

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



Mémoire de fin d'étude

En Vue d'Obtention du Diplôme Master en Génie Civil
Option : Structures

Thème :

Etude des pâtes de plâtre incorporant des additions minérales

Réalisé par :

M^{lle} SLIMANI Souad

M^{lle} AGGOUN Lydia

Devant les jurys :

M^{me} M.MEZIANIencadreur

M^r A.BRARA.....Président

M^r N.CHELOUAH..... Examineur

Promotion 2022/2023

Résumé

L'objectif principal de cette étude est la valorisation des matériaux locaux (zéolite et chaux) dans la formulation des pâtes de plâtre et d'élargir le domaine de l'utilisation de ces matériaux dans la construction. Nous notons que malgré l'existence abondante de gypse, son utilisation est limitée à certains travaux secondaires tels que les enduits et les éléments de décoration.

Au cours de cette étude, la zéolite et la chaux ont été ajoutés au plâtre afin de façonner des pâtes ayant des propriétés physiques et mécaniques convenables à une utilisation dans la construction. Les résultats des essais physico-mécanique et thermique ont montré que les différentes formulations de pâte possèdent une bonne capacité d'absorption d'eau. L'ajout de la zéolite naturelle diminue la résistance à la compression des pâtes de plâtre. Le fort comportement hygroscopique de la zéolite naturelle facilite la diffusion des molécules d'eau dans les pores de la matrice. La présence concomitante de la zéolite et de la chaux enclenche le développement des performances mécaniques et améliore la conductivité thermique.

Mots clés : plâtre, zéolite, chaux, la résistance mécanique, masse volumique, conductivité thermique, surface spécifique.

ملخص

الهدف الرئيسي من هذه الدراسة هو تقيم المواد المحلية (الزبوليت والجير) في صياغة المعاجين الجصية وتوسيع مجال استخدام هذه المواد في البناء. نلاحظ أنه على الرغم من كثرة وجود الجبس ، إلا أن استخدامه يقتصر على بعض الأعمال الثانوية مثل اللصقات والعناصر الزخرفية

خلال هذه الدراسة ، تمت إضافة الزبوليت والجير إلى الجص لتشكيل عجائن لها خواص فيزيائية وميكانيكية مناسبة للاستخدام في البناء. أظهرت نتائج الاختبارات الفيزيائية الميكانيكية والحرارية أن تركيبات المعجون المختلفة لها قدرة جيدة على امتصاص الماء. تقلل إضافة الزبوليت الطبيعي من قوة الانضغاط لمعاجين الجص. يسهل السلوك الاسترطابي القوي للزبوليت الطبيعي انتشار جزيئات الماء في مسام المصفوفة. يؤدي الوجود المصاحب للزبوليت والجير إلى تطوير الأداء الميكانيكي وتحسين التوصيل الحراري ، السطح المحدد

الكلمات المفتاحية: الجص ، الزبوليت ، الجير ، المقاومة الميكانيكية ، الكثافة ، التوصيل الحراري ، السطح المحدد

Abstract

The main objective of this study is the valorization of local materials (zeolite and lime) in the formulation of plaster pastes and to expand the field of use of these materials in the construction. We note that despite the abundant existence of gypsum, its use is limited to certain secondary works such as coatings and decorative elements. During this study, zeolite and lime were added to the plaster in order to shape pastes having physical and mechanical properties suitable for use in construction. The results of the physico-mechanical and thermal tests showed that the different dough formulations possess good water absorption capacity. Adding zeolite natural decreases the compressive strength of plaster pastes. The strong behavior hygroscopicity of natural zeolite facilitates the diffusion of water molecules into the pores of the matrix. The concomitant presence of zeolite and lime triggers the development mechanical performance and improves thermal conductivity.

Key words: plaster, zeolite, lime, mechanical strength, density, conductivity thermal, specific surface.

Liste des figures

Figure I.1 : Extraction du gypse à ciel ouvert	3
Figure I.2 : Concassage du gypse.....	4
Figure I.3 : Four cuisson du gypse	4
Figure I.4 : Diagramme de fabrication du plâtre EPD	7
Figure I.5 : Utilisations du plâtre	9
Figure I.6 : Zéolite.....	12
Figure I.7 : Perlite et vermiculite	13
Figure I.8 : Le talc.....	13
Figure I.9 : Le gypse	14
Figure I.10 : La silice	14
Figure I.11 : Les pâtes de plâtre pour plafond et murs.....	15
Figure II.1 : Le plâtre utilisé	19
Figure II.2 : La chaux.....	20
Figure II.3 : Vue générale du Gisement de Tinebdher.....	21
Figure II.4 : Etape suivies pour l'obtention de la matière première de la zéolite	23
Figure II.5 : L'essai de surface spécifique	27
Figure II.6 : L'essai de sédimentométrie.....	29
Figure II.7 : Courbe de l'analyse sédimentométrie de chaux.....	30
Figure II.8 : Courbe de l'analyse sédimentométrie de la zéolite.....	30
Figure II.9 : Courbe de l'analyse sédimentométrie de plâtre	31
Figure II.10 : Différents échantillons imbibés avec du l'eau	31
Figure II.11 : Appareil d'IRTF de l'université de Bejaia.....	33
Figure II.12 : Système moule + presse pour former une pastille	33

Figure II.13 : Spectre infrarouge de la zéolite.....	34
Figure II.14 : Spectre infrarouge de la chaux.....	34
Figure II.15 : Spectre infrarouge de plâtre.....	35
Figure II.16 : Appareil de DRX de CRAPC.....	36
Figure II.17 : Analyse minéralogique par DRX du plâtre.....	37
Figure III.1 : L'étalement de mélange (P+Z).....	41
Figure III.2 : L'étalement des mélanges.....	42
Figure III.3 : Malaxage de la pâte de plâtre.....	43
Figure III.4 : Différents moules utilisés.....	44
Figure III.5 : Différentes éprouvettes prismatiques des différents échantillons.....	44
Figure III.6 : Galette de temps prise.....	45
Figure III.7 : Presse hydraulique type CONTROLS PILOT PRO.....	46
Figure III.8 : Schéma type de l'essai de flexion.....	47
Figure III.9 : Essai de résistance à la flexion.....	47
Figure III.10 : Schéma type de l'essai de compression.....	48
Figure III.11 : Essai de résistance à la compression.....	49
Figure III.12 : L'appareil de CT-mètre muni d'une sonde.....	50
Figure III.13 : Processus de l'essai de retrait.....	51
Figure III.14 : Le processus de la pesé hydrostatique.....	52
Figure III.15 : Spectres infrarouges des différentes pâtes de plâtre.....	54

Figure IV.1 : La résistance à la compression des différents échantillons.	56
Figure IV.2 : La résistance à la flexion des différents échantillons.	58
Figure IV.3 : La porosité des différents échantillons.	59
Figure IV.4 : Absorption de l'eau des différents échantillons.	60
Figure IV.5 : Masse volumique apparente des différentes pâtes.	61
Figure IV.6 : Evolution de La conductivité thermique λ des différentes pâtes.	62
Figure IV .7 : Evolution de La chaleur spécifique S_p des différentes pâtes.	63
Figure IV.8 : Retraits des différentes pâtes en fonction de temps.	64
Figure IV.9 : Pertes de masse des différentes pâtes en fonction de temps.	64

Liste des tableaux

Tableau I.1 : Type de Gypse a sa propre cuisson à différentes températures	5
Tableau I.2 : Caractéristiques thermiques du plâtre	8
Tableau II.1 : Composition chimique du plâtre.....	20
Tableau II.2: Masse volumique du plâtre.....	25
Tableau II.3: Masse volumique de la chaux.....	25
Tableau II.4: Masse volumique de la zéolite.....	25
Tableau II.5: Surface spécifique des matériaux utilisés.....	28
Tableau II.6: Les résultats d'absorption d'eau des matériaux utilisés.	32
Tableau III. 1 : Détermination du Rapport E/P	40
Tableau III.2 : Compositions massiques des pâtes (Plâtre+Zéolite) à divers pourcentages de zéolite	41
Tableau III.3 : Compositions massiques de mélange (Plâtre+ chaux +zéolite).	42
Tableau III.4 : Temps début et fin de prise des pâtes de plâtre.....	45

Liste des symboles

Symbole	Désignations	Unités
EPD	Entreprise plâtre dérivés	/
E/P	Rapport eau / plâtre	/
E/L	Rapport eau / liant	/
Rc	Résistance à la compression	MPa
Rf	Résistance à la flexion	MPa
ρ	La porosité	%
ρ_a	La masse volumique absolue	t/m ³
ρ_{app}	la masse volumique apparente	t/m ³
λ	La conductivité thermique	w/m.k
Ab	Le coefficient d'absorption	%
S	La surface spécifique	cm ² /g

SOMMAIRE

Résumé

ملخص

Liste des figures

Liste des tableaux

Liste des symboles

Introduction générale

CHAPITRE I : GENERALITE

I. Généralité sur le plâtre	1
I.1. Historique du plâtre	1
I.2. La définition de plâtre	1
I.3. Les Composantes de plâtre	2
I.4. Les différents types de plâtre	2
I.5. La fabrication du plâtre	3
I.5.1. L'extraction	3
I.5.2. Concassage-calibrage	3
I.5.3. La cuisson	4
I.5.4. Le broyage	6
I.5.5. Conditionnements et la logistique.....	6
I.5.6. Le contrôle et la validation des produits	8
I.6. Les caractéristiques du plâtre	8
I.7. Domaine d'utilisation des éléments à base de plâtre	9
I.8. Les avantages et inconvénients du plâtre	9
II. Les additions minérales	10
II.1. Définition des additions minérales	10

II.2. Types d'additions minérales	10
II.2.1 Pouzzolanes	11
II.2.2 Zéolites	11
II.3. L'utilisation des additions minérales dans le plâtre	12
III. Les pâtes	15
III.1. La définition des pâtes	15
III.2. L'utilisation des pâtes de plâtre	15
IV. L'incorporation des additions minérales	16
V. Conclusion.....	17

CHAPITRE II : CARACTERISATION DES MATERIAUX

II.1. Introduction	19
II.2. Matériaux utilisés	19
II.2.1 Plâtre	19
II.2.2 La chaux	20
II.2.3 La zéolite	21
II.3. Caractérisation des matériaux	24
II.3.1 La masse volumique absolue	24
II.3.2 La surface spécifique	26
II.3.3 L'analyse granulométrique par sédimentation	28
II.3.4 L'essai d'absorption	31
II.3.5. Analyse par spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)	32
II.3.6 Analyse structurale par diffraction de rayon X (DRX)	36
II.6 Eau de gâchage	37
II.7 Conclusion	37

CHAPITRE 3 : PROCEDES EXPERIMENTAUX

III .1 Introduction	39
III .2 Formulation des pâtes de plâtre.....	39
III.2.1 Essai de consistance (Méthode de dispersion)	39
A) Détermination du rapport (E/P) (eau /plâtre)	40
B) Rapport de substitution du plâtre par les additions minérales	40
III.3 Confection des éprouvettes et conditions de conservation	42
III.3.1 Préparation des pâtes de plâtre	42
III.3.2. Mise en place et conditions de cure des éprouvettes	43
III.4. Essais sur pâtes de plâtre	44
III.4.1. Temps de prise (temps couteau)	44
III.5. Caractéristiques mécaniques des éprouvettes	46
III.5.2. Résistances mécaniques de rupture par flexion (Rf)	46
III.5.3. Résistance mécanique à la rupture par compression	48
III.6. Essais physiques	49
III.6.1. Essai de la conductivité thermique	49
III. 6.2. Essai de retrait	50
III.6.3. Porosité.....	51
III.6.4. Masse volumique apparente	52
III.6.5. Absorption d'eau	53
III.6.6. Analyse par spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)	53

CHAPITRE IV :RESULTATS ET DISCUSIONS

IV .1. Introduction.....	56
IV.2. Essai de résistance à la compression.....	56

IV.3. Essai de résistance à la flexion.....	58
IV.4. Essai de porosité et d'absorption d'eau.....	59
IV.5. La masse volumique apparente (Densité apparente)	61
IV.6. La conductivité thermique	62
IV.7. Le retrait	63
Conclusion.....	65
Conclusion générale	66

Remerciements

Nous tenons à exprimer notre gratitude à Allah le tout puissant qui nous a octroyé le courage et la volonté nécessaire afin de pouvoir accomplir cette modeste recherche.

