00	195		
0.4	06 :00	16 :30	180	0.19	1580.6
	07 :20	18 :05	220		
0.6	06 :00	18 :00	190	0.20	1601.8
	05 :00	16 :00	185		
0.8	05 :00	16 :04	190	0.21	1656.2
	05 :07	15 :02	185		
01	06 :00	14 :00	185	0.21	1660.6
	05 :00	15 :00	190		
01.5	05 :00	10 :00	190	0.28	1720.2
	05 :00	10 :00	200		

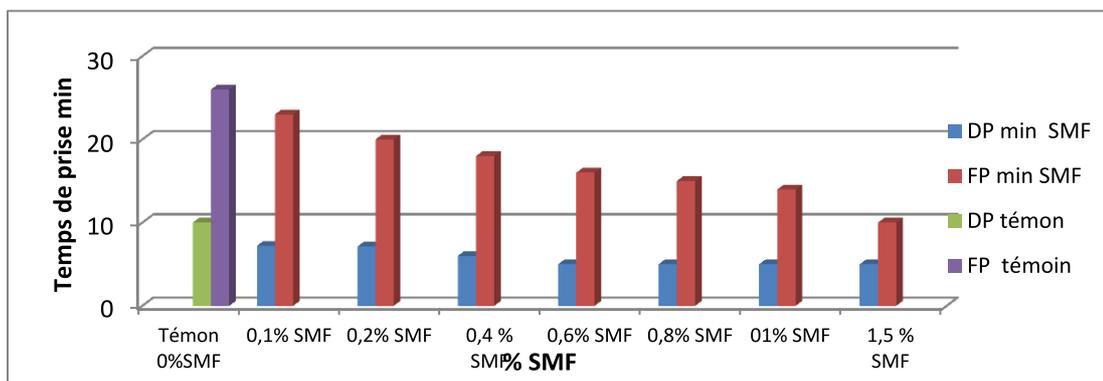


Figure IV.13.Temps de prise du plâtre adjuvanté avec SMF en fonction de différents pourcentage

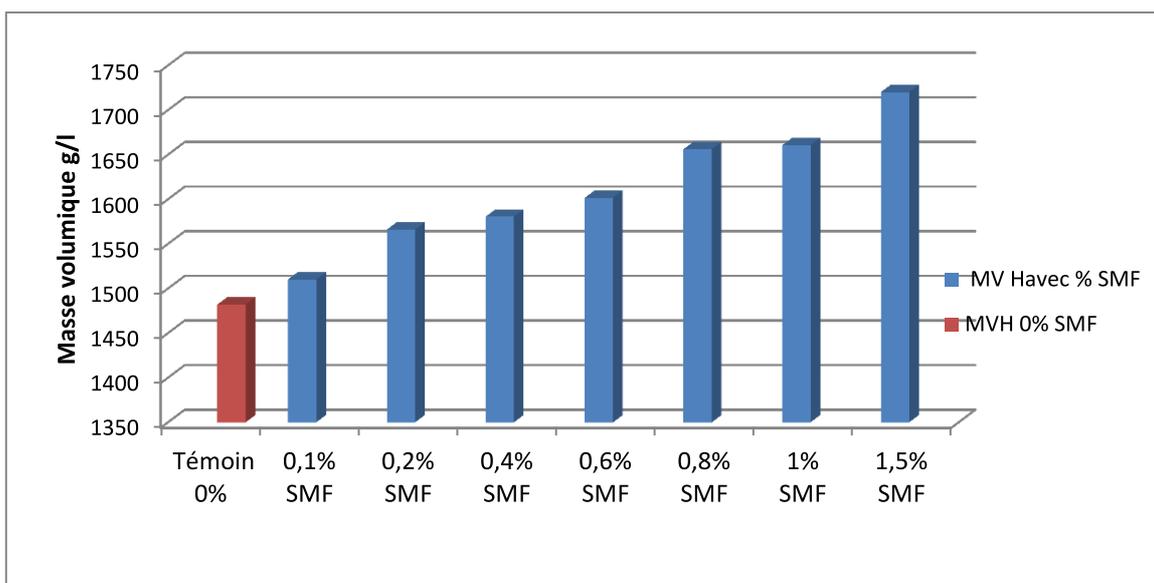


Figure IV.14. Masses volumiques humide du plâtre adjuvanté avec SMF en fonction de différents pourcentages

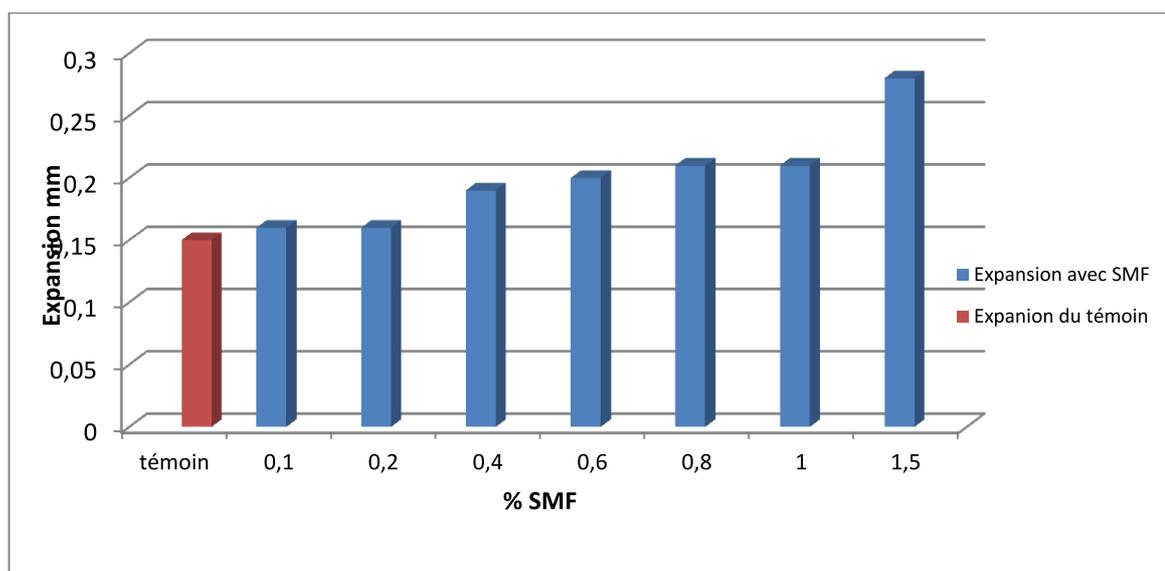


Figure IV.15. Présentation graphique d'expansions du plâtre adjuvanté avec SMF en différents pourcentages

• **Interprétation**

Les résultats dans le tableau nous montre que :

Le temps de prise du plâtre β -hémihydrate a diminué de 10 à 05 min avec l'augmentation de la teneur en superplastifiant de 0 à 1.5 % en poids. Cette réduction du temps de prise peut être attribuée à la modification du taux de cristallisation des cristaux de dihydrate qui est responsable de la prise du plâtre β -hémihydrate.

L'incorporation de superplastifiant en plus de diminuer la consistance et le temps de prise des mélanges ont également influencé

La masse volumique humide : La figure IV.14 montre la relation entre les masses volumiques de plâtre hydraté β -hémihydrate et la concentration de superplastifiant. Une augmentation de la masse volumique de tous compositions de mélange est observée par rapport au plâtre de référence plâtre extra fin de COLPA. Cependant, cet effet est encore plus prononcé sur le système avec 1.5 % de SMF, ce qui contribue à une amélioration de 20% de la masse volumique de ces composites.

On constate l'augmentation de volume (expansion) tout en augmentant le pourcentage de SMF à 1.5% arrive à la valeur de 0.28 qui peut s'explique par la vitesse augmenté de croissance des cristaux de CaSO_4 aussi la formation de $\text{Ca}(\text{OH})_2$.

IV.3.2.4.L'absorption

Tableau IV. 17. Résultats d'essais d'absorption sur le plâtre adjuvanté avec SMF

% SMF	Coefficients d'ab (%)	Porosités (%)
0.1	08.9	43.5
	09.3	44.1
Moyenne	9.1	43.38
0.2	11.0	42.4
	12.60	41.9
Moyenne	11.8	42.15
0.4	08.6	39.7
	08.6	40.0
Moyenne	8.6	39.85
0.6	09.3	38.1
	08.7	39.4
Moyenne	9	38.75
0.8	08.0	35.1
	07.6	34.8
Moyenne	7.8	34.95
01	08.2	35.2
	07.8	34.2
Moyenne	8	34.6
1.5	04.5	24.6
	05.1	25.1
Moyenne	4.8	24.85

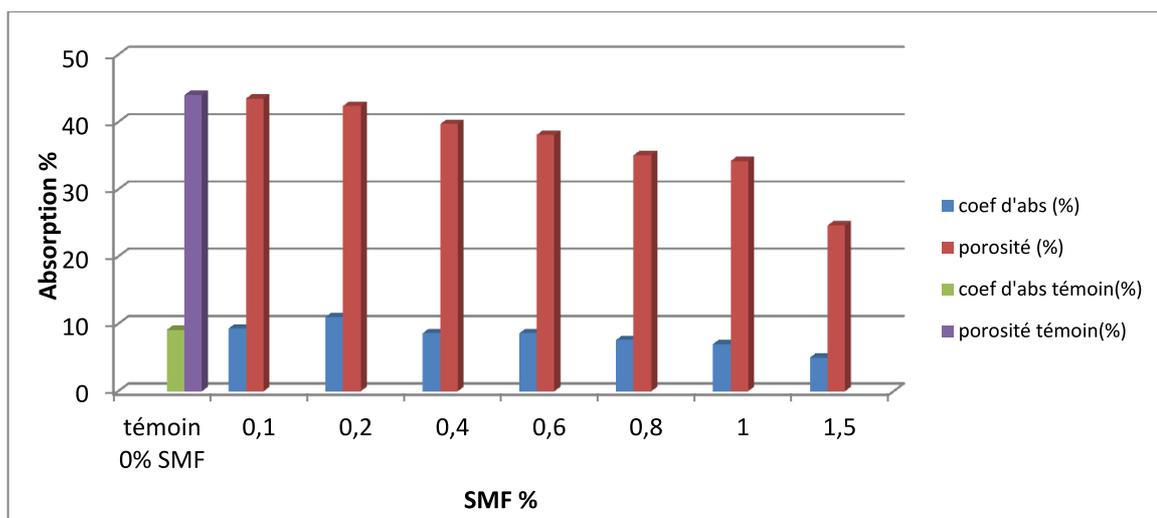


Figure IV.16. Présentation graphique d'absorption du plâtre adjuvanté avec SMF en différents pourcentages

• **Interprétation**

On constate que le taux de porosité est diminué à chaque fois qu'on augmente la taux de SMF ce qui peut s'explique par la diminution de consistance normale avec l'augmentation de % de SMF donc une quantité d'eau évaporé moindre , et le taux de porosité est diminué. Il atteint 24.85 % en le comparant avec le témoin d'extra fin de COLPA qui a une valeur de 44.3%.

