

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique



Département Génie Civil
Laboratoire Matériaux de Génie Civil et Environnement
LAFARGE - Centre de Développement de la Construction (CDL)

Mémoire de projet de fin d'études
pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie Civil

Thème

Caractérisation de Nouveaux Ciments à Base de Verre Finement Broyé et Etude de Leurs Durabilité et Résistances

Présenté par :
Sofiane AMROUN

Soutenu le 30/06/2022

Sous la direction de :
M. Abderrahim BALI
Mme. Messaouda CHERRAK
M. Hamid ZEROUB

Composition du jury

Président du jury	Mme. Ratiba KETTAB	Professeur	ENP
Encadrant	M. Abderrahim BALI	Professeur	ENP
Co-Encadrante	Mme. Messaouda CHERRAK	MCB	ENP
Co-Encadrant	M. Hamid ZEROUB	TSM	LAFARGE
Examineur	M. Zakaria SKENDER	MCB	U. MEDEA
Examineur	M. BENZAZZOUZ Brahim-Khalil	MCA	ENP

ENP 2022

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique



Département Génie Civil
Laboratoire Matériaux de Génie Civil et Environnement
LAFARGE - Centre de Développement de la Construction (CDL)

Mémoire de projet de fin d'études
pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie Civil

Thème

Caractérisation de Nouveaux Ciments à Base de Verre Finement Broyé et Etude de Leurs Durabilité et Résistances

Présenté par :
Sofiane AMROUN

Soutenu le 30/06/2022

Sous la direction de :
M. Abderrahim BALI
Mme. Messaouda CHERRAK
M. Hamid ZEROUB

Composition du jury

Président du jury	Mme. Ratiba KETTAB	Professeur	ENP
Encadrant	M. Abderrahim BALI	Professeur	ENP
Co-Encadrante	Mme. Messaouda CHERRAK	MCB	ENP
Co-Encadrant	M. Hamid ZEROUB	TSM	LAFARGE
Examineur	M. Zakaria SKENDER	MCB	U. MEDEA
Examineur	M. BENZAOUZ Brahim-Khalil	MCA	ENP

ENP 2022

Dédicaces

*À ma chère mère, la plus brave des femmes, qui m'a toujours
apporté réconfort, amour et bienveillance.*

*À mon cher père, ma source de courage, l'homme qui a sacrifié
sa vie pour le bonheur de notre petite famille.*

À mon grand frère Karim et À ma sœur Imène.

À mon merveilleux petit frère Hocine.

*À mes chers amis et À tous ceux que je garde profondément
dans mon cœur.*

Remerciements

J'aimerais tout d'abord remercier le Dieu le tout puissant pour m'avoir ouvert les voies du savoir et de la connaissance.

Mes vifs remerciements s'adressent à M. **Hamid ZEROUB**, Co-encadrant du présent travail, et Directeur du Support Technique au Centre de Développement de la Construction relevant de l'entreprise LAFARGE, sans qui, le présent travail n'aurait pas vu le jour. J'ai beaucoup appris à ses côtés, je lui adresse toute ma gratitude pour cela, pour son attention de tout instant sur mes travaux, pour ses conseils avisés qui ont été prépondérants pour la bonne réussite de ce mémoire. Son énergie et sa confiance ont été des éléments moteurs pour moi.

Mes remerciements vont aussi à l'endroit de M. **Abderrahim BALI**, encadrant de ce travail à qui je suis infiniment reconnaissant pour le temps et l'attention qu'il m'a réservés ainsi que les conseils de valeur qu'il m'a apportés. C'est un honneur pour moi d'être le dernier étudiant que ce professeur, pilier de l'Ecole Nationale Polytechnique, encadre. Je lui souhaite une bonne santé et une vie pleine de joie et de bonheur.

Je tiens aussi à remercier Mme. **Messaouda CHERRAK** Co-encadrante de ce travail pour sa bienveillance, ses qualités pédagogiques et scientifiques, sa franchise et sa sympathie. J'ai pris un grand plaisir à travailler avec elle.

Mes remerciements s'adressent aussi aux membres du jury, notamment Mme. **Ratiba KETTAB** que je remercie chaleureusement pour avoir accepté d'en être la présidente, mais aussi M. **Zakaria SKENDER**, un homme de science sans qui le présent document n'aurait pas pu être, je lui serai toujours reconnaissant, ainsi que M. **BENAZZOUB Brahim-Khalil**, un enseignant de haute facture apprécié par tous ses étudiants.

La réalisation de ce mémoire de fin de cycle a été une occasion qui m'a permis d'échanger des connaissances avec les différentes personnes de LAFARGE. Je ne saurais les citer toutes. Je reconnais que chacune a, à des degrés différents, mais avec une égale bienveillance, apporté une touche particulière à ce travail. Mes dettes de reconnaissances sont, à ce point de vue, énormes à leur égard.

De plus, j'aimerais remercier tout le personnel du département Génie Civil et de toute l'Ecole Nationale Polytechnique. Je citerai en particulier le technicien du laboratoire de l'ENP, M. **Ahmed GHARNAT**, un grand homme, qui a toujours donné le meilleur de lui-même. Il m'a été d'une aide précieuse.

Je ne peux achever ses lignes sans exprimer ma gratitude à M. **Oussama ABDENNOUR** qui a été d'une grande aide pour la réalisation du présent mémoire.

ملخص

يُعرف إنتاج الأسمنت بتأثيره السلبي على البيئة، حيث يتسبب في أكثر من 7% من انبعاثات ثاني أكسيد الكربون البشرية العالمية. من أجل تقليل البصمة الكربونية للأسمنت، يتم استخدام نوعين من المواد بتركيبة مختلفة كبديل للأسمنت، وهما الجيوبوليمرات والمواد الأسمنتية التكميلية بما في ذلك مسحوق الزجاج. في هذه الدراسة، تم تصنيع أسمنتات جديدة عن طريق طحن الكلنكر والجبس ومسحوق الزجاج الناعم بنسب مختلفة (0%، 4%، 10%، 20% و25%). تم فحص ميزات هذه الأسمنتات قبل أن تُخضع لاختبارات الاستدامة والقوة. كشفت التجارب عن الإمكانيات الواعدة لهذه الأسمنتات الجديدة، بحيث أن نفاذية الغاز واختراق الماء تكونان في حددهما الأدنى عند استبدال الكلنكر بنسبة 25%، وأكثر من ذلك، فإن مقاومة الطي والانضغاط في الأعمار المتقدمة تكون قصوى في الأسمنت الذي يحتوي على 20% من مسحوق الزجاج المطحون ناعماً.

الكلمات المفتاحية: مسحوق الزجاج المطحون ناعماً، أسمنتات جديدة، المواد الأسمنتية التكميلية، البصمة الكربونية، الاستدامة، القوة.

Abstract

Cement production is widely known for its environmental impact, as it is the source of more than 7% of the global anthropogenic CO_2 emissions. In order to reduce the carbon footprint of cement, two types of materials are used at different proportions as cement substitutes, namely geopolymers and supplementary cementitious materials (SCMs) which include glass powder. In this study, new cements were made by grinding clinker, gypsum and fine glass powder at different proportions (0%, 4%, 10%, 20% and 25%). These cements were characterized and subjected to durability and strength tests. These tests revealed the promising potential of these new cements as the gas permeability and the water penetration are minimal at 25% substitution, moreover, the flexural and compressive strengths at advanced ages are maximal in the case of cements containing 20% of fine-ground glass powder.

Key words: fine-ground glass powder, new cements, supplementary cementitious materials, carbon footprint, durability, strength.

Résumé

La production de ciment est réputée pour son impact écologique, car elle est la cause de plus de 7% des émissions anthropogéniques mondiales de CO_2 . Afin de réduire l'empreinte carbone du ciment, deux types de matériaux sont utilisés à différentes teneurs en tant que substituant au ciment, à savoir les géopolymères et les ajouts cimentaires, dont la poudre de verre fait partie. Dans la présente étude, de nouveaux ciments ont été confectionnés en broyant du clinker, du gypse et de la fine poudre de verre à plusieurs teneurs (0%, 4%, 10%, 20% et 25%) et ces derniers ont été caractérisés puis soumis à des essais de durabilité et de résistance. Les essais ont révélé le potentiel prometteur de ces nouveaux ciments du fait que la perméabilité au gaz et la pénétrabilité l'eau sont minimales à 25% de substitution, de plus, les résistances à âges avancés, à la flexion et à la compression sont maximales dans le cas des ciments à base de 20% de poudre de verre finement broyée.

Mots Clés : poudre de verre finement broyée, nouveaux ciments, ajouts cimentaires, empreinte carbone, durabilité, résistance.

Table des Matières

Liste des Tables	
Liste des Figures	
Liste des Abréviations	
INTRODUCTION GENERALE	13
Cotexte et Problématique	14
But de la recherche	15
Contributions originales	16
Plan du mémoire	16
Références	17
CHAPITRE 1 : Généralités et Définitions	18
1.1. Introduction	19
1.2. Ciment	19
1.2.1. Nomenclature de la chimie du ciment	20
1.2.2. Clinker	20
1.2.3. Gypse	21
1.3. Ajouts cimentaires	21
1.3.1. Laitier de haut fourneau	21
1.3.2. Cendres volantes	22
1.3.3. Fumée de silice	23
1.3.4. Métakaolin	24
1.3.5. Propriétés des ajouts cimentaires	24
1.4. Composés et phases chimiques du ciment	25
1.4.1. Composés chimiques du ciment	25
1.4.2. Phases chimiques du ciment	26
1.4.2.1. C2S, C3S, C3A et C4AF	26
1.4.2.2. Formules de Bogue et de Shim et al., (2021)	27
1.5. Hydratation du ciment	28
1.5.1. Silicates	28
1.5.2. Aluminates	29
1.5.3. Silicates de Calcium Hydratés (CSH)	29
1.5.4. Chaleur d'hydratation	30
1.5.5. Réaction Pouzzolanique	31
1.6. Béton	32
1.6.1. Résistance à la compression et la traction	32
1.6.2. Porosité	33
1.6.3. Perméabilité	33
1.7. Conclusion	34
Références	34
CHAPITRE 2 : Béton en Milieux Agressifs	37

2.1.	Introduction.....	38
2.2.	Carbonatation.....	38
2.3.	Attaque par les sulfates	39
2.4.	Réaction Alkali-Silice (ASR)	40
2.5.	Attaque par les ions chlorure	41
2.6.	Corrosion	41
2.7.	Effet des ajouts cimentaires sur les bétons	42
2.8.	Conclusion	42
	Références	43
CHAPITRE 3 : Le Verre et la Poudre de Verre		45
3.1.	Introduction.....	46
3.2.	La poudre de Verre.....	47
3.3.	Caractéristiques intrinsèques de la poudre de verre	47
3.3.1.	Effet de la couleur.....	47
3.3.2.	Effet des oxydes de fer	48
3.4.	Influence de la poudre de verre sur les caractéristiques des ciments.....	48
3.4.1.	Finesse des grains.....	48
3.4.2.	Activité Pouzzolanique.....	48
3.4.3.	Chaleur d'hydratation	49
3.4.4.	Potentiel hydrogène (PH).....	50
3.5.	Influence de la poudre de verre sur les caractéristiques des bétons	50
3.5.1.	Résistance à la compression et à la traction	50
3.5.2.	Réaction Alkali-Silice.....	50
3.5.3.	Carbonatation	51
3.5.4.	Attaque par les ions chlorure.....	51
3.5.5.	Pénétrabilité à l'eau	52
3.5.6.	Perméabilité au gaz.....	52
3.5.7.	Affaissement et maniabilité	53
3.6.	Conclusion	53
	Références	54
CHAPITRE 4 : Programme Expérimental		57
4.1.	Introduction.....	58
4.2.	Broyeur à boulets.....	58
4.3.	Matériaux utilisés	59
4.3.1.	Poudre de verre finement broyée (FGGP)	59
4.3.2.	Ciments	60
4.3.3.	Graviers	61
4.3.4.	Sables.....	61
4.3.5.	Superplastifiant	62
4.4.	Essais sur ciment anhydre.....	62
4.4.1.	Perte au feu (Loss On Ignition).....	62
4.4.2.	Analyse chimique des ciments (XRF).....	62

4.4.3.	Analyse minéralogique des ciments (XRD).....	63
4.4.4.	Densité des ciments et de la poudre de verre.....	64
4.4.5.	Surface Spécifique Blaine (SSB)	64
4.4.6.	Refus à 45µm	65
4.5.	Essai sur pate de ciment	65
4.5.1.	Consistance normalisée (NF EN 196-3)	65
4.5.2.	Essai de début et fin de prise (NF EN 196-3).....	66
4.5.3.	Essai de stabilité (NF EN 196-3).....	67
4.6.	Essais sur Mortier.....	68
4.6.1.	Calorimétrie semi-adiabatique (NF EN-196-9).....	69
4.6.2.	Résistance à la compression et à la flexion (NF-EN-196-1)	70
4.6.3.	Retrait à l'air des mortiers (NF P15-433).....	71
4.6.4.	Perte de masse des mortiers à l'air	72
4.7.	Essais sur bétons.....	72
4.7.1.	Formulation	72
4.7.2.	Essai d'affaissement au cône d'Abrams.....	73
4.7.3.	Resistance à la compression des bétons	74
4.7.4.	Pénétrabilité à l'eau (prEN 12364)	74
4.7.5.	Perméabilité au gaz (méthode de Cembureau)	75
4.8.	Modèle Mathématique (Interpolation).....	77
4.9.	Conclusion.....	77
	Références	77
CHAPITRE 5 : Résultats et Interprétations		79
5.1.	Introduction.....	80
5.2.	Essais sur ciment anhydre.....	80
5.2.1.	Analyse chimique (Fluorescence aux Rayons X).....	80
5.2.2.	Analyse minéralogique.....	81
5.2.2.1.	Diffraction aux Rayons X (XRD).....	81
5.2.2.2.	Equations de Bogue et de Shim et al., 2021.....	82
5.2.3.	Densité des ciments.....	83
5.2.4.	Surface Spécifique Blaine (SSB)	83
5.2.5.	Refus à 45µm	83
5.3.	Essais sur pâte de ciment.....	84
5.3.1.	Demande en eau.....	84
5.3.2.	Délai de prise	85
5.3.3.	Stabilité	86
5.4.	Essais sur mortier	86
5.4.1.	Calorimétrie semi-adiabatique	86
5.4.2.	Résistance à la compression des prismes de mortier.....	88
5.4.3.	Résistance à la flexion des prismes de mortier	90
5.4.4.	Retrait à l'air des prismes de mortier	91
5.4.5.	Perte de masse	91

5.5.	Essais sur bétons.....	93
5.5.1.	Affaissement et rapport E/C.....	93
5.5.2.	Résistance à la compression des bétons	93
5.5.3.	Pénétrabilité à l'eau	94
5.5.4.	Perméabilité au gaz.....	95
5.6.	Conclusion	97
	Références	97
CHAPITRE 6 : Analyse de Corrélations		99
6.1.	Introduction.....	100
6.2.	Effet de la demande en eau des ciments sur leurs stabilités	100
6.3.	Corrélation entre la chaleur d'hydratation libérée et la perte de masse	100
6.4.	Corrélation entre le délai de prise et la perte de masse.....	101
6.5.	Effet du rapport E/C sur la résistance à la compression des bétons	102
6.6.	Corrélation entre la perméabilité au gaz et la pénétrabilité à l'eau, et la résistance à la compression	102
6.7.	Conclusion	104
	Références	104
CHAPITRE 7 : Analyse Récapitulative des Résultats		105
7.1.	Introduction.....	106
7.2.	Résultats généraux.....	106
7.3.	Etude comparative des cinq ciments	106
7.4.	Conclusion.....	108
CONCLUSION GENERALE ET RECOMMANDATIONS.....		109
	Conclusions sur les ciments à base de poudre de verre finement broyée	110
	Conseils Pratiques	111
	Recherches Recommandées.....	112
	Conclusion finale	112
	Références	113
BIBLIOGRAPHIE.....		114
	Références Bibliographiques.....	115
ANNEXES.....		116
	Annexe A : Composition des ciments selon leur catégorie	117
	Annexe B : Courbes Granulométriques.....	118
	Annexe C : Mortiers normalisés et essai de perméabilité au gaz.....	119
	Annexe D : Courbes de résultats complémentaires.....	120
	Annexe E : Récapitulatif détaillé	123

Liste des Tables

Tab. 1.1.	Classe de résistance des ciments [Adaptée de NF EN 197-1].....	19
Tab. 1.2.	Nomenclature de la chimie du ciment	20
Tab. 1.3.	Propriétés des ciments et bétons contenant des ajouts cimentaires.....	25
Tab. 1.4.	Domaine d'application des méthodes de Bogue et de Shim [Shim et al., 2021].....	28
Tab. 1.5.	Chaleur que libère chaque phase du ciment lors de leurs hydratations [Bentez, 1997].....	31
Tab. 2.1.	Evaluation de la pénétrabilité des ions chlorure ASTM C1202.....	41
Tab. 3.1.	Pénétrabilité des ions chlorure d'un béton avec ajout de fine poudre de verre [Zeroub et al., 2015].....	51
Tab. 3.2.	Affaissement des bétons contenant de la poudre de verre en fonction de la finesse de la PV	53
Tab. 4.1.	Propriétés des graviers utilisés	61
Tab. 4.2.	Propriétés des sables utilisés	61
Tab. 4.3.	Fiche technique du ViscoCrete Tempo12	62
Tab. 4.4.	Résultat de la formulation d'un béton.....	72
Tab. 4.5.	Rapports E/C des bétons.....	73
Tab. 5.1.	Résultats de la XRF du clinker et des ciments à base de PV	80
Tab. 5.2.	Résultats de la XRF de la poudre de verre.....	80
Tab. 5.3.	Résultats de la XRD des ciments	81
Tab. 5.4.	Bogue, Shim et al. et XRD	82
Tab. 5.5.	Erreur relative sur les méthodes de Bogue et de Shim et al.,.....	82
Tab. 5.6.	Densités absolues des ciments et de la poudre de verre	83
Tab. 5.7.	SSB des ciments et de la poudre de verre.....	83
Tab. 5.8.	Chaleur totale libérée par chaque ciment lors de l'hydratation.....	88
Tab. 5.9.	Classes de résistance des ciments confectionnés.....	89
Tab. 5.10.	Données sur l'essai de perméabilité au gaz	95
Tab. 7.1.	Tableau récapitulative du point fort et point faible de chaque ciment selon les essais	107
Tab. E.1.	Récapitulatif détaillé des points forts et faibles des ciments.....	123
Tab. D.1.	Résistances à la compression des mortiers.....	122

Liste des Figures

Fig. 0.1. Production globale de ciment en millions de tonnes de 1990 à 2010 avec des projections pour 2020 et 2030 [Adaptée de VDZ Congress, 2013].....	15
Fig. 1.1. Procédé de fabrication du ciment [adaptée de ECA, 2020].....	20
Fig. 1.2. Microstructure du Gypse (MEB) [Kirchheim et al., 2009].....	21
Fig. 1.3. Microstructure du Laitier de haut fourneau (MEB) [Gülşan et Çevik, 2018].....	22
Fig. 1.4. Microstructure des cendres volantes (a. Classe C / b. Classe F) (MEB) [Turan et al., 2022]	23
Fig. 1.5. Microstructure de la Fumée de Silice (MEB) [Jo et al., 2007]	23
Fig. 1.6. Microstructure du metakaolin (MEB) [Kristine et al., 2019].....	24
Fig. 1.7. Développement de la résistance des composés dans le ciment Portland lors de l'hydratation [Bogue, 1955]	27
Fig. 1.8. Schéma de la structure cristalline des CSH [adaptée de Hooi Cho, 2020]	30
Fig. 1.9. Etapes de l'hydratation du ciment [Cadix, 2022]	31
Fig. 1.10. Produits d'hydratation au MEB (a. Portlandite [Hernandez, 2018] b. CSH [AL-Qasem, 2009])	32
Fig. 1.11. a. Grande porosité / b. Faible porosité [Höök, 2010].....	33
Fig. 1.12. a. Grande perméabilité / b. Faible perméabilité	34
Fig. 2.1. Etapes d'une réaction Alkali-Silice [Sprung et Sylla,1998]	40
Fig. 3.1. Gestion des déchets de verre aux Etats Unis de 1960 à 2018 [adaptée de epa.gov].....	46
Fig. 3.2. Poudre de verre au MEB [Cyr et al., 2012].....	47
Fig. 3.3. Résultats d'essai d'expansion sur éprouvettes de mortiers avec du verre [Meyer et al., 1997].....	48
Fig. 3.4. Pouzzolanité de différents ajouts cimentaires [Zeroub et al., 2015]	49
Fig. 3.5. Chaleur d'hydratation par gramme sec de ciment (25%PV) [Mirzahosseini et Riding, 2014].....	49
Fig. 3.6. Diffusion des ions chlorure en fonction du rapport E/L pour différents bétons [Zidol, 2014].	52
Fig. 3.7. Perméabilité à l'oxygène d'un béton témoin et un béton contenant de la PV à 30% de substitution [Zeroub et al., 2015].52	52
Fig. 4.1. Broyeur à boulets.....	58
Fig. 4.2. Verre Concassé.....	59
Fig. 4.3. Poudre de verre à 7646 cm ² /g.....	59
Fig. 4.4. Compositions des ciments confectionnés	60
Fig. 4.5. a. Gypse / b. Clinker	60
Fig. 4.6. CEMII (10PV) après broyage.....	61
Fig. 4.7. Principe d'un spectromètre à dispersion en énergie [Thirion-Merle, 2016]	63
Fig. 4.8. Dispositif DRX [Stutzman, 2016].....	63
Fig. 4.9. Perméabilimètre Blaine	65
Fig. 4.10. Appareillage pour retrait à 45µm	65
Fig. 4.11. Appareil de Vicat - Consistance	66
Fig. 4.12. Appareil de Vicat - Début et fin de prise.....	67
Fig. 4.13. Appareil Le-Chatelier.....	68
Fig. 4.14. Malaxeur de mortiers et pâtes de ciment	69
Fig. 4.15. Dispositif E2ME pour la calorimétrie semi-adiabatique	70
Fig. 4.16. Essai de compression et de flexion sur mortier.....	70
Fig. 4.17. Moules de mortiers pour le retrait	71
Fig. 4.18. Comparateur pour l'essai de retrait	72
Fig. 4.19. Béton frais à base de ciment contenant de la poudre de verre finement broyée.....	73
Fig. 4.20. Catégories des bétons selon leurs affaissements.....	73
Fig. 4.21. Essai de compression sur éprouvettes de béton cubiques	74
Fig. 4.22. Dispositif de pénétrabilité à l'eau	75
Fig. 4.23. a. Essai de fendage sur cube de béton / b. profondeur de pénétration de l'eau dans un béton	75
Fig. 4.24. Eprouvette cylindrique 150 × 50 mm ²	76
Fig. 4.25. a. Surfaceuse / b. Appareillage de l'essai.....	76
Fig. 5.1. Pourcentage des refus à 45µm des ciments et de la poudre de verre	84

Fig. 5.2. Demande en eau des ciments confectionnés	85
Fig. 5.3. Délai de prise des ciments confectionnés.....	85
Fig. 5.4. Stabilité des ciments confectionnés.....	86
Fig. 5.5. Débit de la libération de la chaleur d'hydratation des ciments confectionnés en fonction du temps.....	87
Fig. 5.6. Chaleur d'hydratation cumulée des ciments confectionnés à travers le temps	88
Fig. 5.7. Résistance des ciments à la compression sur mortiers normalisés.....	89
Fig. 5.8. Résistance des ciments à la flexion sur mortiers normalisés	90
Fig. 5.9. Retrait à l'air des ciments à travers le temps	91
Fig. 5.10. Perte de masse des ciments à travers le temps	92
Fig. 5.11. Rapport E/C des bétons S4 confectionnés.....	93
Fig. 5.12. Résistance à la compression des bétons	94
Fig. 5.13. Profondeur de pénétration de l'eau dans les bétons	95
Fig. 5.14. Perméabilité au gaz des bétons.....	96
Fig. 6.1. Demande en eau des ciments et leur stabilité	100
Fig. 6.2. Chaleur d'hydratation totale et perte de masse totale des ciments	101
Fig. 6.3. Délai de prise et perte de masse totale des ciments	101
Fig. 6.4. Rapport E/C et résistance à la compression des bétons.....	102
Fig. 6.5. Perméabilité au gaz et résistance à la compression des bétons	103
Fig. 6.6. Pénétrabilité à l'eau et résistance à la compression des bétons	103
Fig. A.1. Classe des ciments en fonction de leurs compositions.....	117
Fig. B.1. Courbes granulométriques des graviers	118
Fig. B.2. Courbes granulométriques des sables.....	118
Fig. C.1. Spécifications granulométriques des mortiers normalisés.....	119
Fig. C.2. Chambre du dispositif de la perméabilité au gaz [Kollek, 1989]	119
Fig. D.1. Courbe complète du débit de la chaleur d'hydratation des ciments	120
Fig. D.2. Résistance à la compression des bétons (MATLAB).....	120
Fig. D.3. Résistance à la compression des mortiers (MATLAB)	121
Fig. D.4. Résistance à la flexion des mortiers (MATLAB).....	121

Liste des Abréviations

CAH	Aluminates de Calcium Hydratés
CH	Hydroxyde de Calcium
CSH	Silicates de Calcium Hydratés
FGGP	Poudre de Verre Finement Broyée
LOI	Perte au feu
Mf	Module de de Finesse
OPC	Ciment Portland Ordinaire
PCHIP	Piecewise Cubic Hermite Interpolating Polynomial
PV	Poudre de Verre
SCM	Ajouts Cimentaires
SF	Fumée de Silice
SSB	Surface Spécifique Blaine
XRD	Diffraction aux Rayons X
XRF	Fluorescence aux Rayons X

INTRODUCTION GENERALE

Cotexte et Problématique

La planète a connu depuis quelques décennies un dérèglement climatique caractérisé par l'augmentation des émissions de gaz à effets de serre. Ainsi on a pu observer de façon sensible les conséquences de ce changement notamment au cours du mois de Juillet 2021 qui a été le mois le plus chaud que la planète ait enregistré (Ce même constat semble se reproduire cette année en augmentant de plusieurs crans).

Les gaz à effet de serres sont multiples, le plus connu étant le dioxyde de carbone CO_2 . Mais ce dernier n'est de loin pas le plus néfaste car à titre d'exemple le Méthane CH_4 est bien plus toxique pour l'environnement. Ce qui fait la particularité du CO_2 se situe dans les taux émis de ce gaz qui dépassent largement tout autre gaz polluant. De plus, ce dernier se fige dans l'atmosphère pendant une centaine d'année alors que le méthane ne persiste qu'une douzaine d'années en général.

En réponse à cela, les chercheurs de par le monde se sont lancés à la conquête de nouvelles solutions qui permettront de mitiger les émissions anthropogéniques de gaz à effets de serre tout en tenant compte des aspects économiques.

L'une des causes principales des émissions du dioxyde de carbone est la production du ciment, puisqu'elle représente 7 % des émissions anthropogéniques totales de dioxyde de carbone. Cet important taux d'émission a été atteint, d'une part à cause de la décarbonatation du calcaire dans les fours rotatifs, et de la combustion des fossiles, l'extraction et le transport des matières premières, et la consommation d'électricité pour les machines de l'usine d'autre part. A titre indicatif, le site de production d'une tonne de ciment libère 0,8 tonne de CO_2 dans l'atmosphère. [Torres-Carrasco et Puertas, 2015].

Le ciment est produit à grandes quantités à ce jour car ce dernier est nécessaire à la formulation du béton qui est en soi considéré comme le matériau artificiel le plus utilisé au monde en raison de ses propriétés hautement durables, flexibles et fiables, mais aussi grâce à son coût réduit. La demande mondiale en béton ne cesse de croître et ce croisement a induit une plus grande production de ciment (Fig. 0.1).

De ce fait, il est urgent de développer des matériaux qui pourront remplacer le ciment, partiellement en incorporant des ajouts cimentaires SCMs (Supplementary Cementitious Materials) ou totalement en utilisant des géopolymères.

Ces substituants au ciment apporteront en plus d'un amortissement écologique, l'amélioration de certains aspects techniques des bétons car ces derniers réduisent fortement leurs perméabilités améliorant donc leurs résistances aux agressions chimiques, ce qui donnera lieu à des ciments et des bétons plus durables [Yan et al., 2007]. De plus, les SCMs et les géopolymères sont en général des déchets industriels ou des matériaux recyclés, ce qui corrobore leur apport écologique et économique.

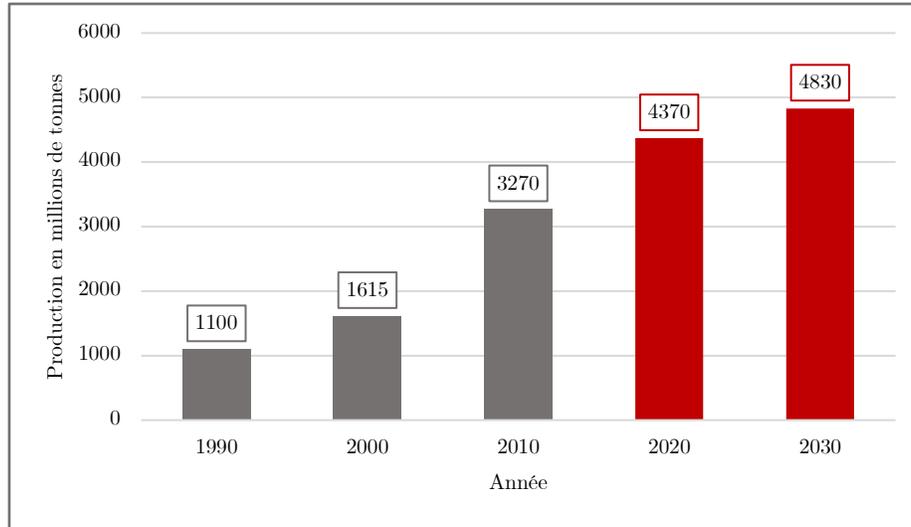


Fig. 0.1. Production globale de ciment en millions de tonnes de 1990 à 2010 avec des projections pour 2020 et 2030 [Adaptée de VDZ Congress, 2013].

But de la recherche

La durabilité est devenue une priorité dans le secteur de la construction à travers le monde. Par conséquent, le potentiel du recyclage des déchets pour produire des matériaux de construction écologiques est de plus en plus mis en exergue. Ces matériaux devront répondre à des exigences technologiques, écologiques et économiques.

L'un des déchets pouvant être utilisé comme substituant au ciment est le déchet de verre nouvellement normalisé. Ce dernier pose de graves problèmes à l'environnement, car il est difficile de contrôler la grande quantité de déchets générés. En raison de leur nature non biodégradable, ces matériaux occupent une part importante dans les décharges et engendrent de graves conséquences pour l'environnement en raison de diverses pollutions induites. Le volume de verre mis en décharge dans le monde est estimé à environ 200 millions de tonnes par an, avec un taux de recyclage très faible. [Mirzahosseini et Riding, 2014].

Il est important de souligner que la poudre de verre est un ajout cimentaire écologique innovant et prometteur. Son utilisation s'avère potentiellement bénéfique en tant que précurseur de géopolymères, en outre, il convient à la fabrication de ciments écologiques et d'agrégats légers artificiels. [Jianga et al., 2019].

L'utilisation du verre broyé dans les bétons est une technologie récente et nécessite davantage de recherches pour pouvoir affirmer avec certitude son efficacité à courts et à longs termes.

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Dans l'optique précédente, on a étudié l'efficacité des ciments à base de poudre de verre à différentes proportions en réalisant des essais de résistance mais aussi des essais de durabilité, qui est un aspect aussi important que la résistance mécanique.

Du développement de nouveaux ciments contenant de la poudre de verre, résultera plusieurs bénéfices, à savoir la réduction de la pollution due à la production du clinker en le substituant partiellement par de la poudre de verre, la récupération des déchets de verre qui polluent la nature mais aussi l'amélioration des performances des mortiers et des bétons en termes de résistance et de durabilité.

Contributions originales

Depuis le commencement de l'utilisation du verre dans les bétons, ce déchet a été en général incorporé en tant que substituant aux granulats ou aux sables lors de la formulation des bétons.

Cependant, cette pratique a engendré des problèmes dans les bétons confectionnés. Le verre, étant un silicate sodo-calcique, présente une teneur élevée en alcali et accentue la Réaction Alcali-Silice (RAS), qui est néfaste pour les bétons à long terme. De ce fait, les chercheurs ont de plus affiné le verre afin d'en faire une poudre, ce qui a atténué l'expansion due à la réaction alcali-silice et a encouragé les réactions pouzzolaniques du verre [Idir, 2009 ; Shayan et Xu, 2004].

Plusieurs travaux dans ce sens ont été menés, sauf qu'en général la finesse du verre atteinte a été légèrement supérieure à celle du ciment. Afin de bien cerner les effets possibles de ce substituant, ce mémoire a exploré le cas d'utilisation d'une poudre de verre finement broyée (**Fine-Ground Glass Powder**) afin de confectionner de nouveaux ciments en la broyant à différentes teneurs avec du clinker et du gypse.

Plan du mémoire

Après avoir finement broyé le verre, ce dernier a été incorporé à du clinker (à teneurs variables) en plus du gypse, afin de confectionner cinq ciments avec des taux d'ajouts de 0%, 4%, 10%, 20% et 25%. Des essais sur ciment anhydre, pâte de ciment, mortiers et bétons ont été réalisés afin de caractériser ces ciments à base de poudre de verre finement broyée.

Les aspects qui ont été étudiés sont les suivants :

- Sur ciment anhydre :
 - Analyse chimique et minéralogique (XRD et XRF).
 - Densité absolue.
 - Surface Spécifique Blaine (SSB).
 - Refus à 45 μ m.

INTRODUCTION GÉNÉRALE

- Sur pâte de ciment :
 - Début et fin de prise.
 - Stabilité.
 - Demande en eau.
- Sur mortier :
 - Chaleur d'hydratation.
 - Résistance à la compression.
 - Résistance à la flexion.
 - Retrait à l'air.
 - Perte de masse.
- Sur béton :
 - Pénétrabilité à l'eau.
 - Perméabilité au gaz.
 - Affaissement.
 - Résistance à la compression.

Le présent mémoire est subdivisé en sept chapitres dont la première partie s'articule autour de la mise en situation générale sur les matériaux cimentaires ainsi que de la chimie des ciments. Par la suite, on a exposé les différentes agressions externes que les bétons peuvent subir, avant d'entamer l'historique sur l'utilisation du déchet de verre dans le génie civil ainsi que ses effets bénéfiques sur la résistance et la durabilité des bétons, enchainant avec le programme expérimental détaillant les différents essais réalisés. Les derniers chapitres traitent des résultats des essais ainsi qu'une analyse de corrélations de ces derniers, et en dernier lieu une analyse récapitulative des résultats obtenus a été présentée.

Références

Idir, R. Mécanisme d'action des fines et des granulats de verre sur la réaction alcali-silice et la réaction pouzzolanique. Thèse de doctorat Cotutelle, 2009. Université de Toulouse (France) et Université de Sherbrooke (Canada), 284 p.

International VDZ Congress, 7th edition. Global Cement Production From 1990 to 2030 (in million metric tons), (2013)

Jiang, Y., Ling, T.-C., Mo, K. H., & Shi, C. A critical review of waste glass powder – Multiple roles of utilization in cement-based materials and construction products. *Journal of Environmental Management*, 242, 440–449. (2019). doi:10.1016/j.jenvman

Mirzahosseini, M., & Riding, K. A. (2014). Effect of curing temperature and glass type on the pozzolanic reactivity of glass powder. Disponible sur <http://krex.ksu.edu> .

Saber Ibrahim, Amr Moawad. Towards green concrete: Study the role of waste glass powder on cement/superplasticizer compatibility. *Journal of Building Engineering*, vol. 47,103751. 2022

Shayan, A. et Xu, A. Value-added utilization of waste glass in concrete. *Cement and Concrete Research*, 2004. vol 34, n° 1, p. 81-89.