*Tout d'abord nous remercions vivement **Mme Meziani Meriem** pour son encadrement et ses exigences de faire un vrai travail de recherche scientifique.*

*Sans oublier le professeur **Mr Chellouah Nacer** leurs aides et leurs précieux conseils.*

Nos remerciements les plus chaleureux aux membres de jury pour avoir sacrifié de leur temps, accepter d'examiner cette mémoire et d'honorer par leur présence le jury de soutenance.

Au directeur et l'ensemble des techniciens du laboratoire de crapc.

Nos sincères reconnaissances à tous les enseignants du département de

Génie civil en particulier ceux qui ont contribué de près ou de loin par leurs

Conseils et leurs aides.

Nos tendresses les plus profondes à nos très chères familles pour leurs soutiens tout au long de cette étude.

Dédicace

A ceux que qui se sont toujours dévoué et sacrifié pour moi ; ceux qui m'ont encouragé et soutenu à combattre les aléas de la vie et a donnés le meilleur de moi, témoignage de mon éternelle reconnaissance, je dédie essentiellement ce mémoire à mes parents : « NACER » et « ZOÛRA ».

A ma très chère sœur « HANANE » et mon chère frère « BILAL » ; qui m'ont énormément aidé moralement.

Pour finir je tiens à remercier mon binôme « LYDIA » pour son soutien, son courage et sa compréhension tous le long de ce projet.

SOUAD

Dédicace

A ceux que qui se sont toujours dévoué et sacrifié pour moi ; ceux qui m'ont encouragé et soutenu à combattre les aléas de la vie et a donnés le meilleur de moi, témoignage de mon éternelle reconnaissance, je dédie essentiellement ce mémoire à mes parents : « AZIZ » et « MERIAM ».

*A ma très chère sœur « CHANEZ » et mon chère frère « DJAHID » ;
qui m'ont énormément aidé moralement.*

Pour finir je tiens à remercier mon binôme « SOUAD » pour son soutien, son courage et sa compréhension tous le long de ce projet.

LYDIA

Introduction générale

Avec les nouvelles perspectives de l'économie algérienne, les richesses minières représentent une grande source pour notre pays, l'Algérie se dirige vers l'autosuffisance de tous les produits minier et matériaux de construction avec une grande exportation vers l'étranger.

Parmi les matériaux les plus utilisés en dehors de béton, l'acier, le bois et la brique c'est le plâtre et la chaux. La zéolite est un minérale microporeux déjà utilisé dans plusieurs domaines [1].

Aujourd'hui la demande pour des produits plus performants n'a jamais été aussi forte en Europe, au Moyen-Orient et en Afrique, où l'industrie de la construction évolue rapidement, et nécessite le développement continu de nouveaux produits très performants pour améliorer la qualité et la durabilité des matériaux de construction.

D'après des études géologiques, l'Algérie dispose d'abondantes ressources en gypse naturel dont la teneur dépasse les 75% requis pour la construction, le sud du pays notamment en possède d'importants gisements. Le plâtre a toujours été utilisé comme enduit ou en éléments préfabriqués pour réaliser des cloisons légères à de faible prix de revient. Toutefois, trop faibles propriétés mécaniques n'enflant pas un matériau de structure à proprement dit. Cette caractéristique est peut-être responsable du fait que peu de recherche ne soit consacrée à ce matériau. Il est donc nécessaire de développer des nouvelles techniques de caractérisation, permettant de modifier sa propriété et de suivre son comportement, pour une meilleure exploitation de ses propriétés d'usage.

Le présent travail s'intéresse à la fabrication de plâtre, avec incorporation d'une matière pouzzolanique, dans le but d'augmenter sa porosité et de diminuer sa conductivité thermique, tout en maintenant ses propriétés mécaniques. C'est dans cette perspective que s'inscrit ce travail qui s'articule sur quatre chapitres, suivis d'une conclusion et de quelques perspectives de recherches futures.

Dans le premier chapitre, nous présentons une synthèse bibliographique sur les matériaux utilisés (plâtre, zéolite et la chaux), les spécifications, le procédé de fabrication du plâtre et un aperçu sur les différents incorporés, leurs Propriétés ainsi qu'aux caractéristiques des additions minérales et leurs domaines d'application.

Le deuxième chapitre s'intéresse à la présentation des matériaux utilisés, et la caractérisation physico-chimique et géotechnique des matières premières utilisées afin de

maîtriser et de comprendre leurs comportements et de recueillir les informations utiles à l'amélioration des performances de ce matériau de construction.

Nous présentons dans le troisième chapitre la méthode de mise en œuvre, les différents dispositifs de mesure et les méthodes de caractérisation des propriétés physico-mécaniques et thermiques de « plâtre » confectionnée à base de « zéolite » et « chaux ». En donnant un aperçu sur les techniques expérimentales ainsi que la préparation des mélanges et les variables à étudier.

Le quatrième chapitre est consacré à l'analyse et la discussion des résultats pour déterminer les relations entre les propriétés physico-mécaniques de plâtre, avec les différentes additions minérales.

Enfin, nous terminons cette étude par une conclusion qui synthétise l'ensemble des résultats obtenus et qui est complétée par des perspectives d'extension de ce travail, pour affiner certaines approches ou compléter les résultats obtenus par des caractérisations supplémentaires.



CHAPITRE I
GENERALITE

I. Généralité sur le plâtre

I.1. Historique du plâtre

Le plâtre est un des plus vieux matériaux de construction utilisé par l'homme, avec la chaux et la terre cuite. Les premiers signes d'emploi de plâtre remontent à environ 9000 ans, sous forme de support pour fresques murales (fouilles en Anatolie). La faible température nécessaire à la production de poudre de plâtre et l'abondance de gypse naturel dans la nature expliquent cette ancienneté d'utilisation. L'un des premiers exemples d'utilisation du plâtre en construction est l'assemblage de blocs de pierre constituant la grande pyramide de Kéops.

Plus récemment, la généralisation de l'emploi du plâtre est liée à un édit de Louis XIV promulgué en 1667, imposant l'utilisation d'un enduit de plâtre dans les maisons à ossature de bois. Cet édit faisait suite à l'incendie de Londres l'année précédente, le plâtre étant déjà connu pour sa résistance au feu.

Actuellement, le plâtre est utilisé soit directement en enduits, ou bien en éléments préfabriqués, carreaux ou plaques (couche de plâtre entre deux cartons). C'est un matériau particulièrement adapté à une utilisation en intérieur, grâce à ses propriétés d'isolation thermique et acoustique et sa résistance au feu. La conductivité thermique d'un enduit de plâtre est de l'ordre de 0,26 W.m, contre 1,15 pour un enduit de ciment on 50 pour de l'acier [2].

Ces propriétés s'expliquent par la très grande porosité du matériau (l'air est un excellent isolant) et par la présence d'eau de structure (environ 20%). Le plâtre dégage de l'eau en présence de chaleur, stabilisant ainsi la température murale à des valeurs inférieures à 200°C. Une couche de plâtre de 1 m² et de 10 mm d'épaisseur représente une réserve d'eau de 1,4 litres, qui vont se dégager et limiter la progression du feu, sans aucun dégagement de gaz toxiques ou de fumées [2].

I.2. La définition de plâtre

Le plâtre est un matériau de construction qui est généralement utilisé pour créer des murs et des plafonds. C'est un mélange de gypse, d'eau et de sable ou d'autres matériaux fins qui est appliqué sous forme de pâte épaisse sur des supports tels que du bois ou de la pierre. Le plâtre est ensuite séché et durci pour former une surface lisse et solide. Les gypses (sulfate de calcium di-hydraté 'CaSO₄·2H₂O') constituent la matière première du plâtre (sulfate de calcium

hémi hydraté 'CaSO₄.0,5 H₂O'). La structure et les caractéristiques physiques de l'hémi hydrate obtenu (alpha ou beta) vont dépendre des conditions de cuisson à savoir la température, la pression et l'environnement [3].

I.3. Les Composantes de plâtre

Le plâtre désigne principalement un matériau de construction à propriétés isolantes ou ignifuges, fabriqué industriellement à partir de la matière première rocheuse qu'est le gypse. Les corps chimiques ioniques qui constituent ordinairement la poudre sèche de plâtre sont en réalité diverses formes complexes produites par la déshydratation thermique du gypse, à base d'hémi hydrate de sulfate de calcium de formule CaSO₄. ½ H₂O, et/ou d'anhydrite CaSO₄ ou sulfate de calcium anhydre [4]. Lorsqu'elle est mélangée à de l'eau, cette poudre incolore à blanche, parfois jaune pâle ou brune, sèche pour donner un matériau blanc relativement dur après séchage, correspondant au gypse reformé qui n'est que du sulfate de calcium d'hydraté, de formule CaSO₄. 2 H₂O. De nombreux adjuvants ou additifs, notamment des charges, des pigments et des colorants, peuvent également entrer dans la composition du plâtre [4].

I.4. Les différents types de plâtre

Les principaux types de plâtres commercialisés ainsi que leurs utilisations les plus courantes bien que non exhaustives sont en fonction des différentes variétés suivantes :

- Plâtres gros qui ont une forte granulométrie. Le refus au tamis de 800 µm pouvant être compris entre 5 et 20%. Ils peuvent être utilisés purs ou additionnés soit de sable, soit d'un mélange de sable et de chaux, et servent en principe pour la première couche des enduits, pour effectuer le dressage des murs et plafonds, pour exécuter des remplissages en forte épaisseur des scellements [5].
- Plâtres fins à enduire, pour lesquels le refus au tamis de 800 µm est inférieur à 1% et celui au tamis de 200 µm est de l'ordre de 25%. Il existe plusieurs types, soit normaux, ou présentant une très haute dureté (T.H.D) ou encore allégés à la perlite. Ces plâtres se gâchent généralement dans un rapport E/P voisin de l'unité [5].