IV.3.2.5 Les essais mécaniques

Tableau IV.18. Résistances mécaniques du plâtre adjuvanté avec SMF

% SMF	Nombres d'essais	Rf (MPa)	Rc (MPa)
0.1	01	1.90	9.50
	02	1.88	8.74
Moyenne		1.89	9.12
0.2	01	1.90	10.20
	02	1.90	10.28
Moyenne		1.90	10.24
0.4	01	1.96	10.36
	02	2.02	11.44
Moyenne		1.99	10.90
0.6	01	2.00	11.90
	02	2.00	11.30
Moyenne		2.00	11.60
0.8	01	2.30	12.50

	02	2.70	12.10
Moyenne		2.50	12.30
01	01	2.90	13.90
	02	2.60	13.50
Moyenne		2.75	13.7
1.5	01	3.10	18.95
	02	3.30	19.45
Moyenne		3.20	19.20

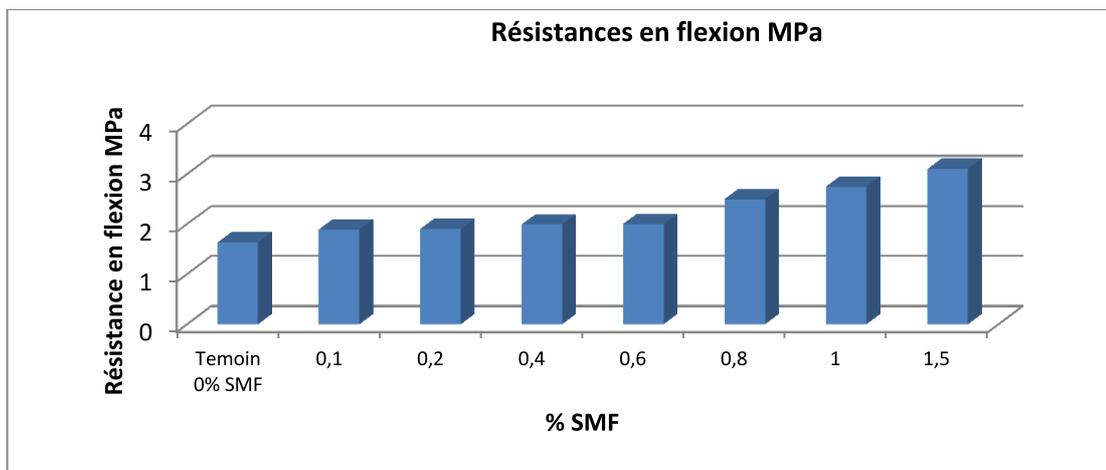


Figure IV.17. Présentation graphique des résistances mécaniques en flexion du plâtre adjuvanté avec SMF en différents pourcentages après 7 jours

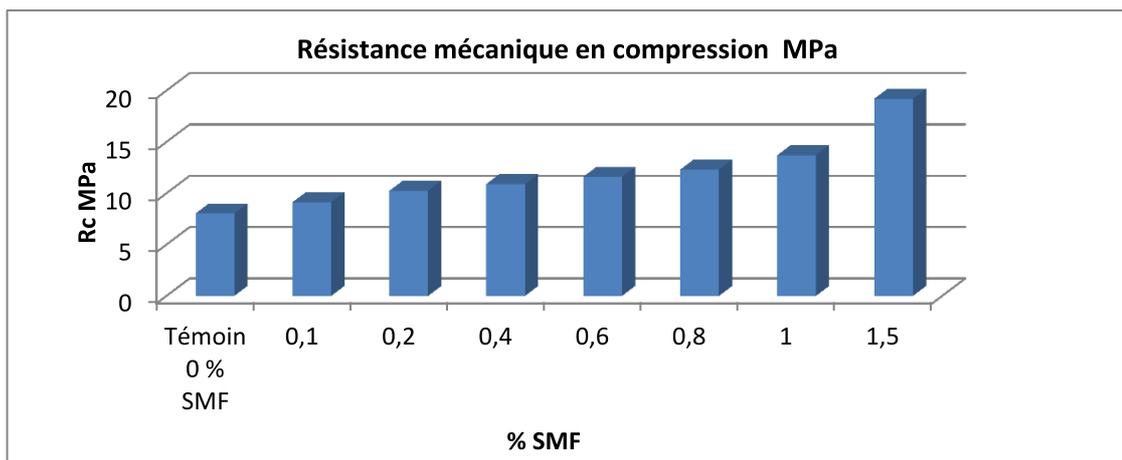


Figure IV.18. Présentation graphique des résistances mécaniques en compression du plâtre adjuvanté avec SMF en différents pourcentages après 7 jours

• **Interprétation**

A l'état sec le plâtre en flexion il représente un comportement linéaire avec rupture fragile. On constate que le développement des résistances mécaniques en flexion et en compression par rapport au témoin non adjuvanté sont importantes.

Les meilleures valeurs c'est au dosage de 1.5% de SMF, il confère au plâtre durcis des Résistances : $R_f = 3.2$ MPa et $R_c = 19.20$ MPa .donc on dit que le plâtre est vraiment amélioré par rapport au témoin dont les résistances sont : $R_c = 1.66$ MPa et $R_c = 8.03$ MPa .

L'augmentation des résistances mécaniques s'explique par la diminution de taux de gâchage par augmentation de dosage de SMF donc une diminution de porosité entraînant une augmentation des résistances.

IV.3.2.6 Résultats après ajout d'un retardateur de prise acide citrique

Tableau IV. 19. Résistances mécaniques le plâtre adjuvanté avec SMF et acide citrique

SMF (%)	AC (%)	Rf (MPa)	Rc (MPa)
0.1	0.090	1.63	8.63
		1.62	8.56
Moyenne		1.62	8.60
0.2	0.090	1.63	9.80
		1.65	10.00
Moyenne		1.64	9.90
0.4	0.092	1.68	9.89
		1.90	10.2
Moyenne		1.79	10.04
0.6	0.098	1.85	10.45
		1.85	10.45
Moyenne		1.85	10.45
0.8	0.100	2.00	12.03
		2.00	12.03
Moyenne		2.00	12.03
01	0.100	2.00	12.5
		2.1	12.5
Moyenne		2.05	12.5
1.5	0.200	2.10	17.80
		2.20	17.70
Moyenne		2.15	17.75

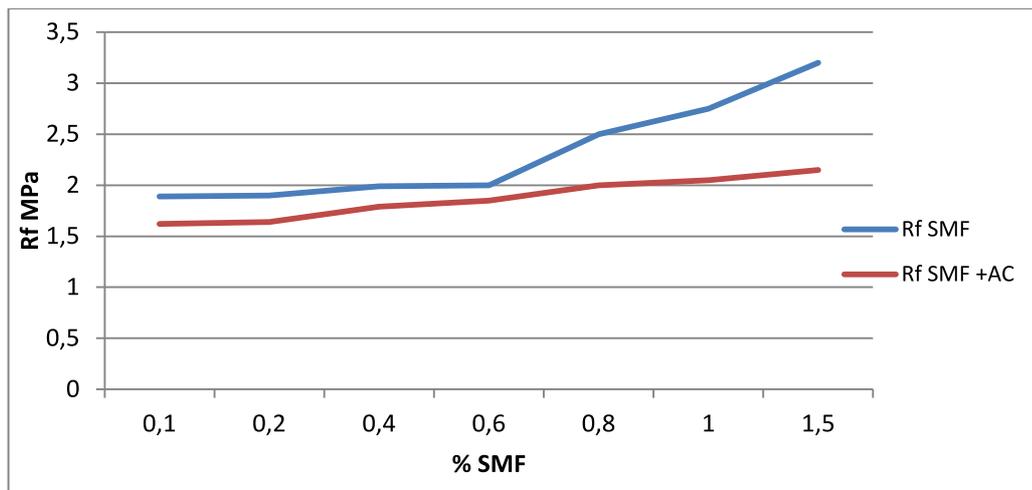


Figure IV .19. Influence de l'ajout de retardateur de prise (AC) sur les résistances mécaniques en flexion du plâtre avec adjuvant SMF

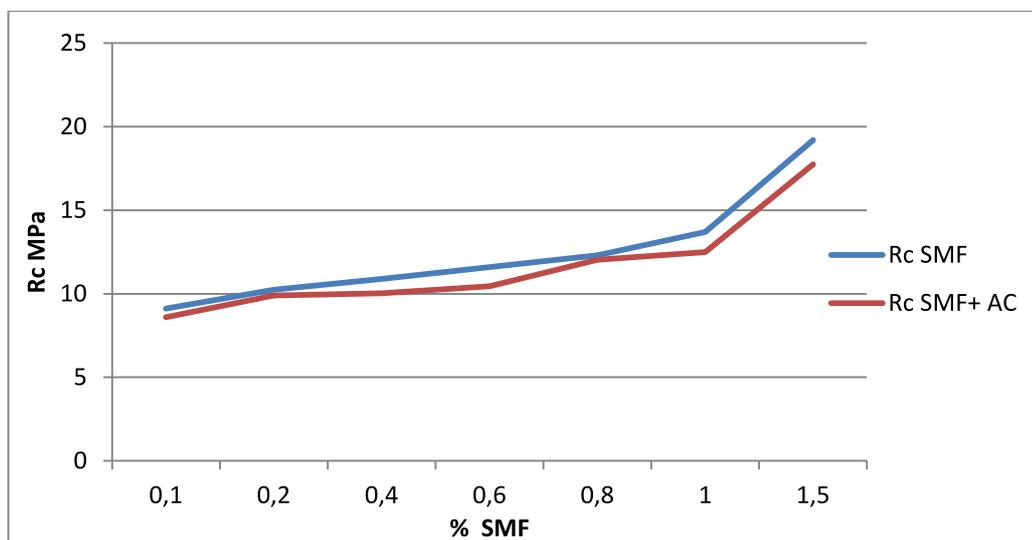


Figure IV.20. Influence de l'ajout de retardateur de prise (AC) sur les résistances mécaniques en compression du plâtre avec SMF

- **Interprétation**

L'ajout de retardateur de prise entraîne une diminution des résistances mécaniques en flexion et en compression : avec 1.5% de SMF la R c est de 19.20 MPa et Rf est de 3.20MPa après ajout 0.2 % d'acide citrique elles sont diminués à 17.75 MPa et 2.15 MPa

La diminution des résistances mécaniques s'explique ainsi : l'acide citrique agit quant à lui sur la cinétique d'hydratation du gypse (retardateur de prise) rallonge le temps de prise en agissant comme inhibiteur dans le processus de cristallisation des cristaux, et ceci, en ralentissant la nucléation (lors de la germination). Par conséquent, ceci va changer la morphologie de

crystallisation, avec une structure cristalline moins solide occasionnant ainsi une baisse considérable des propriétés mécaniques.

