

République Algérienne Démocratique Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la recherche scientifique
Université M'Hamed Bougera de Boumerdès



Faculté des sciences-Département de chimie

Filière : science de la matière

Option : chimie des matériaux

Mémoire de projet de fin d'étude en vue de l'obtention du Diplôme de
master

Thème

**Elaboration d'un Eco-ciment pouzzolanique à base de vase de
barrage activée thermiquement et chimiquement.**

Réalisé par :

SAI Oussama

ZEGAOUI Islam

dirigé par :

M^{me} N.DJEBRA

Devant les jurys :

Mr D.KHEFFACHE

M^{me} B.DJEBBARI

M^{me} K.DEHAK

M^{me} N.DJEBRA

Président de Jury :

Examinatrice

Examinatrice

Promotrice

JUIN 2019

Remerciements

Nous formulons l'expression de notre profonde reconnaissance à

M^{me} N.Djebra notre promotrice, pour son aide si précieuse et ses conseils éclairés.

Nous remercierons également les membres du jury pour avoir accepté d'évaluer ce travail et pour toutes leurs remarques et critiques.

Nos remerciement vont également à nos familles et amis pour leur présence tout au long de notre parcours universitaire, leur soutien pendant la rédaction.

Nous remercierons aussi l'ensemble des membres du laboratoire CETIM.

Nous exprimons toute notre gratitude à tous les enseignants qui ont contribué, de loin ou de près à notre formation.

Dédicace

Merci {Allah} pour m'avoir donné de la force à accomplir ce travail.

Pour mes chers parents pour m'avoir toujours soutenu dans mes études.

À toutes les personnes qui contribuent de loin ou de près pour que ce travail
voie le jour.

Je remercie tous mes amis pour leur soutien.

Zegaoui Islam.

Dédicace

Merci Allah de m'avoir donné la force d'y croire, la patience d'aller jusqu'au bout de mes ambitions.

Je dédie ce modeste travail à mes chers parents qui ont fait beaucoup de sacrifices pour que j'arrive à ce stade de ma vie.

Aucune dédicace ne serait exprimée à leur juste valeur, mon profond respect et que dieu vous garde pour moi.

Je remercie mes amis pour leur aide, présence et encouragements.

A tous ceux qui, par un mot, m'ont donné la force de continuer

Sai. Oussama

Table de matières

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction générale 1

Chapitre I : Synthèse Bibliographique

I. Introduction	3
II. Les ciments	3
II.1.Clinker	3
II.2.Gypse	5
II.3. Les additifs	5
III. Classification des ciments courants	5
III.1. Classification selon leur composition	5
III.2.Classification selon leur résistance	6
IV. Procédés et techniques de fabrication du ciment	7
IV.1.Cuisson	7
IV.2. Broyage de clinker	8
V. Composition d'un ciment portland	8
V.1. Silicate tricalcique (C_3S)	8
V.2. Silicate bicalcique (C_2S)	8
V.3. Aluminate tricalcique (C_3A)	9
V.4. Alumino-ferrite tétracalcique (C_4AF)	9
VI. Hydratation du ciment Portland	9
VII. Ajouts cimentaires	10
VII.1.Bénéfices de l'utilisation des ajouts cimentaires	10
VII.1.1. Bénéfices fonctionnels	10
VII.1.2. Bénéfices économiques	10
VII.1.3. Bénéfices écologiques et environnementaux	11
VII.2. Principaux ajouts utilisés	11

VIII. La Pouzzolane	11
VIII.1. Activation pouzzolanique	12
VIII.2. Traitement thermique	12
VIII.3. Traitement chimique	13
VIII.3.1.Activation par les alcalins	13
VIII.3.2.Activation par les sulfates	14
VIII.4. Effet du dosage d’activateur sur l’activité pouzzolanique	14
VIII.5. Effet des activateurs chimiques sur la résistance mécanique	14
VIII.6. Réaction pouzzolanique	15
VIII.7. Produits de la réaction pouzzolanique	16
VIII.8. Facteurs influant sur la réaction pouzzolanique	17
VIII.9. Liants pouzzolaniques	17

Chapitre II : Envasement des barrages - Cas de barrage de Foum El Ghorza

I. Introduction	19
II. Généralité sur les sédiments	20
II.1. Introduction	20
II.2. Principaux types de sédiments	20
II.3. Composition des sédiments	21
III. Barrage de Foum El Ghorza	22
III.1. Introduction	22
III.2. L’envasement de barrage Foum El Ghorza	23
IV. Le dragage des barrages	24
IV.1. Les type de dragages	24
IV.2. Les techniques de dragage	24
IV.2.1. Les dragages mécaniques	25
IV.2.2.Les dragages hydrauliques	25
IV.3.3. Les dragages pneumatiques	25
V. Stockage des sédiments après le dragage	25
VI. Valorisation de la vase dans l’industrie du ciment	26

Chapitre III : Matériaux utilisés et méthodes d'essais

I. Introduction	27
II.1. Matériaux utilisés	27
II.1. La vase	27
II.1.1. Introduction	27
II.1.2. Activation chimique de la vase	28
II.1.3. Activation thermique de la vase	29
II.1.4. Caractéristiques physiques et chimiques de la vase	30
II. 1.4..1. Analyse chimique par fluorescence X	30
II.1.4.2. Analyse par diffraction des rayons X (DRX)	31
II.1.4.3. Analyses thermiques ATD/ATG	33
II.1.4.3.1. Analyse thermogravimétrique (ATG)	33
II.1.4.3.2. Analyse thermique différentielle (ATD)	34
II.1.5. Teneur en matière organique (MO)	35
II.1.6. Contrôle de la pouzzolanité (essai de chaux saturée)	36
II.2. Le Ciment	38
II.2.1. Définition	38
II.2.2. Observation du ciment au microscope optique	39
II.3. Sable normalisé	41
II.3.1. Définition	41
II.3.2. Analyse chimique du sable utilisé	42
II.3.3. Analyse granulométrique du sable utilisé	42
II.4. Eau de gâchage	44
II.4.1. Introduction	44
II.4.2. Caractéristiques de l'eau utilisée	44
III. Les essais sur matériaux anhydres	45
III.1. Détermination de la masse volumique	45
III.2. La finesse de mouture (surface spécifique de Blaine)	46
IV. Essai sur pâtes cimentaires	49
IV.1. La consistance normale	49
IV.2. Temps de prises	50
IV.3. Détermination de l'expansion	51

V. Essais sur mortiers	52
V.1.Préparation des éprouvettes (Norme EN 196-1)	52
V.2.Essai de résistance mécanique	54
V.2.1.La résistance à la flexion	54
V.2.2.Résistance à la compression	55
V.3.Retrait et gonflement	56

Chapitre IV : Résultats et interprétations

I. Introduction	59
II. Les essais sur matériaux anhydres	59
II.1. Pouzzolanité de la vase brute et calcinée	59
II.2. Analyse thermique ATG/ATD de la vase de barrage	61
II.3. Analyse par diffraction des rayons X (DRX)	62
III. Les essais sur la pâte cimentaire	64
III.1. Influence des ajouts sur la consistance (E/C) des pâtes cimentaires	64
III.2. Influence des ajouts sur le temps de prise	65
III.3. Influence des ajouts sur l'expansion des pâtes de ciment	67
IV. Les essais sur mortier	68
IV.1.Influence des pourcentages des ajouts sur la résistance mécanique	68
IV.2.Influence de la vase sur le retrait du mortier	72
V. Activation chimique de la vase brute	74
VI. Conclusion	77
Conclusion générale	78
Références bibliographiques	80

Liste des figures

Figure I.1 : Les minéraux observables au microscope optique d'un grain de clinker	4
Figure I.2. Diagramme d'hydratation du système CaO-Al ₂ O ₃ -SiO ₂ -H ₂ O	17
Figure II.1 Situation géographique du barrage de Foum-el-Ghorza	23
Figure II.2. Barrage de Foum El Ghorza	23
Figure III.1- Etat des sédiments tels prélevés dans la retenue	28
Figure III.2- Etat des sédiments après broyage	28
Figure III.3- Four utilisé durant la calcination de la vase	29
Figure III.4- Allure théorique de la courbe obtenue par ATG	33
Figure III.5- Courbe théorique type obtenue par ATD	34
Figure III.6- Essai de chaux saturée sur la vase brute et calcinée	37
Figure III.7- Broyeur à disque	38
Figure III.8- Broyeur à boulets	38
Figure III.9 - Microscope ZEISS AXIOSKOP.40	40
Figure III.10- Observation des différents constituants du ciment	40
Figure III.11 -Sable normalisé CEN	42
Figure III.12- Courbe granulométrique du sable normalisé	43
Figure III.13-(a)- Flasque Le Chatelier contenant du ciment	46
Figure III.13-(b)- Flasque Le Chatelier contenant les différentes vases	46
Figure III.14-(a)- Principe de fonctionnement de l'appareil Blaine	47
Figure.III.14-(b)- Appareil Blaine	47
Figure III.15- Appareil de Vicat muni de la sonde de consistance	50
Figure III.16 -Appareil de Vicat muni de l'aiguille amovible	51
Figure III.17- Essai de stabilité avec l'appareil Le Chatelier	52
Figure III.18- Malaxeur normalisé	53
Figure III.19- Table à chocs pour Prisme de moules	53
Figure III.20- Moule à 3 compartiments pour mortier 4 x 4 x 16 cm	53
Figure III.21- Principe de la flexion sur prisme	54
Figure III.22(a) -Appareil de flexion	55
Figure III.22(b) - Essai de flexion	55
Figure III.23(a)- Appareil de compression	56

Figure III.23(b) -Essai de compression	56
F Figure III.24 - Appareil de retrait et gonflement	58
Figure IV.1 résultats de l'essai de la chaux saturée	60
Figure IV.2 Analyses thermiques ATG / ATD de la vase	61
Figure IV.3. Diffractogramme RX de la VB	62
Figure. IV.4 -Diffractogramme RX de la VCA	62
Figure IV.5 -Diffractogramme RX de la VCE	63
Figure IV.6 - Evolution des consistances en fonction de variation des ajouts	65
Figure IV.7 -début de prise des pâtes cimentaires	66
Figure IV.8 - fin de prise des pâtes cimentaires	67
Figure IV.9 - Evolution de l'expansion des ciments	69
Figure IV.10 – Résistance à la compression des mortiers à 2j	70
Figure IV.11 -Résistance à la compression des mortiers à 7j	71
Figure IV.12 -Résistance à la compression des mortiers à 28j	72
Figure IV.13 -Evolution du Retrait du mortier en fonction du pourcentage des ajouts	74
Figure IV.14 -Résistance à la compression des mortiers à 2j	75
Figure IV.15 –Résistance à la compression des mortiers à 7j	75
Figure IV.16 -Résistance à la compression des mortiers à 28j	76

Liste des tableaux

Tableau I.1. Composition chimique du clinker	4
Tableau I.2. Composition minéralogique du clinker	4
Tableau 1.3 : Types de ciment et leur composition	6
Tableau I.4 : Classification des ciments selon leur résistance	7
Tableau III.1- Caractéristiques physiques de la vase	30
Tableau III.2- Composition chimique des trois vases	31
Tableau III.3- Classification des additifs selon l'activité pouzzolaniques	37
Tableau III.4- composition chimique du ciment	38
Tableau III.5 - Propriétés physiques du ciment	39
Tableau III.6 - Propriétés mécaniques du ciment	39
Tableau III.7- Composition minéralogique du ciment	41
Tableau III.8- Composition chimique du sable normalisé	42
Tableau III.9- Compositions granulométrique du sable normalisé	43
Tableau III.10- Propriétés physiques et chimiques du sable utilisé	44
Tableau III.11- Composition pondérales des différents mortiers	49
Tableau IV.1 : résultats du titrage des solutions de sédiment	59
Tableau IV.2 composition minéralogique de la vase	63
Tableau. IV.3- la variation de début et fin de prise en	65
Tableau. IV.4- Effet du taux d'ajouts sur l'expansion du ciment élaboré	67
Tableau IV.5- Valeurs du Retrait des mortiers composés	72

Introduction générale

Les sédiments sont des déchets naturels qui préoccupent l'environnement. Le mot sédiment est donné à tout matériau fin ayant subi un transport hydrique et une sédimentation. Toutefois, les sédiments sont très souvent de natures différentes au regard de la composition chimique et minéralogique, ce qui donne à chaque sédiment son propre potentiel de valorisation. Tous les matériaux considérés sédiments, portent donc le même nom mais sont loin d'être semblables. En effet, les sédiments présentent des compositions très variées et ce à cause de la diversité des bassins versants qui fournissent ses différents constituants [1].

Nombreux sont les chercheurs qui essaient de trouver la meilleure voie de leur valorisation. Plusieurs travaux ont été réalisés sur des sédiments de dragages fluviaux [2] et/ou marins [3]. Une grande partie de ces travaux optent pour la valorisation en techniques routières et d'autres tentent une valorisation des sédiments en tant que matériaux fillers dans la partie granulats des mortiers et bétons. Toutefois les travaux qui considèrent les sédiments traités en tant que matériaux à caractère pouzzolanique substituables partiellement au ciment sont très peu [4]. Certains sédiments traités ayant des propriétés pouzzolaniques peuvent alors être utilisés en tant qu'ajouts ou substitués au ciment.

Dans ce travail, nous avons étudié un sédiment (la vase) fluvial provenant du barrage de Foum El Ghorza, qui se trouve à l'est de l'Algérie (BISKRA). Notre choix est porté sur ce barrage pour son taux d'envasement annuel avoisinant le million de mètres cubes. L'objectif de cette étude est la valorisation de la vase de ce barrage en substituant le ciment par 10% ; 20% et 30% en masse par cette vase sous trois formes différentes : la vase brute (VB) ; la vase calcinée trempée à l'air (VCA) et la vase calcinée trempée à l'eau (VCE).

La voie de valorisation en matériaux cimentaires a été adoptée, suite à la caractérisation physico-chimique et minéralogique de la fraction solide de ces vases extraites du barrage de Foum El Ghorza. En effet, une analyse DRX effectuée sur le sédiment brut a révélé la présence de kaolinite dans la vase. C'est pourquoi, une activation thermique par calcination à 750°C de la vase de cette étude engendre la

transformation de la kaolinite en métakaolin, ce dernier est un matériau considéré pouzzolanique depuis 1963, et qui a connu une croissance d'utilisation suite aux avantages techniques qu'il apporte aux matériaux cimentaires [5].

Pour réaliser l'objectif de ce travail, nous avons alors étudié l'effet du pourcentage de substitution du ciment par de la vase, provenant du barrage de Foug El Ghorza, sur la consistance ainsi que sur les performances mécaniques des mortiers. La partie expérimentale de ce travail est réalisée au sein des laboratoires de **CETIM (Centre d'Etudes et Services Technologiques de l'Industrie des Matériaux de Construction)**.

Le manuscrit est structuré comme suit :

- Une introduction générale.
- Chapitre I, la synthèse bibliographique.
- Chapitre II, qui est consacré au problème d'envasement des barrages en particulier celui de Foug El Ghorza (Biskra).
- Chapitre III, où nous exposons les méthodes et matériaux utilisés dans ce travail.
- Dans le chapitre IV sont rassemblés les résultats expérimentaux et leur discussion.
- Une conclusion générale et les perspectives de ce travail.

Chapitre I:

Synthèse bibliographique

I. Introduction :

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

Historiquement, les ciments hydrauliques furent d'abord inventés par les Égyptiens puis améliorés par d'autres civilisations en utilisant de la chaux. Plus tard les Grecs, le renforcèrent avec des cendres pouzzolaniques ; usage repris par les Romains. Le ciment dit " ciment Portland " c'est le matériau de 20^{ème} siècle. En 1818, le français Louis Vicat montra qu'on pouvait artificiellement fabriquer une chaux hydraulique par un mélange convenable de calcaire et d'argile. Ce procédé avait l'avantage de permettre la fabrication du ciment à partir de matières plus communes. L'écossais Joseph Aspdin est le premier qui prit un brevet d'invention en 1824, sur la fabrication d'un liant à partir d'un mélange de chaux et d'argile qu'il appela '*ciment Portland*'. Le terme « Portland » vient du nom de la carrière d'où venaient les composants utilisés par Aspdin et est apparenté à la chaux hydraulique dont il constitue un perfectionnement considérable. En 1845, Johnson fixa les proportions et les températures convenables et marqua le début de l'industrie du ciment Portland que nous connaissons de nos jours.

II. Les ciments :

Les ciments sont constitués de :

II.1.Clinker

Le clinker est un mélange de silicates et d'aluminates de calcium résultant de la combinaison de la chaux, CaO, avec la silice, SiO₂, l'alumine, Al₂O₃, et l'oxyde de fer Fe₂O₃[6]. On peut dire que le clinker est un produit minéral constitué de quatre phases principales (C₃S, C₂S, C₃A et C₄AF) et quelques composés mineurs (figure I.1).

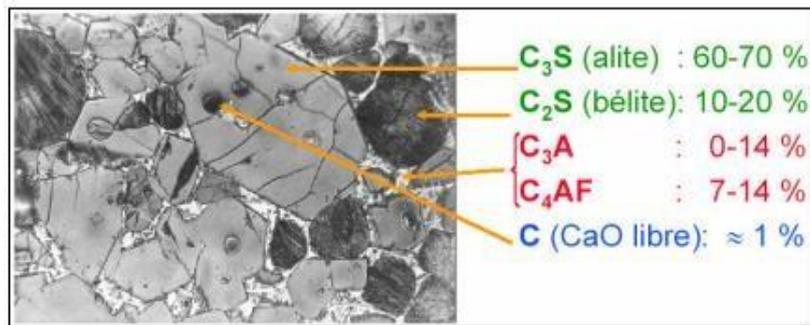


Figure I.1 : Les minéraux observables au microscope optique d'un grain de clinker [7]

Les compositions chimique et minéralogique du clinker sont comprises dans les limites données par les tableaux suivants :

Oxydes constitutifs	Teneur limites (%)	Sources (matière première)
CaO	60 à 69	Calcaire
SiO ₂	18 à 2	
Al ₂ O ₃	4 à 8	Argile
Fe ₂ O ₃	1 à 8	
MgO	0 à 5	Calcaire et argile
Alcali (K ₂ O et Na ₂ O)	0 à 2	
SO ₃	0 à 3	

Tableau I.1. Composition chimique du clinker

Notation symbolique	Nom	Formule chimique	% en poids
C_3S	Silicate tricalcique (Alite)	$3CaO.SiO_2$	50 à 70
C_2S	Silicate bicalcique (Bélite)	$2CaO.SiO_2$	10 à 30
C_3A	Aluminate tricalcique (Célite)	$3CaO.Al_2O_3$	2 à 15
C_4AF	Alumino-ferrite tétracalcique (Célite II)	$4CaO.Al_2O_3.Fe_2O_3$	5 à 15

Tableau I.2. Composition minéralogique du clinker

II.2.Gypse :

Le clinker « pur » très fin est caractérisé par de courts délais de prise, ce qui le rend pratiquement inutilisable. Ce fait est surtout dû à la Céliste (C₃A) qui s'hydrate rapidement. Il s'ensuit que pour ralentir la prise du ciment, il faut lier les hydroaluminates de calcium à d'autres composés. Ce rôle peut bien être joué par le gypse qui réagit énergiquement avec l'hydroaluminate tricalcique et produit un sel insoluble l'hydrosulfoaluminate de calcium ($3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{CaSO}_4 \cdot 31\text{H}_2\text{O}$).

II.3.Les additifs :

On les ajoute éventuellement afin d'améliorer certaines propriétés. Les additifs ne doivent pas présenter des actions nocives sur les propriétés des ciments mais ils peuvent, suivant les cas, modifier certaines de leurs caractéristiques. Il peut s'agir d'agents de mouture, fréquemment employés, qui sont des sels organiques solubles utilisés à des doses extrêmement faibles. Il peut s'agir également de sels solubles, tels certains adjuvants pour mortier, béton ou coulis. La proportion d'additifs doit toujours rester très faible, le pourcentage admis ne doit pas dépasser 0.5% de la masse totale, valeur dans laquelle se trouve comprise la proportion d'agent de mouture, et ceci pour tous les ciments à l'exception des CEM III/A ou B et des CEM III/C, pour lesquelles la proportion de sels chlorés (NaCl) est autorisée jusqu'à 1% [8].

III. Classification des ciments courants :**III.1.1.Classification selon leur composition :**

Les ciments courants sont divisés en cinq types principaux : Ciment Portland (CEM I) ; Ciment Portland composé (CEM II/A ou B) ; Ciment de haut fourneau (CEM III/A, B ou C) ; Ciment de type pouzzolanique (CEM IV /A ou B) et le Ciment au laitier et aux cendres (CEM V/A ou B).

On distingue plusieurs ciments appartenant au même type principal grâce à l'association des lettres suivantes : A, B ou C pour le clinker (selon la proportion), S pour le laitier de haut fourneau, D pour la fumée de silice, P pour la pouzzolane naturelle, Q pour la pouzzolane naturelle calcinée, V pour les cendres volantes

siliceuses, W pour les cendres volantes calciques, L ou LL pour le calcaire suivant la teneur totale en carbone. Le tableau I.3 regroupe les différents types de ciments normalisés ainsi que leurs compositions :

Désignation	Types de ciment	Clinker %	Ajouts et Teneurs en %	Matière secondaire
CEM I	Ciment portland	95 %	/	0 à 5%
CEM II /A	Ciment portland composé	80 à 94 %	L'un des Ajouts - 6 à 20 %	
CEM II /B		65 à 79 %	- 21 à 35 %	
CEM III/A	Ciment de haut fourneau	35 à 64 %	- 35 à 65 %	
CEM III/B		20 à 34 %	Laitier - 66 à 80 %	
CEM III/C		5 à 19 %	-81 à 95 %	
CEM IV/A	Ciment pouzzolanique	65 à 90 %	Pouzzolane - 10 à 35 %	
CEM IV/B		45 à 64 %	endre ou fumée silice -36 à 55 %	
CEM V/ A	Ciment au laitier et aux cendres	40 à 64 %	laitier - 18 à 30 %	
CEM V/ B		20 à 39 %	et endre - 31 à 50 %	

Tableau 1.3 : Types de ciment et leur composition selon NF EN 197-1 [1].