Torres-Carrasco et M. Puertas F Waste glass in the geopolymer preparation. Mechanical and microstructural characterisation. *J Clean Prod*, vol. 90 : pp.397–408.2015. Disponible sur: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2014.11.074>

CHAPITRE 1

Généralités et Définitions

1.1. Introduction

Comprendre de façon approfondie les concepts liés à la chimie des ciments et aux bétons à savoir l'hydratation du ciment, les natures et les propriétés de ajouts cimentaires, les indices de durabilité et de résistances des bétons, etc., est sine qua non afin de pouvoir comprendre les phénomènes physiques et chimiques qui régissent le comportement des matériaux cimentaires et ainsi pouvoir aboutir à des analyses fiables et constructives des résultats. De plus, la connaissance des fondements de la chimie des ciments permettra d'avoir une vision détaillée des phénomènes physico-chimiques se produisant lors de l'hydratation du ciment et lors des diverses réactions se produisant à court et long termes notamment la réaction pouzzolanique.

1.2. Ciment

La norme BS EN 197-1, définit le ciment comme suit : "*le ciment est un liant hydraulique, i.e. un matériau inorganique finement broyé qui, mélangé à l'eau, forme une pâte qui fait prise et durcit par le biais de réactions et de processus hydrauliques et qui, après durcissement, conserve sa résistance et sa stabilité même sous l'eau.*"

Les Ciments Portland Ordinaires (OPC) sont composés principalement de clinker et d'une faible teneur en gypse. Des ajouts cimentaires peuvent leur être rajoutés tels que des cendres volantes, du laitier ou de la fumée de silice.

Il existe trois principales classes de ciments définies dans la norme NF EN 197-1 (Tab. 1.1). De plus, il existe plusieurs types de ciments selon leurs compositions (Fig. A.1)

Tab. 1.1. Classe de résistance des ciments [Adaptée de NF EN 197-1]

Valeurs limites de résistance à la compression			
Classe de résistance	Résistances minimales absolues en MPa		
	2 jours	7 jours	28 jours
32.5 L	-	10	30
32.5 N	-	14	30
32.5 R	8	-	30
42.5 L	-	14	40
42.5 N	8	-	40
42.5 R	18	-	40
52.5 L	8	-	50
52.5 N	18	-	50
52.5 R	28	-	50

1.2.1. Nomenclature de la chimie du ciment

Une notation spécifique est souvent utilisée en chimie du ciment pour simplifier la description des phases du ciment, car nombre d'entre eux peuvent être exprimés comme une somme d'oxydes. (Tab. 1.2)

Tab. 1.2. Nomenclature de la chimie du ciment

$C = CaO$	$A = Al_2O_3$	$H = H_2O$
$S = SiO_2$	$F = Fe_2O_3$	$\bar{S} = SO_3$

1.2.2. Clinker

Le clinker est dans le cas général la phase prédominante dans plusieurs types de ciments, il est obtenu par calcination à 1450°C d'un mélange de 80% de calcaire ($CaCO_3$) et 20% d'argile dans un four de cimenterie (Fig. 1.1)

Les phases chimiques du clinker sont les suivantes :

- Le silicate tricalcique (C_3S) : $3CaO.SiO_2$
- Le silicate bicalcique (C_2S) : $2CaO.SiO_2$
- L'aluminate tricalcique (C_3A) : $3CaO.Al_2O_3$
- L'aluminoferrite tétracalcique (C_4AF) : $4CaO.Al_2O_3.Fe_2O_3$

Les silicates de calcium présents dans le clinker ne sont pas purs et ils peuvent contenir jusqu'à 4% d'autres oxydes tels que Al_2O_3 et Fe_2O_3 [Cadix, James, 2022]. Par conséquent, une appellation spécifique est dédiée aux silicates de calcium impurs ; Le silicate tricalcique impur : l'Alite, et le silicate bicalcique impur : la Bélite.

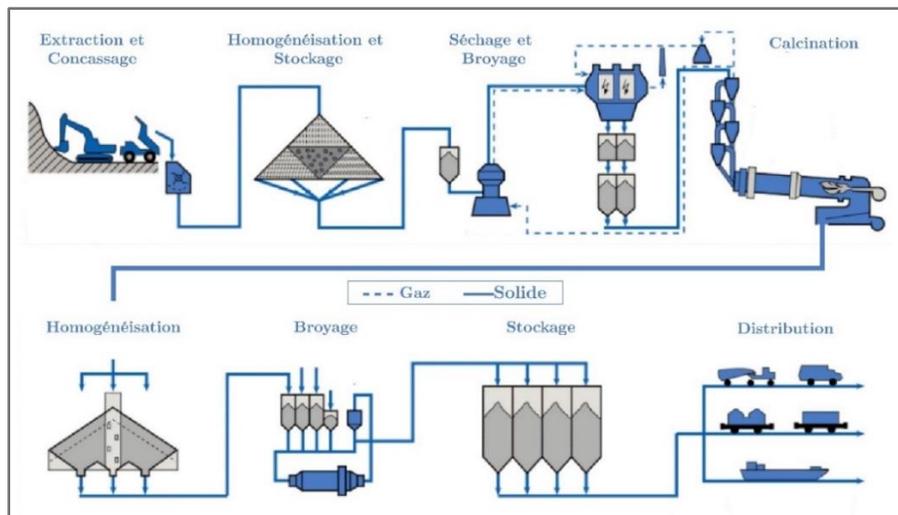


Fig. 1.1. Procédé de fabrication du ciment [adaptée de ECA, 2020]

1.2.3. Gypse

Pour ralentir la réaction d'hydratation, on ajoute du sulfate de calcium (gypse) ([Fig. 1.2](#)) au clinker, ce qui entraîne la formation d'ettringite en réagissant avec du C_3A . L'ettringite est un sulfo-aluminate de calcium $C_6A\bar{S}_6H_{32}$ qui se forme pendant les premiers stades de l'hydratation et développe ensuite un réseau nanocristallin tridimensionnel, qui se dépose et forme un film protecteur sur les particules de ciment pour entraver l'hydratation du C_3A et retarder le temps de prise du ciment. [Zhang, 2011]

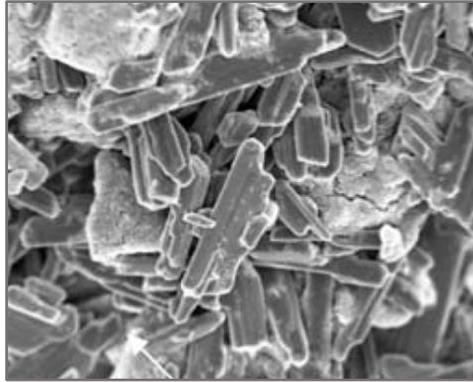


Fig. 1.2. Microstructure du Gypse (MEB) [Kirchheim et al., 2009]

L'un des effets néfastes que pourrait induire la présence de sulfates de calcium dans le ciment est le retardement de la croissance des cristaux de CSH après leurs nucléations. [Nonat, 2015 ; Mota Gassó, 2015]

1.3. Ajouts cimentaires

Les ajouts cimentaires sont des matériaux pouzzolaniques de nature siliceuse ou silico-alumineuse amorphe, ou une combinaison de celles-ci. Lorsqu'ils sont finement broyés, ils réagissent avec l'hydroxyde de calcium (CH) dissous en présence d'eau pour former des silicates de calcium hydratés (CSH) et/ou des aluminates de calcium hydratés (CAH). Ces ajouts cimentaires ont généralement des avantages économiques et écologiques par rapport au clinker car se sont, pour la majorité, des déchets industriels à faible coût.

1.3.1. Laitier de haut fourneau

C'est un déchet industriel provenant de la fusion du minerai de fer dans un haut fourneau qui, depuis quelques décennies a pris de la valeur notamment depuis son exploitation en tant qu'ajout cimentaire ([Fig. 1.3](#)). La première utilisation de laitier dans les ciments remonte à 1865 en Allemagne.

L'Amérique du Nord, le Royaume-Uni et l'Australie, par exemple, ont une longue tradition dans l'utilisation du laitier comme ajout au béton, tandis qu'en Amérique latine,

dans la plupart des pays d'Europe centrale et en Inde, le laitier est principalement utilisé comme ajout cimentaire. Les deux applications ont leurs avantages et leurs inconvénients. L'utilisation directe de laitier dans le béton offre une flexibilité maximale pour concevoir des bétons avec un nombre minimal de silos pour le ciment et les ajouts cimentaires. Toutefois, cette méthode montre des performances de réactivité réduites. Ainsi, des teneurs en ciment plus élevées peuvent être nécessaires pour obtenir les mêmes performances qu'un béton réalisé avec un ciment contenant du laitier [Addis, 1986].

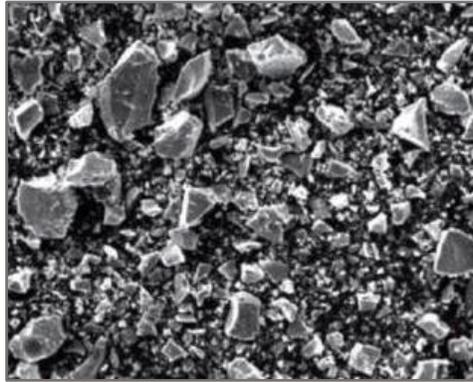


Fig. 1.3. Microstructure du Laitier de haut fourneau (MEB) [Gülşan et Çevik, 2018]

1.3.2. Cendres volantes

Les cendres volantes sont un déchet industriel provenant des centrales électriques. Il s'agit d'un sous-produit de la combustion du charbon ou du lignite. Les cendres volantes sont l'un des premiers adjuvants artificiels utilisés dans le béton. Leur utilisation remonte aux premières décennies du XXe siècle. Elles sont l'alternatif cimentaire le plus utilisé, sauf qu'avec l'éventuelle mise à terme de la production d'électricité à partir du charbon dans les dix prochaines années, les cendres volantes se feront rares et ainsi l'utilisation d'autres matériaux pouzzolaniques deviendra nécessaire.

Elles peuvent être de nature siliceuse avec des propriétés pouzzolaniques, ou calcaire avec, en plus, des propriétés hydrauliques d'où l'existence de deux principales classes de cendres volantes, à savoir la classe F et la classe C ([Fig. 1.4](#)). La principale différence entre les deux classes est la quantité de calcaire se trouvant dans cet ajout cimentaire. Les cendres volantes de classe F sont pouzzolaniques, avec peu ou pas de valeur cimentaire. Les cendres volantes de classe C ont des propriétés auto-cimentaires pouvant ainsi s'hydrater tel le clinker, en plus de leurs propriétés pouzzolaniques [Collins et al., 1998].

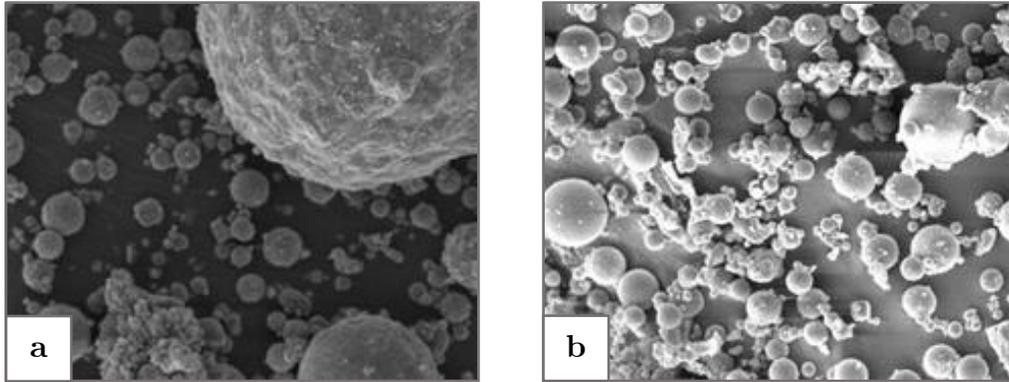


Fig. 1.4. Microstructure des cendres volantes (a. Classe C / b. Classe F) (MEB) [Turan et al., 2022]

1.3.3. Fumée de silice

La fumée de silice est une poudre ultrafine provenant de la production de silicium élémentaire ou d'alliages contenant du silicium dans les fours à arc électrique (Fig. 1.5). À une température d'environ 2000°C, la réduction du quartz de haute pureté en silicium produit de la vapeur de dioxyde de silicium, qui s'oxyde et se condense à basse température pour produire de la fumée de silice.

Les particules de SF sont extrêmement fines et forment une poudre noire grisâtre dont plus de 95 % des particules ont un diamètre inférieur à 1 μm . Sa surface spécifique Blaine est aux alentours de 20 000 cm^2/g . Ce qui implique que la la fumée de silice est pratiquement cent fois plus fine qu'un ciment ordinaire.

De ce fait, et en raison de son extrême finesse et de sa forte teneur en silice amorphe, la fumée de silice est considérée comme étant un matériau pouzzolanique à grande efficacité.

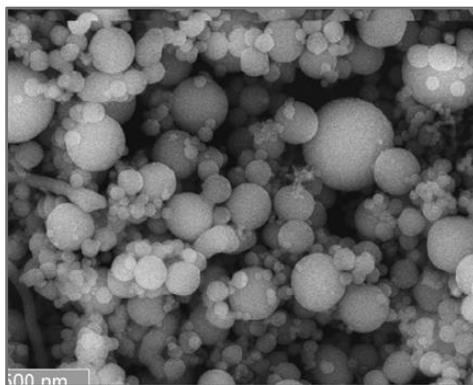


Fig. 1.5. Microstructure de la Fumée de Silice (MEB) [Jo et al., 2007]

1.3.4. Métakaolin

Le Métakaolin est un type d'argile calcinée provenant de la calcination de l'argile kaolin (Fig. 1.6). Il s'agit d'un produit fabriqué pour être utilisé et non d'un sous-produit, ce qui implique que ce matériau a une qualité bien moins variable par rapport aux autres matériaux pouzzolaniques, qui quant à eux sont pour la plupart des déchets industriels.

Le chauffage du kaolin ($Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$) au-dessus de 550 °C le transforme en Métakaolin ($Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$) par la perte des groupes OH structurels et un réarrangement des atomes de Si et d'Al. Au-dessus de 900-950 °C, le MK commence à se recristalliser en spinelle siliceux et en silice désordonnée.

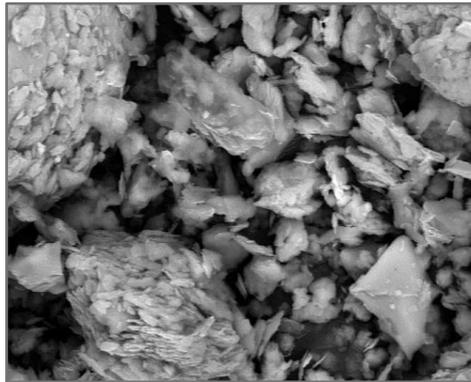


Fig. 1.6. Microstructure du metakaolin (MEB) [Kristine et al., 2019]

1.3.5. Propriétés des ajouts cimentaires

En plus de leur cout réduit par rapport au clinker du fait de leurs natures, étant pour la plupart des déchets industriels, et du fait des avantages écologiques qu'ils apportent en remplaçant le clinker, les ajouts cimentaires ont des propriétés physico-chimiques intéressantes. Une étude a révélé que les ajouts cimentaires induisent une faible perméabilité et une grande résistance à bien des agressions externes en comparaison au béton au ciment Portland [De Gutiérrez et al., 2003].

[De Belie et Soutsos, 2018] ont détaillé les propriétés que certains ajouts cimentaires apportent aux ciments et aux bétons, et à partir de cet ouvrage, on a élaboré un récapitulatif des comportements usuels de ces ajouts vis-à-vis de certaines grandeurs. (Tab. 1.3)

Tab. 1.3. Propriétés des ciments et bétons contenant des ajouts cimentaires

	Ouvrabilité	Temps de prise	Chaleur d'hydratation	Résistance à la compression	Resistanc e à la traction	Retrait	Perméabilité	Volume total des pores	Structure des pores
Laitier	+	+	-	+	+	0	-	0	Raffiné
Cendres Volantes (Classe C)	+	-	+	+	+	-	-	-	Raffiné
Cendres Volantes (Classe F)	+	+	+	+	+	-	-	-	Raffiné
Fumée de Silice	-	0	-	++	+	0	--	0	Très Raffiné
Metakaolin	-	-	RC	+	0	RC	-	+	Raffiné

- +
 - ++
 -
 -
 - 0
 - RC
- + : Augmentation par rapport à un OPC
 ++ : Augmentation significative par rapport à un OPC
 - : Diminution par rapport à un OPC
 -- : Diminution significative par rapport à un OPC
 0 : Différences non significatives par rapport à un OPC
 RC : Résultats contradictoires

1.4. Composés et phases chimiques du ciment

1.4.1. Composés chimiques du ciment

Le ciment est principalement composé de huit oxydes : le Dioxyde de silicium (SiO_2), oxyde d'aluminium (Al_2O_3), oxyde de fer (Fe_2O_3), oxyde de calcium (CaO), oxyde de magnésium (MgO), trioxyde de soufre (SO_3), oxyde de potassium (K_2O) et d'oxyde de sodium (Na_2O)

La variation du taux d'un composé chimique du ciment induit un comportement différent de ce dernier vis-à-vis de certains phénomènes :

- Le SiO_2 confère de la résistance au ciment en raison de la formation de silicate bicalcique et de silicate tricalcique qui à leurs tours forment des cristaux de CSH lors de leur hydratation.
- Lorsque la teneur en chaux (CaO) est trop faible, la résistance initiale est plus faible. Lorsque cet oxyde est en excès, le ciment présente une instabilité du ciment [Neville, 1996].

- Un excès d'oxyde de magnésium peut être néfaste à la stabilité du ciment surtout à des âges avancés. Ceci est dû à la réaction de la périclase (MgO) avec l'eau formant ainsi du $Mg(OH)_2$ (c'est la réaction la plus lente parmi toutes les autres réactions de durcissement). Étant donné que le $Mg(OH)_2$ occupe un plus grand volume que le MgO et qu'il se forme à l'endroit même où se trouve la particule de périclase, il peut rompre la liaison de la pâte de ciment durcie, ce qui entraîne des fissures d'expansion communément appelées expansion de la magnésie. [Neville, 1996]. C'est pour cela que la teneur de cet oxyde est limitée par l'EN 197 à 5% dans le ciment.
- Pour contrôler efficacement le temps de prise, le ciment a besoin d'une quantité minimale de sulfate de calcium, le plus souvent sous forme de gypse ajouté au clinker. D'autre part, un excès de SO_3 dans le ciment, provoque une expansion des sulfates.
- Une relativement grande quantité d'oxyde d'aluminium (Al_2O_3) peut réduire le temps de prise d'un ciment.
- La présence des oxydes de fer Fe_2O_3 apporte plus de résistance mécanique au ciment. De plus, ils sont responsables de la couleur grise du ciment.

En plus des principaux composés énumérés, il existe d'autres composés mineurs, tels que MgO , TiO_2 , Mn_2O_3 , K_2O et Na_2O ; ils ne représentent généralement pas plus de quelques pour cent de la masse du ciment. Deux de ces composés mineurs sont intéressants : les oxydes de sodium et de potassium, Na_2O et K_2O , connus sous le nom d'alcalis (bien que d'autres alcalis existent également dans le ciment). On a constaté qu'ils réagissent avec certains granulats contenant de la silice provoquant ainsi la désintégration du béton (ASR). (Fig. 2.1). Il convient donc de souligner que le terme "composés mineurs" se réfère principalement à leurs quantités et pas nécessairement à leur importance. [Neville et Brooks, 1987]

1.4.2. Phases chimiques du ciment

1.4.2.1. C_2S , C_3S , C_3A et C_4AF

Les silicates, C_2S et C_3S , sont les composés les plus importants du clinker car ils sont responsables du gain de résistance à l'hydratation. En réalité, les silicates du ciment ne sont pas des composés purs, mais contiennent des oxydes mineurs. Ces oxydes ont des effets significatifs sur les arrangements atomiques, la forme cristalline et les propriétés hydrauliques des silicates.

La présence de C_3A dans le ciment est indésirable : il ne contribue pas ou peu à la résistance du ciment. De plus, lorsque la pâte de ciment durcie est attaquée par des sulfates, le C_3A forme des sulfo-aluminate de calcium (ettringite) en réagissant avec les sulfates, ce qui peut provoquer des perturbations majeures (voir Attaque par les sulfates). C'est pour cela que les ciments résistants aux sulfates ont des teneurs faibles en C_3A .

Cependant, le C_3A est bénéfique dans la production du ciment dans la mesure où il facilite la combinaison de la chaux et de la silice.

Le C_4AF est également présent dans le ciment en petites quantités et, par rapport aux trois autres composés, il n'affecte pas le comportement du clinker de manière significative ; cependant, il réagit avec le gypse pour former du sulfoferrite de calcium et sa présence peut accélérer l'hydratation des silicates. [Neville et Brooks, 1987]

Ci-dessous un graphe rapportant la contribution de chaque composé du clinker au gain de résistance du ciment à travers le temps où on voit que les silicates de calcium contribuent d'une manière plus significative que les aluminates au gain en résistance. Il est à noter aussi que le C_3S est le composé qui procure le plus de résistance à jeune âge (Fig. 1.7).

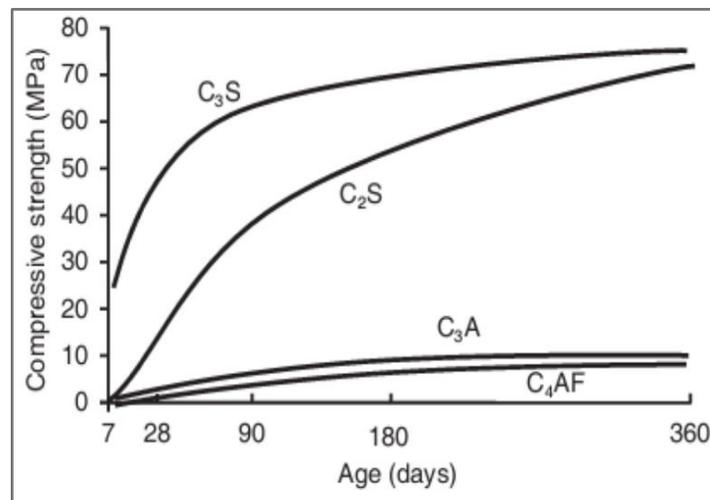


Fig. 1.7. Développement de la résistance des composés dans le ciment Portland lors de l'hydratation [Bogue, 1955]

1.4.2.2. Formules de Bogue et de Shim et al., (2021)

En 1955, Bogue a développé des équations empiriques qui permettent, connaissant la composition chimique du clinker, de calculer approximativement le pourcentage de ses quatre constituants.

$$C_3S = 4.0710CaO - 7.6024SiO_2 - 6.7187Al_2O_3 - 1.4297Fe_2O_3$$

$$C_2S = -3.0710CaO + 8.6024SiO_2 + 5.0683Al_2O_3 + 1.0785Fe_2O_3$$

$$C_3A = 2.6504Al_2O_3 - 1.6920Fe_2O_3$$

$$C_4AF = 3.0432Fe_2O_3$$

Les résultats des calculs diffèrent quelques fois de façon marquée des valeurs exactes en sous-estimant les teneurs en Alite et en surestimant celles de la Bélite. La principale source d'erreur étant les impuretés présentes dans l'Alite et la Bélite. [Taylor, 1997]

Shim et al., (2021) ont développé d'autres équations en s'inspirant des équations de BOGUE (1955) :

$$\begin{aligned}
 C_3S &= 4.088CaO - 7.212SiO_2 - 6.745Al_2O_3 - 1.436Fe_2O_3 - 2.863SO_3 \\
 C_2S &= -3.113CaO + 8.442SiO_2 + 5.136Al_2O_3 + 1.093Fe_2O_3 + 2.180SO_3 \\
 C_3A &= 0.028CaO - 0.1532SiO_2 + 2.604Al_2O_3 - 1.702Fe_2O_3 - 0.020SO_3 \\
 C_4AF &= -0.010CaO - 0.058SiO_2 + 0.016Al_2O_3 + 3.047Fe_2O_3 + 0.007SO_3
 \end{aligned}$$

Chacune des deux méthodes a des conditions d'application qui dépendent des rapports entre certains oxydes du clinker (Tab. 1.4).

Tab. 1.4. Domaine d'application des méthodes de Bogue et de Shim [Shim et al., 2021]

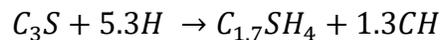
Méthode	Bogue		Shim	
	Minimum	Maximum	Minimum	Maximum
C/S	2,33	3,30	2,22	3,21
A/F	0,64	-	0,86	-

1.5. Hydratation du ciment

Dans la chimie du ciment, le terme " hydratation " est utilisé pour désigner les changements qui se produisent lorsque le ciment anhydre, ou l'une de ses phases (les phases dites du clinker), est en contact avec l'eau impliquant un groupe complexe de réactions qui provoquent des changements dans les propriétés chimiques et physico-mécaniques du mélange [Mathur, 2007]. Le processus d'hydratation est sensible à de nombreux facteurs, parmi lesquels la composition du clinker est particulièrement importante car elle contrôle la cinétique de ladite hydratation [Goetz-Neunhoeffler et al., 2006].

1.5.1. Silicates

Les phases silicatées sont les plus abondantes dans le ciment Portland, constituant souvent plus de 75 % du ciment, la concentration en silicate tricalcique (C_3S) étant généralement au moins deux fois supérieure à celle en silicate dicalcique (C_2S). L'hydratation des phases de silicate de calcium est responsable du développement de la résistance mécanique du ciment. Le mécanisme d'hydratation du C_2S et du C_3S sont similaires. Cependant, la vitesse de réaction du C_2S est bien plus faible que celle du C_3S . L'hydratation des silicates se fait comme suit :

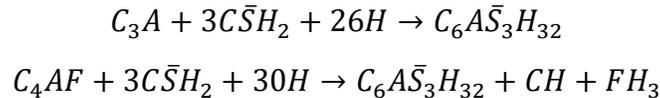


1.5.2. Aluminates

Les phases d'aluminates ; l'aluminate tricalcique (C_3A), et l'aluminoferrite tétracalcique (C_4AF) sont présents à une concentration totale de moins de 24% dans les ciments.

Lorsque du C_3A ou du C_4AF est en contact avec l'eau, il se produit une réaction qui conduit à une prise rapide. Les hydrates cristallins, tels que le C_3AH_6 , le C_4AH_{19} et le C_2AH_8 , se forment rapidement et génèrent de grandes quantités de chaleur. [Mehta et Monteiro, 2006]. Il est à noter que la vitesse de réaction du C_3A est plus élevée que celle du C_4AF .

Pour pallier au problème de prise rapide, du sulfate de calcium, généralement sous forme de gypse ($CaSO_4 - 2H_2O$ ou $C\bar{S}H_2$ en notation ciment), est ajouté au clinker lors du broyage. En présence de gypse, la réaction du C_3A (et du C_4AF) est contrôlée en formant des sulfo-aluminates de calcium selon les équations suivantes :



La réduction de la vitesse d'hydratation du C_3A a été pendant de nombreuses années attribuée à la formation d'une couche protectrice d'ettringite à la surface du C_3A . Cependant, des travaux plus récents, passés en revue par [Bullard et al., 2011], indiquent que la réaction est ralentie par l'adsorption d'ions sulfate à la surface du C_3A .

1.5.3. Silicates de Calcium Hydratés (CSH)

Les silicates de calcium hydratés (CSH) sont les principaux produits de l'hydratation des C_3S et du C_2S . Il est fréquemment décrit comme un gel plutôt qu'un matériau cristallin, car aucune structure cohérente n'a été discernée. Comme il n'a pas de composition fixe, il est généralement écrit chimiquement « C-S-H », en n'impliquant aucune stœchiométrie particulière.

Ce gel est composé de feuilles de calcium et d'oxygène entourées de chaînes de silice tétraédrique formant les couches principales séparées par des couches intermédiaires d'eau et d'ions de calcium [Taylor, 1997] ([Fig. 1.8](#)).

[Gartner, 1997] a supposé que les particules de CSH initialement nucléées ont une structure constituée principalement d'une seule couche, qui se développe en un produit bidimensionnel par l'ajout de chaînes de silicate avec des régions régulièrement cristallisées et d'autres contenant des défauts aux extrémités des lamelles. Par la suite, la nucléation d'une deuxième feuille se produit sur la région régulière de la première feuille. Cette deuxième couche croît le long de la région parfaite jusqu'à atteindre les zones amorphes où elle se sépare de la structure régulière et continue à croître de manière indépendante.

Les variations de structures des CSH sont affectées par le rapport molaire Ca/Si qui, en augmentant, la longueur des chaînes de silicate diminue [Pellenq et al., 2004 ; Richardson, 2008]. De plus, une augmentation du rapport Ca/Si réduit la distance interplanaire, ce qui favorise l'augmentation de la résistance et de la densité [Shahsavari et al., 2009].

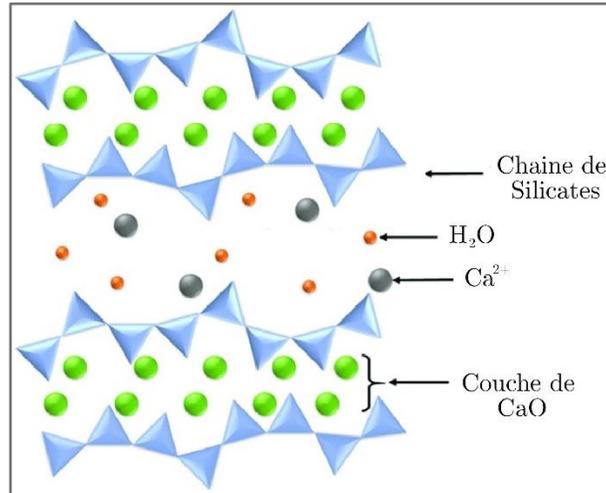


Fig. 1.8. Schéma de la structure cristalline des CSH [adaptée de Hooi Cho, 2020]

1.5.4. Chaleur d'hydratation

La figure (Fig. 1.9) illustre les quatre principaux stades qu'un ciment entreprend lors de sa réaction d'hydratation. Les explications exactes des phénomènes qui se produisent durant l'hydratation et leur enchainement sont à ce jour controversées et plusieurs théories à travers le temps ont été avancées en essayant d'expliquer l'allure de la courbe ci-dessous décrivant le débit de la chaleur d'hydratation ($J.g^{-1}.s^{-1}$) en fonction du temps (Fig. 1.9).

Au premier stade, l'hydratation est rapide et une dissolution de 1% à 2% du C_3S se produit dès son mélange avec l'eau, ce qui donne un signal exothermique élevé. Cette étape ne dure que quelques minutes. [Barret et al., 1983 ; Ings et al., 1983] ont fourni des preuves convaincantes que le C_3S et le C_3A se dissout de manière congruente et assez rapidement dans les premières secondes après le mouillage.

Par la suite, une diminution rapide de la réactivité se produit provoquant l'hydratation au second stade, communément appelé « période d'induction » ou « phase dormante ». Il existe plusieurs hypothèses expliquant ce phénomène dont la plus connue étant la « Metastable Barrier Hypothesis » : qui explique que cette diminution est causée par la formation d'une couche protectrice de *CSH* sur les particules de C_3S non-hydratées limitant l'accès à l'eau induisant une difficulté d'hydratation des C_3S .

Le début de la période d'accélération (stade 3) correspond au début des réactions d'hydratation et à la croissance rapide de *CSH*. Cette étape se termine par un pic d'activité d'hydratation. Pour les ciments courants, ce maximum est généralement atteint au bout de quelques heures.

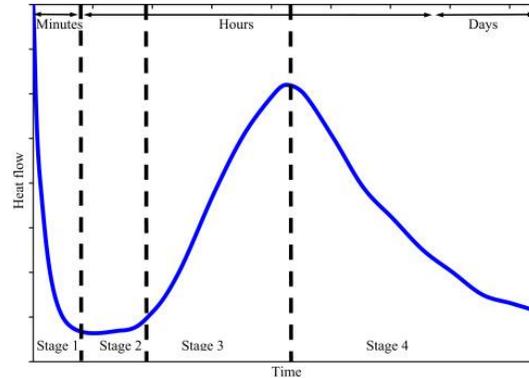


Fig. 1.9. Etapes de l'hydratation du ciment [Cadix, 2022]

La décélération au quatrième stade est induite par plusieurs facteurs dont :

- La consommation des petites particules, ne laissant que les grosses particules pour réagir
- La manque d'espace
- Le manque d'eau

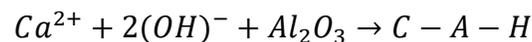
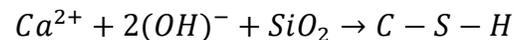
Ci-dessous un tableau résumant la chaleur libérée par chaque phase du clinker lors de l'hydratation du ciment. (Tab. 1.5)

Tab. 1.5. Chaleur que libère chaque phase du ciment lors de leurs hydratations [Bentez, 1997]

Phase	Chaleur libérée (kJ/kg)
C_3S	517
C_2S	262
C_3A	1144
C_4AF	725

1.5.5. Réaction Pouzzolanique

La réaction pouzzolanique se fait dans une matrice cimentaire et désigne la combinaison en présence d'eau, des silicates et/ou des aluminates amorphes provenant des ajouts cimentaires avec la chaux libérée par l'hydratation du ciment selon les équations suivantes :



La portlandite, résidu de la réaction des silicates est un atout majeur pour les réactions pouzzolaniques (Fig. 1.10). De plus, ces derniers maintiennent une certaine basicité des bétons qui permet de contrer les agents agressifs. De ce fait, un excès de réactivité pouzzolanique pourrait induire des effets néfastes pour le béton.

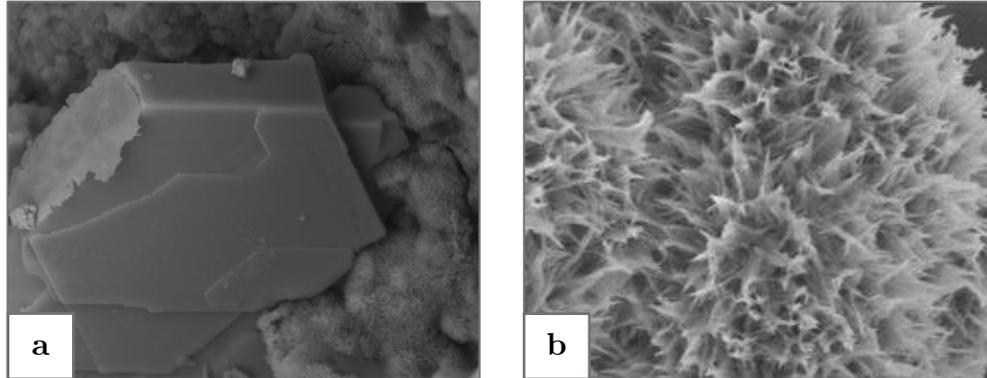


Fig. 1.10. Produits d'hydratation au MEB (a. Portlandite [Hernandez, 2018] b. CSH [AL-Qasem, 2009])

1.6. Béton

Le béton est le matériau le plus consommé au monde après l'eau. C'est un matériau de construction durcissant avec le temps et qui est principalement composé de ciment, de granulats fins (sable) et de granulats grossiers mélangés à de l'eau. Le béton se caractérise par sa résistance élevée à la compression, mais il l'est considérablement moins face à la flexion. Par conséquent, dans les structures le béton est ferrailé afin de corroborer sa résistance à la traction, prenant une nouvelle appellation « le béton armé ».

A l'état frais, le béton présente une certaine maniabilité, ce qui lui permet d'épouser les différentes formes géométriques imaginables par le concepteur, ceci est un des plus grands avantages du béton. Cette propriété permet aussi d'enrober les armatures des constructions lors du coulage pour former un béton armé compacte sans discontinuité. Ce qui permet d'appliquer les calculs analytiques du génie civil car ces derniers sont en grande partie basés sur l'hypothèse d'un matériau continu.

