

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université Abderrahmane Mira-Bejaia
Faculté de Technologie
Département de Génie Civil



Mémoire de fin d'études

En vue d'obtention d'un diplôme de Master en Génie Civil
Option: Structures

Thème :

**Effet de l'activation chimique et thermique sur la réactivité d'une
pouzzolane naturelle**

Réalisé par:

M^r. Baloul Massyl
M^r. Bellil Ahmed

Encadré par:

M^{me} MEZIANI. M

Soutenu Publiquement le: 04/07/2019.

Devant le jury:

M^r. Chellouah.
M^r. Saadaoui.





†.ΙΓΞΗ†

Ilmend n tsalet-iw n master 2 ad farsey tagnitt akken ad arrey tajmilt i yaya ad fell-as yeefu yerhem i yemmuten aseggas-a , teğga-d ilem deg ulawen-nney ,nhulfa s leyyab-is atas imi ezizet fell-aney, tura qqimen-d ismektiyen deg wallay akk d tirga n wudan i d-yettarran rriha-s d tedşa-s, lxater-is wessien am lebher ,leeqel d temsirin-is icudden yer tudert i yemmalen abrid n tafat deg tzegwa n tlam. Tselmed-ay amezruy akk d tjaddit,yur-s i nelmed taqbaylit ,teğga-ay-d agerruj d amuqqran sgunfu di talwit a yaya amdiq-im deg ljenet.

Θ.ΗΨ Γ.ΘΞΗ

Dédicace

Je dédie ce travail :

À ma chère mère,

À mon cher père,

Qui n'ont jamais cessé, de formuler des prières à mon égard, de me soutenir et de m'épauler pour que je puisse atteindre mes objectifs.

À mes frères Bilal et Rayane, ma sœur Celina

En témoignage de la fraternité, avec mes souhaits de bonheur, de santé et de succès.

À ma chère Amel

Pour son soutien indéfectible et sa patience infinie.

À mes camarades de lutte

Pour leur courage, sincérité, engagement et détermination.

Aux acteurs du 19 mai 1981.

À tous ceux que j'aime et ceux qui m'aiment.

B.MASSYL

Sommaire

I. Synthèse bibliographiques

I.1.Introduction :	1
I.2.Historique :	1
I.3. Définition d'une pouzzolane :	2
I.3.1. Définition chimique :	2
I.3.2. Définition cinétique :	2
I.3.3. Définition structurelle :	3
I.4. Classification pouzzolanique :	3
I.5. Réaction pouzzolanique et mécanisme de la réaction :	4
I.5.1. Produit de la réaction pouzzolanique :	6
I.6.Essai de la pouzzolanité et facteurs influençant :	6
I.7. Optimisation de la pouzzolanité :	7
I.7.1.Activation thermique :	8
I.7.2. Activation mécanique :	8
I.7.3. Activation chimique :	9
I.8. Essais de prédiction de la réactivité pouzzolanique :	10

II.matériels et méthodes.

II.1. Introduction	17
II.2. Caractérisation des matériaux utilisés	17
II.2.1 La chaux éteinte ($\text{Ca}(\text{OH})_2$)	17
II.2.2 La pouzzolane	18
II.2.2.1. Situation géographique et administrative du gisement pouzzolanique.....	19

II.2.2.2 Aperçu structural et lithologique du gisement	19
II.2.2.3 Propriétés de la pouzzolane	20
II.3. Préparation de la pouzzolane	22
II.3.1. Concassage	22
II.3.2. Etuvage	23
II.3.3. Broyage	23
II.3.4. Tamisage	24
II.4. Confection et conservation des pâtes	24
II.4.1. Quantité d'eau nécessaire pour une consistance normalisée	24
II.4.1.1. Principe de l'essai	24
II.4.1.2. Matériels utilisés	24
II.4.1.3. Mode opératoire	24
II.4.2. Activation chimique	26
II.4.3. Préparation des corps d'épreuve	26
II.4.4. Procédure du malaxage	27
II.4.5. Moulage et conservation des pâtes	27
II.5. Procédures expérimentales.....	28
II.5.1. Mesure du temps de prise	28
II.5.1.1. Objectif de l'essai	28
II.5.1.2. Principe de l'essai	28

II.5.1.3. Mode opératoire	28
II.5.2. Prédiction de la réaction pouzzolanique par l'essai Chapelle	30
II.5.2.1. Objectif de l'essai	30
II.5.2.2. Matériels utilisés	30
II.5.2.3. Préparation de la solution	30
II.5.2.4. Filtration et titration du produit	31
II.6. Analyse par spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)	33
II.6.1. Objectif de l'analyse	34
II.6.2. Principe de l'analyse	34
II.6.3. Matériels utilisés	34
II.6.4 mode opératoire	35
II.7. Résistance à la compression	35
III. Résultats et discussions	
III.1. Introduction.....	36
III.2. Demande en eau.....	36
III.3. Essai de prise	36
III.3.1 Essai de prise sous activation thermique	36
III.3.2 Essai de prise sous activation chimique.....	37
III.3.3 Essai de prise sous combinaison chimique et thermique	38
III.4. Essai de Chapelle	41
III.4.1. Volume de HCl ajouté	41

III.4.2. Quantité de chaux réagie et non-réagie	41
III.5. Analyse par spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (IFTR)	43
III.5.1 Dénomination des échantillons utilisés	43
III.6. Résistance à la compression	46
III.6.1 Résistance à la compression sous activation thermique	46
III.6.2. Résistance à la compression sous activation chimique	47
III.6.3. Résistance à la compression sous combinaison chimique et thermique	48

Liste des figures

Figure I.1 : Colisium de Rome. Italie (google)	2
Figure I.2 : Ville d'Athènes. Grèce (google)	2
Figure II.1 : Diffractogramme de la chaux éteinte (Ca(OH)_2)	17
Figure II.2 : Spectre infrarouge de la chaux éteinte (Ca(OH)_2)	18
Figure II.3 : la pouzzolane utilisée dans les essais en état brute	19
Figure II.4 : Localisation du gisement de tuf de Tinebder via Google EARTH	19
Figure II.5 : Vue du gisement du Nord vers le Sud montrant l'ensemble tuf reposant sur l'argile, sous forme de monoclinale d'inclinaison générale vers le Nord-Ouest	20
Figure II.6 Diagramme de diffraction des rayons X de la pouzzolane 1 : mordenite ; 2 : heulandite ; 3 : albite ; 4 : sanidine ; 5 : muscovite. [article mt70058]	21
Figure II.7 : Morphologie de la poudre de pouzzolane sous microscope électronique à balayage [article mt70058]	21
Figure II.8 : Spectre infrarouge de la pouzzolane	22
Figure II.9 : la pouzzolane après un concassage manuel	22
Figure II.10 : séchage de la pouzzolane concassée	23
Figure II.11 : broyeur utilisé et matériau obtenu après broyage	23
Figure II.12 : mesure de la consistance normalisée par l'appareil VICAT	25
Figure II.13 : Les activateurs chimiques utilisés sous forme de poudre	26
Figure II.14 : malaxeur électrique	27
Figure II.15 : Moules remplis de pâtes	28
Figure II.16 : schéma explicatif de l'essai début et fin de prise	29
Figure II.17 : Essai de prise sous température	29
Figure II.18 : Bouteille en polyéthylène contenant une solution dans un bain marie	31
Figure II.19 : Système de filtration avec l'appareillage utilisé	31
Figure II.20 : Solution basique en présence du phénophtaléine	32

Figure II.21: Solution titré de couleur transparente	32
Figure II.22 : Appareil d'IRTF de l'université de Bejaia	34
Figure II.23 : Presse de compression à béton avec mécanisme spécial pour échantillons cubique 40*40*40mm ³	35
Figure III.1 : spectres IRTF des échantillons témoins à plusieurs températures de cure.	43
Figure III.2 : spectres IRTF des échantillons à plusieurs activations chimiques.	44
Figure III.3 : spectres IRTF des échantillons à activations combinées à 40°C.	45
Figure III.4 : spectres IRTF des échantillons à activations combinées à 80°C.	46
Figure III.5 : Résistance à la compression sous l'effet d'activation thermique	47
Figure III.6. Résistance à la compression des échantillons activés chimiquement.	48
Figure III.7. Résistance à la compression sous l'effet de combinaison.	49

Liste des tableaux

Tableau II.1. Composition chimique de la pouzzolane (% massique). [article mt70058]	20
Tableau II. 2 : Procédure de malaxage	25
Tableau III.1 : Résultats de l'essai de prise sous activation thermique seulement	36
Tableau III.2 : Résultats de l'essai de prise sous activation chimique seulement.	37
Tableau III.3 : Résultats de la combinaison thermique et chimique sur le temps de prise. ..	38
Tableau III.4 : Volume de HCl ajouté pour atteindre le point d'inflexion.	40
Tableau III.5 : Activateur et dosage chaux réagie et non-réagie	41
Tableau III.6 : Dénomination des échantillons utilisés pour IFTR	42

Liste des abréviations

- CDS : credit default swaps (banque américaine)
- Fig : Figure .
- SiO₂ : Silice .
- Al₂O₃ : Alumine .
- C3S (C3A. SiO₂) : Silicate tricalcique.
- C2S : Silicate bicalcique .
- CaO : la chaux vive .
- Ca(OH)₂ : la chaux (l'hydroxyde de calcium).
- CSH : Silicate de calcium hydraté.
- CAH : Aluminate de calcium hydraté.
- C₂ASH₈ : Gehlenite hydratée.
- NaOH : la soude.
- NaCl : le sel.
- Na₂SO₄.2H₂O : le Gypse.
- Na_n[Al₂Si₁₀O₂₄].7H₂O : La **mordénite**.
- CaCl₂ : chlorure de calcium.
- MPa : Unité de mesure des contraintes en méga pascal.
- R_c : La résistance à la compression.
- HCl : L'acide chlorhydrique.
- N : newton.
- Fc : La force de compression.
- DRX : Analyse par diffraction des rayons X.
- IRTF : (Infrared fourier transform), transformée de Fourier infrarouge.
- e : L'enfoncement de l'aiguille ou la sonde de Vicat.
- E/L : Le rapport Eau/Liant.
- *Supra* : ci-dessus.
- *C.f* : se référer à.

Introduction générale

Introduction

Le génie-civil figure parmi les secteurs vitaux de l'emploi au monde. L'Algérie n'en fait pas exception. Face à la chute dramatique des recettes des hydrocarbures découlant de la crise économique mondiale qui court depuis l'automne 2008, il était apparu urgent de suppléer au secteur pétrolier par d'autres sources de recettes, provenant de l'économie des services notamment et d'autres secteurs industriels, tel que celui de la construction immobilière. Il est affirmé comme pilier de l'économie nationale, non seulement en notre pays mais partout dans le monde, ce n'est pas sans raison que l'on dit « *quand l'immobilier va bien, tout va bien.* ». Il est communément perçu comme un atout économique censé délivrer le pays de la dépendance vis-à-vis de la rente pétrolière et gazière qui est à hauteur de 98 % dans le budget du pays[55].

L'année 2008 a été un tournant historique mondial. Une crise financière inédite éclata à l'automne, connue sous l'appellation de crise des « *subprimes* » ou encore des « *Credit default swaps (CDS)* » ou crédits hypothécaires, elle prit l'étincelle justement dans le secteur immobilier américain avant de s'étendre à l'Europe et au reste du monde. Une des grandes banques du secteur, Lehmann Brothers fit une faillite retentissante qui personnifia presque la crise qui continue de ramper ce jour. La surproduction immobilière qui avait prévalu aux décennies précédentes a servi de point d'impact à la crise. La crise financière s'accompagne toujours du reflux général de l'économie, la baisse des cours des hydrocarbures en est le point névralgique majeur. Les cours des hydrocarbures entamant leur dépression iront toujours en baissant de plus en plus pour toucher des seuils critiques à l'horizon 2014, affectant par cela même toute l'économie mondiale. En Algérie, ses effets se sont matérialisés par la stagnation du secteur immobilier.

Le contexte de la crise, avec l'effondrement des recettes issues des hydrocarbures fit apparaître le caractère onéreux de la fabrication du ciment en Algérie, qui passe par l'importation du clinker, essentiel à la fabrication du ciment. Selon les chiffres du ministère de l'Industrie, ce sont ainsi 59,51 millions de dollars américains de dépensés, entre 2015 et 2016, pour nous approvisionner de ce matériau précieux sustentant la construction immobilière en plein essor. Chiffres vertigineux, on comprend les suites de leur impact sur les affaires économiques du pays. S'il n'était pratiquement pas le seul, le ciment est le plus couramment utilisé dans la construction. Les écologistes le qualifient de potentiel « *hypothéquant l'environnement* » tant il est gourmand en énergie et produit une quantité excessive de dioxyde de carbone. Une tonne de ciment fabriquée émet environ une tonne de gaz carbonique. Lors de la combustion des hydrocarbures, l'émission du CO₂ provient principalement de la décarbonatation du car-

bonate de calcium (CaCO_3) contenu dans la matière première ainsi que d'autres gaz toxiques NO_x (groupe de gaz hautement réactifs, tous contenant de l'azote et de l'oxygène à des quantités différentes) et du SO_x (composé de soufre et d'oxygène comprenant gaz d'acide sulfurique et dioxyde de soufre) aggravant l'effet de serre et contribuant au réchauffement climatique (augmentation de la température moyenne de la planète).

Maintes tentatives se firent ainsi jour pour surmonter la crise et entreprendre la mise au point d'autres matériaux de substitution au ciment qui soient à la fois économiques, écologiques et réellement adaptés aux besoins auxquelles ils sont destinés. Quelques spécialistes envisagèrent de fabriquer un ciment de haute performance, à coûts compétitifs et non dépréciatif de l'environnement. Leur choix s'orienta sur les ciments à base de pouzzolanes naturelles, déjà utilisés dans l'Antiquité, connues pour leur caractéristique réactionnaire, la « *réactivité pouzzolanique* ». Leur réactivité pourrait, en effet, être optimisée par diverses méthodes, mécanique, thermique et chimique. Elles consolident leur résistance mécanique et l'activité chimique de la silice et de l'alumine contenues dans ces matériaux.

Notre étude traite de l'influence de l'activation chimique et thermique sur la réactivité pouzzolanique. Elle aborde également l'effet de ces activations sur les paramètres physico-chimiques de la pouzzolane naturelle.

Notre travail est réparti sur trois parties. La première, recherche d'ordre bibliographique, passe en revue les généralités sur les pouzzolanes, leurs caractéristiques ainsi que les méthodes d'activation, résumant succinctement quelques travaux réalisés sur ce type de matériau. Le deuxième chapitre est une tentative d'explication de la partie pratique de notre travail, à savoir la préparation des matériaux, des pâtes et les différents essais réalisés. Le troisième chapitre reprend les résultats et les interprétations en termes d'effets de l'activation chimique et thermique sur les caractéristiques physico-chimiques des matériaux analysés.

Reprenons la maxime célèbre de Lavoisier : « *Rien ne se perd, rien ne se crée, tout se transforme.* »

Chapitre I

Synthèse bibliographique

I.1. Introduction

Les matériaux à caractère pouzzolanique sont généralement utilisés en mélange avec les liants aériens et hydrauliques, dans le but d'améliorer certaines caractéristiques des mortiers et bétons [50].

Les propriétés des matériaux pouzzolaniques sont de nos jours bien connues ; nous pensons toutefois qu'il est utile de les rappeler dans ce premier chapitre. En effet, nous avons pu constater que l'usage fait de ces matériaux est parfois peu rationnel. Par exemple, on additionne aux chaux et aux ciments de petites quantités de matériaux pouzzolaniques alors que seuls des ajouts très importants permettent d'exploiter au mieux leurs propriétés et leur utilisation cela a été prouvé à travers des travaux de recherches menés par des spécialistes en la matière.

Après un bref historique, nous décrivons la pouzzolane dans son ensemble, ses classifications et sa réactivité. Cette dernière forme une partie très importante dans notre travail, c'est pour cela que nous jugeons utile de la définir et d'explorer l'ensemble des méthodes permettant l'optimisation de la réactivité en question.

I.2.Historique

Les Grecs et les Romains avaient remarqué que les matériaux de certains dépôts volcaniques, lorsqu'ils sont moulus et mélangés avec de la chaux, donnent un mortier avec des caractéristiques de résistance très satisfaisantes non seulement ça, mais aussi ces mortiers présentent également une bonne tenue à l'action de l'eau douce et salée

Les Grecs utilisaient le tuf volcanique de Santorin dans leurs travaux de construction, qui véhicule encore aujourd'hui, une grande réputation dans les pays méditerranéens. Quant aux Romains, ils employaient le tuf volcanique rouge que l'on retrouve en différents points de la baie de Naples. La meilleure variété de ces matériaux provenait des environs de Pozzuoli, dont la nomination de « pouzzolane » est inspirée et donnée à tout matériau possédant des propriétés analogues.

La majorité des œuvres réalisées par les Grecs et les Romains (fig 1 et fig2), ont résisté aux contraintes géologiques et climatiques de la nature. Demeurent aujourd'hui comme des sites à empreinte historique et monumentale d'une civilisation humaine millénaire.



Fig 1 : Colisium de Rome. Italie.



Fig 2 : ville d'Athènes. Grèce.

I.3. Définition d'une pouzzolane

Une pouzzolane peut être définie selon plusieurs propriétés dont nous avons retenus différentes définitions comme suit :

I.3.1. Définition chimique

Une pouzzolane est un matériau, naturel ou artificiel, capable de réagir en présence d'eau avec l'hydroxyde de chaux pour donner naissance à des composés nouveaux, stables, peu solubles dans l'eau et possédant des propriétés liantes [1]. Cette définition qualifie la pouzzolane à partir de sa réactivité chimique par rapport à l'hydroxyde de calcium.

I.3.2. Définition cinétique

Selon la norme (norme ASTM C 618) la pouzzolane est un matériau siliceux ou silico-alumineux, qui contient de 60 à 85% de silice (SiO_2) et d'alumine (Al_2O_3) qui ne possède par lui-même aucune ou à peu près aucune vertu liante mais qui, sous forme de poudre et en présence d'humidité, réagit chimiquement avec l'hydroxyde de calcium (portlandite) solubilisé à des températures ordinaires pour former des composés possédant des propriétés liantes.