III.2. Classification selon leur résistance :

Trois classes de ciments sont définies en fonction de la résistance normale à 28 jours de leur durcissement. Des sous classes “R” sont associées à ces trois classes principales pour désigner des ciments dont les résistances au jeune âge (à 2 jours de durcissement) sont élevées. Ces classes sont notées, classe 32,5 ; classe 42,5 et classe 52,5. Elles doivent respecter les spécifications et les valeurs garanties selon le tableau

I-4. Les valeurs entre parenthèses sont les valeurs garanties lorsqu'elles peuvent être inférieures aux valeurs spécifiées [9].

Classe de résistance	Résistance à la compression (MPa)	
	2 jours Limite inf	28 jours Limite inf
32.5N (Normale)	-	≥ 32.5
32.5R (Rapide)	≥ 13.5	≥ 32.5
42.5N	≥ 12.5	≥ 42.5
42.5R	≥ 20	≥ 42.5
52.5N	≥ 20	≥ 52.5
52.5R	≥ 30	≥ 52.5

Tableau I.4 : Classification des ciments selon leur résistance [9].

IV. Procédés et techniques de fabrication du ciment :

La fabrication du ciment est un procédé complexe qui exige un savoir-faire, une maîtrise des outils et des techniques de production, des contrôles rigoureux et continus de la qualité [10]. Les différents procédés de fabrication sont les suivants :

Fabrication par voie sèche ; fabrication par voie semi-sèche ; fabrication par voie semi-humide et la fabrication par voie humide.

IV.1.Cuisson :

La cuisson se fait à une température voisine de 1450°C. Sous l'action des hautes températures (1450°C), les matières premières (argile, calcaire) se décomposent comme suit :

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

IV.2. Broyage de clinker :

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

V. Composition d'un ciment portland :

Les ciments Portland sont normalement constitués à 95% de leur masse de quatre composants principaux qui sont :

V.1. Silicate tricalcique (C_3S) :

Cette phase constitue le composé principal du ciment (50 à 70%). Les cimentiers la désignent par le mot « Alite » qui est une forme impure de C_3S . En effet, le C_3S contient soit en substitution des ions Ca ou Si, soit en insertion dans le réseau cristallin, des traces de Mg, Al et Fe. Ces impuretés améliorent généralement la réactivité du ciment. La teneur en impureté du C_3S dépend, entre autres, de la nature des matières premières, de la température de cuisson et de mode de refroidissement du clinker. Il est bon de souligner que l'Alite confère essentiellement sa résistance au ciment, en particulier à court terme.

V.2. Silicate bicalcique (C_2S) :

Le C_2S constitue entre 15 et 30% du ciment Portland. Les cimentiers le désignent par « Bélite » qui est une forme impure de C_2S . Dans le C_2S , on retrouve, en

plus du potassium, les mêmes ions que dans le C_3S , mais ils y sont en plus grande quantité. La Bélite fournit au ciment sa résistance à long terme.

V.3. Aluminate tricalcique (C_3A) :

Le C_3A , qui représente 5 à 10% de la composition du ciment Portland, est la phase du clinker dont la vitesse de réaction initiale est la plus importante. Dans les clinkers, la présence d'alcalis (surtout le sodium) modifie la symétrie cristalline du C_3A . Ainsi, selon la quantité totale d'alcalis dissous dans le réseau cristallin, le C_3A peut-être cubique, orthorhombique ou monoclinique.

V.4. Alumino-ferrite tétra calcique (C_4AF) :

Le C_4AF représente entre 5 et 10% de la composition du ciment Portland. Les formes C_6A_2F et C_4AF sont les plus couramment rencontrées dans le ciment. La réactivité de l'alumino-ferrite tétracalcique dans l'eau est modérée et elle augmente avec la teneur en alumine.

VI. Hydratation du ciment Portland

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

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

Le C_3S s'hydrate rapidement et est largement responsable de la prise et du durcissement de la pâte; le C_3S assure la résistance initiale. Le C_2S s'hydrate lentement, il est responsable du gain en résistance à long terme. Le C_3A s'hydrate très rapidement, et libère beaucoup de chaleur dans les premiers jours, et contribue légèrement à la résistance initiale. Le C_4AF s'hydrate lentement et contribue peu à la

résistance mécanique. Le sulfate de calcium est ajouté au broyage pour contrôler l'hydratation du C₃A par la formation de composés moins réactifs (ettringite, sulfoaluminates). Sans le gypse, le ciment contenant du C₃A fait prise trop rapidement.

VII. Ajouts cimentaires :

Les ajouts cimentaires sont des matériaux naturels ou artificiels. L'utilisation accrue d'ajouts cimentaires s'avère une méthode efficace pour lutter contre les changements climatiques et améliorer la qualité de l'air. Les ajouts cimentaires sont incorporés au clinker afin de produire un ciment mélangé ou incorporés au béton comme agent complémentaire. Les ajouts cimentaires sont des produits résiduaux d'autres industries destinés aux sites d'enfouissement. Les cendres volantes, le laitier de haut fourneau, la fumée de silice et les pouzzolanes sont parmi les matières les plus couramment utilisées comme ajouts cimentaires [11].

VII.1. Bénéfices de l'utilisation des ajouts cimentaires :

L'utilisation d'ajouts cimentaires dans les industries du ciment et du béton présente des avantages techniques, économiques et écologiques.

VII.1.1. Bénéfices fonctionnels :

L'incorporation de particules fines améliore la maniabilité et réduit la demande en eau (à l'exception des ajouts d'une grande finesse).

- Il y a une amélioration des propriétés mécaniques et de la durabilité du béton.
- Il y a une diminution de la chaleur d'hydratation dégagée du béton, ce qui diminue la fissuration d'origine thermique.
- Ils peuvent modifier la nature et la texture des hydrates formés.
- Prise et durcissement pour les ajouts qui interviennent dans le processus réactionnel du ciment avec l'eau [11].

VII.1.2. Bénéfices économiques :

La plupart des ajouts minéraux sont des sous-produits de différentes industries et leur coût souvent égal au coût du transport et de la manipulation. Comme la

production du ciment est un grand consommateur d'énergie, son remplacement par des ajouts minéraux réduit le prix du béton pour le coût du combustible [11].

VII.1.3. Bénéfices écologiques et environnementaux :

- Diminution de l'émission du CO₂ par l'industrie cimentière.
- Élimination des sous-produits de la nature.

La production d'une tonne de ciment Portland libère dans l'atmosphère une quantité quasi équivalente de gaz carbonique. De fait, le remplacement du ciment Portland par les ajouts cimentaires réduit d'autant les émissions de CO₂.

VII.2. Principaux ajouts utilisés :

La norme NF EN 206-1 [12] définit une addition comme un matériau minéral finement divisé et pouvant être ajouté au béton afin d'améliorer certaines de ses propriétés ou pour lui conférer des propriétés particulières. Généralement, on utilise dans les ciments et les bétons les ajouts minéraux suivants : Le laitier de haut fourneau (S) ; les cendres volantes (V, W) ; les schistes calcinés (T) ; les calcaires (L) ; les fumées de silice (D) et les pouzzolanes naturelles (Z).

VIII. La Pouzzolane :

Le terme « pouzzolane » provient de Pouzzoles, nom d'une ville italienne de la région de Naples. Il y désigne un matériau volcanique cendreux de composition trachytique, de couleur claire et friable, utilisé pour la fabrication de mortier et de ciment. Cette application en tant que ciment naturel remonte aux constructions romaines de l'Antiquité. Par extension, tout matériau naturel ou artificiel présentant des propriétés pouzzolaniques peut parfois être qualifié de "pouzzolane". Les pouzzolanes sont des matériaux siliceux ou silico-alumineux, qui ne possèdent pas de propriétés liantes, mais sous forme finement divisée et en présence d'humidité, réagissent chimiquement avec les hydroxydes alcalins et alcalino-terreux à température ordinaire, pour former des composés possédant des propriétés liantes [13]

VIII.1. Activation pouzzolanique :

La pouzzolane artificielle est obtenue par différents procédés d'activation d'un matériau naturel ou déchet industriel riche en silice et/ou alumine (aluminosilicate). De nombreux travaux de recherche ont été effectués pour optimiser l'activation des pouzzolanes dans les pays disposant de ce matériau, en utilisant différentes méthodes [14] :

- La calcination,
- Le traitement à l'acide,
- L'addition d'alcalins dans le ciment contenant de la pouzzolane,
- Le broyage prolongé.

Les trois premières méthodes sont trop coûteuses pour un moindre gain de performances. Les solutions les plus rentables sont l'augmentation de la finesse par broyage poussé et l'élévation de la température lors des cures des pâtes « chaux-pouzzolane » destinées à la préfabrication d'éléments de construction.

VIII.2. Traitement thermique :

Lorsqu'on les chauffe, de nombreuses pouzzolanes subissent des transformations chimiques et structurelles qui peuvent changer de façon positive ou négative, leur réactivité à la chaux. Les effets positifs couvrent la perte d'eau en phases vitreuses ou zéolitiques et la destruction de la structure cristalline en minéraux argileux. L'effet négatif est mis en évidence par la diminution de la surface spécifique, la dévitrification et la cristallisation. Le traitement thermique provoque une augmentation ou diminution de l'activité pouzzolanique en fonction de la nature de la pouzzolane, de la température et de la durée de chauffage [15].

Les effets opposés induits par la température expliquent les contradictions apparentes qui se produisent parfois dans le même matériau. Par exemple, il a été signalé que la chaux combinée diminue [16] ou augmente en chauffant une pouzzolane (Latium) à 700°C, et si l'augmentation de la température de calcination se fait étape par étape, la chaux combinée augmente au départ et diminue par la suite [17]. Il a été montré également que le chauffage est suivi par une diminution de la

surface spécifique de pouzzolane. Cela signifie que pour chaque pouzzolane, le traitement thermique optimal doit être établi au moyen des tests appropriés. Pour plusieurs pouzzolanes naturelles, la température optimale est de 700-800°C.

La réactivité des argiles et kaolins calcinés dépend de la température de cuisson et de la nature minéralogique du matériau. Par exemple, la chaux combinée atteint un maximum (0,8g de CaO / g de kaolin) lorsque le kaolin est calciné entre 600 et 800°C [18].

VIII.3. Traitement chimique :

L'activation chimique est l'addition de substances chimiques sous forme de solutions liquides ou sous forme de poudre à un matériau riche en silice et/ou en alumine en vue de le rendre pouzzolanique. Ce traitement permet de détruire ou d'activer la structure des minéraux par des réactions chimiques entre ces derniers et l'activateur additionné.

VIII.3.1.Activation par les alcalins :

On utilise des matériaux à pH élevé comme la soude (NaOH) ou la potasse (KOH). Ces solutions hautement alcalines sont utilisées pour dissoudre les ions de silicium et d'aluminium dans les matériaux de source et former la pâte de géopolymère.

Martinez-Ramirez et Palomo [19] ont défini l'activation alcaline comme un processus chimique où la structure amorphe est transformée en une structure squelettique qui présente des propriétés cimentaires. Un gel polymérique à composition variable est formé dans les milieux de forte alcalinité. Le comportement principal des produits formés dans ces conditions est d'avoir des propriétés mécaniques à la première période d'hydratation.

Selon Palomo et ces collègues [20], comme le métakaolin est activé dans des milieux de haute alcalinité en présence de $\text{Ca}(\text{OH})_2$, il produira de l'aluminosilicate de sodium qui a une structure morphique avec des caractéristiques similaires au gel géopolymérique. Le produit formé est similaire au produit obtenu une fois que le métakaolin est activé en absence de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ et il s'est avéré que le produit

secondaire qui est également connu sous le nom de C-S-H est formé. Soumettre le métakaolin à l'activation alcaline est un moyen de produire des matériaux cimentaires à haute résistance.

VIII.3.2. Activation par les sulfates :

Les matériaux utilisés sont riches en acide sulfurique donc riches en soufre, tels que la sulfate de calcium (gypse $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) et le sulfate de sodium (Na_2SO_4). L'introduction d'un activateur sulfatique accélère la réduction de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dans le système cimentaire pouzzolane au début de l'étape d'hydratation [21].

Shi et Day [22] ont utilisé diverses doses de CaSO_4 comme activateur pour étudier son effet sur le développement de la résistance des pâtes de ciment de chaux-pouzzolane. Ils ont constaté que la résistance mécanique était la plus élevée avec l'ajout de 6% de CaSO_4 .

VIII.4. Effet du dosage d'activateur sur l'activité pouzzolanique :

Des travaux de recherche [23] ont montré que le pourcentage optimal en activateur diffère selon le type de silicate d'alumine utilisé qui diffère d'un matériau à un autre et du type de solution d'activation. La diminution ou l'augmentation excessive de ce pourcentage présente un effet négatif sur la réaction pouzzolanique.

L'addition de petite quantité de Na_2SO_4 et CaCl_2 peut améliorer la réactivité pouzzolanique en augmentant la résistance mécanique. Ces activateurs ont une influence prédominante sur la résistance au jeune âge, mais à long terme leur influence change selon leurs pourcentages et la nature de la pouzzolane utilisée. En générale, la résistance mécanique augmente avec l'augmentation de la quantité de l'activateur ajouté dans le mélange.

VIII.5. Effet des activateurs chimiques sur la résistance mécanique :

D'après les séries de recherches publiées sur l'activation des pouzzolanes naturelles et les cendres volantes [24], les chercheurs ont constaté que Na_2SO_4 et CaCl_2 sont les activateurs les plus efficaces qui permettent d'améliorer la réactivité pouzzolanique et conduisent à l'augmentation de la résistance du ciment composé.

D'après Qian et ses collaborateurs l'addition de Na_2SO_4 au mélange ciment-cendres volantes améliore sa résistance à la compression à court et à long terme. Les essais effectués sur différents types de ciments ont confirmé l'effet positif de l'activation chimique au jeune âge (3 à 7 jours). Le broyage poussé des pouzzolanes peut également améliorer la résistance mécanique du ciment composé, mais cela est peu significatif devant le traitement chimique avec Na_2SO_4 . La combinaison des deux traitements de pouzzolane, par broyage et avec l'addition de Na_2SO_4 , donne des résistances à la compression au ciment composé plus grandes que l'utilisation de chacun des traitements séparément. En outre, l'addition de Na_2SO_4 aux laitiers des hauts fourneaux donne des résistances à la compression au ciment composé beaucoup plus grandes que celles des ciments pouzzolanique activées [25].

VIII.6. Réaction pouzzolanique :

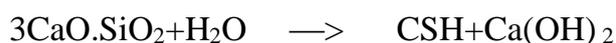
La réaction pouzzolanique se produit en solution (dissolution / précipitation) entre la silice et l'alumine provenant de la dissolution de la pouzzolane, et l'hydroxyde de calcium CH issu de l'hydratation du ciment, en formant des silicates calciques hydratés (C-S-H) et aluminates calciques hydratés (C-A-H) qui précipitent sous forme de gel durcissant en une structure amorphe [26-27-28].

Les réactions pouzzolanique et hydraulique peuvent s'écrire globalement comme suit :

- **Réaction pouzzolanique :**



- **Réaction d'hydratation du ciment Portland :**



Nous constatons donc que la réaction pouzzolanique consomme de l'hydroxyde de calcium ou Portlandite, $\text{Ca}(\text{OH})_2$, contrairement à l'hydratation du clinker qui en libère.

VIII.7. Produits de la réaction pouzzolanique :

Dès 1960, G. Malquori [29] avait compilé les résultats de nombreuses études menées sur les produits de la réaction. Il recensait :

- Silicate de calcium hydraté (CSH)
- Aluminate tétracalcique hydraté (C_4AH_{13})

Et, sous certaines conditions :

- Gehlenite hydratée (C_2ASH_8)
- Ettringite ($3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{SO}_4\text{Ca}, 32\text{H}_2\text{O}$), Ainsi que le monosulfo-aluminate ($3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{CaSO}_4, 12\text{H}_2\text{O}$)

Roger Dron [30] résume, au moyen d'un diagramme du système $\text{CaO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{H}_2\text{O}$, les aires de répartition des produits de la réaction pouzzolanique.

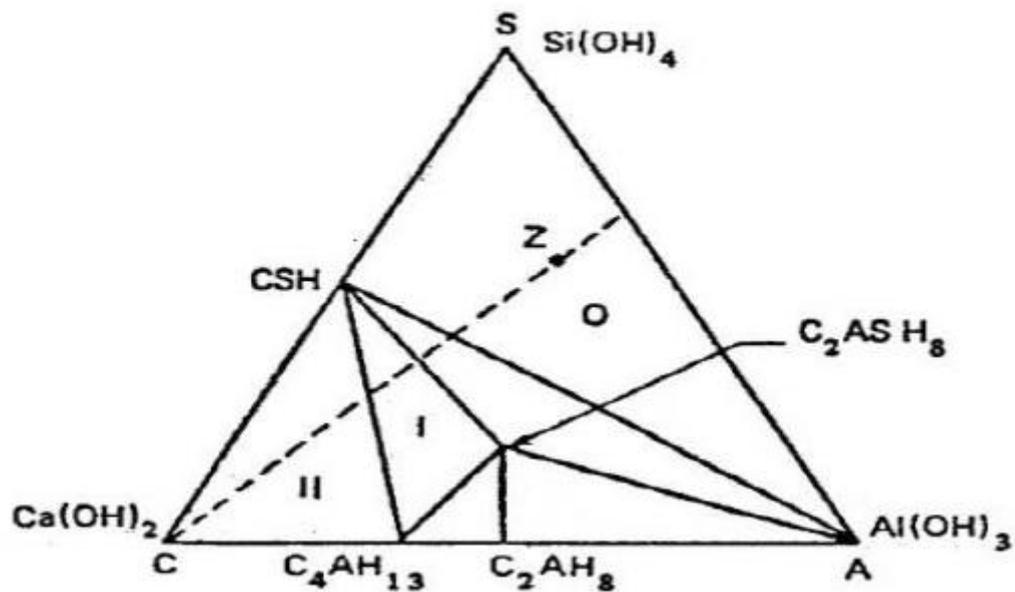


Figure I.2. Diagramme d'hydratation du système $\text{CaO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{H}_2\text{O}$ en absence de gypse.

VIII.8. Facteurs influant sur la réaction pouzzolanique :

De manière générale, les paramètres influençant les réactions pouzzolaniques [31] sont la nature des phases actives et leurs proportions :

- Les caractéristiques chimiques du matériau pouzzolanique : composition, minéralogie, degré de cristallinité, coefficient d'amorphisation.
- La pureté et la teneur initiale en kaolin.
- Le processus thermique d'obtention (température de calcination, durée).
- Le processus mécanique (broyage, désagglomération).
- La morphologie des particules de métakaolin (forme, degré d'agglomération, surface externe, surface totale, porosité intra granulaire).
- Les caractéristiques du ciment utilisé (pouvoir de production d'hydroxyde de calcium).

VIII.9. Liants pouzzolaniques :

Les liants pouzzolaniques sont des mélanges de ciment Portland et de pouzzolane dont les proportions doivent être telles que la chaux libérée lors de l'hydratation du clinker corresponde à la quantité que peut combiner la pouzzolane. Ces ciments sont caractérisés par une basicité plus faible, dû à la consommation de la chaux, et par des résistances mécaniques finales comparables à celles des ciments Portland.

Les ciments pouzzolaniques sont élaborés suivant deux préoccupations :

- Détermination de la quantité de produit pouzzolanique à combiner avec le ciment.
- Evaluation du pouvoir pouzzolanique de l'ajout.

Les avantages du remplacement partiel du ciment Portland par les matériaux pouzzolaniques sont divers ; ils participent au renforcement de la résistance aux attaques chimiques, en améliorant l'imperméabilité et la durabilité du mortier, à la réduction des réactions alcalins-agrégats et du retrait du mortier au séchage. Ainsi, ils

permettent la réduction de la quantité de clinker utilisée dans la composition du ciment.

Selon la norme ASTM C 618, un ciment composé est considéré pouzzolanique lorsqu'il satisfait la norme spécifique de l'activité pouzzolanique. Cette activité peut être évaluée par la détermination de la résistance à la compression du ciment composé qui doit présenter un indice d'activité de résistance (IAR) au moins égal à 75% de la résistance du ciment portland de référence.[32]

Chapitre II:

Envasement des barrages - Cas du barrage de Foum El Ghorza

I. Introduction :

Le phénomène de l'envasement est l'un des principaux problèmes auxquels sont confrontés de nombreux barrages dans le monde. La vase avant et même après extraction, reste toujours nuisible. En effet, la vase est un matériau nuisible d'une part, pour les barrages, du fait qu'elle réduit leurs capacités d'emménagement d'eau, et d'autre part, pour l'environnement, suite aux opérations de dévasement qui génèrent des quantités importantes de matériaux occupant et parfois polluant des espaces importants pouvant être exploités pour d'autres activités.

Par définition, l'envasement est connu comme étant l'accumulation des dépôts de solides transportés au fond des retenues. Les dommages causés par ce phénomène (réduction de la capacité utile, obturation des pertuis de vidange) peuvent être importants, comme il peut s'avérer extrêmement difficile voire même impossible d'y remédier particulièrement dans les régions arides et semi arides.

Selon Remini [33], le potentiel hydraulique perd annuellement environ 20 millions de mètres cubes à cause du phénomène d'envasement par le dépôt des sédiments dans les retenues. Cette quantité est énorme pour certains barrages dont la sédimentation annuelle peut représenter des valeurs de l'ordre de 6% du volume total [33].

Plusieurs recherches sont lancées dans ce domaine. Certains travaux sont réalisés avant l'envasement dans le but de proposer des solutions réduisant ce phénomène [34]. D'autres par contre, sont réalisés après envasements dans le but de la réutilisation de la vase dans de différentes activités, notamment dans le domaine des matériaux de constructions [35].

II. Généralité sur les sédiments :

II.1. Introduction :

Dans le dictionnaire de géologie [36], les sédiments, plus communément appelés vases, sont définis comme « un ensemble constitué par la réunion de particules plus ou moins grosses ou de matières précipitées ayant, séparément, subi un certain transport ». La sédimentation désigne l'ensemble des processus par lesquels ces particules organiques ou minérales en suspension et en transit cessent de se déplacer.