1.6.1. Résistance à la compression et la traction

La résistance à la compression des bétons est généralement estimée à dix fois supérieure à sa résistance à la traction. Cette grande proportionnalité est due à la nature du béton, qui est constitué de granulats fins et grossiers liés avec la pâte de ciment hydratée.

Afin de subvenir aux besoins des cahiers de charge concernant la résistance à la traction notamment dans le cas d'éléments horizontaux soumis à la flexion, qui induit des efforts de traction dans la partie tendue du béton, plusieurs solutions ont été développées

à travers les années dont la solution la plus appliquée est l'ajout de fibre, confectionnant ainsi un « béton fibré ». Avoir une bonne résistance à la traction est nécessaire car cette dernière est le facteur dominant dans le contrôle des fissures et qui permet aux bétons une certaine ductilité évitant, de ce fait, les ruptures fragiles des structures.

1.6.2. Porosité

La porosité d'un béton désigne le pourcentage de vides contenus dans ce dernier (Fig. 1.11). Il existe plusieurs types de pores [Tepfers, 2012] :

- Les pores d'air fermés par la vibration du béton.
- La porosité capillaire qui peut être réduite en utilisant un rapport E/C plus faible, des additifs plastifiants et de la micro silice. Ces pores sont responsables de la pénétration des agents agressifs depuis le milieu extérieur vers les armatures et le corps du béton.
- Les pores de contraction apparaissent lors de l'hydratation, car le volume des produits d'hydratation est inférieur à celui des phases du clinker et l'eau.
- Les pores créés par l'agent entraîneur d'air sont des pores délibérément créés pour donner une certaine résistance au béton contre le gel/dégel.

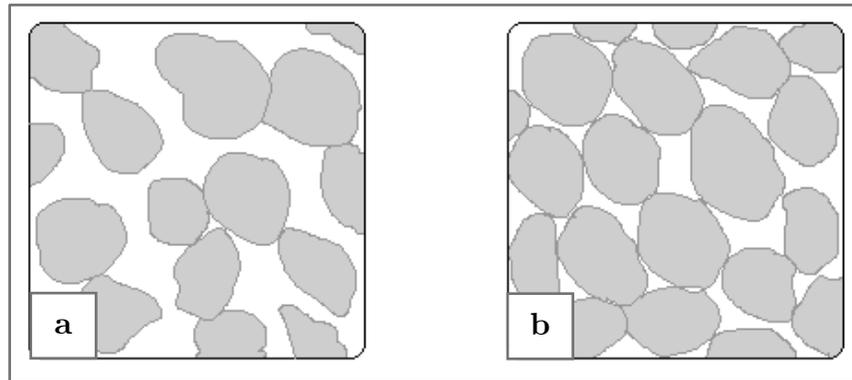


Fig. 1.11. a. Grande porosité / b. Faible porosité [Höök, 2010]

1.6.3. Perméabilité

La perméabilité est une grandeur physique relative au déplacement d'un fluide (liquide ou gaz) sous l'effet d'un gradient de pression. Elle dépend de la taille des espaces poreux dans lesquels s'écoule le fluide ainsi que leur interconnexion (Fig. 1.12). Si la porosité dépend de tous les types de vides dans le béton, la perméabilité est bien plus affectée par les pores interconnectés.

Cette caractéristique des bétons est considérée comme fondamentale car elle régit considérablement leur durabilité, en particulier dans les structures exposées à un environnement agressif. Les essais qui permettent d'obtenir des indications sur la perméabilité du béton sont la pénétrabilité à l'eau, la perméabilité au gaz et la

pénétrabilité aux ions chlorure. Toutefois, il existe des scénarios où une grande perméabilité est souhaitée notamment dans le cas de certains bétons de chaussées car ça leur permettra de drainer l'eau, évitant de cette façon sa stagnation sur les chaussées pouvant être à l'origine de l'altération de ces dernières.

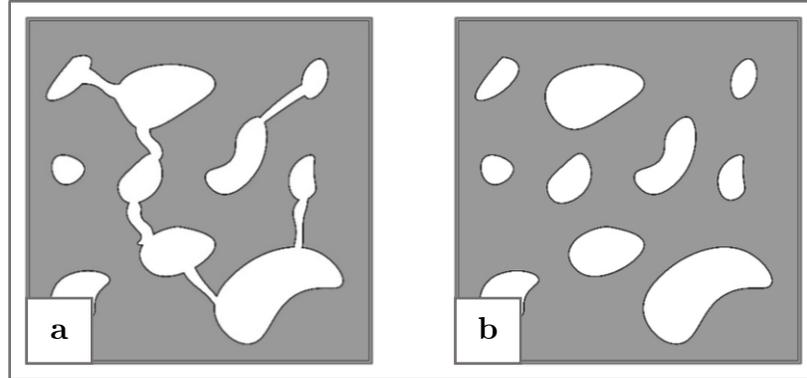


Fig. 1.12. a. Grande perméabilité / b. Faible perméabilité

1.7. Conclusion

L'assimilation de certaines propriétés des bétons et des ciments est primordiale à la compréhension du comportement de ces matériaux lorsque ces derniers sont exposés à différents milieux (contraintes thermiques, physiques et chimiques). De plus, les notions en chimie des ciments présentées dans ce chapitre seront utilisées à moult reprises dans certaines interprétations et explications dans d'autres chapitres.

Références

- A. Nonat, F. Begarin, G. Plusquellec, S. Gauffinet, L. Nicoleau, Accelerating Effect of Salts on C3S Hydration, ICCI, Beijing, 2015.
- Ali, M., Khan, I., & Hossain, M. Chemical Analysis of Ordinary Portland Cement of Bangladesh. Chemical Engineering Research Bulletin, Department of Chemical Engineering, Bangladesh University of Engineering & Technology, Dhaka-1000, Bangladesh 2008. 12(0). doi:10.3329/ceerb.v12i0.1491
- Arnaud Cadix, Simon James, Cementing additives in : Fluid Chemistry, Drilling and Completion. Qiwei Wang: 2022, Pages 187-254. ISBN: 978-0-12-822721-3
- B J Addis; D E Davis. Fulton's concrete technology : 6th ed. Institut du ciment Portland RSA. Midrand, South Africa : Portland Cement Institute, 1986. 0620099887 9780620099882
- B. Mota Gassó, Berta Impact of alkali salts on the kinetics and microstructural of cementitious systems, Thesis, Lausanne, EPFL 2015
- Barret, P., Ménétrier, D., & Bertrandie, D. Mechanism of C3S dissolution and problem of the congruency in the very initial period and later on. Cement and Concrete Research 1983, vol 13, n5, 728-738. doi:10.1016/0008-8846(83)90064-9
- Byung-Wan Jo, Chang-Hyun Kim, Ghi-ho Tae, Jong-Bin Park. Characteristics of cement mortar with nano-SiO₂ particles. Construction and Building Materials. 2007. Vol. 21, n 6, Fig. 1, p. 1352
- CEMBUREAU, The European Cement Association. Environmental Product Declaration (EPD) according to EN 15804 and ISO 14025 - Portland Cement (CEM I) produced in Europe. 2020. Belgique

CHAPITRE 1 : Généralités et Définitions

Cho, Byoung Hooi; Chung, Wonseok; Nam, Boo Hyun. Molecular Dynamics Simulation of Calcium-Silicate-Hydrate for Nano-Engineered Cement Composites - A Review. (2020) *Nanomaterials*, 10(11), 2158-. doi:10.3390/nano10112158

Dale P. Bentz Three-Dimensional Computer Simulation of Portland Cement Hydration and Microstructure Development. , (1997). 80(1), 3-21. doi:10.1111/j.1151-2916.1997.tb02785.x

De Gutiérrez, R. M. Effect of supplementary cementing materials on the concrete corrosion control. *Revista de Metalurgia (Madrid)* 2003, vol 39, p. 250-255.

E.M. Gartner, J.F. Young, et al., Hydration of Portland Cement, (2002), pp. 57-113.

G.A.C.M., H.N. Stein: The influence of Na₂O on the hydration of C3A Cement and Concrete Research Volume 6, Issue 2, March 1976, Pages 265-272 I.

Gartner E.M., 'A Proposed Mechanism for the Growth of CSH during the Hydration of Tricalcium Silicate'. *Cement and Concrete Research*, (1997) Volume 27, pp.665- 672

H.F.W. Taylor : Cement chemistry 2nd edition 1997) Disponible sur ; <https://www.icvirtuallibrary.com/isbn/9780727739452>

Haimei Zhang, Cement Chapter, *Building Materials in Civil Engineering Woodhead Publishing Series in Civil and Structural Engineering* 2011, Pages 46-80, 423

Hernandez, Nicole; Lizarazo-Marriaga, Juan; Rivas, Miguel Angel Petrographic characterization of Portlandite crystal sizes in cement pastes affected by different hydration environments. *Construction and Building Materials*, (2018). 182(), 541-549. doi:10.1016/j.conbuildmat.2018.06.142

Imad AL-Qasem EFFECT OF GLASS POWDER ON THE MECHANICAL PROPERTIES OF MORTAR The Faculty of Graduate Studies Jordan University of Science and Technology Thesis for: Degree of M.Sc in Civil Engineering (July 2009) URL:10.13140/RG.2.2.13649.02407

Ings, J. B., Brown, P. W., & Frohnsdorff, G. Early hydration of large single crystals of tricalcium silicate. *Cement and Concrete Research* 1983, vol 13 n6, 843-848. doi:10.1016/0008-8846(83)90085-6

Iwao Maki ; Nature of the prismatic dark interstitial material in Portland cement clinker *Cement and Concrete Research* Volume 3, Issue 3, May 1973, Pages 295-313

J.W. Bullard et al. Mechanisms of cement hydration, *Cement and Concrete Research*, 2011, vol 41, n12, 1208-1223.

Kirchheim, A. P., Fernández-Altable, V., Monteiro, P. J. M., Dal Molin, D. C. C,Casanova, I Analysis of cubic and orthorhombic C3A hydration in presence of gypsum and lime. *Journal of Materials Science*, 2009. vol 44, n8, 2038-2045.doi:10.1007/s10853-009-3292-3

Mathur, Prakash Chandra. Study of cementitious materials using transmission electron microscopy. Thèse de doctorat : Génie des Matériaux, Lausanne :Faculté des sciences et techniques de l'ingénieur, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, 2007, 237p.

Mehmet Eren Gülşan, Abdulkadir Çevik (2018) - Mechanical Performance and Durability of Confined and Unconfined Geopolymer Concrete Exposed to Severe Environments. Thèse de doctorat : Génie Civil. Gaziantep, Turquie : Gaziantep University ,2018, 206p.

Mehta, P.K. and Monteiro, P.J.M. *Concrete: Microstructure, Properties, and Materials*. 3rd Edition. McGraw-Hill, New York 2006.Mehta 2006.

Mikael Höök Coal and Oil: The Dark Monarchs of Global Energy: Understanding Supply and Extraction Patterns and their Importance for Future Production 2010 Uppsala University

Nele De Belie, Elke Gruyaert. Properties of Fresh and Hardened Concrete Containing Supplementary Cementitious Materials : State-of-the-Art Report of the RILEM Technical Committee 238-SCM, Working Group 4. Magnel Laboratory for Concrete Research, Department of Structural Engineering, Ghent University, Ghent, Belgium. 2018. 978-3-319-70605-4

Pellenq, R. J. M.; Van Damme, H. *MRS Bull.*, 5, 319-323. Mesoscale texture of cement hydrates. *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America* (2004), doi: 10.1073/pnas.1520487113

Rafat Siddique, Paulo Cachim. Waste and Supplementary Cementitious Materials in Concrete Characterisation, Properties and Applications Woodhead Publishing Series in Civil and Structural Engineering.Woodhead Publishing Ltd 2018, Pages 493-511, [Consulté le 16/05/2022] Disponible sur : <https://www.elsevier.com/books/waste-and-supplementary-cementitious-materials-in-concrete/siddique/978-0-08-102156-9>

Richardson, I. G. *Cem. Concr. Res.* The Calcium Silicate Hydrates 38, 137-158(2008), DOI:10.1016/j.cemconres.2007.11.005

CHAPITRE 1 : Généralités et Définitions

Shahsavari, R.; Buehler, M. J.; Pellenq, R.J.-M.; Ulm, F.-J. J. Am. Ceram. Roadmap across the mesoscale for durable and 2 sustainable cement paste – a bioinspired 3 approach Department of Civil and Environmental Engineering, Massachusetts Institute of Technology, 8 77 Mass. Ave, Cambridge, MA, 02139, USA Soc. 2009, 92, 2323–1230.

Shim, S.-H.; Lee, T.-H.; Yang, S.-J.; Noor, N.B.M.; Kim, J.-H.-J. Calculation of Cement Composition Using a New Model Compared to the Bogue Model. *Materials* 2021, 14, 4663. <https://doi.org/10.3390/ma14164663>

Taylor HFW: *The Chemistry of Cement*, 2nd edn. Thomas Telford Publishing, (1997) London, UK

Tepfers R., “Concrete technology – porosity is decisive”. . ISBN-13: 978-3-8382-0397-3. pp. 571-575. Stuttgart 2012

Turan C, Javadi AA, Vinai R. Effects of Class C and Class F Fly Ash on Mechanical and Microstructural Behavior of Clay Soil-A Comparative Study. *Materials (Basel)*. 2022; vol 15, n 5, 1845. doi: 10.3390

Vegere, Kristine; Vitola, Laura; Argalis, Pauls P.; Bajare, Diana; Krauklis, Andrey E. Alkali-Activated Metakaolin as a Zeolite-Like Binder for the Production of Adsorbents. *Inorganics*, 2019, Vol 7, n12, 141–. doi:10.3390/inorganics7120141

W H COLLINS, R J MacKay, M H : *User Guidelines for Waste and Byproduct Materials in Pavement Construction* Chesner, .683p Commack, NY United States 1998.
<http://www.fhwa.dot.gov/publications/research/infrastructure/pavements/97148/index.cfm>

CHAPITRE 2

Béton en Milieux Agressifs

2.1. Introduction

La durabilité du béton peut être définie comme étant la capacité du béton à résister à des environnements agressifs caractérisés par des contraintes thermiques, physiques et chimiques persistantes dans le temps. Cependant, une structure en béton doit être capable de maintenir les performances attendues pendant sa durée de vie, d'où l'importance de l'élaboration de bétons durables. Ce chapitre s'articule autour de quelques contraintes pouvant potentiellement être appliquée sur les bétons.

2.2. Carbonatation

Les fissures et les pores du béton facilitent le passage du dioxyde de carbone (CO_2) à travers le béton lui-même. En présence d'eau, le CO_2 atmosphérique réagit avec les hydrates de la pâte, notamment la portlandite, pour produire des carbonates de calcium. Cette réaction réduit le pH de la solution des pores du béton aux environs de 9. De plus, lorsque le front de carbonatation atteint les barres de ferrailage, il les dépassive provoquant ainsi une corrosion des armatures qui, de ce fait, dégrade la structure.

La vitesse de carbonatation dépend de la qualité de la couche d'enrobage ainsi que des facteurs environnementaux tels que l'humidité relative et la teneur en dioxyde de carbone [Halsall et al., 1993]. Cette vitesse diminue avec le temps grâce à la formation de $CaCO_3$, qui obstrue en partie la porosité. Il est à noter que la carbonatation a un effet maximal lorsque le taux d'humidité relative varie entre 50 et 70% [Parrott, 1987 et Neville, 2003 et 2004].

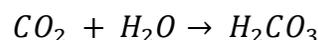
La carbonatation peut néanmoins être particulièrement bénéfique après la démolition, lorsque la surface des bétons en contact avec l'air augmente de manière significative permettant ainsi le stockage d'une certaine quantité de dioxyde de carbone présente dans l'air ambiant.

Le processus de la carbonatation se produit en deux étapes :

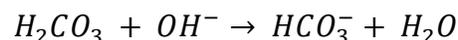
a. Diffusion et dissolution du CO_2

Selon le pH de la solution interstitielle, le CO_2 en solution peut prendre différentes formes [Pascal, 1968 ; Valsaraj, 1995] induisant ainsi différents produits de dissolutions selon le PH de la solution :

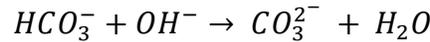
- $pH < 4$: Formation de l'acide carbonique



- $6 < pH < 10,5$: Formation de l'ion bicarbonate



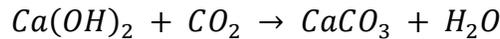
- $pH > 10,5$: Formation de l'ion carbonate



Ce dernier cas est le plus présent dans le cas de bétons intacts [Zidol, 2014]. Car la présence des alcalins dans les ciments accentue la basicité des bétons.

b. Carbonatation de la portlandite

Les ions carbonates CO_3^{2-} réagissent avec les ions Ca^{2+} résultant de la dissolution partielle de la portlandite. Cette réaction conduit à la formation du $CaCO_3$ comme suit :



La carbonatation est accompagnée d'un retrait malgré le fait que le produit de la carbonatation est plus volumineux que les réactifs. Il existe plusieurs hypothèses expliquant cela ; [Powers, 1962], explique que ce retrait serait dû à la dissolution des cristaux de Portlandite lorsqu'ils sont sous contrainte de compression, ce qui provoque une contraction dimensionnelle. [Hunt et Tomes, 1962], indiquent que ce retrait est dû à la diminution de la quantité d'eau liée chimiquement aux CSH.

La carbonatation induit des effets néfastes pour les structures à l'image du retrait et de l'augmentation de l'acidité des bétons causant la dépassivation des armatures provoquant ainsi leur corrosion [Berry et al. 1987]. La résistance des bétons à la carbonatation est en général estimée à travers l'essai de carbonatation accéléré.

2.3. Attaque par les sulfates

L'attaque au sulfate désigne la réaction des sulfates internes ou externes au béton avec les composés de la pâte de ciment tels que le monosulfate, la portlandite et le gel de CSH. Les produits de l'attaque sulfatique sont multiples dont l'ettringite secondaire et le gypse [Yuan et al., 2021]. L'attaque du béton par les sulfates entraîne l'expansion, la fissuration et la perte de résistance mécanique.

Il existe deux principaux types d'attaques sulfatiques, à savoir l'attaque externe et l'attaque interne. Dans le cas de l'attaque externe, les ions sulfates pénètrent dans le béton à travers le sol ou bien à travers l'eau pour initier la réaction. Toute expansion causée par la pénétration de ces sulfates peut provoquer des fissures, ce qui accélère la pénétration d'autres ions sulfates. La vitesse de l'attaque externe dépend du temps d'exposition. Par contre, dans le cas de l'attaque interne, les ions sulfates existent à l'intérieur du béton depuis le mélange. La quantité d'ions sulfate diminue au fur et à mesure que la réaction chimique se déroule et par conséquent l'attaque interne ralentie avec le temps.

2.4. Réaction Alkali-Silice (ASR)

Vers 1940, la réaction alcali-granulats a été découverte et dénommée « le cancer des bétons ». Ce terme regroupe toutes les réactions probables entre les granulats et les alcalins de la pâte de ciment. L'ASR ne se manifeste qu'après des dizaines d'années à partir du coulage du béton et a comme effet visible le faïençage et l'éclatement du béton.

Le processus de l'ASR peut être divisé en deux étapes principales : (a) la réaction chimique pour former le gel ASR et (b) l'expansion des gels induite par l'absorption d'eau [Brandt et al., 2012] (Fig. 2.1). Cependant, trois conditions nécessaires doivent se présenter pour que cette néfaste réaction ait lieu, à savoir :

- La présence de granulats potentiellement réactifs ;
- Une humidité relative supérieure à 80-85% ;
- Une concentration en alcalins au-dessus d'un seuil critique. ($PH > 13.2$ [Tang et Fen, 1980]).

La réaction entre la solution alcaline des pores (OH^- , Na^+ et K^+) et la silice réactive dans les granulats produit un gel alcalin-siliceux. Si ce gel absorbe suffisamment d'humidité, il se dilate, créant des pressions internes dans le béton pouvant dépasser la résistance à la traction du béton et ainsi le fissurer. [Mukhopadhyay, 2013]

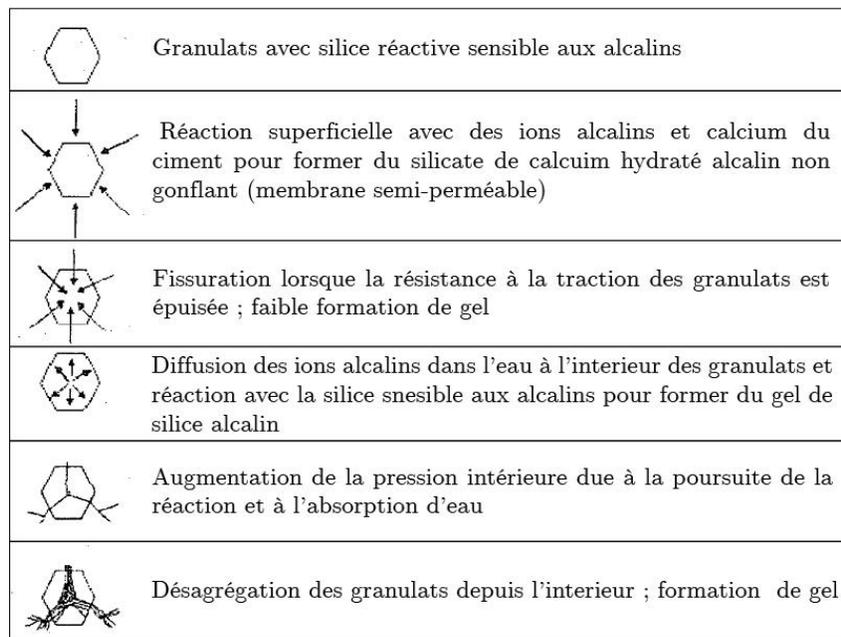


Fig. 2.1. Etapes d'une réaction Alkali-Silice [Sprung et Sylla, 1998]

2.5. Attaque par les ions chlorure

Les ions chlorure Cl^- sont d'une grande agressivité aux armatures d'acier. Le béton assure la protection physique et chimique de l'acier d'armature dans les environnements où les sources de chlorure sont soit externes (eau de mer, sels de déglacage et brouillard salin) ou internes (chlorures provenant du mélange du béton). Il est à noter que, les ions chlorures pénètrent par diffusion dans le béton suivant une phase liquide.

L'augmentation de la concentration de chlorure sur une surface d'acier jusqu'à une valeur critique conduit à la formation de cellules de corrosion et à un changement rapide du potentiel de l'acier [Czarnecki et Woyciechowski, 2013]. La concentration critique en chlorure qui amorce la corrosion correspond à un rapport de concentration $[Cl^-]/[OH^-]$ supérieur à 0,6 [Hausmann, 1967 ; Gouda, 1970].

L'essai qui permet d'évaluer la résistance des bétons aux agressions ioniques est l'essai de pénétrabilité aux ions chlorure (Tab. 2.1).

Tab. 2.1. Evaluation de la pénétrabilité des ions chlorure ASTM C1202

Charge passante (coulombs)	>4000	2000-4000	1000-2000	100-1000	<100
Pénétration des ions chlorure	Forte	Moyenne	Faible	Très faible	Négligeable

2.6. Corrosion

La corrosion est un phénomène dangereux pour tout type de structure comportant des barres d'acier structurelles. Aux Etats-Unis, environ 173 000 ponts sont structurellement déficients ou fonctionnellement obsolètes en raison de la corrosion [Radlińska et al., 2014]

Elle peut être induite par plusieurs phénomènes et notamment la carbonatation et l'attaque par les ions chlorures comme indiqué précédemment dans ce chapitre.

Les produits de la corrosion ont un volume plus important que celui des réactifs, ce qui induit des craquements et des fissurations dans le béton qui entraînent une accélération de la corrosion et une plus grande perméabilité.

L'une des solutions permettant d'éviter la corrosion des armatures est le maintien d'un pH élevé dans le béton, ce qui permettra de stabiliser un film d'oxyde sur l'acier qui inhibe toute attaque éventuelle.

2.7. Effet des ajouts cimentaires sur les bétons

Les ajouts cimentaires classiques améliorent la résistance aux attaques par les sulfates, à la pénétration des ions chlorures et à l'initiation de la corrosion mais ils semblent affecter négativement la résistance à la carbonatation des bétons. La résistance aux agents agressifs des bétons incorporant des ajouts dépend du type et du taux d'incorporation des ajouts.

En effet, le laitier semble être réputé pour être efficace dans l'amélioration de la résistance aux sulfates que les cendres volantes dont l'efficacité est d'ailleurs fonction du taux d'incorporation et du type de cendre. Les cendres volantes classe F sont plus efficaces dans le contrôle de l'attaque par les sulfates que celles de classe C. Le contrôle de l'attaque par les sulfates par les ajouts est parfois attribué à la diminution de la teneur en C_3A résultant de la substitution du ciment par les ajouts.

La profondeur de carbonatation est généralement plus élevée dans les bétons avec ajouts minéraux due à la faible teneur en portlandite de la matrice dans laquelle ils sont incorporés ; conséquence de leur réaction pouzzolanique.

La pouzzolanité est une propriété particulière des ajouts qui leur confère une valeur ajoutée et qui est l'intérêt principal de leur incorporation dans une matrice cimentaire. Ils agissent sur les propriétés de transport du béton induisant une amélioration de leur durabilité.

Globalement, les ajouts contribuent significativement à l'amélioration de la résistance du béton aux attaques extérieures en densifiant davantage la matrice cimentaire par leurs effets pouzzolaniques et/ou filler.

2.8. Conclusion

Les attaques externes et internes que subissent les bétons sont multiples. De ce fait, l'identification des agents agressifs éventuels dans les lieux de coulage est nécessaire pour le choix des ciments et des granulats à utiliser. Un mauvais choix de matériaux de construction peut induire un vieillissement précoce des structures pouvant mettre en danger des vies humaines.

Références

- Abe, H. et Nagataki, S. et Tsukayama, R. Written discussion on Ref. 19. Proceeding steel; Fifth International Symposium Chemistry of Cement 1969, p. 105-111.
- Andrzej Brandt, Michael Glinicki, Jan Olek, Christopher K.Y. Leung, Brittle Matrix Composites 10. Cambridge : Woodhead Publishing Ltd 2012 ,350 p. ISBN 97883896877753
- Berry, E.E. et Malhotra, V.M. Utilisation des cendres volantes dans la préparation du béton. Laboratoire des sciences minérales CANMET, Énergie, Mines et Ressources Canada. Ottawa : Laboratoire du traitement des minéraux, Laboratoires des sciences minérales, 1986. 58 p. ISBN 0-660-92213-4
- CEMBUREAU, The European Cement Association. Environmental Product Declaration (EPD) according to EN 15804 and ISO 14025 - Portland Cement (CEM I) produced in Europe. 2020. Belgique
- Czarnecki, L., & Wojciechowski, P. Prediction of the reinforced concrete structure durability under the risk of carbonation and chloride aggression. Bulletin of the Polish Academy of Sciences: Technical Sciences 173–181, (2013). doi:10.2478/bpasts-2013-0016
- Gebauer, J. Some observations on the carbonation of fly ash concrete. Silicates Industriels 1982, volume 6, p. 155-169.
- Gouda, V. K. (1970). Corrosion and corrosion inhibition of reinforcing steel: 1-immersion in alkaline solution. British Corrosion Journal 5, p. 198-203. <https://doi.org/10.1179/000705970798324450>
- Guillemin Claude. Nouveau Traité de Chimie minérale, publié sous la direction de Paul Pascal. In: Bulletin de la Société française de Minéralogie et de Cristallographie 1958, vol 81, 10-12, pp. 345-346.
- Hamada, M. Neutralization (Carbonation) of concrete and corrosion of reinforcing steel. Fifth International Symposium Chemistry of Cement 1968, volume III-3, p. 343-369.
- Hausmann, D. A. Steel corrosion in concrete: how does it occur? Materials Protection Publisher: National Association of Corrosion Engineers Vol 6, No 11, PP 19-23 (1967).
- Hunt, C. M. et Tomes, L. A. Reaction of blended Portland Cement Paste with Carbon-Dioxide, Journal of research of the National Bureau of Standards 1962, vol 66A, n 6, pp 473-481.
- Kalliat T. Valsaraj, Elizabeth M. Melvin. Elements of environmental engineering. Thermodynamic sand kinetics, CRC Press, 1995, 649 p.
- L J Parrott; Cement and Concrete Association. A review of carbonation in reinforced concrete : a review carried out by C&CA under BRE contract. Slough : Cement and Concrete Association, 1987. 126p. ISBN: 0721013651 9780721013657.
- Mukhopadhyay, A. K. An effective approach to utilize recycled aggregates (RAs) from alkali-silica reaction (ASR) affected Portland cement concrete. Handbook of Recycled Concrete and Demolition Waste 2013, pp 555–568. doi:10.1533/9780857096906.4.555.
- Neville, A. Can we determine the age of cracks by measuring carbonation? Dans Anonyme, Part 1, Concrete International. Publisher: American Concrete Institute (ACI) 2003, Vol 25, n 12, pp 76-79. ISSN: 0162-4075.
- Penn State University (USA): Sulfate Attack - External and Internal Causes. Disponible sur : <https://www.engr.psu.edu/ce/courses/ce584/concrete/library/chemical/sulfcause.html>
- Powers, T. C. A Hypothesis on Carbonation Shrinkage, Journal of the PCA Research and Development Laboratories 1962, vol 4 n 2, pp 40-50.
- Qiang Yuan, Zhanqun Liun, Keren Zheng, Cong Ma ; Civil Engineering Materials From Theory to Practice 2021, Pages 17-57 Civil Engineering Materials Chapter 2 - Inorganic cementing materials (2021)
- Radlińska, A., McCarthy, L. M., Matzke, J., et al. (2014). Synthesis of DOT use of beam end protection for extending the life of bridges. International Journal of Concrete Structures and Materials, 8, 185. doi:10.1007/s40069-014-0077-0.
- Robert Halsall and Associates Limited, La carbonatation du béton dans les bâtiments canadiens / Division de la recherche, Société canadienne d'hypothèques et de logement ; Ottawa : Société canadienne d'hypothèques et de logement, 1993.
- Robert Halsall et Associates Limited. La carbonatation du béton dans les bâtiments canadiens, 1993. Disponible sur : https://publications.gc.ca/collections/collection_2018/schl-cmhc/NH17-134-1993-fra.pdf
- Schölin, K. et Hilsdorf, H. K. The potential Durability of concrete. Dans Anonyme, Proceedings of the 9th European Ready Mixed Concrete Organisation Congress, Stavanger, Fabek publishers Oslo . 1989, p. 453
- Sprung, S. et Sylla, H.M. Course of the alkali/silica reaction in concrete with different types of aggregate, ciment, plâtre et chaux, Allemagne 1998, vol.51, n°6, p.334-345.

CHAPITRE 2 : Bétons en Milieux Agressifs

Tang and Su-fen, Ming-Shu, Han,. Effect of calcium hydroxide on alkali-silica reaction. 7th Int. Conf. Chem. Cement, Department of Civil Engineering, University of Calgary, Calgary, Alta. T2N 1N4 (Canada) 1980 IF: 94—99 [https://doi.org/10.1016/0013-7952\(86\)90015-3](https://doi.org/10.1016/0013-7952(86)90015-3)

Tatsuhiko SAEKI « EFFECT OF CARBONATION ON CHLORIDE PENETRATION IN CONCRETE » Dept. of Civil Engineering and Architecture, Faculty of Engineering, Niigata University, , Ikarashi 2-no-cho, Niigata 950-2181, Japan (2002)

Torgal, Fernando Pacheco, Jalali, Said. Eco-efficient construction and building materials. Department of Civil Engineering, University of Minho, Guimarães, Portugal Ed: London: (2011). DOI : <https://doi.org/10.1007/978-0-85729-892-8>

CHAPITRE 3

Le Verre et la Poudre de Verre

3.1. Introduction

Le verre est l'un des premiers matériaux fabriqués par l'homme. Il remonte à 9000 ans. Le verre est généralement produit en faisant fondre un mélange de différentes matières premières telles que le dioxyde de sodium, le calcaire, le carbonate de sodium et la dolomite à une température d'environ 1600°C. Par un refroidissement rapide, il devient solide sans subir de phase de cristallisation [Jiang et al., 2019]. Enfin, des additifs spéciaux sont ajoutés au verre pour obtenir des couleurs et des propriétés données. Selon le type d'additifs et les compositions chimiques, les variétés de verres sont produites comme suit : Verres sodocalciques (bouteilles, récipients en verre, verre à boire et verre à vitre), verres borosilicatés (équipements de chimie, appareils pharmaceutiques), verres de baryum (dispositifs optiques et panneaux de télévision en couleur), verres aluminosilicatés (fibre de verre et tubes à combustion) et verres de plomb (pierres optiques, tubes néon, composants électroniques et entonnoirs de télévision en couleur) [Shresta, 2016]. Ces verres sont généralement fabriqués en trois couleurs différentes, principalement le brun, le vert et l'incolore.

Le verre est un matériau que l'humanité utilisera durant des siècles. Par conséquent, le recyclage de ce dernier est vivement souhaité particulièrement en raison des grandes quantités de verre non recyclées dans le monde, comme le montre la figure (Fig. 3.1).

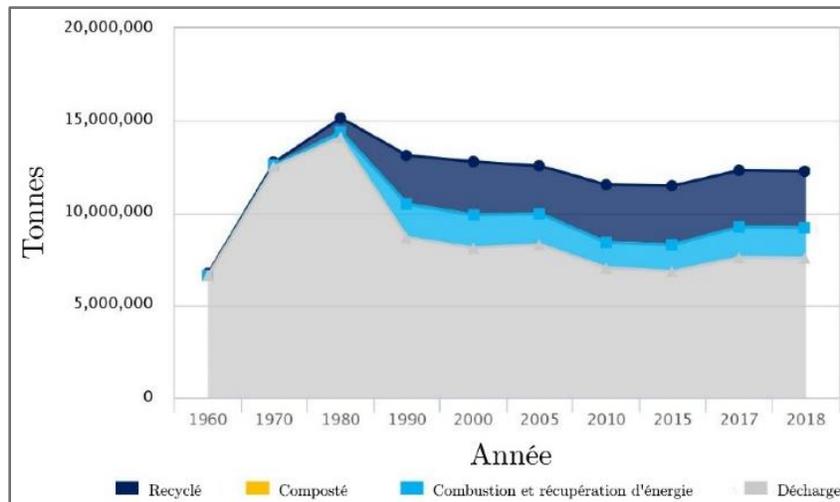


Fig. 3.1. Gestion des déchets de verre aux Etats Unis de 1960 à 2018 [adaptée de epa.gov]

En dépit de la facilité du recyclage du verre et sa propriété à pouvoir être indéfiniment recyclé sans perdre de sa qualité ou de sa pureté, une préoccupation se manifeste concernant le verre coloré, qui n'est généralement pas accepté pour produire de nouveaux récipients, car une fois que le verre est pigmenté, sa couleur ne peut plus être retirée.

Lorsque le verre usagé a été proposé comme constituant du ciment (en tant qu'additif minéral) et du béton (en tant que granulat), une inquiétude a fait surface concernant la réduction de la résistance et la réaction alcali-silice (ASR) causées par le verre [Xie et al., 2003]. Cependant, selon [Sobolev, 2007], le verre finement broyé, participe aux réactions pouzzolaniques relativement rapides qui éliminent le danger d'une lente réaction alcali-silice plus lente à un stade ultérieur.