L'industrie plâtrière fournit également des plâtres à usages particuliers, c'est ainsi que l'on trouve les plâtres à briqueter, destinés au montage des cloisons de distribution, les plâtres chaux des surfacages, ainsi et surtout les plâtres pour préfabrication, essentiellement utilisés pour la fabrication de carreaux de plâtre, d'éléments de cloison en plaques de parement [5].

I.5. La fabrication du plâtre

Fabrication du plâtre à partir de gypse naturel est réalisée par concassage et broyage du gypse, puis cuisson à 150 °C.

I.5.1. L'extraction

Le plâtre provient du Gypse, qui est un minéral essentiel composé de sulfate de calcium hydraté. Il peut être extrait à ciel ouvert ou en carrière souterraine [6].



Figure 1. 1: Extraction du gypse à ciel ouvert.

I.5.2. Concassage-calibrage

Le concassage a pour but de réduire le Gypse extrait de la carrière en produits plus fins. Généralement, après un concassage, il ne subsiste plus de blocs dont la dimension est supérieure à 100mm. Ce Gypse transporté dans des camions par exemple, et peut être envoyé en usine pour le traitement ultérieur.



Figure I.2 : Concassage du gypse

Les principaux concasseurs utilisés dans l'industrie sont les concasseurs à mâchoire dont les blocs sont écrasés entre deux mâchoires cannelées, l'une fixe et l'autre animée d'un mouvement alternatif. Ces concasseurs sont subdivisés en trois catégories :

Concasseurs à cylindre dentés : Les deux cylindres tournent en sens inverses. Leur but est de calculer les rendements.

Concasseur à cylindre unique et mâchoire : Le gypse est écrasé par un cylindre denté tournant devant une mâchoire fixe, bien adapté au traitement d'un matériau humide.

Concasseur à percussion (à marteaux) : Un cylindre à marteau fixe tourne à grande vitesse et projette ainsi les blocs contre les enclumes.

I.5.3. La cuisson

a) Déshydratation du gypse

Le Gypse en général contient 20,93% d'eau dont 5,20% sont fortement combinés et correspondent à $\frac{1}{2}$ H₂O, tandis que 15,73% sont faiblement combinés et correspondent à $\frac{3}{2}$ H₂O [6].

La déshydratation du Gypse est la base de la fabrication des plâtres. Il est connu que suivant les conditions dans lesquelles s'opèrent.

Les caractéristiques des plâtres obtenus seront différentes.

La déshydratation des Gypses est donc en fonction de la température, de la durée de cuisson, de la nature du Gypse et de la granulométrie mais également d'autres paramètres comme la pression de vapeur d'eau.

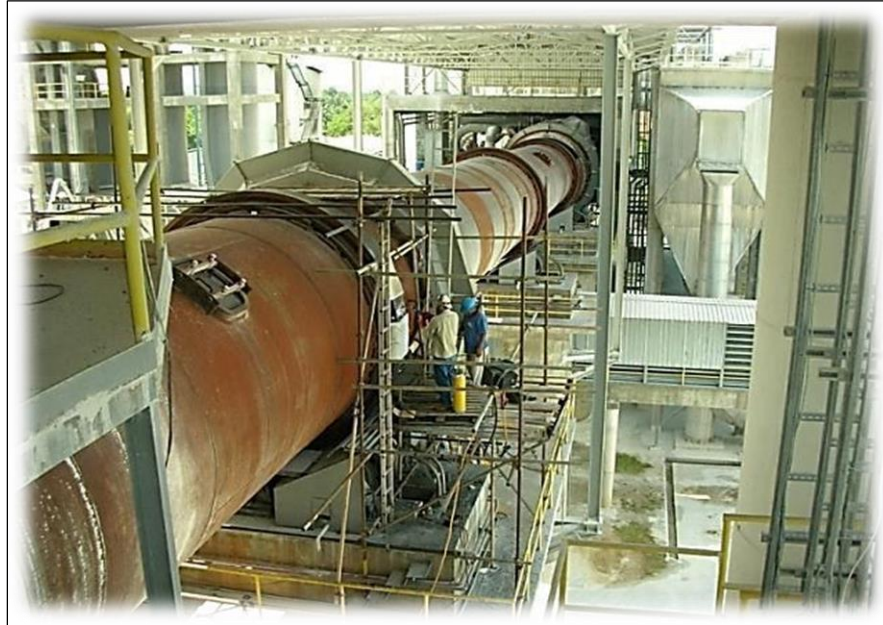


Figure I. 3: Four cuisson du gypse

b) La cuisson du plâtre beta

Après un premier broyage, la poudre fine calibrée est cuite à raison de (5-15) t/ h, dans le four qui opère une cuisson indirecte du Gypse placé dans une virole en rotation au-dessus de brûleurs à fioul.

Chaque type de Gypse a sa propre cuisson à différentes températures et le facteur de prise déterminant le temps dont les températures sont les suivantes :

Tableau I.1. Type de Gypse a sa propre cuisson à différentes températures [6].

Types de gypse	Température
Gypse de moulage	220°C
Gypse de construction	350-450°C
Gypse d'extra fin de prise	220-250°C

c) La cuisson du plâtre alpha

On dépose les pierres de Gypse précédemment triées, dans des paniers que l'on descend ensuite dans des autoclaves (sorte de "Cocotte-Minute"). La cuisson s'effectue à une pression pouvant aller jusqu'à 10 bars. Les caractéristiques du plâtre ainsi obtenu permettent un gâchage avec peu d'eau (5 à 6 fois moins qu'avec du plâtre Beta) pour un matériau offrant alors des résistances mécaniques beaucoup plus élevées.

I.5.4. Le broyage

Le plâtre est réduit en particules de 200 μm grâce à un système de marteaux en rotation à l'intérieur d'un tamis (garantie d'une granulométrie maximale).

I.5.5. Conditionnements et la logistique

L'usine dispose de plusieurs silos repartis sur différents postes de chargement en vrac qui permettent une logistique en flux tendu.

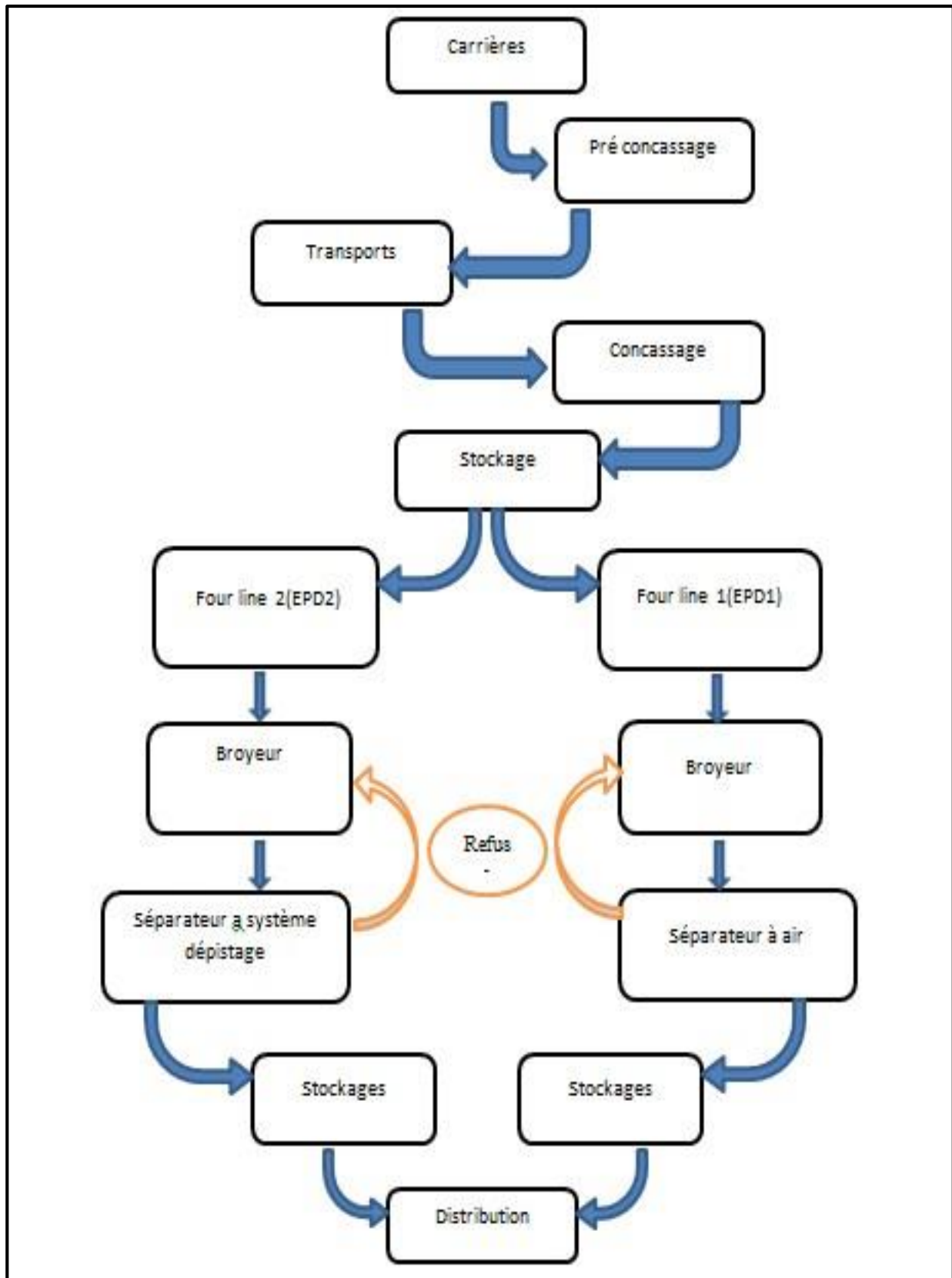


Figure I.4 : Diagramme de fabrication du plâtre EPD.

I.5.6. Le contrôle et la validation des produits

Ces contrôles permettent la validation définitive des produits finis ainsi que le pilotage des paramètres de conduite de cuisson, de broyage et de mélange. Ils sont garants de la qualité plâtres mis en vente [6].

I.6. Les caractéristiques du plâtre

Le plâtre est un matériau de construction largement utilisé pour ses nombreuses caractéristiques avantageuses, telles que :

-Facilité de mise en œuvre : le plâtre est facile à travailler et à appliquer, et peut être moulé ou sculpté selon les besoins.

-Temps de séchage rapide : le plâtre durcit rapidement lorsqu'il est mélangé à de l'eau, ce qui permet un temps de séchage rapide et une mise en service rapide.