On distingue deux origines aux sédiments [37] :

Origine endogène : les particules proviennent de la production locale du milieu. Il s'agit de débris de macrophytes comme les plantes aquatiques, les cadavres de microphytes et d'animaux.

Origine exogène : il s'agit des particules qui sont issues du ruissellement des eaux ou bien transportées par les vents. D'origines naturelles ou anthropiques, elles proviennent de l'érosion des sols, de la décomposition de matière végétale, de l'apport de matière en suspension, de matières organiques, de nutriments ou de micropolluants en raison des rejets agricoles, industriels et domestiques.

II.2. Principaux types de sédiments :

Il est important dans le cadre de notre étude de classer les sédiments selon leur taille, c'est à-dire leur diamètre apparent (diamètre minimal de la sphère entourant le sédiment) par exemple, selon l'échelle de Wentworth on peut distinguer trois grands types de sédiments :

- Les galets et les gravillons qui proviennent de l'embouchure des fleuves torrentiels ou de l'érosion des falaises.
- Le sable dont la taille du grain varie de quelques dizaines de micromètres à 2 millimètres, produit ultime de l'érosion des roches cristallines par les fleuves et les glaciers disparus.
- Les limons et les vases dont la taille du grain est inférieure à 60 micromètres.

II.3. Composition des sédiments :

Les sédiments se composent d'une fraction solide et d'une fraction liquide (eau) qui est intimement liées les unes aux autres. Les proportions respectives de chacune de ces fractions sont variables d'un milieu à un autre mais demeurent dans une fourchette, qui par expérience, peut être estimée si l'on considère des matériaux de type vases.

Les vases sont constituées de quatre (04) éléments principaux [38]

- La matrice minérale (quartz, feldspaths ou carbonates) ;
- La fraction argileuse (kaolinite, illite ou smectite) ;
- La fraction organique (débris végétaux, micro-organismes) ;
- Une certaine quantité d'eau, présente sous différentes formes.

Les argiles sont des silicates d'aluminium hydratés qui présentent une structure cristalline en feuillets. Cette constitution permet l'hydratation des argiles, avec parfois un phénomène de gonflement très important. La plupart des argiles sont thixotropiques. Elles perdent leur rigidité en présentant le comportement d'un liquide lorsqu'elles subissent une sollicitation mécanique, et retrouvent leurs caractéristiques initiales au repos. La souplesse des liaisons entre les feuillets, permet aux argiles d'avoir un comportement plastique. La dernière des propriétés des argiles est l'interaction avec les espèces ioniques. En effet, les charges négatives des argiles sont neutralisées par des cations compensateurs. Or, ces cations peuvent s'échanger avec ceux présents dans le milieu et notamment avec les métaux lourds : c'est le phénomène d'adsorption.

En ce qui concerne la matière organique, on retrouve dans les sédiments tous les composés organiques naturels, issus des végétaux, des algues et des animaux, ou biosynthétisés par la microflore, ainsi que les colloïdes humiques. La décomposition de ces matières est très lente (plusieurs centaines d'années) et combine de très fortes propriétés tensioactives et complexantes. Les substances humiques colorent la vase en

noir et interagissent avec la partie minérale, provoquant des congglomérations. En général, la proportion massique de matière organique est de l'ordre de 2 à 10 % pour les sédiments des cours d'eaux et elle est constituée à 60% de composés humiques [39].

La nature de l'eau contenue dans les vases, appelée « eau interstitielle » afin de la différencier de la colonne d'eau qui se trouve au-dessus, peut être répartie en quatre catégories :

- ✓ L'eau libre qui n'est pas liée aux particules
- ✓ L'eau capillaire, liée aux fines par des forces de capillarité
- ✓ L'eau colloïdale qui hydrate les colloïdes
- ✓ L'eau adsorbée qui est liée à la surface des particules et constitue un film autour d'elles.

III. Barrage de Foum El Ghorza:

III.1.Introduction :

Le barrage de **Foum El Ghorza** est un joyau hydrotechnique situé à 20 km à l'est de la ville de Biskra comme le montre la figure1. Il a été réalisé durant la période 1948 -1950 sur le site le plus approprié dans la région [40].

Cet ouvrage d'art a permis à la région de Sidi Okba de garder sa vocation économique basée sur l'agriculture durant un demi-siècle, du fait qu'il a aidé à contrer la sécheresse qui sévit dans la région depuis une vingtaine d'années. Ce barrage a permis en outre l'extension des palmeraies.

Cette infrastructure traduit l'intelligence de l'être humain étant donné qu'elle se compose de deux parties qui sont une voûte de 126m et une culée de 60m de longueur chacune (voir figure II.2). Sa hauteur maximale atteint 73m et sa capacité initiale est de l'ordre de 47 millions de mètres cubes.

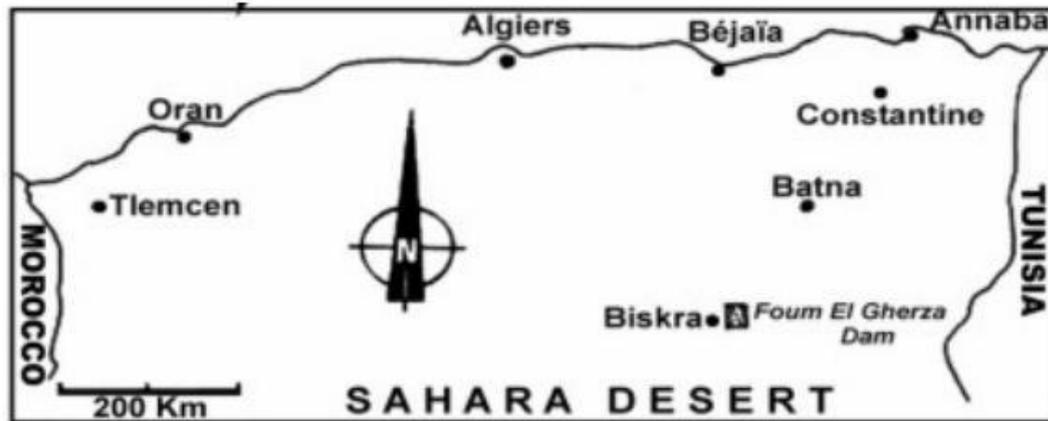


Figure II.1 Situation géographique du barrage de Foug-el-Ghorza Biskra, Algérie



Figure II.2. Barrage de Foug El Ghorza

III.2.L'envasement de barrage Foug El Ghorza :

Cet ouvrage a un très grand intérêt économique dans la région de Biskra puisqu'il permet d'irriguer plus de 300.000 palmiers dattiers des palmeraies de Sidi Okba, Garta, Seriana et Thouda [41]. Cependant, il se trouve amputé chaque année d'un volume important estimé en moyenne à 5 millions de m³. Ces pertes sont dues à l'envasement. La sédimentation s'effectue de façon uniforme, avec un toit de la vase qui évolue parallèlement au fond de la retenue. Cette situation a conduit les services de

l'hydraulique durant la période 1952 à 1957 à réaliser un voile protecteur, mais malheureusement le problème persiste [42].

IV. Le dragage des barrages :

Le dragage est une technique de dévasement sûre, mais selon certains auteurs, la récupération d'une capacité de stockage par dragage est une opération très coûteuse qui n'est pas économique pour les grandes retenues. Dans certains pays, cette opération s'impose, surtout lorsqu'il existe peu de sites favorables à la réalisation de nouveaux barrages, comme en Algérie par exemple. Lorsque la stabilité de l'ouvrage est menacée, ou tout simplement lorsque le barrage présente un intérêt économique, le dévasement devient obligatoire.

IV.1. Les type de dragages

On distingue trois types de dragages qui diffèrent selon les natures des sédiments à draguer et le types de travail à réaliser :

- **Entretien** : sont des opérations répétitives, visant à extraire les sédiments déposés qui gênent la navigation.
- **Aménagements** : sont des opérations d'aménager et créer des canaux, des bassins de plaisance et autres voies navigables.
- **L'approfondissement** : lorsqu'il devient nécessaire d'adapter le seuil de navigation et de prolonger la durée de vie des barrages, les travaux nécessitent de déplacer d'importants volumes de sédiments et demandent des moyens de dragage importants [43].

IV.2. Les techniques de dragage

Différentes techniques de dragage ont été développées. Il est courant de classer les équipements de dragage selon leur principe général de fonctionnement, trois catégories peuvent être recensées.

IV.2.1. Les dragages mécaniques

Ils s'effectuent grâce à des engins à godet qui opèrent soit depuis les berges (pelle mécanique), soit depuis la surface (pelle sur ponton, drague à godet...etc.). L'extraction de sédiments pollués se fait actuellement majoritairement par cette méthode [44].

IV.2.2. Les dragages hydrauliques

Le fonctionnement de ce type de dragues est basé sur le principe de la pompe centrifuge à eau. Ce sont les dragues les plus fréquemment utilisées dans le dragage des ports. Les dragues hydrauliques présentent l'avantage de faible remise en suspension des sédiments et un rendement élevé par rapport aux autres dragues [44].

IV.2.3. Les dragages pneumatiques

C'est une technique particulière qui consiste à provoquer la remise en suspension des sédiments au moyen d'une hélice ou d'air comprimé dans les cours d'eau ou chenaux à fort courant. Les sédiments sont repris dans le flux et se déposent le plus souvent en aval. Dans certains cas, une conduite de refoulement peut assurer le transport des sédiments à plusieurs kilomètres du barrage [44].

V. Stockage des sédiments après le dragage :

Dans un esprit de développement durable, la gestion des sédiments issus des opérations de dragage est une question à prendre très au sérieux.

Parmi les problèmes que pose l'envasement des retenues de barrages, on peut retenir ces cinq inconvénients majeurs qui sont :

- La réduction de la capacité d'emménagement.
- L'obturation des organes de vidange.
- La remise en cause de la sécurité de l'ouvrage.
- L'envasement des canaux d'irrigation.

- La dégradation de la qualité de l'eau.

Grâce aux médias, le grand public est maintenant bien informé des dommages que court l'environnement du fait des « pollutions » dont les origines et les formes sont multiples. Mais le grand public est beaucoup moins sensible au rôle protecteur que le sol peut exercer à l'égard des pollutions si certaines conditions sont respectées [45].

VI. Valorisation de la vase dans l'industrie du ciment :

Dans un esprit de développement durable et pour le respect de l'environnement, plusieurs domaines se sont intéressés à la vase en tant que matière première et non comme déchet. En génie civil, la vase est valorisée en tant que matériaux de construction entrant dans la composition des bétons. En effet, des quantités de la vase substituent le ciment à des pourcentages différents (10, 15, 20%). Les mortiers ainsi confectionnés sont testés vis-à-vis du comportement mécanique (compression et flexion) et du retrait. Les résultats obtenus montrent de belles perspectives pour les bétons à base de vase qui affichent des performances mécaniques et un comportement au retrait satisfaisant.

Grâce à la valorisation des déchets dans les cimenteries et les centrales à béton, ces industries participent depuis de nombreuses années à l'effort collectif pour la préservation des ressources naturelles et le traitement des déchets.

Chapitre III :

Matériaux et méthodes utilisés

I. Introduction

Nous présentons dans ce chapitre l'ensemble des matériaux utilisés pour l'élaboration des mortiers, leur mise en œuvre, ainsi que les techniques expérimentales permettant leur caractérisation. Les essais ont été réalisés sur des pâtes et mortiers contenant différents pourcentages de vase (brute et calcinée) en substitution par rapport au dosage en masse du ciment (10%, 20% et 30%) avec une même maniabilité. Une composition témoin, sans substitution du ciment par la vase, sera réalisée avec les mêmes constituants en vue de comparaison.

Durant notre étude nous nous sommes intéressés au comportement à l'état frais (mesure de la consistance normale et de temps de prise sur pâtes) et à l'état durci (mesure des résistances mécanique à 2, 7 et 28 jours sur des mortiers, le retrait et gonflement) et ce en fonction des pourcentages de la vase substituée.

II. Matériaux utilisés :

II.1 La vase :

II.1.1. Introduction

Toute la quantité de la vase utilisée est prélevée du barrage de Foum El Ghorza. Nous avons préparé une pouzzolane artificielle en suivant les étapes suivantes : Après séchage en étuve à 105°C, les vases ont été broyées et tamisées par voie sèche. Les tamisât qui passent à 80µm sont récupérés pour la cuisson. La calcination a été effectuée par petites quantités, en fonction de la capacité des fours disponibles (dans les laboratoires de CETIM). La figure III.1 illustre l'état des sédiments tels prélevés dans la retenue.



Figure III.1- Etat des sédiments tels prélevés dans la retenue

Visuellement, après séchage, concassage et broyage, le sédiment se présente sous forme de poudre de couleur beige tel qu'il est montré sur la figure III.2. En présence de l'eau il devient collant et difficile à manipuler.



Figure III.2- Etat des sédiments après broyage

II.1.2. Activation chimique de la vase :

Dans le but d'améliorer la pouzzolanité (activité pouzzolanique) de la pouzzolane étudiée, nous avons choisie, parmi les différentes méthodes d'activation, la technique de traitement chimique. Pour activer chimiquement notre pouzzolane nous avons utilisé deux produits : la soude (NaOH) et le Sulfate de sodium (Na₂SO₄).

II.1.3. Activation thermique de la vase :

Dans le traitement thermique, la température de calcination à laquelle le produit pouzzolanique se forme est le paramètre le plus important à connaître. La vase a été calcinée à une température de $750^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$, cela a permis de déterminer la température optimale de calcination.

Le dispositif de calcination utilisé est un four électrique dans lequel les échantillons sont calcinés en lit fixe, dans des creusets en céramique réfractaires (voir la figure III.3). La montée en température est linéaire et s'effectue à une vitesse de $10^{\circ}\text{C}/\text{minute}$ jusqu'à la température désirée. A cette température, la calcination de la vase est maintenue pour une durée de 5 heures. Le refroidissement des vases calcinées s'effectue par trempe à l'air libre et à l'eau. Après refroidissement, la vase calcinée est broyée puis tamisée à $80\mu\text{m}$. Le produit ainsi obtenu (vase calcinée) a été conservée à l'abri de l'air et d'humidité.



Figure III.3- Four utilisé durant la calcination de la vase

Nous notons :

VB : la vase utilisée à l'état brute.

VCE : la vase calcinée trempée à l'eau.

VCA : la vase calcinée trempée à l'air.

Le tableau qui suit résume les caractéristiques physiques de la vase :

	VB	VCE	VCA
Masse volumique (g/cm ³)	2,73	2,68	2,83
Surface spécifique Blaine (cm ² /g)	7316	3924	4324

Tableau III.1- Caractéristiques physiques de la vase.

II.1.4. Caractéristiques physiques et chimiques de la vase :

II.1.4.1. Analyse chimique par fluorescence X :

Elle a été réalisée par spectrométrie de fluorescence X au laboratoire de chimie à CETIM. Cette technique est basée sur l'analyse du spectre émis par un échantillon excité par une source primaire de rayons X. Ce spectre dit de fluorescence est caractérisé par des éléments atomiques qui composent l'échantillon. C'est une technique d'analyse élémentaire non destructive de l'échantillon. Cette méthode permet la détermination de la composition élémentaire de l'échantillon en oxydes de manière qualitative et quantitative. La technique d'analyse comprend deux parties :

- Une source d'excitation provoquant l'émission d'un spectre de rayon X caractéristique de la composition de l'objet.
- Un détecteur et un analyseur de rayonnement identifiants et quantifiant les intensités des raies composant le spectre.

La composition chimique des trois vases est donnée dans le tableau ci-dessous.

Constituants	VB (%)	VCE (%)	VCA (%)
SiO ₂	33,90	38,98	40,60
Al ₂ O ₃	7,59	7,39	7,12
Fe ₂ O ₃	3,46	3,5	3,24
CaO	26,02	26,81	27,20
MgO	2,22	2,29	2,50
SO ₃	0,55	0,66	0,69
K ₂ O	1,12	1,09	1,14
Na ₂ O	0,13	0,17	0,21
P ₂ O ₅	0,15	0,16	0,16
TiO ₂	0,46	0,45	0,49
P.A. F	24,4	18,64	16,65
MO	2,4	0	0

Tableau III.2-Composition chimique des trois vases.

La vase est composée d'un pourcentage important de silice, de l'ordre de 33.9% et de 7.59% d'alumine. Ces deux oxydes confirment l'analyse minéralogique de la vase et l'existence de la kaolinite et l'illite qui sont des minéraux argileux composés principalement des feuilletes de l'alumine et de silice.

II.1.4.2. Analyse par diffraction des rayons X (DRX) :

La Diffraction des Rayons X (DRX) est une technique de caractérisation des matériaux cristallisés, qu'ils soient massifs, sous forme de poudre ou de dépôts. En laboratoire, cette technique est principalement appliquée aux matériaux inorganiques : minéraux, métaux, alliages, céramiques... Cette méthode permet également de réaliser des analyses quantitatives ou semi-quantitatives.

Dans notre travail, l'analyse des échantillons a été réalisée au laboratoire Lafarge. L'appareil utilisé est un diffractomètre couplé à un système informatique qui permet l'exploitation automatique des résultats.

Les analyses minéralogiques ont été menées sur poudres (passant à 80 µm). Pour chaque échantillon, l'analyse était menée sur la face externe, qui était ensuite abrasée

sur une épaisseur de quelques dizaines de micromètres. La surface ainsi découverte était alors soumise à l'analyse.

Le principe est le suivant : les faisceaux de Rayons X produits par le tube sont envoyés sur l'échantillon dans lequel ils sont déviés par les atomes. Ces faisceaux diffractés interfèrent entre eux, conduisant à la production d'un signal intense dans certaines zones précises de l'espace. C'est ce signal qui est collecté par le détecteur, et tracé sous forme d'une courbe (diffractogramme) qui présente des pics à des angles bien spécifiques de diffraction. La position de ces pics est une véritable signature de l'arrangement des atomes à l'intérieur d'un cristal (distance entre atomes, entre plans intra cristallins). La relation empirique qui relie les angles auxquels sont observés les pics et les distances entre plans atomiques est la loi de Bragg. Dans un mélange, il est possible de déterminer la nature de chacune des phases cristallines en présence, sous réserve de connaître préalablement la signature de chacune de ces phases. La procédure d'identification se fait en deux étapes, la première (search) consiste à comparer les pics obtenus avec ceux contenus dans une base de données qui comprend plusieurs centaines de milliers de fiches. Cette étape est suivie par une étape de validation (match) au vu de la composition chimique. La validation est effectuée par l'utilisateur qui doit avoir une bonne connaissance de l'échantillon, afin de lever les ambiguïtés et les confusions. Pour résumer, la diffraction des rayons X repose sur l'enregistrement d'un diffractogramme et sur l'analyse des pics de ce diagramme qui permet de caractériser les cristallites présentes dans l'échantillon à partir des éléments suivants :

- Position des pics : analyse qualitative, identification de phases cristallines présentes.
- Largeur des pics : taille et forme des cristallites, contraintes internes.
- Intensité des pics : estimation de composition chimique, analyse quantitative, orientation préférentielle.

II.1.4.3. Analyses thermiques ATD/ATG :

Il s'agit de l'étude de l'évolution des propriétés des systèmes physico-chimiques en fonction de la température. Cette évolution met en jeu de l'énergie thermique. Ceci implique pour le système une variation de son énergie interne ou de son entropie qui se manifeste par la modification des propriétés physico-chimiques. Dans des conditions expérimentales données, les effets observés sont en général caractéristiques de la substance étudiée et en relation directe avec son état thermodynamique. L'analyse thermique englobe un ensemble de techniques destinées à mesurer l'évolution d'un matériau minéral ou organique en fonction du temps, de la température et de l'atmosphère. Ces différentes techniques rendent possible l'identification des propriétés physiques des matériaux au cours de leur cycle de vie.

II.1.4.3.1. Analyse thermogravimétrique (ATG)

L'analyse thermogravimétrique (ATG) consiste à mesurer la variation de masse d'un matériau en fonction du temps et de la température. Cette technique est utilisée pour la détermination des caractéristiques des matériaux tels que la stabilité thermique, la cinétique des réactions chimiques, les températures de dégradation ou encore la volatilité. La thermogravimétrie est une méthode quantitative. Les appareils modernes permettent de mesurer des variations de masse d'environ 10^{-6} g. Avec une précision de 0,5 à 0,1 % selon la thermo-balance employée.

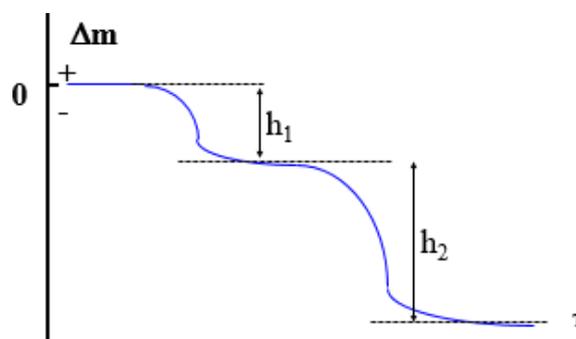


Figure III.4-Allure théorique de la courbe obtenue par ATG

II.1.4.3.2. Analyse thermique différentielle (ATD)

La méthode consiste à mesurer la différence de température ΔT entre un échantillon et une substance de référence, tous deux soumis à une même loi d'échauffement ou de refroidissement généralement linéaire. La référence est « inerte » c'est à dire qu'elle ne subit aucune transformation physique ou chimique dans le domaine de température considéré. L'enregistrement de ΔT en fonction de la température ou du temps représente le pic d'ATD, pic qui peut être endothermique ($\Delta T < 0$ et $\Delta H > 0$) ou exothermique ($\Delta T > 0$ et $\Delta H < 0$) selon la nature de la transformation considérée.

L'ATD permet de mettre en évidence des transformations endothermiques telles que la fusion, la déshydratation, les réactions de décomposition, et des transformations exothermiques telles que la cristallisation, la condensation, l'oxydation, la polymérisation ...