La spécificité de cette définition est que l'un des réactifs de la réaction pouzzolanique, la portlandite, est aussi l'un des produits de la réaction d'hydratation du ciment. Le milieu réactionnel est le siège d'une cinétique chimique entre deux réactions dont l'une (la réaction pouzzolanique) est en partie dépendante de l'autre (l'hydratation du ciment).

I.3.3. Définition structurale

Une pouzzolane est un matériau siliceux, alumineux ou ferrugineux n'ayant aucune propriété liante en lui même, mais qui sous certains états de cristallinité et de structure, peut réagir en présence de chaux et d'eau à température et pression normale pour donner un liant.[2].

Cette définition impose des conditions sur la structure et la composition chimique du matériau et nous conduit naturellement vers l'étude du caractère pouzzolanique des parties prenantes de la réaction chimique.

En générale, le terme pouzzolane dérive de Pouzzoles, nom d'une ville italienne de la région de Naples. Il y désigne un matériau volcanique cendreux de composition trachytique, de couleur claire et friable, utilisé pour la fabrication de mortier et de ciment qui provient essentiellement d'éruption volcaniques scoriacées refroidit au cours de leur parcours aérien. Définit comme étant une roche pyroclastique « roche brisée par le feu », meuble et peu dense et s'inscrit dans la catégorie des granulats ou agglomérats légers [3,4].

Nous retiendrons cette dernière définition dans la présente fiche pour la suite de notre travail.

I.4. Classification des pouzzolanes

Les pouzzolanes sont classées suivant [31] :

✓ Leur activité

On distingue trois groupes de pouzzolanes,

- ❖ Pouzzolane hautement activée : Fumée de silice.
- ❖ Pouzzolane moyennement activée :
 - Cendres volantes pauvres en calcium (cendre volante siliceuse).
 - Pouzzolanes naturelles telles que : verres volcaniques, tufs volcanique, trasse et terre à diatomées.
- ❖ Pouzzolanes faiblement activée : scories cristallines.

✓ Leur nature

On distingue trois groupes de pouzzolanes.

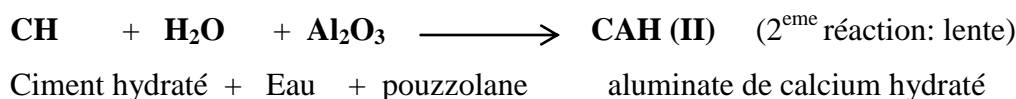
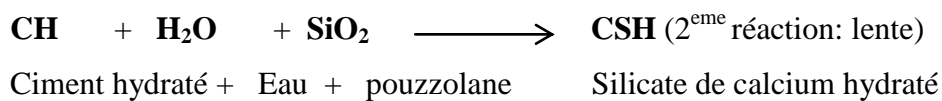
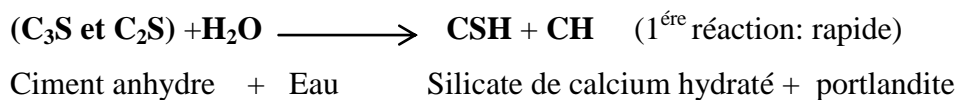
- ❖ Pouzzolanes naturelles d'origine volcanique : Essentiellement composées de silice, d'alumine et de ferrite, ayant naturellement des propriétés pouzzolaniques. (Ex : verres volcaniques, pierres ponce, tufs volcaniques, zéolite, trass, rhyolite...).
- ❖ Pouzzolanes naturelles d'origine sédimentaire : Essentiellement composées de silice jusqu'à 98% (Ex : terres à diatomées, tripoli, gaize).

- ❖ Pouzzolanes artificielles : Roches traitées thermiquement (argile, schiste, latérite...). Briques et tuiles pulvérisées (appelées tuileaux), déchets industriels (cendres volantes, fumées de silices de centrales thermiques).

I.5. Réaction pouzzolanique et mécanisme de la réaction

Les pouzzolanes naturelles contiennent de 60 à 85% de silice (SiO_2) et d'alumine (Al_2O_3). En présence d'eau et de chaux, à des températures ordinaires, comme décrit dans la norme américaine ASTM C 125-07, elles vont former des silicates de calcium hydratés, semblables à ceux produits par l'hydratation du silicate tricalcique (C3S) (C3A. SiO_2) et bicalcique (C2S) composé principal du ciment Portland [5].

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



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

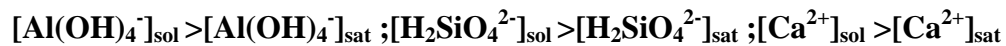
R. Dron, remarque dans sa première contribution, en 1983, que l'écriture simplifiée de la réaction pouzzolanique pourrait faire penser que des formes à haute cristallinité, le quartz, par exemple, seraient susceptibles de réagir avec la chaux [6].

Massazza, en 1976, a montré que la réaction pouzzolanique ne se produit que lorsque la silice et l'alumine sont constitutives de phases vitreuses ou amorphes, à la seule exception des zéolites qui sont des minéraux cristallisés [7].

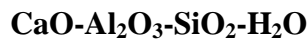
D'une manière approfondie, la réaction pouzzolanique est une réaction de dissolution-précipitation en milieu aqueux entre l'hydroxyde de calcium (chaux) et un matériau pouzzolanique, en général de type silico-aluminate.

Cette réaction de dissolution-précipitation se déroule en quatre étapes [49] :

- la dissolution hydroxylique de la pouzzolane en milieu basique assurée par les ions hydroxyles provenant de la dissolution de la chaux et qui conduit à la formation d'anions $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ et $\text{H}_2\text{SiO}_4^{2-}$ en solution,
- la sursaturation de la solution en aluminium, silicium et calcium:



- la germination et la précipitation d'hydrates dans le système quaternaire:



- la croissance des hydrates dans le système quaternaire : $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-H}_2\text{O}$

Lorsque l'on étudie le système hydroxyde de calcium - pouzzolane - eau, deux cas limites vont se présenter:

- Soit on est en excès de pouzzolane et sous saturation en hydroxyde de calcium (chaux). La dissolution de la pouzzolane consommant des ions OH^- , la précipitation des hydrates consommant des ions OH^- et des ions Ca^{2+} , le pH va diminuer rapidement ce qui aura pour effet de bloquer la dissolution de la pouzzolane. Les produits néoformés seront alors des gels de silicates et d'aluminates faiblement calciques avec des stœchiométries très variables. Ce type de réaction a été correctement décrit par Urhan [8] lorsqu'il a décrit l'attaque alcaline d'Opale (silice vitreuse) en milieu sous saturé en calcium.
- Soit on est en excès d'hydroxyde de calcium (chaux), la solution sera toujours sursaturée en calcium et le pH sera constant et imposé par le produit de solubilité de la chaux. La sursaturation sera rapidement atteinte: la vitesse de précipitation des hydrates sera supérieure à la vitesse de dissolution de la pouzzolane, on observera alors la précipitation sur les grains de pouzzolane d'hydrates silico et aluminocalciques qui vont se présenter soit sous forme de cristaux soit sous forme de gels avec des stœchiométries relativement constantes. A terme, les hydrates qui précipitent sur les grains de pouzzolane vont former une couche de cendre qui va isoler la pouzzolane de la solution et conduire à un blocage cinétique de la réaction si cette couche n'est pas éliminée. Ce type de réaction a été correctement décrit par Le Roux et ses collaborateurs qui ont étudié la réaction entre la silice et la chaux en milieu sursaturé en chaux [9].

I.5.1. Produits de la réaction pouzzolanique

G. Malquori, dès 1960 avait compilé les résultats de nombreuses études menées sur les produits de la réaction [10]. Il recensait :

Le Silicate de calcium hydraté (**CSH**)

L'Aluminate tétracalcique hydraté (**C₄AH₁₃**)

Et, sous certaines conditions :

Gehlenite hydratée (**C₂ASH₈**)

Ettringite (Trisulfo-aluminate hydraté) (**3CaO.Al₂O₃.3SO₄Ca.32H₂O**)

Ainsi que le monosulfo-aluminate hydraté (**3CaO.Al₂O₃.3SO₄Ca.32H₂O**).

I.6. Essai de la pouzzolanité et facteurs influençant

L'activité pouzzolanique ou pouzzolanité signifie l'aptitude de certains matériaux, dépourvus de propriétés hydrauliques propres, à fixer l'hydroxyde de calcium en présence d'eau pour donner des hydrates analogues de ceux du ciment Portland. Cette propriété se constate à des degrés variables dans les matériaux riches en silice libre non quartzreuse « non cristallin», quelle que soit leur origine: matériaux naturels (cendres volcaniques, diatomites, gaize) ou matériaux artificiels (cendres volantes, fumées de silice, argile calcinée).

Compte tenu du fait que la réaction pouzzolanique consomme de l'hydroxyde de calcium, les méthodes chimiques généralement utilisées pour évaluer l'activité pouzzolanique d'un matériau consistent à déterminer la quantité de chaux fixée par ce matériau après un certain temps, ou à déterminer le taux de silices ou d'alumines (actives) solubilisées par un traitement approprié.

De manière générale, les paramètres influençant les réactions pouzzolaniques sont la nature des phases actives et leurs proportions [11] :

- **La teneur en silices SiO₂** : dont son pourcentage varie d'une pouzzolane à une autre ce qui influe sur la réaction pouzzolanique.
- **Le rapport chaux/pouzzolane dans le mélange**: un rapport qui varie aussi d'un mélange à un autre et influe énergiquement sur la résistance mécanique ainsi que le comportement chimique des mélanges. afin d'obtenir un rapport idéal pour des résultats de hautes performances.

- **La durée de cure:** un paramètre qui peut aussi être influant sur la réaction pouzzolanique à court et à long terme vue sa variation dans le temps.
- **La finesse de la pouzzolane:** la finesse de la pouzzolane influe dans l'accélération de la réaction pouzzolanique, d'ailleurs plus la pouzzolane est fine plus l'activité pouzzolanique sera élevée.
- Le rapport E/C du mélange : la présence de l'eau joue un grand rôle dans la réaction pouzzolanique, son manque ou son excès peut interrompre ou même rendre impossible cette réaction
- **La température :** celle-ci peut accélérer ou même retarder la réaction pouzzolanique, cependant une température optimale l'améliore dans l'espace et dans le temps.

À savoir que l'activité pouzzolanique influe sur la résistance à la compression, la perméabilité et la durabilité chimique des matériaux cimentaires. [32].

I.7. Optimisation de la pouzzolanité

La pouzzolane naturelle est un des matériaux de construction les plus anciens. Les ciments chaux- pouzzolane ont été utilisés pendant plusieurs milliers d'années et ont une excellente réputation à cause de leur durabilité. Les pouzzolanes sont largement utilisées comme ciment de remplacement dans le béton de ciment Portland. L'utilisation des pouzzolanes est connue par ses avantages économiques, écologiques et même techniques concernant sa durabilité, mais aussi a comme désavantages des temps de solidification plus longs et un développement de la résistance initiale plus lent. Dans l'objectif d'optimisation de l'activation des pouzzolanes naturelles, de nombreuses études ont été effectuées par différentes méthodes dont on cite [11,12] :

I.7.1. Activation thermique

Les méthodes d'activation thermique font référence aux processus liés au traitement thermique, et peuvent être classées en deux catégories:

✓ **La calcination :**

Est la cuisson des matériaux à des températures élevées, interpellée essentiellement pour le traitement des argiles, des zéolithes, et quelques matériaux organiques pour l'obtention d'un matériau d'une activité pouzzolanique importante [13]. Elle constitue une étape essentielle dans le développement d'une pouzzolane artificielle à partir d'une argile, car elle permet le

passage d'une structure cristalline (un arrangement ordonné des atomes) à une structure amorphe (une structure désordonnée des atomes). Sans cette calcination ou activation thermique, les cristaux d'argiles seraient dans un état trop stable qui empêcherait toute réaction avec l'hydroxyde de calcium Ca(OH)_2 provenant du ciment [14].

✓ **Augmentation de la température de cure (préfabrication) :**

Dans le traitement thermique, la température de cuisson à laquelle le produit pouzzolanique se forme est le paramètre le plus important à connaître. Cette technique est considérée parmi les moins coûteuses dans le domaine du génie civil, qui consiste à augmenter la température de cure de séchage via des étuves ou des bâches en polyane ou en plastique. Pour mieux comprendre la technique on s'est référé à une recherche qui a fait l'objet d'un comparatif de la résistance à la compression d'un matériau pouzzolanique soumis à des températures au-dessous de 40°C . Les résultats obtenus sont faibles ce qui prouve que la réaction pouzzolanique est partielle non-totale. Pour que celle-ci soit complète, il faut que la température de cure soit supérieure ou égale à 40°C [15].

Ce qui met en évidence l'importance de la température de cure dans la réaction pouzzolanique.

I.7.2. Activation mécanique

Le traitement mécanique des matériaux (naturels, co-produits ou sous produits industriels) contenant un pourcentage important de silice et/ou d'alumine consiste à effectuer un broyage poussé par écrasement des grains. Ce broyage a pour but de réduire les grains en une poudre suffisamment fine afin de rendre la matière plus réactive (plus la surface spécifique est élevée, plus la réactivité chimique est importante). La pulvérisation forte des grains permet de détruire la structure de la surface des minéraux en créant ainsi des valences électriques libres qui conduisent facilement aux réactions physico-chimiques du matériau et donc à une activité pouzzolanique dans notre cas. Des recherches ont été élaborées dans cette optique afin de porter une meilleure clarification et soutenir les propos avancés précédemment ; en incorporant des particules fines dans le ciment. L'opération indique une amélioration dans la maniabilité et une réduction de la demande en eau, à l'exception des ajouts de grande finesse telle que la fumée de silice [16,17].

Ce traitement à de nombreux avantages, on cite principalement [18] :

- Un avantage fonctionnel qui concerne l'amélioration des propriétés mécaniques et la durabilité du matériau de ciment, ainsi que la diminution de la chaleur d'hydratation dégagée du ciment, ce qui diminue la fissuration d'origine thermique.
- Un avantage écologique qui concerne la diminution de l'émission de CO₂ par l'industrie cimentière et l'élimination des sous-produits de la nature par leur valorisation comme ajout pouzzolanique dans le ciment.

I.7.3 Activation chimique

Le traitement chimique est l'addition de substances chimiques sous forme de solutions liquides à un matériau riche en silice et/ou en alumine en vue de le rendre pouzzolanique. Ce traitement permet de détruire ou activer la structure des minéraux par des réactions chimiques entre ces derniers et l'activateur additionné [18].

Des études ont été effectuées en se basant sur le développement de la réactivité de la pouzzolane naturelle en fonction du temps et de la température de cure des pâtes de mélange chaux-pouzzolane naturelle-ciment Portland. Dans le passé, le broyage fin des pouzzolanes naturelles et le durcissement étuvé (sous chauffage) des pâtes de chaux-pouzzolane ont été les plus utilisés [19, 20, 21, 22]. Ultérieurement, il a été constaté par certains chercheurs que l'ajout d'activateurs appropriés peut augmenter de manière significative la vitesse de la réaction pouzzolanique dans un système chaux-pouzzolane-ciment [25, 26, 27], et que les activateurs Na₂SO₄ et CaCl₂ sont beaucoup plus efficace que le broyage prolongé des pouzzolanes naturelles ou le durcissement étuvé des pâtes [23,24]. L'étude de l'évolution de la résistance mécanique des pâtes de mélanges chaux-pouzzolane naturelle avec 4% de Na₂SO₄ ou CaCl₂.2H₂O, chauffées à 23, 35, 50 et 65°C a montré un gain rapide de résistance initiale qui augmente encore plus avec le temps par comparaison au mélange sans activateur. Ce qui explique l'efficacité des activateurs chimiques sur la réaction pouzzolanique.[24]

Activation par les alcalins

Au cours de la dernière décennie, le mécanisme d'activation des alcalins a été largement étudié. Cependant, certaines incertitudes persistent dans la compréhension du processus mentionné. Afin d'améliorer le processus d'activation par un alcalin, certaines propriétés d'une pâte de ciment obtenue par l'hydratation du ciment portland ordinaire avec certaines solutions fortement alcalines ont été étudiées. Martinez-Ramirez et Palomo en 2001, ont défini l'activation alcaline comme un processus chimique où la structure amorphe est transformée en une structure squelettique qui présente des propriétés cimentaires. Un gel

polymérique à composition variable est formé dans les milieux de forte alcalinité. Le gel est produit lorsque la solution d'alcalinité élevée réagit avec les matériaux de départ. Le comportement principal des produits formés dans ces conditions est d'avoir des propriétés mécaniques à la première période d'hydratation [28].

Selon Palomo et ses collègues, comme le métakaolin est activé dans des milieux de haute alcalinité en présence de $\text{Ca}(\text{OH})_2$, il produira de l'aluminosilicate de sodium qui a une structure morphique avec des caractéristiques similaires au gel géopolymérique. Le produit formé est similaire au produit obtenu une fois que le métakaolin est activé en l'absence de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ et il s'est avéré que le produit secondaire qui est également connu sous le nom de C-S-H est formé. Soumettre le métakaolin à l'activation alcaline est un moyen de produire des matériaux cimentaires à haute résistance. Ce qui traduit l'influence des alcalins sur la réactivité pouzzolanique [26].

Activation par les sulfates

Des expériences ont été menées pour déterminer l'effet de divers activateurs chimiques sur la résistance des pâtes de cendres volantes de chaux fabriquées avec deux types de cendres volantes: une cendre subbitumineuse à faible teneur en calcium et une cendre subbitumineuse à haute teneur en calcium. Les concentrations des mélanges de 80% de cendres volantes et de 20% de chaux hydratée ont été utilisées pour évaluer la réactivité pouzzolanique des cendres. Les pâtes ont été continuellement cuites à 50 °C. Les résultats indiquent que l'addition de petites quantités de Na_2SO_4 et de CaCl_2 peut augmenter la réactivité pouzzolanique des deux types de cendres; cela se traduit par une amélioration significative de la résistance. Le Na_2SO_4 a son influence prédominante au jeune âge; son effet aux âges ultérieurs varie avec la nature des cendres volantes utilisées. En général, la résistance mécanique au jeune âge augmente avec la quantité de Na_2SO_4 . L'ampleur de l'amélioration de la résistance à un âge ultérieur dépend du dosage et du type de cendres volantes utilisées. L'ajout de CaCl_2 a une influence variable sur la résistance aux âges précoce et intermédiaire [30].