-Résistance au feu : le plâtre est un matériau résistant au feu et peut aider à prévenir la propagation des flammes dans les bâtiments.

-Isolation phonique : le plâtre est un matériau isolant phonique efficace, réduisant les bruits indésirables à l'intérieur et à l'extérieur des bâtiments.

-Durabilité : le plâtre est un matériau résistant et durable qui peut durer plusieurs décennies sans se dégrader.

-Esthétique : le plâtre peut être peint, décoré ou texturé pour s'adapter à n'importe quel style ou design.

-Coût abordable : le plâtre est un matériau de construction économique qui est largement disponible et facilement accessible.

Tableau I .2 : Caractéristiques thermiques du plâtre [7]

Masse volumique sèche ρ (kg/m ³)	Conductivité thermique utile λ (W. m ⁻¹ . K ⁻¹)	Capacité thermique massique Cp (J. kg ⁻¹ . K ⁻¹)	Facteur de résistance à la vapeur d'eau (μ)	
			sec	humide
600	0,18	1 000	10	4
900	0,3	1 000	10	4
1 200	0,43	1 000	10	4
1 500	0,56	1 000	10	4

I.7. Domaine d'utilisation des éléments à base de plâtre

Le plâtre, utilisé sous forme d'enduit ou de mortier pour assembler des ouvrages en maçonnerie, figure parmi les matériaux de construction traditionnels. Utilisation contemporaine du plâtre procède pour beaucoup de transformations industrielles, avec les plaques et les carreaux de plâtre [8].

- Plaques hydrofugées.
- Systèmes de protection contre l'incendie : plaques feu.
- Résistance aux chocs : plaques de très haute dureté.
- Absorption acoustique : plaques perforées.
- Isolation acoustique : plaques épaisses.
- Décoration : plaques pré-imprimées.



Figure I. 5 : Utilisations du plâtre

I.8. Les avantages et inconvénients du plâtre

Le premier avantage est que le plâtre est facile à fabriquer, qu'il soit naturel ou synthétique. Son utilisation ne nécessite pas énormément de travail. En effet, il suffit de le réhydrater avant de l'appliquer sur le mur ou le plafond pour obtenir une structure solide. Il ne reste plus qu'à

poncer, une fois sec, pour que votre mur soit lisse. Un mur plâtré fera ressortir beaucoup mieux la peinture pour une durée plus longue. Le plâtre est également économique. Il ne nécessite aucun autre additif que l'eau, c'est le gâchage. Il est moins cher que les autres matériaux.

En plus, il est recyclable à 100%. Le plâtre déjà utilisé, récupéré, retrouvera toutes ses caractéristiques une fois re-mélangé à de l'eau. Cette matière agit également sur la qualité de l'air. Elle capte les saletés et les polluants comme le dioxyde de soufre. Le plâtre offre aussi une bonne protection contre l'incendie. En présence du feu, il ne réagit que faiblement et il ne dégage pas de gaz nocif qui pourrait asphyxier. Enfin, le plâtre est un matériau à usage multiple. Sa solidité permet de pouvoir ériger des murs de séparation. Il est léger, donc idéal pour des cloisons qui ne nécessitent pas de mur porteur.

Si l'eau est son principal allié, elle est également son pire ennemi. Le plâtre ne tolère pas l'humidité. Il se déforme rapidement et la tache créée par une coulée d'eau nécessite quelques travaux de réfection. Ce petit défaut implique plus d'attentions. Par contre, le plâtre peut être amélioré pour avoir des caractéristiques hydrofuges afin de supporter l'eau sans problème, du moins jusqu'à un certain degré. C'est une caractéristique qu'il convient de vérifier avant l'achat d'un panneau [9].

II. Les additions minérales

II.1. Définition des additions minérales

Une addition minérale est définie par la norme européenne comme étant un matériau minéral d'une finesse supérieure à celle du ciment. Elle peut être ajoutée et/ou substituée au ciment, Lors de sa fabrication (plâtre composé), ou ajoutée directement dans le malaxeur lors de la fabrication du plâtre. Elle permet ainsi d'améliorer certaines propriétés où conférer aux matériaux des propriétés particulières [10].

II.2. Types d'additions minérales

La norme européenne **EN 206-1 (NF P18-325)** de février 2002, distingue les additions en deux types :

- Quasiment-inertes (type I).
- Caractère pouzzolanique hydraulique latent (type II).

-Les additions de type I selon la norme **EN 206-1**

- Les additions calcaires.
- Les additions silicieuses.
- Les fillers.
- Zéolite.

-Les additions de type II selon la norme **EN 206-1**

- La fumée de silice.
- Les cendres volantes de houille.
- Le laitier vitrifié moulu de haut fourneau.

Les pouzzolanes et les zéolites sont deux types d'additions minérales couramment utilisés dans la production de béton et de mortier. Voici plus de détails sur ces deux matériaux :

II.2.1 Pouzzolanes :

La pouzzolane est une roche naturelle correspondant à des projections volcaniques scoriacées. Sa couleur varie généralement du noir au rouge selon le degré d'oxydation du fer ; présent respectivement sous forme de magnétite ou d'hématite. Elle est essentiellement composée de silice réactive (dans des proportions supérieures à 25%), d'alumine et d'oxyde de fer [11].

Il existe également des pouzzolanes artificielles, obtenues par calcination de terres argileuses, de basaltes ou de schistes : leurs propriétés sont équivalentes à celles de la pouzzolane naturelle. La pouzzolane réagit avec l'eau, en présence d'une quantité suffisante de chaux, pour former des hydrates stables, peu solubles et résistants à long terme. En plus de leur effet pouzzolanique, elles jouent un rôle de remplissage des pores des produits hydratés et de correcteurs granulaires, ce qui améliore la compacité et diminue la perméabilité [12].

II.2.2 Zéolites :

Les zéolites sont des minéraux poreux cristallins. Ce sont généralement des aluminosilicates que l'on trouve dans les bassins sédimentaires et dans des régions volcaniques. En 1756, le minéralogiste suédois Axel Frederik Cronstedt [13] découvre la première zéolite minérale, baptisée stilbite. Observant que, chauffée, la stilbite (une roche ou pierre) semblait bouillir, il

proposa alors l'appellation « zéolite » qui provient du grec « zéo : bouillir » et « lithos : pierre ». Depuis, des dizaines de zéolites naturelles ont été découvertes [14].

Les zéolites peuvent être naturelles ou synthétiques. Plus de 150 types de zéolites ont été synthétisées et 48 zéolites naturelles sont connues.

Les zéolites naturelles se forment sur des terrains où les roches et les cendres volcaniques ont réagi avec les eaux souterraines alcalines et aussi dans les couches de dépôts organiques des bassins superficiels. Cette formation dure plusieurs centaines ou milliers d'années. Les zéolites naturelles sont très rarement pures car elles sont généralement contaminées à divers degrés par d'autres minéraux métalliques, du quartz ou d'autres zéolites [15].

Les zéolites synthétiques présentent l'avantage d'être très pures et de structure uniforme. Ces paramètres sont extrêmement importants pour certaines applications telles que les utilisations catalytiques en lit fluidisé (pour l'industrie pétrolière en particulier) [16].



Figure1.6 : Zéolite.

II.3. L'utilisation des additions minérales dans le plâtre

Les additifs minéraux sont souvent utilisés dans la fabrication du plâtre pour améliorer ses propriétés physiques et mécaniques. Les principaux additifs minéraux couramment utilisés dans le plâtre sont :

La perlite : la perlite est un minéral volcanique qui est souvent utilisé comme agent de remplissage dans les mélanges de plâtre. Elle améliore la résistance à la compression du plâtre tout en réduisant son poids [17].

La vermiculite : la vermiculite est également un minéral volcanique qui est utilisé dans les mélanges de plâtre pour améliorer l'isolation thermique et acoustique du matériau [17].

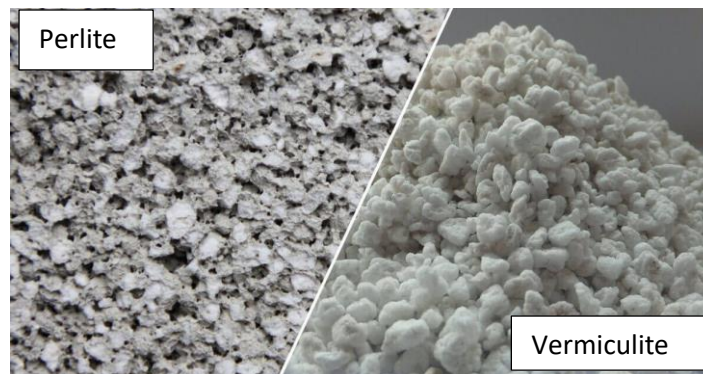


Figure1.7 : Perlite et Vermiculite.

Le talc : le talc est souvent utilisé comme agent de renforcement dans les mélanges de plâtre. Il améliore la résistance à la compression et la résistance aux chocs du matériau [18].

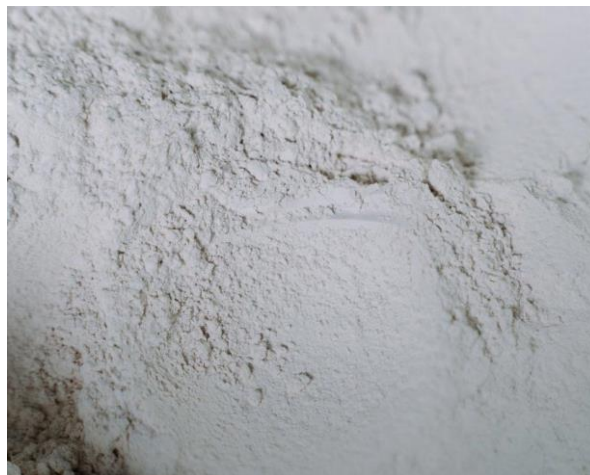


Figure1.8 : Le talc.

La pouzzolane : la pouzzolane est un type de roche volcanique qui est utilisé comme agent de remplissage dans les mélanges de plâtre. Elle améliore la résistance à la compression du matériau tout en réduisant son poids [19].

Le gypse anhydre : le gypse anhydre est utilisé dans les mélanges de plâtre pour accélérer le temps de prise du matériau, un absorbeur d'humidité [20].



Figure1.9 : Le gypse.

La silice : la silice est souvent utilisée comme agent de renforcement dans les mélanges de plâtre. Elle améliore la résistance à la compression et la résistance aux chocs du matériau [21].



Figure1.10 : La silice.

En utilisant ces additifs minéraux dans les mélanges de plâtre, il est possible de produire un matériau plus résistant, plus léger et offrant une meilleure isolation thermique et acoustique. Cependant, il est important de suivre les instructions du fabricant et de respecter les ratios recommandés pour éviter d'affecter négativement les propriétés du plâtre.