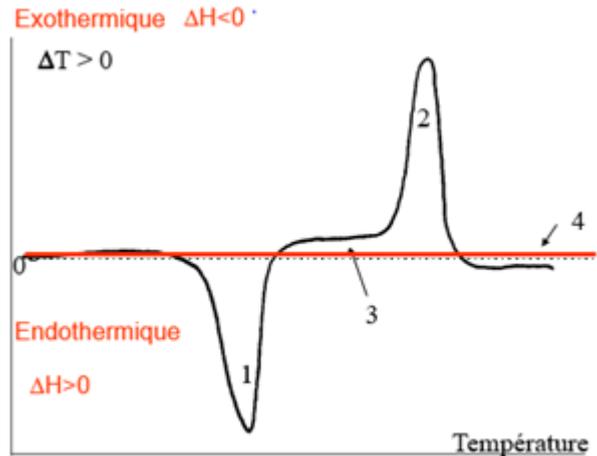


Figure III.5-Courbe théorique type obtenue par ATD

- 1 : phénomène endothermique
- 2 : phénomène exothermique
- 3 : variation de la capacité calorifique de l'échantillon
- 4 : ligne de base

II.1.5. Teneur en matière organique (MO)

Les études précédentes [46], montrent que la matière organique est très difficile à fixer à l'aide de ciment et /ou de la chaux. Les principaux facteurs qui influencent l'immobilisation des contaminants organiques sont le taux de carbone organique, la température, et le temps de durcissement et l'acidité. La chaux et le ciment peuvent réagir avec les fractions argileuses pour former des particules grâce à la réaction pouzzolanique et à l'échange d'ions.

Dans le cas général, les matières organiques entravent le développement de cette réaction. Les matières organiques peuvent retarder le processus de durcissement du ciment du fait de la formation d'un film protecteur autour des particules de ciment [47]. Le développement des réactions de cimentation peut être retardé à cause de la présence de matières organiques qui peuvent consommer une quantité de produit de traitement pour neutraliser l'acidité du milieu [48]. Il existe une teneur limite ($O_c=4,3\%$) en matière organique qui influence la résistance en compression des sédiments de dragage.

La matière organique possède d'importantes propriétés indésirables. En effet elle retient l'eau et empêche la réaction pouzzolanique, ainsi la teneur en matière organique doit être mesurée afin de prendre en compte ces phénomènes.

Dans cette étude, la détermination de la matière organique est effectuée par la méthode dite par perte au feu. Cette méthode consiste à calciner les échantillons de sol afin d'éliminer la matière organique et de l'estimer par perte de masse.

Trois échantillons préalablement séchés à 105°C sont placés dans des creusets et mis dans le four à 750°C pendant 5 heures. Après refroidissement dans un dessiccateur, les creusets contenant le sol calciné sont pesés.

La teneur en matière organique MO est calculée par l'expression :

$$\text{MO (\%)} = \frac{\text{poids sol sec (gr)} - \text{poids sol calciné (gr)}}{\text{poids sol sec (gr)}} \times 100$$

II.1.6. Contrôle de la pouzzolanicité (essai de chaux saturée)

La pouzzolanicité est l'aptitude de certains matériaux, dépourvus de propriétés hydrauliques propres, à fixer l'hydroxyde de calcium en présence d'eau pour donner des hydrates analogues à ceux du ciment Portland. Cette propriété se constate à des degrés variables dans les matériaux riches en silice libre non quartzreuse, quelle que soit leur origine : matériaux naturels (gaize, diatomites, cendres volcaniques) matériaux artificiels (cendres volantes, fumées de silice, argiles calcinées, cendres de balles de riz).

L'action pouzzolanique se caractérise par deux aspects distincts :

- La quantité totale d'hydroxyde de calcium qu'une pouzzolane est capable de fixer.
- La rapidité de fixation d'hydroxyde de calcium par la pouzzolane [49].

Le principe d'essai consiste à déterminer la quantité de chaux fixée par 1g du matériau testé dans des conditions très précises, en déterminant la quantité d'hydroxyde de calcium après un contact de n jours du matériau avec une solution de la chaux.

- Procédure de l'essai

On pèse 2g à 0,01 g près de l'échantillon pulvérisé à une granulométrie inférieure à 100 μm , et on l'introduit dans une éprouvette de 100 ml avec un bouchon rodé, on y ajoute 100ml de solution de chaux (1,1g/l), on bouche et on agite.

La solution est conservée au repos pendant 24 heures. On prélève une prise de 50 ml de la solution que l'on titre avec une solution de HCl (0,05N) en présence de phénophtaléine, on rajoute à l'éprouvette, contenant l'échantillon, 50ml de la solution de chaux préparé. On répète l'opération du titrage chaque 2 jours pendant 30 jours.

Un essai à blanc sans matériau est conduit parallèlement pour servir de référence. Le pouvoir pouzzolanique du matériau sera prouvé si de la chaux disparaît du milieu réactionnel. La quantité de chaux dosée pour l'essai avec le matériau étudié doit être alors inférieure à la quantité de chaux dosée pour l'essai à blanc.

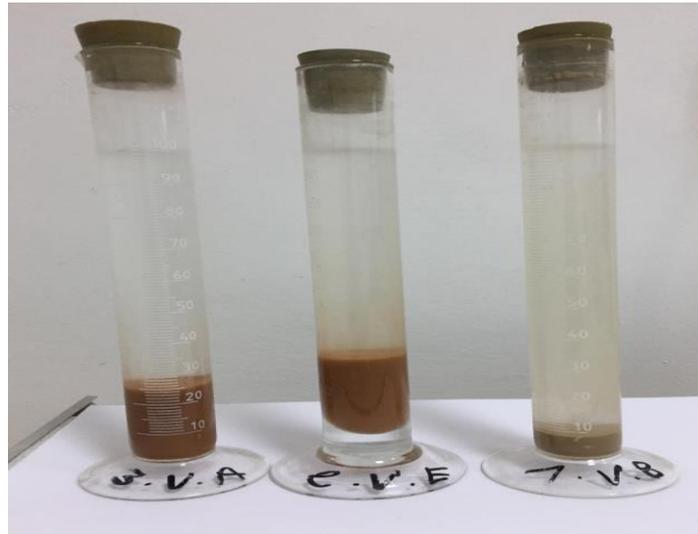


Figure III.6-Essai de chaux saturée sur la vase brute et calcinée

La quantité fixée pendant 30 jours par 1g de pouzzolane est :

$$Q_{CaO} = \frac{16 V_0 - (\sum_{i=1} V_i - 2 V_{15}) \times N_{HCl} \times m_{eq.g} CaO \times 100}{2}$$

V_0 : volume de HCl nécessaire pour neutraliser 50ml de la solution de chaux.

V_i : volume de l'ajout minéral.

V_{15} : Volume de l'ajout minéral au 15^{ème} jour.

N_{HCl} : normalité de la solution de HCl : $N_{HCl} = 0,05N$.

$m_{eq. g. CaO}$: masse de l'équivalent gramme de CaO = 0,028.

La classification des additifs selon l'activité pouzzolaniques est regroupée dans le tableau III.4.

Additifs	Activité pouzzolanique
Additif actif faible	30 à 50 mg / g
Additif actif moyen	50 à 70 mg / g
Additif actif fort moyen	70 à 100 mg / g
Additif actif fort	100 à 150 mg/ g
Additif actif très fort	Plus de 150 mg / g

Tableau III.3-Classification des additifs selon l'activité pouzzolaniques

II.2. Le Ciment :

II.2.1. Définition :

Le ciment utilisé dans tous les essais est un ciment **CPA CEM I**, obtenu par broyage d'un mélange de 95% en clinker provenant de la cimenterie de « Meftah » et 5% de gypse dans un broyeur à boulets à une durée de 30 minutes pour avoir une surface spécifique comprise entre 3000 et 4000 cm²/g.



Figure III.7- Broyeur à disque



Figure III.8- Broyeur à boulet

La composition chimique du ciment utilisé, déterminée par une analyse de Fluorescence X, est donnée dans le tableau suivant.

Constituants	Ciment (%)
SiO ₂	19,97
Al ₂ O ₃	5,25
Fe ₂ O ₃	3,35
CaO	64,38
MgO	1
SO ₃	2,38
K ₂ O	0,77
Na ₂ O	0,20
P ₂ O ₅	0,18
TiO ₂	0,21
P.A. F	2.31

Tableau III.4- composition chimique du ciment

Les propriétés physiques et mécaniques du ciment sont regroupées, respectivement, dans les tableaux III.6 et III.7.

Masse volumique (g /ml)	Surface Spécifique Blaine (cm ² /g)	Consistance normale (%)	Début de prise	Fin de prise	Expansion (mm)	
					Froid	Chaud
3,1	3609	23.6	2h 50 min	4h 20 min	32	33

Tableau III.5 -Propriétés physiques du ciment

Résistance à la flexion (MPa)			Résistance à la compression (MPa)		
2 J	7 J	28 J	2 J	7 J	28 J
5,7	7.2	9	27,3	42.7	55.2

Tableau III.6-Propriétés mécaniques du ciment à 2,7 puis à 28 jours de durcissement.

II.2.2. Observation du ciment au microscope optique :

L’observation du ciment à l’aide d’un microscope optique de type ZEISS AXIOSKOP.40 (voir la figure ci-dessous) révèle ses différents constituants tels que c’est indiqué sur la figure III.11.



Figure III.9 - Microscope ZEISS AXIOSKOP.40

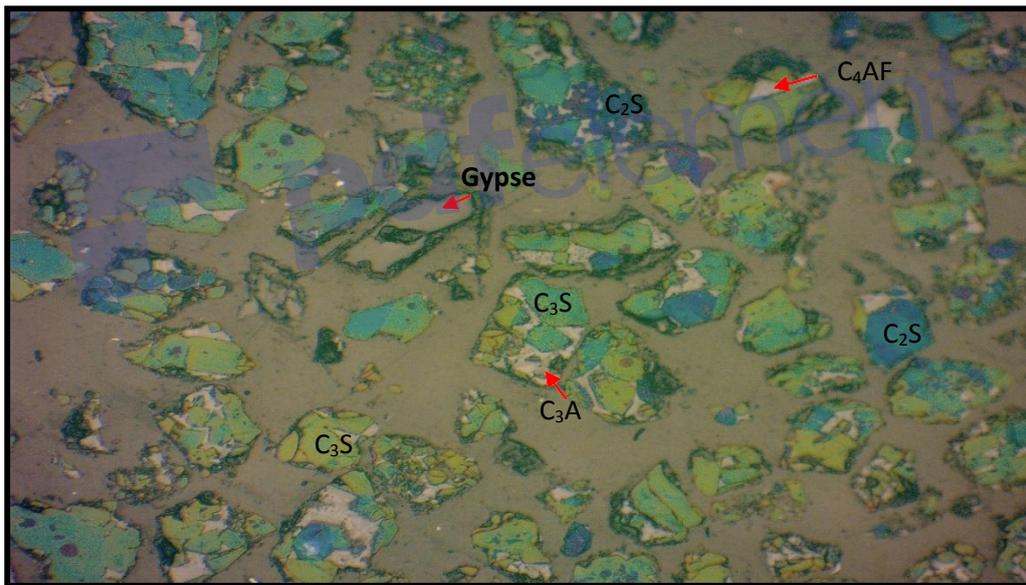
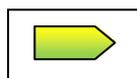
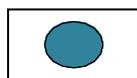


Figure III.10-Observation des différents constituants du ciment (C_3S , C_2S , C_3A , C_4AF , Gypse)



Cristaux de Alite(C_3S)



Cristaux de Bélite (C_2S)

La vue au microscope optique d'une lame mince de clinker met en évidence la présence de C_3S qui est facilement reconnaissable à ses grands cristaux aux contours polygonaux. Le C_2S , en bleu, est plutôt arrondi. La partie beige est constituée par la phase dite interstitielle d'aluminates (C_3A+C_4AF). La partie en marron est constituée de résine pour la confection de la lame mince.

Dans le tableau ci-dessous, la Composition minéralogique du ciment est donnée.

Echantillon	Constituants minéraux	Teneur en %
Ciment	C_3S	56
	C_2S	20
	C_3A	08
	C_4AF	10
	CaO_L	<0,2
	Régulateur de prise Gypse	0,5

Tableau III.7-Composition minéralogique du ciment

II.3. Sable normalisé :

II.3.1. Définition :

Le sable est le constituant du squelette granulaire qui a le plus d'impact sur les qualités du béton et du mortier [50]. Il doit être propre et ne pas contenir d'éléments nocifs. Dans notre étude expérimentale, nous avons utilisé un sable normalisé CEN (sable normalisé ISO). C'est un sable naturel, siliceux notamment dans ses fractions les plus fines. Il est propre, les grains sont de forme généralement isométrique et arrondie.

En vue de son utilisation dans la confection du mortier, le sable doit être soumis à des essais de laboratoire, à savoir l'analyse chimique, l'analyse granulométrique, l'essai de l'équivalent de sable, le module de finesse, la valeur bleue de méthylène.

Ces différents essais physiques permettent d'identifier un sable pour la confection de mortiers [51].

Le sable est conditionné en sachets de polyéthylène contenant chacun $1\,350 \pm 5$ g comme le montre la figure III.12.



Figure III.11 - Sable normalisé CEN certifié conforme EN 196-1[47].

II.3.2. Analyse chimique du sable utilisé :

La composition chimique du sable normalisé est donnée dans le tableau suivant.

Composant	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	P ₂ O ₅	P.A. F
Teneur %	98,05	0,54	0,07	0	0,16

Tableau III.8- composition chimique du sable normalisé

II.3.3. Analyse granulométrique du sable utilisé :

L'analyse granulométrique a pour objet de déterminer la grosseur des grains qui constituent les granulats (dans notre cas le sable) et le pourcentage de chaque grosseur selon la norme NF EN 933-2. L'essai granulométrique consiste à fractionner au moyen d'une série de tamis un matériau pulvérulent en plusieurs classes granulaires. Le

matériau étudié est placé en partie supérieure des tamis et les classements des grains s'obtiennent par vibration de la colonne de tamis.

Tamis ouverture de mailles (mm)	Refus cumulés en %
0,08	99±1
0,16	87±5
0.50	67±5
1.00	33±5
1.60	7±5
2.00	0±

Tableau III.9-Compositions granulométrique du sable normalisé

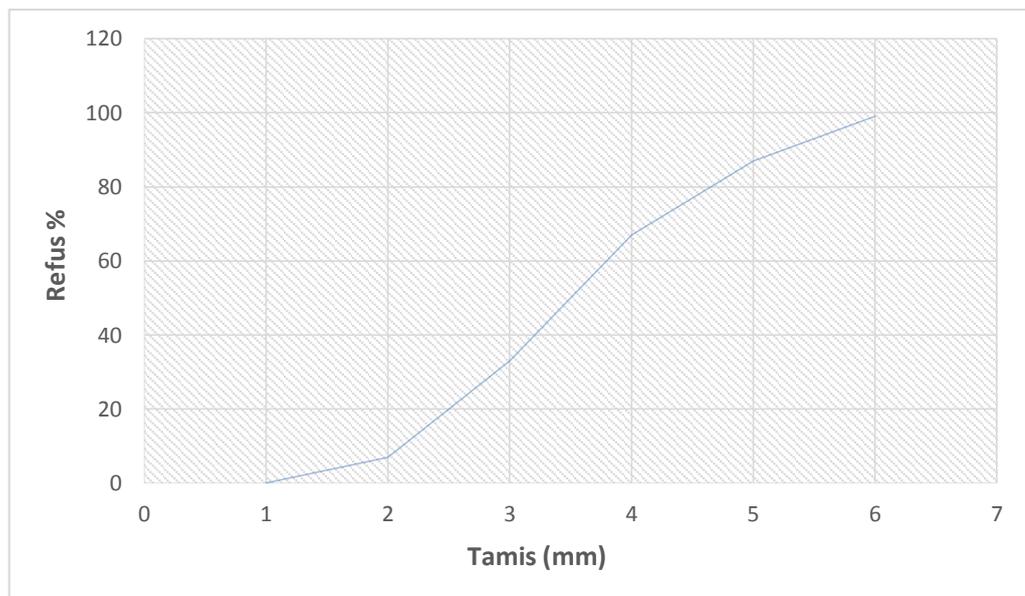


Figure III.12- Courbe granulométrique du sable normalisé.

Les propriétés physiques et chimiques du sable utilisé sont rassemblées dans le tableau suivant.

Forme	Solide cristallin en grain angulaire
Couleur	Gris ocre
Teneur en silice	> 95 %
Masse volumique apparente (g/cm ³)	1,70
Masse volumique absolue (g/cm ³)	2,63
Module de finesse (MF)	2,72
Valeur du bleu méthylène (VB)	0,59

Tableau III.10-Propriétés physiques et chimiques du sable utilisé

II.4. Eau de gâchage :

II.4.1. Introduction :

L'eau joue un rôle important, elle sert à hydrater le ciment, elle facilite aussi la mise en œuvre du béton ou du mortier, ainsi elle contribue à son ouvrabilité. L'eau de gâchage utilisée pour la confection des mortiers doit être pure le plus possible. Cette eau est de l'eau potable du laboratoire de CETIM, qui est alimenté par le réseau public.

II.4.2. Caractéristiques de l'eau utilisée :

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

III. Les essais sur matériaux anhydres :

III.1. Détermination de la masse volumique :

Pour la détermination de la masse volumique de la vase et du ciment, il faut suivre les étapes suivantes :

- Peser une masse M du matériau (ciment et vase).
- Introduire le liquide non réactif avec le matériau (benzène ou kérosène pour le ciment et l'eau pour la vase) dans le densimètre. La graduation inférieure est notée V_0 .
- Placer le densimètre dans un bain thermostatique à température constante ($20 \pm 2^\circ\text{C}$).
- Attendre 20 minutes et corriger le niveau si nécessaire après stabilisation de la température.
- Introduire la poudre de ciment et de la vase dans le Densimètre.
- Agiter doucement en faisant tourner le densimètre pour chasser l'air entraîné par la poudre.
- Remettre le densimètre dans le bain thermostatique.
- Après stabilisation du niveau lire le volume après introduction de la poudre dans le densimètre soit V_1 .
- Calcul de la masse volumique absolue par la relation :

$$\rho = \frac{M}{V_1 - V_0} \quad (\text{g/cm}^3)$$



Figure III.13 (a)- Flasque Le Chatelier contenant du ciment



VB



VCE



VCA

Figure III.13(b)- Flasque Le Chatelier contenant les différentes vases

III.2. La finesse (surface spécifique de Blaine) :

Les ciments se présentent sous forme de poudre finement divisée. Cette finesse est une caractéristique importante exprimée en (cm^2 / g). Lors du gâchage, plus la surface de ciment en contact avec l'eau est grande et plus l'hydratation est rapide et complète. Dans les cas courants, elle est de l'ordre de 3000 à 3500 cm^2 / g . Plus la

finesse de mouture est grande, plus la vitesse des réactions d'hydratation est élevée et plus ses résistances mécaniques à un âge jeune (à 2 jours de durcissement) sont grandes. En revanche, plus le ciment est fin plus le retrait est important.

La surface spécifique a été déterminée par l'appareil Blaine ou (Le densimètre de le Chatelier) selon la norme NF EN 196-6. Les étapes suivies lors de cette détermination sont les suivantes :

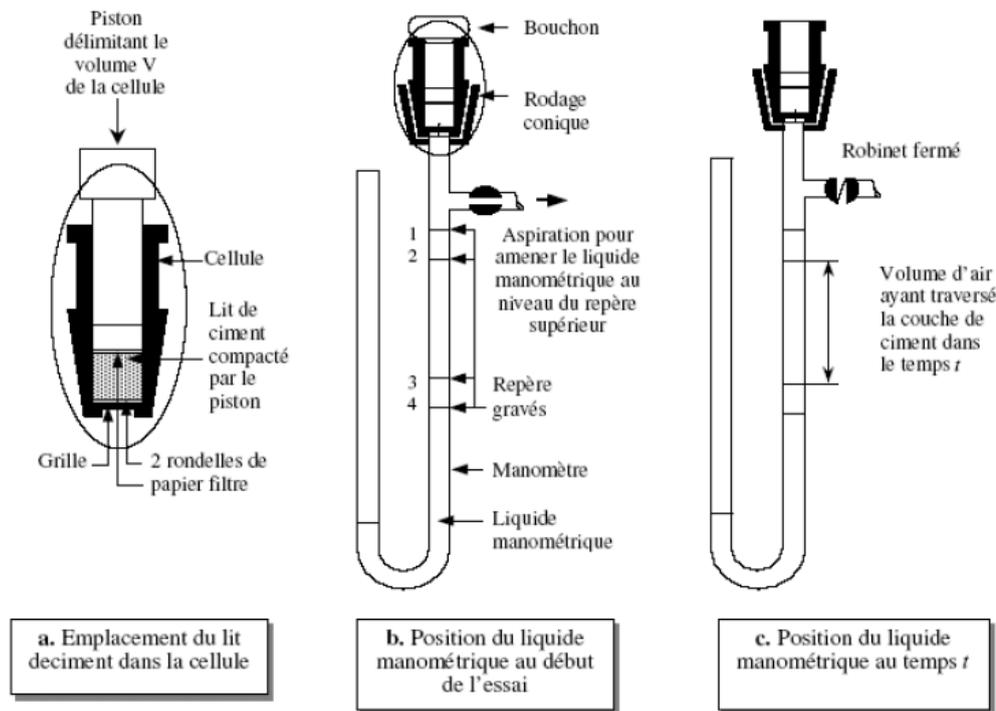


Figure III.14(a) Principe de fonctionnement de l'appareil Blaine

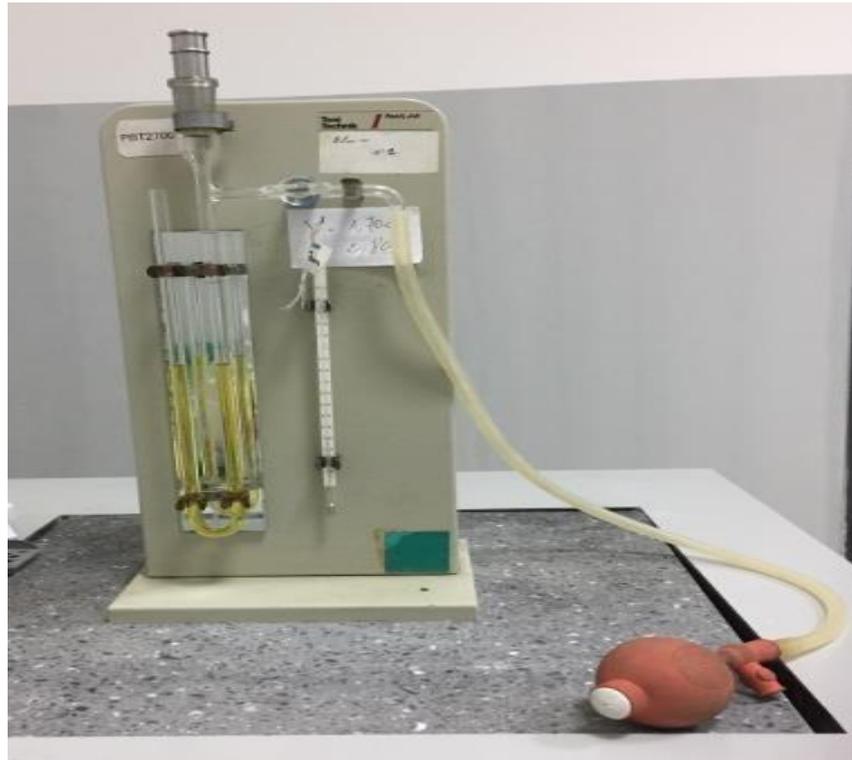


Figure.III.14(b)- Appareil Blaine

- Peser une quantité de ciment pour obtenir un lit de ciment de porosité $e = 0.500$.
- Mettre la poudre de ciment dans la cellule puis compacter à l'aide du piston.
- Placer la surface conique de la cellule dans le rodage conique au sommet du manomètre.
- Obturer le dessus du cylindre avec bouchon adéquat. Ouvrir le robinet d'arrêt en amenant le niveau du liquide à la première ligne.
- Fermer le robinet d'arrêt et enlever le bouchon du cylindre.
- Démarrer le chronomètre dès que le liquide atteint la deuxième ligne.
- Arrêter le chronomètre dès que le liquide atteint le troisième repère.
- Relever le temps à 0.2s près et la température à 1°C près.
- Calculer la surface spécifique du ciment par la formule ci-dessous.