I.8. Essais de prédiction de la réactivité pouzzolanique

Plusieurs essais et techniques d'analyses peuvent nous fournir des informations concernant la réactivité pouzzolanique et nous aident à mieux comprendre les phénomènes physicochimiques caractérisant la pouzzolanicité des matériaux naturels dont on cite :

✓ Essai Frattini

Considéré comme un essai chimique direct, basant sur la consommation de la chaux pendant le processus de la réaction pouzzolanique. L'essai de Frattini accompli la première fois en 1967, est observé comme positif pour les additions pouzzolaniques naturels ou artificiels, lorsque la concentration en hydroxyde de calcium dans la solution est inférieure à l'isotherme de sa solubilité théorique, dans ce cas le matériau est jugé comme pouzzolanique [34]. L'essai de Frattini a été réalisé sur cinq différents types de pouzzolanes, en substituant 20% du ciment CEM-I. les résultats ont indiqué que pour les cendres volantes, la fumée de silice et le métakaolin montrent l'activité pouzzolanique, tandis que le sable et la boue d'épuration sont inactifs [33,35].

Le test Frattini est opéré conformément à la norme EN 196-5 [47]. Les échantillons ont été préparés avec 25% de pouzzolane et 75% de CEM-I. Cette réaction a été réalisée dans un erlenmeyer en plastique contenant 100 ml d'eau distillée et décarbonatée et dans un four à 40°C. Après huit jours, les échantillons ont été filtrés et la solution titrée. Le titrage a été effectué en deux étapes, initialement avec 0,1 mole de Hcl en utilisant du méthyl orange comme indicateur pour déterminer la concentration en $[\text{OH}^-]$. Deuxièmement, le pH de la solution est ajusté à 12,5 puis titré avec une solution de 0,03 mole d'EDTA (Éthylènediaminetétraacétique) pour déterminer la concentration en CaO.

Les valeurs sont affichées dans un graphique XY, avec $[\text{CaO}]$ (mmol / l) sur l'axe des Y et le $[\text{OH}^-]$ (mmol / l) dans l'axe X. Les valeurs obtenues sont comparées à la courbe de solubilité de la chaux en milieu alcalin. La pouzzolane n'est considérée comme réactive que si sa valeur est portée au-dessous de la courbe de solubilité dans la chaux. Cependant, si le résultat détermine que le matériau n'est pas pouzzolanique, la méthode recommande un nouveau titrage en utilisant un échantillon durci plus longtemps (15 jours) [48].

✓ Essai de chaux saturée

Cet essai est une méthode simplifiée de l'essai de Frattini. Une quantité recommandée de chaux est ajoutée à la pouzzolane à tester au début de l'essai, suivie de mesures de la concentration de la chaux résiduelle qui reste non combinée dans la solution après 2, 7 et 28 jours. Le sable est considéré comme non-réactif avec la chaux et donc non pouzzolanique. Durant les trois premiers jours, la boue d'épuration et la fumée de silice ont fixés de la chaux

plus rapidement que les cendres volantes qui n'ont montré aucune consommation de la chaux. Cependant après 7 jours, aucune différence significative dans la consommation de la chaux n'est observée entre la boue d'épuration, les cendres volantes, le métakaolin et la fumée de silice, dont tous ces matériaux ont fixés environ de 90% de la chaux. [33]

✓ **Analyse par Diffraction des Rayons X**

La diffractométrie des rayons X est une méthode d'analyse physico-chimique. Elle ne fonctionne que sur la matière cristallisée (minéraux, métaux, céramiques, produits organiques cristallisés), mais pas sur la matière amorphe (liquides, polymères, verres) ; toutefois, la matière amorphe diffuse les rayons X, et elle peut être partiellement cristallisée, la technique peut donc se révéler utile dans ces cas-là. Par contre, elle permet de reconnaître des produits ayant la même composition chimique brute, mais une forme de cristallisation différente, par exemple de distinguer les différentes silices (qui ont toutes la même formule brute SiO_2 : quartz, cristobalite...), les différents aciers (acier ferritique, austénite...) ou les différentes alumines (qui ont toutes la même formule brute Al_2O_3 : corindon/alumine α , γ , δ , θ).

Cette technique est utilisée essentiellement pour la caractérisation de la matière, cela concerne la recherche lors de création d'un nouveau matériau, ou dans le suivi de production dans une usine (contrôle de la qualité du produit).

✓ **Essai d'Index mécanique**

La méthode d'essai de compression mécanique est un test indirect. Il a été utilisé par de nombreux chercheurs pour évaluer l'activité pouzzolanique des résidus de craquage catalytique [37], des cendres volantes de charbon [38], des poudres de verre [39], des débris de briques [42], de la fumée de silice [38, 40] et des cendres de boues d'épuration [41, 44]. Les résultats de ce test de pouzzolanité sont souvent corroborés par des tests directs et cela pour garantir la production réelle de ces réactions pouzzolaniques [43, 45].

✓ **Essai de Chapelle**

Le test a suivi la norme NF P 18-513 [46], qui mesure la réduction de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ par combinaison avec des matériaux siliceux ou aluminosilicates présents dans les pouzzolanes.

Pour mieux comprendre l'essai, un protocole opératoire suivant la norme citée auparavant est décrit comme suit :

Mélanger une quantité de 3g de CaO et 1g du tuf (fraction globale et fraction fine dans un erlenmeyer avec de l'eau distillée décarbonatée, ensuite mettre à l'étuve pendant 16 heures à une température de 90° . Dans les mêmes conditions, préparer un autre mélange de référence ne contenant que le CaO . Dissoudre 60g de sucre dans 250ml d'eau distillée décarbonatée et ajouter la solution obtenue aux deux mélanges dans le but de dissoudre les molécules libres de $Ca(OH)_2$. Filtrer et titrer la solution avec 0,1M de HCl.

La quantité de calcium consommée peut être calculée par l'équation suivante :

$$mg[CaO] = 2 * \left[\frac{(V2-V1)}{V2} \right] * \frac{74}{56} * 1000 \dots\dots\dots (1)$$

Avec :

- V1: Volume titré de mélange pouzzolanique (CaO +pouzzolane) ;
- V2: Volume titré de mélange de référence.

La concentration de calcium est calculée par l'équation :

$$C = \frac{n}{v} \dots\dots\dots (2)$$

Un autre essai considéré de base qui se base essentiellement sur la mesure de la quantité fixée d'hydroxyde de calcium sur les matériaux pouzzolaniques ceci permet de définir leur activité pouzzolanique. La chaux non-réagie est ensuite mesurée et le résultat s'exprime en mg de $Ca(OH)_2$ fixé par la pouzzolane ou par la concentration de Ca^{2+} libre dans la solution.

Il existe deux versions d'essai chapelle :

- Le 1^{er} consiste à utiliser : 1g de pouzzolane est mis à réagir avec 1g de chaux dans 200 ml d'eau.
- Le 2^{eme} consiste à utiliser : 1g de pouzzolane est mis à réagir avec 2g de chaux dans 250ml d'eau.

I.9. Conclusion

La pertinence d'un travail passe par une recherche bibliographique qualitative, d'ailleurs cette partie du mémoire figure comme un vrai sésame pour le traitement et la compréhension de notre thématique de recherche, d'où il est indispensable de bien la manier, afin de se mettre en avant dans l'exécution de l'ensemble des expériences conçues par notre thème.

Ce premier chapitre, nous situe sur la définition des pouzzolanes ainsi que la pouzzolanicité et les différentes méthodes de son optimisation (activation chimique et mécanique). L'essai Chapelle, l'analyse par diffraction des rayons X ainsi que le traitement thermique et mécanique sont les techniques d'analyses employées dans ce travail, à cause de leur efficacité en termes de résultats qu'elles offrent à interpréter et le dispositif expérimental disponible en masse dans nos laboratoires, assurant leurs fonctionnements.

Avec le taux énorme qu'elle offre en qualités d'informations, cette partie forme un vrai catalogue de recherche dans ce travail avec un accompagnement et une orientation dans le reste des expériences à réaliser et les interprétations à donner pour l'ensemble des résultats à obtenir.

chapitre II

Matériels et méthodes

II.1. Introduction

Dans l'Antiquité, déjà, la pouzzolane était un matériau prisé pour ses propriétés, notamment sa forte porosité. Son exploitation ira par des hauts et des bas au gré des époques. Chez les Grecs et les Romains, elle était très demandée pour édifier leurs ouvrages architecturaux. Son aventure la fera naturellement aboutir à notre XXI^e siècle auréolée d'une faveur qui la fera entrer à peu près dans toutes sortes d'ouvrages. On la retrouve ainsi en des domaines tels que l'agronomie, entre autres secteurs industriels, mais la part la plus voyante de sa présence est le domaine de la construction. Avant de parvenir au stade d'être utilisée, la pouzzolane se doit de subir toute une panoplie de conditionnements et autres traitements. Concassage, tamisage et exposition à des températures spécifiques sont parmi les opérations qu'elle subit afin qu'elle atteigne à une granulométrie et une réactivité adéquates.

Notre travail porta en gros sur l'étude de la réactivité pouzzolanique selon l'aspect chimique et thermique. Il nous a paru comme primordial de définir la pouzzolane employée, de même que la région de sa provenance avant d'aborder l'ensemble des méthodes et matériels exploités dans nos séries expérimentales.

II.2. Caractérisation des matériaux utilisés

Plusieurs matériaux sont utilisés dans ces séries expérimentales dont nous citons :

II.2.1 La chaux éteinte ($\text{Ca}(\text{OH})_2$)

Chaux éteinte: Elle est acquise après la réaction entière de la chaux vive avec de l'eau. Elle est appelée chaux aérienne ou chaux hydraulique selon sa capacité à faire prise sous eau, soit son hydraulicité. Cette base, hydroxyde caustique peu corrosif, très peu soluble dans l'eau, est composée d'hydroxyde de calcium ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) appelée (portlandite) à plus de 98% .

La composition minéralogique de la chaux est octroyée dans le diffractogramme suivant figure (II.1)

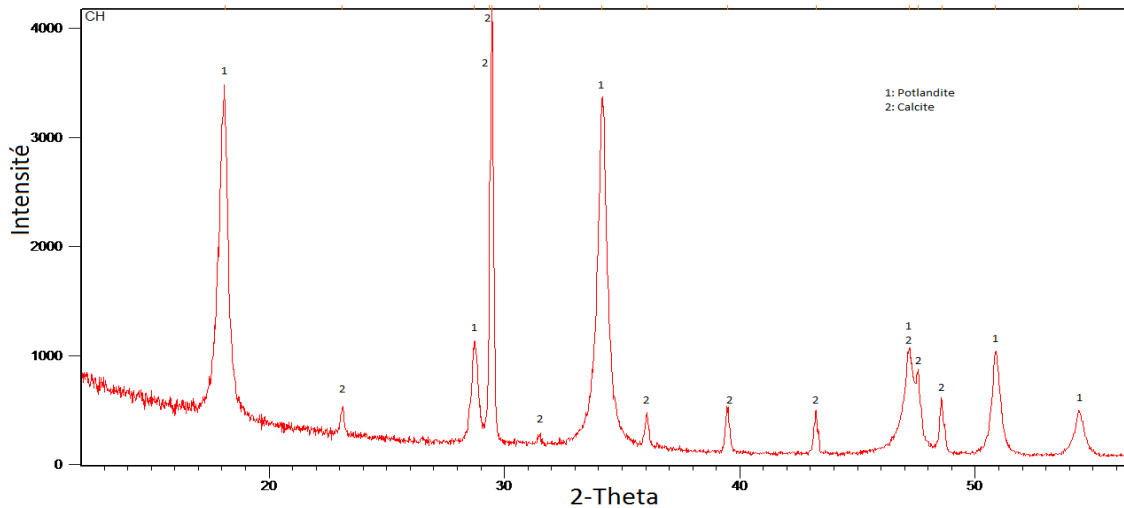


Fig. II.1: Diffractogramme de chaux éteinte $\text{Ca}(\text{OH})_2$

Le diffractogramme indique la domination de la portlandite, avec la présence de quelques pics de calcite causée par la carbonatation de la chaux en contact avec le CO_2 atmosphérique.

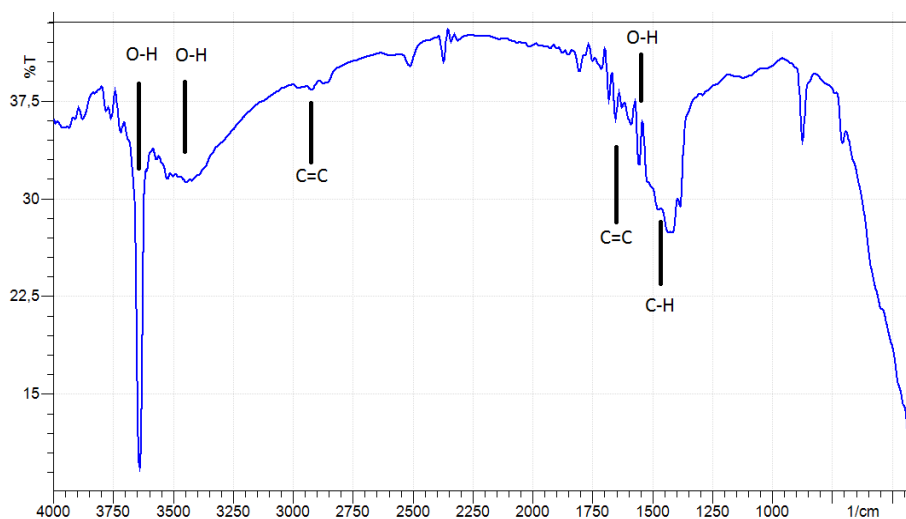


Fig. II.2 : Spectre infrarouge de la chaux éteinte ($\text{Ca}(\text{OH})_2$).

Les liaisons de O-H et C-H indiquent la présence de la portlandite, les liaisons C=C indiquent la présence la calcite.

La soude : base forte de 99.99% d'hydroxyde de sodium (NaOH).

Le gypse : espèce minérale composée de sulfate déshydratée de calcium de formule $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Le sel: contient plus de 95% de chlorure de sodium, sa formule est : NaCl .

II.2.2 La pouzzolane

La pouzzolane utilisée est issue de Tuf, à Tinebdar (tuf volcanique non calcaire) connu par sa richesse en mordénite de formule chimique : $\text{Na}_n[\text{Al}_2\text{Si}_{10}\text{O}_{24}]\cdot 7\text{H}_2\text{O}$ avec $2 < n < 8$. La mordénite est une zéolite calco-sodique, considérée parmi les rares zéolites caractérisées par une structure très ordonnée, stable et dense qui contient des chaînes de cycles à cinq chaînons de tétraèdres de silicate et d'aluminates liés (quatre atomes d'oxygène disposés aux points d'une pyramide triangulaire autour d'un atome central de silicium ou d'aluminium). Cette structure forme une architecture tridimensionnelle avec des canaux et cavités de dimension moléculaire favorisant les échanges cationiques et la circulation des molécules d'eau (circulation rapide et réversible). Elle y trouve sa résistance vigoureuse face aux attaques chimiques.

Des travaux de laboratoires antérieurement délivrés, réalisés à seule fin de comprendre amplement la composition minéralogique de la pouzzolane en question et se trouver en mesure de lui attacher une définition, ont révélé la prépondérance de la mordénite dans le matériau, attestant de même de la présence de muscovite et de heulandite, issues toutes les deux de la famille des zéolites.



Fig. II. 3 : pouzzolane utilisée dans les essais en état brute.

II.2.2.1. Situation géographique et administrative du gisement pouzzolanique

Le gisement de tuf d'où est issu notre matériau provient du territoire de la commune de Tinebdar, daïra de Sidi-Aïch, wilaya de Bejaia. Il est localisé sur la rive gauche (ouest) de l'oued Remila, soit à 1700 m de la piste au nord de la route nationale RN 26 reliant El-Kseur à Sidi-Aïch (Cf. figure II.4).

Le gisement est mitoyen d'une carrière d'argile en exploitation dans la région. Une piste mène à cette carrière d'argile en traversant oued Remila. Le gisement de tuf est accessible par la même piste qui se prolonge au nord le long de la rive droite de oued Remila.



Fig. II. 4 : Localisation du gisement de tuf à Tinebder, Google Earth.

II.2.2.2 Aperçu structural et lithologique du gisement

La structure du gisement n'est pas complexe. Il s'agit d'un monoclin à inclinaison générale vers le nord-ouest (Figure II. 5). Dans le détail, il est composé de quelques fractures ouvertes favorisant le dépôt d'oxyde de fer qui donne localement une teinte jaunâtre à couleur de rouille à la formation.

La coupe lithologique est donnée comme suit :

- ✓ De 0 à 0,50 m : terre végétale et limons.
- ✓ De 0,50 à 3 m : tufs altérés de couleur gris blanchâtre à jaunâtre.
- ✓ De 3 m jusqu'à la fin : tufs volcaniques compacts et homogènes, de couleur blanche à légèrement verdâtre. Ils présentent une texture microcristalline vers le sommet à cristalline pour les niveaux de base. Les micas noirs sont présents en différentes proportions d'un niveau à l'autre de la série.



Fig. II.5 : Vue du gisement du Nord vers le Sud montrant l'ensemble tuf reposant sur l'argile, sous forme de monoclin d'inclinaison générale vers le Nord-Ouest.