III. Les pâtes

III.1. La définition des pâtes

C'est un composé minérale pulvérulent formant avec l'eau une pâte qui durcit progressivement en agglomérant les autres éléments d'un mortier (ce terme c'est-à-dire liant) désigne : la chaux, les ciments, les plâtres [22].

Lorsqu'on manipule la pâte, on constate que celle-ci possède des caractéristiques physiques particulières que l'on nomme : Consistance, Souplesse, Collant, Extensibilité, Ténacité. Le taux de gâchage à saturation est le rapport du poids de l'eau utilisée pour la mise en œuvre de pâte sur le poids de celui-ci.

III.2. L'utilisation des pâtes de plâtre

Les pâtes de plâtre sont utilisées pour plusieurs applications dans le domaine de la construction. Notamment :

- la préparation des sols, l'enduisage des murs et des plafonds.
- la pose des carrelages (mortiers colles et mortiers de joints).
- le rebouchage de trous et fissures.
- la fabrication d'éléments décoratifs par moulage (avec ajout de colle pour former du stuc).
- la fabrication de carreaux de construction.
- la fabrication de plaques de parement ou de doublage, et de panneaux composite isolants.

Bien que l'utilisation de la pâte de plâtre il y a longtemps, mais sa présence dans le domaine de construction ne dépasse pas quelques rôles secondaires [23].



Figure I.11 : Les pâtes de plâtre pour plafond et murs.

IV. L'incorporation des additions minérales

L'utilisation d'additions minérales dans les mortiers de plâtre remonte à l'Antiquité. Les Égyptiens, par exemple, utilisaient des agrégats fins tels que le sable, la poudre de pierre calcaire, la brique pilée et la cendre pour renforcer leurs mortiers de plâtre. Au Moyen Âge, les Européens ont continué à utiliser ces types d'additions minérales dans leurs mortiers de plâtre, mais ils ont également commencé à utiliser des additifs organiques tels que la chaux vive et la chaux éteinte pour améliorer les propriétés physiques et mécaniques des mortiers de plâtre. Au fil du temps, les additifs minéraux tels que les poussières de marbre, les poudres de granit, les poussières de pierre ponce et les poussières de basalte ont été utilisés pour renforcer les mortiers de plâtre. Les scientifiques ont également commencé à étudier les propriétés des différentes additions minérales et ont constaté que l'ajout de ciments Portland, de cendres volantes et de fumées de silice améliorerait considérablement les propriétés mécaniques et physiques des mortiers de plâtre. Aujourd'hui, les additifs minéraux tels que les ciments, les cendres volantes, les fumées de silice et les poudres de pierre sont couramment utilisés pour améliorer les propriétés des mortiers de plâtre. Les chercheurs continuent de développer de nouveaux additifs minéraux pour améliorer encore davantage les propriétés des mortiers de plâtre et répondre aux besoins des applications modernes.

L'incorporation d'additions minérales dans les mortiers de plâtre est courante et peut améliorer les performances du mortier en termes de résistance, de durabilité et de malléabilité.

La pouzzolane est utilisée comme addition dans les mortiers de plâtre pour améliorer leur résistance et leur durabilité. Elle agit en réagissant avec la chaux dans le mortier pour former des produits de réaction qui augmentent la résistance et la dureté [19].

La perlite est utilisée pour améliorer l'isolation thermique du mortier de plâtre. Elle permet également d'améliorer la légèreté du mortier [17].

La vermiculite est utilisée pour améliorer l'isolation thermique du mortier de plâtre. Elle peut également aider à améliorer la résistance et la durabilité du mortier [17].

Les fibres minérales des fibres de verre, de basalte ou de polypropylène peuvent être ajoutées au mortier de plâtre pour améliorer sa résistance et sa durabilité en réduisant les fissures et les

craquelures. Ces fibres peuvent également aider à améliorer la résistance aux chocs et à l'usure [24].

Les adjuvants de mélange il existe également des adjuvants de mélange qui peuvent être ajoutés au mortier de plâtre pour améliorer la travaillabilité et la performance globale du mortier. Les adjuvants courants comprennent les plastifiants, les fluidifiants et les retardateurs de prise [25].

En utilisant ces additions minérales, les performances du mortier de plâtre peuvent être améliorées pour répondre à des exigences spécifiques telles que la résistance, la durabilité, l'isolation thermique, la légèreté et la travaillabilité. Il est important de sélectionner les bonnes additions minérales pour répondre aux exigences spécifiques recherchées.

V. Conclusion

Ce chapitre a donc jeté les bases de notre étude approfondie sur le plâtre et les pâtes de plâtre, ainsi que sur l'importance des additions minérales. Il a posé les questions clés qui seront explorées dans les chapitres suivants, notamment en ce qui concerne les méthodes de fabrication, les propriétés spécifiques des différentes additions minérales, ainsi que leurs effets sur les performances des matériaux.

À la lumière des connaissances acquises, il est clair que le plâtre et les pâtes de plâtre, associés aux additions minérales, offrent des solutions innovantes et durables dans le domaine de la construction. La poursuite de notre recherche contribuera à approfondir notre compréhension de ces matériaux, ouvrant ainsi de nouvelles perspectives pour des applications plus efficaces et respectueuses de l'environnement dans l'industrie de la construction.



CHAPITRE II
CARACTERISATION DES
MATERIAUX

II.1. Introduction :

Le choix des matériaux et du matériel est crucial dans de nombreux domaines, que ce soit dans la construction, la fabrication de produits, la recherche scientifique, ou encore les activités artistiques. Les propriétés des matériaux et des matériels utilisés peuvent avoir un impact important sur la qualité, la durabilité, la sécurité et la performance des produits et des processus.

II.2. Matériaux utilisés :

Avant d'entamer la caractérisation des matériaux, il est indispensable de définir leurs origines. Les matériaux utilisés dans ce travail sont le plâtre, la chaux et la zéolite.

II.2.1 Plâtre :

Le plâtre est un matériau de construction couramment utilisé pour le revêtement intérieur et extérieur des murs, des plafonds et des cloisons. Le plâtre utilisé dans notre recherche est le Copla Manhargyps montré sur la figure II.1.



Figure II.1 : le plâtre utilisé.

- Les caractéristiques chimiques du plâtre utilisé sont présentées dans le tableau II.1 ci-dessus :

Tableau II.1 : Composition chimique du plâtre.

Composition chimique	En (%)
SiO₂	0,70
Al₂O₃	0,10
Fe₂O₃	0,08
CaO	39,15
MgO	0,53
SO₂	50,95
K₂O	0,03
Na₂O	0,09
Perte au feu	8,35

Les constituants les plus prépondérants sont le CaO et le SO₂, ce qui confirme que le plâtre utilisé est composé essentiellement de sulfate de calcium. La valeur de la perte au feu est liée à la présence de CaCO₃.

II.2.2 La chaux :

La chaux est un liant dont les principaux composants, analysés chimiquement, sont les oxydes et hydroxydes de calcium (CaO, Ca (OH)₂), comprenant des quantités moindres de magnésium (MgO, Mg (OH)₂), de silicium (SiO₂), d'aluminium (Al₂O₃) et de fer (Fe₂O₃).



Figure II.2 : la chaux.

II.2.3 La zéolite :

La zéolite est un minéral naturel microporeux composé de silicate d'aluminium et d'autres éléments tels que sodium, potassium et calcium. Nous nous sommes intéressés à la zéolite de type mordenite. Le gisement se situe sur le territoire de la commune de Tinebdher, daïra de Sidi Aich, Wilaya de Béjaïa. Il est situé sur la rive ouest de l'Oued Remila, au nord de la route nationale RN 26 reliant EL Kseur et Sidi Aich.

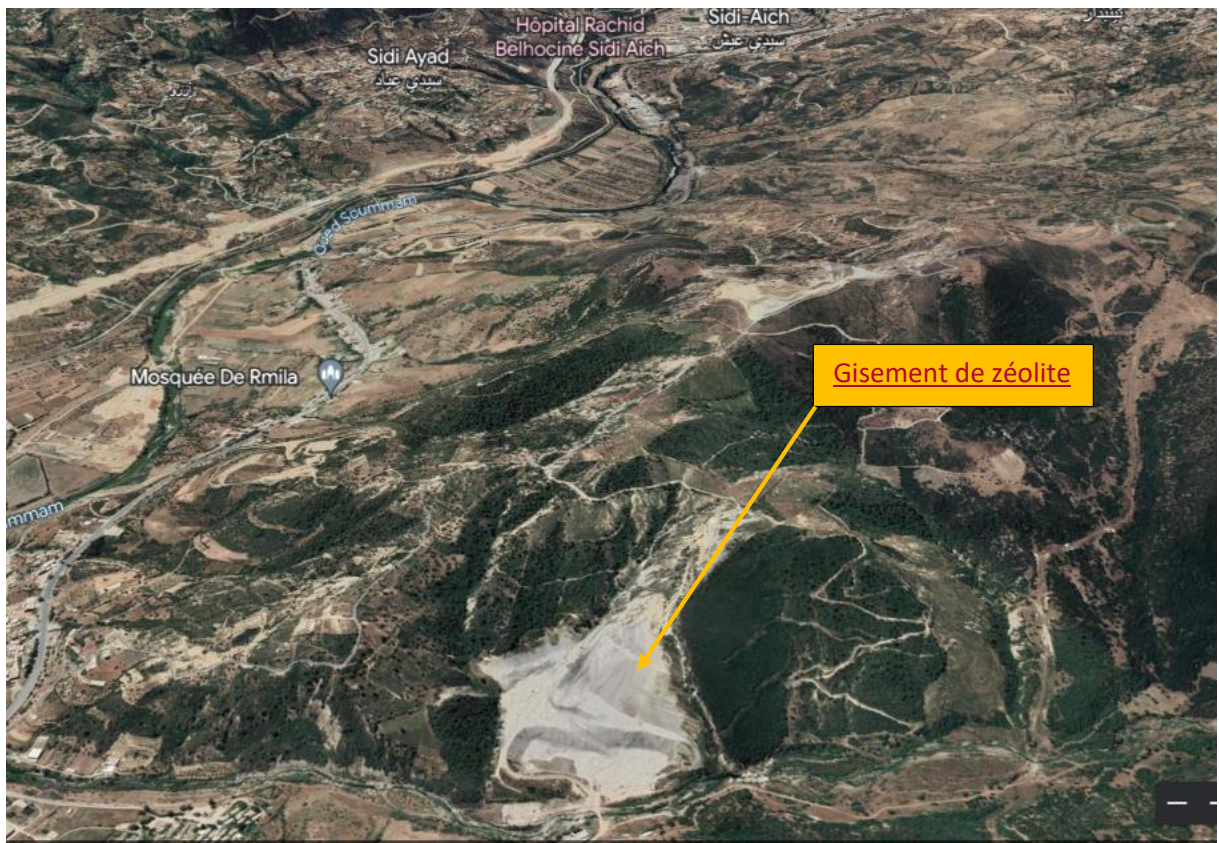


Figure II.3 : Vue générale du Gisement de Tinebdher.