La surface spécifique est calculée en utilisant la formule : $S = K \frac{\sqrt{e^3} \cdot \sqrt{t}}{\rho(1-e)\sqrt{\eta}}$

Avec :

- **S** : Surface spécifique (cm^2/g)
- **K** : Constante de l'appareil ($k=2,806$)
- **e** : Porosité du ciment dans la cellule.
- **t** : Temps mesuré en secondes
- **ρ** : Masse volumique (g/cm^3)
- **η** : Viscosité de l'air à la température d'essai.

IV. Essai sur pâtes cimentaires :

Dans cette étude, la vase est substituée en différents pourcentages (10%, 20% et 30%), dans le but d'étudier l'influence de l'effet de ces ajouts pouzzolaniques sur l'évolution des propriétés d'une matrice cimentaire. Pour avoir une idée approfondie sur cette influence, l'étude concernera les ciments anhydres (ciment à l'état brut), les pâtes de ciment (ciment hydraté) ainsi que les mortiers normalisés (mélange de ciment, sable...).

	Sable	Ciment (CPA)		Vase		Eau (cm^3)
	Masse (g)	Pourcentage %	Masse (g)	Pourcentage %	Masse (g)	
Témoin	1350	100	450	0	0	225
V ₁₀	1350	90	405	10	45	225
V ₂₀	1350	80	360	20	90	225
V ₃₀	1350	70	315	30	135	225

Tableau III.11- Composition pondérales des différents mortiers.

IV.1. La consistance normale :

L'essai de consistance est effectué avec l'appareil de Vicat conformément à la norme 196-3, la consistance de la pâte de ciment est une caractéristique qui évolue au cours du temps. Le but de cet essai est de déterminer la quantité optimale d'eau de gâchage pour l'obtention d'un bon mortier. La consistance est évaluée en mesurant l'enfoncement d'une aiguille cylindrique de diamètre $\varnothing = 10$ mm sous l'effet d'une

charge constante (300g). L'enfoncement est d'autant plus rapide et important que la consistance est plus fluide.

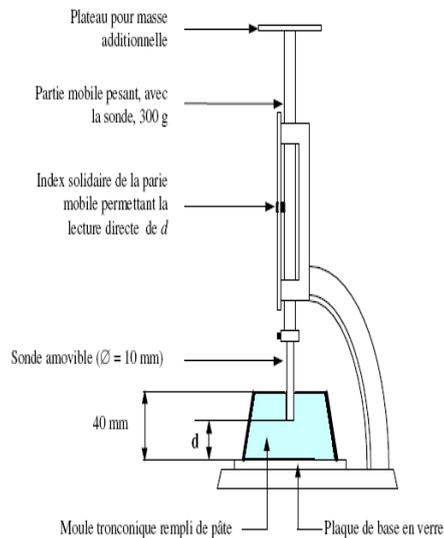


Figure III.15- Appareil de Vicat muni de la sonde de consistance

IV.2. Temps de prises :

Le temps de début et de fin de prise sont mesurés à l'aide de l'appareil de Vicat (manuel ou automatique) suivant la norme NF EN 196-3, afin d'étudier l'influence de l'ajout de la vase (à l'état brute et calcinée) sur le comportement des pâtes cimentaires.

L'appareil est composé d'une tige mobile verticale pesant 300 g et prolongée d'une aiguille de section 1 mm^2 . L'aiguille est enfoncée à intervalles de temps réguliers dans un moule tronconique de 4 cm de haut contenant 80 ml de pâte. On dit qu'il y a début de prise lorsque l'aiguille n'est plus capable de transpercer la totalité de la pâte, mais s'arrête à $4 \pm 1 \text{ mm}$ du fond du moule. Le temps de fin de prise est le temps au bout duquel l'aiguille ne s'enfonce que de 0,5 mm dans l'éprouvette.



Figure III.16 -Appareil de Vicat automatique

IV.3 Détermination de l'expansion :

L'essai consiste à mesurer l'augmentation de volume provoquée lors de la réaction d'hydratation par la présence de l'oxyde de calcium ou de magnésium contenu dans les ciments étudiés. Elle consiste à faire accélérer la réaction d'hydratation par un traitement thermique de la pâte pour pouvoir observer une expansion éventuelle des pâtes étudiées. La pâte de consistance normalisée est introduite dans deux moules en laiton. Les moules sont conservés pendant 24h dans l'armoire humide. Au bout de ce temps on mesure, à 0.5 mm près, l'écartement **A** des pointes des aiguilles. Le moule est entreposé dans la bouilloire pendant $3h \pm 5mn$ à une température d'ébullition. Soit **B** l'écartement au bout de ce temps des pointes des aiguilles et soit **C** l'écartement après refroidissement à $20^{\circ}C$ (voir la figure III. 18).

La stabilité est caractérisée par la différence entre les deux écartements C et A (**C-A**) :

- Stabilité = C-A
- Expansion = B-A

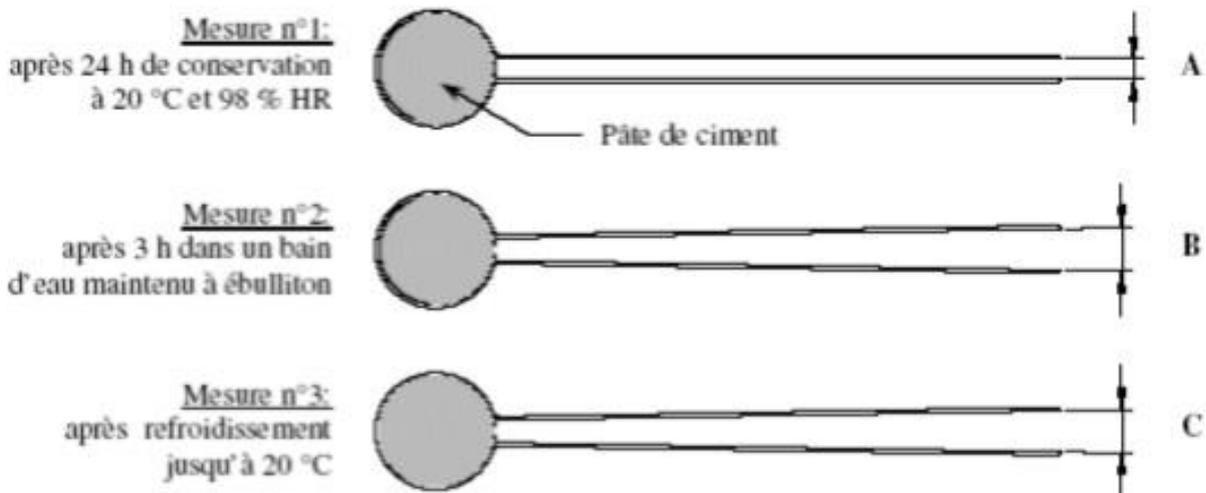


Figure III.17-Essai de stabilité avec l'appareil Le Chatelier

V. Essais sur mortiers

V.1. Préparation des éprouvettes (Norme EN 196-1) :

Le mortier normal est un mortier qui sert à définir certaines caractéristiques des ciments, notamment la résistance à la compression. Les mortiers normalisés ont été préparés selon la formulation suivante :

- 450 ± 2g de ciment seul ou substitué (les taux de substitution massiques étudiés sont 10, 20 et 30%).
- 1350 ± 5g de sable normalisé, ceci correspond donc à un rapport sable/ciment égal à 3.
- 225 ± 1g d'eau (le taux de Léau de gâchage a été maintenu constant pour l'ensemble des gâchées : E/C=0.5). Cette approche permet de réduire le nombre de paramètres variant simultanément.

Le mortier normal décrit précédemment est réalisé à l'aide d'un malaxeur COTROLAB, dans une cuve de cinq litres répandant aux caractéristiques de la norme. Cette cuve nous permet de réaliser la quantité de mortier nécessaire à l'élaboration des éprouvettes. Le mortier normal est préparé en remplissant un moule 4 x 4 x 16 cm. Après le malaxage, le mortier obtenu est ensuite placé en deux couches dans un moule

métallique constitué de trois compartiments permettant la réalisation de trois éprouvettes 4 cm x 4 cm x 16 cm. La mise en place du mortier est réalisée par l'intermédiaire d'une table à chocs, chaque couche subissant 60 chocs normalisés.

Entre 20 et 24 heures après le début du malaxage, ces éprouvettes sont démoulées et entreposées dans de l'eau à $20 \pm 1^\circ\text{C}$ jusqu'au moment de l'essai de rupture.



Figure II.18- Malaxeur normalisé.



Figure III.19- Table à chocs pour Prisme de moule



Figure III.20- Moule à 3 compartiments pour mortier 4 x 4 x 16 cm

V.2. Essai de résistance mécanique :

Il s'agit de définir la qualité de résistance ; c'est-à-dire de déterminer la contrainte de rupture à la traction par flexion et la contrainte de rupture à la compression des pâtes en fonction du pourcentage des ajouts.

La détermination des résistances mécaniques a été effectuée selon la norme NE196-1. Les résultats obtenus à différentes échéances représentent la moyenne de deux échantillons. Les mesures se font sur des éprouvettes de pâte pure normal 4x4x16 cm démoulées à un jour et conservées dans l'eau à une température de 20°C jusqu'au moment de l'essai. Les essais mécaniques normalisés ont été réalisés aux échéances de 2, 7, 28 jours de façon à observer l'évolution progressive des performances. Chaque éprouvette donne un résultat de flexion et deux résultats de compression. Chaque résistance à la compression correspond à la moyenne de deux mesures.

V.2.1. La résistance à la flexion :

Pour la détermination de la résistance à la flexion, on utilise la méthode de la charge concentrée à mi portée au moyen du dispositif de flexion normalisé. L'essai est dit l'essai de flexion 3 points, réalisé sur des prismes 4x4x16cm. Le protocole suivi est celui de la norme EN 196-1.

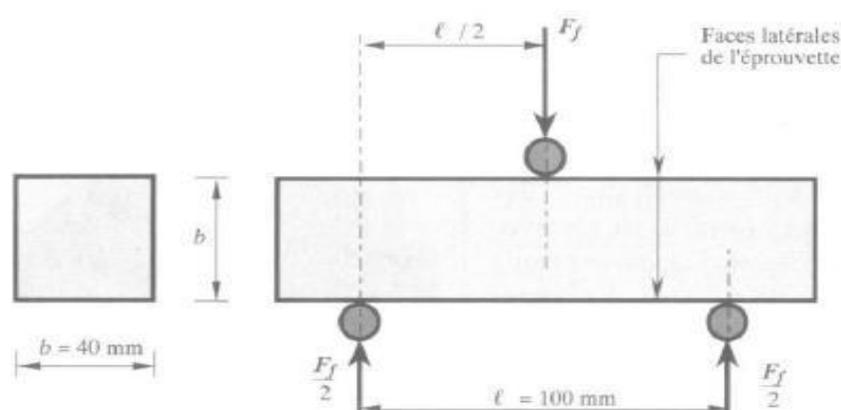


Figure III.21 - Principe de la flexion sur prisme.

Le bâti et l'échantillon sont installés au centre de la presse. Au cours de l'essai, la presse est programmée et pilotée en force à une vitesse de 10 N/s. L'échantillon subit une force qui est répartie linéairement sur la face supérieure. La répartition des contraintes est linéaire dans l'échantillon, la contrainte de traction étant maximale en face inférieure et pour une certaine valeur de contrainte, il y a rupture de l'éprouvette.



Figure III.22(a) -Appareil de flexion.



Figure III.22(b) - Essai de flexion.

V.2.2. Résistance à la compression :

L'essai est effectué sur les demi-prismes obtenus dans l'essai de flexion, ils sont écrasés en compression sur les faces latérales de moulage sous une section de 4cmx 4 cm. Les prismes sont testés en compression simple à l'aide d'un dispositif spécifique à la compression suivant la norme EN 196-1.

Le prisme est soumis à une force de compression jusqu'à la rupture. Pour cela, la presse est pilotée en déplacement à une vitesse de 500 μ m/s. Cette vitesse correspond à

la vitesse imposée pour les mortiers normalisés. Le principe de l'essai de compression demi-prisme est donné par la figure III.24.



Figure III.23(a)-Appareil de compression



Figure III.23(b)-Essai de compression.

La machine d'essai pour la détermination de la résistance à la compression doit avoir une capacité adaptée à l'essai, elle doit avoir une précision de $\pm 1,0$ % de la charge enregistrée. Les essais de compression ont été effectués sur une presse d'une charge de 200KN. Pour chaque essai, les 2 demi-éprouvettes obtenues après l'essai de flexion ont été testées. La valeur retenue présente la moyenne des deux.

V.3. Retrait et gonflement :

L'essai consiste à suivre l'évolution des changements dimensionnels d'une éprouvette de mortier normal conservé à l'air pour le retrait et à l'eau pour le gonflement.

Donc le retrait est une réduction de longueur d'un échantillon provoqué par la dessiccation. Le gonflement est une augmentation de longueur d'un échantillon provoqué par l'immersion dans l'eau. Trois prismes 4x4x16 cm sont préparés pour chaque essai de retrait et de gonflement.

Après le démoulage de l'éprouvette de dimension 4x4x16 cm, on procède immédiatement à la mesure de sa longueur, puis on refait la même mesure à 3, 7 et 28 jours selon la norme NF P15-433.

Mode opératoire :

Régler le comparateur à zéro juste au moment du démoulage de l'éprouvette sur la tige en invar de 160mm de longueur, soit L_0 la mesure de l'éprouvette. Soit $dL(t)$ la valeur lue sur le comparateur au temps t (3, 7 et 28 jours), la longueur de l'éprouvette est :

$$L(i) = L_0 + \Delta L$$

$L(i)$: Longueur de l'éprouvette à l'instant $t=0$ (qui se diffère de 160 mm à cause des défauts du moule).

ΔL : différence entre la longueur théorique du moule (160mm) et sa longueur réelle.

Le retrait (ou gonflement) à 3, 7 et 28 jours est donné par la formule :

$$\epsilon l(t) = 1000 dL(t) / L(i)$$

Avec : $dL(t)$ est la variation de longueur (en μm) : $dL(t) = L(t) - L(i)$

- Si les éprouvettes sont conservées dans l'air, $dL(t)$ est **néгатif** et on parle de **retrait**.
- Si les éprouvettes sont conservées dans l'eau, $dL(t)$ est **positif** et on parle de **gonflement**.



Figure III.24- Appareil de retrait et gonflement.

Chapitre IV:

Résultats et interprétations

I. Introduction :

Nous présentons dans ce chapitre les résultats des différents essais effectués sur des ciments anhydres (ciment à l'état brute), pâtes de ciment (ciment hydraté) et mortiers (mélanges sable ciment eau) normalisés, confectionnés à partir de différentes combinaisons de vase (vase brute, vase calcinée trempée à l'air, vase calcinée trempée à l'eau) et à différents pourcentages (10%, 20% et 30%).

II. Les essais sur matériaux anhydres :

II.1. Pouzzolanicité de la vase brute et calcinée déterminée par l'essai de la chaux saturée :

La détermination de la réactivité pouzzolanique par l'essai de la chaux saturée est indiquée par la quantité d'ions Ca^{2+} fixées par la silice et /ou l'alumine de l'échantillon utilisée, les résultats obtenus par titrage de la vase brute et calcinée durant 30 jours sont regroupés dans le tableau IV.1.

Témoin (CaO) (ml)	VB (ml)	VCA (ml)	VCE (ml)
38,9	29,6	38,7	30,6
38,7	33,6	38	30,3
39,2	33,7	38,5	31
39,9	34,8	38	32,9
38,4	37	37,6	32,4
39,5	37,8	37,5	31,7
37	38	35,7	33
38,3	36,6	34,5	33
38,7	37,3	37,4	33,5
38,9	35,8	34,3	32,9
39,6	36,2	32,7	31,8
39,5	37,2	33,5	34
38,4	37,8	34,7	35,1
39	36,3	31,7	32
41	38,7	32,6	34

Tableau IV.1 : résultats du titrage des solutions contenant les ajouts minéraux (VB, VCA, VCB)

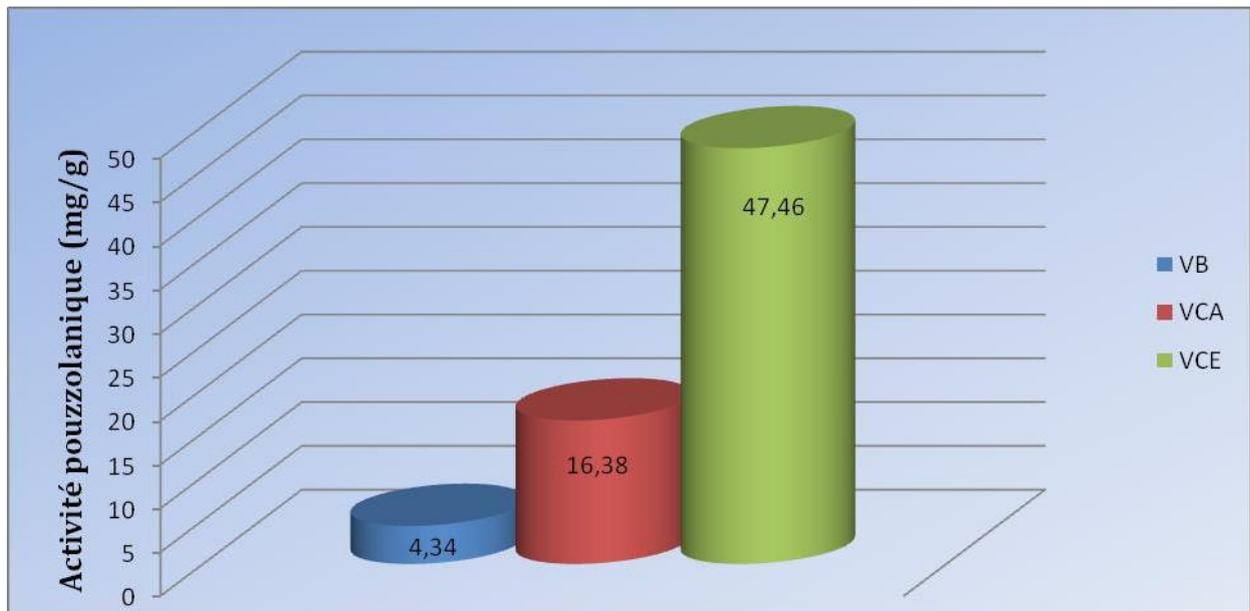


Figure IV.1 résultats de l'essai de la chaux saturée sur la vase brute (VB), vase calcinée trempée à l'air (VCA) et vase calcinée trempée à l'eau (VCE).

Selon les résultats obtenus par l'essai de la chaux saturée, les deux variantes de la vase, à savoir la vase calcinée trempée à l'air (VCA) et la vase calcinée trempée à l'eau (VCE), présentent une forte activité pouzzolanique par rapport à la vase brute (VB). D'après la littérature [52], la calcination des argiles contenant du kaolin permet la déhydroxylation et la formation du métakaolin, la structure amorphe de ce dernier le rend plus réactive que l'argile de départ. Il s'agit d'une réaction acido-basique entre la chaux (basique) et la silice ou l'alumine (à caractère acide), ce qui explique la forte diminution de la concentration en CaO de la solution.

La calcination de la vase brute a permis la transformation du kaolin en métakaolin ce qui a donné une forte consommation de CaO donc une pouzzolanité élevée :

$VB (4,43 \text{ mg/g}) < VCA (16,38 \text{ mg/g}) < VCE (47,46 \text{ mg/g})$.

Nous constatons aussi que la vase calcinée trempée à l'eau présente des meilleurs résultats que celle calcinée trempée à l'air. Ces résultats peuvent être expliqués par l'importance du choc thermique que la vase trempée à l'eau a subi et qui a permis de figer la structure amorphe du métakaolin par rapport à la VCA.