3.2. La poudre de Verre

La poudre de verre est une substance non absorbante obtenue par broyage du verre et cette dernière peut être utilisée comme ajout cimentaire du fait de son taux de silice amorphe élevé. (Fig. 3.2)

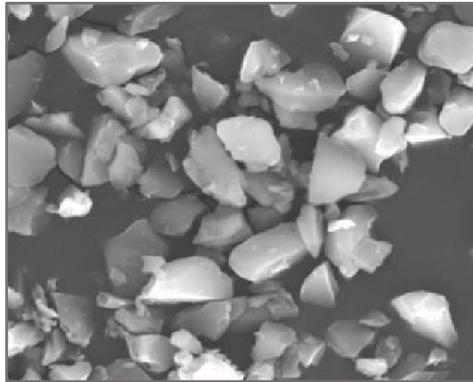


Fig. 3.2. Poudre de verre au MEB [Cyr et al., 2012]

3.3. Caractéristiques intrinsèques de la poudre de verre

3.3.1. Effet de la couleur

Selon [Du et Tan, 2013 ; Pereira-de-Oliveira et al., 2012 ; Karamberi et Moutsatsou, 2005], le verre de couleur verte possède une réactivité pouzzolanique plus élevée. Cela peut être dû aux éléments de coloration qui participent à la réaction pouzzolaniques et aux différences structurelles entre les verres. Cependant, il existe d'autres résultats qui indiquent que l'influence de la couleur n'est pas significative [Özkan et Yüksel, 2008].

Il est à noter que selon [Jin et al., 2000], le verre vert provoque moins d'expansion que les autres types de verre. Ce résultat peut s'expliquer par la présence d'oxyde de chrome que les fabricants de verre rajoutent pour obtenir la couleur verte.

D'autres travaux montrent que les particules de verre transparentes induisent plus de microfissures alors que le verre vert entraîne très peu de microfissures et presque aucune microfissure n'a été observée dans les particules de verre brun. [Du et Tan, 2013]

3.3.2. Effet des oxydes de fer

Il a été montré que la réactivité du verre à vitre est différente de celle du verre de bouteille (Fig. 3.3). Cette différence pourrait être attribuée à l'oxyde de fer (Fe_2O_3) présent dans le premier type de verre. [Meyer et Baxter, 1997] ont mené une étude où ils ont pris du verre auquel 2% de Fe_2O_3 ont été ajoutés, d'un côté, et de l'autre côté, du verre contenant 0,05% de Fe_2O_3 . Leurs résultats ont prouvé que l'augmentation de la teneur en Fe_2O_3 dans le verre de 0,05% à 2%, réduit l'expansion de 85%. Cela montre parfaitement l'effet bénéfique de Fe_2O_3 dans le verre.

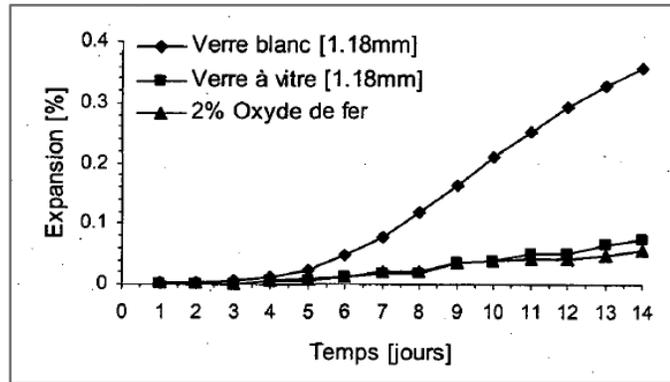


Fig. 3.3. Résultats d'essai d'expansion sur éprouvettes de mortiers avec du verre [Meyer et al., 1997]

3.4. Influence de la poudre de verre sur les caractéristiques des ciments

3.4.1. Finesse des grains

En fonction de la taille des particules de verre utilisée dans le béton, deux comportements antagonistes peuvent être observés : la réaction alcali-silice, qui est délétère au béton, et la réaction pouzzolanique qui améliore les propriétés du béton. [Idir et al., 2009]. Comme pour tous les ajouts cimentaires, plus le verre a une plus grande Surface Spécifique Blaine (SSB), plus il aura une meilleure activité pouzzolanique

La poudre de verre à partir d'une certaine finesse entrainera des changements dans la concentration des ions hydroxyde (OH^-) dans les pores de la matrice, ce qui est considéré comme la cause directe de la réduction du risque d'expansion due à la ASR. De plus, comme la réaction pouzzolanique se produit antérieurement à l'ASR, le contenu alcalin de la pâte est consommé dans la création de gels CSH. [Zeroub et al., 2015]

3.4.2. Activité Pouzzolanique

La poudre de verre, étant amorphe et contenant une quantité relativement élevée de silice est reconnue comme étant un ajout cimentaire ayant la capacité de déclencher une réaction pouzzolanique [Shi et al., 2005]. De plus, la réactivité de la poudre de verre

est étroitement liée à la taille des particules et $75 \mu\text{m}$ est généralement considéré comme un seuil pour une réactivité pouzzolanique notable [Idir et al., 2011 ; Pereira-de-Oliveira et al., 2012].

[Zeroub et al., 2015], ont étudié l'activité pouzzolanique d'une poudre de verre ayant une surface spécifique avoisinant les $8\ 000 \text{ cm}^2/\text{g}$ et cela a permis de constater que cet ajout cimentaire possède une activité pouzzolanique similaire à celle des cendres volantes, qui sont le substituant cimentaire le plus utilisé au monde. (Fig. 3.4). Ce résultat a été constaté également par [Schwarz et Neithalath, 2007] affirmant que la poudre de verre fine présente des niveaux de pouzzolanité égaux ou supérieurs à ceux des cendres volantes à tous les âges.

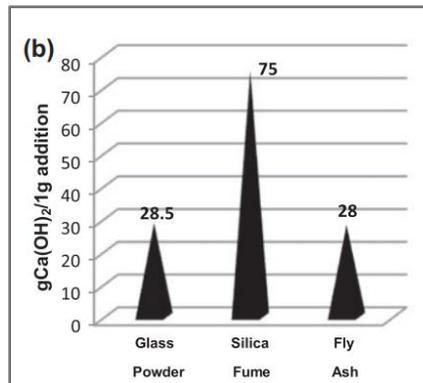


Fig. 3.4. Pouzzolanité de différents ajouts cimentaires [Zeroub et al., 2015]

3.4.3. Chaleur d'hydratation

Selon [Mirzahosseini et Riding, 2014], la chaleur d'hydratation libérée par une pâte de ciment contenant de la PV est supérieure à celle de la pâte témoin (Fig. 3.5).

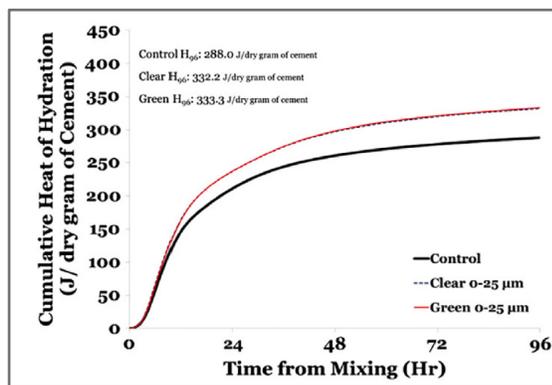


Fig. 3.5. Chaleur d'hydratation par gramme sec de ciment (25%PV) [Mirzahosseini et Riding, 2014]

3.4.4. Potentiel hydrogène (PH)

L'incorporation de la poudre de verre augmente sensiblement la valeur du pH de la pâte de ciment. Ceci peut être expliqué par la forte teneur en alcali dans la composition chimique du verre [Kamali et Ghahremaninezhad, 2016].

3.5. Influence de la poudre de verre sur les caractéristiques des bétons

3.5.1. Résistance à la compression et à la traction

[Nassar et Soroushian, 2012], en utilisant de la poudre de verre finement broyée ($SSB = 13100 \text{ cm}^2/g$), ont observé une augmentation de la résistance à la compression à long terme des spécimens de bétons et de mortiers.

Une étude menée par [Omran et Tagnit-Hamou, 2016] a démontré que le béton fabriqué avec un remplacement de 20% de PV améliore la résistance à la compression à 91 jours (7%), la résistance à la traction à 28 jours (35%), et la résistance à la flexion à 28 jours (4%). Dans une étude similaire, [Bhat et Rao, 2014] ont conclu qu'une augmentation de 27 % de la résistance à la compression pouvait être obtenue lorsque 20 % du ciment était remplacé par de la poudre de verre dans le béton.

Selon [Raju et Kumar, 2014 ; Hossam et al., 2014], l'augmentation de la substitution en poudre de verre jusqu'à 20% améliore la résistance à la compression et à la flexion et au-delà elle diminue.

Cependant, à des âges relativement jeunes, les résistances des bétons et des mortiers à base de poudre de verre tendent à décroître par rapport aux mélanges témoins. A 28 jours de murissement, [Ammash et al., 2009] ont constaté une diminution de la résistance à la compression des bétons et des mortiers avec l'incorporation de la PV jusqu'à 20 %. La réduction de la résistance a été d'environ (5%) et (8%) pour les spécimens de mortier et de béton respectivement.

3.5.2. Réaction Alcali-Silice

L'utilisation du verre comme agrégat pour le béton avait déjà été envisagée il y a plusieurs dizaines d'années [Phillips et Chan, 1972 ; Johnson, 1974] mais l'ASR posait de grands problèmes car il a été constaté que des particules de verre de tailles supérieures à 1,2-1,5 mm encouragent la réaction alcali-silice dans les bétons. [Jin et al. 2000, Bazant et al. 2000]. Néanmoins des études ont montré que le verre finement broyé ne contribue pas à l'ASR [Shi C et al., 2004 ; Schwarz et al., 2008]. De plus, bien d'autres études ont affirmé que les expansions dues à la réaction alcalis-silice sont bien réduites en présence de la poudre de verre comme le cas des autres ajouts cimentaires [Idir, 2009 ; Zidol, 2009 ; Aladdine 2009 ; Shi et al., 2005 ; Shayan et al., 2004]. Autrement dit la poudre de verre n'amplifie pas l'expansion due à la ASR malgré sa forte teneur en alcalis.

3.5.3. Carbonatation

Selon plusieurs chercheurs, les matériaux cimentaires supplémentaires semblent accélérer la carbonatation. Ce résultat est connu depuis 1968, avec les travaux de [Abe et al., 1969 et Hamada, 1968]. La profondeur de la carbonatation augmente lorsque la résistance diminue, le rapport E/L accroît et la teneur en cendres volantes monte [Gebauer, 1982].

La réaction pouzzolanique entre la silice de la poudre de verre et la portlandite du ciment hydraté implique une plus grande profondeur de carbonatation par rapport aux bétons témoins sans ajouts. Cependant, cette profondeur est équivalente à celle du cas de bétons contenant de la cendre volante de type F [Zidol, 2014].

[Zidol, 2014] recommande une augmentation des enrobages et la diminution du rapport E/L pour résister durablement à des environnements soumis à une importante carbonatation.

3.5.4. Attaque par les ions chlorure

Une étude menée par [Zeroub et al., 2015] montre que le béton avec ajout de FGGP à $8000 \text{ cm}^2/\text{g}$ présente une très faible pénétrabilité des ions chlorure par rapport au béton de référence (Tab. 3.1)

Tab. 3.1. Pénétrabilité des ions chlorure d'un béton avec ajout de fine poudre de verre [Zeroub et al., 2015]

Type de béton	Somme des charges en coulomb passées après 6 heures
Reference (0% PV)	1900,8
30% PV	507,6

De plus, plusieurs autres études similaires affirment que le raffinement des pores provoqué par l'ajout de poudre de verre contribue à la mitigation de la pénétrabilité aux ions chlorure des bétons comme le ferait le laitier et les cendres volantes.

La figure (Fig. 3.6) montre les résultats d'une étude menée par [Zidol, 2014] sur l'effet des différents ajouts cimentaires sur la perméabilité des ions chlorure des bétons à 56 jours. La poudre de verre à une teneur de 20% présente la meilleure résistance aux ions chlorure.

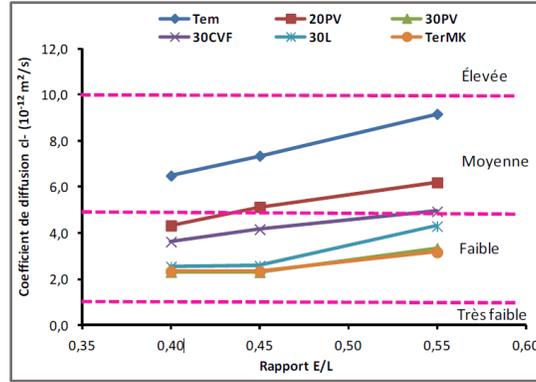


Fig. 3.6. Diffusion des ions chlorure en fonction du rapport E/L pour différents bétons [Zidol, 2014].

3.5.5. Pénétrabilité à l'eau

[Du et Tan, 2014] ont signalé une diminution de la pénétration de l'eau avec une teneur plus élevée en poudre de verre. Cette réduction était comprise entre 54% et 80% pour des niveaux de remplacement compris entre 15% et 60%. Cet effet répond non seulement à une action pouzzolanique mais aussi à un effet de remplissage et à une amélioration du tassement des fines.

3.5.6. Perméabilité au gaz

La figure (Fig. 3.7) montre que l'ajout de poudre de verre à 30% dans le béton réduit fortement la porosité en entraînant une structure plus dense et une déconnexion des pores existants formant un milieu imperméable et limitant le transfert de fluides à l'intérieur du béton. [Zeroub et al., 2015]

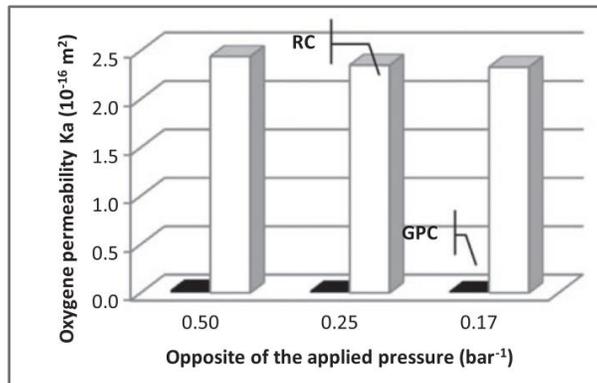


Fig. 3.7. Perméabilité à l'oxygène d'un béton témoin et un béton contenant de la PV à 30% de substitution [Zeroub et al., 2015]

3.5.7. Affaissement et maniabilité

[Lu et al., 2017] ont signalé une diminution significative de la valeur de l'affaissement au cône d'Abrams lorsque des particules de poudre de verre relativement grandes ($d_{50} = 204 \mu\text{m}$) étaient utilisées (Tab. 3.2. Affaissement des bétons contenant de la poudre de verre en fonction de la finesse de la PV). Ils ont expliqué que la grande taille des particules et leurs formes irrégulières avec un rapport d'aspect élevé étaient responsables de cette réduction.

[Schwarz et al., 2007] ont utilisé de la poudre de verre avec 60% de particules plus fines que $88 \mu\text{m}$ en remplacement du ciment. Une augmentation de la valeur d'écoulement a été observée en raison de la nature non absorbante du verre, tandis qu'avec une diminution de la taille des particules, l'effet favorable est devenu moins prononcé ; la poudre de verre avec des diamètres moyens inférieurs à $45 \mu\text{m}$ n'a créé aucune différence évidente dans la valeur d'affaissement dans le niveau de substitution de 20 % [Taha et Nounu, 2009]. Lorsque la poudre de verre ultrafine (environ $8000 \text{cm}^2/\text{g}$ avec 88% de particules de taille inférieure à $10 \mu\text{m}$) a été utilisée, il a été observé que la valeur d'affaissement était plus faible que celui du béton témoin avec le même rapport E/C [Shayan et Xu, 2006].

Tab. 3.2. Affaissement des bétons contenant de la poudre de verre en fonction de la finesse de la PV

Reference	Finesse	Substitution	Affaissement
Lu et al. (2017)	Moyenne : $204 \mu\text{m}$	20%	Diminution significative
Schwarz et al. (2007)	60% des particules ont un diamètre inférieur à $88 \mu\text{m}$	0%-30%	Augmentation
Taha et Nounu (2009)	Moyenne : $45 \mu\text{m}$	20%	Pas de différence majeure
Shayan et Xu (2006)	88% des particules ont un diamètre inférieur à $10 \mu\text{m}$ ($\approx 8000 \text{cm}^2/\text{g}$)	20%, 30%	Diminution

3.6. Conclusion

Dans ce chapitre, l'influence de la poudre de verre sur certaines caractéristiques des bétons et des mortiers a été investiguée. Les conclusions à en tirer sont les suivantes :

- Les résistances mécaniques à la compression et à la flexion des bétons et des mortiers contenant de la poudre de verre sont maximales à âges avancés pour une teneur de poudre de verre de 20%.

- La résistance à la pénétration des ions chlorure est maximale pour une teneur de 20% de poudre de verre.
- L'utilisation d'une FGGP est bien plus recommandée que l'incorporation du verre avec un diamètre supérieur à 75 μ m. Ceci empêchera le développement d'une ASR.
- Les propriétés du béton frais dépendent considérablement de la finesse de la poudre de verre.

Références

Abe, H. et Nagataki, S. et Tsukayama, R. Written discussion on Ref. 19. Proceeding steel; Fifth International Symposium Chemistry of Cement 1969, p. 105-111.

Arnaud Cadix, Simon James, Cementing additives in : Fluid Chemistry, Drilling and Completion. Qiwei Wang : 2022, Pages 187-254. ISBN : 978-0-12-822721-3

B J Addis; D E Davis. Fulton's concrete technology : 6th ed. Institut du ciment Portland RSA. Midrand, South Africa : Portland Cement Institute, 1986. 0620099887 9780620099882

Bazant ZP, Zi G, Meyer C. Fracture mechanics of ASR in concrete with waste glass particles of different sizes. ASCE Journal Eng Mech 200, vol 126, n 3, pp 226-32. Disponible sur <https://ascelibrary.org/doi/10.1061/%28ASCE%290733-9399%282000%29126%3A3%28226%29>

Bouacherine Toufik, SILINE Mohammed - Évaluation De La Réactivité Pouzzolanique Du Métakaolin Par Les Procédés Chimiques, Mémoire mastère: Génie Civil. M'sila : Université Mohamed Boudiaf - M'sila Faculté de technologie, 2020, 67p

Broekmans, Maarten A.T.M. Proceedings of the 10th International Congress for Applied Mineralogy (ICAM) || Effect of Ground Glass Fineness on Physical and Mechanical Properties of Concrete. , 10.1007/978-3-642-27682-8(Chapter 47), 395-402. (2012). doi:10.1007/978-3-642-27682-8_47

Canan Turan, Akbar A Javadi, Raffaele Vinai. Effects of Class C and Class F Fly Ash on Mechanical and Microstructural Behavior of Clay Soil—A Comparative Study. Materials (Basel) 2022. vol 15, n 5, p.1845. doi:10.3390/ma15051845.

Cembureau, The European Cement Association. Environmental Product Declaration (EPD) according to EN 15804 and ISO 14025 - Portland Cement (CEM I) produced in Europe. 2020. Belgique

De Gutiérrez, R. M. Effect of supplementary cementing materials on the concrete corrosion control. Revista de Metalurgia (Madrid) 2003, vol 39, p. 250-255.

Du, H., & Tan, K. H. Use of waste glass as sand in mortar: Part II – Alkali-silica reaction and mitigation methods. Cement and Concrete Composites 2013, vol 35, n 1, pp 118-126. doi:10.1016/j.cemconcomp.2012.08.029.

Gebauer, J. Some observations on the carbonation of fly ash concrete. Silicates Industriels 1982, volume 6, p. 155-169.

Goetz-Neunhoffer, F., Neubauer, J., & Schwesig, P. Mineralogical characteristics of Ettringites synthesized from solutions and suspensions. Cement and Concrete Research 2006, vol 36, n 1, pp 65-70. doi:10.1016/j.cemconres.2004.04.037

Haider K. Ammash, Muhammed S. Muhammad, Ali H. Nahhab - 2009 - USING OF WASTE GLASS AS FINE AGGREGATE IN CONCRETE. Vol. 2 No. 2 Al-Qadisiya Journal For Engineering Sciences disponible: https://www.researchgate.net/publication/309618481_Using_of_waste_glass_as_fine_aggregate_in_concrete#fullTextFileContent

Hossam A. Elaqr a,† , Mohamed A. Abou Haloub b , Rifat N. Rustom Construction and Building Materials Effect of new mixing method of glass powder as cement replacement on mechanical behavior of concrete 203 (2019) 75-82 (2018) DOI:10.1016/j.conbuildmat.2019.01.077

Idir, R., Cyr, M., & Tagnit-Hamou, A Use of fine glass as ASR inhibitor in glass aggregate mortars. Construction and Building Materials 2010, vol 24, n7. 1309-1312. doi:10.1016/j.conbuildmat.2009.12

Idir, R., Cyr, M., & Tagnit-Hamou, A. Pozzolanic properties of fine and coarse color-mixed glass cullet. Cement and Concrete Composites 2011, vol 33, n1, 19-29. doi:10.1016/j.cemconcomp.2010.09.013.

J.X. Lu, Z.H. Duan, C.S. Poon, Fresh properties of cement pastes/mortars incorporating waste glass powder and cullet, Construction and Building Materials 131 (2017) 793-799.

CHAPITRE 3 : Le Verre et la Poudre de Verre

Jiang, Y., Ling, T.-C., Mo, K. H., & Shi, C. A critical review of waste glass powder – Multiple roles of utilization in cement-based materials and construction products. *Journal of Environmental Management* 2019, vol 242, pp 440–449. doi:10.1016/j.jenvman.2019.04.098

Jin, W, Meyer, C, Baxter, S. Glascrete – concrete with glass aggregates. *ACI Mater Journal* 2000, vol 97, 2, pp 208–13. Disponible sur <https://www.concrete.org/publications/acimaterialsjournal.aspx>

Johnson, C.D. WASTE GLASS AS COARSE AGGREGATE FOR CONCRETE. *Journal. of testing and Evaluation* 1974, Vol.2, n.5, pp.344-350.

Kamali, Mahsa; Ghahremaninezhad, Ali (2016). An investigation into the hydration and microstructure of cement pastes modified with glass powders. *Construction and Building Materials*, 112(), 915–924. doi:10.1016/j.conbuildmat.2016.02.085

Karamberi, A., & Moutsatsou, A. Participation of coloured glass cullet in cementitious materials. *Cement and Concrete Composites* 2005, vol 27, n2, p 319–327. doi:10.1016/j.cemconcomp.2004.02.021.

Lu, J., Duan, Z., & Poon, C. S. Combined use of waste glass powder and cullet in architectural mortar. *Cement and Concrete Composites* 2017, vol 82, p 34–44. doi:10.1016/j.cemconcomp.2017.05.011.

M. Cyr; R. Idir; T. Pointot Properties of inorganic polymer (geopolymer) mortars made of glass cullet. , 47(6), 2782–2797. (2012). doi:10.1007/s10853-011-6107-2

M. Neville et J.J. Brooks. *Concrete technology*. Longman groupe Uk limited 1987. 460 p.2010005303.

Mathur, Prakash Chandra. Study of cementitious materials using transmission electron microscopy. Thèse de doctorat : Génie des Matériaux, Lausanne : Faculté des sciences et techniques de l'ingénieur, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, 2007, 237p.

Mehta, P.K. and Monteiro, P.J.M. *Concrete: Microstructure, Properties, and Materials*. 3rd Edition. McGraw-Hill, New York 2006. Mehta 2006.

Meyer, C. et Baxter, S. Use of Recycled Glass for Concrete Masonry Blocks Final Report New York State Energy Research and Development Authority.; Bridge Contracting (Firm); Columbia University: Department of Civil Engineering and Engineering Mechanics. Albany, N.Y. : NYSERDA, [1997].38315093.

Mirzahosseini, M., Riding, K.A. Effect of curing temperature and glass type on the pozzolanic reactivity of glass powder. *Cement and Concrete. Research* 2014. vol 58, p 103–111.

Nassar Roz-Ud-Din; Parviz Soroushian (2012). Strength and durability of recycled aggregate concrete containing milled glass as partial replacement for cement. , 29(none), 368–377. doi:10.1016/j.conbuildmat.2011.10.061

Nele De Belie, Elke Gruyaert. Properties of Fresh and Hardened Concrete Containing Supplementary Cementitious Materials : State-of-the-Art Report of the RILEM Technical Committee 238-SCM, Working Group 4. Magnel Laboratory for Concrete Research, Department of Structural Engineering, Ghent University, Ghent, Belgium. 2018. 978-3-319-70605-4

Omran, A., & Tagnit-Hamou, A. Performance of glass-powder concrete in field applications. *Construction and Building Materials* 2016, vol 109, p 84–95. doi:10.1016/j.conbuildmat.2016.02

Özkan, Ö., & Yüksel, İ. Studies on mortars containing waste bottle glass and industrial by-products. *Construction and Building Materials* 2008, vol 22, n6, p 1288–1298. doi:10.1016/j.conbuildmat.2007.01.015.

Padmalatha N., Prabhish Shresta. Impact of recycling in a glass industry: a project management study. *BIMS International Journal of Social Science Research* 2016, vol 1, p50–61. 2455-4839

Pereira-de-Oliveira, L. A., Castro-Gomes, J. P., & Santos, P. M. S. The potential pozzolanic activity of glass and red-clay ceramic waste as cement mortars components. *Construction and Building Materials* 2012, vol 31, p 197–203. doi:10.1016/j.conbuildmat.2011.12.110 .

Phillips J C and Chan D S (1972), "Refuse Glass Aggregate in Portland Cement Concrete", Proceedings, 3rd Mineral Waste Utilization Symposium, Chicago, March 1972, U.S. Bureau of Mines and IIT Research Institute.

R Norris Shreve; George T Austin. *Shreves Chemical Process Industries*, 5th Edition, Singapore: McGraw Hill Book Company 2016. 350p. disponible sur [<https://www.pdfdrive.com/shreves-chemical-process-industries-5th-edition-e170241107.html>]

Saccani, A., & Bignozzi, M. C. ASR expansion behavior of recycled glass fine aggregates in concrete. *Cement and Concrete Research* 2010, vol 40, n 4, pp 531–536. doi:10.1016/j.cemconres.2009.09.003.

Sang-Hyo Shin, Tae-Hee Lee, Seong-Joon Yang, Norhazilan Bin Md. Noor 3 and Jang-Ho-Jay Kim. Calculation of Cement Composition Using a New Model Compared to the Bogue Model. *Materials* 2021, vol 14, n 16, pp 4663. <https://doi.org/10.3390/ma14164663>

CHAPITRE 3 : Le Verre et la Poudre de Verre

Schwarz, N., Cam, H., & Neithalath, N. Influence of a fine glass powder on the durability characteristics of concrete and its comparison to fly ash. *Cement and Concrete Composites* 2008, vol 30, n 6, pp 486–496. doi:10.1016/j.cemconcomp.2008.02.001.

Schwarz, N., DuBois, M., & Neithalath, N. Electrical conductivity-based characterization of plain and coarse glass powder modified cement pastes. *Cement and Concrete Composites* 2007, vol 29, n9, p 656–666. doi:10.1016/j.cemconcomp.2007.05.005.

Shayan, A., & Xu, A. Performance of glass powder as a pozzolanic material in concrete: A field trial on concrete slabs. *Cement and Concrete Research* 2006, vol 36, n3, p 457–468. doi:10.1016/j.cemconres.2005.12.012.

Shi C, Wu Y, Shao Y, Riefler C. Alkali-aggregate reaction of concrete containing ground glass powder. *Proceedings of the 12th international conference on AAR in, concrete* 2004. p. 789–95.

Shi, C., Wu, Y., Riefler, C., & Wang, H. Characteristics and pozzolanic reactivity of glass powders. *Cement and Concrete Research* 2005, vol 35, n5, p 987–993. doi:10.1016/j.cemconres.2004.05.015.

Shilpa Raju, Dr. P. R. Kumar. Effect of Using Glass Powder in Concrete. *International Journal of Innovative Research in Science, Engineering and Technology* 2014, vol 3, n 5. Disponible sur http://www.ijirset.com/upload/2014/special/iciaset/57_internationalseminar.pdf

Sobolev, K., Türker, P., Soboleva, S., & Iscioglu, G. Utilization of waste glass in ECO-cement: Strength properties and microstructural observations. *Waste Management* 2007, vol 27, n 7, pp 971–976. doi:10.1016/j.wasman.2006.07.014.

Taha, B., & Nounu, G. Utilizing Waste Recycled Glass as Sand/Cement Replacement in Concrete. *Journal of Materials in Civil Engineering* 2009, vol 21, n12, p 709–721. doi:10.1061/(asce)0899-1561(2009)21:12(709).

Veena V Bhat et N Bhavanishankar Rao: Influence of Glass Powder on the Properties Of Concrete : *International Journal of Engineering Trends and Technology*. October 2014: 16(5):196-199 DOI:10.14445/22315381/IJETT-V16P242

Xie, Z.; Xiang, W.; Xi, Y. (2003). ASR Potentials of Glass Aggregates in Water-Glass Activated Fly Ash and Portland Cement Mortars. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 15(1), 67–74. doi:10.1061/(asce)0899-1561(2003)15:1(67)

Zeroub Hamid, Rabah Chaïd, Saïd Kenaï, & Raoul Jauberthie Microstructure and permeability of concrete with glass powder addition conserved in the sulphatic environment *European Journal of Environmental and Civil Engineering* (2015) DOI:10.1080/19648189.2014.939310

CHAPITRE 4

Programme Expérimental

4.1. Introduction

Dans plusieurs travaux sur la poudre de verre, cette dernière est incorporée lors du malaxage des bétons ou de la préparation des mortiers. Cependant, dans cette étude, on a opté pour la confection de nouveaux ciments en ajoutant de la poudre de verre, antérieurement broyée, directement au clinker et au gypse pour broyer l'ensemble et obtenir un ciment homogène. On a, ainsi, conçu cinq ciments contenant 0%, 4%, 10%, 20% et 25% d'ajout cimentaire en poudre de verre. Plusieurs essais ont été réalisés sur ciments anhydres, pâtes de ciments, mortiers et bétons pour cerner davantage l'effet de la poudre de verre finement broyée.

4.2. Broyeur à boulets

Afin d'atteindre les finesses nécessaires des ciments mais aussi de la poudre de verre, un broyeur cylindrique rotatif à boulets ([Fig. 4.1](#)) a été utilisé. Les dimensions de ce dernier sont comme suit : Largeur de 1m et diamètre de 0.48 m.



Fig. 4.1. Broyeur à boulets

La masse des boulets introduit dans le broyeur influence son rendement. En cas de remplissage excessif, les boulets n'adhéreront pas suffisamment à la paroi du broyeur par force centrifuge. En général, le remplissage du broyeur ne doit pas dépasser 30% à 35% de son volume [Neikov, 2009]. Dans la présente étude, le broyeur a été rempli à raison de 33% de son volume avec des boulets métalliques de différents diamètres (*2cm, 4cm, 7cm*). De plus, et afin de mener un broyage à rendement optimal, une vitesse de rotation spécifique doit être adoptée. Cette dernière correspond à 65%-80% de la vitesse critique [Neikov, 2009]. La vitesse de rotation critique se calcule suivant la formule suivante :

$$n_{crit} = \frac{42.3}{\sqrt{D_m}} = 61.055 \text{ tr. min}^{-1}$$

La vitesse devant être adoptée pour ce broyeur se situe donc entre $39.68 \text{ tr. min}^{-1}$ et $48.84 \text{ tr. min}^{-1}$.

4.3. Matériaux utilisés

4.3.1. Poudre de verre finement broyée (FGGP)

Le verre utilisé est un verre de bouteilles vertes ramassées depuis les périphéries des autoroutes algériennes. Plus de cinquante kilogrammes de verre ont été récoltés entre bouteilles seines et polluées de boue. Plus de 90% des bouteilles ramassées étaient utilisées après lavage et les autres, excessivement polluées, ont été jetées.

Afin d'avoir des résultats fiables quant aux propriétés du verre, avoisiner une pureté de 100% est nécessaire. Dans cette optique, les bouteilles de verres ont été lavées à plusieurs reprises et désétiquetées. Le verre utilisé est quasi pur, avec une masse d'impuretés (résidus d'étiquettes + boue récalcitrante) inférieure à 1% de la masse totale. Après cette opération, le verre a été concassé à petites quantités à l'aide d'un marteau, puis séché dans une étuve à 105°C avant de procéder à son broyage (Fig. 4.2).

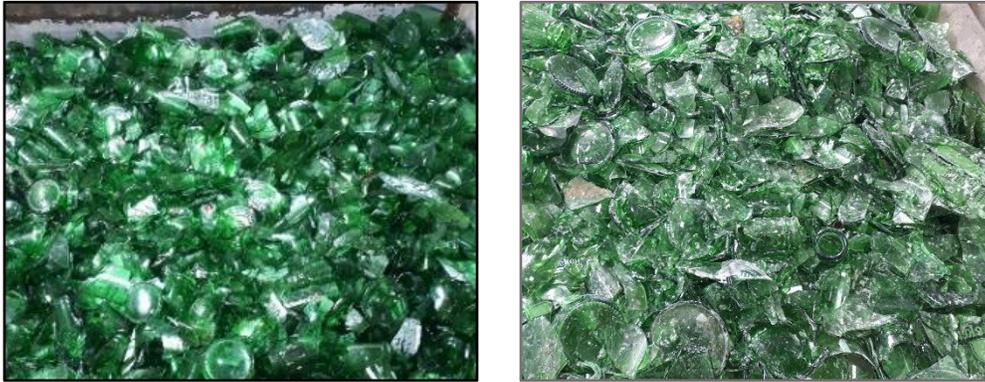


Fig. 4.2 Verre Concassé

Le verre a été, par la suite, introduit dans le broyeur en deux fois (broyage d'une moitié puis de l'autre). Après le lancement du broyage, à chaque mille tours que le broyeur fait, un échantillon de poudre de verre est prélevé pour mesurer sa SSB. Le broyage a été arrêté à dix milles tours après avoir mesuré une SSB de $7646 \text{ cm}^2/\text{g}$ (Fig. 4.3).