II.2.2.3 Propriétés de la pouzzolane

Tableau II.1 : Composition chimique de la pouzzolane (% massique). [article mt70058]

Elément	%massique
SiO ₂	64.81
Al ₂ O ₃	15.58
Fe ₂ O ₃	2.68
CaO	2.85
MgO	0.51
SO ₃	0.18
K ₂ O	3.00
Na ₂ O	3.72

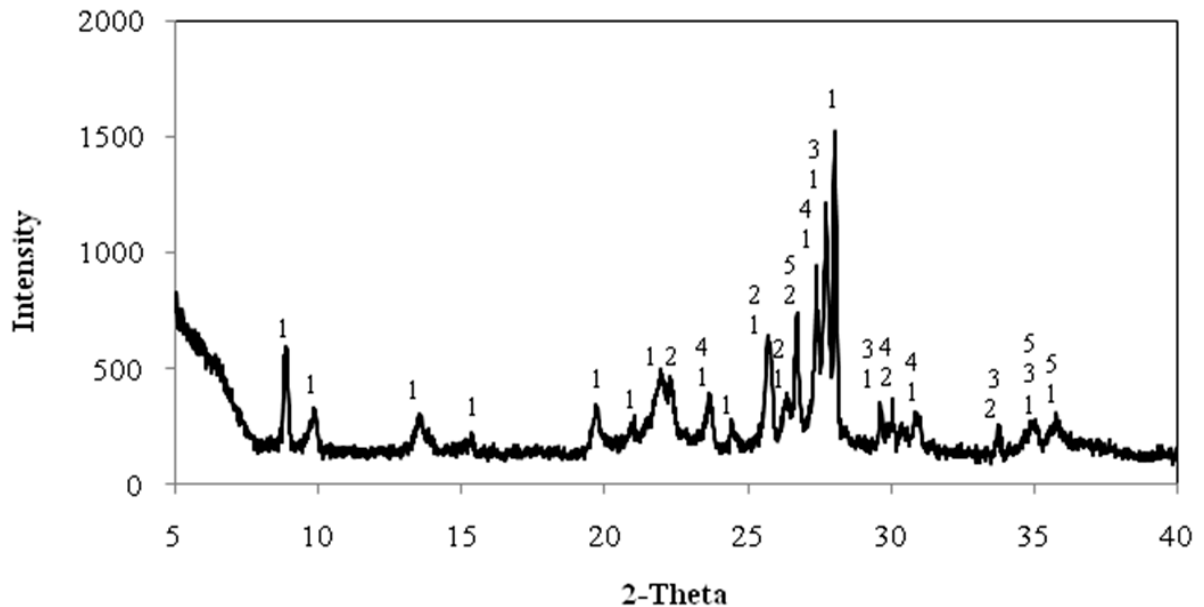


Fig. II.6 : Digramme de diffraction des rayonsX de la pouzzolane :

1 : mordenite ; 2 : heulandite ; 3 : albite ; 4 : sanidine ; 5 : muscovite. [article mt70058]

Le diffractogramme indique la domination de la mordenite dans le matériau avec la présence de muscovite et heulandite, ces composantes appartiennent à la famille des zéolithes qui sont considérés comme pouzzolane, comme c'est illustrer dans la figure (II.6).

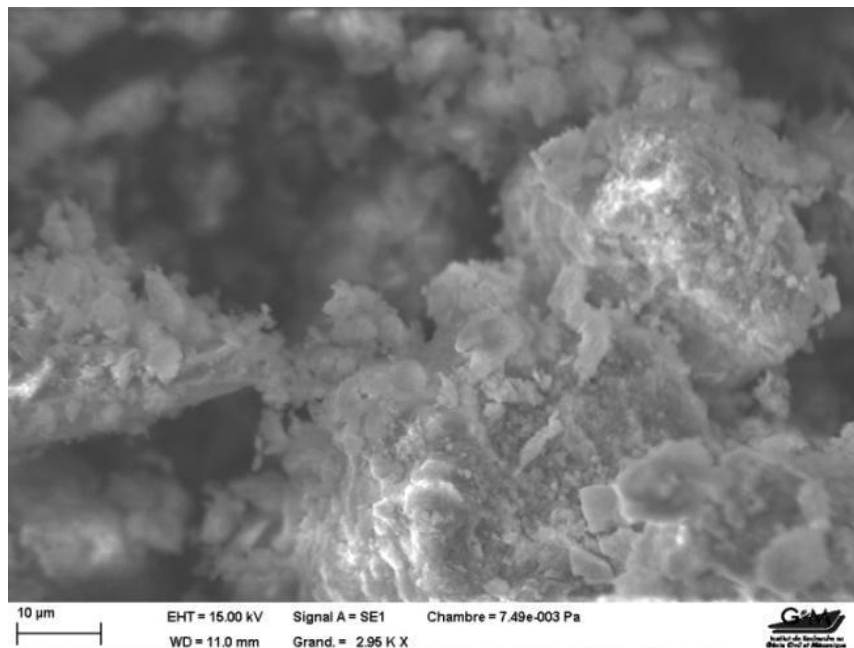


Fig. II.7 : Morphologie de la poudre de pouzzolane sous microscope électronique à balayage [article mt70058]

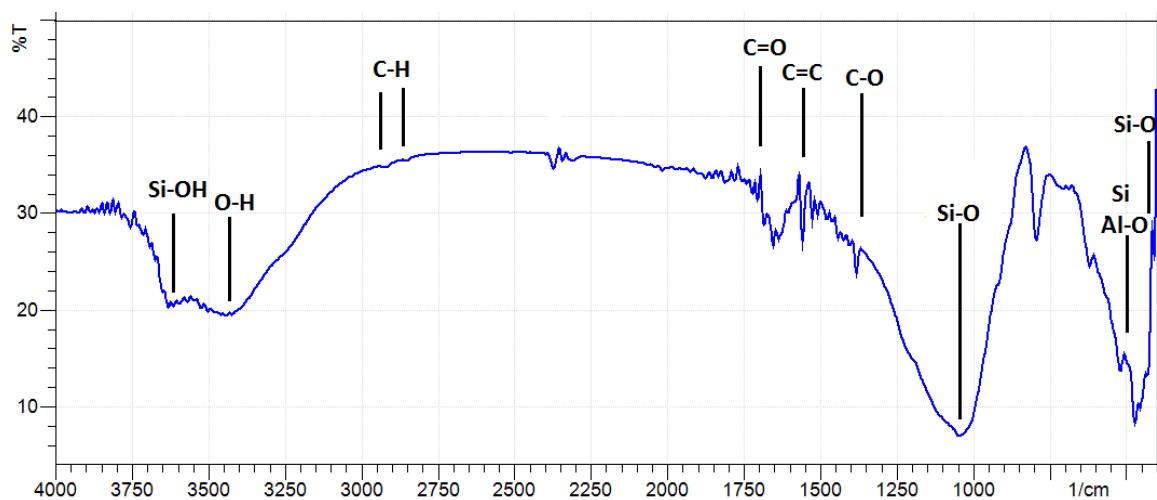


Fig. II.8 : Spectre infrarouge de la pouzzolane

Le spectre infrarouge montre des vibrations 3655 cm^{-1} et 3408 cm^{-1} , celles-ci indiquent la présence de liaisons de Si-OH et OH. Un piques 1638 cm^{-1} correspond à la liaison H-O-H, les piques 1047 cm^{-1} , 430 cm^{-1} correspondent à la liaison Si-O, celui à 797 cm^{-1} correspond à la liaison Si-O-Al cm^{-1} , ceux à 716 cm^{-1} et 519 cm^{-1} correspondent à la liaison Al-O. Toutes les liaisons signalées précédemment correspondent à la mordénite. Figure (II.8).

II.3. Préparation de la pouzzolane

La finesse de la pouzzolane joue un rôle très important dans l'optimisation de sa réactivité pouzzolanique et le développement de la résistance des mortiers de chaux-pouzzolanes. Afin

de satisfaire cette caractéristique, nous avons procédé à la réduction de la taille des grains du matériau reçu en vrac sous forme de bloc en suivant les procédures suivantes : Concassage, broyage et tamisage.

II.3.1. Concassage

Le concassage est un traitement mécanique qui sert à réduire le diamètre des grains des matières premières figure (II.9) L'opération a été réalisée manuellement à l'aide d'un marteau dont nous avons constaté la dureté et la ténacité du matériau.



Fig II.9 : la pouzzolane après un concassage manuel.

II.3.2. Etuvage

Dans l'intérêt d'éliminer toute trace d'humidité dans le matériau qui peut fausser les expériences et leurs résultats, nous avons conservé la pouzzolane concassée dans une étuve à 105 °C pendant 24 heures, comme la montre la figure ci-dessous figure (II.10).



Fig II.10 : séchage de la pouzzolane concassée.

II.3.3. Broyage

Le broyage est un processus de réduction de la taille des particules d'un matériau dans le but d'augmenter sa finesse. Cette procédure permettra à la pouzzolane étudiée dans le présent travail de réagir plus rapidement ou plus efficacement ce qui influera favorablement sur sa réactivité pouzzolanique. Le processus de broyage de la pouzzolane a été réalisé par le biais d'un broyeur électrique telle est montré sur la figure II.11



Fig II.11 : broyeur utilisé et matériau obtenu après broyage.

II.3.4. Tamisage

Dans l'objectif d'avoir un matériau à particules très fines et homogènes, qui à elle aussi son impact sur la pouzzolanité, nous avons procédé au tamisage du matériau obtenu après broyage. Cette opération a été réalisée manuellement par un tamis de diamètre 63 μ m. Ce n'est qu'après cette procédure qu'on peut qualifier notre matériau de prêt à être utilisé.

II.4. Confection et conservation des pâtes

Les corps d'épreuve sont des pâtes de chaux-pouzzolane dont les proportions des deux composants sont égales. La quantité d'eau de gâchage nécessaire à l'hydratation des mélanges chaux-pouzzolanes est une grandeur qui devra offrir à la pâte une consistance normalisée.

Dans l'objectif d'optimisation de la réactivité de la pouzzolane avec la chaux, nous avons rajouté au mélange de base chaux-pouzzolane-eau des activateurs chimiques à différentes proportions de la quantité totale de l'eau nécessaire à la consistance normalisée.

II.4.1. Quantité d'eau nécessaire pour une consistance normalisée

Conformément à la norme NF EN 196-3, la consistance de la pâte détermine sa plus ou moins grande fluidité. Le but est de définir une telle consistance dite normalisée qui donnera une pâte ayant une quantité d'eau adéquate pour l'hydratation des liants.

II.4.1.1. Principe de l'essai

La consistance est évaluée en mesurant l'enfoncement dans la pâte, d'une tige cylindrique sous l'effet d'une charge constante. L'enfoncement est d'autant plus important que la consistance est plus fluide. La consistance évaluée de cette manière sera appelée « consistance de Vicat ».

II.4.1.2. Matériels utilisés

- ✓ Un malaxeur ;
- ✓ Un appareil de Vicat ;
- ✓ Une balance permettant de peser à 1 g près ;
- ✓ Une Chronomètre précis à 1 s près.

II.4.1.3. Mode opératoire

Nous avons préparé une pâte en mélangeant 150g de pouzzolane + 150g de chaux et 180g d'eau distillée, le rapport E/L étant de 0.6 (comme rapport de départ). On verse l'eau dans la cuve du malaxeur contenant le mélange (pouzzolane+chaux) sur un intervalle de temps bien précis, comme l'indique le tableau ci-après :

Tableau II.2 : Procédure de malaxage

Oération	Introduction du mélange	Introduction de l'eau	Mettre en marche	Raclage de la cuve	Mettre en marche
Durée des opérations		5 à 10 s	90 s	15 s	90 s
État du malaxeur	Arrêt		Vitesse lente	arrêt	Vitesse lente

Quatre minutes après le début du malaxage, la sonde est amenée à la surface supérieure de l'échantillon (moule tronconique) et on relâche sans élan. La sonde alors s'enfonce dans la pâte. Lorsqu'elle est immobilisée (ou après 30 s d'attente), on mesure la distance **d** séparant l'extrémité de la sonde et de la plaque de base.

Cette distance (d) caractérise la consistance de la pâte étudiée et doit être comprise entre 5 et 7 mm figure (II.12).

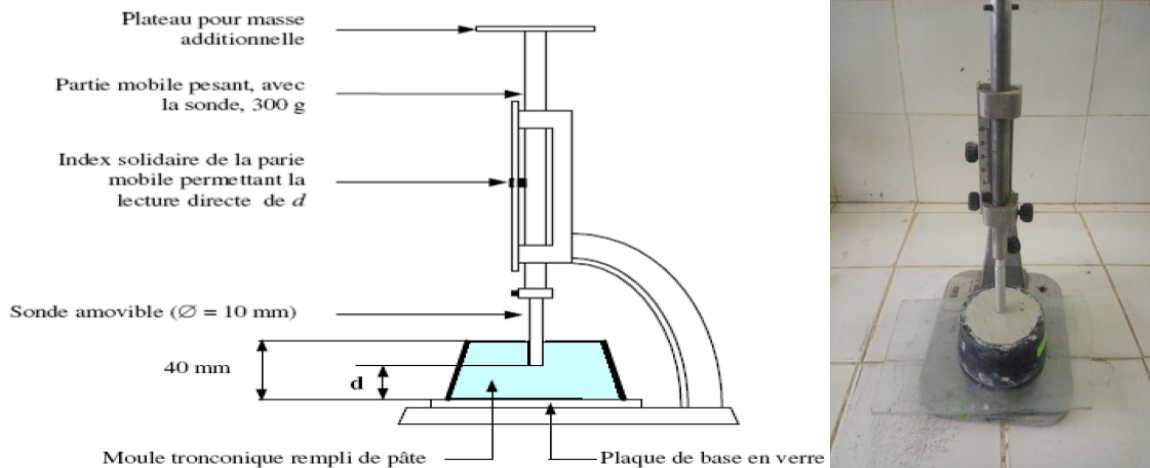


Fig II.12 : mesure de la consistance normalisée par l'appareil VICAT.

Après plusieurs rapports E/L essayés, nous avons fixé le rapport E/L à 0.63, rapport ayant donné une valeur $d = 6$ mm et satisfait la condition de la consistance normalisée. La quantité de l'eau nécessaire pour la pâte de consistance normalisée est de 189g.

II.4.2. Activation chimique

Dans l'objectif d'optimisation de la réaction pouzzolanique, nous avons fait recours à une technique considérée parmi les moins coûteuses qui est l'activation chimique. Nous avons incorporé de la soude (NaOH), de gypse ($\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) et de sel (NaCl) dans le mélange pouzzolane+ chaux+ eau à différentes proportions de la quantité de l'eau de gâchage (4% et 8%) figure (II.13). Ces activateurs jouent ainsi le rôle d'activateur dans la réaction pouzzolanique. Cela nous permet de comparer les caractéristiques des différents matériaux obtenus par la diversité et les concertations des activateurs avancés précédemment et tenir compte du pourcentage optimal pour notre réactivité.

Il est important de savoir, que l'excès ou le manque et même l'absence d'activateur peut nous conduire à des résultats sous-estimés.



Fig. II.13 : Les activateurs chimiques utilisés sous forme de poudre.

II.4.3. Préparation des corps d'épreuve

Nous avons accommodé 112,5g de tuf pouzzolanique + 112,5g de chaux+ 141,75g d'eau déminéralisée. Avec un rapport E/L = 0,63. Des quantités qui nous permettent de remplir un moule prismatique de 40*40*160 mm³. En compagnie des activateurs ainsi que leurs pourcentages préalablement définis.

La soude et le sel sont introduit dans le mélange en solution après leur dissolution totale dans l'eau déminéralisée qui sert comme une eau de gâchage. Quant au gypse il est ajouté directement comme poudre dans le mélange pouzzolane + chaux seulement (à sec).

Les paramètres qui varient dans cette formulation sont :

- ✓ La nature des activateurs chimiques : NaOH (soude), Na₂SO₄.2H₂O (gypse), NaCl (sel) ;
- ✓ Les concentrations (pourcentages) des activateurs chimiques par apport à la quantité de l'eau de gâchage qui reste constante pendant l'essai : 4% (5,67g) et 8% (11,34g).

II.4.4. Procédure du malaxage

Nous avons mélangé à l'aide d'un malaxeur électrique (Fig. II.14) jusqu'à l'homogénéisation la pouzzolane et la chaux à sec, puis nous avons introduit régulièrement dans un intervalle de 10 secondes l'eau déminéralisée contenant l'activateur. Nous avons aussi confectionné une pâte dépourvue d'activateur chimique pour élaborer un échantillon témoin qui tiendra lieu de moyen de référence dans l'interprétation et la comparaison des résultats. La procédure de malaxage est semblable à celle adoptée dans l'essai de la consistance normalisée et l'essai de prise.



Fig. II.14 : malaxeur électrique.

II.6.4. Moulage et conservation des pâtes

Après préparation et malaxage des pâtes, nous avons pris des moules prismatiques de $40*40*160\text{mm}^3$, nettoyés et huilés, pour les remplir de pâte. Le remplissage est fait en tenant compte d'un compactage suffisant qui puisse garantir une confection convenable et un échantillon homogène et confortable. Puis, nous avons divisé le prisme en quatre cubes de $40*40*40\text{mm}^3$ à l'aide de tiges en acier conformes à la mesure. À la fin, nous avons emballé les moules dans un emballage transparent (cellophane) pour éviter l'évaporation de l'eau ou toute réaction imprévisible. Ils sont ensuite conservés à température ambiante autour de 20°C pendant deux jours, comme le montre la figure (II.15) suivante.



Fig. II.15: Moules remplis de pâtes.

Au bout des 48 heures, nous avons transféré les corps d'épreuve (cubes de $40*40*40\text{mm}^3$) dans des étuves réglées à des températures de 20°C , 40°C et 80°C pour une durée de 28 jours. Nous avons gardé un des moules à une température ambiante de 20°C (température du laboratoire).

II.5. Procédures expérimentales

II.5.1. Mesure du temps de prise

II.5.1.1. Objectif de l'essai

La présence du régulateur de prise dans la masse des liants hydrauliques offre à ces derniers, après gâchage, une prise qui commence après quelques heures. Il est donc nécessaire de connaître le temps de début de prise des liants hydrauliques en vue de déterminer le temps disponible pour la mise en œuvre *in situ* des mortiers et des bétons dont ils sont confectionnés. Les essais se font à l'aide de l'aiguille de Vicat qui donne deux repères pratiques : début et fin de prise.

II.5.1.2. Principe de l'essai

Selon la norme NF EN 196-3, l'essai permet de suivre l'évolution de la rigidification d'une pâte de ciment à consistance normalisée à l'aide de l'appareil Vicat qui admet la mesure de l'enfoncement d'une aiguille dans la pâte et le temps correspondant.