Les étapes à suivre pour l'obtention la poudre de zéolite prête à l'emploi :

- Extraction des blocs de zéolite naturelle du gisement
- Transport et réduction au marteau des blocs en petites pierres Séchage pendant 24H à une température de 105°C, dans le but d'éliminer toute humidité à la surface des pierres.
- Broyage des pierres et tamisage sous un tamis de 63µm.

Ces étapes sont résumées dans le schéma présenté par la figure II.4 :



1. Pierre de zéolite



2. Etuvage



4. tamisage



3. Broyage



5. la matière première

Figure II.4 : étape suivies pour l'obtention de la matière première de la zéolite.

II.3. Caractérisation des matériaux

II.3.1 La masse volumique absolue :

- Selon la norme P18-558 la masse volumique absolue est définie comme le quotient de la masse sèche de l'échantillon par le volume de sa matière (volume absolu tous vides déduits).

Mode opératoire :

Peser le pycnomètre muni de son bouchon, soit M_p sa masse, ensuite introduire la poudre dans le pycnomètre et peser à nouveau, soit M' la masse. La masse de plâtre à tester est déduite de cette expression : $M = M' - M_p$. Remplir le pycnomètre d'eau distillée aux $2/3$ de sa hauteur. Agiter pendant 1 heure puis le placer sous vide sous agitation (agitateur ou barreau magnétique) pendant 1 h. Laisser reposer plusieurs heures afin que le surnageant n'apparaisse que légèrement. Compléter lentement le remplissage du pycnomètre. Peser le bouchon et enlever l'excès de liquide. Peser le pycnomètre, soit M_1 cette masse. Vider le pycnomètre, rincer, sécher et remplir avec de l'eau distillée en suivant la procédure précédente. Peser à nouveau, soit M_2 cette masse. La masse volumique absolue ρ_a a exprimée en tonnes par mètre cubes et donnée par ma formule :

$$\rho_a = \frac{M}{M + M_2 - M_1} \rho$$

ρ_a est la masse volumique de l'eau distillée à la température de l'essai (t/m^3).

Pour déterminer la masse volumique moyenne de chaque matériau, nous avons effectués deux essais qui sont représentés dans le tableau suivant :

Tableau II.2: Masse volumique du plâtre.

	M_P (g)	M' (g)	M (g)	M₁ (g)	M₂ (g)	Température de l'eau (°C)	ρ_{eau} (t/m³)	ρ_a (t/m³)	ρ_a (moy)(t/m³)
Essai 1	53,8	60,2	6,4	164,5	160,4	21,5	0,998	2,78	2.76
Essai2	53,8	60,4	6,6	164,6	160,4	21,5	0,998	2.74	

Tableau II.3: Masse volumique de la chaux.

	M_P (g)	M' (g)	M (g)	M₁ (g)	M₂ (g)	Température d'eau (°C)	ρ_{eau} (t/m³)	ρ_a (t/m³)	ρ_a (moy)(t/m³)
Essai1	53,8	55,7	1,9	161,6	160,4	21,5	0,998	2,71	2,71
Essai2	53,8	55,7	1,9	161,6	160,4	21,5	0,998	2,71	

Tableau II.4: Masse volumique de la zéolite.

	M_P (g)	M' (g)	M (g)	M₁ (g)	M₂ (g)	Température d'eau (°C)	ρ_{eau} (t/m³)	ρ_a (t/m³)	ρ_a (moy)(t/m³)
Essai1	53,8	56	2,2	161,6	160,4	21,5	0,998	2,20	2.22
Essai2	53,8	58,5	4,7	163	160,4	21,5	0,998	2,23	

D'après les résultats obtenus, on remarque que la masse volumique absolue de plâtre et celle de la chaux sont presque identique (2,71 t/m³) par rapport à celle de la zéolite (2,22t/m³). On conclut que la masse volumique absolue de la zéolite plus légère que celle de plâtre et de la chaux puissent sembler proche mais elles indiquent tout de même une différence significative entre les deux matériaux.

II.3.2 La surface spécifique :

Selon la norme EN 196-6, la finesse des poudres est mesurée sous forme de surface massique en observant le temps mis par une quantité fixée d'air pour traverser un lit de poudre compacté a des dimensions et porosité spécifiées.

Mode opératoire :

Peser une quantité (m) de poudre (plâtre, chaux, zéolite) pour obtenir un lit de poudre de porosité $e = 0,500$, avec $m = 0,500 * \rho * V$ (g). Poser le disque métallique perforé sur l'épaulement au fond de la cellule et placer sur ce disque métallique un disque de papier filtre vierge. Il faut s'assurer que le disque de papier filtre couvre complètement le disque métallique perforé et qu'il est bien plat, en pressant avec une baguette sèche et propre. Ensuite placer la quantité pesée de poudre (m) dans la cellule en prenant soin d'éviter toute perte de matière. Tapoter la cellule pour niveler la poudre. Placer ensuite le deuxième disque de papier filtre vierge sur la poudre nivelée. Insérer le piston plongeur jusqu'au contact avec le papier filtre. Placer la surface conique de la cellule dans le rodage conique au sommet du manomètre en utilisant un peu de graisse légère pour assurer un joint étanche. Obturer le dessus du cylindre avec un bouchon adéquat. Ouvrir le robinet d'arrêt et amener par une aspiration modérée le niveau du liquide manométrique jusqu'à la ligne la plus haute, en suite fermer le robinet d'arrêt et s'assurer que le niveau de liquide manométrique reste constant. Ouvrir le robinet d'arrêt et ajuste par une aspiration modérée le liquide manométrique au niveau de la ligne la plus haute. Fermer le robinet d'arrêt. Enlever le bouchon du sommet du cylindre. Le fluide manométrique va commencer à couler. Démarrer le chronomètre lorsque le liquide atteint la deuxième ligne, et l'arrêter lorsque le liquide atteint la troisième ligne. Refaire la procédure sur le même lit des poudres et relever les valeurs additionnelles du temps (t en secondes) et de la température ambiante ($^{\circ}\text{C}$).



Figure II.5 : L'essai de surface spécifique.

La surface spécifique (S) est exprimée commodément par :

$$S = \frac{K}{\rho} * \frac{\sqrt{e^3}}{1-e} * \frac{\sqrt{t}}{0,1n}$$

Où :

K = constante de l'appareil.

e = porosité de lit.

t = est le temps nécessaire à une quantité d'air donnée pour traverser un lit de poudre compacte, mesuré en second (s).

ρ = masse volumique absolue du matériau testé (g/cm^3).

$n = 0.00001826$ ($\text{Pa}\cdot\text{s}$) viscosité de l'air à la température d'essai $T=21.5$ °C.

$V = 1,82$ cm^3 (Etalonnage).

Les résultats de cet essai sont résumés dans le tableau suivant Tableau II.5 :

Tableau II.5: Surface spécifique des matériaux utilisés.

	m(g)	K	n(Pa.s)	t(s)	ρ (g/cm³)	S(cm²/g)
Plâtre	2.5116	3.215	0.5	109.775	2.76	6383
Chaux	2.4661	3.215	0.5	323.185	2.71	11154
Zéolite	2.0202	3.215	0.5	88.15	2.22	7111

Du tableau d'évaluation de la surface spécifique des différents matériaux on remarque que la chaux présente une grande surface spécifique par rapport à la zéolite ainsi que le plâtre avec une surface spécifique de 11154 cm²/g.

On conclut que la chaux fine ferme les pores entre les grains de plâtre ce qui donne un matériau compact, plus que la zéolite. Plus la surface spécifique est grande, plus la vitesse des réactions d'hydratation est élevée et plus les résistances mécaniques au jeune un âge sont grandes. Ceci montre que plus la surface de la chaux en contact avec l'eau est grande et plus l'hydratation est rapide et complète.

II.3.3 L'analyse granulométrique par sédimentation :

L'analyse granulométrique par sédimentation, appelée aussi sédimentométrie, a pour objet la détermination de la distribution pondérale de la taille des particules passant au tamis de mailles 0.08 mm, selon la norme NFP 94-057/1992.

Mode opératoire :

- **Préparation de défloculant**

Pour 100g de l'eau distillée ajouter 50 g de défloculant, est laissé reposer pendant 24h.

- **Préparation de la suspension**

Dans un bicher on prend 30 cm³ de défloculant dilué dans 500 cm³ de l'eau distillée pour obtenir 530 cm³ de suspension. On prend cette solution et on la verse dans une éprouvette contenant 50g de l'échantillon de diamètre des grains inférieur à 0.08mm, le tout est laissé reposer pendant 12h. On soumit le mélange à l'agitation mécanique pendant 3 minutes environ

en ajoutant 500 cm³ d'eau distillée (pour séparer les particules fines). On verse la suspension obtenue dans une éprouvette graduée de 500 cm³ après on lève le récipient de l'agitation et on le complète à 500 cm³ avec de l'eau.

- **L'essai**

On agite légèrement à l'aide d'un agitateur manuel la suspension pendant une minute pour l'homogénéiser. Après on plonge le densimètre avec précaution immédiatement après le déclenchement du chronomètre, ensuite, on fait la première lecture à 30 secondes, et des lectures successives à 1 minute et deux minutes. Après la troisième lecture, on retire le densimètre et on prend la température à 1/10^{ème} de degré près (on replonge le densimètre dans l'éprouvette contenant l'eau).

Après on fait des lectures à 5, 10, 20, 40, 80 minutes, 2, 4 et 24 heures, on plonge lentement le densimètre 15 secondes avant la lecture et on retire aussitôt la lecture faite et on prend à chaque fois la température de la suspension.

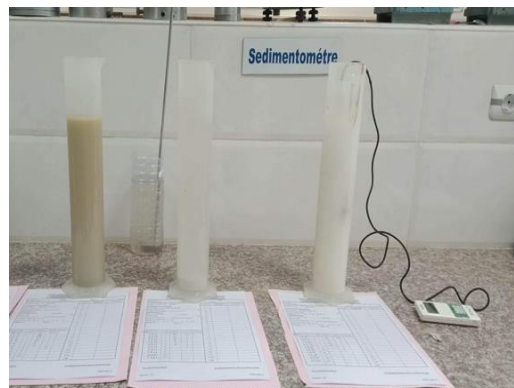


Figure II.6 : L'essai de sédimentométrie.

On peut le voir sur les courbe ci-dessous que nos matériaux utilisés sont des mélanges de particules de taille de sable fin et limon.