L'acide citrique est connu pour son pouvoir retardateur, que l'on attribue à deux phénomènes : le dépôt de citrate de calcium à la surface des grains de semihydrate, gênant la germination hétérogène, et l'adsorption sélective d'un complexe sur les cristaux de gypse en train de croître.

Conclusion 02 : dans le contexte de l'effet de superplastifiant (SMF) sur les propriétés de plâtre (β -hémihydrate) étudié dans le présent travail, les conclusions suivantes peuvent être tirées des résultats obtenus:

- L'ajout de superplastifiant au plâtre β extra fin de COLPA réduit sa consistance normale grâce à la dispersion ultérieure des particules du gypse dans l'eau de mélange.
- La formation d'une texture compacte et dense de cristaux dans la matrice de gypse modifiée est responsable de la transmission d'une force et une meilleure résistance mécanique (flexion et compression) à la matrice du plâtre adjuvanté que le plâtre de référence.
- Les substances gélatineuses formées par l'interaction chimique entre les molécules superplastifiant et les ions de calcium remplissent les pores de la matrice du plâtre et ainsi réduit la porosité et l'absorption d'eau d'un échantillon de plâtre modifié.
- L'amélioration des performances du plâtre suggère son application plus large dans le plâtrage, les panneaux résistants à l'eau, blocs, panneaux, etc. dans l'industrie céramique et dans la construction ainsi dans la médecine comme plâtre dentaire.

IV.3.3. Résultats d'essais après l'ajout de superplastifiant polycarboxylate PC5

IV.3.3.1 Détermination des rapports E/P (CN)

Tableau IV. 20. Rapports E/P pour le plâtre adjuvanté avec différents % PC5

PC (%)	0.1	0.2	0.4	0.6	0.8
E/P (%)	0.64	0.63	0.62	0.60	0.58

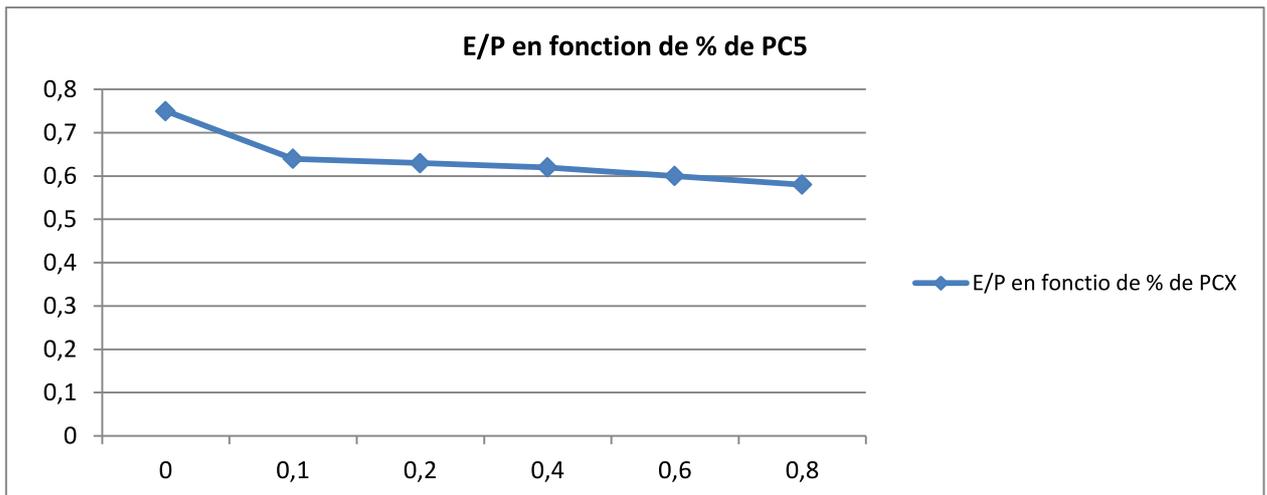


Figure IV.21. Présentation graphique des consistances normales (E/P) pour chaque pourcentage de PC5 ajouté au plâtre extra fin de COLPA

- **Interprétations**

Comme chaque superplastifiant additionné avec le plâtre entraîne une diminution de la consistance normale ; le polycarboxylate PC5 fait réduire E/P en le comparant au témoin E/P = 0,75. travail sur l'augmentant de la maniabilité du mélange.

En augmentant le dosage de PC5 dans le plâtre ; la consistance diminue comme montre la **figure IV.21**

L'ajout de PC5 contribue à augmenter la fluidité des matériaux : PC5 se sont des polymères anioniques et ramifiés obtenus par copolymérisation entre un acide carboxylique insaturé et un ester d'acide carboxylique et de méthacrylate-polyéthylène-glycol. Il réagit sur les particules du plâtre en s'adsorbant sur la surface des grains de plâtre. Une complexation avec les ions calcium est produite et une force répulsive électrostatique se forme en raison des charges identiques. Cette force provoque une dispersion des particules et empêche ainsi la formation d'amas des particules. Ce type de répulsion contribue à la dispersion au sein d'une suspension diluée. Le potentiel ζ fournit une évaluation des proportions électrostatiques et stériques de la dispersion des polycarboxylates. Ce qui offre une fluidité à la pâte du plâtre.

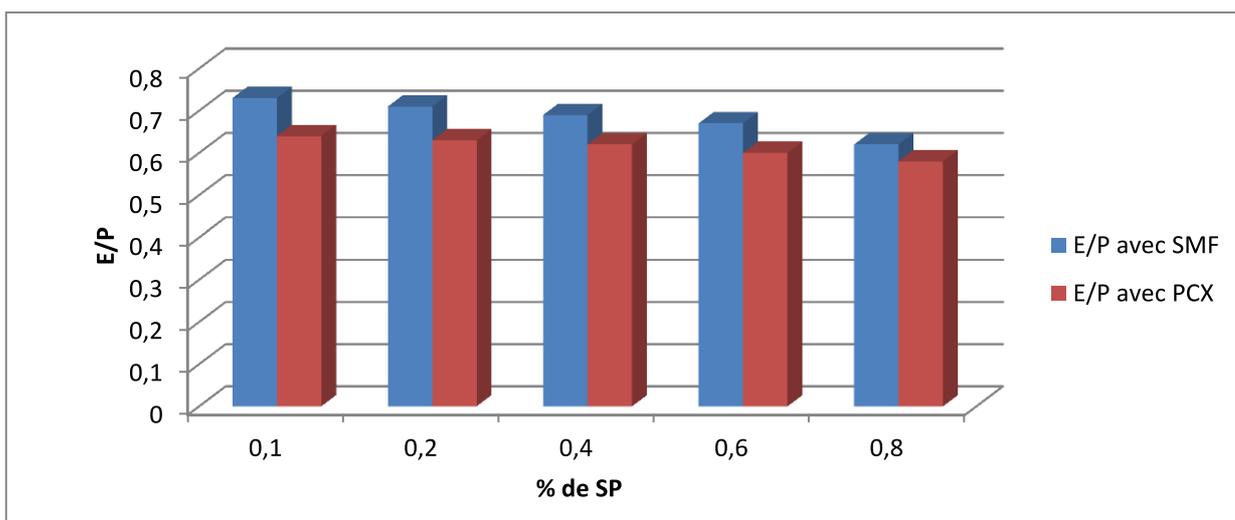


Figure IV.22. Présentation graphique de comparaison des consistances normales (E/P) avec SMF ET PC5 en utilisant les mêmes pourcentages dans plâtre extra fin de COLPA

• **Interprétations**

Comparent les dosages des SMF et PC5 avec les consistances correspondantes : pour SMF du 0.1 à 0.8 % de dosage sont inférieure à celles obtenues avec 0.1 à 0.8 % de PC5 ce qui explique l'efficacité de PC5 avec des faibles dosages. 0.8% de SMF donne une consistance de 0.58 par contre le SMF offre une consistance de 0.62.

IV.3.3.2 Déterminations des essais physiques

Tableau IV. 21. Résultats d'essais physiques sur le plâtre adjuvante avec différents % PC5

% de PC5	Temps de prise (min)		Étalements (mm)	MV humide (g/l)	Expansion (mm)
	DP	FP			
0.1	07 :20	23 :30	190	1599,3	0.17
	07 :20	25 :00	200		
0.2	11 :20	29 :00	190	1620,6	0.18
	10 :10	30 :00	195		
0.4	15 :00	37 :50	200	1664,6	0.20
	18 :00	39 :00	190		
0.6	26 :00	50 :10	185	1685,3	0.23
	27 :00	60 :10	190		
0.8	29 :00	01h	185	1690	0.25
	39 :00	01h30min	190		