La figure IV.2 montre l'évolution du volume de la vase suite à la fixation de la chaux après 30 jours d'immersion dans une solution de chaux saturée.

II.2. Analyse thermique ATG/ATD de la vase de barrage :

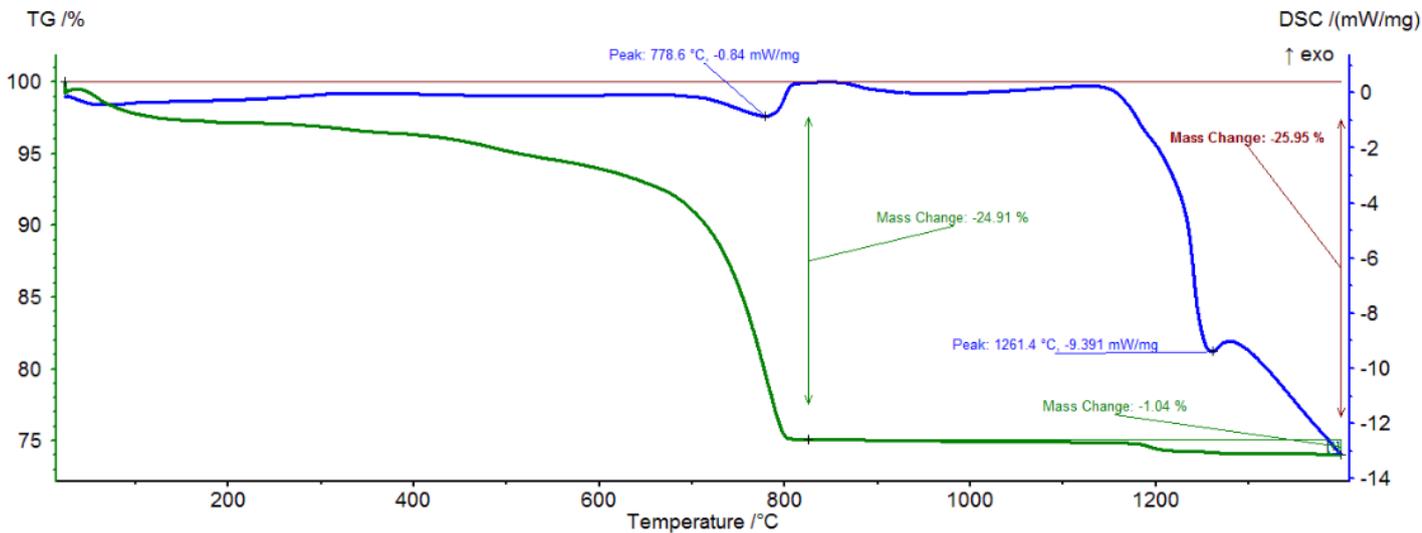


Figure IV.2 Analyses thermiques ATG / ATD de la vase de barrage

L'analyse ATD/ATG marque une variation de masse linéaire avant 400°C qui n'est pas représentatif, et présente une seule perte de masse débute vers 500°C et est terminée à 800°C, elle est relative à un départ d'eau liée dans le matériau et de la matière organique. La courbe d'analyse thermique différentielle présente 2 pics endothermiques :

Le premier, vers 780°C, associé à la perte de masse en ATG, correspondant à la formation de métakaolin ($2\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$) sachant que la calcination entraîne une réaction de déhydroxylation du matériau, avec une destruction de la structure cristalline initiale conduisant à une nature amorphe du matériau, qui lui confère un pouvoir pouzzolanique élevé.

Le second, vers 1260°C, sans perte de masse ; le métakaolin subit un réarrangement structural et se transforme en mullite ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$) (phase riche en aluminium) : c'est la phase de recristallisation [53].

II.3. Analyse par diffraction des rayons X (DRX)

Les figures IV.3 ; IV.4 et IV.5 illustrent la courbe DRX du sédiment brut et le changement de la composition cristalline de la vase après le traitement thermique.

La composition minéralogique des différentes vases obtenue par DRX est consignée dans le tableau IV.2.

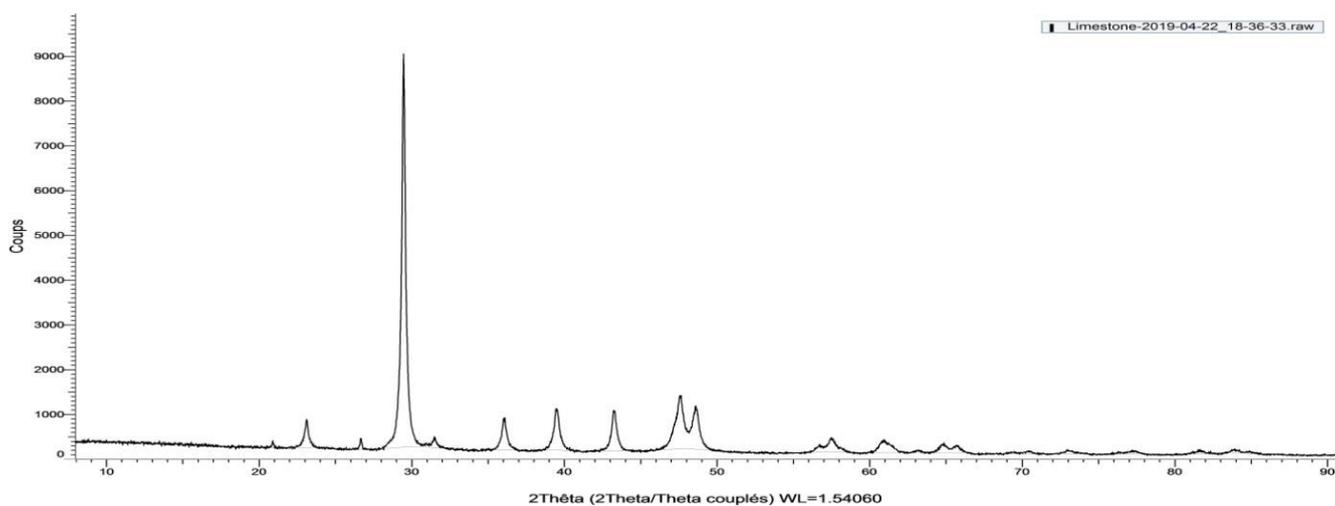


Figure IV.3. Diffractogramme RX de la VB

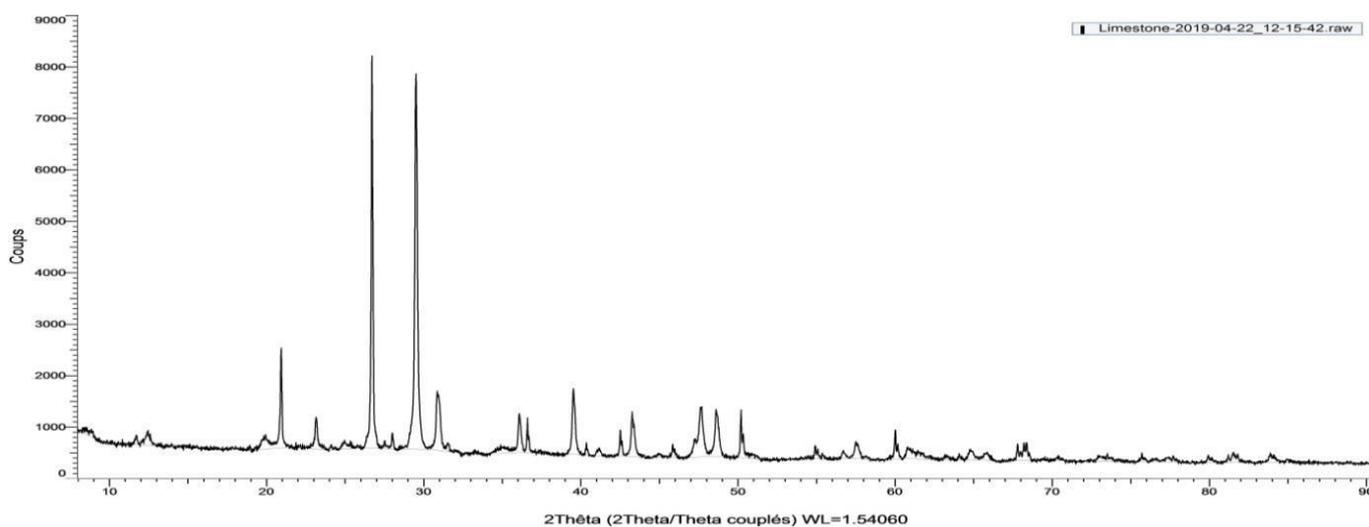


Figure.IV.4-Diffractogramme RX de la VCA

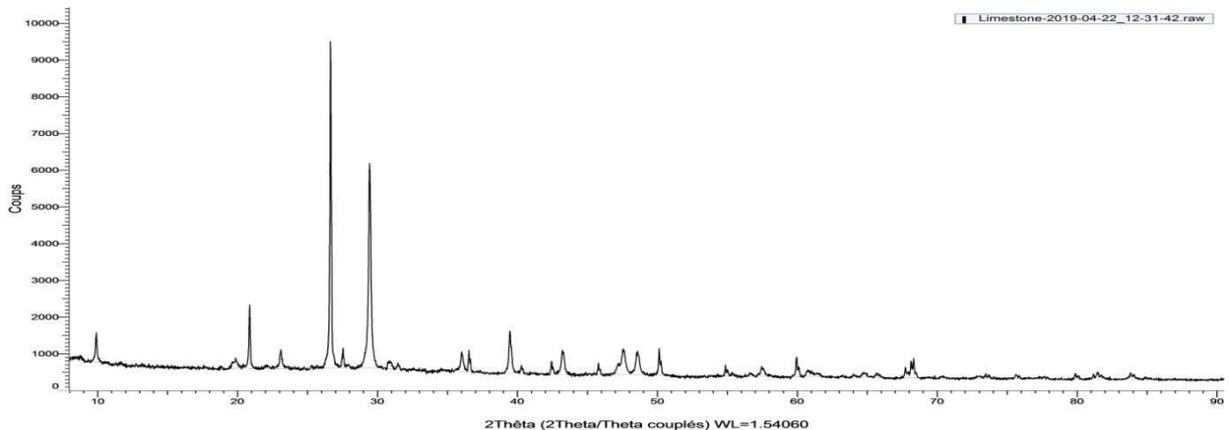


Figure IV.5-Diffractogramme RX de la VCE

	Calcite	Dolomite	Quartz	Pyrite	Illite	Chlorite	Kaolinite	Albite	CO ₂
VB	47,98	6,97	25,45	0,04	11,81	0,92	5,68	1,14	24,42
VCA	43,38	0,96	39,99	0,17	14,08	0,01	0	1,41	19,53
VCE	47,34	1,33	34,02	0,1	12,12	0,4	0,28	4,42	21,45

Tableau IV.2 composition minéralogique de la vase

L'analyse par DRX de la vase montre l'existence, à différents pourcentages, des pics correspondants aux minéraux tels que : la kaolinite, la calcite et le quartz...

Nous nous intéresserons à la Kaolinite qui après calcination à 750 °C pendant 5 heures se transforme en métakaolin. En effet les courbes DRX des vases calcinées à 750 °C montrent la diminution de la composition en Kaolinite : 0,28 % pour la vase calcinée trempée à l'eau et une disparition totale pour la vase calcinée trempée à l'air par rapport à un pourcentage de 5.68% dans la vase à l'état brute.

Le faible degré de cristallinité du produit de cette calcination, en l'occurrence le métakaolin rend la silice et l'alumine potentiellement réactives. L'activité

pouzzolanique est liée à cette particularité. Donc une calcination à 750°C pendant 05 heures devrait nous assurer la réactivité pouzzolanique recherchée pour les pourcentages de substitutions envisagés.

III. Les essais sur la pâte cimentaire :

III.1. Influence des ajouts sur la consistance (E/C) des pâtes cimentaires :

Les résultats de la consistance normale du ciment composé de vase brute, vase calcinée trempée à l'eau ou de la vase calcinée trempée à l'air sont donnés dans la figure IV.6.

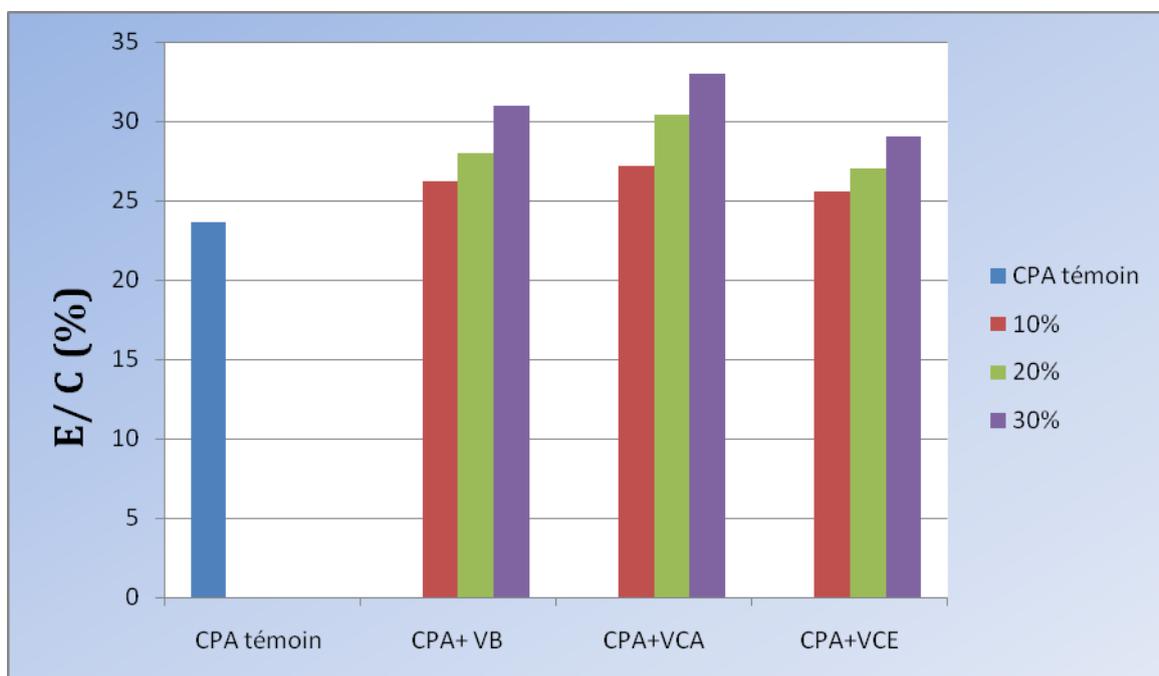


Figure IV.6- Evolution des consistances en fonction de variation des ajouts.

Les résultats obtenus montrent que la demande en eau nécessaire pour obtenir une consistance normalisée, a augmenté dans toutes les variantes par rapport au témoin. Le rapport (E/C) eau/ciment augmente avec l'augmentation du pourcentage de l'ajout, mais se diffère par rapport à la nature de la vase ajoutée, cela est probablement dû à la

surface spécifique et à la composition minéralogique de l'ajout qui absorbe une quantité considérable en eau destinée à l'hydratation du ciment.

III.2. Influence des ajouts sur le temps de prise :

Les résultats des temps de prise (début et fin de prise) des ciments composés de 10% ,20% et 30 % de vase brute et calcinée ainsi ceux mesurés sur des pâtes témoins sont représentés par les Figures IV.7 et IV.8

Type des ciments	CPA Témoin	CPA+VB			CPA+VCA			CPA+VCE		
		10% VB	20% VB	30% VB	10% VCA	20% VCA	30% VCA	10% VCE	20% VCE	30% VCE
Début de prise (min)	170	220	285	235	160	160	175	175	175	185
Fin de prise (min)	260	310	335	275	255	255	275	260	280	310

Tableau.IV-3- la variation de début et fin de prise en fonction du pourcentage d'ajouts.

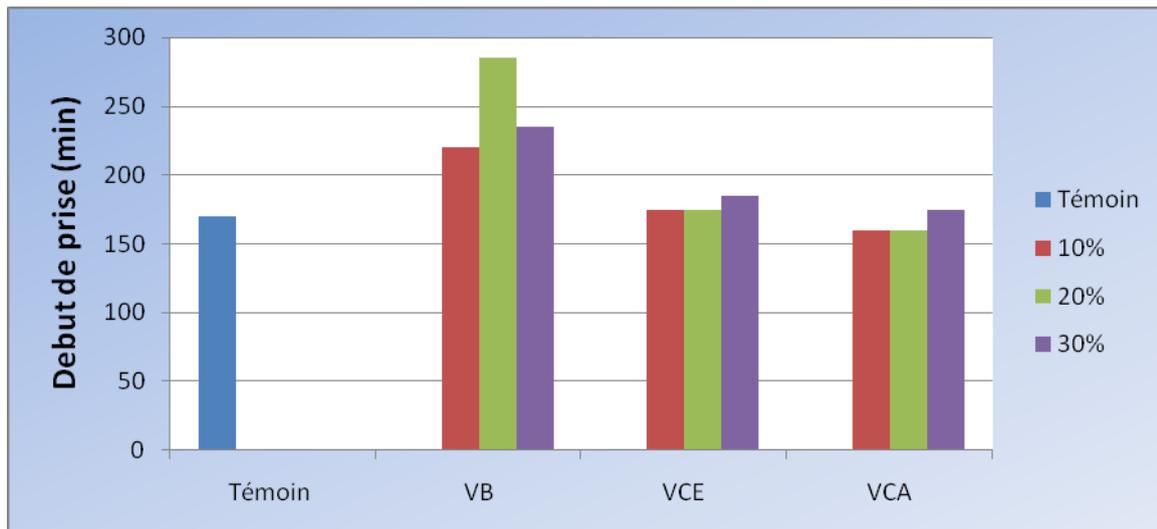


Figure IV.7 -début de prise des pâtes cimentaires

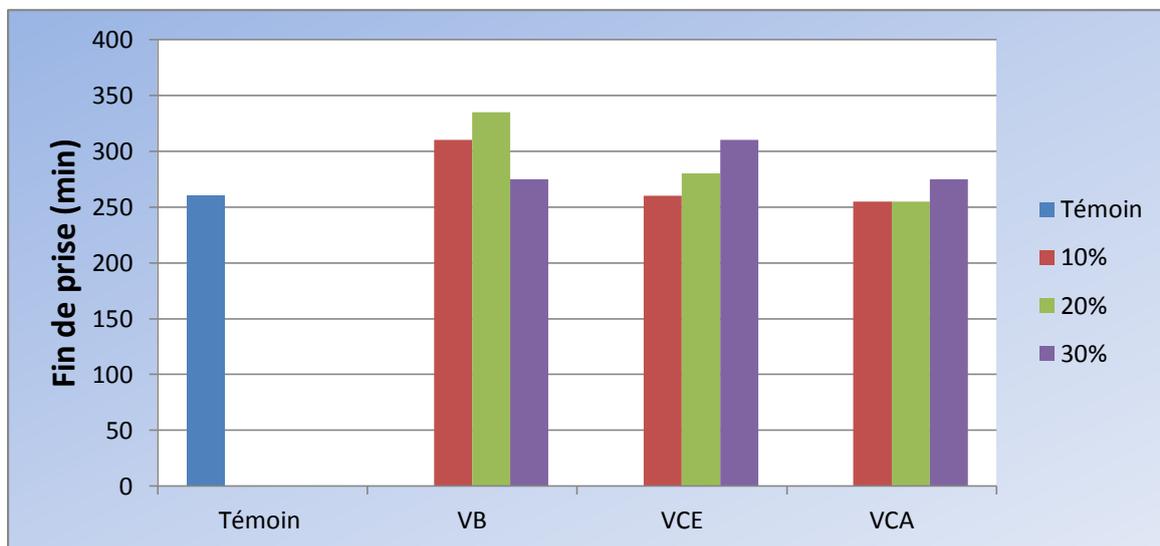


Figure IV.8 - fin de prise des pâtes cimentaires

Il est constaté que les temps de début et de fin de prise varient avec l'augmentation du pourcentage d'ajout additionné. L'ajout de la vase calcinée trempée à l'air à 10% ,20% et 30 % affecte légèrement les temps de prise puisqu'un écart de ± 5 à 10 minutes est enregistré entre ces dernières et la pâte témoin.

Pour la vase calcinée trempée à l'eau, les temps de prise sont presque similaires à ceux du témoin, à l'exception de 30% qui enregistre une augmentation de 15 minutes pour le début de prise et de 50 minutes pour la fin de prise.

L'addition de 10% ,20% et 30 % de vase brute augmente énormément les temps de prise : Pour le début de prise nous remarquons que les pâtes à base de 10%, 20% et 30 % de vase brute présentent une augmentation de 129%, 167% et 138% respectivement par rapport aux pâtes témoin. Pour la fin de prise nous remarquons que les pâtes à base de 10%, 20% et 30 % de vase brute présentent une augmentation de 119%, 128% et 105% respectivement par rapport aux pâtes témoin.

L'étude a aussi confirmé que la prise est plus rapide pour le témoin que pour le ciment contenant des ajouts car l'influence de la vase a eu pour effet de retarder l'hydratation du ciment.

III.3. Influence des ajouts sur l'expansion des pâtes de ciment :

Les résultats de la Figure IV.9 indiquent que l'expansion à chaud (hydratation accélérée par traitement thermique à 100° C) augmente avec l'augmentation des pourcentages des ajouts. Nous remarquons aussi que l'expansion à 20% et à 30% à augmenter par rapport au ciment témoin, par contre celle de 10% n'a pas d'effet significatif sur la stabilité du ciment et reste égale à la limite maximale imposée par la norme EN 196-3 qui est de 10 mm.

Type des ciments	CPA Témoin	CPA+VB			CPA+VCA			CPA+VCE		
		10% VB	20% VB	30% VB	10% VCA	20% VCA	30% VCA	10% VCE	20% VCE	30% VCE
Expansion (mm)	10	10	20	20	10	20	20	10	20	20

Tableau.IV-4- Effet du taux d'ajouts sur l'expansion du ciment élaboré.