II.5.1.3. Mode opératoire

Une fois obtenue la pâte à consistance normale, on a procédé au changement de la sonde de Vicat par l'aiguille de Vicat, suite à quoi on l'amena à la surface de l'échantillon et relâcha sans élan (sans vitesse). L'aiguille s'enfonce alors dans la pâte. Lorsqu'elle est immobilisée (après 30 s d'attente), nous avons relevé la distance d séparant l'extrémité de l'aiguille de la plaque de base. Il est à rappeler que nous avons préparé notre mélange pouzzolane+chaux+eau selon le rapport $E/L = 0,63$ adopté auparavant.

Nous avons refait l'essai à plusieurs reprises dans un intervalle de temps précis comme l'indique le **Tableau II. 1**, jusqu'à l'obtention des résultats qui satisfassent la norme conçue.

Pour expliquer davantage l'essai de début et de fin de prise nous proposons le schéma suivant :

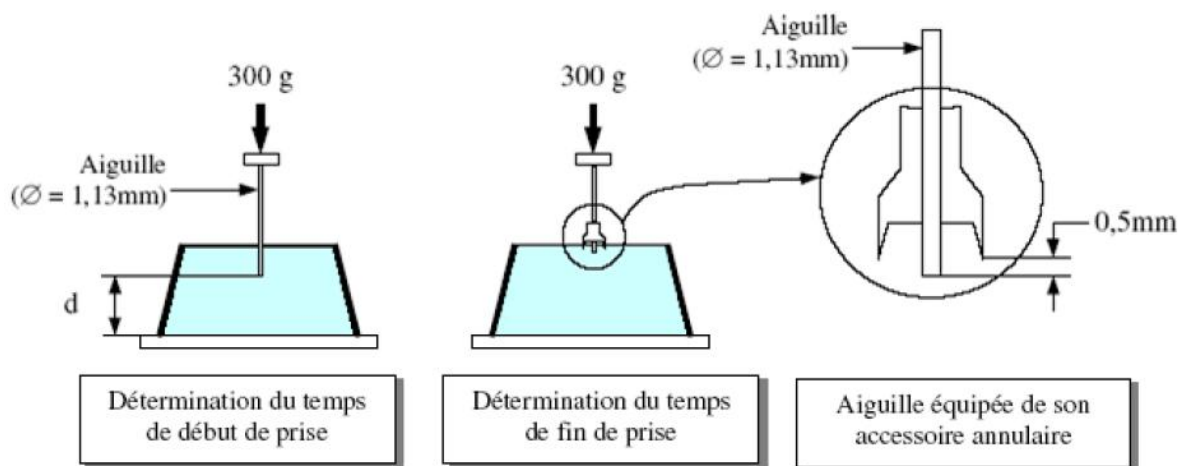


Fig. II.16: schéma explicatif de l'essai sur le début et la fin de prise.

L'objectif visé dans cet essai est la mise en évidence de l'évolution de la rigidification de la pâte pouzzolane+chaux+eau sous différentes conditions thermiques et chimiques. L'essai de prise a été effectué sous différentes combinaisons de température de cure et d'activateurs chimiques. La soude (NaOH), le gypse ($Na_2SO_4 \cdot 2H_2O$) et le sel (NaCl) sont les activateurs chimiques ayant été rajoutés au mélange de base pouzzolane+chaux+eau à des pourcentages variant de 4% et 8% de la masse de l'eau de gâchage. La conservation des corps d'épreuve a été réalisée sous différentes conditions thermiques : 20 °C, 40 °C et 80 °C figure (II.18).



Fig. II.17 : essai de prise sous température.

II. 5. 2. Prédiction de la réaction pouzzolanique par l'essai Chapelle

L'essai de chapelle fait l'objet d'un contrôle d'une réaction pouzzolanique.

II.5.2.1. Objectif de l'essai

Le but de l'essai consiste essentiellement à contrôler la réaction pouzzolanique en déduisant la quantité de la chaux $\text{Ca}(\text{OH})_2$ non-réagie avec la pouzzolane.

II.5.2.2. Matériels utilisés

Pour la réalisation de cet essai, nous avons besoin de :

- ✓ sept bouteilles en polyéthylène qui résiste à des hautes températures arrivant jusqu'à 120°C ;
- ✓ Une balance de haute précision ($e=0.001\text{g}$) ;
- ✓ Un fourneau ;
- ✓ Un récipient.

II.5.2.3. Préparation de la solution

Pour parvenir à la réalisation de l'essai Chapelle, nous avons procédé à la préparation des solutions avec lesquelles nous allons remplir les bouteilles.

Au premier, nous avons rempli les bouteilles avec 200g d'eau distillée. Nous avons pesé en parallèle 1g de pouzzolane, 1g de chaux ainsi que l'ensemble des activateurs chimiques selon les concentrations suivantes : 4% et 8% de la quantité d'eau utilisée, ce qui donne respectivement 5,67g et 11,34g de chaque activateur à l'aide d'une balance de haute précision.

Une fois accommodées les quantités nécessaires pour cet essai, nous avons procédé à l'introduction de la chaux dans les bouteilles remplies d'eau. Après agitation jusqu'à dissolution totale de la chaux, nous avons rajouté la pouzzolane suivie de l'activateur à la solution, puis nous avons repris avec l'agitation jusqu'à obtention d'une solution homogène. Fait notable : lors de l'agitation des solutions, nous avons remarqué un gonflement des bouteilles contenant de la soude (NaOH), avec surélévation de leurs températures suivie d'une forte effervescence, choses également constatées sur les bouteilles contenant le sel (NaCl). Quant aux bouteilles contenant le gypse ($\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$), rien de remarquable ne s'est présenté.

À la fin, nous avons mis les bouteilles dans un bain marie en les laissant bouillir pendant 16 heures (figure II.18). Veillant à rajouter de l'eau au récipient à chaque fois que son niveau diminue, du fait de la vaporisation, il est aussi impératif de faire attention à ce que les bouteilles ne touchent pas la surface intérieure du bain.



Fig. II.18 : Bouteille en polyéthylène contenant une solution dans un bain marie.

II.5.2.4. Filtration et titration du produit

Après 16 heures d'ébullition, nous avons filtré les solutions à l'aide d'une pompe aspiratrice et des filtres, pour ensuite faire l'objet d'une titration (figure II.20).

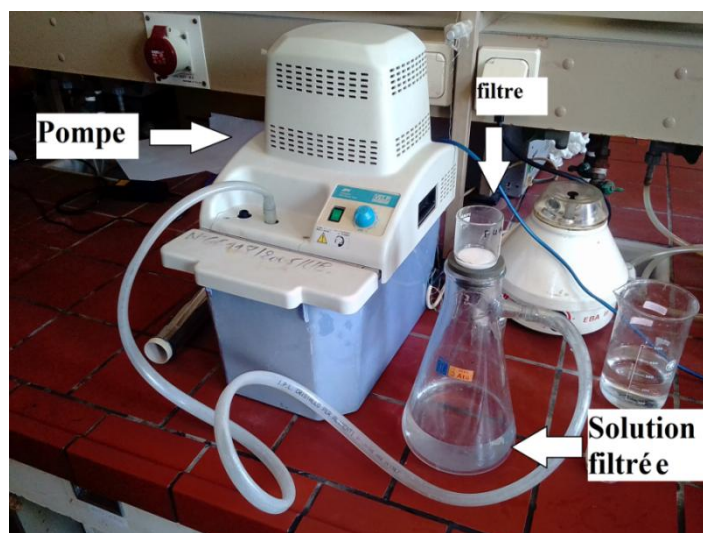


Fig. II.19 : Système de filtration avec l'appareillage utilisé.

Après confirmation que notre solution est basique via un papier pH, nous avons utilisé quelques gouttes de phénophtaléine dans l'objectif de contrôler la titration qui est un indicateur coloré dont la présence dans une solution basique se reconnaît à une couleur rosâtre (figure II.20).



Fig. II.20 : Solution basique en présence du phénophtaléine.

Nous avons ensuite versé goutte à goutte une solution de HCl de concentration réduite à 1N obtenue à partir d'une solution mère de concentration 12N avec la formulation $C_1V_1=C_2V_2$. En agitant à chaque fois la solution dans le bicher jusqu'à ce que la solution rosâtre perde sa couleur et devienne transparente (fig.18). Cette phase, nommée « *point d'inflexion* » est celle d'équilibre. On peut dès lors lire le volume de HCl (1N) versé dans les

50 ml de la solution filtrée. La concentration de la chaux dans la solution titrée est ensuite déduite par la formule $C_1V_1=C_2V_2$.

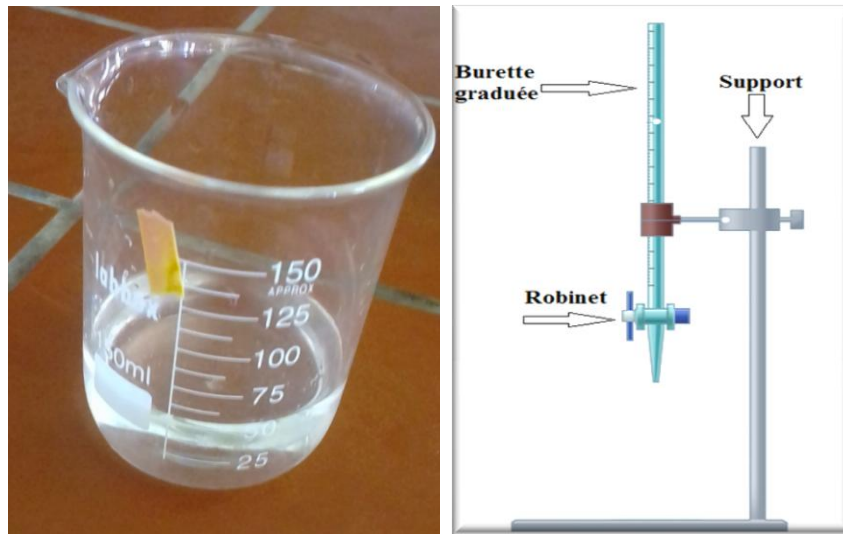


Fig. II.21 : Solution titrée de couleur transparente.

Nous avons ensuite calculé la quantité de Ca(OH)_2 dans la solution par des résultats obtenus comme suit :

$$\text{On a: } C = \frac{1 \text{ mol/l} + V(\text{HCl})\text{ml}}{V \text{ de solution}}$$

$$\text{Et: } C = \frac{\text{masse de Ca(OH)}_2}{\text{Masse molaire de Ca(OH)}_2} \times \frac{1}{\text{Volume de solution}}$$

$$\text{Donc: } m = C \times M \times V$$

Avec :

- C : concentration de Ca(OH)_2 dans la solution.
- m : masse de Ca(OH)_2 non réagi dans la solution.
- M : masse molaire de Ca(OH)_2 égale à 74.093g/mol.
- V : volume de la solution titrée : 5ml.

II.6. Analyse par spectrométrie infrarouge à transformer de Fourier (IRTF)

La spectrométrie IRTF est une méthode d'essai répondant parfaitement aux exigences d'un diagnostic rapide et pertinent. Il est toutefois souhaitable qu'elle soit confortée par d'autres investigations.

Dans le cadre d'une première approche d'expertise sur un matériau inconnu, elle fournit une multitude d'informations à travers le spectre d'absorption, d'émission, la photoconductivité ou la diffusion Raman dans l'infrarouge d'un échantillon solide, liquide ou gazeux.

II.6.1. Objectif de l'analyse

Le but de toute spectroscopie d'absorption est de mesurer la quantité de lumière absorbée par un échantillon, en fonction de la longueur d'onde. La technique la plus simple pour le faire est celle que nous avons utilisée, nommée « *spectroscopie dispersive* », servant à illuminer l'échantillon à l'aide d'un faisceau de lumière monochromatique de longueur d'onde donnée, mesurer combien de lumière est absorbée, puis répéter l'opération pour différentes longueurs d'ondes.

II.6.2. Principe de l'analyse

Cette technique utilise un faisceau contenant une combinaison de multiples fréquences de lumière, et l'on mesure l'absorption par l'échantillon. Le faisceau est ensuite modifié pour contenir une combinaison de fréquences différentes. On mesure de nouveau l'absorption par l'échantillon, répétant de nouveau l'opération de multiples fois.

Une fois toutes les données collectées, un ordinateur les reprend pour les convertir de telle sorte qu'elles soient à portée de l'exploitation immédiate, calculables à rebours pour en déduire l'absorption à chaque longueur d'onde (lumière absorbée en fonction de la longueur d'onde).

II.6.3. Matériels utilisés

Les échantillons sont analysés par spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) en mode transmission avec un spectromètre de marque AGILENT TECHNOLOGIES Cary 630 FTIR (figure **II.22**).



Fig. II.22 : Appareil d'IRTF de l'université de Bejaia.

II.6.4. Protocole opératoires

Après la récupération des éprouvettes soumises à l'essai d'écrasement, nous avons récupéré les cœurs des cubes analysés, puis nous les avons broyer à une granulométrie inférieure pour pouvoir les mettre dans l'appareil IRTF qui fait l'objet d'un diagnostic par infrarouge en transmettant les résultats sur un ordinateur qui les décrypte via un logiciel nommé PANORAMA 3.1, les résultats obtenus sont exprimés par des graphes.

II.7. Résistance à la compression

La résistance à la compression est l'une des propriétés mécaniques les plus importantes à connaître dans les matériaux de construction. Elle se mesure par des essais d'écrasement conditionnés par des normes. Pour cela, nous avons fait appel à la norme NF EN 196-1 qui décrit précisément le protocole opératoire de cet essai, réalisé sur des prismes de $40 \times 40 \times 40 \text{ mm}^3$ récupérés après 28 jours de cure à différentes températures (20°C, 40°C, 80°C).

Nous avons ensuite procédé à l'écrasement de ces échantillons par une presse de compression à béton munie d'un mécanisme spécial pour les mortiers (figure **II.23**).



Fig. II.23: Presse de compression à béton avec mécanisme spécial pour échantillons cubiques 40x40x40 mm³.

À la fin de l'essai, les échantillons sont rompus à cause d'une force exercée par la presse appelée F_C (charge de rupture) exprimée en N (newtons) sur l'afficheur de l'appareil et elle rentre dans le calcul de la contrainte R_C qui sera exprimée en MPa (méga pascal) comme suit :

$$R_c (MPa) = \frac{F_c (N)}{b^2 (mm^2)}.$$

II.8. Conclusion

Ce deuxième chapitre est une explication de la partie pratique de notre travail, à savoir la préparation des matériaux et des pâtes, matériels utilisés ainsi que le déroulement expérimental des différentes techniques d'investigations qui servent particulièrement à la caractérisation physico-chimique et mécanique de la pouzzolane sujette d'étude. La maîtrise de ces méthodes demeure très essentielle pour une bonne manœuvrabilité expérimentale d'ailleurs elle passe par une profonde connaissance des modes opératoires orientés essentiellement par des normes internationales figurantes sur cette partie.

chapitre III

Résultats et discussions

III.1. Introduction

Le chapitre précédent a été un passage en revue de l'ensemble des essais effectués, notamment la manière dont ils s'étaient déroulés, le matériel utilisé pour mener à bien tous ces tests, procédés qui ont rapproché l'imprégnation des interrogations véhiculées essentiellement par notre thématique. Il sera question, dans ce troisième chapitre, de la présentation des résultats des procédures expérimentales déjà citées, accompagnées des discussions des résultats en termes d'influence de l'activation chimique et thermique sur la demande en eau, la prise et la résistance à la compression des échantillons.

III.2. Demande en eau

À l'issue de plusieurs essais sur la consistance normalisée escomptant obtenir un rapport E/L optimal pour le mélange (pouzzolane+ chaux+ eau), il nous a paru plus opportun d'opter pour une relation de $E/L = 0.63$. Elle a effectivement donné un enfoncement $e = 34 \text{ mm}$, répondant ainsi à l'exigence normative EN 196-3 [51] structurante de cet essai.

III.3. Essai de prise

Afin de traiter l'effet d'activation thermique et chimique sur la prise des pâtes (150g pouzzolane+ 150 g de chaux+ 189g d'eau), nous avons conditionné les mélanges contenant les différents activateurs avec des concentrations variées (activation chimique) dans des étuves réglées à différentes températures (activation thermique). Les résultats de ces essais sont figurés sur les tableaux ci-après :

III.3.1 Essai de prise sous activation thermique

Les temps de prise des pâtes chaux-pouzzolane dépourvues d'activateur chimique et conservées sous différentes conditions thermique sont restitués ci-après (tableau III.1).

Tableau III.1 : Résultats de l'essai de prise sous activation thermique seulement.

		20° C	40° C	80° C
Témoin	Début de prise (h)	32	5.67	2.80
	Fin de prise (h)	Non observé	7.27	3.75

La déduction tirée du recoupement des données de ce tableau (III.1) nous a donné à constater que la température de cure participe à l'accélération de la prise des pâtes testées. D'ailleurs, à température ambiante, le début de prise n'a été enregistré qu'après 32h d'attente. Ce temps a grandement diminué, de 26 à 28 heures environ, les ambiances réglées à 40 °C et 80 °C respectivement. La même remarque prévaut pour le temps de fin de prise où nous enregistrons l'impact de la température de cure sur la fin de prise, que nous estimions très favo-

nable sur 80°C et 40°C par rapport à l'échantillon-témoin (température ambiante). L'optimisation du temps de fin de prise est très remarquable. L'augmentation de la température de cure à 40°C, qui n'avait pris que 96 minutes (1h et 36 minutes) seulement entre le début et la fin de prise, s'en trouva encore plus comprimée (à 57 minutes) lors d'un conditionnement à 80°C. Le gain de temps ainsi réalisé est de 55% consécutivement à ce saut de 40°C à 80°C. Nous pourrions tout à fait conclure en ce cas que la relation activation thermique/temps de prise est corrélationnelle. Le liant pourrait donc être qualifié de « lent » selon la norme EN 196-3+A1 [52].

III.3.2 Essai de prise sous activation chimique

Le tableau ci-après (III.2) nous renseigne sur les temps de prise des pâtes chaux-pouzzolane contenant différents dosages d'activateurs chimiques et conservées sous température ambiante.

Tableau III.2 : Résultats de l'essai de prise sous activation chimique seulement.