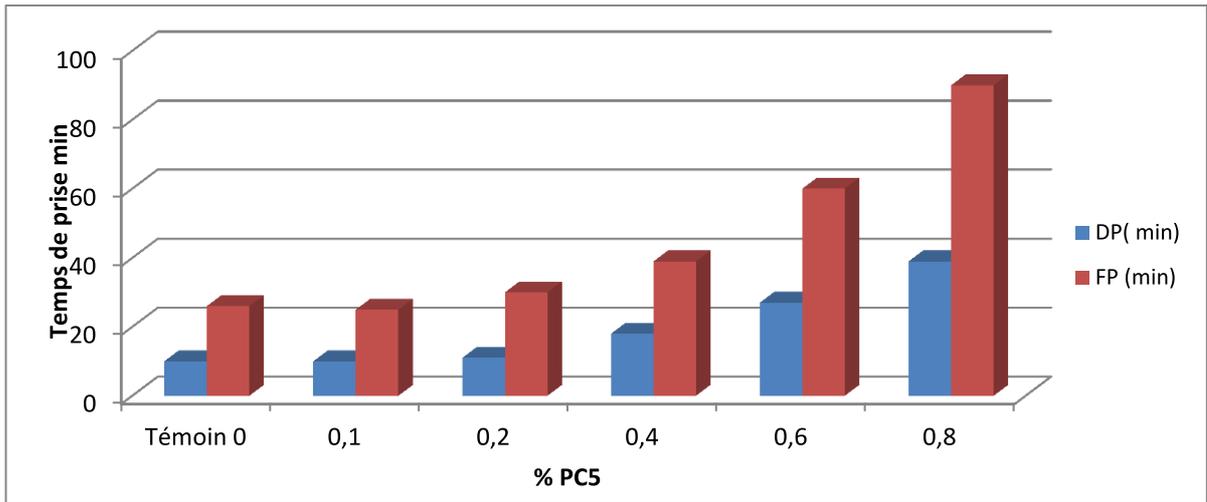


Figure IV.23. Influence de PC5 sur les temps de prise du plâtre extra fin

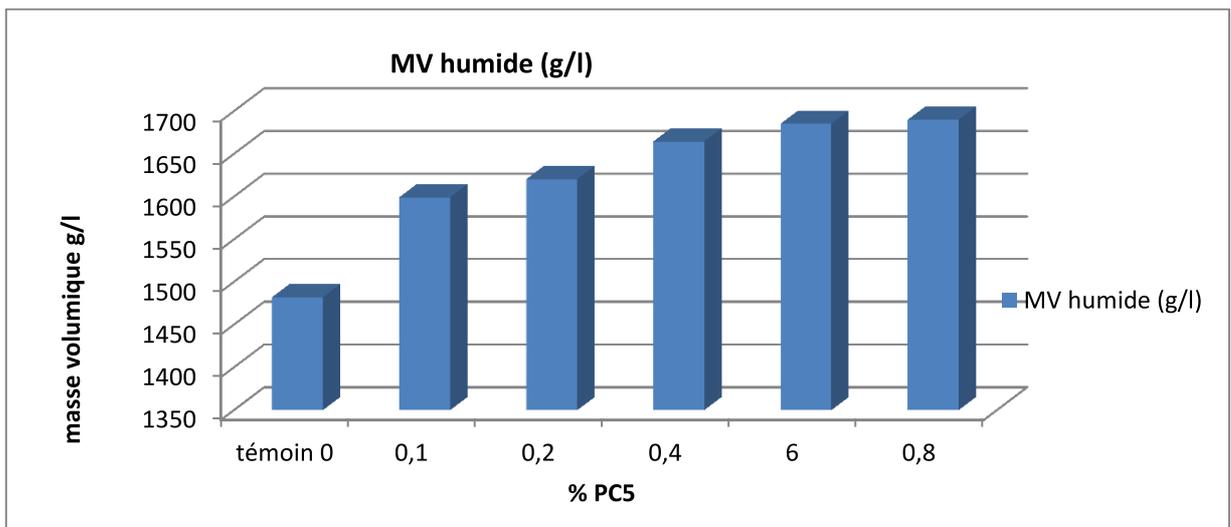


Figure IV.24. Influence de PC5 sur la MV humide du plâtre extra fin

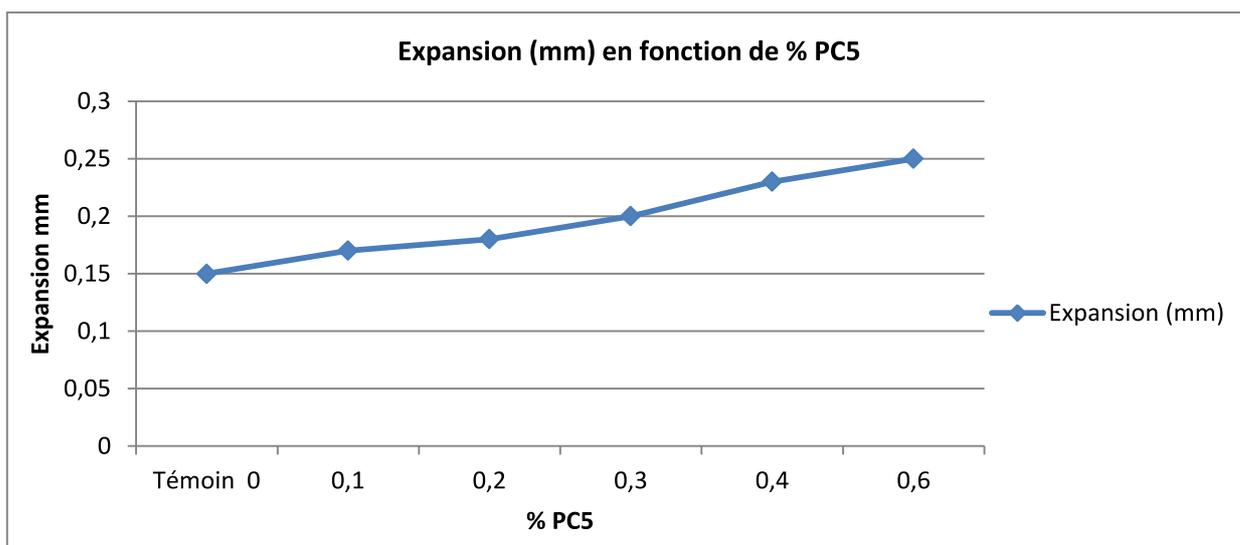


Figure IV.25. Présentation graphique de l'expansion pour plâtre extra fin adjuvanté avec PC5 de COLPA.

- **Interprétations**

En comparaison du témoin les temps de prise sont retardés donc un durcissement retardé à cause de l'adsorption des polycarboxylates qui provoque un élargissement de la couche de diffusion et/ou un déplacement de la surface de cisaillement ce qui explique le retardement de prise. On dit aussi que par le nouveau mécanisme d'action successif : le premier agit immédiatement et le second au fur et à mesure que la basicité du mélange augmente. Ce qui explique le prolongement de l'ouvrabilité sans effet retardateur.

L'étalement des galettes avec chaque dosage est réalisé donc il est dans la fourchette des exigences d'étalement du plâtre témoin.

La masse volumique augmente en fonction du dosage de PC5. Cependant elle arrive au maximum avec une augmentation de 25% par rapport à la masse volumique de témoin.

Une variation de volume (expansion) est remarquable après le durcissement atteint 0,25 mm pour un dosage de 0,8 % de PC5 comparé au témoin 0,15 mm.

IV.3.3.3 L'absorption

Tableau IV. 22. Résultats d'absorptions sur le plâtre adjuvanté durcis avec différents % PC5

% de PC5	Coefficient d'abs (%)	Taux de porosité (%)
0.1	3.0	37.1
	2.1	36.7
Moyenne	2.55	36.9
0.2	4.3	35.8
	3.2	35.6
Moyenne	3.7	35.7
0.4	4.3	34.9
	4.3	33.00
Moyenne	4.3	33.95
0.6	3.5	34.9
	3.9	33.2
Moyenne	3.7	34.05
0.8	2.4	33.2
	2.9	32.7
Moyenne	2.65	32.95

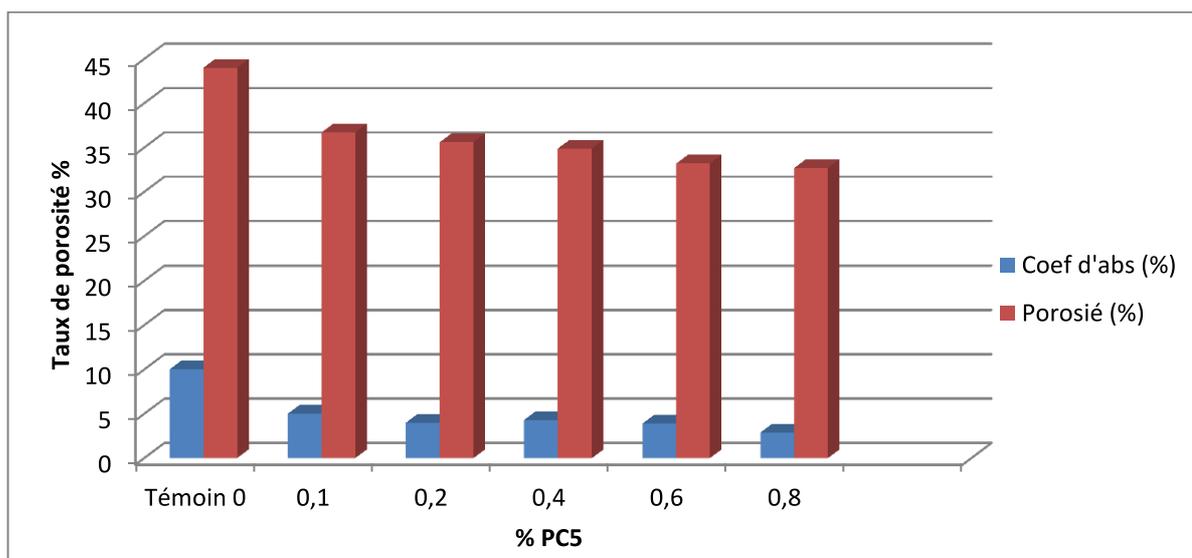


Figure IV.26. Influence l'ajout de PC5 sur l'absorption du plâtre extra fin durcis

- **Interprétations**

La porosité est diminuée par rapport au témoin ce qui est expliqué par la réduction de la consistance de chaque dosage en PC5.

L'eau évaporé à 0.8% de PC5 laisse une porosité de 33% diminution importante par rapport au témoin 44%.

IV.3.3.4 Détermination des essais mécaniques : résistance mécanique de rupture par flexion et par compression de plâtre extra fin de (COLPA) avec PC5

Tableaux IV.23 .Influence de l'ajout de PC5 sur les résistances mécaniques du plâtre extra fin

% de PC5	N° d'essais	Rf (MPa)	Rc(MPa) 07 jrs	Rc 28 jrs
0.1	01	02.09	8.12	10.88
	02	2.0	8.60	10.60
Moyenne		2.04	8.36	10.74
0.2	01	2.0	9.92	12.92
	02	2.0	9.80	12.00
Moyenne		2.0	9.86	12.46
0.4	01	1.90	10.68	13.01
	02	1.90	10.00	12.94
Moyenne		1.90	10.34	12.98
0.6	01	1.23	9.06	13.50
	02	1.60	8.69	11.20
Moyenne		1.41	8.88	12.35
0.8	01	1.70	8.27	11.23
	02	1.58	8.36	11.56
Moyenne		1.64	8.31	11.40

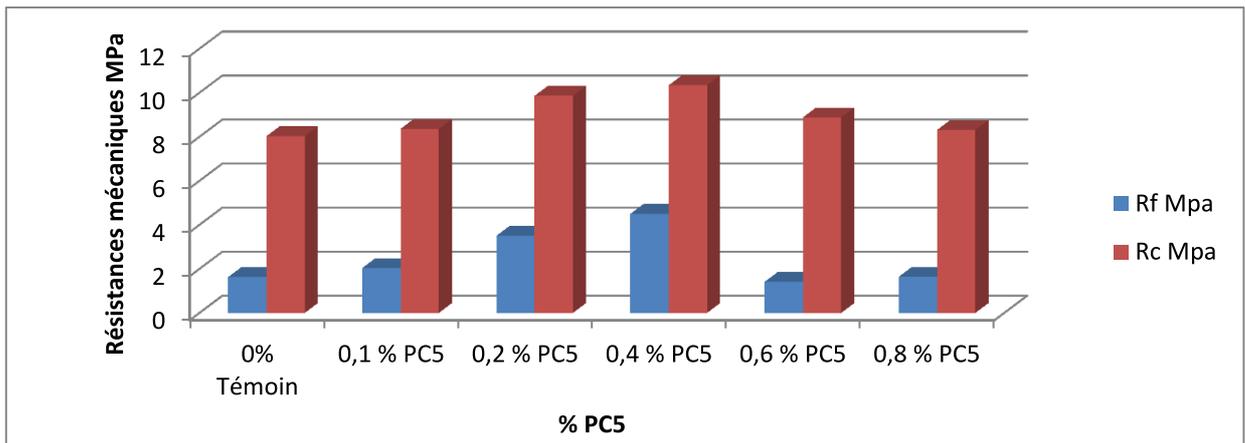


Figure IV.27. Influence de l'ajout de PC5 sur les résistances mécaniques du plâtre extra après 7 jours

- **Interprétation**

Le **Pentaflow PC 5** améliore l'ouvrabilité du gâchage et sa mise en œuvre en rendant la pâte du plâtre plus plastique et plus ouvrable, plus cohésifs et plus pompable.