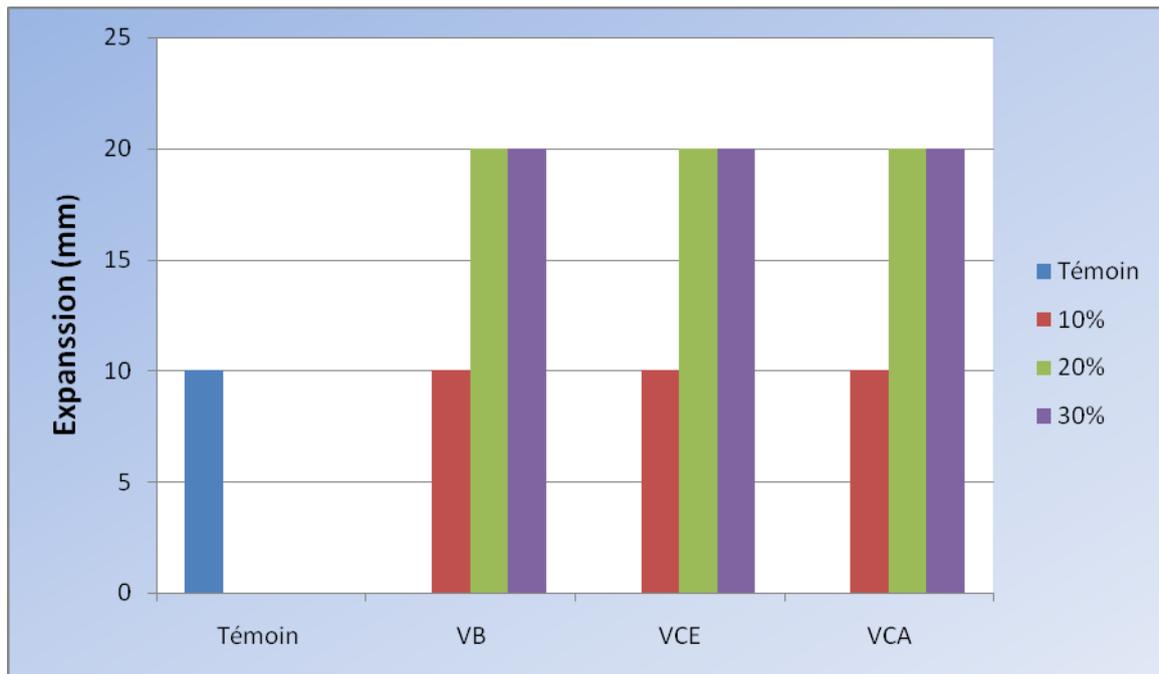


Figure IV.9 - Evolution de l'expansion des ciments en fonction de leurs teneurs en ajouts.

Cette augmentation de l'expansion peut être expliquée par la présence d'impuretés ainsi que d'autres éléments tels que la chaux libre et le MgO qui sont préjudiciables au ciment et qui donnent généralement une expansion plus élevée.

IV. Les essais sur mortier :

IV.1. Influence des pourcentages des ajouts sur la résistance mécanique :

Nous avons examiné la résistance mécanique des mortiers contenant différents pourcentages des vases en fonction des différents âges, à 2 ; 7 puis à 28 jours de leur durcissement. Les résultats sont présentés sur les figures IV.10 ; IV.11 et IV.12.

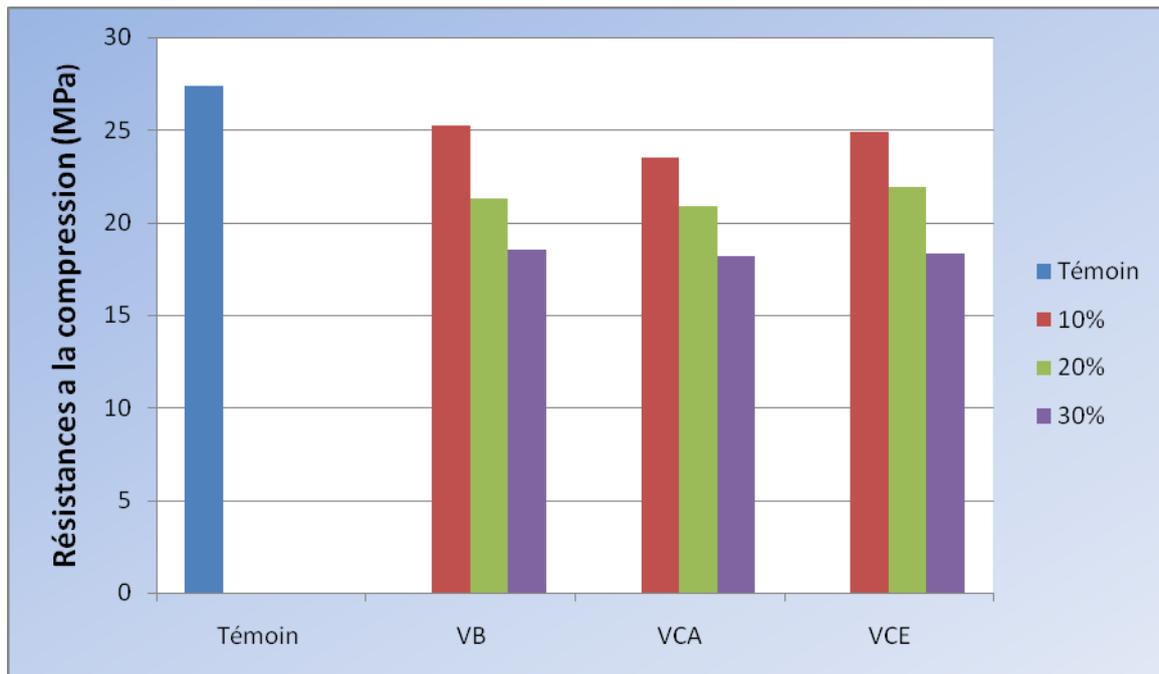


Figure IV.10 – Résistance à la compression des mortiers à 2j

L'analyse de la figure III.10, qui représente la résistance à la compression des mortiers à 2 jours, montre que la résistance à la compression diminue avec l'augmentation du pourcentage d'ajout pour les trois types de la vase.

Pour le mortier contenant 10%, 20% et 30% de la VCE, une baisse légère de 2,4% 5,4% et 9% respectivement, par rapport au mortier de référence (mortier témoin sans ajouts). La même remarque est portée dans le cas de la VCA puisque la résistance diminue avec un pourcentage de 3,8% ; 6,5% et 9,2% en augmentant la quantité de la VCA incorporée de 10% jusqu'à 30% dans le ciment.

Nous notons que le mortier contenant la vase brute présente la plus haute valeur de la résistance à la compression par rapport aux deux autres variantes, mais reste inférieur comparant au témoin à deux jours de durcissement, avec un écart de 2,2% ; 5,7% et de 8,8% pour 10% ; 20% et 30% de substitution.

Pour la résistance mécanique des mortiers à 7 jours, une nette augmentation est enregistrée par l'addition de 10% ; 20% et 30% de chaque variante au ciment. La substitution du ciment à 10% augmente sensiblement la résistance frôlant celle du

ciment témoin. En revanche, la plus faible résistance est enregistrée pour la vase brute avec un taux de substitution de 30%.

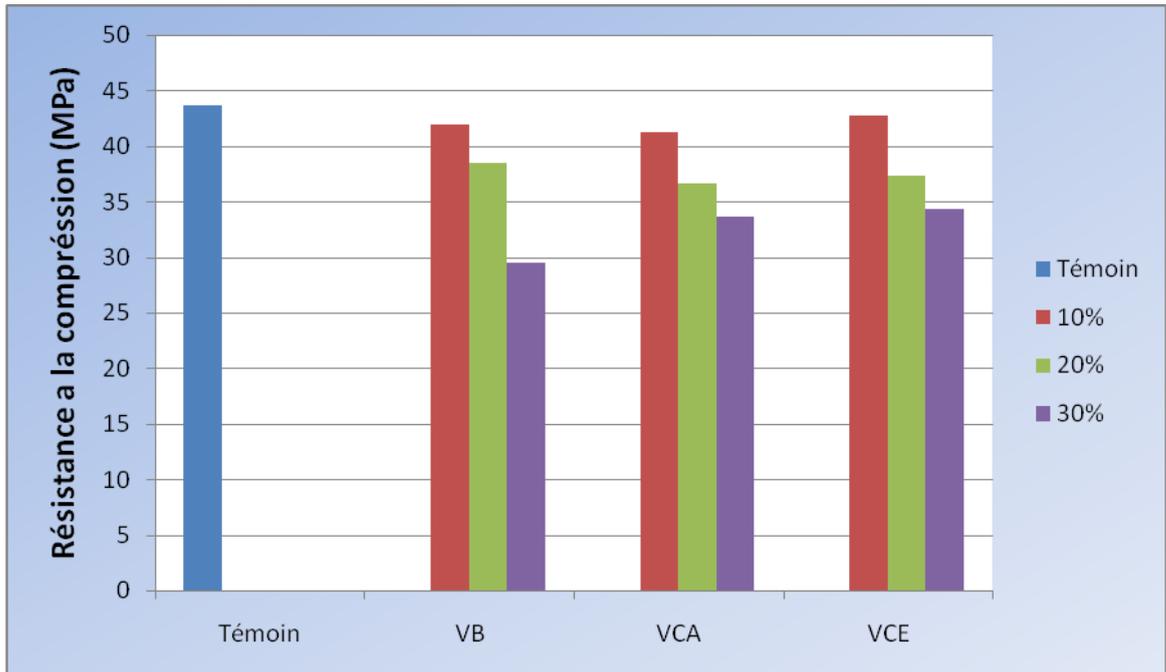


Figure IV.11-Résistance à la compression des mortiers à 7j

Les résultats des essais à la résistance mécanique sur des mortiers à 28 jours de durcissement, qui sont consignés dans la figure IV.12, montrent que :

La vase calcinée trempée à l'eau conserve son effet positif sur la résistance mécanique du ciment après 28 jours de durcissement notamment pour 10% d'addition avec une différence de 2% par rapport au témoin. Cependant les autres pourcentages des ajouts sont moins importants mais restent acceptables.

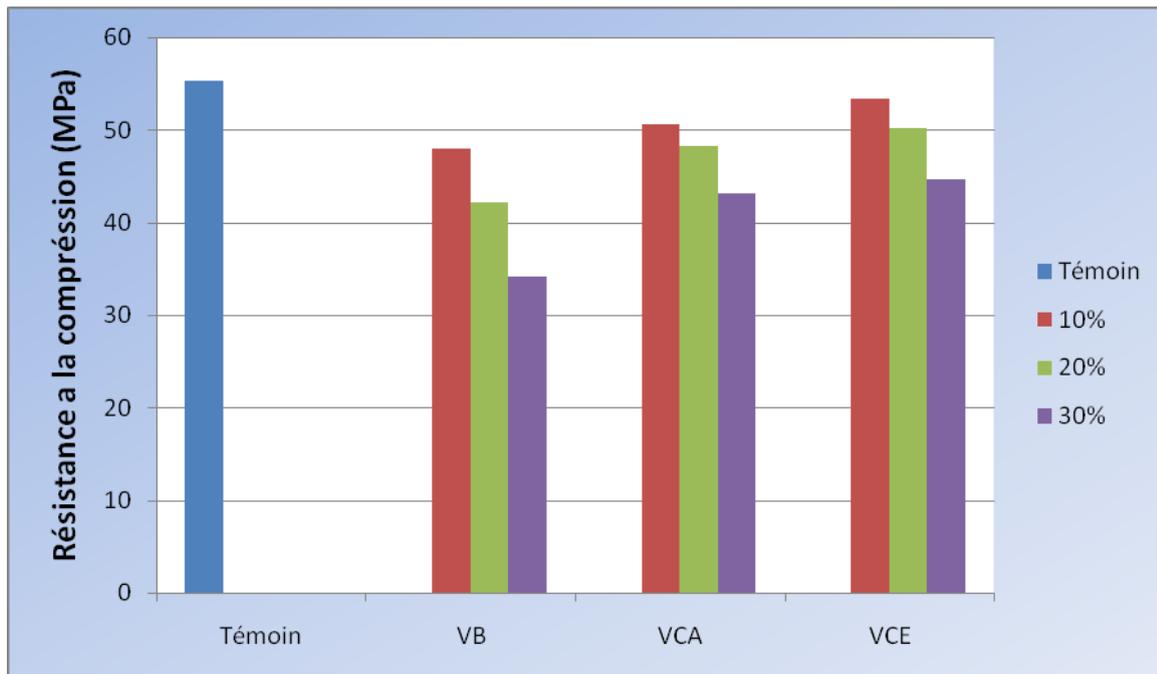


Figure IV.12 - Résistance à la compression des mortiers à 28j

D'après les résultats obtenus on remarque que la résistance à la compression des trois variantes augmente avec l'âge. Il est aussi constaté que la résistance à la compression des mortiers composés de vase est faible par rapport aux résultats obtenus pour le mortier témoin. Cette compression diminue avec l'augmentation du pourcentage de l'ajout et la diminution et d'autant plus importante au jeune âge.

En effet selon la littérature [52] les réactions pouzzolanique ne sont pas dominantes au jeune âge ceci mène à une hydratation du minerai C_3S (silicate tricalcique) et C_2S (silicate bicalcique) moins intense aux jeunes âges en induisant de faibles résistances, ce qui implique une faible formation de composés insolubles $[C-S-H, Ca(OH)_2]$ dans les mortiers composés d'ajouts. Ceci est aussi lié aussi à la faible présence des C_3S et le C_2S suite à la substitution d'une partie du ciment par la vase. A long terme les réactions pouzzolaniques forment des $C-S-H$ supplémentaires qui assurent une augmentation des résistances mécaniques.

Nous constatons aussi que les valeurs les plus élevées de la résistance à 28 jours sont attribuées à la VCE à l'inverse de la VB qui présente des valeurs de résistances

les plus faibles, cela peut être expliqué par La pouzzolanité des trois variantes qui sont classées comme suit : VB 4,43 (mg/g) < VCA 16,38 (mg/g) < VCE 47,46 (mg/g).

IV.2. Influence de la vase sur le retrait du mortier :

Les résultats issus de l'étude de l'influence de la vase sur le retrait du mortier sont consignés dans le tableau ci-dessous et sont représentés dans la **figure IV.13**.

	Retrait 3j ($\mu\text{m}/\text{m}$)	Retrait 07j ($\mu\text{m}/\text{m}$)	Retrait 28j ($\mu\text{m}/\text{m}$)
CPA (témoin)	110.5	220.2	575.5
10% VB	695.6	709.8	724.2
20% VB	793.1	831.8	866.8
30% VB	894.3	916.8	942.5
10% VCA	562.5	571.1	584.9
20% VCA	627.7	642.1	677.6
30% VCA	818.2	823.1	855
10% VCE	445.6	476.8	500
20% VCE	493.7	650	918.7
30% VCE	768.7	783.7	804.3

Tableau IV.5- Valeurs du Retrait des mortiers composés de différents pourcentages d'ajouts

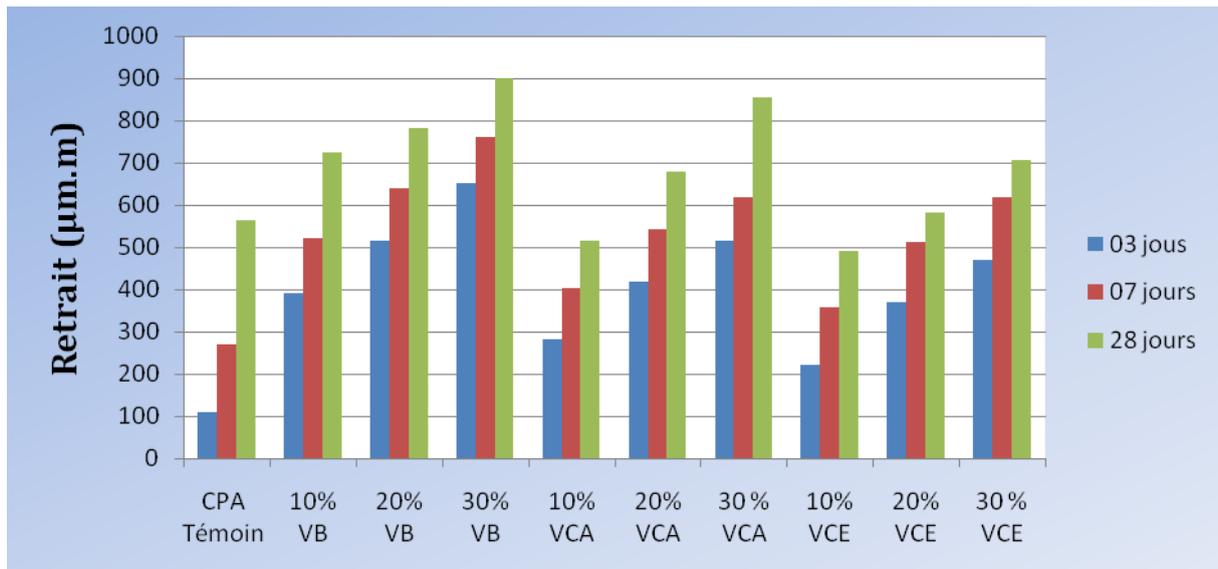


Figure IV.13-Evolution du Retrait du mortier en fonction du pourcentage des ajouts

L'analyse de ces différents résultats montre que l'augmentation du pourcentage de la vase fait augmenter le retrait des mortiers. Les principales remarques relatives au retrait observé pour les différents mortiers étudiés sont :

- Une augmentation de retrait avec l'âge du mortier. Cette augmentation est due à la création d'un fin réseau de pores capillaires à l'intérieur de la pâte de ciment hydraté. La consommation d'eau pour l'hydratation du ciment provoque un assèchement ce qui produit des forces d'attractions qui provoquent le retrait.
- Le retrait du ciment composé de vase est supérieur à celui du ciment témoin (sans ajout), Ceci peut s'expliquer d'une part par la diminution du nombre et du diamètre des pores de la pâte du ciment hydraté, ainsi qu'à la formation d'un C-S-H secondaire, et d'autre part par le taux d'argile élevé et la présence aussi de la matière organique dans la vase brute.
- On remarque aussi que la vitesse de retrait est lente jusqu'à 7 jours et rapide entre l'âge de 7 à 28 jours. Cette cinétique de retrait est due à l'hydratation tardive de la vase.

V. Activation chimique de la vase brute

Dans le but d'améliorer la résistance mécanique des ciments composés de vase brute, nous avons opté pour une activation chimique.

Nous avons examiné la résistance mécanique des mortiers substitués par 20% de la VB auxquels nous avons ajouté Na₂SO₄ (0,5% ; 1% ; 1,5% et 2 %). Le choix de ce pourcentage de substitution (20%) est justifié par le fait que la résistance de cette variante se rapproche de celle du ciment commercialisé (42.5 MPa).

Nous présentons dans les figures (IV.14, IV.15, IV.16) les résultats de la résistance à la compression des mortiers composés de 20 % de vase brute en fonction des différents pourcentages de l'activant chimique Na₂SO₄ (0,5% ; 1% ; 1,5% et 2 %).

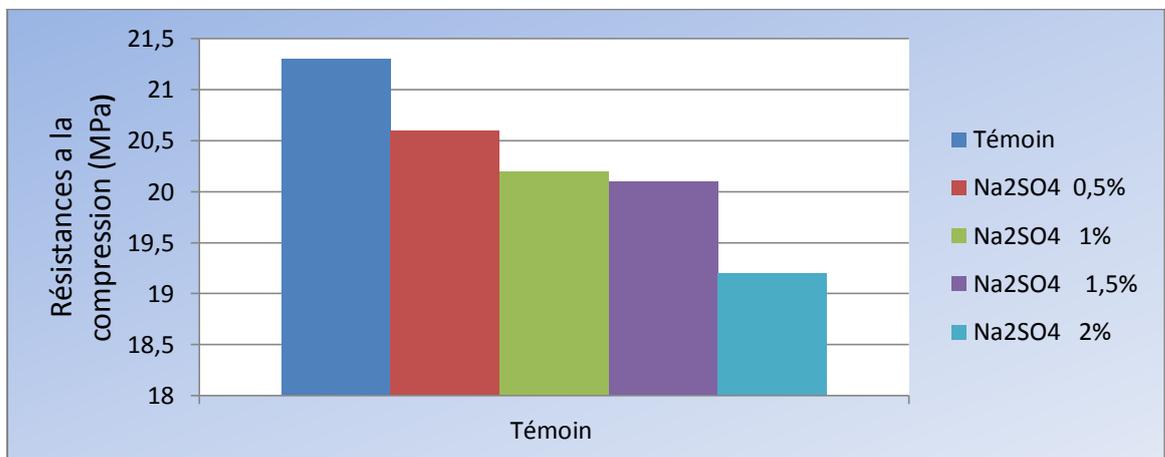


Figure III.14 -Résistance à la compression des mortiers à 2j

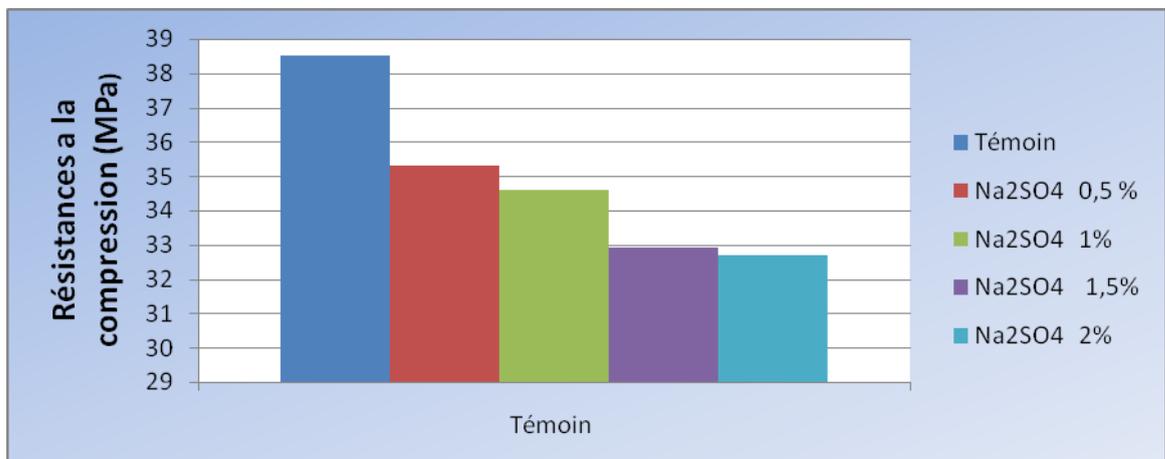


Figure IV.15 –Résistance à la compression des mortiers à 7j

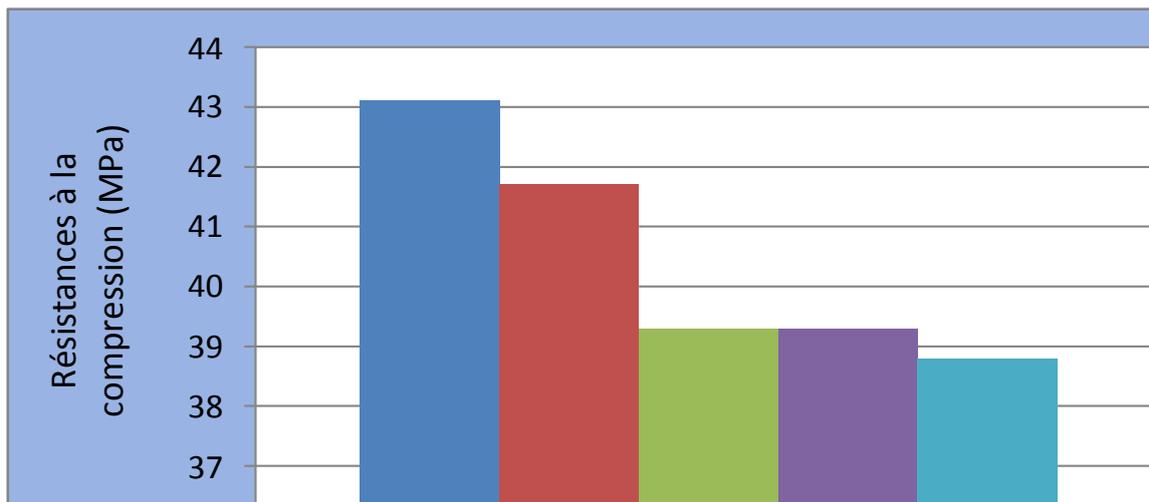


Figure IV.16 -Résistance à la compression des mortiers à 28j

Les figures (IV.17, IV.18, IV.19) présentent la résistance à la compression des mortiers composés de 20% de vase brute en fonction des différents pourcentages de l'activant chimique NaOH (0,5% ; 1% ; 1,5% et 2 %).