20° C			
Activateur	Concentration(%)	Début de prise (h)	Fin de prise (h)
NaOH Soude	4	12	26.5
	8	5.5	18
NaCl Sel	4	29	48.5
	8	21	40.17
Gypse	4	19	28
	8	13	20

En comparant la prise de la pâte dépourvue d'activateurs chimiques et soumise à la température ambiante de 20 °C tel qu'indiquée *supra* (Tableau III.1), on peut conclure que l'ajout de l'un des activateurs chimiques utilisés dans l'essai est primordial pour l'amélioration de la prise du mélange suite à la bonne contribution de l'activation chimique sur l'optimisation du temps de prise.

La soude (NaOH) se sera illustrée en tant qu'activateur le plus efficace en regard des autres employés dans cet essai. À l'appui des résultats, sa présence quantitative revêt une importance évidente pour le mélange, rehaussant particulièrement son temps de prise. En outre, le passage d'une concentration de 4% à 8% revitalise le temps de début de prise de 54% tandis que celui de la fin de prise est de 32%.

Autre présence marquante dans le mélange, celle du gypse ($\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) s'illustra par sa contribution à l'amélioration du temps de prise, quoique légèrement en retrait sur celle fournie par l'emploi de la soude. L'optimisation du temps de prise est proportionnelle à la quantité

employée de ce matériau. C'est en augmentant la part de 4% de sa concentration au double (8%) que nous avons réussi à obtenir une accélération plus rapide, soit 31% du temps (épargné) de début de prise et 28% en fin de prise.

Le sel (NaCl) n'a pas manqué de se faire remarquer, dans le mélange, comme activateur chimique d'une certaine efficacité, mais plus réduite que les deux précédents toutefois. Cela nous met en mesure d'écarter la possibilité que la pâte puisse être activée chimiquement avec des concentrations de sel utilisées dans la procédure expérimentale à température ambiante, en raison du temps pris aussi bien pour le début que la fin de la prise.

En conclusion, la fluctuation du temps de prise est nettement en fonction de la nature de l'activateur chimique tout autant que de sa proportion dans la pâte. Toutefois, la prise des pâtes chaud-pouzzolane-activateur chimique demeure remarquablement retardée.

III.3.3 Essai de prise sous combinaison chimique et thermique

Le tableau suivant (III.3) nous donne à voir les divers temps de prise des pâtes chaud-pouzzolane contenant différents dosages d'activateurs chimiques et conservées sous différentes ambiances thermiques.

Tableau III.3 : résultats de la combinaison thermique et chimique sur le temps de prise.

Activateur	Concentration (%)	20 °C		40 °C		80 °C	
		Début de prise (h)	Fin de prise (h)	Début de prise (h)	Fin de prise (h)	Début de prise (h)	Fin de prise (h)
NaOH	4	12	26.5	1.95	4.12	1.17	1.42
	8	5.5	18	1.67	3.42	0.83	0.91
NaCl	4	29	48.5	4.5	6	2.67	3.34
	8	21	40.17	3	3.5	1.75	2
Gypse	4	19	28	4	9	2.5	3.29
	8	13	20	2.25	7	1.59	2.16
Témoin	-	32	N-obs.	5.67	7.25	2.80	3.75

Dans l'objectif d'approfondir les évaluations du temps de prise dans des contextes d'activation chimiques et thermiques différentes, il s'était imposé une analyse qui fût l'objet de combinaison entre deux activations. Les résultats sont rapportés dans le tableau *supra* (Tableau III.3

S'en trouvent ainsi corroborés les résultats avancés précédemment au sujet de la plupart des interprétations sur le rôle que remplit l'activation chimique et thermique dans l'amélioration du temps de prise du mélange. D'ailleurs, nous constatons que les trois activa-

teurs chimiques répondent favorablement avec l'ensemble des températures en matière de réduction du temps de prise.

La soude (NaOH) a confirmé la prévalence de son statut d'activateur, de loin le plus efficace que tous les autres. Réduisant les 330 minutes de temps de fin prise à moins d'un tiers (100 minutes), passant de 20°C à 40°C, le temps se réduit encore de moitié (49 minutes) à 80°C. Le gain de temps global ainsi obtenu se situe dans la fourchette appréciable de 281 minutes.

Le talonnant de près, le gypse ($\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) plaide son efficacité d'activateur chimique, mais toute relative. L'accélération de la prise, sous son impulsion, dans cette combinaison, se situe en début de prise à 780 minutes à 20°C, allant en diminuant jusqu'à 135 minutes à 40°C, atteignant jusqu'à 95 minutes à 80°C. L'optimisation obtenue est de 685 minutes (11h) du temps de début de prise.

Le sel (NaCl), contrairement à son comportement à température ambiante, s'est efforcé de s'identifier comme activateur chimique à influence décisive sur le temps de prise dans cette combinaison. Il a effectivement pu réduire le temps de début de prise à température ambiante de 1260 minutes (21h) à seulement 180 minutes (3h) à 40°C, ensuite à 105 minutes seulement à 80°C.

Ces interprétations n'excluent pas, pour autant, le temps de fin de prise, sachant qu'il se réduit aussi avec l'augmentation de la quantité d'activateurs chimiques et la température de cure. Le perfectionnement du temps de prise tient également à l'effet combinatoire (activation chimique + thermique). Il est donc évident que l'association de l'activation chimique et thermique opère avantageusement sur le temps de fin de prise, chose remarqué unanimement sur l'ensemble des échantillons différemment activés.

La soude (NaOH), dans son rôle d'activateur soumis à diverses températures, a contribué à réduire le temps de fin de prise. À température stationnaire à 40 °C, le temps de fin prise enregistré s'avéra être de 105 minutes (2h et 15minutes). Ramenant cette température à sa moitié (20 °C) de cure, la fin de prise passe à 750 minutes (12h et 50 minutes). Le gain de temps sur la fin de prise affiche 645 minutes (11h et 15minutes) à l'actif de l'optimisation. À 80°C, par contre, il s'arrogea le record (5 minutes) du temps de fin de prise. L'accélération porte donc sur 100 minutes (1h et 40 minutes) par rapport à la température précédente (40°C). L'efficacité du NaOH est donc incontestablement établie en termes d'amélioration de temps de prise du matériau. L'impact avantageux induit par l'activation combinée (chimique + thermique) sur le temps de fin de prise s'est de même exprimé sur l'échantillon activé avec le sel (NaCl). La réduction du temps de fin de prise, chutant de 1150 minutes (19h et 15 mi-

minutes) à 285 minutes (5h et 15 minutes) est provoquée par le bond de la température de cuisson, passée de 20°C au double (40°C). Le temps de fin de prise touche les 15 minutes à 80°C. L'économie de temps faite de la sorte est substantielle : 1135 minutes (19h).

Venant en ordre décroissant en termes d'efficacité, l'activation combinée (chimique+thermique) de l'échantillon de gypse, à l'épreuve du même saut (de 20°C à 40°C), réduit presque de moitié le temps de fin de prise, soit de 420 minutes (7h) à 285 minutes (5h et 15minutes) avant de retomber à seulement 35 minutes à 80°C de température de cure. Le profit chronologique ainsi permis totalise 385 minutes (6h et 40 minutes) dans l'optimisation du temps de fin de prise.

En conclusion, la combinaison de l'activation chimique et thermique améliore le temps de prise du mélange et délivre des résultats nettement avantageux pour l'optimisation de la prise.

III.4. Essai de Chapelle

III.4.1. Volume de HCl ajouté

Les volumes de HCl ajoutés à la solution filtrée afin d'atteindre le point d'inflexion sont présentés dans le tableau ci-après.

Tableau III.4 : Volume de HCl ajouté pour atteindre le point d'inflexion.

Activateur	Pourcentage	Volume de HCl (ml)			
		V1	V2	V3	V moyen
Témoin	-	0,2	0,2	0,2	0,2
NaOH	4	5	5,2	5	5,07
	8	7,3	7,2	7,3	7,26
Gypse	4	0,7	0,7	0,7	0,7
	8	1	1	0,9	0,97
NaCl	4	1,7	1,8	1,8	1,76
	8	1	1	1	1

Tel que le tableau (III. 4) le donne à constater, le volume d'HCl ajouté aux différentes solutions pour atteindre le point d'inflexion varie d'un activateur à un autre. Le volume enregistré dans la solution contenant la soude (NaOH), important, s'explique par le fait que la soude est basique. Le point d'inflexion est par contre rapidement obtenu en raison du volume minuscule du HCl versé dans la solution dépourvue d'activateur (témoin). Le même volume demeure élevé par rapport au témoin comme on le remarque sur les deux autres solutions contenant le gypse et le sel.

III.4.2. Quantité de chaux réagie et non-réagie

Après un calcul effectué suivant la méthode déjà expliquée au chapitre précédent, nous avons obtenu des quantités de chaux réagie et non réagie exprimées en pourcentage (%) en fonction des différents activateurs et leurs concentrations. Le tableau III. 5 nous renvoie aux détails des résultats des calculs.

Tableau III.5 : Activateurs et dosage de la chaux réagie et non-réagie.

activateur	témoin	NaOH		Gypse		NaCl	
Pourcentage %	-	4	8	4	8	4	8
$V_{HCl}(ml)$	0,2	5,07	7,26	0,7	0,97	1,76	1
$C_{CaOH_2} (mol/l)$	0,04	-	-	0,14	0,194	0,352	0,2
Chaux non-réagie %	1,48	-	-	5,18	7,18	13,04	7,40
Chaux réagie %	98,51	-	-	94,81	92,81	86,96	92,60

Le taux de chaux réagie dans l'échantillon contenant uniquement la pouzzolane avec la chaux (sans activateur chimique) est très important, évalué à 98,51% par rapport aux autres échantillons activés chimiquement. La chose à déduire de là est que notre matériau recèle des caractéristiques pouzzolaniques très élevées, critère considéré comme atout dans les pouzzolanes. En ce cas, l'activation chimique avait jugulé l'optimisation de la réaction pouzzolanique, ce qui ne l'empêche pas, en d'autres cas, d'opérer à l'inverse, en la renforçant.

L'incorporation d'une infime quantité de gypse (4%) a su venir à bout de la quantité de chaux à hauteur de 94,81 %, augmentant même la quantité de cet activateur à 8%. Rien de bien nouveau n'est à remarquer dans la cette réactivité, diminuant encore la quantité de chaux réagie à 92,81%. Il est clair que l'idée de réaction pouzzolanique s'en trouve ici éliminée des hypothèses, elle n'est pas optimisée par les quantités de gypse utilisées.

Dans le même contexte, la présence du sel (NaCl) n'a pas été bénéfique pour l'objectif d'améliorer la pouzzolanité du matériau, chose dont l'évidence est apparue à travers la comparaison du taux de chaux réagie de l'échantillon témoin évaluée à 98,51% à celles des échantillons contenant du sel à des concentrations différentes. La présence de cet activateur a d'ailleurs diminué de 4% la quantité de chaux réagie, la ramenant jusqu'à 86,96%. L'augmentation même de cette proportion à 8% a contribué à réduire le taux de chaux réagie à 92,60%.

Quant aux échantillons activés par la soude (NaOH), la titration n'a pas non plus permis de déduire la concentration de Ca^{2+} . L'estimation du taux de chaux non-réagie reste donc encore

hors de portée dans le contexte de basicité de l'activateur en question. Nous allons devoir pour ce faire en appeler à quelque autre méthode susceptible d'efficacité pour le traitement de cette question.

L'affirmation émergeant de ces résultats en guise de conclusion tend clairement à souligner le déficit d'efficacité de ces activateurs, utilisés à fin de perfectionner cette réactivité pouzzolannique, du moins nous contenterions-nous de ce postulat jusqu'à preuve du contraire.

III.5. Analyse par spectrométrie infrarouge à transformateur de Fourier (IRTF)

III.5.1 Dénomination des échantillons utilisés

Pour éviter tout chamboulement des résultats et assurer une interpolation organisée lors de leurs traitements, nous proposons les abréviations figurées sur le **Tableau III.6** accompagnées par les natures des activateurs, leurs concentrations ainsi que les températures de cure.

Tableau III.6 : Dénomination des échantillons utilisés pour IRTF.

		20 °C	40 °C	80 °C
Activateur	Pourcentage %	Abréviation	Abréviation	Abréviation
Témoin	–	20C TM	40C TM	80C TM
NaCl	4	20C SL4%	40C SL4%	80C SL4%
	8	20C SL8%	40C SL8%	80C SL8%
Gypse	4	20C GY4%	40C GY4%	80C GY4%
	8	20C GY8%	40C GY8%	80C GY8%
NaOH	4	20C NH4%	40C NH4%	80C NH4%
	8	20C NH8%	40C NH8%	80C NH8%

Les résultats d'analyse par spectrométrie infrarouge à transformateur de Fourier (IFTR) sont présentés en fonction des différentes températures de cure sous forme de graphes comme indiqué ci-dessous.

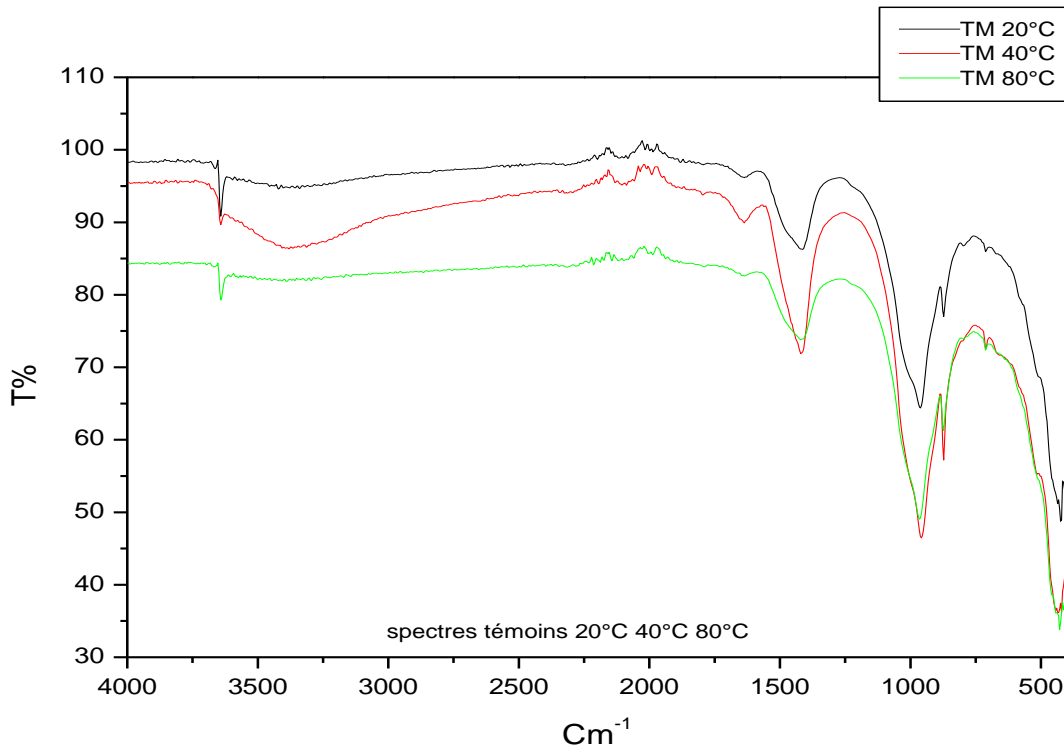


Figure III.1 : spectres IRTF des échantillons témoins à plusieurs températures de cure.

En comparant le graphe du témoin à 20°C de cure aux autres témoins activés thermiquement (**Fig. III.1**), la constatation première est que le comportement vibratoire du spectre du témoin à 80°C est typiquement identique à celui de l'échantillon à 20°C. D'ailleurs, les spectres de 20C TM et 80C TM attestent de la présence d'hydroxyde de calcium $\text{Ca}(\text{OH})_2$ marquée par la vibration O-H à 3641 cm^{-1} caractérisée par une bande fine[53], de même qu'un triplé à 1420 cm^{-1} , 876 cm^{-1} et 712 cm^{-1} remarquables sur les spectres 20C TM et 80C TM qui caractérisent les vibrations d'élongation de la liaison C-O, accompagnés des harmoniques à 2975 cm^{-1} , 2875 cm^{-1} , 2515 cm^{-1} et 1772 cm^{-1} qui indiquent la présence de carbonate de calcium (CaCO_3) dû à la carbonatation naturelle du liant lors du malaxage (carbonatation de la portlandite) [54]. Les pics restants des mêmes spectres sous formes de bandes larges et intenses signalent la présence de silicates marquées par la vibration Si-O à 965 cm^{-1} et 961 cm^{-1} . La différence entre les deux spectres indiqués et celui de 40C TM réside dans la disparition du pic à 3641 cm^{-1} (20C TM et 80C TM) et l'apparition d'une bande de 1636 cm^{-1} (40C TM) justifiée par la formation de silicates de calcium hydratés (C-S-H) dus à la réaction de la portlandite avec la pouzzolane.