Selon les résultats obtenus le PC5 fait réduire le rapport E/Pet il détermine une augmentation des résistances mécaniques aux différents degrés de durcissement. Avec le dosage de 0.1 % (une faible quantité ajoutée) les résistances mécaniques sont augmentées par rapport à celles du témoin, mais au fur et à mesure que le dosage de PC5 augmente les résistances à 7 jours sont faiblement améliorées. Par contre après 28 jours une légère augmentation apparaît.

Ce qui est expliqué par le retard de séchage du plâtre dans le temps ; le séchage d'une pâte de plâtre préparée en ajoutant des superplastifiants occasionne une cristallisation à l'extérieur du capillaire.

D'autre part l'utilisation des superplastifiants dans l'expérience menée dans cette partie montre que la cristallisation des ions dans les capillaires provoque la rupture des films d'eau responsables du transport de l'eau vers la surface où l'évaporation a lieu ce qui explique l'humidité des éprouvettes après 7 jours lors d'écrasement. La transposition de ce résultat en milieu poreux, se traduit par une rupture du réseau de films liquides au voisinage de la surface libre, et donc par une chute de la vitesse de séchage qui serait résultante de la cristallisation des ions de gypse au voisinage de la surface libre.

Remarque : l'ajout d'un accélérateur de prise APG avec différents dosages pour chaque pourcentage de PC5 ajouté au plâtre extra fin de COLPA n'influe pas sur les résistances

mécaniques du plâtre durcis ; donc nous donne les mêmes valeurs comme celui du plâtre avec l'ajout de PC5 seulement. Contrairement à l'ajout d'un retardateur de prise.

Conclusion 03 : dans cette partie onconclu que

La réduction du rapport E/C avec l'utilisation du PC5 ; réduit la porosité et la capillarité de l'aggloméré et elle permet d'obtenir donc du plâtre durcis ayant une meilleure imperméabilité outre qu'une surface extérieure meilleure et moins de retrait.

Aux différents dosages, le **Pentaflow PC 5** produit un effet retardé des temps de prise et il modifie la consistance du mélange d'humide à fluide ou superfluide malgré les bas rapports E/C.

Notre compréhension du rôle des propriétés d'interface sur la dynamique de cristallisation, nous a permis de comprendre l'impact d'ajout de polycarboxylate sur les résistances mécaniques à 7 jours. En augmentant la mouillabilité de la pâte du plâtre, mais en augmentant les résistances mécaniques dans différents degrés de durcissement (évaluation des résistances dans le temps).

L'ajout de polycarboxylate offre une opportunité au plâtre β d'élargir son domaine d'utilisation : dans le plâtrage, les panneaux résistants à l'eau, blocs, panneaux, etc. dans l'industrie céramique ; dans la construction ; comme plâtre de modelage (statuts, rosasses décoratifs etc..).

IV.4. Comparaisons entre les résultats du plâtre adjuvanté avec de SMF et le plâtre adjuvanté de PC5

IV. 4.1. Comparaisons entre les rapports E/P

Tableaux IV. 24. Comparaison d'E/P pour le plâtre avec SMF et avec PC5

Dosages (%)	E/P Témoin Plâtre extra fin COLPA (%)	E/P plâtre avec SMF (%)	E/P plâtre avec PC5 (%)
0	0.75	0.75	0.75
0.1		0.73	0.64
0.2		0.71	0.63
0.4		0.69	0.62
0.6		0.67	0.60
0.8		0.62	0.58
01		0.60	/
1.5		0.48	/

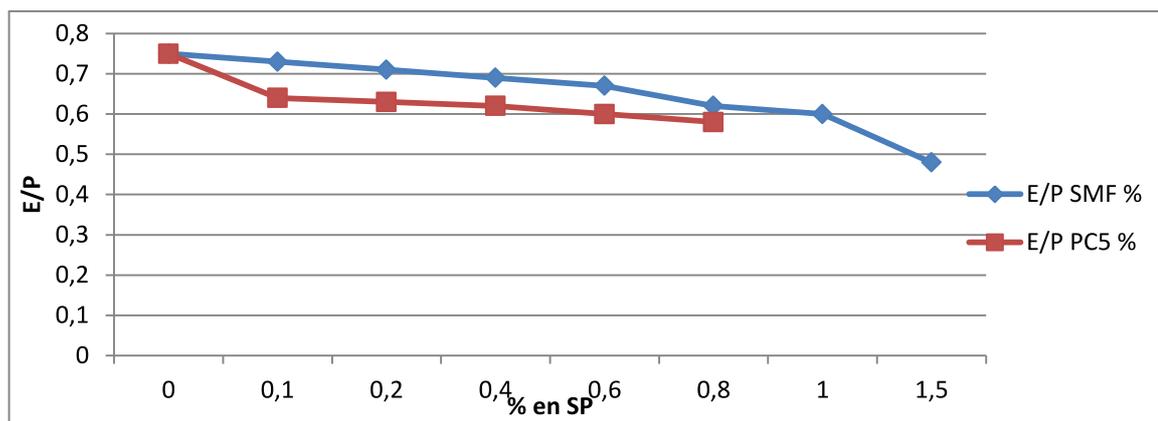


Figure IV.28. Présentation graphique d'E/P du plâtre extra fin adjuvanté avec SMF et PC5 de COLPA

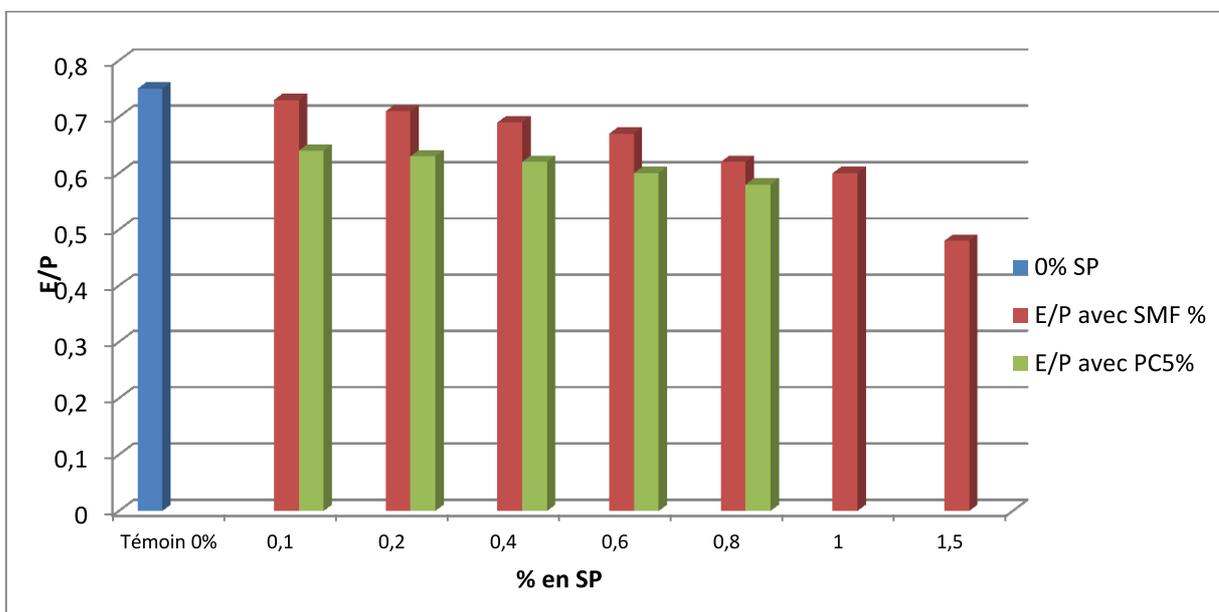


Figure IV.29. Rapport E/P du plâtre extra fin adjuvanté avec SMF et PC5 de COLPA en fonction du dosage en super plastifiants

IV. 4.2. Comparaisons des étalements

Tableaux IV. 25. Comparaison d'étalements pour la pate du plâtre avec SMF et avec PC5

Dosages (%)	Etal Témoin Plâtre extra fin COLPA(mm°)	Etal plâtre avec SMF (mm)	Etal plâtre avec PC5 (mm)
0	120-200	120-200	120-200
0.1		175-185	190-200
0.2		195-200	190-195
0.4		180-200	190-200
.6		185-190	185-190
0.8		190-200	185-190
1		195-200	/
1.5		190-200	/

- **Interprétation**

Les étalements des différents dosages avec SMF et PC5 sont dans la fourchette d'étalement du plâtre témoin (180-200) donc les différents dosages n'affecte pas l'étalement de la pate du plâtre, car la norme de détermination le rapport E/P pour chaque dosage est focalisé sur l'étalement après 15 secousses qui est comparé se dernier avec celui de témoin.