Fig. 4.3. Poudre de verre à $7646 \text{ cm}^2/\text{g}$

4.3.2. Ciments

Après le broyage de la poudre de verre, celle-ci a été retirée et du clinker et du gypse ont été introduits dans le broyeur (Fig. 4.5). Mille tours de broyage ont été lancés puis la poudre de verre finement broyée a été rajoutée à différentes teneurs. Cinq ciments ont été confectionnés à plusieurs teneurs de FGGP selon la figure (Fig. 4.4)

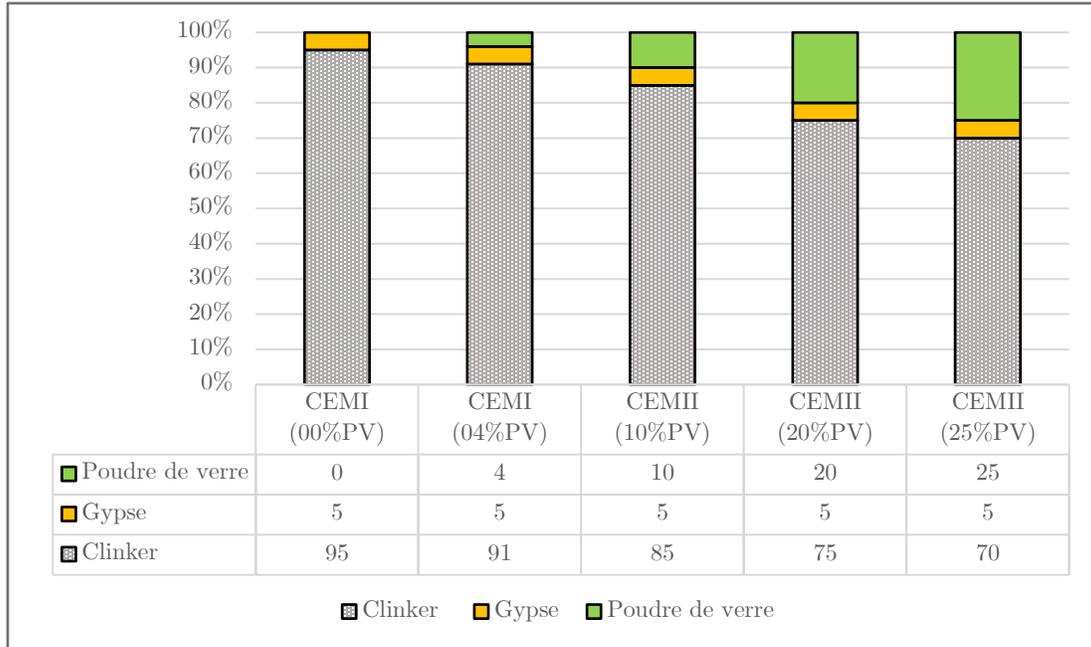


Fig. 4.4. Compositions des ciments confectionnés

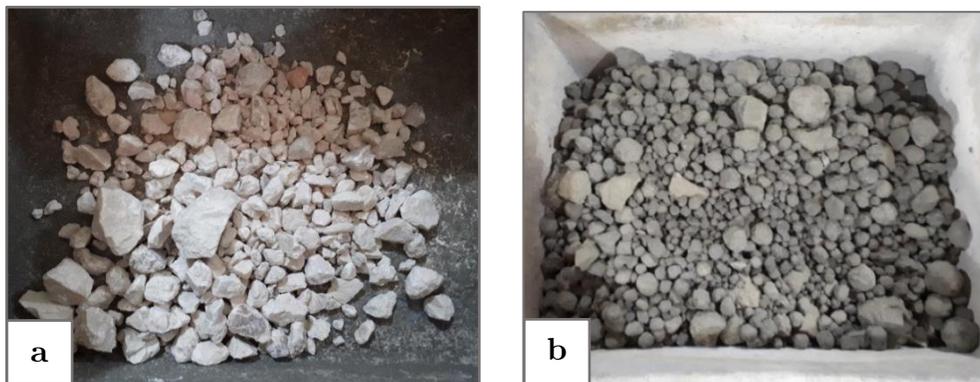


Fig. 4.5. a. Gypse / b. Clinker

Afin de récupérer le produit broyé, le couvercle du broyeur est retiré et remplacé par une grille métallique empêchant les boulets de se déverser tout en laissant la matière passer. Trois cent tours de broyeurs sont rajoutés et le ciment préparé se déverse dans un bac conçu à cet effet. (Fig. 4.6)

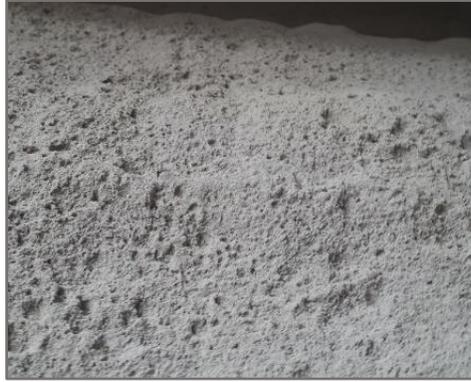


Fig. 4.6. CEMII (10PV) après broyage

4.3.3. Gravier

Dans cette étude, trois classes granulaires de graviers ont été utilisées dans le but de combler les vides des bétons et donc avoir de meilleures résistances et durabilités (Tab. 4.1).

Tab. 4.1. Propriétés des graviers utilisés

Gravier	Provenance	Taux de fines	Coefficient d'aplatissement
Gravier 3/8	Carrière Kaf-Azrou-LMHIR	2.13	14.37
Gravier 8/15	Carrière Kaf-Azrou-LMHIR	0.70	11.46
Gravier 15/25	Carrière Kaf-Azrou-LMHIR	0.20	6.08

NB : Les courbes granulométriques des graviers sont disponibles en annexe (Fig. B.1).

4.3.4. Sables

Deux classes de sables ont été utilisées afin de combler davantage les vides, donnant ainsi un aspect plus compacte limitant la perméabilité des bétons et offrant de meilleures résistances mécaniques (Tab. 4.2).

Tab. 4.2. Propriétés des sables utilisés

Sable	Provenance	Mf	Taux de fines	Equivalent de Sable
Sable 0/1	Boussaâda	1,90	2.00	75.75
Sable 0/3	Carrière Kaf-Azrou- LMHIR	2.99	15.83	60.78

NB : Les courbes granulométriques des sables sont disponibles en annexe (Fig. B.2).

4.3.5. Superplastifiant

L'utilisation d'un superplastifiant haut réducteur d'eau permet de réduire grandement le dosage en eau des bétons et de ce fait leurs rapports E/C. Le superplastifiant utilisé est le ViscoCrete Tempo12 de l'entreprise Sika, qui comprend comme caractéristiques les données du tableau (Tab. 4.3).

Tab. 4.3. Fiche technique du ViscoCrete Tempo12

Grandeur	Valeur
Densité	$1,06 \pm 0,01$
PH	$4,5 \pm 1,0$
Teneur des ions chlorure	$\leq 0,1 \%$
Équivalent Oxyde de Sodium	$\leq 1 \%$

Selon le fabricant, la plage de dosage est de 0,2 à 3,0% du poids du liant ou du ciment selon la fluidité et les performances recherchées. Usuellement le dosage adopté est entre 0,4 et 1,5 % du poids du ciment.

Pour déterminer le dosage en superplastifiant, on a opté dans notre étude pour la méthode du mortier de béton équivalent (MBE) qui a abouti à une teneur de 0.75% du poids du ciment.

4.4. Essais sur ciment anhydre

4.4.1. Perte au feu (Loss On Ignition)

Dans l'industrie du ciment, l'utilisation du terme perte au feu (LOI) fait référence à une perte de masse dans un échantillon chauffé jusqu'à un maximum de 1000 °C. Une perte au feu élevée peut indiquer une préhydratation et/ou une carbonatation, qui peuvent être causées par un stockage inapproprié et prolongé. L'analyse du ciment par LOI est un indicateur permettant de contrôler et d'améliorer la qualité du produit final. Les normes britanniques indiquent une limite maximale de 4,0 % pour la LOI.

4.4.2. Analyse chimique des ciments (XRF)

La technique de fluorescence aux rayons X (XRF) est utilisée pour effectuer des analyses chimiques élémentaires. Cette analyse permet de déduire les concentrations des principaux oxydes constituant le ciment.

L'échantillon à analyser est placé sous un faisceau de rayons X. Sous l'effet de ces rayons, les atomes s'excitent et deviennent instables ce qui les pousse à revenir à l'état fondamental en libérant de l'énergie, notamment sous forme de photons de rayons X (Fig. 4.7). Chaque atome, ayant sa propre configuration électronique, va émettre des photons d'énergie et de longueur d'onde qui lui sont propres [Thirion-Merle, 2016]. C'est en partant

de ce principe que la XRF détermine la composition élémentaire d'un matériau. En chimie du ciment, cette technique permet d'avoir des informations sur les huit principaux oxydes du ciment avec leurs proportions respectives.

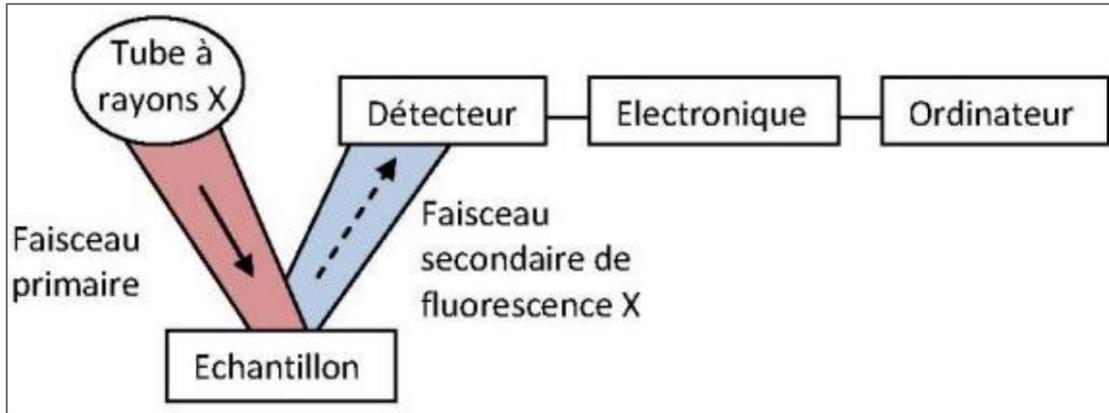


Fig. 4.7. Principe d'un spectromètre à dispersion en énergie [Thirion-Merle, 2016]

4.4.3. Analyse minéralogique des ciments (XRD)

La diffraction aux rayons X (XRD) est une technique puissante pour l'étude des matériaux cristallins. Elle est utilisée pour identifier la nature et la structure des phases composant un matériau inconnu à l'aide d'une base de données répertoriant les composés cristallisés. Elle permet, de ce fait, de distinguer les phases cristallisées des phases amorphes.

L'analyse XRD consiste à irradier un matériau avec des rayons X incidents, puis à mesurer les intensités et les angles de diffusion 2θ des rayons X qui émanent du matériau comme indiqué sur la figure (Fig. 4.8).

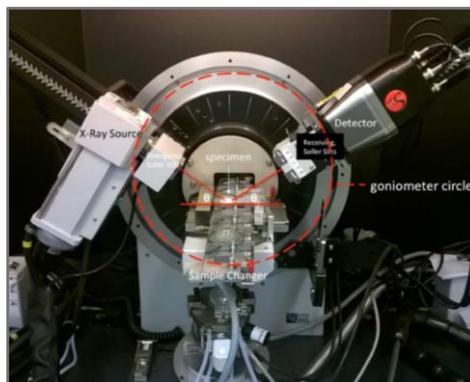


Fig. 4.8. Dispositif DRX [Stutzman, 2016]

4.4.4. Densité des ciments et de la poudre de verre

La densité absolue des ciments confectionnés ainsi que celle de la poudre de verre broyée ont été déterminées suivant le protocole suivant :

- Une quantité de ciment est mise à l'étuve à 105°C.
- Une masse $M_1 = 10g$ de ciment sec est pesée.
- La masse d'un pycnomètre rempli de toluène M_2 est mesurée.
- La masse M_1 est introduite dans le pycnomètre presque vide.
- Du toluène est versé jusqu'à la moitié du volume du pycnomètre.
- Le mélange est isolé pendant 24h pour que les grains de ciment se saturent.
- Le pycnomètre est rempli jusqu'au trait de jauge et le tout est pesé (M_3).

La densité absolue est calculée suivant l'équation suivante :

$$\rho = \frac{M_1}{M_1 - (M_3 - M_2)}$$

4.4.5. Surface Spécifique Blaine (SSB)

Plus le ciment est fin et plus sa surface de contact avec l'eau est grande induisant une hydratation plus rapide et plus complète. De ce fait, la connaissance de la finesse d'un ciment est primordiale pour une étude compétente. Cette caractéristique est reflétée par sa surface massique (surface totale de grains contenus dans une unité massique de poudre) exprimée en m^2/kg ou en cm^2/g .

L'essai consiste à faire passer un volume d'air au travers d'une poudre de ciment à l'aide d'un perméabilimètre Blaine (Fig. 4.9). L'appareil se compose d'une cellule dans laquelle est placée une masse du ciment à tester qui dépend de la densité absolue de ce ciment. La SSB est estimée en mesurant le temps (t) que met le liquide de l'appareil à se déplacer du trait supérieur au trait inférieur du tube. A l'aide de cette mesure, on pourra estimer la SSB suivant l'équation ci-dessous :

$$SSB = \frac{K \sqrt{e^3}}{\rho (1 - e) \sqrt{0.1\eta}} \frac{\sqrt{t}}{\sqrt{0.1\eta}} (cm^2/g)$$

$t(s)$: Temps d'écoulement de l'air pour l'échantillon à tester. / e : porosité du lit d'échantillon préparé. Pour les ciments (type I et II) : $e = 0.500 \pm 0.005$ / $\rho (g/cm^3)$: Densité de l'échantillon / $T (°C)$: Température d'essai de l'échantillon / $\eta (Pa.s)$: Viscosité de l'air à la température d'essai / K : Constante K



Fig. 4.9. Perméabilimètre Blaine

4.4.6. Refus à 45 μ m

Le pourcentage de refus sur un tamis de 45 μ m a été mesuré pour les cinq ciments confectionnés ainsi que pour la poudre de verre. Il est à noter qu'une plus grande SSB n'implique pas toujours un taux de refus moindre.

Une masse de chaque ciment a été mise dans une étuve à 105°C pendant 24 heures afin de faire évaporer toute éventuelle humidité. Par la suite, 30g de chaque poudre a été prise de la matière sèche et mise sur le tamis de 45 μ m d'ouverture, puis la souffleuse a été enclenchée (Fig. 4.10).



Fig. 4.10. Appareillage pour reufs à 45 μ m

4.5. Essai sur pate de ciment

4.5.1. Consistance normalisée (NF EN 196-3)

L'objectif de l'essai est de déterminer la demande en eau des ciments pour que les pâtes de ciment aient une consistance normalisée. Car ces dernières seront utilisées pour d'autres essais notamment l'essai de début et fin de prise ainsi que l'essai de stabilité.

La consistance normalisée est déterminée en mesurant l'enfoncement de la tige cylindrique de l'appareil Vicat sous l'effet d'une charge constante (Fig. 4.11). Plus la pâte de ciment est fluide plus l'enfoncement est important.

Le protocole de l'essai est le suivant :

- Peser $500g \pm 1g$ de ciment.
- Ajouter une quantité d'eau initiale forfaitaire.
- Malaxer le mélange à l'aide d'un malaxeur normalisé.
- Remplir le moule, antérieurement huilé, sans vibrations excessives.
- Mesurer la consistance de la pâte à travers l'enfoncement de la tige.
- Refaire l'essai jusqu'à obtenir un enfoncement de la tige compris dans l'intervalle $[5,7]mm$.



Fig. 4.11. Appareil de Vicat - Consistance

4.5.2. Essai de début et fin de prise (NF EN 196-3)

La composition chimique et la finesse du ciment sont des paramètres qui influent sur le début et la fin de prise de ce dernier en plus de la température ambiante et du dosage en adjuvant.

Le principe de l'essai est de suivre l'évolution de la consistance d'une pâte de ciment de consistance normalisée à l'aide de l'appareil de Vicat, équipé d'une aiguille de 1,13 mm de diamètre. (Fig. 4.12)

Le protocole de l'essai est le suivant :

- Préparer une pâte de consistance normalisée,
- Plonger la pâte dans une eau à $20^{\circ}C$
- Procéder à l'essai sur l'appareil de Vicat et mesurer l'enfoncement de l'aiguille régulièrement.

- Lorsque l'aiguille s'arrête à une distance (d) du fond du moule telle que $d = 6 \pm 3mm$, on dit que le début de la prise est atteint. Mesuré à partir du début du malaxage, ce moment est appelé " temps de début de prise".
- Pour mesurer le "temps de fin de prise", le moule préparé est retourné puis plongé à nouveau dans une eau à $20^{\circ}C$. L'aiguille est replantée et cette dernière ne doit s'enfoncer que de $0.5mm$.



Fig. 4.12. Appareil de Vicat - Début et fin de prise

4.5.3. Essai de stabilité (NF EN 196-3)

La stabilité du ciment fait référence à la stabilité de la variation de volume au cours du processus de prise et de durcissement. Si le changement de volume est instable après la prise et le durcissement, les structures en béton se fissureront, ce qui peut affecter la qualité des bâtiments ou même provoquer des accidents graves, connus sous le nom de mauvaise stabilité dimensionnelle. [Zhang, 2011]

La stabilité d'un ciment peut être estimée à travers deux différentes méthodes, à savoir la méthode dite de Le-Chatelier et la méthode de l'autoclave. La méthode adoptée pour cette étude est celle de Le-Chatelier. Cet essai permet d'évaluer l'augmentation de volume potentielle d'une pâte de ciment durcie au cours de la réaction d'hydratation. Un traitement thermique de la pâte accélère la réaction d'hydratation, ce qui permet d'observer l'éventuelle expansion du ciment dans un délai court.

Une des causes qui peuvent contribuer à l'expansion durant l'essai est un excès de sulfates de calcium réagissant avec le C_3A pendant la prise et formant ainsi du sulfoaluminate de calcium expansif. De plus, une teneur en chaux élevée peut rendre le ciment instable. De ce fait, l'essai de stabilité permet de s'assurer que le ciment ne subira aucune forme d'expansion due à la présence d'une quantité excessive de chaux. L'essai Le Chatelier ne mesure pas les défauts de consistance dus à la présence d'un excès de magnésie.

Le protocole de l'essai est le suivant :

- Une pâte de ciment de consistance normalisée est préparée
- Cette dernière est introduite dans les moules Le-Chatelier qui seront serrés à l'aide d'un anneau en caoutchouc (Fig. 4. 13)
- Les surfaces supérieures et inférieures des moules seront couvertes par des plaques de verre.
- Les moules seront ainsi conservés pendant 24h dans une chambre humide à 98% et à température de $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$.
- Après cette période l'écartement des aiguilles (A) est mesuré à l'aide d'un pied à coulisse
- Les moules seront ensuite entreposés dans un bain d'eau qui doit être porté à ébullition en $30\text{min} \pm 5\text{min}$. L'eau sera maintenue à ébullition pendant $3\text{ heures} \pm 5\text{min}$.
- Après avoir subi le traitement thermique, l'écartement (B) entre les aiguilles sera mesuré.
- Les moules seront enfin isolés à température ambiante de 20°C pendant un temps suffisant et l'écartement (C) entre les aiguilles sera mesuré.

La différence entre les lectures des aiguilles ($C - A$) à 0.5mm près, indique la stabilité du ciment. Si l'expansion est supérieure à 10 mm, le ciment est considéré comme instable.

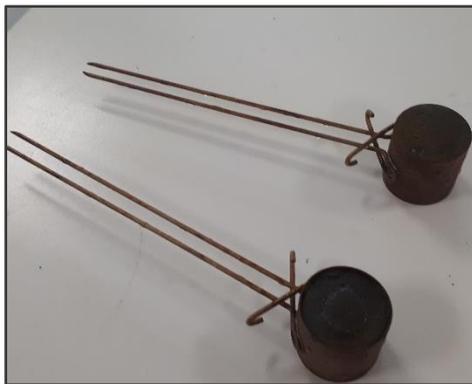


Fig. 4. 13 Appareil Le-Chatelier

4.6. Essais sur Mortier

Les mortiers utilisés dans les essais ci-dessous sont des mortiers normalisés comme le préconise les normes. L'utilisation de ces mortiers permettra d'avoir qu'un seul ingrédient variable, le ciment. Les mortiers normalisés sont réalisés en malaxant selon la norme CEN EN 196-1 les matériaux suivants :

- $1350g \pm 5g$ de sable normalisé ayant une composition granulométrique spécifique (Fig. C.1).
- 450g de ciment.
- 225ml d'eau distillée ($E/C = 0.5$).

Un malaxeur programmé (Fig. 4.14) est utilisé. Ce genre d'appareil permet de diminuer fortement les fautes de maniabilité par rapport à un malaxeur non programmé induisant ainsi des résultats plus fiables et plus fidèles aux normes.



Fig. 4.14. Malaxeur de mortiers et pâtes de ciment

Une plaque de trois moules $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ est assemblée puis huilée afin de faciliter le démoulage par la suite. Les moules sont ensuite remplis en deux couches en appliquant 60 chocs pour chaque couche. Les moules sont ensuite conservés entre 20h et 24h dans une chambre humide à 90% et à une température de $20^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ avant d'être démoulés. Par la suite, les moules sont conservés selon l'essai voulu (dans de l'eau pour l'essai de compression et à l'air pour l'essai de retrait).

4.6.1. Calorimétrie semi-adiabatique (NF EN-196-9)

La calorimétrie semi-adiabatique consiste à mesurer la quantité de chaleur dégagée par un mortier normal à travers le temps, ce qui permettra par la suite d'estimer le débit de dégagement de la chaleur. A un instant donné, la chaleur d'hydratation du ciment contenu dans l'échantillon est égale à la somme de la chaleur accumulée dans le calorimètre et de la chaleur dissipée dans l'environnement pendant la durée de l'essai.

Afin d'exécuter cet essai, un mortier normal doit être préparé puis versé dans une boîte métallique normalisée. La boîte est ensuite fermée et introduite dans le calorimètre E2ME (Fig. 4.15). L'essai reste en cours pendant 99heures.



Fig. 4.15. Dispositif E2ME pour la calorimétrie semi-adiabatique

4.6.2. Résistance à la compression et à la flexion (NF-EN-196-1)

Le but ici est de définir les qualités de résistance d'un ciment. L'essai consiste à étudier les résistances à la traction et à la compression d'éprouvettes de mortier (Fig. 4.16). Pour des mortiers normalisés, la seule variable est la nature du liant hydraulique. Par conséquent, les résistances de ces derniers reflèteront directement l'effet du ciment utilisé. De plus, la classe vraie des ciments est déterminée grâce à cet essai.



Fig. 4.16. Essai de compression et de flexion sur mortier

L'essai d'écrasement en flexion est appliqué à une vitesse de chargement de 3 kN/min sur une surface de 4.3 cm^2 . Ayant appliqué une force F_f à la rupture, la résistance à la flexion sera donnée par l'équation suivante :

$$R_f = \frac{1.5F_f l}{b^3}$$

Tel que l et b sont les dimensions du prisme de mortier. En remplaçant les valeurs de l et de b , l'équation prendra la forme suivante :

$$R_f \text{ (MPa)} = \frac{F_f}{4.3 \times 10^2} \text{ (N)}$$

Après la rupture du prisme par flexion, les deux moitiés seront soumises à l'essai de compression. Cet essai est appliqué à une vitesse de chargement de 2.4 kN/s sur une surface de 16cm^2 . La contrainte de rupture est donnée par l'équation suivante :

$$R_c(\text{MPa}) = \frac{F_c}{b^2} = \frac{F_c (N)}{1600}$$

4.6.3. Retrait à l'air des mortiers (NF P15-433)

L'hydratation du ciment s'accompagne d'une création d'un fin réseau de pores capillaires à l'intérieur de la pâte. Dans un premier temps, ces capillaires sont saturés en eau, mais lorsque la consommation d'eau par le ciment provoque leur dessèchement, cela aboutit à la formation de ménisques. Les chercheurs s'accordent à expliquer le retrait par les forces de traction qui se développent de ce fait à l'intérieur des capillaires les plus fins. Les mêmes conséquences sont provoquées par l'évaporation d'eau depuis la pâte de ciment.

En réalité, il existe deux types de retraits, le retrait endogène et le retrait de séchage. Le retrait endogène est causé par la consommation d'eau pendant la réaction d'hydratation. Ce phénomène se produit principalement dans les premiers jours après le mélange, tandis que le retrait de séchage est la réduction de volume causée principalement par la perte d'eau pendant le processus de séchage et il se poursuit pendant des mois voir des années après mélange.

L'essai de retrait permet d'évaluer sur des éprouvettes normalisées de mortier, le retrait total (endogène + de séchage) à 20°C que provoque un certain ciment dans le temps. Pour ce faire, les éprouvettes de mortiers seront équipées de plot en laiton à leurs extrémités, ce qui permettra d'y placer des billes métalliques qui, elles même, seront en contact avec le comparateur lors des prises de mesures (Fig. 4.17).



Fig. 4.17. Moules de mortiers pour le retrait

Afin de pouvoir mesurer les différences de longueurs, un point de repère doit être fixé. Ceci est réalisé à l'aide d'une pièce métallique de longueur normalisée qui fixera le point de référence (Fig. 4.18).



Fig. 4.18. Comparateur pour l'essai de retrait

4.6.4. Perte de masse des mortiers à l'air

La variation de masse dans le temps a été mesurée sur les mêmes éprouvettes de mortiers utilisées pour l'essai de retrait. Trois prismes de mortiers $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ ont été utilisés pour mesurer la perte de masse de chaque ciment et la moyenne des trois valeurs a été par la suite calculée.

4.7. Essais sur bétons

4.7.1. Formulation

La méthode de formulation utilisée est interne à LAFARGE Algérie. Cette méthode présente des résultats qui se rapprochent de ceux de la méthode de Dreux-Gorisse. Puisque le béton formulé est adjuvanté, La méthode du mortier de béton équivalent (MBE) a été utilisée pour déterminer la teneur en superplastifiant. Un exemple des résultats donné par cette méthode est indiqué sur le tableau (Tab. 4.4).

Tab. 4.4. Résultat de la formulation d'un béton

Désignation	% Ciment	Quantité kg/m^3	40 Litres	Teneur en eau	Quantité à peser
Sable 0/1	-	160	6.4	2.30	6.55
Sable 0/3	-	658	26.32	1.32	36.67
Gravier 3/8	-	210	8.40	0.00	8.40
Gravier 8/15	-	490	19.60	0.50	19.70
Gravier 15/25	-	360	14.40	0.00	14.40
Ciment	-	350	14.00	-	14.00
Adjuvant	0.75	2.63	0.105	-	0.105
Eau	-	180	7.2	-	6.61

Dans la présente étude, l'affaissement du béton est fixe (béton S4) et la variable est le rapport E/C (Fig. 4.19). Le dosage en eau donné par la méthode de formulation n'est qu'une valeur de départ (Tab. 4.5).



Fig. 4.19. Béton frais à base de ciment contenant de la poudre de verre finement broyée

Tab. 4.5. Rapports E/C des bétons

Ciment	Eau de gâchage	E/C
CEM I (00% PV)	8.3	0.60
CEM II (04% PV)	7.4	0.53
CEM II (10% PV)	7.5	0.54
CEM II (20% PV)	7.6	0.55
CEM II (25% PV)	7.5	0.54

4.7.2. Essai d'affaissement au cône d'Abrams

L'essai d'affaissement est un essai simple et rapide à réaliser, et de ce fait, il peut être performé sur chantier avant le coulage du béton. La norme de l'essai spécifie une dimension maximale des granulats de 40mm.

L'essai consiste à mesurer l'affaissement d'un cône de béton sous l'effet de son propre poids. Plus cet affaissement sera grand et plus le béton sera réputé fluide. La norme NBN EN 206-1 catégorise les bétons en fonction de leur fluidité en cinq différentes catégories comme indiqué sur la figure (Fig. 4.20).

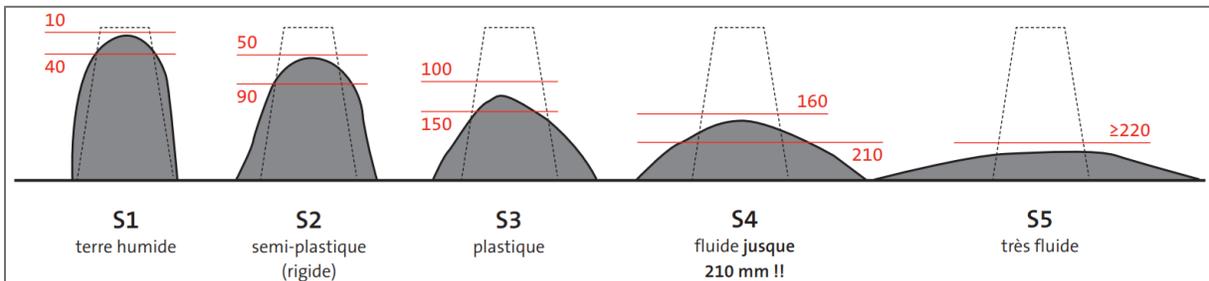


Fig. 4.20. Catégories des bétons selon leurs affaissements

4.7.3. Résistance à la compression des bétons

Le béton est réputé pour sa grande résistance à la compression et cette propriété est quantifiée à l'aide de l'essai de compression sur des éprouvettes de béton de $150 \times 150 \times 150 \text{ mm}^3$ à différents âges (Fig. 4.21).

L'essai consiste à soumettre l'éprouvette de béton à une charge de compression croissante jusqu'à la rupture qui est détectée par la machine suite à une brusque déformation. La contrainte de rupture est automatiquement calculée par la machine en divisant la charge appliquée sur la surface carrée du cube de béton.

Dans cette étude, pour chaque ciment confectionné, et pour chaque âge (7 jours et 28 jours), deux éprouvettes de bétons ont été allouées pour cet essai.



Fig. 4.21 Essai de compression sur éprouvettes de béton cubiques

4.7.4. Pénétrabilité à l'eau (prEN 12364)

L'essai de pénétrabilité à l'eau est réalisé sur des éprouvettes de béton cubiques $150 \times 150 \times 150 \text{ mm}^3$. L'eau est appliquée sous pression sur l'une des faces de chaque cube à tester puis la profondeur de pénétration est mesurée.

Le protocole de l'essai est comme suit :

- Les éprouvettes doivent avoir un âge de murissement compris en 28 et 35 jours.
- Les Tanks d'eau du dispositif sont remplis.
- Les cubes de bétons sont placés dans les espaces alloués à l'essai s'appuyant sur un joint en caoutchouc afin d'éviter toute perte d'eau durant l'essai (Fig. 4.22).
- Les éprouvettes sont fixées sur place à l'aide d'un levier.
- Les éprouvettes sont placées sous pression d'eau à 5bar. Cette pression sera maintenue à l'aide d'un compresseur d'air pendant 72 heures.
- L'échantillon est retiré puis immédiatement fractionné en deux à l'aide d'un essai de fendage brésilien.
- La profondeur de pénétration d'eau est mesurée avec une précision de 1mm (Fig. 4.23).



Fig. 4.22. Dispositif de pénétrabilité à l'eau

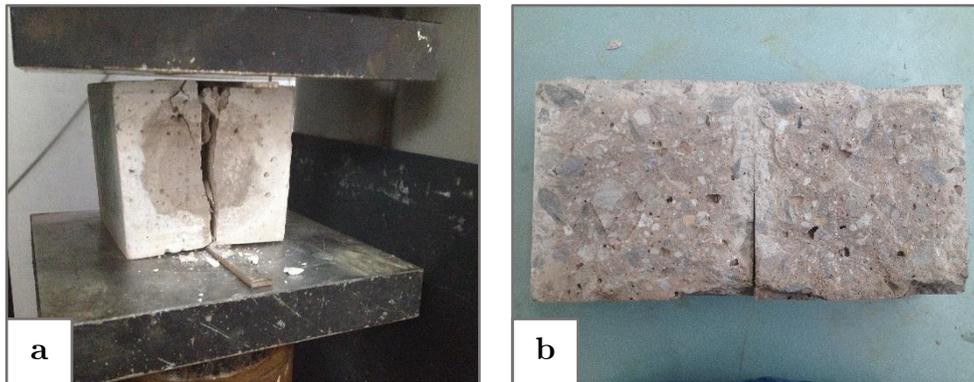


Fig. 4.23. a. Essai de fendage sur cube de béton / b. profondeur de pénétration de l'eau dans un béton

4.7.5. Perméabilité au gaz (méthode de Cembureau)

L'essai de perméabilité au gaz (Nitrogène) a été effectué selon les recommandations de la méthode de Cembureau [Kollek, 1981] ainsi que de la AFPC-AFREM.

Le protocole de l'essai est décrit comme suit :

- Des éprouvettes cylindriques de diamètre 150mm et de hauteur 50mm sont préparées pour chaque ciment confectionné (Fig. 4.24).
- Les éprouvettes de béton sont stockées jusqu'à 28 jours.
- Les éprouvettes sont surfacées à l'aide d'une surfaceuse à béton (Fig. 4.25).
- Les spécimens sont séchés pendant 24 heures à 105°C .
- Les faces circulaires externes des cylindres de béton sont couvertes avec un film d'aluminium dans le but d'avoir un flux de gaz unidirectionnel.
- Le dispositif de perméabilité au gaz est mis en place (Fig. 4.25).
- Une éprouvette de béton est introduite dans la chambre du dispositif (Fig. C.2).
- La chambre du dispositif est fermée soigneusement afin de résister à la pression de la chambre à air.
- La chambre à air est remplie d'air à l'aide d'un compresseur jusqu'à un minimum de 8bars.

- La bouteille de gaz (Nitrogène) est ouverte. Une pression de sortie 2 bars est fixée en premier lieu. Cette pression est appliquée sur l'éprouvette de béton.
- Le temps nécessaire pour une bulle de savon, créée à partir de la poire du dispositif, de traverser les deux graduations extrêmes d'un des tuyaux gradués, est mesuré.
- Les mesures de temps sont prises à des intervalles de 15 minutes jusqu'à la stabilisation du débit avec une différence entre les lectures de 3%. Si, après cinq mesures, le débit est toujours instable, la moyenne des deux dernières mesures est prise comme la valeur finale.
- Le temps de passage de la bulle d'air doit être compris entre 20s et 60s.

NB : Les granulats utilisés pour la formulation des bétons à tester doivent avoir un diamètre maximal de 25mm (NF P 18-304).



Fig. 4.24. Epreuve cylindrique $150 \times 50 \text{ mm}^2$

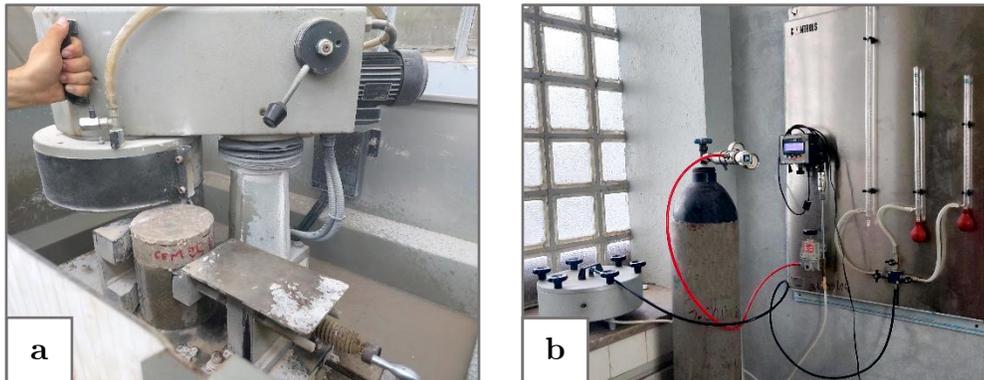


Fig. 4.25. a. Surfaceuse / b. Appareillage de l'essai

Après la mesure du temps d'écoulement pour chaque béton, on calcule les débits du gaz puis les coefficients de perméabilité (K). On utilise la relation de Hagen-Poiseuille dans le cas d'un écoulement laminaire d'un fluide compressible à travers un corps poreux avec de petits capillaires dans des conditions stables. L'équation est donnée comme suit :

$$K_{Nitogène} = \frac{2Qp_0L\eta}{A(p^2 - p_a^2)} (m^2)$$

Q : Débit volumique du gaz ($m^3.s^{-1}$) / **p** : Pression à l'entrée (Pa) / **p_a** : Pression atmosphérique (Pa) / **η** : Viscosité dynamique du nitrogène à 20 °C : $1.758 \times 10^{-5} Pa.s$ / **A** : Section de l'éprouvette de béton / **L** : Epaisseur de l'éprouvette de béton /

En insérant les données de l'essai, l'équation prendra la forme suivante :

$$K_{azote} = \frac{9.95 \times 10^{-5} Q p_a}{p^2 - p_a^2} (m^2)$$

4.8. Modèle Mathématique (Interpolation)

La plupart des essais effectués aboutissent à des résultats dont les valeurs sont discrètes notamment les essais d'écrasement sur mortier et béton. Afin de pouvoir retrouver les valeurs intermédiaires, un modèle mathématique d'interpolation a été utilisé. La fonction adoptée est la Spline cubique d'Hermite ou Piecewise Cubic Hermite Interpolating Polynomial (PCHIP). Cette fonction possède les propriétés suivantes :

- Elle utilise un polynôme d'interpolation cubique d'Hermite pour les points donnés.
- La fonction interpole les points et sa dérivée première est continue.
- Elle préserve la forme.