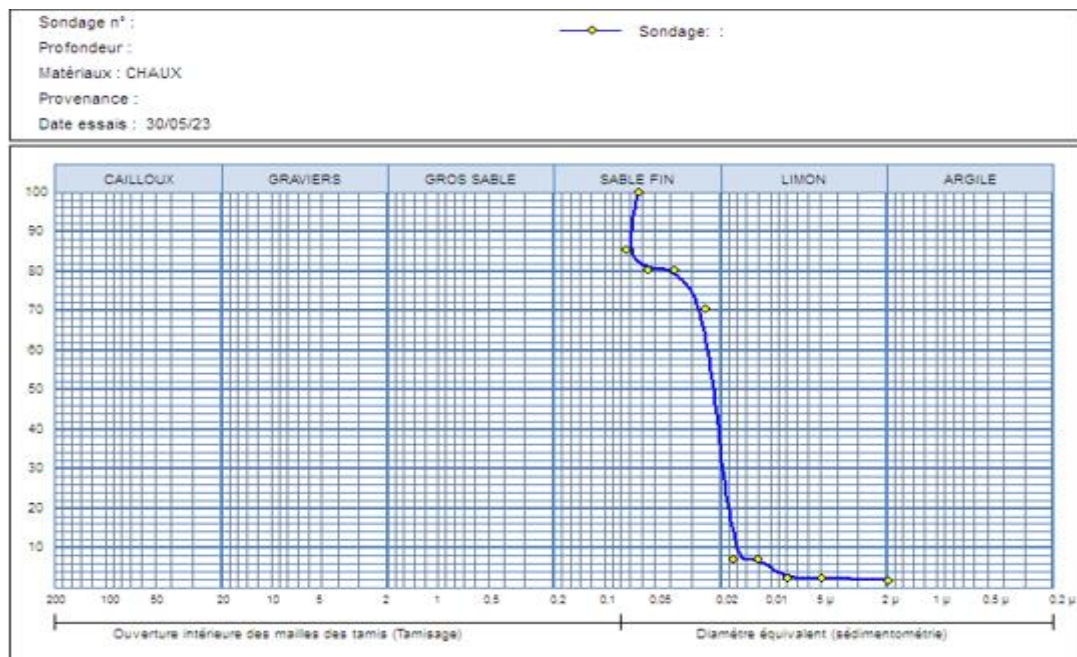


Figure II.7 : Courbe de l'analyse sédimentométrie de la chaux.

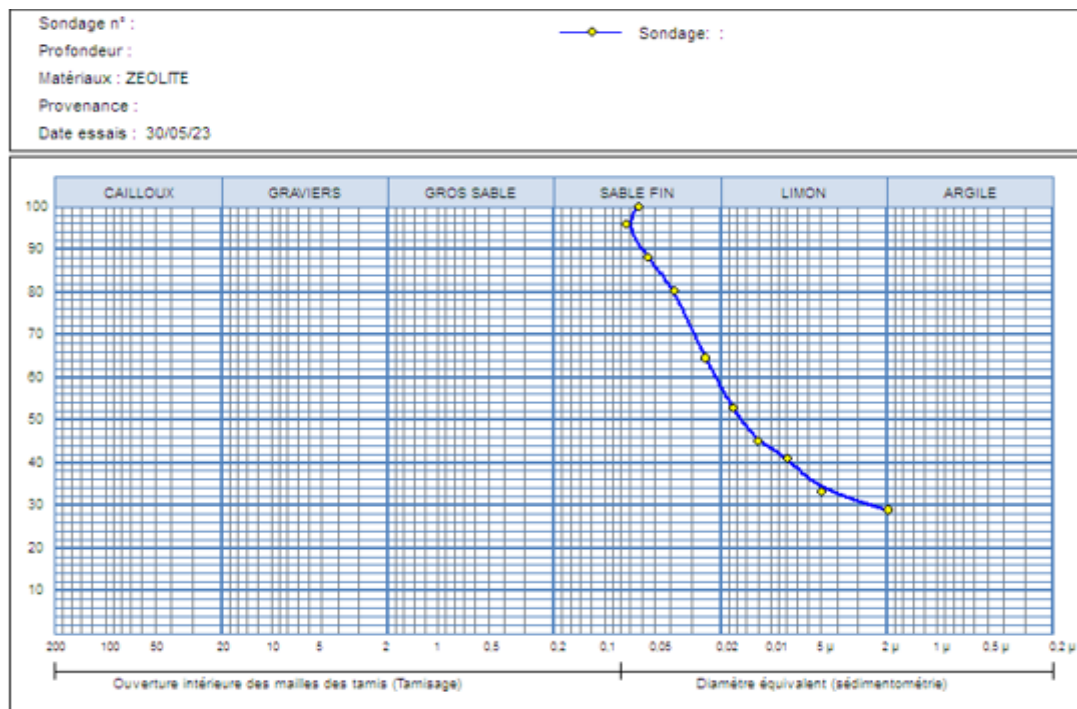


Figure II.8 : Courbe de l'analyse sédimentométrie de la zéolite.

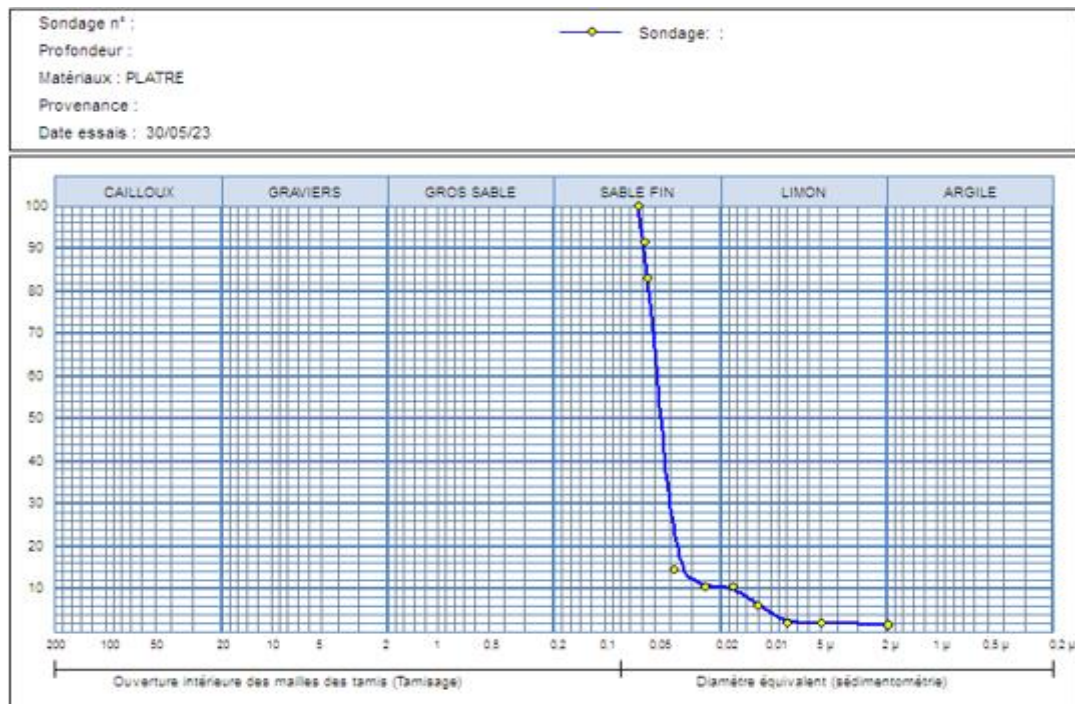


Figure II.9 : Courbe de l’analyse sédimentométrie de plâtre.

II.3.4 L’essai d’absorption :

On détermine un coefficient d'absorption d'eau, qui est défini comme le rapport de l'augmentation de masse de l'échantillon après imbibition par l'eau, à la masse sèche de l'échantillon. Cette imbibition partielle est obtenue par immersion de l'échantillon dans l'eau pendant 24 heures à 20 °C selon la norme P18-555/1990.



Figure II.10 : différents échantillons imbibés avec du l’eau.

Le coefficient d'absorption (Ab) est défini par la relation :

$$Ab(\%) = \frac{Mh - Ms}{Ms} \times 100$$

Mh : Masse de l'échantillon imbibé.

Ms : masse de l'échantillon sec après passage à l'étuve à 105 °C.

Tableau II.6: Les résultats d'absorption d'eau des matériaux utilisés.

	Mh (g)	Ms (g)	Ab(%)
Plâtre	18,3	11,4	59,85
Chaux	30,8	15,6	97,44
Zéolite	27,5	15,4	78,57

II.3.5. Analyse par spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) :

Les échantillons sont analysés par spectrométrie infra-rouge à transformée de Fourier (IRTF) en mode transmission avec un spectromètre de marque IRAffinity-1 shimadzu (figure II.11). Les échantillons sont broyés à une granulométrie inférieure à 80 μ m, puis mélangés avec du KBr (bromure de potassium) et analysés en pastilles. La préparation des pastilles consiste à mélanger 0,002g de l'échantillon à étudier avec 0,08g de KBr, le mélange est ensuite comprimé sous une pression exercée par une presse manuelle et une pompe aspiratoire qui dégage l'air de ces moules pendant 2 minute afin de former une pastille (Figure II.12). La pastille est ensuite analysée à l'aide d'un spectromètre infrarouge à Transformée de Fourier.

Des modes de vibrations spécifiques et caractéristiques des liaisons chimiques seront effectués par le rayonnement infrarouge.



Figure II.11 : Appareil d'IRTF de l'université de Bejaia.



Figure II.12 : système moule + presse pour former une pastille.

Les spectres infrarouges de nos matériaux sont présenté ci-dessous :

Poudre de zéolite :

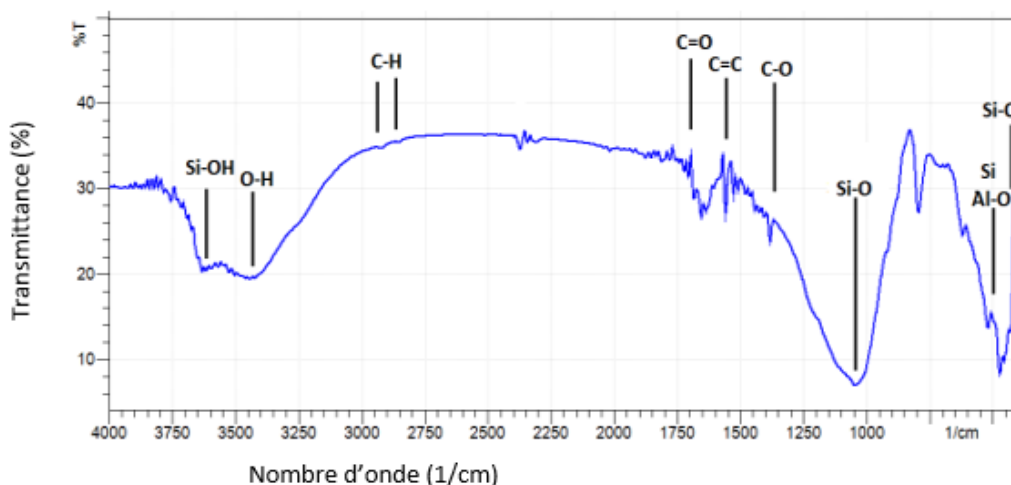


Figure II.13 : Spectre infrarouge de la zéolite.