IV.4.Comparaison des masses volumiques humides

Tableaux IV.26. Comparaison des MV humide des pates du plâtre avec SMF et avec PC5

Dosage (%)	MV H Témoin Plâtre extra fin COLPA (g/l)	MV H plâtre avec SMF (g/l)	MV H plâtre avec PC5 (g/l)
0	1481.1	1481.1	1481.1
0.1		1510.2	1599.3
0.2		1566.1	1620.6
0.4		1580.6	1665.6
0.6		1601.8	1685.3
0.8		1656.2	1690.0
1		1660.6	/
1.5		1720.2	/

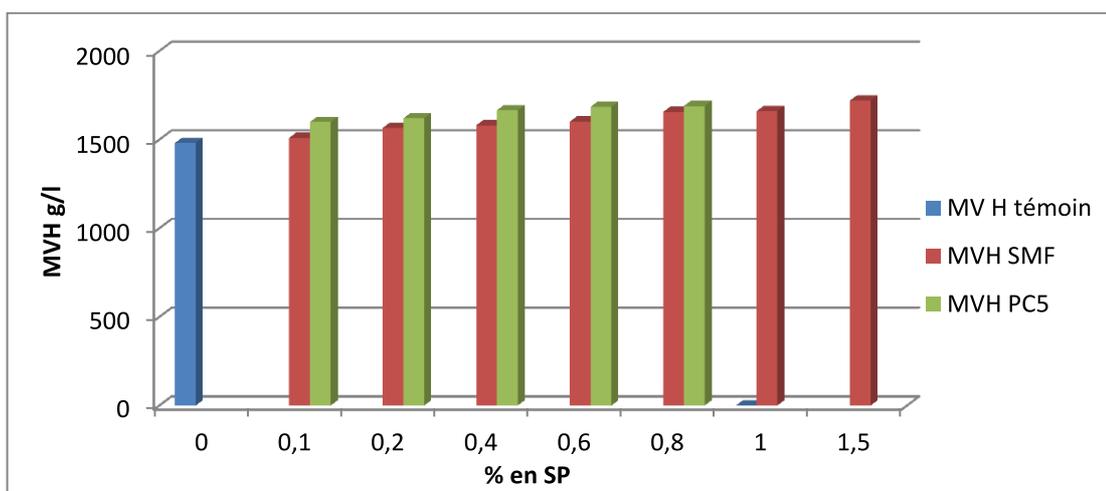


Figure IV.30. Présentation graphique des MV Humide du plâtre extra fin adjuvanté avec SMF et PC5 de COLPA

IV.4.4 .comparaisons des expansions

Tableaux IV. 27. Comparaison des expansions du plâtre durcis avec SMF et avec PC5

Dosage (%)	EXP Témoin Plâtre extra fin COLPA(mm)	EXP plâtre avec SMF (mm)	EXP plâtre avec PC5 (mm)
0	0.15	0.15	0.15
0.1		0.16	0.17
0.2		0.16	0.18
0.4		0.19	0.20
0.6		0.20	0.23
0.8		0.21	0.25
1		0.21	/
1.5		0.25	/

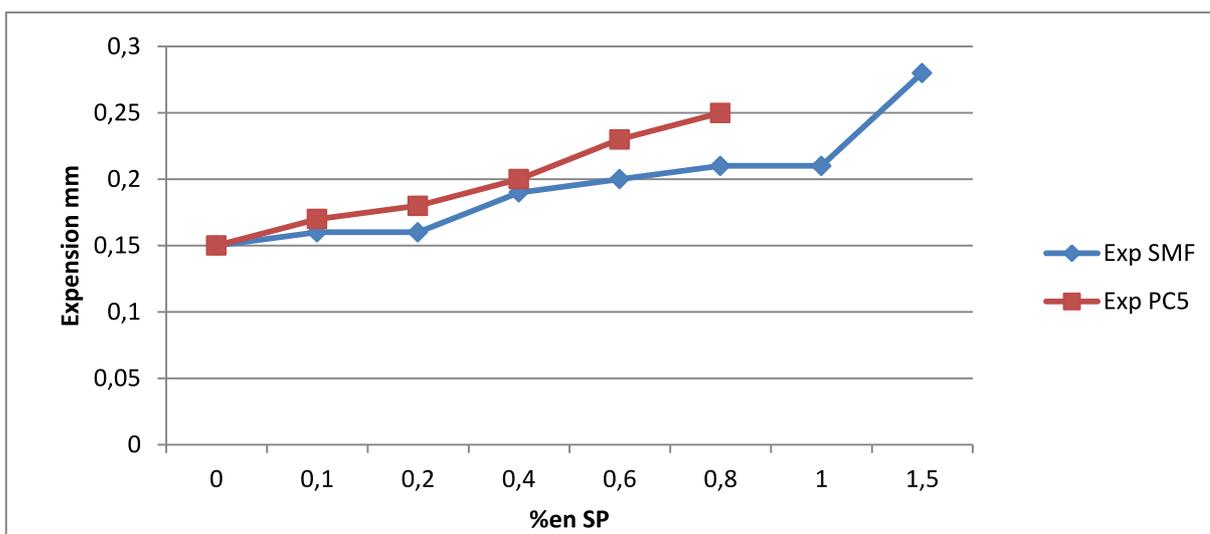


Figure IV.31. Présentation graphique des expansions du plâtre extra fin adjuvanté durcis avec SMF et PC5 de COLPA

IV.4.5 Comparaisons des porosités

Tableaux IV.28. comparaison des porosités des plâtres durcis avec SMF et avec PC5

Dosages (%)	P Témoin Plâtre extra fin COLPA(%)	P plâtre avec SMF (%)	P plâtre avec PC5 (%)
0	44.9	44.9	44.9
0.1		43.5	36.0
0.2		42.4	35.0
0.4		39.7	34.0
0.6		38.1	33.0
0.8		35.0	32.0
1		34.0	/
1.5		24.6	/

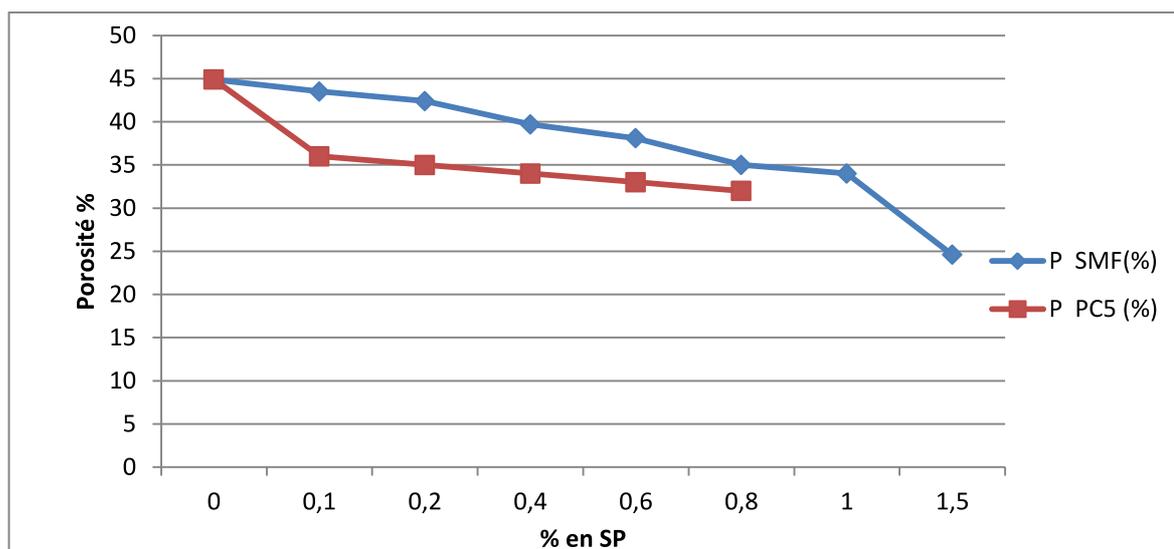


Figure IV.32. Présentation graphique des Porosités du plâtre extra fin adjuvanté durcis avec SMF et PC5 de COLPA

IV.4.6 comparaisons des temps de prise

Tableaux IV.29. Comparaison des temps de prise de plâtre avec SMF et avec PC5

Dosages (%)	TP Témoin Plâtre extra fin COLPA(mn)		TP plâtre avec SMF (mn)		TP plâtre avec PC5 (mn)	
	DP	FP	DP	FP	DP	FP
0	10	26	/		/	
0.1			7	23	7	25
0.2			7	20	11	30
0.4			6	16	15	39
0.6			5	16	26	60
0.8			5	14	39	90
1			5	14	/	
1.5			5	10	/	

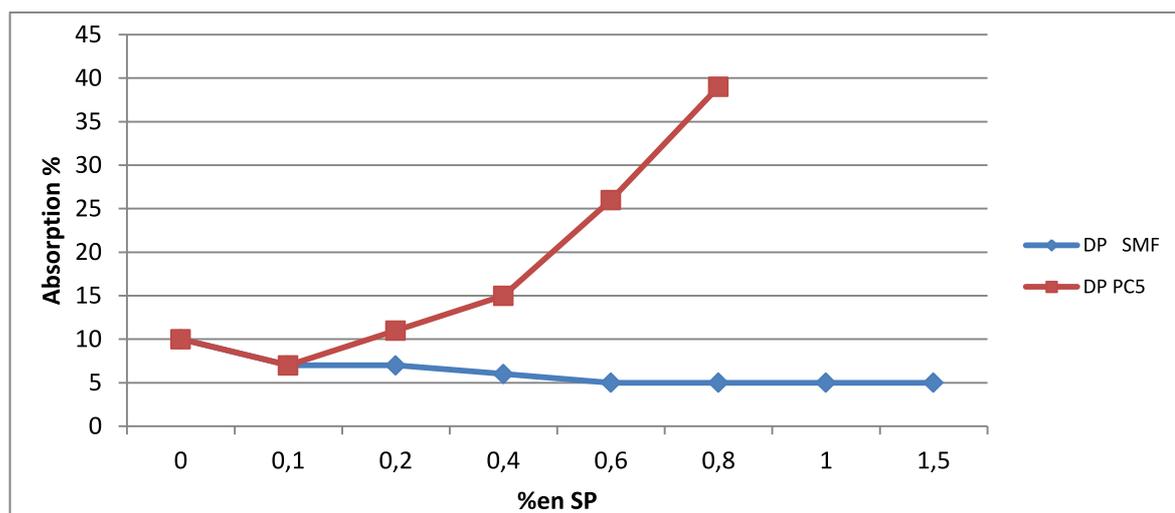


Figure IV.33. Comparaison des temps de prise du plâtre extra fin adjuvanté durcis avec SMF et PC5 de COLPA

IV.4.7 .Comparaisons des résistances mécaniques

Tableaux IV. 30. Comparaison des résistances mécaniques des plâtres durcis après 7 jours avec SMF et avec PC5

Dosages (%)	R Témoin Plâtre extra fin COLPA(MPa)		R plâtre avec SMF (MPa)		R plâtre avec PC5 (MPa)	
	Rf	Rc	Rf	Rc	Rf	Rc
0	1.63	8.03	1.63	8.03	1.63	8.03
0.1	/	/	1.89	9.12	2.4	8.36
0.2	/	/	1.90	10.40	2.0	9.86
0.4	/	/	1.99	10.90	1.9	10.34
0.6	/	/	2.00	11.60	1.6	8.88
0.8	/	/	2.50	12.30	1.64	8.31
1	/	/	2.75	13.7	/	/
1.5	/	/	3.20	19.20	/	/