4.9. Conclusion

Les essais énumérés précédemment ont permis de caractériser les ciments à base de poudre de verre sur le plan de la résistance à travers les essais d'écrasement sur mortiers et bétons, sur le plan de la durabilité avec les essais de perméabilité et de pénétrabilité sur les bétons mais aussi sur le plan des propriétés intrinsèques des ciments à travers les essais sur ciment anhydre et pate de ciment.

Références

Haimei Zhang, Cement Chapter, Building Materials in Civil Engineering Woodhead Publishing Series in Civil and Structural Engineering May 2011, (Pages 46-80, 423)

J. J. KOLLEK, The determination of the permeability of concrete to oxygen by the Cembureau method - a recommendation -, (May1989) DOI: <https://doi.org/10.1007/BF02472192>

Oleg D. Neikov ; Mechanical Crushing and Grinding. In book: Handbook of Non-Ferrous Metal Powders December 2009. DOI:10.1016/B978-1-85617-422-0.00002-1 (pp.45-62)

Paul E. Stutzman, Pan Feng , and Jeffrey W. Bullard Measurement and modeling needs for next-generation concrete binders July Cement and Concrete Composites p101 (2016) DOI:10.1016/j.cemconcomp.

CHAPITRE 4 : Programme Expérimental

Stutzman, P. E., Bullard, J. W., & Feng, P. Phase Analysis of Portland Cement by Combined Quantitative X-Ray Powder Diffraction and Scanning Electron Microscopy. *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology* 2016, vol 121, n 47. doi:10.6028/jres.121.004

Valérie V. Thirion-Merle , Spectrométrie de fluorescence X Circulation et provenance des matériaux dans les sociétés anciennes Centre National de la Recherche Scientifique Paris,(2014).

CHAPITRE 5

Résultats et Interprétations

5.1. Introduction

Les essais énumérés dans le chapitre précédent ont permis d’avoir des résultats reflétant directement l’effet d’une poudre de verre finement broyée sur plusieurs caractéristiques des ciments anhydres, pâtes de ciments, bétons et mortiers.

Ce chapitre présente les différents résultats auxquels ont aboutis les expériences précédemment citées, suivis de modestes interprétations qui permettront d’expliquer au mieux les phénomènes observés.

Des courbes de développement de la résistance à la compression et à la flexion des mortiers et de la résistance à la compression des bétons sont disponibles en annexes. Elles ont été réalisées à l’aide d’un code MATLAB faisant interpoler les différents points de résistances mesurées à l’aide des Spline cubique d’Hermite (PCHIP).

5.2. Essais sur ciment anhydre

5.2.1. Analyse chimique (Fluorescence aux Rayons X)

L’analyse chimique XRF a donné les résultats mentionnés dans les tableaux ci-dessous ([Tab. 5.1](#) et [Tab. 5.2](#)).

Tab. 5.1. Résultats de la XRF du clinker et des ciments à base de PV

Produit	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	CaO	MgO	SO_3	K_2O	Na_2O	LOI à 950
Clinker	21,31	5,00	3,29	65,39	3,74	0,66	0,72	0,18	-
CEM I 4% PV	21,08	4,57	2,87	62,48	2,53	2,33	0,67	0,41	2,83
CEM II 10% PV	22,57	4,71	2,91	60,30	2,15	2,28	0,67	0,80	2,96
CEM II 20% PV	30,45	4,47	2,87	55,12	1,96	2,24	0,62	1,39	4,15
CEM II 25% PV	34,47	4,31	2,81	51,90	1,96	2,19	0,58	1,88	4,84

Tab. 5.2. Résultats de la XRF de la poudre de verre

Produit	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	CaO	MgO	SO_3	K_2O	Na_2O	Cr_2O_3
Poudre de verre	71.12	1.71	0.24	10.02	3.01	0.25	0.19	13.1	0.23

La poudre de verre montre une forte teneur en silice, ce qui est un résultat recherché car la silice est un élément principal dans la réaction pouzzolanique. La quantité de SiO_2 augmente en fonction de l’ajout de la poudre de verre, dû à sa grande teneur en dioxyde de silicium. La diminution de la teneur du SiO_2 du clinker au ciment à base de 4% de poudre de verre est le résultat de la substitution du clinker par de la PV à 4% et l’ajout du gypse à 5%.

La teneur en CaO des ciments décroît avec l'augmentation de la proportion de la poudre de verre malgré le fait que le verre contient une quantité significative d'oxyde de calcium. Ceci est expliqué par le fait que le clinker à base de 80% de calcaire calciné, abrite une forte teneur en CaO qui est plus de six fois plus importante que celle du verre, ce qui logiquement produira l'effet observé après substitution.

Les teneurs en oxyde de fer, en oxyde d'aluminium, en oxyde de magnésium et en oxyde de potassium sont inversement proportionnelles à l'addition de la poudre de verre car cette dernière n'a pratiquement comme constituant que du SiO_2 , du CaO et du Na_2O . En d'autres termes, substituer un pourcentage de clinker (contenant de relativement grandes teneurs en Al_2O_3 , Fe_2O_3 , MgO et K_2O) par du verre broyé, induira une diminution de leurs teneurs dans le produit final au fur et à mesure de l'ajout de PV.

La grande différence entre la teneur en SO_3 du clinker et des autres ciments est dû à l'addition du gypse qui est composé de sulfates de calcium. Néanmoins, cette quantité diminue par la suite avec l'ajout de la poudre de verre au fur et à mesure car cette dernière n'a qu'un très faible taux de trioxyde de soufre.

Pour ce qui est de l'oxyde de sodium présent à raison de 13.1% dans la poudre de verre et presque totalement absent dans le clinker, la teneur de ce composé chimique dans les ciments est proportionnelle à la teneur de la poudre de verre à cause de sa plus forte teneur en Na_2O par rapport au clinker. L'effet observé dans le cas du SO_3 dont la teneur avait augmenté entre le 0%PV et le 4%PV, n'est pas retrouvé pour le Na_2O car en incorporant du gypse, ce dernier n'influera principalement que sur les teneurs en sulfates.

Il est à noter que le CaO et le Na_2O présents à de significatives teneurs dans le verre auront certains effets lors de l'hydratation du ciment. L'oxyde de sodium accélère l'hydratation à jeune âge et la chaux encourage la formation de chaînes de silicate moins longues dans les cristaux de CSH en faisant augmenter le rapport C/S, ce qui donnera plus de résistance.

5.2.2. Analyse minéralogique

5.2.2.1. Diffraction aux Rayons X (XRD)

Les résultats de l'analyse XRD sont résumés dans le tableau (Tab. 5.3).

Tab. 5.3. Résultats de la XRD des ciments

Ciment	Alite	Bélite	Aluminates	Ferrite
4% PV	59,60	11,34	4,8	10,79
10% PV	60,46	13,81	4,96	11,42
20% PV	59,85	13,57	4,92	11,2
25% PV	60,55	12,39	4,61	11,66

5.2.2.2. Equations de Bogue et de Shim et al., 2021

Les conditions d'application des équations de Bogue et de Shim sont toutes respectées (Tab. 1.4). On procède alors aux calculs des teneurs des différentes phases du clinker par les deux méthodes en comparant les résultats aux valeurs exactes données par l'analyse minéralogique XRD (Tab. 5.4).

Tab. 5.4. Bogue, Shim et al. et XRD

Méthode	C_3S	C_3A	C_2S	C_4AF	$C_3S + C_2S$
XRD	59,44	7,69	16,59	9,99	76,03
Bogue	64,01601	7,68532	11,39422	10,01213	75,41
Shim et al.,	73,28758	7,05472	5,973448	8,21937	79,26

On remarque que les valeurs estimées par la méthode de Bogue s'approchent plus des valeurs réelles pour toutes les phases du clinker notamment pour l'aluminate de calcium et la ferrite. Les erreurs relatives de chaque méthode ont été calculées en plus de l'erreur sur la somme des silicates de calcium (Tab. 5.5).

Tab. 5.5. Erreur relative sur les méthodes de Bogue et de Shim et al.,

Méthode	C_3S (%)	C_3A (%)	C_2S (%)	C_4AF (%)	$C_3S + C_2S$ (%)
Erreur sur Bogue	7,70	≈ 0	31,32	≈ 0	<0,82
Erreur sur Shim et al.,	23,29	8,26	63,99	17,72	4,25

Le calcul des teneurs en C_3S et en C_2S par la méthode de Bogue a donné de plus grandes erreurs que pour les aluminates et ceci a été antérieurement signalé par plusieurs études affirmant que les teneurs en Alite et en Bélite calculées à travers les équations de Bogue ne sont pas toujours proches de la réalité [Taylor, 1989 ; Stutzman et al., 2014 ; Gagatek, 2019]

En calculant les teneurs en silicates de calcium combinés ($C_3S + C_2S$) par la méthode de Bogue, une erreur bien moins conséquente (inférieure à 1%) sur les teneurs a été enregistrée en comparaison à celle tenant compte de chaque phase séparément. Ceci peut indiquer que la méthode de Bogue est plus exacte pour calculer le taux de silicates de calcium groupés que le taux de l'Alite et de la Bélite isolément.

5.2.3. Densité des ciments

La densité de la poudre de verre est faible par rapport à la densité du clinker ce qui implique une diminution de la densité absolue des ciments en fonction de l'augmentation de la substitution. (Tab. 5.6)

Tab. 5.6. Densités absolues des ciments et de la poudre de verre

Poudre de verre et Ciments	Densité Absolue
Poudre de verre	2,55
CEMI 00% PV	3,28
CEMI 04% PV	3,16
CEMII 10% PV	3,11
CEMII 20% PV	3,07
CEMII 25% PV	3,01

5.2.4. Surface Spécifique Blaine (SSB)

Le clinker et le gypse ont été broyés à mille tours de broyeurs puis la poudre de verre finement broyée a été incorporée à différentes teneurs et mille autres tours ont été rajoutés. Les ciments confectionnés ont une SSB légèrement plus importante que les ciments usuels permettant ainsi d'avoir une meilleure hydratation du ciment mais aussi montrer l'effet bénéfique de la poudre de verre finement broyée même sur des ciments à grande SSB. (Tab. 5.7)

Tab. 5.7. SSB des ciments et de la poudre de verre

Poudre de verre et Ciments	SSB (cm^2/g)
Poudre de verre	7646
CEMI 00% PV	4278
CEMI 04% PV	4462
CEMII 10% PV	4313
CEMII 20% PV	4379
CEMII 25% PV	4401

5.2.5. Refus à 45 μ m

Le taux de refus diminue avec l'augmentation de la proportion de la poudre de verre dans le ciment (Fig. 5.1). Ce résultat est logique puisque le refus de la poudre de verre est le plus petit pour raison de sa grande finesse (plus de 90% de la masse de la poudre de verre contenue dans les ciments passe à travers le tamis de 45 μ m).

Par conséquent, pour tous les ciments, approximativement 80% de leurs constituants ont un diamètre inférieur à 45 μ m. Il est à noter que le refus des ciments est principalement constitué de particules de clinker récalcitrantes au broyage contrairement aux grains de poudre de verre et de gypse qui ne sont pratiquement pas présents dans le refus du tamisage.

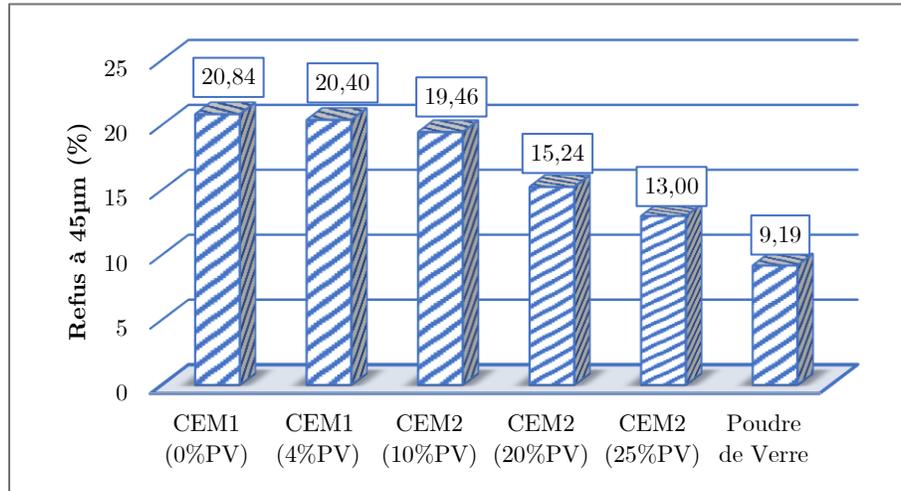


Fig. 5.1. Pourcentage des refus à 45 μ m des ciments et de la poudre de verre

5.3. Essais sur pâte de ciment

5.3.1. Demande en eau

La poudre de verre a tendance à faire augmenter la demande en eau des ciments avec l'augmentation du taux de substitution (Fig. 5.2). Ce résultat peut être expliqué par la grande finesse de la poudre de verre qui en augmentant sa proportion nécessitera une plus grande quantité d'eau pour sa floculation.

La demande en eau a par contre diminué du ciment témoin au ciment à 4% de substitution. Une diminution possiblement due au fait que la poudre de verre est non absorbante contrairement au clinker. Donc, à de petites teneurs d'ajouts cette propriété de non-absorption prend le dessus sur la finesse de la poudre de verre qui, quant à elle, accentue la demande en eau.

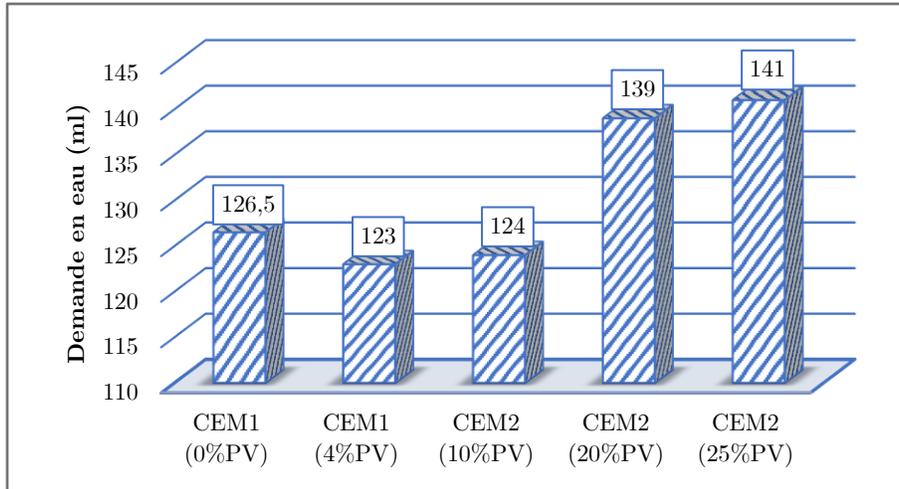


Fig. 5.2. Demande en eau des ciments confectionnés

5.3.2. Délai de prise

Le délai de prise augmente proportionnellement à l'ajout de poudre de verre (Fig. 5.3). Ceci peut être la conséquence de deux effets congruents. D'une part, la substitution partielle du clinker induisant une diminution de la quantité d'oxyde d'aluminium qui est intimement lié à la quantité d'Aluminate tricalcique du ciment, dont l'hydratation est source de durcissement du ciment. D'autre part, la constance de la teneur en gypse dans tous les ciments à 5% et la diminution de la teneur en clinker induisent ainsi un plus grand taux de réaction entre les sulfates de calcium et le C_3A impliquant un retardement plus important de la prise du ciment et donc un plus grand délai de prise.

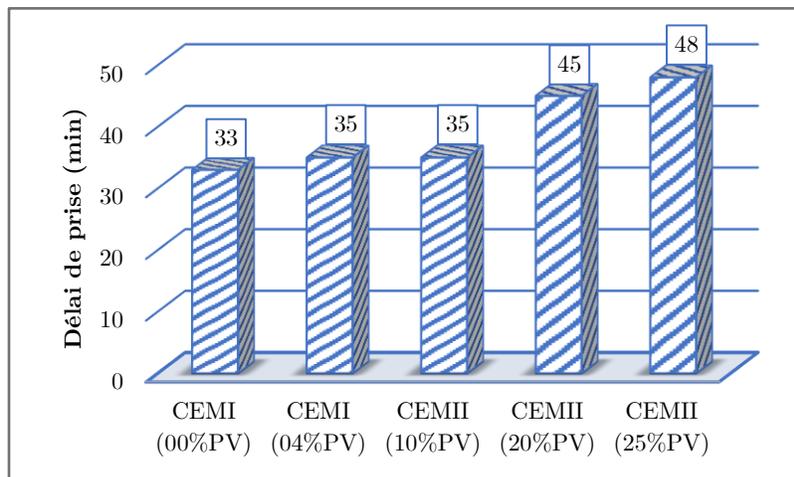


Fig. 5.3. Délai de prise des ciments confectionnés

5.3.3. Stabilité

L'expansion maximale à l'essai de stabilité est provoquée par la pâte de ciment à teneur en poudre de verre de 4% (Fig. 5.4), et elle est minimale dans le cas du CEMII (25%PV). Il est à conclure qu'à une certaine teneur de poudre de verre l'expansion à l'essai du Chatelier est maximale ce qui est éventuellement dû à une plus grande teneur en chaux libre et en sulfates de calcium dans le cas du ciment à 4% de poudre de verre.

Cependant, tous les ciments sont considérés stables quelle que soit la teneur en poudre de verre substituée au clinker car toutes les différences de lectures $C - A$ sont inférieures à 10mm comme spécifiée dans la norme de l'essai (NF EN 196-3).

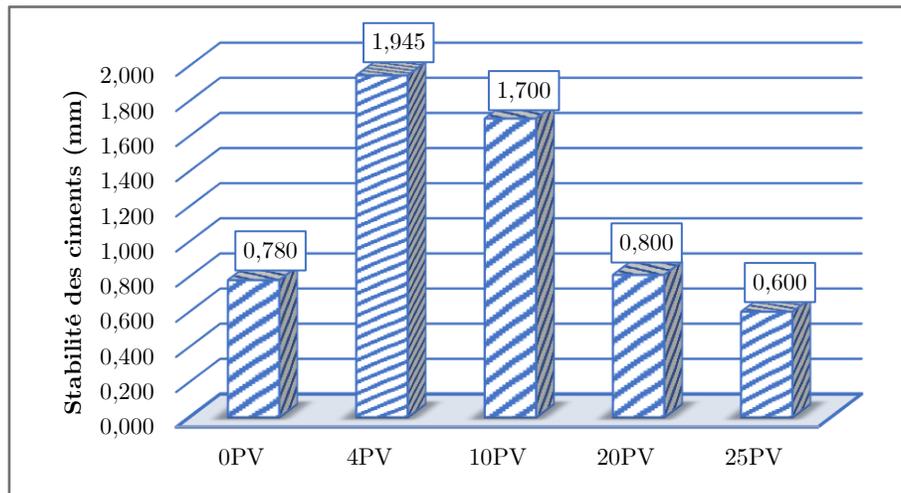


Fig. 5.4. Stabilité des ciments confectionnés

5.4. Essais sur mortier

5.4.1. Calorimétrie semi-adiabatique

La chaleur d'hydratation émise par le ciment témoin est supérieure à tous les autres ciments avec ajouts (sauf pour 4% d'ajouts) ce qui montre l'effet de la poudre de verre sur la chaleur d'hydratation (Fig. 5.6 et Fig. D.1).

Contrairement aux résultats de [Mirzahosseini et Riding, 2014], la chaleur d'hydratation a diminué pour tous les types de poudre de verre sauf pour le ciment à 4% d'ajouts, un comportement qui ressemble à celui des cendres volantes qui fait diminuer la chaleur d'hydratation totale libérée [Sarker et McKenzie, 2009 ; Moghaddam, 2019]. Cet effet est probablement dû à la finesse de la poudre de verre utilisée ($7646\text{ cm}^2/\text{g}$), alors que celle adaptée par Mirzahosseini et Riding avoisine les ($4760\text{ cm}^2/\text{g}$).

La plus faible chaleur libérée est celle du ciment avec 25% de substitution en poudre de verre, et la chaleur maximale est retrouvée dans le cas du ciment à base de 4% de poudre de verre qui a dépassé celle du mortier témoin (Tab. 5.8). Les résultats de

Mirzahosseini et Riding correspondent plus au mortier à 4% d'ajout, et ceci peut être expliqué par le fait que le refus à $45\mu\text{m}$ de ce ciment dépasse les 20%, s'approchant plus du ciment utilisé par ces deux chercheurs. De plus, la grande chaleur dégagée par les mortiers à base de 4% de poudre de verre est influée par leur demande en eau qui minimale induisant une plus forte réaction d'hydratation.

La phase dormante des ciments varie considérablement avec l'ajout de la poudre de verre avec la plus faible phase dormante à 10% d'ajout et une phase dormante maximale à 0% et 25% d'ajout (Fig. 5.5). Donc, 10% d'ajouts est un optimum concernant la période d'induction expliquée par la probabilité que le CEMII (10PV) est le ciment le plus hétérogènes des cinq, ce qui implique une métastabilité des particules de ciments non homogène à travers la pâte contrairement au ciment témoin et au ciment à base de 25% de PV qui à cause de leurs grandes homogénéités, l'état métastable est généralisé aux grains dans tout le ciment induisant les phases d'induction les plus basses. Une autre explication est relative à la faible demande en eau du CEMII (10PV) impliquant une réaction d'hydratation plus forte ce qui fera converger la pâte rapidement à son état de métastabilité comme indiqué dans la « Metastable Barrier Hypothesis ».

De plus, on constate qu'à jeune âge (entre 4 heures et 10 heures), le ciment avec 25% du substitution en poudre de verre montre une plus grande chaleur d'hydratation totale suivi du ciment à base de 20% d'ajout. Cet effet est probablement dû à l'apport en alcalins que la poudre de verre induit en raison de sa teneur élevée en alcali ($\%Na_2O=13.1$). Une plus grande teneur en alcalin dans la pâte de ciment induit une accélération de l'hydratation aux stades premiers de cette réaction (Jawed, 1978 ; Ramachandran, 1993]

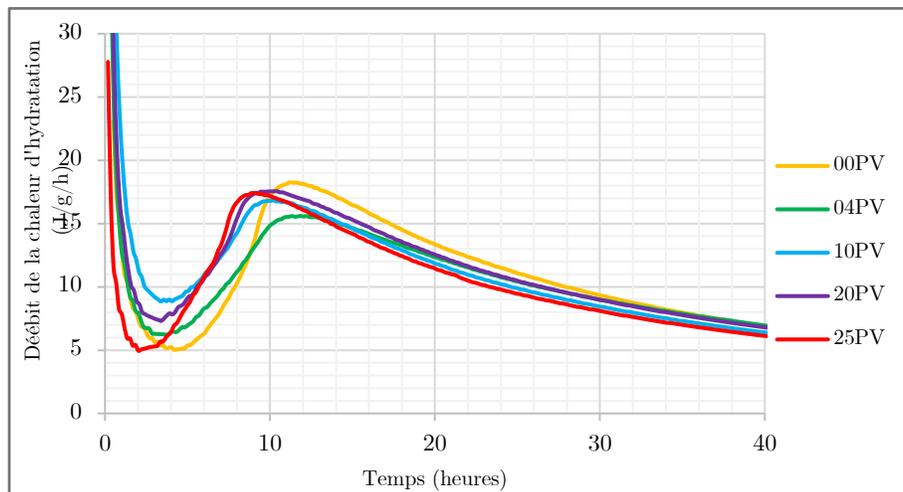


Fig. 5.5. Débit de la libération de la chaleur d'hydratation des ciments confectionnés en fonction du temps

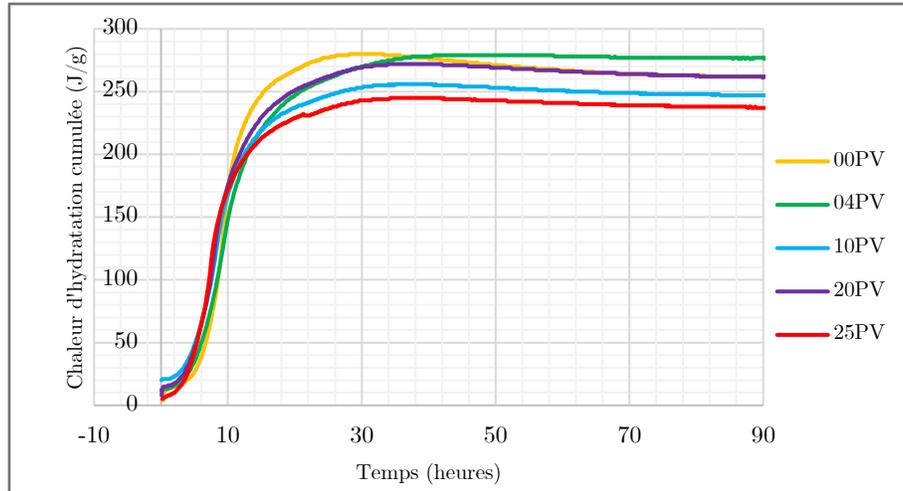


Fig. 5.6. Chaleur d'hydratation cumulée des ciments confectionnés à travers le temps

Tab. 5.8. Chaleur totale libérée par chaque ciment lors de l'hydratation

Ciment	Chaleur libérée ($J.g^{-1}$)
CEMI (00%PV)	262
CEMI (04%PV)	277
CEMII (10%PV)	247
CEMII (20%PV)	261
CEMII (25%PV)	237

5.4.2. Résistance à la compression des prismes de mortier

À 2 jours, la résistance des mortiers avec ajout de poudre de verre est plus faible que celle du mortier témoin (Fig. 5.7 et Fig. D.3. Résistance à la compression des mortiers (MATLAB)). Ce résultat est logique puisqu'à jeune âge la réaction pouzzolanique n'a pas encore bien avancé et par conséquent la résistance à cet âge n'est régie que par les CSH et les CAH issus de l'hydratation du clinker.

À 7 jours et à 28 jours de maturité, l'ajout de la poudre de verre est inversement proportionnel à la résistance des prismes de mortiers avec des pentes régulières montrant la bonne homogénéité de la structure des mortiers suite au broyage de la poudre de verre avec le clinker et le gypse ainsi qu'à la nature des mortiers étant normalisés.

Pour les âges avancés, on constate que le ciment à base de 20% de poudre de verre confère une plus grande résistance au mortier. Le CEMII (20%PV) est suivi du CEMII (25%PV) car dans les deux ciments, la réaction pouzzolanique a cristallisé du gel de CSH, ce qui densifie la structure des mortiers. Le ciment à base de 25% de poudre de verre a une résistance plus faible à 56 jours que le mortier à 20% PV car à cause de sa plus grande

teneur en poudre de verre et donc en silice, sa réaction pouzzolanique demandera plus de temps afin d'atteindre des résistances plus élevées.

Une autre constatation peut être avancée vis-à-vis des mortiers à 20% et à 25% de poudre de verre ; les résistances de ces deux mortiers progressent avec la même cadence et ceci est reflété par le parallélisme des deux courbes de résistance (Fig. D.3). Cette allure est dû à l'homogénéité des ciments qui produisent pour les deux mortiers des progressions en résistance quasi égales. Cette constatation renforce davantage celle avancée dans l'analyse des courbes de la chaleur d'hydratation concernant l'homogénéité des ciments.

À 56 jours, la résistance à la compression est maximale à 20% d'ajout de FGGP. Ce résultat va dans le même sens que ceux retrouvés par [Raju et Kumar, 2014 ; Hossam et al., 2014].

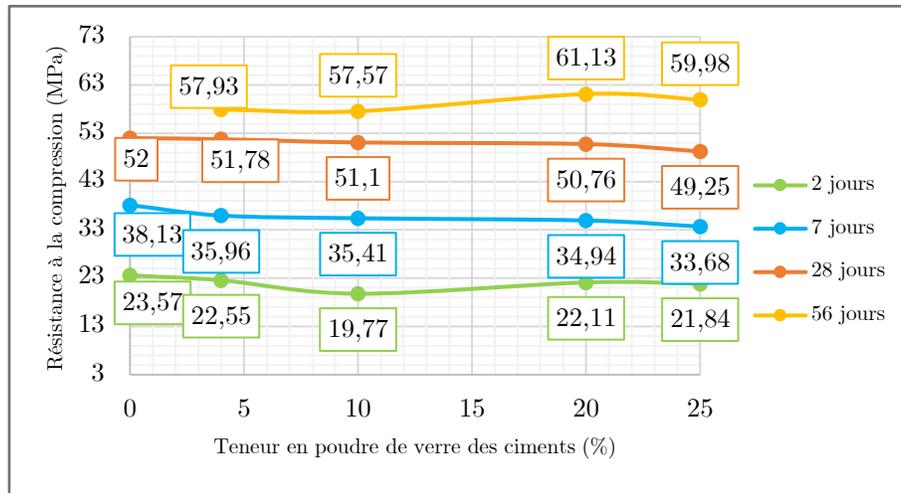


Fig. 5.7. Résistance des ciments à la compression sur mortiers normalisés

Selon les valeurs des résistances à 2, 7 et 28 jours (Tab. D.1), on peut classer les ciments confectionnés selon leurs classes de résistance à l'aide du tableau donné par la NF EN 197-1 (Tab. 1.1). La résistance des mortiers à différentes proportions de PV se situe dans la même classe de ciment pour les teneurs de 0%, 4%, 10% et 20% ce qui implique que le fait de remplacer le ciment jusqu'à 20% de poudre de verre, ce dernier gardera la même classe de résistance. (Tab. 5.9).

Tab. 5.9. Classes de résistance des ciments confectionnés

Ciment	Classe de résistance
CEMI (00%PV)	52.5N
CEMI (04%PV)	52.5N
CEMII (10%PV)	52.5N
CEMII (20%PV)	52.5N
CEMII (25%PV)	42.5R

5.4.3. Résistance à la flexion des prismes de mortier

La résistance à la flexion des mortiers à jeune âge est minimale pour les mortiers à 25%PV ce qui est dû au non-développement de la réaction pouzzolanique à cet âge en plus des taux relativement faibles de C_2S et de C_3S , impliquant une carence en CSH dans la pâte hydratée. Aussi, à un taux d'ajout de 25% et à âge jeune, la grande partie des particules de verres n'ont qu'un effet filler qui n'aide que très peu à résister à la traction (Fig. 5.8 et Fig. D.4. Résistance à la flexion des mortiers (MATLAB)).

À 2 jours, la résistance à la flexion du mortier contenant 10% de poudre de verre est inférieure à celle des mortiers à 4% et 20% d'ajout et ceci peut être expliquée par l'hétérogénéité de ce ciment, affirmant davantage l'hétérogénéité de ce ciment (5.4.1 et 5.4.2).

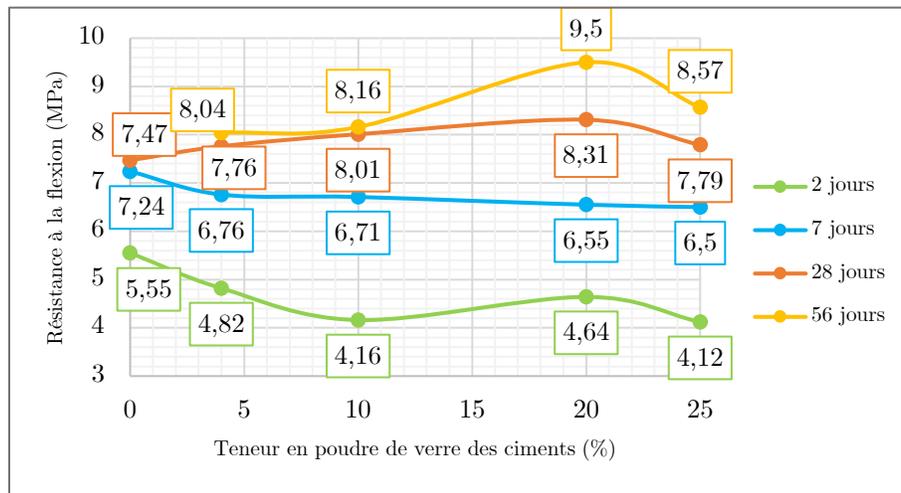


Fig. 5.8. Résistance des ciments à la flexion sur mortier normalisés

À partir de 28 jours, le mortier avec 20% de poudre de verre, se distingue fortement des autres mortiers avec un résistance à la flexion approchant les 9.5MPa à 56 jours. Cette tendance a été déjà indiquée par [Omran et Tagnit-Hamou, 2016] et [Kumar, 2014]. Une explication potentielle de ce comportement est l'apport en CaO de la poudre de verre qui fait augmenter le rapport Ca/Si ce qui induit une diminution de la longueur des chaînes de CSH impliquant une augmentation de la résistance à la flexion des ciments à long terme.

À 56 jours, la résistance à la flexion augmente jusqu'à 20% d'ajout de FGGP puis au-delà elle diminue. Ce résultat va dans le même sens que ceux retrouvés par [Raju et Kumar, 2014 ; Hossam et al., 2014].

Cependant, la résistance du CEMII (20%PV) est supérieure à celle du CEMII (25%PV) et ceci est éventuellement dû au fait que la réaction pouzzolanique n'a pas encore

suffisamment avancée dans ce dernier ciment, ce qui induit que certaines particules de verre n'ont toujours pas réagi avec la portlandite.

Pour les autres ciments à savoir le CEMI (04%PV) et le CEMII (10%PV), ils développent de grande résistance à la flexion à jeune âge grâce à la réactivité du clinker, mais qui se stabilisent rapidement à partir de 7 jours.

5.4.4. Retrait à l'air des prismes de mortier

Les mortiers à base de 10% de poudre de verre ont le retrait le moins important contrairement aux mortier témoins qui eux, on atteint un rétrécissement dépassant les $120\mu\text{m}$ (Fig. 5.9). Le retrait à 10% et à 4% ont les plus petites demandes en eau entre tous les autres ciments ce qui pourrait expliquer leur retrait minimal. Le mortier témoin, quant à lui a un grand retrait à âges avancés dû à la grande dynamique des réactions d'hydratation qui y surviennent. De plus, le CEMII (10PV) montre de grandes fluctuations dans la courbe d'évolution de son retrait, ce qui corrobore l'hypothèse énoncée plus haut (5.4.1, 5.4.2 et 5.4.3) concernant l'hétérogénéité de ce ciment.

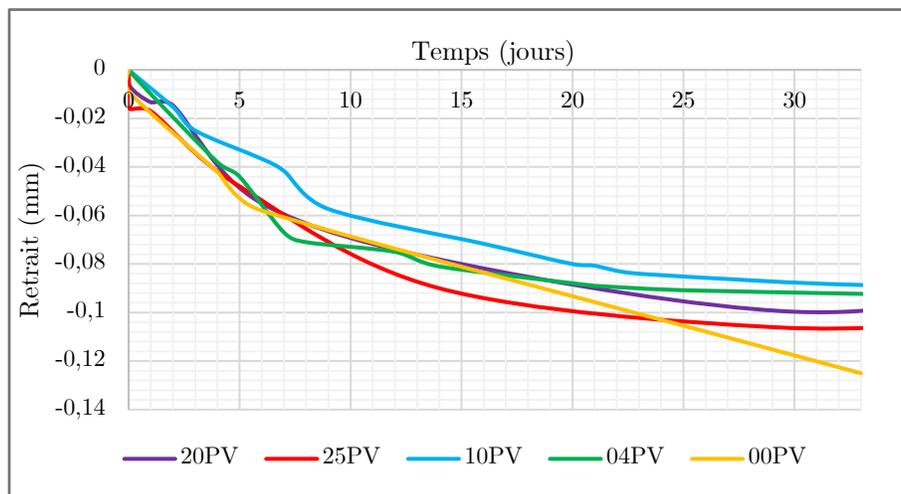


Fig. 5.9. Retrait à l'air des ciments à travers le temps

5.4.5. Perte de masse

Le mortier témoin est le mortier avec le moins de perte de masse suivi par le mortier avec 20% d'ajout en poudre de verre puis le mortier à 25% d'ajout (Fig. 5.10). La perte de masse à l'air est principalement due à l'évaporation d'eau contenue dans les pores. De ce fait, une moindre porosité est éventuelle pour le ciment témoin avant 33 jours.