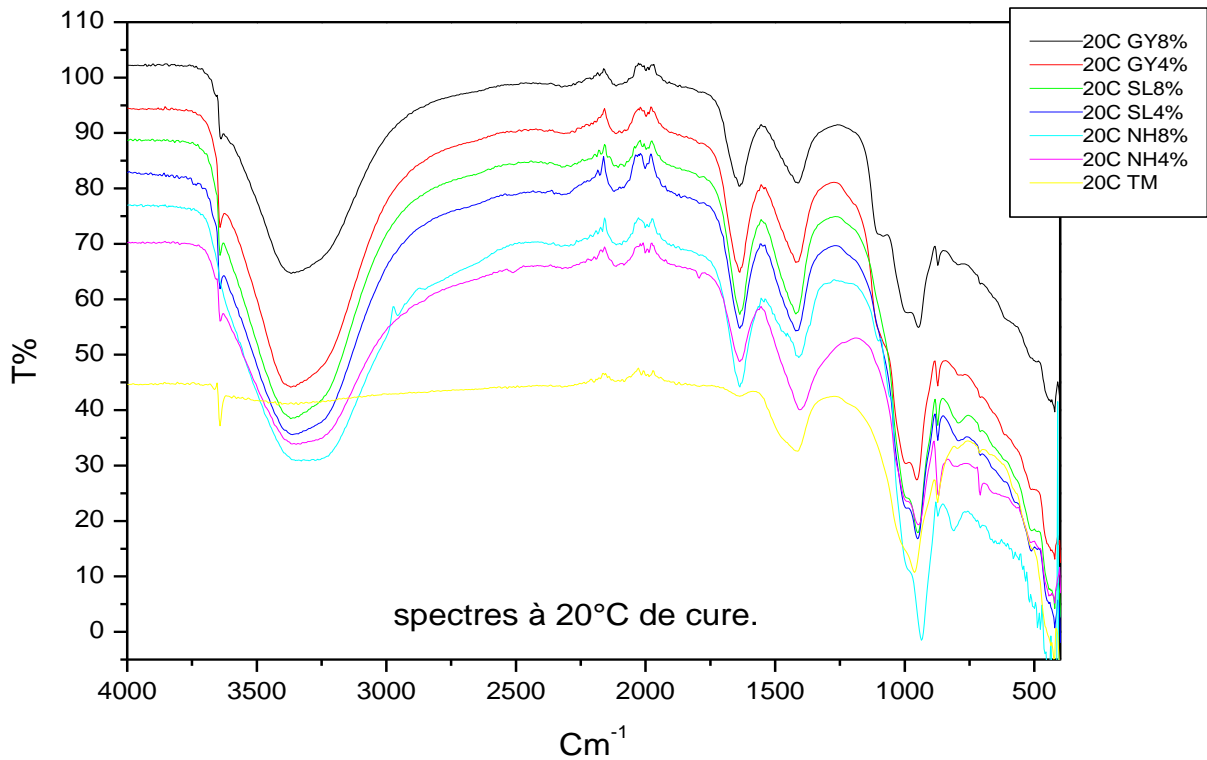


Fig. III.2 : spectres IRTF des échantillons à plusieurs activations chimiques.

Au premier coup d'œil donné à la figure (III.2), on ne manquera pas de constater la grande semblance entre les spectres des échantillons activés chimiquement par différents activateurs à plusieurs concentrations. Le spectre 20C TM, exceptée une seule dissemblance qui ne demeure pas sur le spectre témoin, correspond à la bande 3369 cm^{-1} qui caractérise l'apparition de l'eau constitutive témoignant de la présence des liants hydratés. Les mêmes remarques avancées précédemment sur l'interprétation des résultats de la figure III.1 sont constatés sur cette partie.

Pour pouvoir tirer au clair la question de l'effet combiné de l'activation chimique et thermique nous proposons les deux figures suivantes :

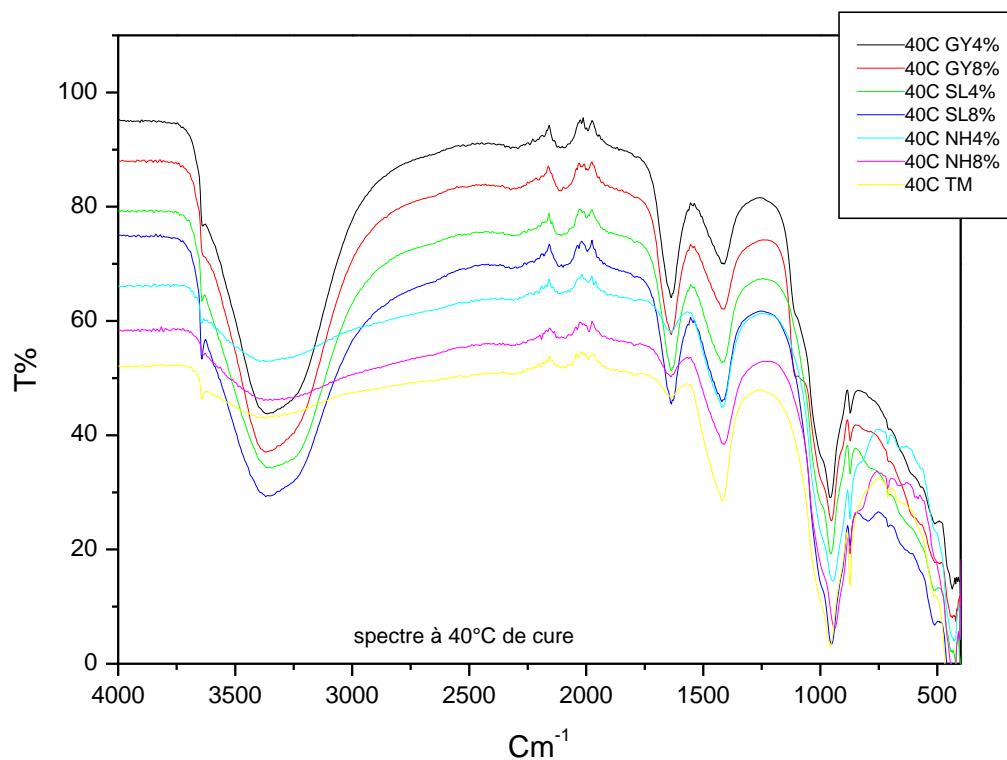


Fig III.3 : spectres IRTF des échantillons à activations combinées à 40°C.

Nous constatons que la bande 3362 cm^{-1} , significative de l'apparition de l'eau constitutive, est absente sur les trois spectres 40C TM, 40C NH4% et 40C NH8% (échantillons activés par la soude à 40°C). Hormis cette différence, l'ensemble des spectres sont identiques au spectre 40C TM aux pics précédemment identifiés lors de l'interprétation des résultats de la figure (III.1).

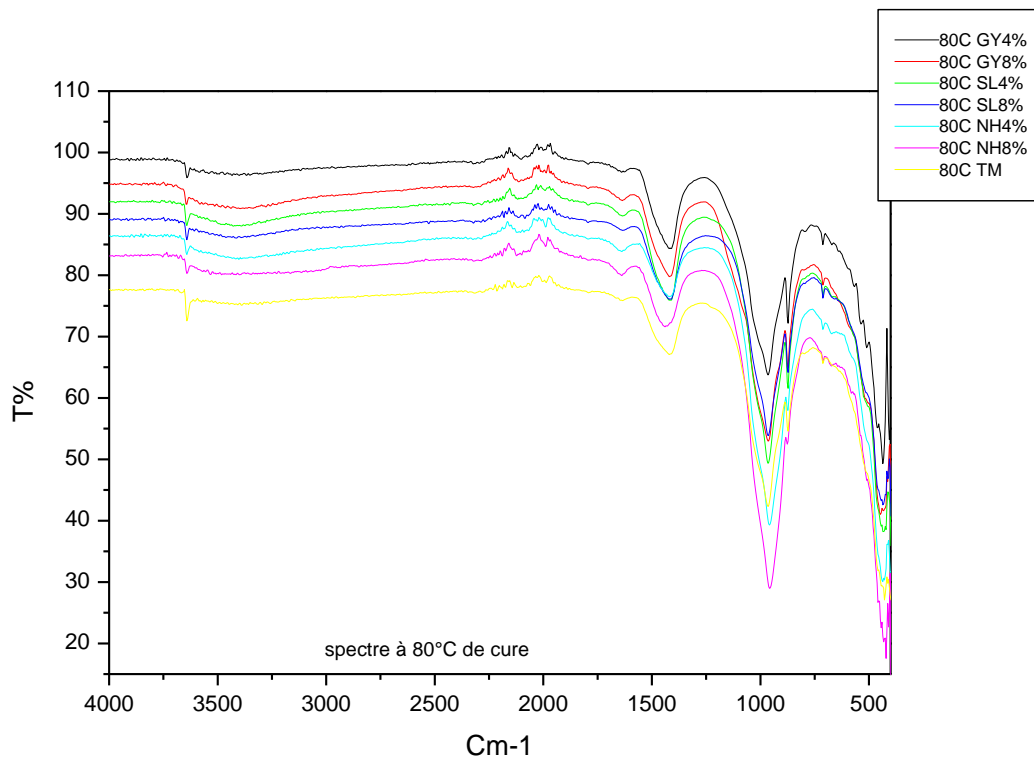


Fig III.4 : spectres IRTF des échantillons à activations combinées à 80°C.

La totalité des spectres sont identiques, y compris celui de 80C TM traité auparavant lors d'interprétation des résultats des spectres des échantillons témoins figurant sur la figure III.1. Les mêmes observations restent valables pour cette présente figure.

En conclusion, cette technique nous a permis un diagnostic physico-chimique de la pouzzolane utilisée ainsi que son comportement pouzzolanique pendant sa réaction avec la chaux que ça soit sous activation chimique ou thermique. En outre cette analyse doit être consolidée par une profonde recherche bibliographique à cause de la sensibilité des résultats qu'elle offre. D'autre technique font l'objet de fortification des résultats d'analyse de cette méthode à titre d'exemple la DRX que nous considérons de complémentaire à celle utilisée.

III.6. Résistance à la compression

Dans le but d'étudier l'effet de l'activation chimique et thermique ainsi que leur combinaison sur la résistance à la compression du matériau, nous présentons les résultats de l'essai d'écrasement organisés sous forme d'histogrammes afin de faciliter les lectures et mettre en avant l'apparition de l'influence et la l'interaction de chaque paramètre sur le comportement de résistance des échantillons de 40*40*40 mm³.

III.6.1 Résistance à la compression sous activation thermique

Les résultats de la résistance à la compression sous activation thermique seulement sont illustrés sur la **Fig III.5** comme suit :

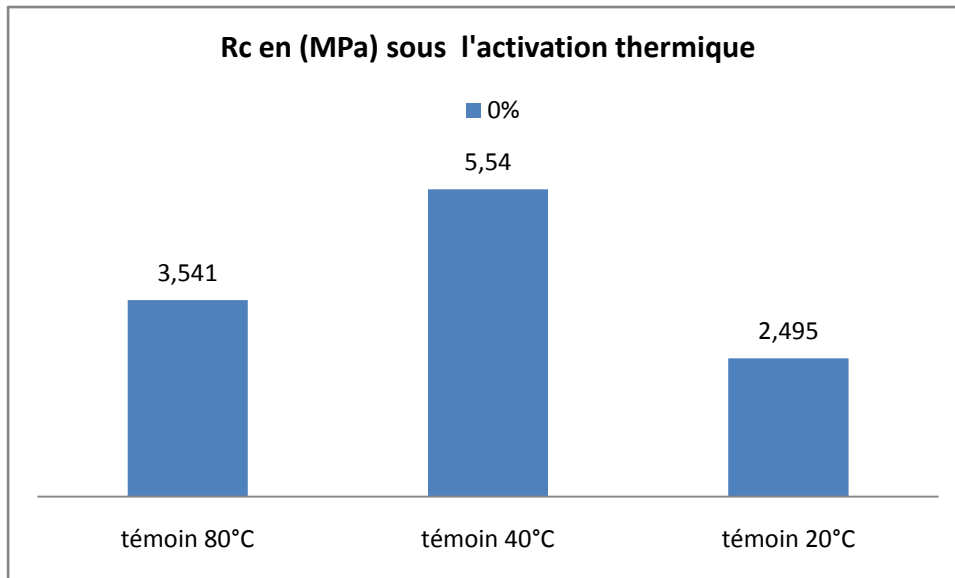


Fig III.5 : Résistance à la compression sous l'effet d'activation thermique.

Les résultats obtenus montrent l'impact de l'activation thermique sur la résistance mécanique du matériau. Une influence qui peut être convenable de part et funeste d'autre part. D'ailleurs l'augmentation de la température de cure de 20°C à 40°C a offert un gain de résistance évaluée à 55% pour le matériau, tandis que le passage à une température de cure plus élevée (80°C) s'est avéré désavantageux où nous avons remarqué une réduction de 36% en terme de résistance à la compression de l'échantillon témoin. Pour cela le choix d'une température de cure optimale est primordial pour l'obtention d'un matériau à résistance de qualité.

III.6.2. Résistance à la compression sous activation chimique

Les résultats de cette activation sont exprimés par un histogramme sur la figure suivante :

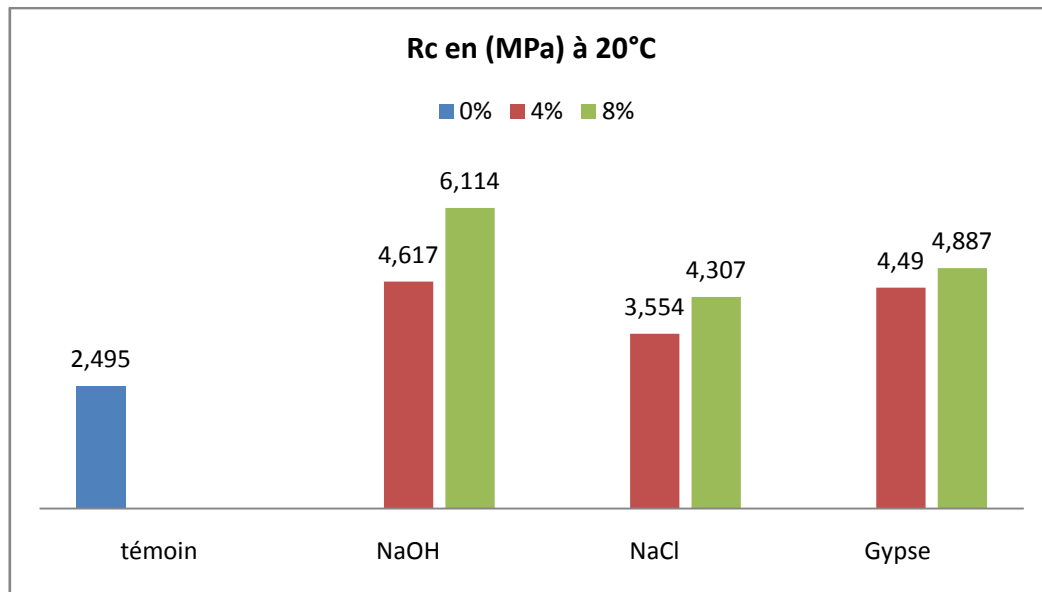


Fig III.6. Résistance à la compression des échantillons activés chimiquement.

La comparaison de la résistance mécanique de l'échantillon témoin avec celles des échantillons activés chimiquement, met en évidence la contribution de l'activation chimique dans l'optimisation de la résistance à la compression du mélange étudiée (pouzzolane+chaux). La présence des activateurs en termes de quantité est très importante dans l'amélioration de la résistance mécanique des échantillons.

D'ailleurs, l'augmentation de la concentration de la soude (NaOH) de 4% à 8% dans le mélange est accompagnée par une hausse de la résistance mécanique de l'échantillon offrant ainsi un gain de résistance évaluée à 25%.

Le gypse s'est identifié comme un activateur chimique efficace par sa contribution à l'amélioration de la résistance mécanique, sa présence en proportion élevée est incontestablement favorable à la résistance du matériau, d'ailleurs c'est qu'en augmentant la part de 4% de sa concentration au double (8%) que nous avons réussi à avoir une amélioration de la résistance avec un profit estimé à 8% qui est en retrait en le comparant avec celui obtenu par l'emploi de la soude.

Le sel (NaCl) n'a pas manqué d'efficacité sur l'optimisation de la résistance mécanique de son échantillon, son existence en quantité éminente dans le mélange induit à amélioration effective de la résistance à la compression du matériau, ce qui a été confirmé après le passage d'une concentration de sel infime (4%) à une autre supérieure (8%) en donnant un gain de résistance apprécié à 18%.

En conclusion, la contribution de l'activation chimique à l'optimisation de la résistance mécanique des matériaux dépend de la nature et la quantité de l'activateur chimique.

III.6.3. Résistance à la compression sous combinaison chimique et thermique

Les résultats de la résistance à la compression de la combinaison sont montrés sur la figure suivante :

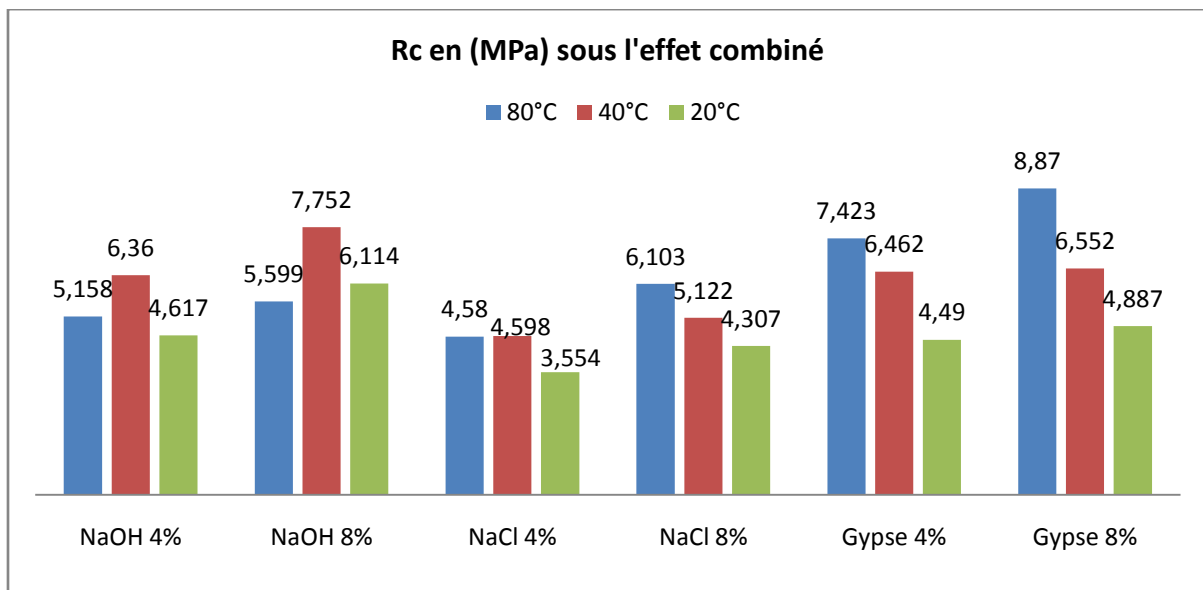


Fig III.7. Résistance à la compression sous l'effet de combinaison.

Dans le souhait d'élargir l'étude des effets chimiques et thermiques sur la résistance à la compression du matériau, une évaluation sur un sens combinatoire s'impose pour la satisfaction de l'analyse.

Les résultats étalés sur la figure (**Fig III.7**) corroborent les propos avancés précédemment sur les interprétations de l'activation chimique et thermique sur la résistance mécanique des échantillons analysés.