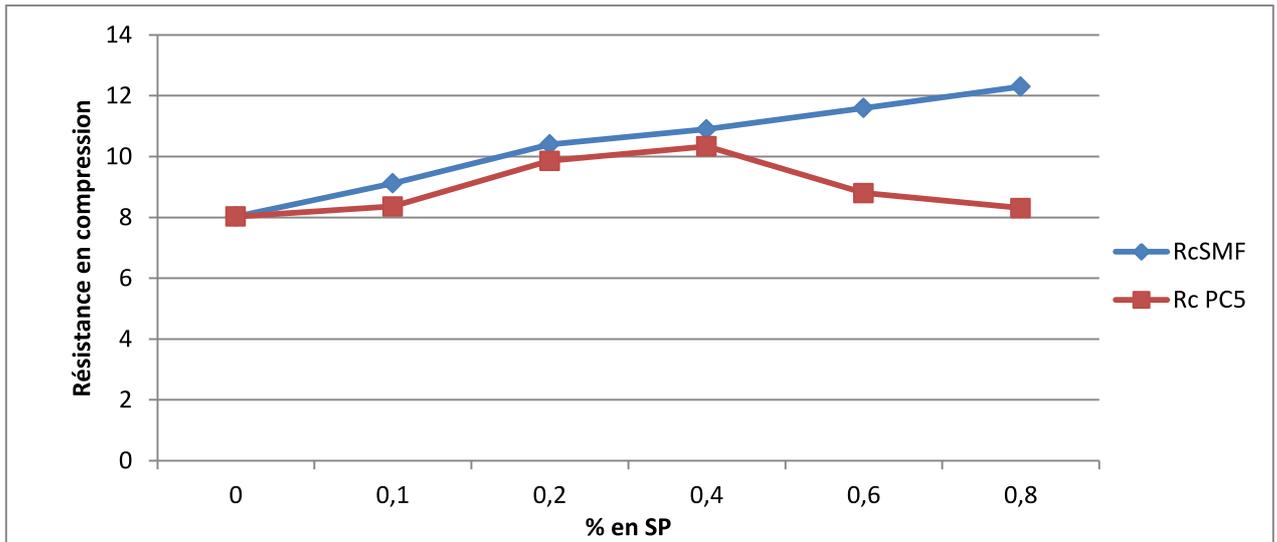


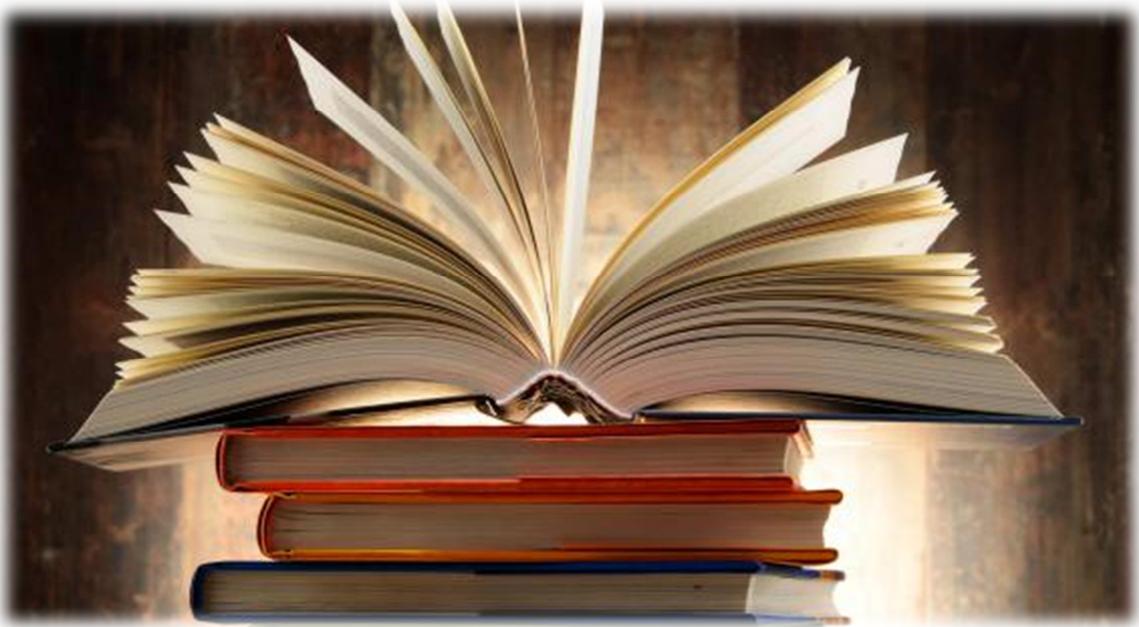
Figure IV.34. Comparaison des résistances mécaniques en compression du plâtre extra fin adjuvanté durcis avec SMF et PC5 de COLPA

- **Interprétation**

La comparaison entre les résultats d'analyses physiques et mécaniques des plâtres adjuvantés avec SMF et PC5 ; nous montre que l'ajout de PC5 offre des propriétés physiques meilleurs par rapport à celles obtenu avec l'ajout de SMF. Par contre les propriétés mécaniques (résistances en flexion et compression) l'ajout de SMF offre une amélioration importante à 7 jours, et cela est dû au fait que le polycarboxylate PC5 joue sur le retardement du séchage du plâtre donc il offre une augmentation des performances mécaniques dans le temps.

Conclusion

Générale



Conclusion générale

Conclusion générale

L'objectif principal de ce travail est d'améliorer les caractéristiques physico-mécanique et rhéologique du plâtre β et élargir son domaine d'utilisation.

Pour mener bien ce travail, un stage pratique effectué au niveau de l'unité de production du plâtre COLPA de Bouira, ou on s'est informé du processus d'extraction du gypse et de la chaîne de production du plâtre extra fin β qui a servi dans l'étude.

Cette étude, essentiellement expérimentale, reste focalisée sur l'effet de l'introduction d'adjuvants de type mélamine formaldéhyde sulfoné (SMF) et d'un polycarboxylate (PC5) avec différents pourcentages ; sur les propriétés physiques ; mécaniques et rhéologique des mélanges du plâtre.

Pour atteindre cet objectif, on a dans un premier temps dressé une présentation générale sur le plâtre de la matière première jusqu'au produit fini. De ce fait, le travail bibliographique a été complété par l'étude des superplastifiants et le mécanisme entre les liants minéraux classiques (plâtre, ciment).

Dans une deuxième partie, les matériaux entrant dans la composition des mélanges de plâtre et adjuvants étudiés ont été présentés, ainsi que le protocole expérimental suivi dans l'étude. Ces mélanges se composent de plâtre extra fin de COLPA ; d'eau, superplastifiant en différents dosages (0.1%, 0.2%, 0.4%, 0.8%, 1% et 1.5%) ; retardateur de prise (acide citrique) et un accélérateur de prise (APM). Plusieurs essais ont été effectués sur les pâtes de plâtre et sur les éprouvettes après durcissement.

La troisième partie a été consacrée aux résultats d'essais, à la lumière de tous les résultats obtenus les constatations et conclusions suivantes peuvent être tirées :

- ✓ Les essais sur le témoin montrent que le plâtre extra fin de COLPA présente des résistances mécaniques moyennement faibles avec des temps de prise qui varient entre 10 minutes à 26 minutes en fin de durcissement. Il présente une pureté élevée 87%.
- ✓ La diminution du rapport E/P montre qu'il influence sur la rhéologie (l'étalement) donc l'ouvrabilité de la pâte de plâtre sera diminuée faute de manque d'eau qui lui fait perdre son ouvrabilité. Il donne une diminution du taux de porosité donc une augmentation des résistances mécaniques.

Conclusion générale

- ✓ L'ajout de superplastifiant(SMF) au plâtre β extra fin de COLPA avec différents dosages (0.1%, 0.2%, 0.4%, 0.8% ,1% et 1.5%) ; réduit sa consistance normale grâce à la dispersion ultérieure des particules du gypse dans l'eau de mélange. Donc donne des meilleures résistances mécaniques (flexion et compression) à la matrice du plâtre adjuvanté que le plâtre de référence. La deuxième fonction de SMF est l'accélérateur de prise ; donc un ajout d'un retardateur est recommandé .Dans ce travail l'acide citrique est utilisé, mais il a un impact sur les résistances mécaniques du plâtre durcis.
- ✓ L'ajout de polycarboxylate PC5 qui fait réduire le rapport E/C mais il détermine une augmentation des résistances mécaniques aux différents degrés de durcissement. Ce qui est expliqué par le retard de séchage du plâtre dans le temps ; Aux différents dosages (0.1%, 0.2%, 0.4%, 0.8%), le **Pentaflow PC 5** produit un effet retardé des temps de prise et il modifie la consistance.

Ce que l'on conclut est que, l'amélioration des performances du plâtre soit avec l'ajout de SMF ou de PC5 lui suggère son application plus large dans le plâtrage, les panneaux résistants à l'eau, blocs, panneaux, etc. ; dans l'industrie céramique ainsi que dans le domaine médical comme plâtre dentaire.

Le plâtre a toujours été et sera un matériau d'avenir, il présente d'excellentes propriétés thermiques et acoustiques et il est recyclable à 100%. On recommande aux spécialistes et aux chercheurs de s'investir plus sur le développement du matériau plâtre.

Bibliographique



Bibliographie

- [1]. **Nissa, MelleAMITOUCHE.** *Contribution à l'étude des propriétés physicomécaniques.* Bejaia : Université Abderrahmane Mira-Bejaia, 2015-2016.
- [2]. **Seck, Mamadou Diaga.** *thèse de doctorat Compréhension des mecanismes de sechage dans les matériaux de construction Cas du plâtre.* Paris : Universite Paris-Est,, 14 Sep 2016.
- [3]. **Hanane, Melle DABOUZ.** *Master 2 Etude physico-mécanique du plâtre.* BOUMERDES : UNIVERSITE M'HAMED BOUGARA - BOUMERDES, 2015.
- [4]. **Pierre, Alexandre.** *Thèse de doctorat Rhéologie de suspensions concentrées de sulfate de calcium.* Rennes, : INSA de Rennes,, Nov 2013.
- [5]. **Moukhtar, Rachedi.** *Magister contributio à l'etude de la durabilité du mortier de platre à base de sable de dunes renforcé avec dis fibres de palmier.* Lagouat : U AT Laghouat, 2013.
- [6]. **GRANITEX, ERCE – CTC-Est -.** *JOURNEE D'INFORMATION« CIMENTS – BETONS – ADJUVANTS ».* 2004.
- [7]. **Meille, Sylvain.** *Thèse de doctorat Etude du comportement mecanique du platre pris enrelation avec sa microstructure.* Lyon : INSA de Lyon,, 2001.
- [8]. **Ja, Hamouda.** *Thèse de doctorat Caracterisation multi-echelles de materiaux poreux en evolution : cas du platre .* s.l. : Ecole Polytechnique X, 2006. Francais., 2007.
- [9] **Article Evaluation of prperties of gypsum plaster / super plasticizer blends of improved performance .**2015

Annexe 01.