A jeune âge, la vitesse de perte de masse des ciments avec ajouts est plus grande que la vitesse de la perte de masse du ciment témoin. Par contre, a des âges avancés, la décroissance de masse du mortier témoin est plus rapide que celle des mortiers à base de ciments avec ajouts de poudre de verre.

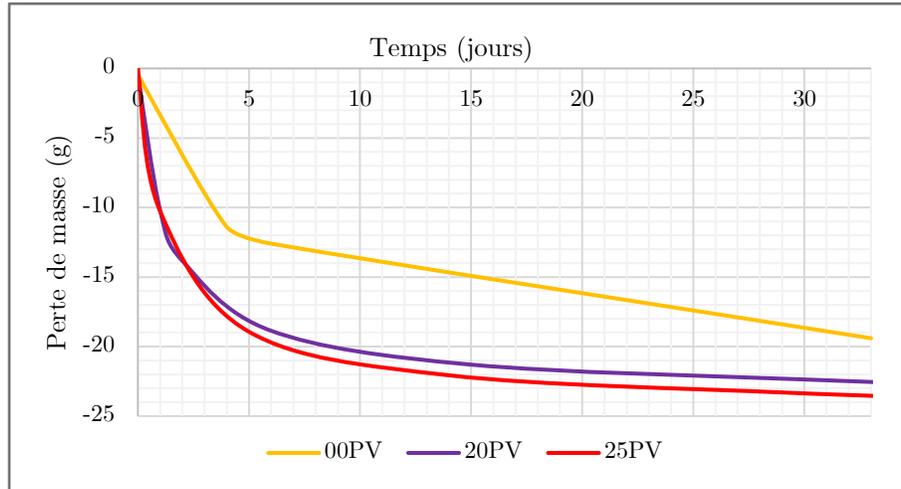


Fig. 5.10. Perte de masse des ciments à travers le temps

On pourrait interpréter ces résultats par le fait qu'à jeune âge les mortiers témoins se densifient plus rapidement que les ciments avec ajouts, ce qui raffine leurs pores et donc la quantité d'eau disponible à l'évaporation est réduite donc la perte de masse prévisible est réduite de même. Par contre, les mortiers avec ajouts ont de plus grandes quantités d'eau disponible à l'évaporation à cause de leur porosité supérieure à jeune âge car la réaction pouzzolanique prend plus de temps pour avancer que l'hydratation classique du clinker. Cependant, à des âges avancés, la masse des mortiers à 20%PV et 25%PV sont quasi-stables, car la densification de la matrice cimentaire est entamée et une part de l'eau interstitielle est consommée par la réaction pouzzolanique. La vitesse de perte de masse du mortier témoin diminue avec le temps, mais pas aussi rapidement que celle des autres mortiers, car le ciment témoin ne subit pas de réaction pouzzolanique et donc une plus grande porosité à âges avancés.

[Schwarz et Neithalath, 2007], ont remarqué que l'ajout de la poudre de verre diminue la quantité d'eau non-évaporable dans les pattes de ciments. Ce résultat est en adéquation avec les pertes de masses retrouvées amenant à dire que l'ajout de PV induit une plus grande disponibilité d'eau à l'évaporation et donc une diminution de l'eau non-évaporable. Ceci est dû à l'effet combiné d'une teneur moindre de clinker prenant part à la réaction d'hydratation, et d'une poudre de verre consommant moins d'eau car cette dernière est non-absorbante.

5.5. Essais sur bétons

5.5.1. Affaissement et rapport E/C

L'affaissement diminue en augmentant la teneur de poudre de verre entre les bétons formulés à l'aide de ciments à base de 4%, 10% et 20% de poudre de verre ce qui a amené à accroître le dosage en eau afin d'atteindre le même affaissement pour tous les bétons formulés (béton S4) (Fig. 5.11). Cette diminution a déjà été signalée par Shayan et Xu, 2006, dans le cas d'ajout de poudre de verre avec une SSB avoisinant les 8000 g/cm^2 .

Cependant, la diminution du rapport E/C entre le béton témoin et celui à base de CEMI (04PV) est probablement due à la demande en eau de ce dernier qui est la plus faible en comparaison avec les autres ciments confectionnés (5.3.1). De plus, la diminution de ce rapport entre le béton contenant du CEMII (20%) et celui au CEMII (25%) pourrait être expliquée par la grande homogénéité et leurs faibles taux de refus à $45\mu\text{m}$, consommant ainsi l'eau d'une manière optimale. En outre, une des raisons qui pourrait influencer l'affaissement des bétons frais est la température ambiante.

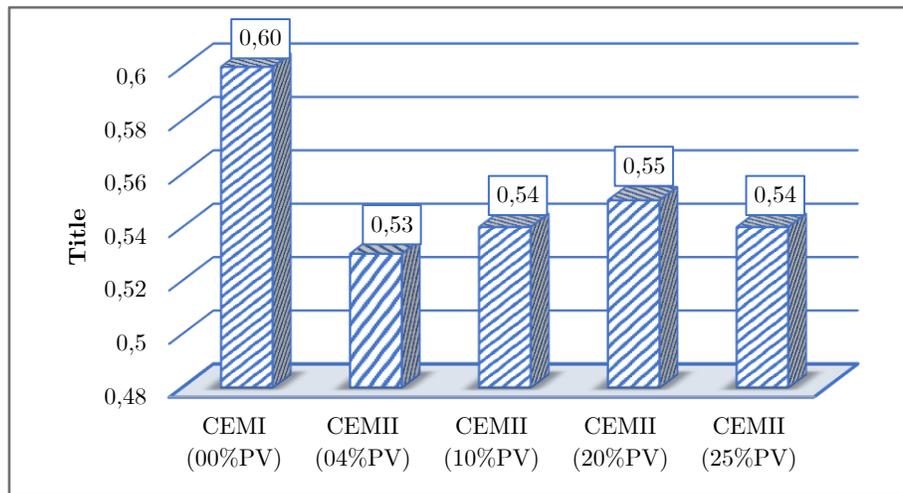


Fig. 5.11. Rapport E/C des bétons S4 confectionnés

5.5.2. Résistance à la compression des bétons

La résistance à la compression des bétons contenant de la poudre de verre est inférieure à la résistance du béton témoins de 0 à 7 jours (Fig. 5.12 et Fig. D.2. Résistance à la compression des bétons (MATLAB)). Ce résultat est logique car à 7 jours la poudre de verre finement broyée n'aurait pas encore évolué en termes de réaction pouzzolanique.

Cependant, la résistance des bétons confectionnés avec des ciments contenant 20% et 25% de poudre de verre se rapprochent de plus en plus dans le temps de la résistance du béton témoin. Ceci est dû à la réaction pouzzolanique qu'entreprend la poudre de verre avec la portlandite induisant ainsi un raffinement des pores et une densification du squelette du béton, ce qui procure une grande résistance à long terme. Plusieurs travaux

[Idir et al., 2010] ont souligné ce phénomène et retrouvent à des âges avancés des résistances des bétons avec ajout de PV supérieures à celles du béton témoin notamment à 90 jours

Les bétons confectionnés avec des ciments à teneur de 10% de poudre de verre ont développé une résistance rapidement due à leur importante teneur en clinker par rapport aux bétons à base de 20% et 25% de poudre de verre. Cependant à partir de 5 jours, le béton témoin a pris plus de résistance dans le même laps de temps (Fig. D.2. Résistance à la compression des bétons (MATLAB)), et ceci est probablement dû au fait que la réaction pouzzolanique prend plus de temps pour produire des CSH que la réaction d'hydratation du ciment elle-même.

Cependant, le béton confectionné avec le CEMI (04PV) n'a gagné que peu de résistance entre 7 jours et 28 jours. Ce comportement est dû à son faible rapport E/C induisant une hydratation rapide des phases du clinker, duquel, après 7 jours, n'en reste que relativement peu. De plus, la faible résistance du ciment à 4% d'ajout est éventuellement due à sa faible teneur en Bélite et en Alite comme indiqué dans l'analyse XRD.

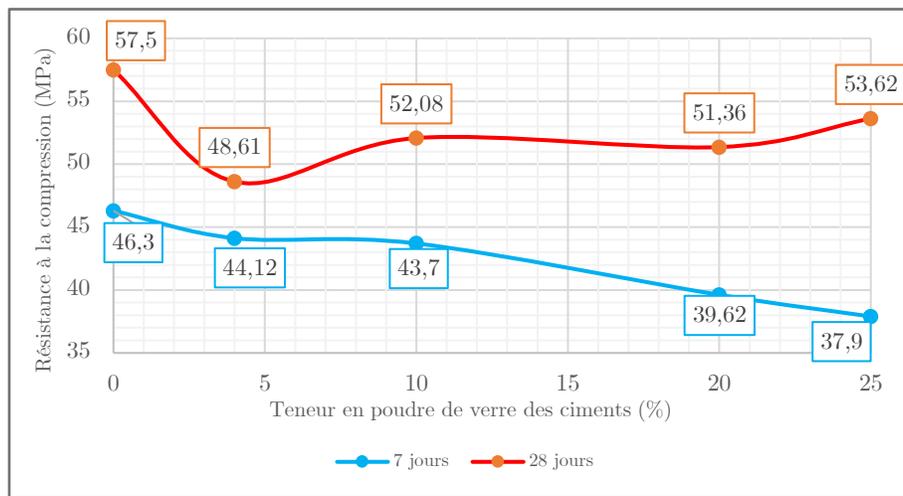


Fig. 5.12. Résistance à la compression des bétons

5.5.3. Pénétrabilité à l'eau

La pénétrabilité à l'eau des ciments diminue avec l'ajout de poudre de verre (Fig. 5.13). Ce résultat est conforme à l'étude menée par [Du et Tan, 2014], indiquant qu'en augmentant la teneur en poudre de verre des bétons leurs procure une pénétrabilité à l'eau inférieure aux bétons témoins. Ceci est dû à l'effet filler de la poudre de verre, mais aussi à la réaction pouzzolanique qu'elle entreprend dans le temps. En d'autres termes, plus la poudre de verre est incorporée dans le ciment à de plus grandes teneurs, plus la

pénétrabilité à l'eau est réduite en raison de la densification de la matrice cimentaire [Broekmans et Maarten, 2012].

De plus, le béton témoin répond à la remarque de [Zidol, 2014], affirmant qu'à chaque fois que le rapport E/C diminue, l'espacement entre les grains de ciment à l'état frais est réduit induisant non seulement une réduction du volume total des pores capillaires, mais aussi leur diamètre. Ceci pourrait expliquer davantage la grande perméabilité du béton à 0% de poudre de verre.

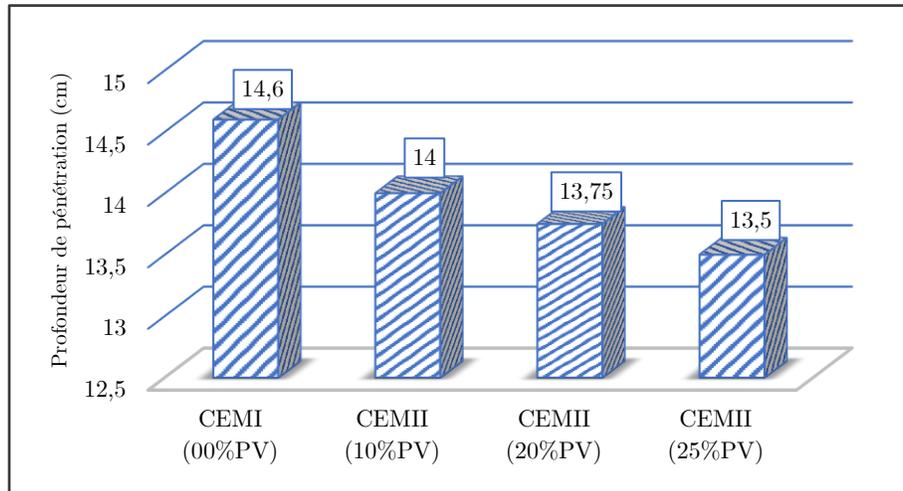


Fig. 5.13. Profondeur de pénétration de l'eau dans les bétons

5.5.4. Perméabilité au gaz

Tous les essais ont été menés dans les tubes de volume de 10ml. Les mesures prises lors des essais sont mentionnées dans le tableau (Tab. 5.10).

Tab. 5.10. Données sur l'essai de perméabilité au gaz

Ciment	Temps mesuré (s)	Débit ($m^3 \cdot s^{-1} \times 10^{-8}$)	Pression (bar)
CEMI (00%PV)	44	2.27	4
CEMII (10%PV)	39	2.56	3
CEMII (20%PV)	49	2.04	4
CEMII (25%PV)	142	0.70	4.5

En utilisant la relation de Hagen-Poiseuille, on pourra retrouver le coefficient de perméabilité à l'azote de chaque béton (Fig. 5.14)

On remarque que le béton à base de 25% de poudre de verre présente la meilleure perméabilité au gaz grâce à la réaction pouzzolanique que la poudre de verre finement broyée a provoquée, ce qui est conforme aux résultats de la pénétrabilité à l'eau. Par

contre, à partir d'un certain seuil de substitution en poudre de verre, la perméabilité au gaz est maximale avec un plus grand coefficient de perméabilité à 10% de substitution.

Ces résultats sont en accord avec les résultats retrouvés avec la perte de masse puisque ce dernier essai donne une indication sur la porosité des mortiers influencée totalement par la nature des ciments utilisés. La perte de masse a été maximale pour le mortier à base du CEMII (10PV) et minimale pour le mortier témoin suivi du mortier à 20% de remplacement et enfin le mortier à 25% de substitution, un résultat visible dans les résultats de la perméabilité au gaz. Ceci montre que le CEMII (25%PV) a la porosité la plus faible.

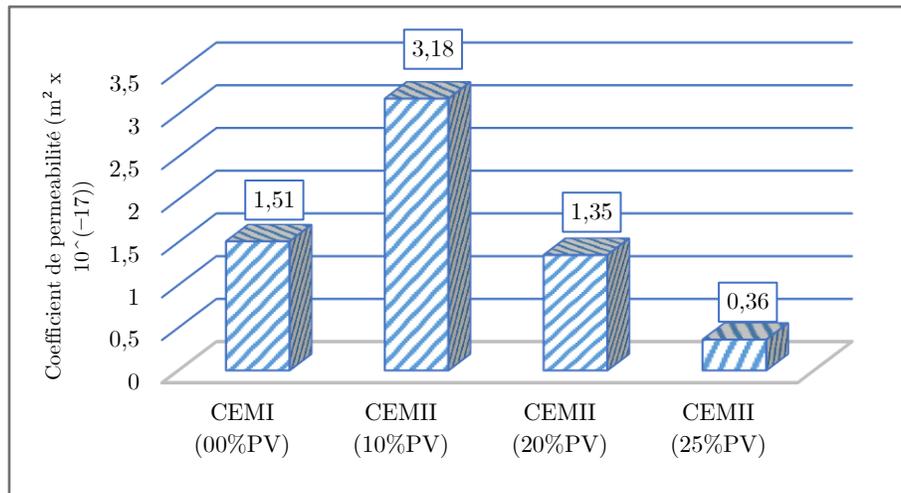


Fig. 5.14. Perméabilité au gaz des bétons

Les résultats de l'essai au gaz sont en accord avec l'essai de pénétrabilité à l'eau indiquant que le ciment à 25% d'ajout induit une meilleure compacité et une meilleure perméabilité suivie du ciment à 20% d'ajout. Le béton à 10% d'ajout est plus perméable au gaz et le plus pénétrable à l'eau en rapport aux bétons à teneurs supérieures. Cependant, le béton témoin est moins perméable au gaz que le béton à 10% d'ajout contrairement aux résultats de la pénétrabilité à l'eau, car une basse perméabilité au gaz n'implique pas toujours une basse pénétrabilité à l'eau.

Ces résultats sont en accord avec les résultats de [Zeroub et al., 2015], qui préconise qu'à des teneurs avoisinant les 30% de poudre de verre, la perméabilité au gaz diminue fortement et ceci est perceptible dans l'ajout de la poudre de verre à 20% et 25%.

5.6. Conclusion

Les différents essais effectués ont montré davantage le potentiel de la poudre de verre en tant que substituant du clinker directement dans les ciments confectionnés. Les meilleures performances ont été atteintes par les ciments à 20% et 25% de poudre de verre finement broyée. Le CEMII (20PV) a montré de meilleures résistances mécaniques et le CEMII (25PV) indique avoir les meilleures performances de durabilité quant à ses valeurs de perméabilité au gaz et de pénétrabilité à l'eau.

Références

- Broekmans, Maarten A.T.M. Proceedings of the 10th International Congress for Applied Mineralogy (ICAM) || Effect of Ground Glass Fineness on Physical and Mechanical Properties of Concrete. , 10.1007/978-3-642-27682-8(Chapter 47), 395–402. (2012). doi:10.1007/978-3-642-27682-8_47
- Du, H., Tan, K.H., Use of waste glass as sand in mortar: Part II–Alkali–silica reaction and mitigation methods. *Cement Concr. Compos.* 35 (1), 118–126. (2013).
- Farzad Moghaddam*, Vute Sirivivatnanon, Kirk Vessalas .The effect of fly ash fineness on heat of hydration, microstructure, flow and compressive strength of blended cement pastes June 2019 Case Studies in Construction Materials DOI:10.1016/j.cscm.2019.e00218
- Gagatek, D.; Hooton, R.D. Assessing performance of sulfate-resistant Portland cements. *ACI Mater. J.* 2019, 116, 227–233.
- I. Jawed, J. Skalny, Alkalies in cement: a review II. Effects of alkalies on hydration and performance of Portland cement, *Cem. Concr. Res.* 8 (1978) 37–52. ,
- Idir, R., Cyr, M., & Tagnit-Hamou, A. Use of fine glass as ASR inhibitor in glass aggregate mortars. *Construction and Building Materials* (2010)., 24, 1309–1312.
- Konstantin Sobolev; Pelin Türker; Svetlana Soboleva; Günsel Iscioglu : Utilization of waste glass in ECO-cement: Strength properties and microstructural observations (2007). , 27(7), 971–976. doi:10.1016/j.wasman.2006.07.014
- LECO Corporation; Saint Joseph. Determination of Split Loss on Ignition in Cement (2019) -, Michigan USA
- Mirzahosseini, M., & Riding, K. A. (2014). Effect of curing temperature and glass type on the pozzolanic reactivity of glass powder. Disponible sur <http://krex.ksu.edu>
- Moghaddam, Farzad; Sirivivatnanon, Vute; Vessalas, Kirk (2019). The effect of fly ash fineness on heat of hydration, microstructure, flow and compressive strength of blended cement pastes. *Case Studies in Construction Materials*, 10(), e00218-. doi:10.1016/j.cscm.2019.e00218
- Nathan Schwarz; Narayanan Neithalath Influence of a fine glass powder on cement hydration: Comparison to fly ash and modeling the degree of hydration. , 38(4), 429–436. (2008). doi:10.1016/j.cemconres.2007.12.001
- Omran Ahmed, Arezki Tagnit-Hamou Performance of glass-powder concrete in field applications. *Construction and Building Materials* 109 : 84–95. (2016)
- Sarker, Prabir and McKenzie, Luke. 2009. Strength and Hydration Heat of Concrete using Fly Ash as a Partial Replacement of Cement, in R I Gilbert (ed), *Concrete Solutions 09*, The 24th Biennial Conference of the Concrete Institute of Australia, Department of Civil Engineering
- Schwarz, N., Cam, H., & Neithalath, N. Influence of a fine glass powder on the durability characteristics of concrete and its comparison to fly ash. *Cement and Concrete Composites* 2008, vol 30, n 6, pp 486–496. doi:10.1016/j.cemconcomp.2008.02.001.
- Shilpa Raju, Dr. P. R. Kumar. Effect of Using Glass Powder in Concrete. *International Journal of Innovative Research in Science, Engineering and Technology* 2014, vol 3, n 5. Disponible sur http://www.ijrset.com/upload/2014/special/iciaset/57_internationalseminar.pdf

CHAPITRE 5 : Résultats et Interprétations

Shim, S.-H.; Lee, T.-H.; Yang, S.-J.; Noor, N.B.M.; Kim, J.-H.-J. Calculation of Cement Composition Using a New Model Compared to the Bogue Model. *Materials* 2021, 14, 4663. <https://doi.org/10.3390/ma14164663>

Stutzman, Paul; Heckert, Alan; Tebbe, Amelia; Leigh, Stefan Uncertainty in Bogue-calculated phase composition of hydraulic cements. *Cement and Concrete Research*, 61-62(), 40–48. (2014). doi:10.1016/j.cemconres.2014.03.007

Taylor, H.F.W. Advances in Cement Research Modification of Bogue calculation. *Adv. Cem. Res*, Volume 2 Issue 6, pp. 73-77 (April 1989), URL: <https://doi.org/10.1680/acr.1989.2.6.73>

V.S. Ramachandran, J.J. Beaudoin, S.L. Sarkar, X. Aimin, Physicochemical and microstructural investigations on the effect of NaOH on the hydration of 3CaO·SiO₂, *Cemento* 2 (1993) 73–84.

CHAPITRE 6

Analyse de corrélations

6.1. Introduction

Afin d'utiliser les résultats des essais sur ciment anhydre, pate de ciment, mortier et béton à leur plus haut potentiel, une analyse de corrélations faisant interférer certains résultats d'essais avec d'autres a été entreprise. Cette démarche aidera à obtenir des conclusions autres que les interprétations faites sur les résultats vierges des essais cités dans le chapitre précédent.

6.2. Effet de la demande en eau des ciments sur leurs stabilités

La demande en eau et la stabilité des ciments ont une corrélation de $-79,65\%$, ce qui implique une dépendance potentiellement grande de ces deux variables (Fig. 6.1). La corrélation est négative, car la proportionnalité de la stabilité et la demande en eau est inverse.

Cette corrélation pourrait s'expliquer par le fait qu'une plus grande demande en eau induit une hydratation et une réaction entre le C_3A et le gypse pour former de l'ettringite plus complètes induisant une faible teneur en sulfates d'aluminium dans la pâte de ciment réduisant, ainsi, la probabilité d'expansion et d'instabilité des ciments.

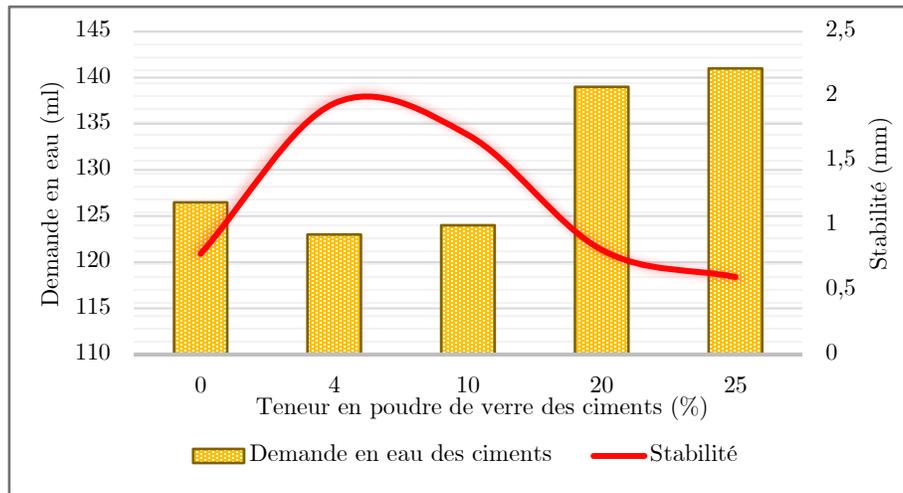


Fig. 6.1. Demande en eau des ciments et leur stabilité

6.3. Corrélation entre la chaleur d'hydratation libérée et la perte de masse

La chaleur libérée lors de l'hydratation des ciments est proportionnelle à la perte de masse à 28 jours (Fig. 6.2). La corrélation entre les deux variables est de $75,22\%$.

Une grande perte de masse peut être expliquée par une grande quantité d'eau disponible à l'évaporation. Si cette quantité d'eau ne participe pas à l'hydratation des ciments et à la réaction pouzzolanique, il en résulte que ces réactions seront encore

retardées quand la quantité d'eau libre sera plus grande induisant ainsi une plus faible chaleur d'hydratation.

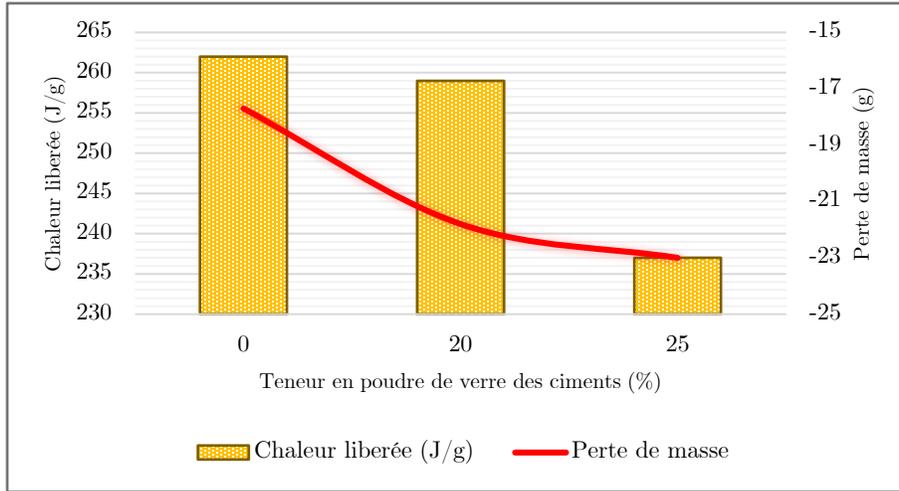


Fig. 6.2. Chaleur d'hydratation totale et perte de masse totale des ciments

6.4. Corrélation entre le délai de prise et la perte de masse

La corrélation entre le délai de prise et la perte de masse est de 99,96%. La perte de masse à 28 jours augmente avec l'augmentation du délai de prise (Fig. 6.3). Ce résultat est logique car une réaction d'hydratation lente induisant un plus long délai de prise impliquera une disponibilité de l'eau à l'évaporation plus importante. De plus, l'augmentation de la teneur de la poudre de verre, qui n'est pas une substance absorbante, induira une teneur en eau disponible plus grande permettant ainsi l'évaporation d'une plus grande quantité d'eau.

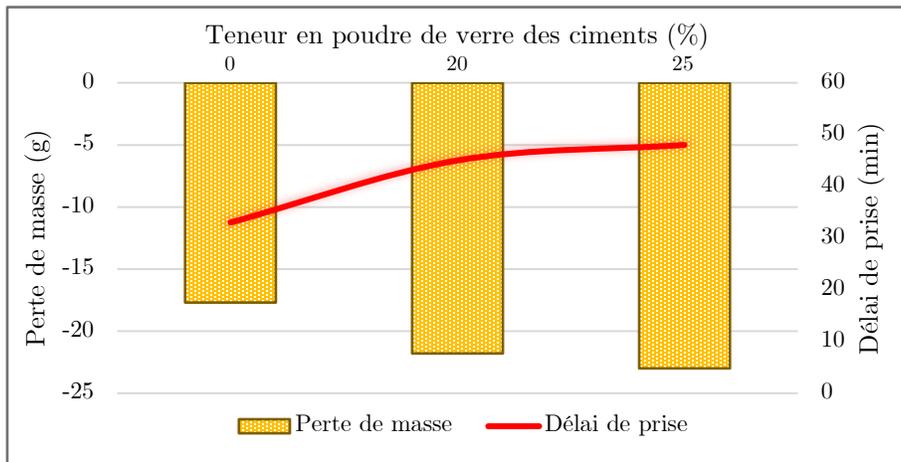


Fig. 6.3. Délai de prise et perte de masse totale des ciments

6.5. Effet du rapport E/C sur la résistance à la compression des bétons

Il est à noter que la résistance à la compression des bétons est intimement liée au rapport E/C. Ce dernier est inversement proportionnel à la résistance des bétons (Fig. 6.4). La corrélation entre les deux variables est de -87,55%. Ce résultat est fortement documenté [Taylor et al., 2012 ; Kondraivendhan et Bhattacharjee, 2016]. Cette corrélation est due au fait qu'à un rapport E/C faible, les particules de ciment se rapprochent en moyenne les unes des autres, de sorte que les hydrates formés à leur surface se développent sur une distance plus courte avant de se mélanger aux hydrates développés sur les particules de ciment adjacentes ; ainsi, de fortes liaisons précoces sont créées [Aïtcin et Flatt, 2016].

De ce fait, il est à noter qu'utiliser des superplastifiants haut réducteur d'eau est nécessaire afin d'obtenir l'affaissement voulu avec une résistance à la compression adéquate.

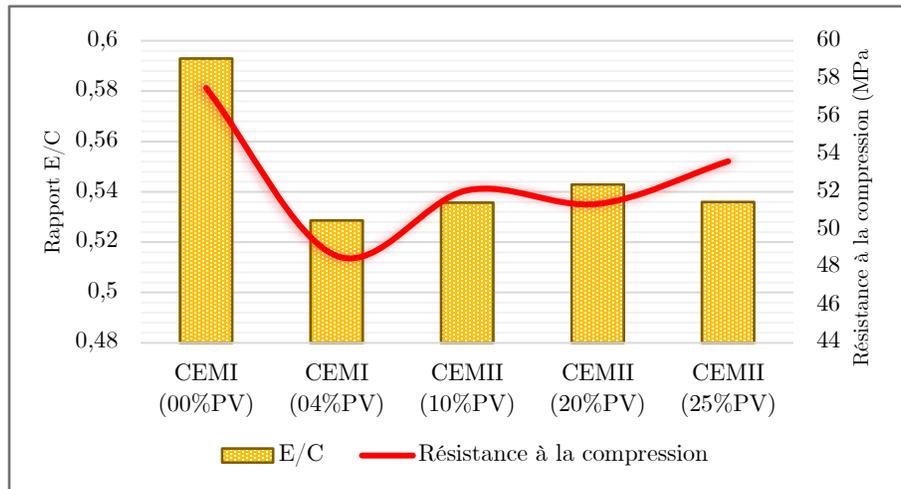


Fig. 6.4. Rapport E/C et résistance à la compression des bétons

6.6. Corrélation entre la perméabilité au gaz et la pénétrabilité à l'eau, et la résistance à la compression

La perméabilité au gaz et la pénétrabilité à l'eau ont donné des résultats qui ne s'accordent pas grandement avec les résultats de la résistance à la compression (Fig. 6.5 et Fig. 6.6). De ce fait, on ne peut conclure de ces essais que la tendance des bétons à résister à des attaques externes et pour ce qui est de la résistance à la compression, les essais d'écrasements sont les plus fiables.

Cette non corrélation peut-être expliquée par le fait que la réaction pouzzolanique ne s'étant pas encore bien développée induit des résistances à la compression faibles mais une bonne perméabilité, car la PV finement broyée permet de réduire l'interconnexion des pores par l'effet filler. Pour le cas des grandes résistances, les parois des pores se sont probablement fissurées avec les grandes pressions appliquées durant les essais indiquant

ainsi que les CSH créés avec la réaction pouzzolaniques n'adhèrent pas fortement aux granulats causant, ainsi, le passage de l'air à travers cette interface.

Plusieurs travaux ont indiqué que la corrélation entre le coefficient de perméabilité au gaz et la résistance à la compression est intimement liée à l'âge des bétons expérimentés [Jaya et al., 2011]. Cet aspect est logique car il permettra dans le cas de bétons avec ajouts de donner plus de temps aux matériaux pouzzolaniques pour réagir et former des CSH à plusieurs couches de cristaux, qui donneront, par la suite, des résistances plus grandes et des perméabilités plus faibles faisant augmenter ainsi la corrélation entre les deux variables. De même, la faible corrélation entre la pénétrabilité à l'eau et la résistance à la compression a déjà été signalée par [Ali et Khan, 2020].

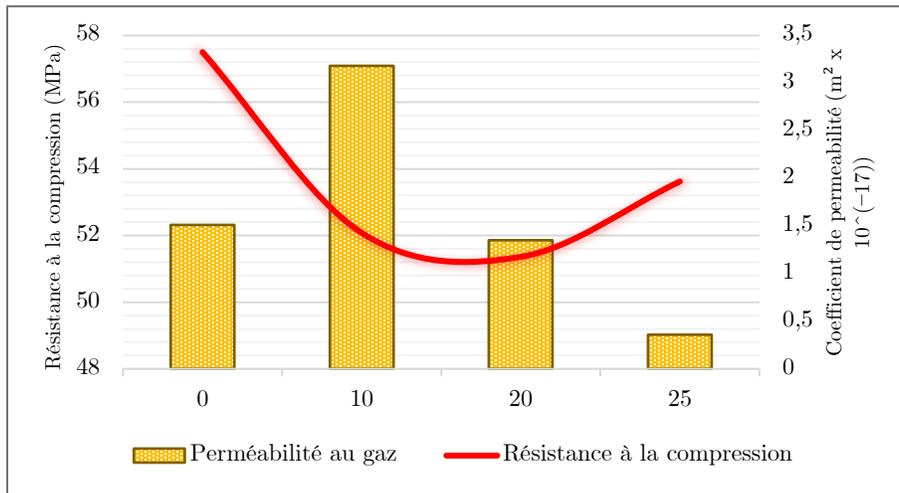


Fig. 6.5. Perméabilité au gaz et résistance à la compression des bétons

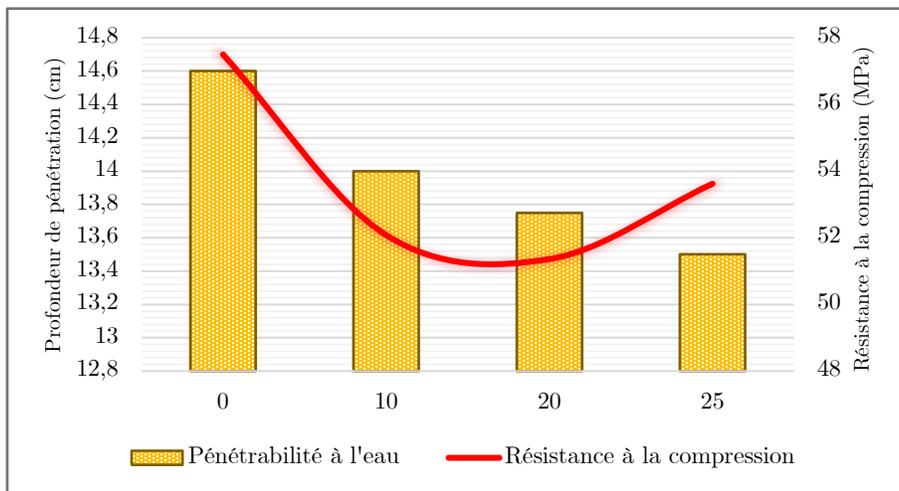


Fig. 6.6. Pénétrabilité à l'eau et résistance à la compression des bétons

6.7. Conclusion

L'analyse de corrélations des essais est une pratique qui a permis d'aboutir à de nouvelles conclusions ayant traité de l'apport de la poudre de verre finement broyée aux ciments et aux bétons qui n'étaient pas, forcément, facilement, perceptibles en interprétant les essais d'une manière standard. De plus, cette analyse a permis de montrer l'importance de chaque essai et sa précision dans la détermination de la grandeur pour laquelle il a été conçu.

Références

B.Kondraivendhan et B.Bhattacharjee Strength and w/c ratio relationship of cement based materials through pore features Author links open overlay Department of Civil Engineering, Indian Institute of Technology Delhi, New Delhi (2016), India <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2016.10.036>

Peter Taylor Ezgi Yurdakul Halil Ceylan F. Bektas, Development of Performance Properties of Ternary Mixtures and Concrete Pavement Mixture Design and Analysis (MDA): Effect of Paste Quality on Fresh and Hardened Properties of Ternary Mixtures July 2012

Pierre-Claude Aïtcin and Robert J Flatt: Science and Technology of Concrete Admixtures Book. 2016 Cover for Science and Technology of Concrete Admixtures Chapter 19 Accelerators.