D'ailleurs l'impact positif de l'activation chimique et thermique s'est énergiquement manifesté sur l'échantillon contenant du gypse à 8% activé à 80°C produisant ainsi une résistance $R_C=8.87$ MPa, une valeur qui plaide l'efficacité du gypse dans l'amélioration des caractéristiques de la résistance à la compression, son incorporation à une concentration de 8% dans le mélange sous la température de 80°C nous offre un gain de résistance estimé à 72% par rapport à l'échantillon témoin (non-activé). Cette combinaison est considérée comme la plus efficace des autres en termes de résistance.

La combinaison NaOH 8% à 40°C de cure, n'a aucunement raté d'efficacité dans l'optimisation de la résistance mécanique du mélange, quoique légèrement en retrait sur celle fournie par l'utilisation du gypse. La soude affirme son comportement d'activateur à haute pointure sur la résistance mécanique de l'échantillon activé par la combinaison indiquée offrant ainsi une valeur $R_C=7.752$ MPa, soit une optimisation de 68% vis-à-vis l'échantillon non-activé (sans activateur, 20°C de cure).

La combinaison NaCl 8% à 80°C de cuisson, demeure aussi efficace à un degré plus mince par rapport aux autres combines avancées auparavant, d'ailleurs sa présence dans le mélange donne une résistance $R_C=6.103$ MPa participant d'ailleurs à l'augmentation de la résistance de l'échantillon par un profit de 59% par rapport à l'échantillon témoin.

Il est important à indiquer que la résistance à la compression du liant à l'âge de 28 jours est la moyenne des trois résultats obtenus pour chaque échantillon.

III.7. Conclusion

Les résultats obtenus après les séries expérimentales menées au laboratoire, nous ont permis de nous situer sur les effets de l'activation chimique, thermique ainsi que leurs combinaisons sur la demande en eau, la prise et la résistance mécanique des échantillons examinés, cette recherche doit prendre un horizon plus large en faisant appel à plusieurs méthodes d'analyses sur la thématique en question cela pour dégager des hypothèses pertinentes et des lectures consolidées par plusieurs résultats de recherche.

Conclusion et perspectives

Pour mener à bien l'objectif de notre projet de fin de cycle d'études, l'étude de l'effet de l'activation chimique et thermique ainsi que leur combinaison sur la réaction pouzzolanique, nous avons mené une étude expérimentale paramétrique afin d'évaluer l'influence du conditionnement chimique et thermique sur les caractéristiques physico-chimiques du matériau étudié.

La présentation des caractéristiques des matériaux utilisés, composition des mélanges et procédures expérimentales nous ont permis de mieux observer les résultats et de comprendre plus objectivement l'influence de l'activation chimique à travers la nature de l'activateur et sa concentration dans les échantillons sujets d'étude ainsi que l'activation thermique sous diverses températures de cure sur la demande en eau, temps de début et fin de prise, ainsi que la résistance mécanique, dont l'objectif visé était l'amélioration de la pouzzolanité du matériau.

Globalement, nous pouvons dresser un bilan des principales conclusions dégagées après l'analyse des résultats obtenus:

- La cure à haute température accélère la réaction pouzzolanique augmente la résistance à la compression et optimise le temps de prise ;
- L'utilisation du gypse comme activateur chimique sous haut conditionnement thermique a mené à l'augmentation de la résistance à la compression, résistance se renforçant à mesure qu'augmente le dosage du gypse ;
- Le sel participe légèrement à l'augmentation de la résistance mécanique à hautes températures de cure. Il se présente donc tout à fait en tant qu'activateur efficace et à la fois bon marché ;
- Les résultats de résistance à la compression obtenus par le NaOH sont considérés comme importants. Le pourcentage optimal en NaOH étant de 8% à 40 °C de température de cure. Le NaOH, cependant n'est pas sans inconvénient, sa caractéristique basique complique sa maniabilité, autrement dit son emploi.

Notre travail s'est focalisé sur la valorisation de la pouzzolane. L'utilisation de ce produit d'origine locale, par ailleurs disponible en abondance dans le centre du pays, se présente comme un avantage capital, celui d'amortir les coûts de fabrication du ciment tout en veillant à la préservation de l'environnement, passant essentiellement par l'impératif de prévenir, du moins de réduire les émissions du CO₂ et autres gaz toxiques, défi aujourd'hui quasi-mondial.

La perspective la plus intéressante sera de parvenir à opérer une supplantation partielle du ciment par la pouzzolane. La faisabilité de cette opération sera mise à portée par un travail de formulation d'un mortier ou un béton composé de pouzzolane chimiquement et thermiquement améliorée. Le succès sera un alliage réussi combinant une connaissance exacte de la nature de l'activateur chimique, son pourcentage précis dans le volume de la substitution, pourcentage optimal, ainsi que la température de cure idéale.

Table des références

- [1] Vénuat M. , "La pratique des ciments mortiers et bétons", 81-83, Edition du moniteur, (1989).
- [2] Srinivasan N.R, "Probable factors governing pozzolanic action", J. Sc. Ind. Research, 15 A, 500-504, (1956).
- [3] Bureau De Recherches Géologiques Et Minières(**BRGM**) et centres d'études techniques de l'Équipement(**CETE**) (1980)- Etude des réserves en matériaux pouzzolaniques à la périphérie nord-est de la chaîne des puys. Rapport BRGM and CETE.
- [4] Philippe Rocher géologue, BRGM Auvergne (livre).
- [5] **Philippe S., (2014)** Pouzzolanité, activité pouzzolanique et hydraulité, article publié sur www.doc.lerm.fr
- [6] L'activité pouzzolanique, bulletin de liaisons des laboratoires des ponts et chaussées, n°93,1978, pp. 66-69.
- [7] Chemistry of pozzolanic additions and mixed cements, in 6th International Congress on the Chemistry of Cement, Moscow, september 1974.
- [8] Le Roux, Zelwer, Dron, Salomon, "Ionic evolution of pore solution with alkalireactivity", 9th Int. Conf. on Alkali-Reaction in concrete (London), Vol 2, 607-613, (1992).
- [9] Urhan S., "Alkali silica and pozzolanic reaction in concrete. Part 1 : interpretation of published results and hypotheses concerning the mechanism", j.c.c.r., 1 (17), 141-152, (1987).
- [10] Malquori G., Portland-Pozzolan Cement, International Symposium on the Chemistry of Cement, 4, Washington, D.C, Paper VIII-3, 2, p983-1006, 1960.
- [11] Shi C., An overview on the activation of reactivity of natural pozzolans, Canadian journal of civil engineering, vol. 28(5), p778-786, 2001.
- [12] Revenu canadienne de genie civi,2001,28(5):778-786,<http://doi.org/10.1139/101-041>.
- [13] Semcha A., (2006) Valorisation des sédiments de dragage : Applications dans le BTP, cas du barrage de Fergoug, Université de Reims Champagne-Ardenne.
- [14] Professeur Chelouah, cours master I matériaux innovation, 2017, université de Bejaia.
- [15] Diop M.B., Boiro A., Jauberthie R., Bouguerra A., (2008), Traitement à la chaux des tufs volcaniques du Sénégal oriental, Activation de la réaction pouzzolanique par du phosphogypse, Université Cheikh Anta Diop de Dakar, Sénégal.
- [16] Vladimír Živica (2005) Effectiveness of new silica fume alkali activator ,Institute of Construction and Architecture of the Slovak Academy of Sciences, Dúbravská cesta 9, 845 03 Bratislava 45, Slovak Republic.
- [17] Roy D. M., Arjunan P. and Silsbee M. R., (2001) Effect of silica fume, metakaolin, and lowcalcium fly ash on chemical resistance of concrete, Materials Research Laboratory, The Pennsylvania State University, University Park, PA 16802, USA.

Table des références

- [18] Geryville D., (2010) Etude et amélioration de l'activité pouzzolanique de certains matériaux silicates pour une substitution partielle du clinker dans le ciment portland, mémoire d'ingénieur, Université sciences techniques d'Oran Mohamed Boudiaf.
- [19] Mielenz R.C., Witte L.P., Glantz O.J., (1949) Symposium on use of pozzolanic materials in mortars and concretes, San Francisco, pp. 43–91.
- [20] Sanz J., Madani, A., Serratos, J.M., (1988) Aluminum 27 and silicon 29 magic-angle spinning nuclear magnetic resonance study of the kaolinite–mullite transformation. Communications of the American Ceramic Society 71, C418–C421.
- [21] Alexander K.M., (1955) Activation of pozzolanic materials by alkali, Australian Journal of Applied Science 6 pp. 224–229.
- [22] Evaluation of mathematical models for the reduct of Ilmenite with char in rotary reactor, Indian institute of chemical engineers Vol.50 N.4 October-December 2008 99 pp. 312-322.
- [23] Shi C., Day R.L., (1996) Factors affecting early hydration characteristics of alkali–slag cements. Cement and Concrete Research 26 3, pp. 439–448.
- [24] Perlot C., (2005) Influence de la décalcification de matériaux cimentaires sur les propriétés de transfert : application au stockage profond de déchets radioactifs.
- [25] Shi C., Day R.L., (1995) Acceleration of the reactivity of fly ash by chemical activation. The University of Calgary Calgary, Alberta, Canada T2N 1 N4, Cement and Concrete Research, Vol. 25, No. 1. pp. 15-21.
- [26] Shi C., (1998) Pozzolanic reaction and microstructure development of activated lime–fly ash pastes. ACI Mater. 95 5, pp. 537–545 September–October.
- [27] Huizer A., Day R.L., Shi C., (1992) Activation of natural pozzolan for increased strength of low-cost masonry units, Proceedings of 6th Canadian Masonry Symposium, Vol. 2, Saskatoon, pp. 499–507.
- [28] **Martinez R.S, Palomo.A., (2001)** Microstructure studies on portland cement pastes obtained in highly alkaline environments. Cement and Concrete Research. Vol. 29, pp.1313–1321.
- [29] **Palomo A., Blanco-Varela M.T., Granizo M.L., Puertas F., Vazquez T., (1999)** Chemical stability of cementitious materials based on metakaolin. Cement and Concrete Research. Vol. 29 (7), pp.997-1004.
- [30] **Shi C., Day R.L (1995)**Acceleration of the reactivity of flyash by chemical. Cement and Concrete Research. Vol. 25, pp. 15-21.
- [31] Revue de la documentation, chapitre 1, classification des pouzzolanes, p18-19, université de Biskra.
- [32] Perraki T., Kontori E., Tsivilis S., Kakali G., The effect of zeolite on the properties and hydration of blended cements Cement & Concrete Composites 32 (2010) 128–133.

Table des références

- [33] Donatello S., Freeman-Pask A., Tyrer M., Cheeseman C.R., (2010) Effect of milling and acid washing on the pozzolanic activity of incinerator sewage sludge ash, *Cement & Concrete Composites* vol. 32 pp. 54–61.
- [34] Frattini N., *Ann. Chim. Applicata*, 39, 616–20 (1949)=Pliego de Prescripciones Técnicas Generales para la Recepción de Cementos RC-75(BOE n° 206 de 28 de agosto de 1975) EN 196-5 Standard (Pozzolanicity test for POZC).
- [35] British Standard Euronorm (BS EN) 196. (2005) Methods of testing cement. Part 5: Pozzolanicity test for pozzolanic cement.
- [36] Melle GERYVILLE Djohar :ETUDE ET AMELIORATION DE L'ACTIVITE POUZZOLANIQUE DE CERTAINS MATERIAUX SILICATES POUR UNE SUBSTITUTION PARTIELLE DU CLINKER DANS LE CIMENT PORTLAND, (p51-56).
- [37] Tseng YS., Huang CL., Hsu KC., (2005) The pozzolanic activity of a calcined waste FCC catalyst and its effect on the compressive strength of cementitious materials. *Cement and Concrete Research*; vol. 35 pp. 782-787.
- [38] Mostafa NY., El-Hemaly SAS., Al-Wakeef EI., El-Korashy SA., Brown PW., (2001) Characterisation and evaluation of the pozzolanic activity of Egyptian industrial by-products. I: Silica fume and dealuminated kaolin. *Cement and Concrete Research*; 31: pp. 467-474.
- [39] Shi C., Day R.L., (2000) Pozzolanic reactions in the presence of chemical activators: Part I. Reaction kinetics. *Cement and Concrete Research* Vol. 30, pp. 51–58.
- [40] Agarwal SK., (2006) Pozzolanic activity of various siliceous materials. *Cement and Concrete Research*; vol. 36 pp. 1735-1739.
- [41] Pan SC., Tseng DH., Lee CC., Lee C., (2003) Influence of the fineness of sewage sludge ash on the mortar properties. *Cement and Concrete Research*; vol. 33 pp. 1749-1754.
- [42] Wild S., Gallius A., Hansen H., Pederson L., and Swabowski J, (1997) pozzolanic properties of a variety of European clay bricks. *Building Research and Information*, vol. 25, N°3, pp. 170-175.
- [43] Tseng YS., Huang CL., Hsu KC., (2005) The pozzolanic activity of a calcined waste FCC catalyst and its effect on the compressive strength of cementitious materials. *Cement and Concrete Research*; vol. 35 pp. 782-787.
- [44] Monzo J., Paya J, Borrachero MV, Peris-Mora E. (1999) Mechanical behaviour of mortars containing sewage sludge ash (SSA) and Portland cements with different tricalcium aluminate content. *Cement and Concrete Research* vol. 29 pp. 87-94.
- [45] Shi C., (2002) An overview on the activation of reactivity of natural pozzolans. *Canadian Journal of Civil Engineering* vol. 28, pp. 778–786.
- [46] AFNOR, NF P 18-513– Métakaolin, addition pouzzolanique pour bétons- Définitions,spécifications, critères de conformité, Paris, 2010.

Table des références

- [47] CEN, EN 196-5: 2005 – Methods of testing cement - Part 5: Pozzolanicity test for pozzolanic cement, Brussels, 2005.
- [48] J. Pontes, A. Santos Silva and P. Faria. Evaluation of pozzolanic reactivity of artificial pozzolans, *Materials Science Forum Vols. 730-732 (2013) pp 433-438*
- [49] Eric Garcia-Diaz. Réactivité pouzzolanique des métakaolinites : Corrélations avec les caractéristiques minéralo-gitologiques des kaolinites. These de doctorat en Génie des procédés. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 1995.pp 71-73.
- [50] V. Furlan et Y. Houst, les matériaux pouzzolaniques et leur utilisation. Laboratoire des matériaux pierreux de l'EPF Lausanne.
- [51] EN 196-3 Méthodes d'essais des ciments, partie 3 : détermination du temps de prise et de stabilité.
- [52] EN 196-3+A1 Janvier 2009 Méthodes d'essais des ciments - Partie 3 : détermination du temps de prise et de la stabilité.
- [53] BULLTIN DES LABORATOIRES DES PONTS ET CHAUSSEES -230- JANVIER-FEVRIER 2001 – REF. 4350 – PP. 77-88.
- [54] A. S. Benosman et al, Phys. Chem. News 26 (2005) 109-117.
- [55] Agence internationale de l'énergie, Paris France.

Température de 80 °C**Annexe (A) :** Les résultats de l'essai de compression sur les prismes 40*40*40 mm³

		4%			8%		
NaOH	Force (KN)	7.611	4.265	8.082	7.748	11.016	8.811
	Contrainte (Mpa)	4.755	2.666	5.052	4.842	6.885	5.507
Gypse	Force (KN)	10.630	14.038	10.952	14.385	14.391	13.805
	Contrainte (Mpa)	6.649	8.774	6.847	8.990	8.994	8.628
NaCl	Force (KN)	6.063	6.637	9.277	10.992	9.701	8.602
	Contrainte (Mpa)	3.790	4.148	5.798	6.870	6.063	5.376
Témoin	Force (KN)	6.786		4.799		5.424	
	Contrainte (MPA)	4.241		2.994		3.390	

Température de 40 °C**Annexe (B) :** Les résultats de l'essai de compression sur les prismes 40*40*40 mm³

		4%			8%		
NaOH	Force (KN)	9.952	11.195	9.385	12.479	11.840	12.891
	Contrainte (Mpa)	6.220	6.997	5.865	7.799	7.400	8.057
Gypse	Force (KN)	10.932	8.871	11.219	10.789	11.016	10.610
	Contrainte (Mpa)	6.832	5.544	7.012	6.743	6.885	6.030
NaCl	Force (KN)	7.503	7.389	7.180	8.234	8.471	7.887
	Contrainte (Mpa)	4.689	4.618	4.488	5.149	5.294	4.925
Témoin	Force (KN)	9.235		8.674		8.692	
	Contrainte (MPA)	5.772		5.421		5.431	

Température de 20 °C

Annexe (C) : Les résultats de l'essai de compression sur les prismes 40*40*40 mm³

		4%			8%		
NaOH	Force (KN)	7.826	5.496	8.841	9.090	9.783	10.466
	Contrainte (Mpa)	4.892	3.435	5.526	5.686	6.116	6.541
Gypse	Force (KN)	6.320	8.495	6.738	7.724	8.315	7.431
	Contrainte (Mpa)	3.950	5.309	4.211	4.828	5.197	4.645
NaCl	Force (KN)	5.263	6.087	5.711	6.517	7.115	6.810
	Contrainte (Mpa)	3.889	3.805	3.569	4.073	4.447	4.401
Témoin	Force (KN)	4.229		4.050		4.210	
	Contrainte (MPA)	2.643		2.531		2.310	

Température de 80 °C

Annexe (D) : Les résultats moyens de l'essai de compression sur les prismes 40*40*40 mm³

	4%	8%
NaOH (Mpa)	5.158	5.599
Gypse (Mpa)	7.423	8.870
NaCl (Mpa)	4.578	6.103
Témoin (Mpa)	3.541	

Température de 40 C°

Annexe (E) : Les résultats moyens de l'essai de compression sur les prismes 40*40*40 mm³

	4%	8%
NaOH (Mpa)	6.360	7.752
Gypse (Mpa)	6.462	6.552
NaCl (Mpa)	4.598	5.122
Témoin (Mpa)	5.541	

Température de 20 °C

Annexe (F) : Les résultats moyens de l'essai de compression sur les prismes 40*40*40 mm³

	4%	8%
NaOH (Mpa)	4.617	6.114
Gypse (Mpa)	4.490	4.887
NaCl (Mpa)	3.554	4.307
Témoin (Mpa)	2.495	