Détermination des temps de prise et étalement:

I. Matériel :

- Anneau de SMIDTH
- Récipient pour gâchage
- Cuillère
- Règle
- Plaque de verre lisse et plane



Remarque :

- Les échantillons doivent être analysés à des températures ambiantes
- Le rapport E/P (rapport de la masse d'eau et la masse de plâtre) diffère selon le plâtre à analyser :
 1. Plâtre de moulage et plâtre extra fin : $E/P=0.75$: la masse du plâtre=200g et la masse d'eau =150g
 2. Plâtre céramique CER113 : $E/P=0.72$: la masse du plâtre=200g et la masse d'eau=144g
 3. Plâtre de Construction PGC : $E/P=0.75$: la masse du plâtre =200g et la masse de l'eau=150g
 4. Plâtre à projeter normal et léger PSPN313 et PSPL212, enduit de finition : $E/P= 0.60$: la masse du plâtre=200g et la masse de l'eau=120g

II. Mode opératoire

- 1- Peser la masse du plâtre ($m=200g$)
- 2- Peser la masse d'eau correspondante dans le récipient de gâchage

- 3- Démarrer le chronomètre et saupoudrer la masse du plâtre dans l'eau en 30 secondes maximum.
- 4- Une fois le chronomètre affiche 1min 30seconde, mélanger pendant 30 secondes à l'aide de la cuillère en formant des mouvements en 8.
- 5- Arrêter le mélange pendant 30 secondes et reprendre à nouveau le mélange pendant 30 secondes.
- 6- Remplir le moule (l'anneau de SMIDTH) reposant sur la plaque de verre et araser la surface.
- 7- Quand le chronomètre affiche 3min 15 s, lever l'anneau d'un mouvement franc.

III. Mesure de l'étalement

A l'aide de la règle, mesurer le diamètre de la galette ainsi formée suivant deux directions perpendiculaires. Retenir la moyenne arithmétique en mm



Galette du plâtre

IV. Mesure du début de prise couteau

A l'aide d'un couteau à lame d'épaisseur d'environ 2,30 mm et de hauteur d'environ 18 mm maximum, trancher la galette de façon rectiligne à intervalles de temps réguliers. La lame de couteau doit former un angle d'environ 30° avec la plaque. Les sillons doivent être espacés de 1 cm minimum.

Noter le temps auquel le sillon ne se referme plus sur toute sa longueur, c'est le début de prise.

V. Mesure de la fin de prise

1- Fin de prise avec aiguille Gillmore:

Poser l'aiguille Gillmore sur une zone plane de la surface de la galette et laisser l'aiguille appuyer de son propre poids.

Si l'aiguille laisse une empreinte sur la surface de la galette, la fin de prise n'est pas encore atteinte.

Si aucune empreinte n'est laissée sur la surface de la galette, la fin de prise est atteinte.

Remarque :

- Si l'aiguille laisse une légère empreinte qui n'évolue pas dans le temps sur la surface de la galette, on peut considérer la fin de prise comme étant atteinte.
- Il est recommandé de tester plusieurs endroits à la surface de la galette.
- Il faut nettoyer la tête de l'aiguille Gillmore après chaque essai.

Fin de prise à l'aide du shore A:

L'aiguille du Shore A est appliquée perpendiculairement sur la surface de la galette.

Si la dureté superficielle atteint 40 unités sur l'échelle du Shore A, la fin de prise est atteinte.

- Il est recommandé de tester plusieurs endroits à la surface de la galette.
- Il faut nettoyer la tête de l'aiguille Gillmore après chaque essai.



Fin de prise à l'aide GILLMORE



Fin de prise à l'aide de Shore A

Annexe 02.

I. Matériel:

- Une termobalance
- Une spatule
- Un tamis d'ouverture de maille de 800 μ m

II. PRODUITS :

Gypse:

Prélever une quantité représentative, la tamiser dans un tamis de 800 μ m et l'homogénéiser.

Plâtre :

Prélever un échantillon représentatif, procéder immédiatement à l'analyse thermobalance

Définissez les paramètres de la méthode en appuyant sur **paramètres de mesure principaux** :

- Plâtre : les paramètres à enregistrer sont les suivants :
 - Programme de séchage : Etapes
 - Etapes de séchage : 2 étapes :
 - ✓ Etape 01 : Température de séchage=50°C, mode d'arrêt : 35 minutes.
 - ✓ Etape 02 : Température de séchage=200°C, mode d'arrêt : 30 minutes.
 - Mode d'affichage : g
 - Poids initial : désactivé
- Gypse : les paramètres à enregistrer sont les suivants :
 - programme de séchage : Etapes
 - Etapes de séchage : 2 étapes :
 - ✓ Etape 01 : Température de séchage=50°C, mode d'arrêt : 35 minutes.
 - ✓ Etape 02 : Température de séchage=200°C, mode d'arrêt : 30 minutes.
 - Mode d'affichage : g
 - Poids initial : désactivé
 - ✓ **Récupération des résultats** :

A la fin de la dessiccation, afficher les résultats de la mesure réalisée, noter :

ANNEXE

- Le poids initial, soit M0
- Le poids sec de la première étape, soit M1
- Le poids sec à la fin de la dessiccation, soit M2

✓ Détermination des caractéristiques de l'échantillon

L'exploitation des résultats de la mesure permet de déterminer: l'humidité, l'AIII, l'eau combinée et la pureté du produit:

1- L'humidité :

C'est la quantité d'eau absorbée en surface. Dite eau d'humidité ou d'interposition, elle est partiellement éliminée à 50°C.

Sa formule est donnée par la relation :

$$\text{Si } M_0 < M_1 : \%H = 0$$

$$\text{Si } M_0 > M_1 : \%H = ((M_1 - M_0) / M_0) * 100$$

Tel que:

M0 est la masse initiale de l'échantillon introduite dans la thermobalance (g).

M1 est la masse pesée après chauffage à 50°C

1- L'eau combinée:

Partie intégrante du cristal, l'eau combinée, dite eau de cristallisation, est l'eau qui est en combinaison avec une substance cristallisée. Elle est éliminée dans la thermobalance par augmentation de la température de l'échantillon à 200°C.

Dans le cas de semi-hydrate, sa formule est donnée par la relation:

$$\%EC = ((M_1 - M_2) / M_1) * 100 + 0,3$$

Tel que:

M1 est la masse pesée après chauffage à 50°C (g).

M2 est la masse pesée après chauffage à 200°C (g).

2- L'AIII: L'anhydrite soluble.

L'AIII ou encore l'anhydrite III constitue la fraction du plâtre caractérisée par la formule chimique $\text{CaSO}_4, \varepsilon \text{H}_2\text{O}$, tel que $0,06 < \varepsilon < 0,11$. Paramètre particulièrement instable en présence de l'humidité, L'AIII se transforme à nouveau et très rapidement en semi hydrate.

Plus la valeur de l'AIII est importante, plus la durée de vie de plâtre produit est prolongée.

ANNEXE

La formule permettant la détermination du taux d'anhydrite III dans le produit fini est donnée par la relation :

$$\text{Si } M_0 > M_1 : \%A_{III} = 0$$

$$\text{Si } M_0 < M_1 : \%A_{III} = ((M_1 - M_0) / M_0) * 1511$$

Tel que:

M_0 est la masse initiale de l'échantillon introduite dans la thermobalance (g).

1- L'AIII: L'anhydrite soluble.

L'AIII ou encore l'anhydrite III constitue la fraction du plâtre caractérisée par la formule chimique $\text{CaSO}_4, \varepsilon \text{H}_2\text{O}$, tel que $0,06 < \varepsilon < 0,11$. Paramètre particulièrement instable en présence de l'humidité, L'AIII se transforme à nouveau et très rapidement en semi hydrate.

Plus la valeur de l'AIII est importante, plus la durée de vie de plâtre produit est prolongée.

La formule permettant la détermination du taux d'anhydrite III dans le produit fini est donnée par la relation :

$$\text{Si } M_0 > M_1 : \%A_{III} = 0$$

$$\text{Si } M_0 < M_1 : \%A_{III} = ((M_1 - M_0) / M_0) * 1511$$

Tel que:

M_0 est la masse initiale de l'échantillon introduite dans la thermobalance (g).

M_1 est la masse pesée après chauffage à 50°C (g).

1 est la masse pesée après chauffage à 50°C (g).

3-La pureté:

C'est la quantité de sulfate de calcium (CaSO_4) pur présente dans le semi-hydrate ($\text{CaSO}_4, \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$). C'est également la quantité du sulfate de calcium (CaSO_4) pur présente dans le gypse $\text{CaSO}_4, 2\text{H}_2\text{O}$.

Sa formule est donnée par :

- Dans le cas du semi-hydrate : $\% P = E_c * 145/9$

- Dans le cas du gypse: $\% P = E_c * 172/36$

Le tableau ci-dessous résume les valeurs de la spectre pour les différents paramètres:

produit	Humidité (%)	AIII (%)	Eau combinée (%)	Pureté (%)
Semi-hydrate	00	>5	5,2-5,99	83-96,5
gypse	<2	--	18-19,99	86-96

Annexe 03.

Détermination du rapport eau/plâtre

I. Méthode de la table à secousses

Détermination de la consistance par mesurage du diamètre d'une galette après étalement avec 15 secousse et un mesurage d'un diamètre d'un plâtre adjuvant après étalement de celle-ci jusqu'à un diamètre proche de celui du premier.

II. Appareillage

- a) Malaxeur, récipient de mélange et batteur (voir l'EN 196-1:2005) ;
- b) table à secousses et cône de Vicat (voir l'EN 459-2:2010, 6.8.2.1.2) ;
- c) spatule ;
- d) calibre, règle graduée ;
- e) chronomètre.

III. Mode opératoire

-Après préparation de mélange avec un E/P témoin .

-Placer le cône de Vicat au centre de la plaque en verre sur la table à secousses et le maintenir fermement en place d'une main. Verser la pâte à l'intérieur du cône, jusqu'à remplir le cône, légèrement en excès. Araser la surface à l'aide d'une spatule.

Au bout de 10 s à 15 s, retirer le cône verticalement. Décoller tout morceau de pâte adhérant au cône. Imprimer ensuite quinze secousses verticales à la table à secousses, à une vitesse constante d'un tour par seconde.

Mesurer à 1 mm près le diamètre de la galette ainsi obtenue, dans deux directions perpendiculaires entre elles. Le diamètre moyen de la galette de plâtre manuel on le prend comme référence.

Le même principe pour le plâtre adjuvanté.

En cas de différence entre la dimension obtenue et la spécification du produit, répéter l'essai depuis le début en utilisant des quantités d'eau plus importantes ou plus faibles. afin de déterminer le rapport E/P qui convient chaque dosage de sueprplastifiant.