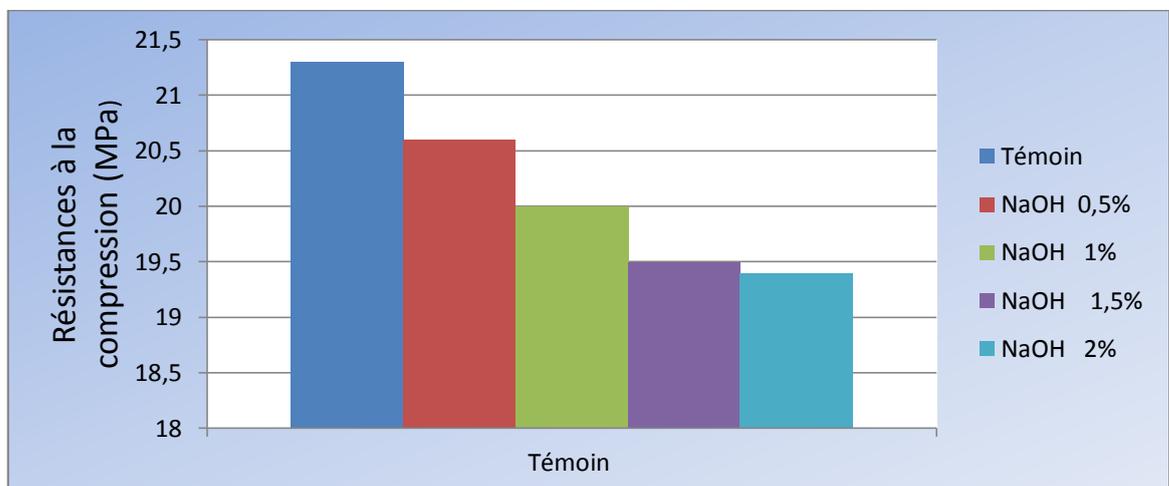


Figure IV.17 -Résistance la compression des mortiers à 2j

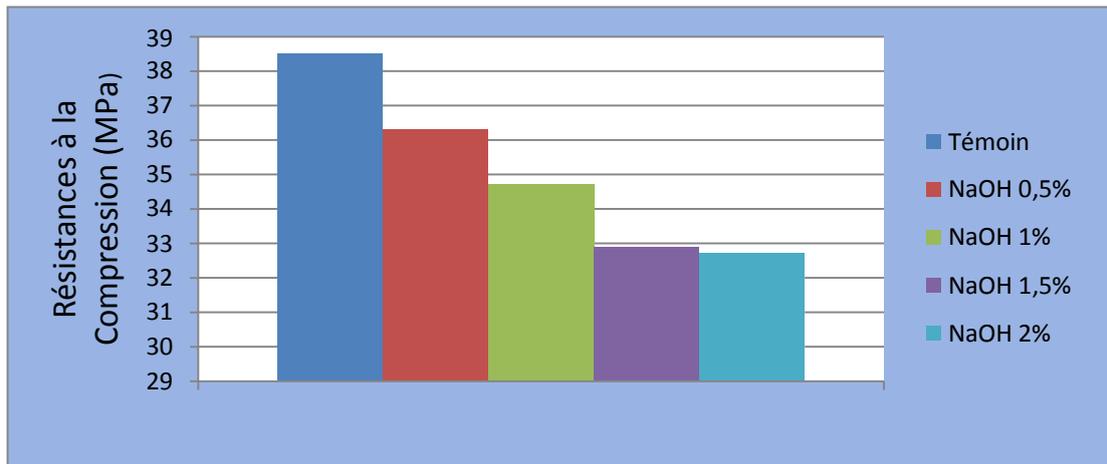


Figure IV.18 –Résistance à la compression des mortiers à 7j

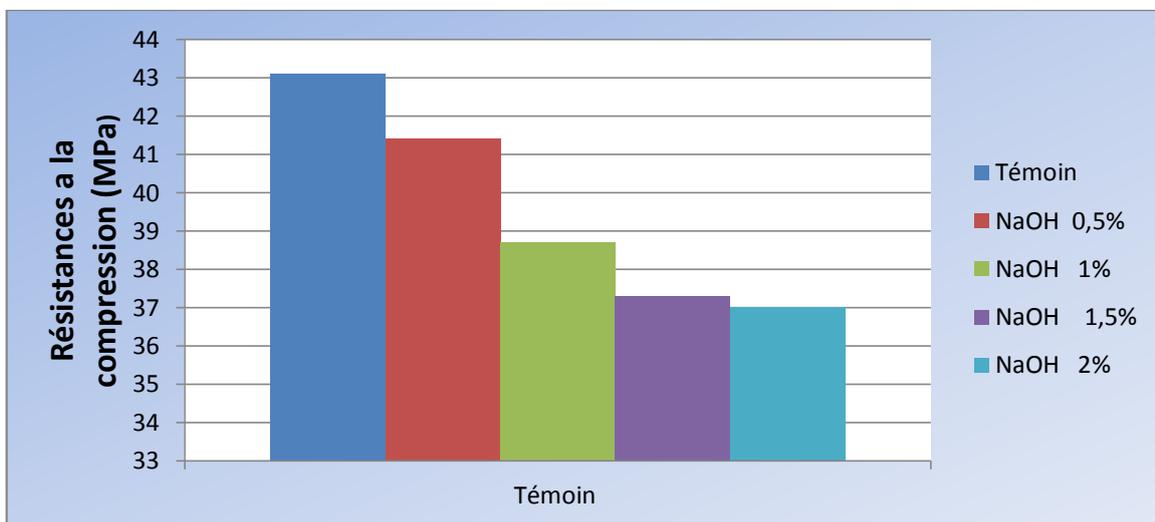


Figure IV.19 -Résistance à la compression des mortiers à 28j

Selon les résultats présentés ci-dessus, l'introduction d'activateurs chimiques dans la vase brute préparée présente un effet néfaste sur la résistance des mortiers après la dissolution de ces derniers dans l'eau de gâchage.

L'augmentation de Na_2SO_4 dans les mélanges diminue la résistance à la compression pour atteindre une résistance maximale de 41,7 MPa à 0,5% de l'activateur à 28j, une diminution de 1,6% par rapport à la vase brute.

Même cas de figure pour le NaOH, l'introduction de celui-ci enregistre une résistance à la compression de 41,4 MPa à 28j avec un dosage de NaOH à 0,5%.

VI. Conclusion :

L'objectif de ce chapitre est l'étude de l'effet de l'incorporation de la vase brute et traitée (vase calcinée trempée à l'eau, vase calcinée trempée à l'air) sur les caractéristiques des matrices cimentaires. Les principales conclusions que nous pouvons tirer, sont les suivantes :

- La calcination de la vase a amélioré sa pouzzolanicité.
 - La demande en eau du ciment composé augmente avec l'augmentation du pourcentage de l'ajout dans toutes les variantes par rapport au témoin.
 - Les résultats obtenus par le début et fin de prise montre que l'incorporation de la vase dans le ciment a pour effet de retarder l'hydratation du ciment.
 - L'augmentation de l'expansion peut être expliquée par la présence d'impuretés ainsi que d'autres éléments tels que la chaux libre et le MgO qui sont préjudiciables au ciment et qui donnent généralement une expansion plus élevée
- L'effet de la calcination de la vase sur la résistance mécanique du ciment composé et son évolution dans le temps, à 2 à 7 puis à et 28 jours de durcissement, a été également étudié dans ce chapitre. Les résultats obtenus montrent que la calcination de la vase améliore la résistance mécanique du ciment composé à toutes les échéances. Par contre l'augmentation du pourcentage conduit à une réduction des performances mécaniques du ciment.
- L'incorporation d'un activant chimique dans la vase à différents pourcentage (0,5% ; 1% ; 1,5% et 2%) diminue la résistance à la compression du ciment à toutes les échéances (2, 7 et 28 jours).

*Conclusion générale et
perspectives*

L'industrie cimentaire est un grand consommateur d'énergie. Le recours aux ajouts minéraux est certainement la voie la plus prometteuse à suivre afin d'assurer un développement durable à l'industrie. L'utilisation des ajouts minéraux en remplacement du ciment est très importante car en plus d'économiser de l'énergie, on arrive à minimiser l'émission de CO₂.

Cette étude nous permet d'approfondir nos connaissances dans le domaine de la fabrication des ciments aux ajouts actifs et inertes, et déduire l'importance de ces ajouts et leur influence sur les proportions des ciments et sur leurs différentes propriétés. L'exploitation des différents résultats obtenus dans ce travail a permis d'aboutir aux conclusions suivantes :

- Les résultats de notre étude montrent l'intérêt d'utiliser la vase du barrage de Foum El Ghorza en substitution partielle au ciment sur les performances mécaniques des mortiers. Le ciment à base de la vase calcinée, accroît la résistance mécanique par sa réactivité avec la chaux libérée par l'hydratation du ciment par rapport à l'ajout de la vase brute.
- Nous remarquons que la pouzzolane ajoutée retarde la prise de la pâte, ce retard devient plus important, notamment pour (CPA + 20% VB et CPA + 30% VCE) où le taux de substitution est élevé. Cette substitution provoque alors un retard considérable des temps de prise, ce qui peut être une qualité recherchée pour les gâchages en temps froid.
- Bien que la résistance à la compression au jeune âge des mortiers soit réduite par l'incorporation de la vase, cette dernière s'améliore en fonction du temps et atteint son optimum à long terme. L'incorporation de 10% de la vase calcinée trompée à l'eau au CPA s'avère efficace puisque la résistance du mortier devient comparable à celle du mortier témoin.

- L'activation thermique de la vase donne de meilleurs résultats que l'activation chimique.
- Possibilité d'exploitation, des gisements de ressources naturelles telles que la pouzzolane de Foum El Ghorza (Biskra) avec des proportions étudiées.
- Possibilité de la valorisation de la vase dans l'industrie cimentaire, et la réduction de la consommation d'énergie et des émissions de CO₂.

Les résultats de cette étude doivent être soutenus par d'autres essais de durabilité afin de pouvoir qualifier plus explicitement l'effet des sédiments traités à caractère pouzzolanique sur les mortiers. Le développement de l'utilisation de la vase non seulement dans les mortiers mais aussi dans les nouveaux bétons peut être d'un grand intérêt sur le plan économique ; énergétique et environnemental.

- [1]- B. Anger, Caractérisation des sédiments fins des retenues hydroélectriques en vue d'une orientation vers des filières de valorisation matière. Thèse de doctorat, Université de Caen Basse-Normandie, 2014.
- [2]- O. Belaribi, Durabilité des bétons autoplaçants à base de vase et de pouzzolane. Thèse de Doctorat, Université de Cergy Pantoise, France et Université de Mostaganem, Algérie, 2015
- [3]- F. Agostini, Inertage et Valorisation des sédiments de dragages marins. Thèse de Doctorat, Ecole centrale de Lille et Université des sciences et techniques de Lille, 2006.
- [4]- E. Rozière, M. Samara, A. Loukili, D. Damidot, Valorisation of sediments in self-consolidating concrete: Mix-design and microstructure. *Constr. Build. Mater.* 81 (2015) 1–10. doi:10.1016/j.conbuildmat.2015.01.080
- [5]- F. Saidat, Activation chimique du Métakaolin dans une matrice cimentaire. Thèse de Doctorat en Génie Civil, Université de Toulouse 3, 2013.
- [6]- Bernard DARBOIS, Walter ROTHLAUF, « CIMENT », Encyclopædia Universalis.
- [7]- Vernet C., (1986), —Séquence cinétique des réactions d'hydratation de l'aluminate tricalcique en présence de gypse de chaux et de fillers calcaires, *Proceeding of the 8ème Congrès International de la Chimie des Ciments*. Rio de Janeiro-Brasil, pp. 70-74.
- [8]- Erik B Nelson, Jean-François Baret and Michel Michaux (1990), « Cement Additives and Mechanisms of Action ».
- [9]- V. PHOUMMAVONG; Matériaux de construction; Cours en ligne; Université Nationale du Laos; <http://www.la.refer.org/materiaux/default.html,2009>.
- [10]- Cembureau, 1997. *Procédés et techniques de fabrication du ciment*. Bruxelles, Belgique, Available from: URL: www.ciments-calcia.fr.

- [11]- Laboratoire ciment CETIM. BOUMERDES, disponible sur site web « <http://www.cetim.dz.com/bull12.pdf> ».
- [12]- EN 206-1 (2000), —Concrete - Part 1: Specification, performance, production and conformity, Décembre, 72 p.
- [13]- Kerbouche A., M. Mouli¹, L. Laoufi¹, Y. Senhadji, S. Benosmane. Influence des ajouts minéraux sur les résistances mécaniques des mortiers.
- [14]- Shi C, An overview on the activation of reactivity of natural pozzolans, Canadian Journal of Civil Engineering, vol. 28
- [15]- Costa U, Massazza F. Influenza del trattamento termico sulla reattività con la calce di alcune pozzolane naturali. Il Cemento 1977 ; no. 3: 105-22.
- [16]- Turriziani R, Schippa G. Influenza dei trattamenti termici sulle proprietà delle
- [17]- Zur Strassen H. Die Chemischen Reaktionen bei der Zementverfestigung. Zement-Kalk-Gips 1958 ; no. 4: 137-43.
- [18]- Dreux G., (2002), —Nouveau guide du béton et de ses constituants, Edition Eyrolles, 8^{ème} édition, 404 p.
- [19]- Martinez R.S, Palomo.A., (2001) Microstructure studies on portland cement pastes obtained in highly alkaline environments. Cement and Concrete Research. Vol. 29, pp.1313–1321.
- [20]- Palomo A., Blanco-Varela M.T., Granizo M.L., Puertas F., Vazquez T., (1999) Chemical stability of cementitious materials based on metakaolin. Cement and Concrete Research. Vol. 29 (7), pp.997-1004
- [21]- Shi C., Day R.L (1995) Acceleration of the reactivity of flyash by chemical. Cement and Concrete Research. Vol. 25, pp. 15-21.

[22]- Shi C., Day R.L (1993), Chemical activation of blended cements made with lime and natural pozzolans. *Cement and Concrete Research*. Vol.23 (6), pp.1389–1396.

[23]- Bondara B., Lynsdale C.J., Milestoned N.B., Hassanie N., Ramezani pour A.A., (2011), Effect of type, form, and dosage of activators on strength of alkali activated natural pozzolans, *Cement and Concrete composition*. Vol.33, 251-260.

[24]- Shi C., Day R.L., (1996) Factors affecting early hydration characteristics of alkali–slag cements. *Cement and Concrete Research*. Vol.26 (3), pp.439–448.

[25]- Qian J., Shi C., Wang Z., (2001) Activation of blended cements containing flyash, *Cement and Concrete Research*. Vol.31, pp.1121.

[26]- Cabrera J., Rojas M.F., (2000) Mechanism of hydration of metakaolin-lime-water system *CCR* (31- 4) pp177-182.

[27]- Rojas M.F., Cabrera J., (2001) Influence of MK on the reaction kinetics in MK/lime and water-blended cement systems at 20°C » *CCR* (31-4) pp519-527.

[28]- Sabir B.B., Wild S., Bai J., (2001) Metakaolin and calcined clays as pozzolans for concrete: a review » *CCC* (23-6), pp441-454.

[29]- Malquori G., *Portland-Pozzolan Cement*, International Symposium on the Chemistry of Cement, 4, Washington, D.C, *Paper VIII-3*, 2, p983-1006, 1960

[30]- L'activité pouzzolanique, *Bulletin de Liaison des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, n° 93, 1978, pp. 66-69

- [31]- Shi C., An overview on the activation of reactivity of natural pozzolans, Canadian journal of civil engineering, vol. 28(5), p778-786, 2001
- [32]- Fatiha, M., Larbi, K., Martin, C., Pierre, C., & Chimie, D. De. (s. d.). Elaboration et activation d'un éco-ciment à base de vase calcinée en utilisant un accélérateur de prise p 31, 2011.
- [33]- W. REMINI, B. REMINI, La sédimentation dans les barrages de l'Afrique du nord, Larhyss Journal 02 (2003) 45-54
- [34]- A. SEMCHA, Valorisation des sédiments de dragage, Applications dans le BTP, cas du barrage de Fergoug, Thèse, Université de Reims Champagne- Ardenne, 2006.
- [35]- B. Abdellaoui, A. Merzouk, M. Aberkan, J. Albergel, Bilan hydrologique et envasement du barrage Sboun (Maroc), Revue des sciences de l'eau 15 (2002), 737-748
- [36]- FOUCAULT. A et RAOULT. J.F [1980] «Dictionnaire de géologie». Editions Masson, Paris, ISBN 2-225-654661-1.
- [37]- BERTREAU I., MARTIN S., VASSILIADIS A [1993]. « *Le curage des cours d'eau lorsque les sédiments contiennent des éléments-traces toxiques* ». Le courrier de l'environnement de l'INRA, vol. 20, pp. 27-35.
- [38]- Scordia P.Y., Caractérisation et valorisation de sédiments fluviaux pollués et traités dans les matériaux routiers, Thèse l'Ecole Centrale de Lille, 2008.
- [39]- [2002] Agence de l'eau (1). «*Méthode de gestion et de réutilisation des sédiments pollués*», Inventaire détaillé des techniques de curage, transport, traitement

et usage des sédiments. 126 p.

- [40]- (S.E.G.G.T.H. 2001). Monographie des Grands barrages «Barrage de Foum-El Gherza»
- [41]- REMINI B. (2001). Les fuites d'eau dans le barrage de Foum-el-Gherza (Algérie), l'Eau, l'Industrie les Nuisances, n°6.
- [42]- TOUMI A, REMINI B. (2003). Contribution à l'étude des fuites dans les barrages Algériens, Semaine de l'université organisée par l'université d'Oran Es-Sénia, 14-21 Avril.
- [43]- AEAP [2000] «Agence de l'eau Artois Picardie. *Méthodes de gestion et de réutilisation des sédiments pollués*».
- [44]- BEKARI. M [2010] «*Outils d'aminagement des ports : Gestion globale des sédiments marins*». Etude bibliographique
- [45]- SEMCHA. A [2006] «*Valorisation des sédiments de dragage : Applications dans le BTP, cas du barrage de Fergoug*». Thèse de doctorat université de Reims pp.96-122.
- [46]- Wang D., Solidification et valorisation des sédiments du port de Dunkerque en travaux routiers, Ecole des Mines de Douai et l'Université de Lille 1, 2011.
- [47]- Sora I.N., Pelosato R., Batto D., Dotelli G., Chemistry and microstructure of cement pastes admixed with organic liquids, J. Eu, Ceram Sol, 22: 1463-1473, 2002.
- [48]- GTS. Guide du traitement des sols à la chaux et aux liants hydrauliques. Editions du SETRALCPC, 2000
- [49]- CHRISTELLE BICH « contribution à l'étude de l'activation thermique du kaolin : évolution de la structure cristallographique et activité pouzzolanique »

[50]- Baron J., Olivier J.P., (1999) Les bétons bases et données pour leurs formulations
», Edit. Eyrolles.

[51]- Certification de conformité à la norme européenne EN 196-1 « Sables normalisés
CEN » AFAQ / AFNOR

[52]- Shi C., An overview on the activation of reactivity of natural pozzolans,
Canadian journal of civil engineering, vol. 28(5), p778-786, 2001

[53]- Toussaint.F, Fripiat.J.J, Gastuche.M.C, Deshydroxylation of kaolinite. I.
Kinetics, J.Phys. Chem., 67, (1963), pp. 26-30.