Zeeshan Ali Fasih Ahmed Khan Experimental study on the behavior of waste marble powder as partial replacement of sand in concrete September 2020 <https://doi.org/10.1007/s42452-020-03349-y>

CHAPITRE 7

Analyse Récapitulative des Résultats

7.1. Introduction

Les résultats les plus remarquables des essais sont énumérés dans ce chapitre. Une étude comparative des différents ciments a été réalisée selon les essais où ils ont présenté les meilleures et les pires performances pour permettre de juger, d'une manière globale, l'effet de la poudre de verre sur les ciments anhydres, pâtes de ciment, mortiers et bétons.

7.2. Résultats généraux

- La poudre de verre fait développer des résistances à la flexion plus rapidement que des résistances à la compression due à la nucléation et croissance des CSH sur les particules de silicates créant ainsi des interactions interlamellaires résistantes à la traction.
- La pénétrabilité à l'eau et la perméabilité au gaz ont donné des résultats qui s'accordent à dire que le béton à 25% d'ajout est le moins perméable et donc le plus compacte et à la matrice la plus dense.
- A 28 jours, la résistance à la compression la plus grande est celle du béton témoin suivi immédiatement par le béton à 25% d'ajout. Il est estimé qu'à des âges avancés et s'appuyant sur l'allure des courbes (Fig. D.2. Résistance à la compression des bétons (MATLAB)) et sur le fait que la réaction pouzzolanique prend du temps pour donner des résultats plus que la réaction d'hydratation du clinker, que les bétons avec 25% et 20% d'ajout auront une résistance qui compète fortement voir qui dépasse la résistance à la compression des bétons témoins.
- Varier les teneurs de la poudre de verre en gardant le même affaissement des bétons induit un changement dans le rapport E/C des bétons. Cette variation induit des fluctuations dans la résistance des bétons. Cependant, avoir une bonne maniabilité et donc un meilleur affaissement du béton est nécessaire dans les constructions. De ce fait, l'utilisation de plus grandes teneurs en superplastifiants hauts réducteurs d'eau s'avère nécessaire.

7.3. Etude comparative des cinq ciments

D'après le tableau récapitulatif (Tab. 7.1), faisant apparaître au mieux les résultats les plus importants des essais, on peut synthétiser les résultats comme suit :

- Le CEMI (00PV) a montré les meilleures performances concernant les résistances des mortiers à jeunes âges en flexion et en compression, mais des résistances à âges avancés pas aussi grandes que celles qu'ont données les ciments à base de poudre de verre.

- Le CEMI (04PV) présente des points négatifs en termes de résistance à long terme, de stabilité et de chaleur libérée. En termes de durabilité, ce ciment n'est pas le meilleur et n'est pas le pire.
- Le CEMII (10PV) présente un bon retrait à l'air sur mortiers mais une mauvaise perméabilité au gaz et résistances à très jeune âge et à âges avancés car ce ciment développe rapidement une résistance à jeune âge puis elle augmente de façon moins rapidement.
- Le CEMII (20PV) présente les meilleures performances de résistance à long terme ; à partir de 28 jours pour la résistance à la flexion des mortiers et à partir de 56 jours pour la résistance à la compression des mortiers.
- Le CEMII (25PV) a les meilleurs résultats quant au refus, délai de prise, stabilité et chaleur d'hydratation libérée. De plus, il a induit les meilleurs résultats en termes de durabilité reflétée par les essais de perméabilité au gaz et de pénétrabilité à l'eau. Il est estimé aussi qu'à long terme ce béton présentera les meilleures résistances à la compression.

Tab. 7.1. Tableau récapitulative du point fort et point faible de chaque ciment selon les essais

Essai	CEMI (00PV)	CEMI (04PV)	CEMII (10PV)	CEMII (20PV)	CEMII (25PV)
Refus à 45µm					
Délai de prise					
Stabilité					
Calorimétrie semi-adiabatique					
RC mortier (02jrs)					
RC mortier (07jrs)					
RC mortier (28jrs)					
RC mortier (56jrs)					
RF mortier (02jrs)					
RF mortier (07jrs)					
RF mortier (28jrs)					
RF mortier (56jrs)					
Retrait à l'air					
Perte de masse					
RC Béton (07jrs)					
RC Béton (28jrs)					
Pénétrabilité à l'eau					
Perméabilité au gaz					

NB : Les détails de l'analyse récapitulative sont en annexe. (Tab. E.1)

	Point fort
	Point faible
	Point intermédiaire

7.4. Conclusion

Ce chapitre a mis en évidence, non seulement, l'apport de la poudre de verre sur les propriétés de résistance de durabilité, mais aussi les caractéristiques des ciments anhydres, des pâtes des ciments, des mortiers et des bétons. L'étude comparative des points forts et faibles des ciments a permis d'avoir de nouveaux résultats, en plus des conclusions tirées en analysant les résultats des essais expérimentaux, en plus de l'analyse de corrélations de ces derniers.

CONCLUSION GENERALE
ET RECOMMANDATIONS

Conclusions sur les ciments à base de poudre de verre finement broyée

- Que ce soit en termes de durabilité ou en termes de résistance, le présent mémoire a permis d'affirmer le grand potentiel des ciments à base de poudre de verre finement broyée.
- La poudre de verre finement broyée a grandement contribué à l'amélioration de la perméabilité des bétons au gaz et de leurs pénétrabilités à l'eau avec une amélioration maximale pour un taux de substitution de 25% reflétant ainsi l'impact de la poudre de verre sur la durabilité des bétons, car une meilleure perméabilité implique une meilleure résistance aux agressions externes.
- Les meilleures résistances à longs termes en compression et en flexion des mortiers ont été atteintes grâce au ciment à base de 20% de poudre de verre finement broyée. Cela n'a pas été le cas pour les résistances des bétons, sauf que les résistances des mortiers normalisés sont les plus fiables, car elles ne dépendent que du ciment lui-même.
- Cependant, l'ajout de poudre de verre à des quantités minimales (4% et 10%), présente certaines propriétés négatives. A 4% de substitution, les résistances à long termes sont minimales en flexion pour les mortiers et en compression pour les bétons.
- La méthode de Bogue pour l'estimation des teneurs des phases de ciments a donné des valeurs avec moins d'erreurs que celles de la méthode de Shim pour toutes les phases par rapport aux valeurs exactes données par l'analyse XRD. Cependant, la méthode de BOGUE a montré des erreurs relativement grandes sur les silicates lorsque leurs teneurs sont estimées séparément. On s'est aperçu qu'en calculant la somme des teneurs des deux silicates de calcium, l'erreur de l'estimation par la méthode de BOGUE s'est vue significativement diminuer passant en dessous de 1%.
- Tous les ciments confectionnés, en dépit des différences entre leurs stabilités, sont tous considérés stables. De ce fait, ils ne présenteront pas de gonflements excessifs lors de leurs expositions à de hautes températures.
- La poudre de verre a permis de réduire le taux de refus à 45 μ m grâce à sa grande finesse permettant ainsi d'avoir une meilleure réaction pouzzolanique.
- Le réel apport de la poudre de verre est visible principalement à partir de 56 jours en termes de résistance à la compression. Cependant, pour ce qui est de la résistance à la flexion et la réduction de la perméabilité et de la pénétrabilité, elles se font dès 28 jours de cure. De ce fait, viser de grandes résistances mécaniques et physiques à long termes est possible en utilisant de la poudre de verre, car elle présente d'intéressants facteurs de durabilité et de résistance tout en respectant l'écologie.

CONCLUSION GENERALE ET RECOMMANDATIONS

- La poudre de verre développe des résistances à la flexion plus rapidement que des résistances à la compression. Puisque tous les éléments de structure horizontaux sont soumis à la flexion, avoir une bonne résistance à la flexion est primordial particulièrement dans le cas de dalles ou de poutres de grandes dimensions.
- Jusqu'à 20% de substitution du clinker par de la poudre de verre finement broyée, le ciment est classé 52,5N tout comme le ciment témoin. En d'autres termes, réduire la quantité de clinker produite dans les cimenteries de 20% réduisant ainsi l'empreinte écologique du ciment, est tout à fait possible. Le CEMII (20PV) pourrait remplacer un ciment à prise normale développant d'importantes résistances mécaniques et physiques à longs termes.
- L'analyse de corrélations a permis d'apprécier l'effet que certaines propriétés des ciments confectionnés induisent sur d'autres paramètres notamment l'effet de la demande en eau des ciments sur leurs stabilités et l'effet du rapport E/C sur la résistance à la compression des bétons. Cette approche a permis d'avancer d'autres explications des phénomènes observés ; des explications qui, par une analyse directe des résultats vierges des essais, n'auraient pas pu être discernées.

Conseils Pratiques

- Le broyage de la poudre de verre doit se faire après nettoyage du broyeur manuellement (le cylindre, le bac de réception des matières broyées et les voies d'acheminement entre les deux), mais aussi en faisant broyer une petite quantité de la matière qui y sera introduite par la suite. Cette étape est primordiale pour éviter toute contamination du produit par des matériaux antérieurement broyés.
- La poudre de verre et les ciments doivent, de préférence, être respectivement issus d'un seul broyage afin d'obtenir des produits homogènes avec la même SSB et ne pas avoir à rebroyer les mêmes matières plusieurs fois afin d'obtenir les quantités nécessaires aux essais. Ceci est possible en calculant en amont les masses que requièrent les essais sur ciments anhydres, pâtes de ciment, mortiers et bétons.
- L'utilisation d'un même clinker pour tous les ciments est fortement recommandée car sa composition chimique varie selon plusieurs facteurs, dont les zones d'extraction des matières premières (calcaire et argile). De ce fait, il est préférable d'estimer la quantité nécessaire de clinker et de gypse avant le début du broyage pour éviter d'interférer l'effet de la variation de ces matériaux avec l'effet de l'ajout de la poudre de verre.

CONCLUSION GENERALE ET RECOMMANDATIONS

- Les éprouvettes de bétons et de mortiers doivent être, de préférence, préparées d'une manière régulière en termes d'intervalles de temps, pour pouvoir procéder aux essais d'écrasements et de durabilités tout en évitant toute situation inopinée.

Recherches Recommandées

- Propriétés des ciments à base de poudre de verre finement broyée à des teneurs dépassant les 25%.
- Utilisation de la poudre de verre finement broyée en tant que AAM (Alkali-Activated Material) en ajoutant un activateur alcalin, et en tant que géopolymère.
- Etudes détaillées de la rentabilité de la production de ciments à base de poudre de verre et de l'ampleur de son apport écologique.
- Evaluation plus précise de la vitesse de rotation du broyeur en fonction de la quantité de matière incorporée et de la masse des boulets et de leurs diamètres.
- Analyse de corrélations des résultats des travaux antérieurs sur la poudre de verre

Conclusion finale

Les nouveaux ciments à base de poudre de verre finement broyée ont montré des apports bénéfiques en résistance et en durabilité notamment à longs termes. Cette poudre peut être utilisée comme substituant au clinker à des teneurs relativement élevées dont l'optimal en termes de résistance est à 20% de substitution et en termes de durabilité à 25% de substitution. De plus, les ciments à base de poudre de verre sont plus performants pour des éléments de structure horizontaux en raison de leurs grandes résistances à la flexion.

Produire des ciments à base de poudre de verre finement broyée s'alignera parfaitement avec trois objectifs du développement durable tracés par les Nations Unis, à savoir :

- Établir des modes de consommation et de productions durables.
- Prendre d'urgence des mesures pour lutter contre les changements climatiques et leurs répercussions.
- Faire de telle sorte que les villes et les établissements humains soient ouverts à tous, sûrs, résilients et durables.

Enfin, en plus de son impact écologique et structurel, la valorisation de la poudre de verre, à l'instar des cendres volantes, permettra la création d'emploi pour la collecte du verre, son nettoyage et son broyage.

Références

Kou, S.C.; Xing, F. The effect of recycled glass powder and reject fly ash on the mechanical properties of fiber-reinforced ultralight performance concrete. *Adv. Mater. Sci. Eng.* 2012, 2012, 1–8.

Shim, S.-H.; Lee, T.-H.; Yang, S.-J.; Noor, N.B.M.; Kim, J.-H.-J. Calculation of Cement Composition Using a New Model Compared to the Bogue Model. *Materials* 2021, 14, 4663. <https://doi.org/10.3390/ma14164663>

BIBLIOGRAPHIE

BIBLIOGRAPHIE

Références Bibliographiques

Ablam Zidol - Durabilité en milieux agressifs des bétons incorporant la poudre de verre – Université de Sherbrooke (Canada) (2014). <http://hdl.handle.net/11143/5954>

Arnaud Cadix, Simon James, in Fluid Chemistry, Drilling and Completion Cementing additives, In book: Fluid Chemistry, Drilling and Completion (pp.187-254) 2022. DOI:10.1016/B978-0-12-822721-3.00008-3

P. Manikandan et V. Vasugi - A Critical Review of Waste Glass Powder as an Aluminosilicate Source Material for Sustainable Geopolymer Concrete Production School of Civil Engineering, Vellore Institute of Technology, Chennai Campus, Tamil Nadu, 600127, India (2021)

Rachida IDIR - Mecanismes d'action des fines et des granulats de verre sur la réaction alcali-silice et la réaction pouzzolanique (2009)

ANNEXES

ANNEXES

Annexe A : Composition des ciments selon leur catégorie

EN 197-1:2000

Table 1- The 27 products in the family of common cements

Main types	Notation of the 27 products (types of common cement)		Composition [proportion by mass ¹⁾]										Minor additional constituents
			Main constituents										
			Clinker K	Blastfurnace slag S	Silica fume D ²⁾	Pozzolana natural		Fly ash		Burnt shale T	Limestone*		
natural P	calcined Q	siliceous V				calcareous W	L	LL					
CEM I	Portland cement	CEM I	95-100	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0-5
CEM II	Portland-slag cement	CEM II/A-S	80-94	6-20	-	-	-	-	-	-	-	-	0-5
		CEM II/B-S	65-79	21-35	-	-	-	-	-	-	-	-	0-5
	Portland-silica fume cement	CEM II/A-D	90-94	-	6-10	-	-	-	-	-	-	-	0-5
	Portland-pozzolana cement	CEM II/A-P	80-94	-	-	6-20	-	-	-	-	-	-	0-5
		CEM II/B-P	65-79	-	-	21-35	-	-	-	-	-	-	0-5
		CEM II/A-Q	80-94	-	-	-	6-20	-	-	-	-	-	0-5
		CEM II/B-Q	65-79	-	-	-	21-35	-	-	-	-	-	0-5
	Portland-fly ash cement	CEM II/A-V	80-94	-	-	-	-	6-20	-	-	-	-	0-5
		CEM II/B-V	65-79	-	-	-	-	21-35	-	-	-	-	0-5
		CEM II/A-W	80-94	-	-	-	-	-	6-20	-	-	-	0-5
		CEM II/B-W	65-79	-	-	-	-	-	21-35	-	-	-	0-5
	Portland-burnt shale cement	CEM II/A-T	80-94	-	-	-	-	-	-	6-20	-	-	0-5
		CEM II/B-T	65-79	-	-	-	-	-	-	21-35	-	-	0-5
	Portland-limestone cement	CEM II/A-L	80-94	-	-	-	-	-	-	-	6-20	-	0-5
		CEM II/B-L	65-79	-	-	-	-	-	-	-	21-35	-	0-5
		CEM II/A-LL	80-94	-	-	-	-	-	-	-	-	6-20	0-5
		CEM II/B-LL	65-79	-	-	-	-	-	-	-	-	21-35	0-5
	Portland-composite cement ³⁾	CEM II/A-M	80-94	<----- 6-20 ----->									0-5
CEM II/B-M		65-79	<----- 21-35 ----->									0-5	
CEM III	Blastfurnace cement	CEM III/A	35-64	36-65	-	-	-	-	-	-	-	-	0-5
		CEM III/B	20-34	66-80	-	-	-	-	-	-	-	-	0-5
		CEM III/C	5-19	81-95	-	-	-	-	-	-	-	-	0-5
CEM IV	Pozzolanic cement ³⁾	CEM IV/A	65-89	-	<----- 11-35 ----->				-	-	-	0-5	
		CEM IV/B	45-64	-	<----- 36-55 ----->				-	-	-	0-5	
CEM V	Composite cement ³⁾	CEM V/A	40-64	18-30	-	<----- 18-30 ----->		-	-	-	-	0-5	
		CEM V/B	20-38	31-50	-	<----- 31-50 ----->		-	-	-	-	0-5	

1) The values in the table refer to the sum of the main and minor additional constituents. 2) The proportion of silica fume is limited to 10%.
 3) In Portland-composite cements CEM II/A-M and CEM II/B-M, in Pozzolanic cements CEM IV/A and CEM IV/B and in Composite cements CEM V/A and CEM V/B the main constituents besides clinker shall be declared by designation of the cement.
 * L : total organic carbon (TOC) shall not exceed 0.5% by mass; LL: TOC shall not exceed 0.20% by mass.

Fig. A.1. Classe des ciments en fonction de leurs compositions

Annexe B : Courbes Granulométriques

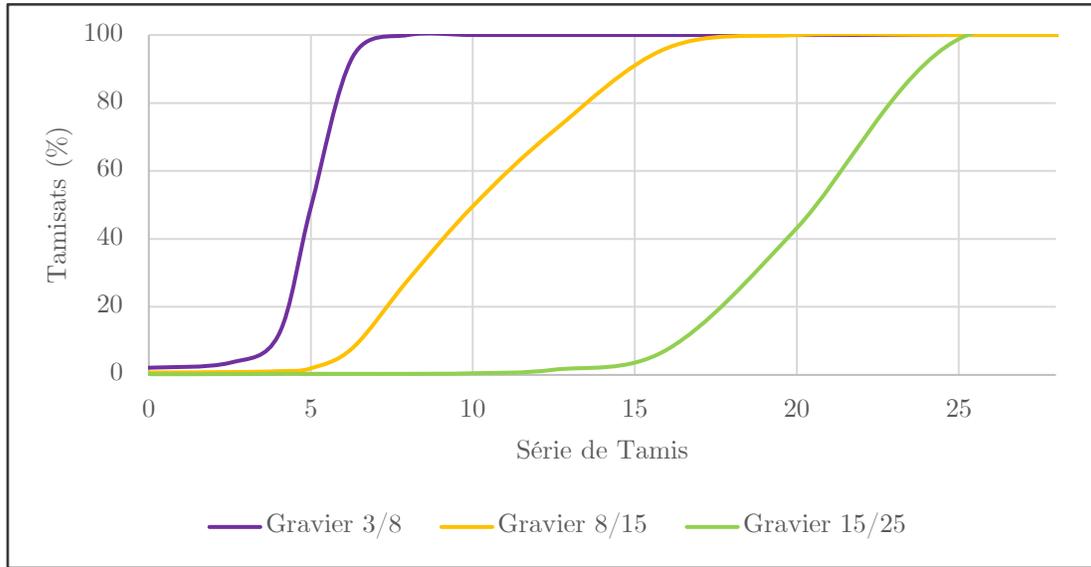


Fig. B.1. Courbes granulométriques des graviers

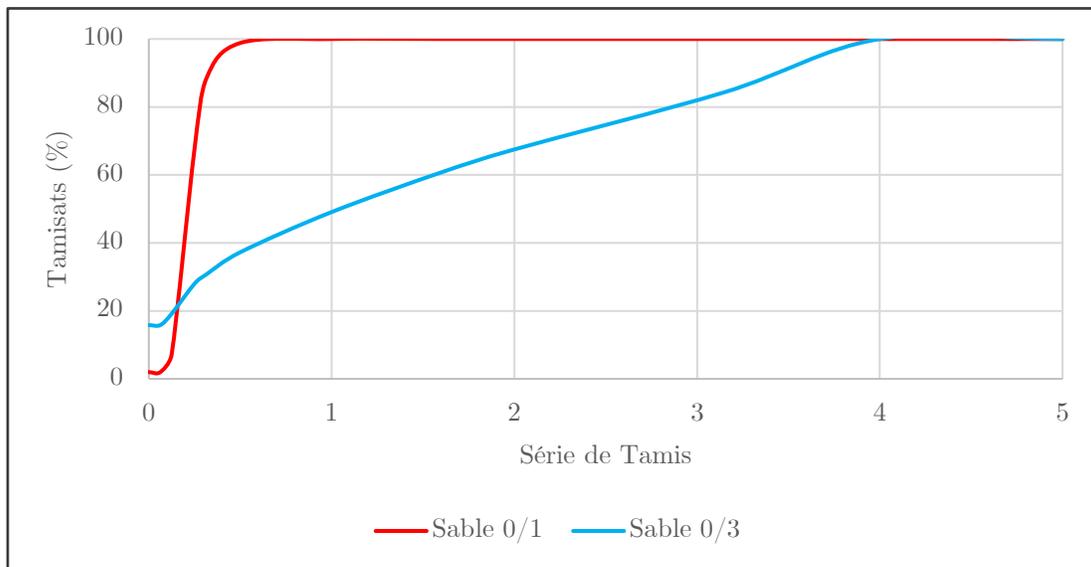


Fig. B.2. Courbes granulométriques des sables

Annexe C : Mortiers normalisés et essai de perméabilité au gaz

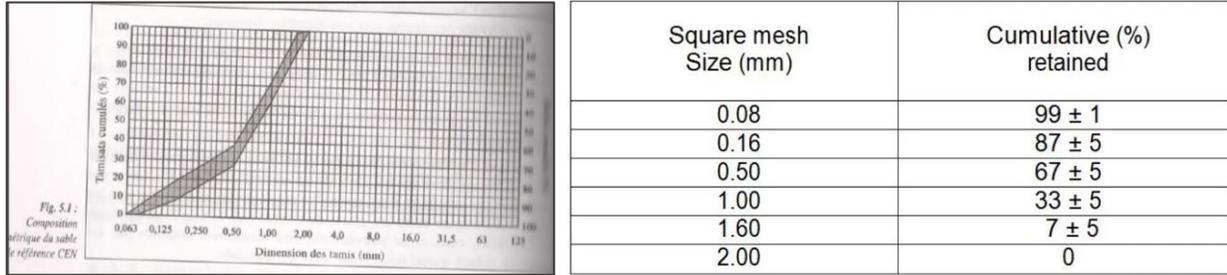


Fig. C.1. Spécifications granulométriques des mortiers normalisés

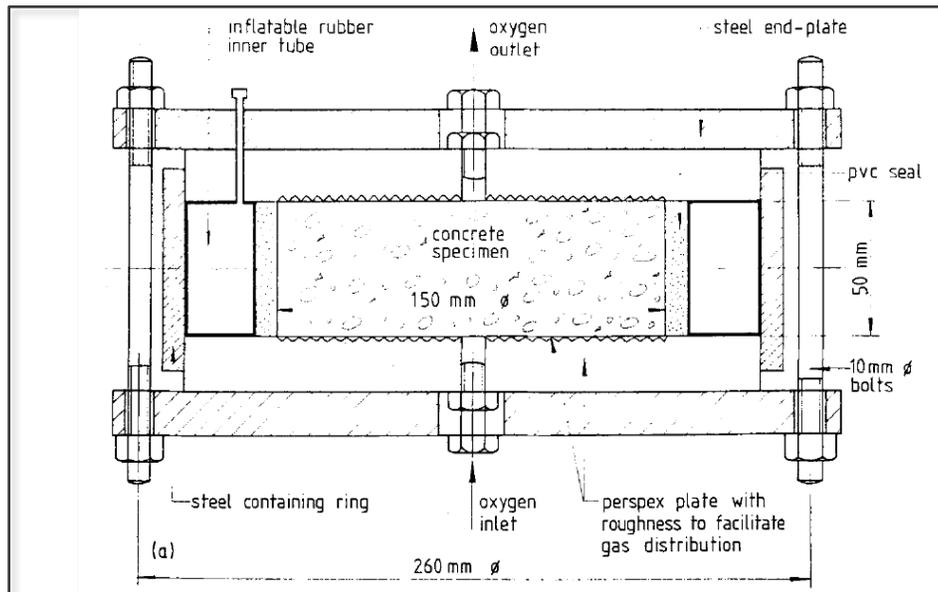


Fig. C.2. Chambre du dispositif de la perméabilité au gaz [Kollek, 1989]

Annexe D : Courbes de résultats complémentaires

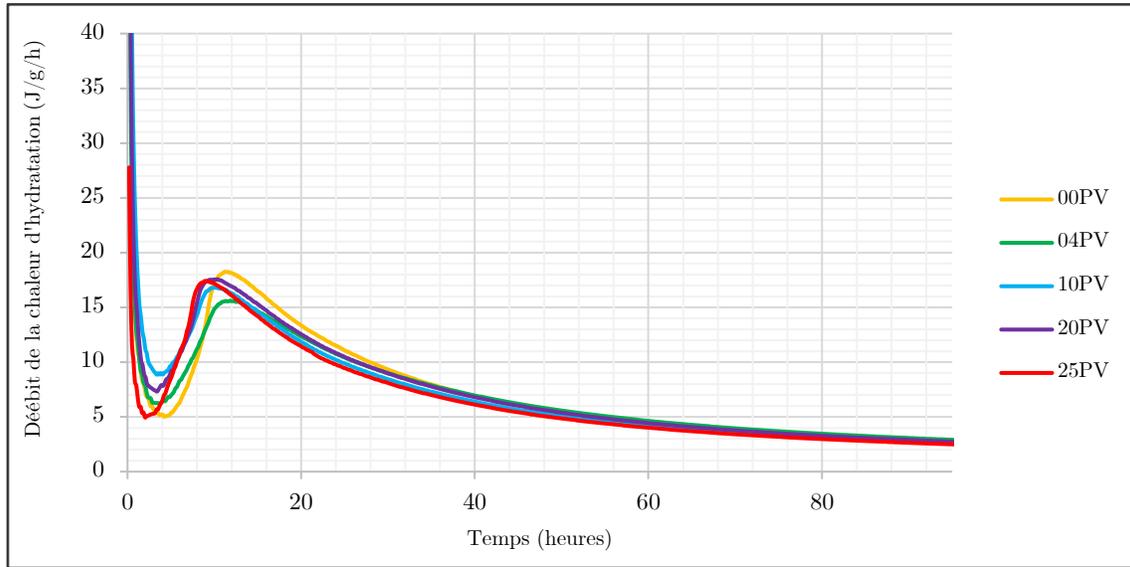


Fig. D.1. Courbe complète du débit de la chaleur d'hydratation des ciments

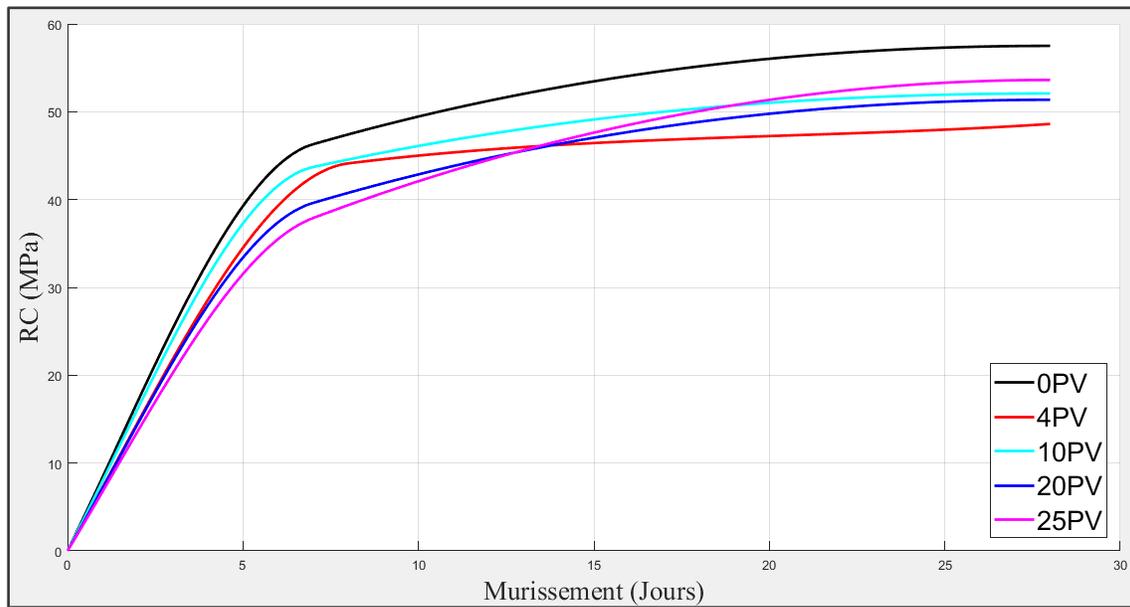


Fig. D.2. Résistance à la compression des bétons (MATLAB)

ANNEXES

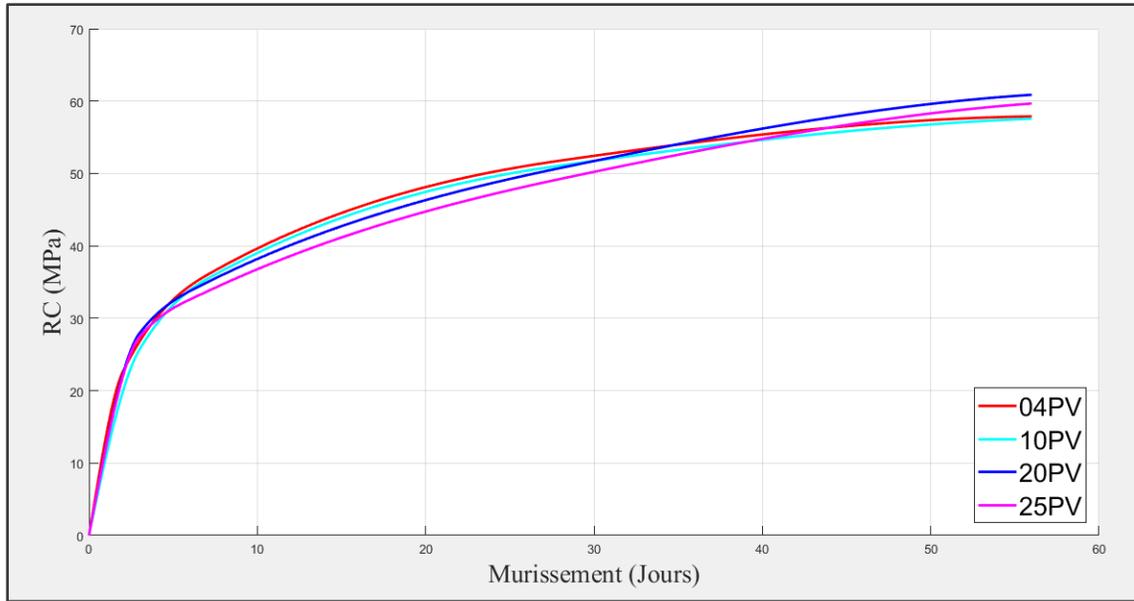


Fig. D.3. Résistance à la compression des mortiers (MATLAB)

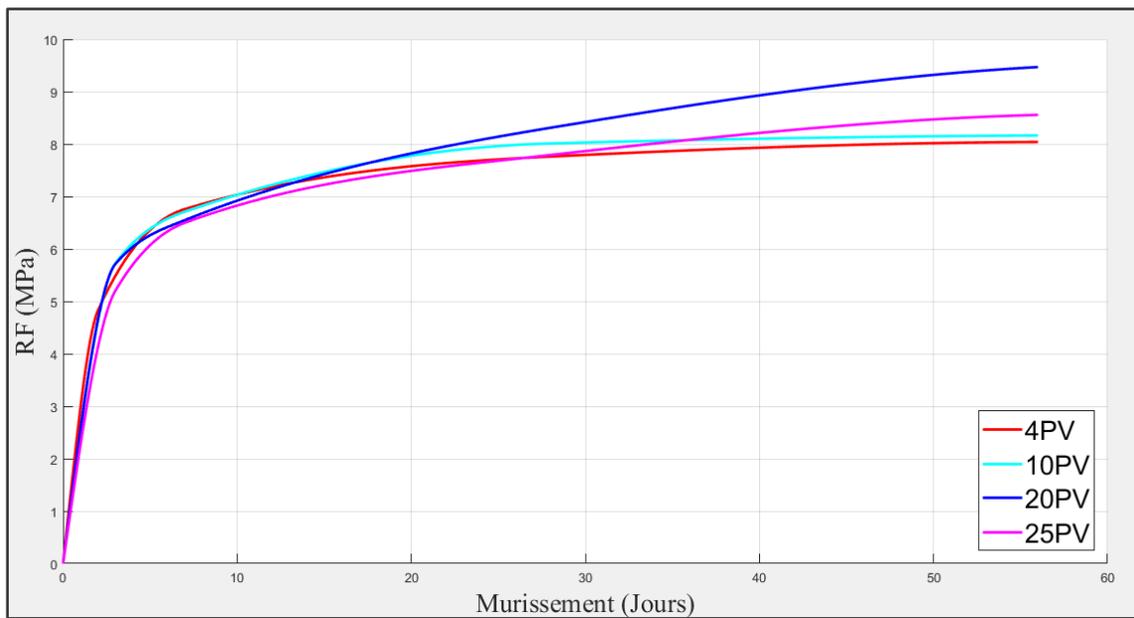


Fig. D.4. Résistance à la flexion des mortiers (MATLAB)

ANNEXES

Tab. D.2. Résistances à la compression des mortiers

Teneur en PV (%)	2 jours (MPa)	7 jours (MPa)	28 jours (MPa)
0	23,57	38,13	52
4	22,55	35,96	51,78
10	19,77	35,41	51,1
20	22,11	34,94	50,76
25	21,84	33,68	49,25

Annexe E : Récapitulatif détaillé

Tab. E.1. Récapitulatif détaillé des points forts et faibles des ciments

Essai	Ciment présentant les meilleures performances	Ciment présentant les pires performances
Refus à 45µm (%)	CEMII (25PV)	CEMI (00PV)
	13,00	20,84
Délai de prise (min)	CEMI (00PV)	CEMII (25PV)
	33	48
Stabilité (mm)	CEMII (25PV)	CEMII (04PV)
	0,600	1,945
Calorimétrie semi-adiabatique (J/g)	CEMII (25PV)	CEMII (04PV)
	237	277
RC mortier (2jours) (MPa)	CEMI (00PV)	CEMI (10PV)
	23,57	19,77
RC mortier (7jours) (MPa)	CEMI (00PV)	CEMI (25PV)
	38,13	33,68
RC mortier (28jours) (MPa)	CEMI (00PV)	CEMI (25PV)
	52,00	49,25
RC mortier (56jours) (MPa)	CEMI (20PV)	CEMI (10PV)
	61,13	57,57
RF mortier (2jours) (MPa)	CEMI (00PV)	CEMI (25PV)
	5,55	4,12
RF mortier (7jours) (MPa)	CEMI (00PV)	CEMI (25PV)
	7,24	6,50
RF mortier (28jours) (MPa)	CEMI (20PV)	CEMI (00PV)
	8,31	7,47
RF mortier (56jours) (MPa)	CEMI (20PV)	CEMI (04PV)
	9,50	8,04
Retrait à l'air (mm)	CEMI (10PV)	CEMI (00PV)
	-0,089	-0,125
Perte de masse (g)	CEMI (00PV)	CEMI (25PV)
	-19,4	-23,5
RC Béton (7jours) (MPa)	CEMI (00PV)	CEMI (25PV)
	46,3	37,9
RC Béton (28jours) (MPa)	CEMI (00PV)	CEMI (04PV)
	57,5	48,61
Pénétrabilité à l'eau (cm)	CEMI (25PV)	CEMI (00PV)
	13,5	14,6
Coefficient de perméabilité au gaz ($m^2 \times 10^{-17}$)	CEMI (25PV)	CEMI (10PV)
	0,36	3,18

NB : un retardement de prise est pris comme un avantage.