Ce spectre infrarouge montre qu'entre 3655 cm-1 et 3408 cm-1 ces vibrations indiquent la présence de liaisons de Si-OH et OH, aux pics 1638 cm-1 correspond à la liaison H-O-H, les pics 1047 cm-1, 430 cm-1 correspondent à la liaison Si-O, 797 cm-1 correspond à la liaison Si-O-Al cm-1, 716 cm-1 et 519 cm-1 correspond à la liaison Al-O. Toutes les liaisons signaler précédemment correspond à la mordenite.

Poudre de chaux :

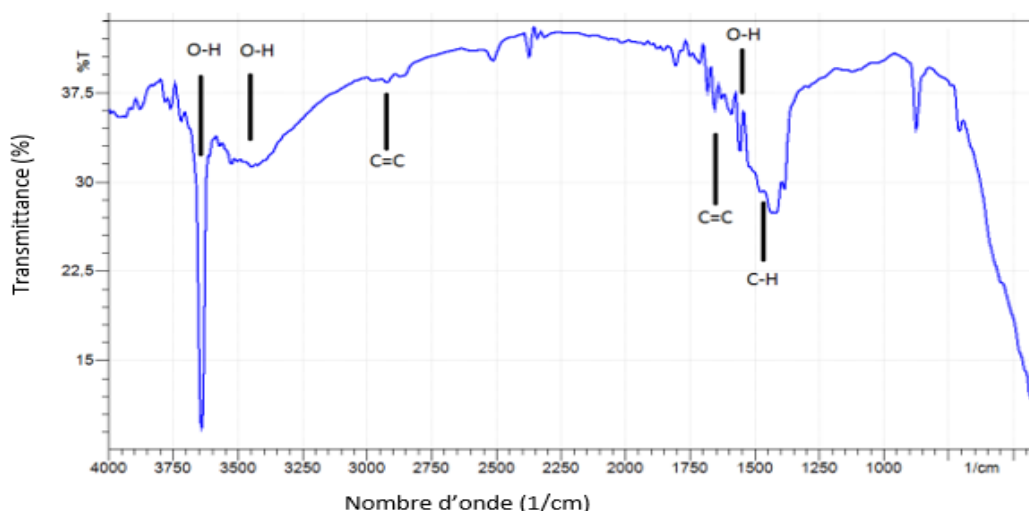


Figure II.14 : Spectre infrarouge de la chaux.

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

- **La soude** : C'est une base forte de 99.99% d'hydroxyde de sodium (NaOH).
- **Le gypse** : Est une espèce minérale composée de sulfate déshydraté 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.

Poudre de plâtre :

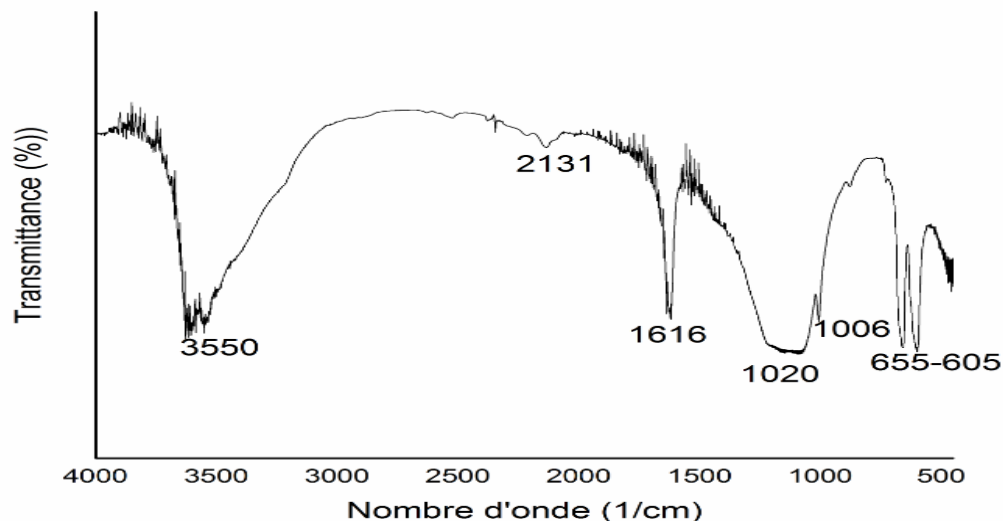


Figure II.15 : Spectre infrarouge de plâtre.

On peut le voir sur le spectre IRTF représenté sur la Figure II.15, des bandes caractéristiques au gypse peuvent être identifiées par :

Des doublets centrés à environ 1020 cm⁻¹, 1006 cm⁻¹, 655 cm⁻¹ et 605 cm⁻¹ qui correspondent aux élongations de la liaison S-O du sulfate de calcium (SO₄²⁻).

Des bandes caractéristiques de l'eau constitutive qui apparaissent au-dessus de 3000 cm⁻¹ vers 3550 cm⁻¹ (liaison O-H) et d'une bande (doublet) vers 1616 cm⁻¹ – 2131 cm⁻¹ (O-H) qui correspondent à des modes de vibrations d'élongation et de déformation de la liaison O-H.

III.3.6 Analyse structurale par diffraction de rayon X (DRX)

La diffraction de rayons X est une méthode d'analyse Physico-chimique couramment employée pour déterminer la structure cristalline d'un matériau. Elle s'applique à des milieux cristallins possédant un arrangement ordonné.

Les rayons X sont diffusés sans perte d'énergie par des particules de la matière chargée électriquement et principalement par les électrons. Dans les solides cristallins. Où les particules sont disposées de façons périodique, la quantité de rayonnement diffusé n'est importante que dans les directions pour les rayons diffusés sont en phase. On dit alors qu'il y a diffraction.

Les analyses ont été menées sur un appareil de marque PIXcel au Centre de Recherche Scientifique et Technique en Analyses Physico – Chimique (CRAPC) l'université de Bejaia.



Figure II.16 : Appareil de DRX de CRAPC.

Le diagramme obtenu pour le plâtre utilisé est donné sur la Figure II.1 et semble principalement composé de hemihydrate β ($\text{CaSO}_4, 1/2 \text{H}_2\text{O}$) et contient aussi quelques cristaux de gypse ($\text{CaSO}_4, 2\text{H}_2\text{O}$) résiduels suite à une mauvaise cuisson après extraction en carrière.

Le plâtre utilisé présente aussi quelques impuretés de type carbonate de calcium (CaCO_3) issues probablement des matières organiques calcinées. La présence d'anhydrite est très faible.

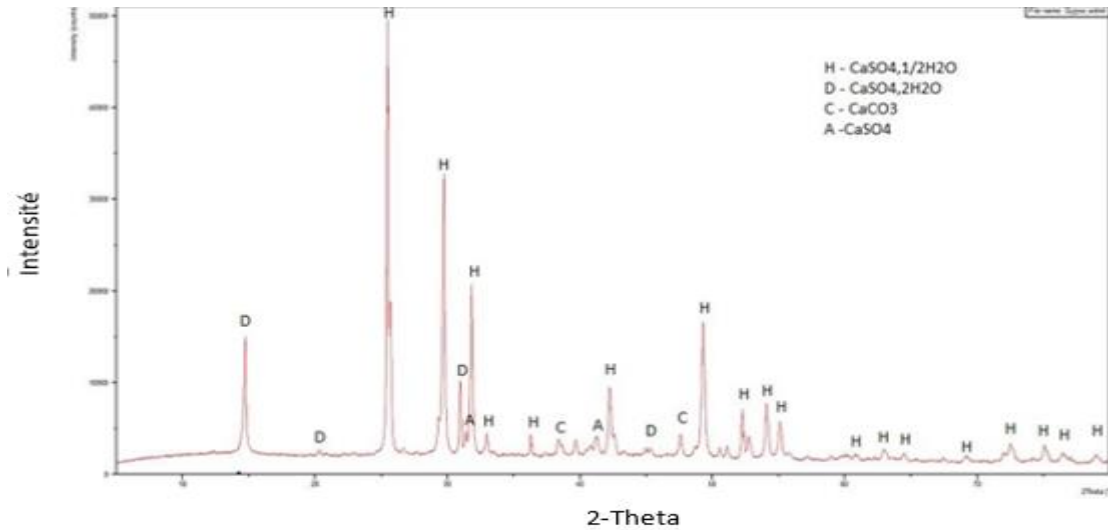


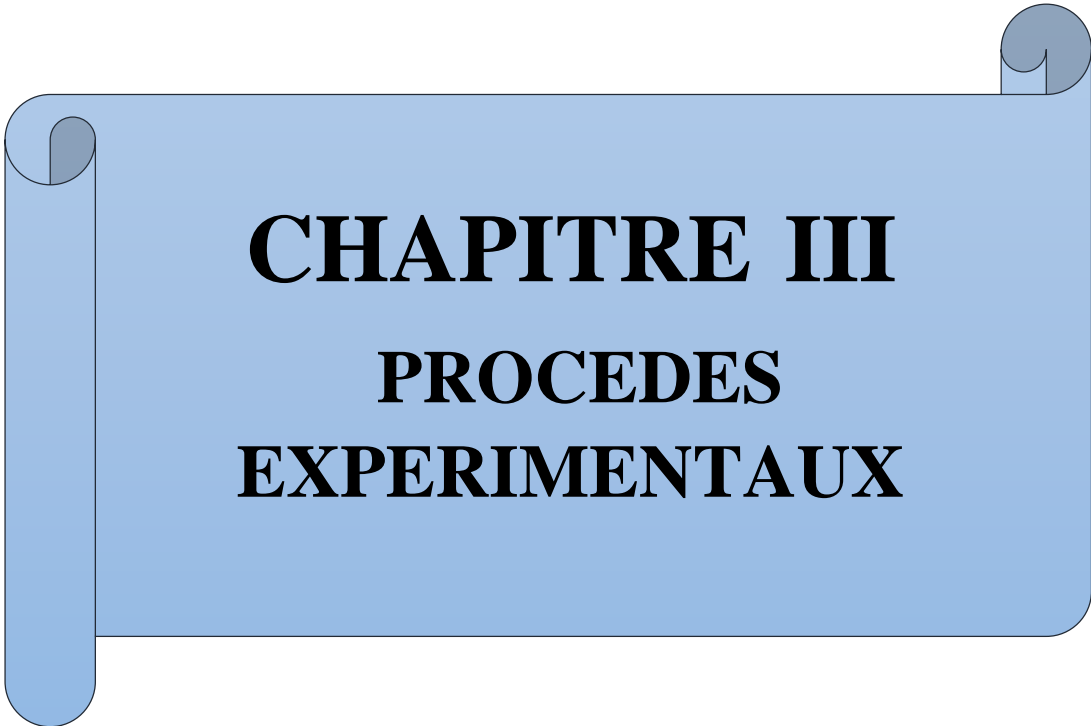
Figure II.17 : Analyse minéralogique par DRX du plâtre.

II.6 Eau de gâchage :

Pratiquement toutes les eaux naturelles potables n’ayant pas une odeur ou un goût prononcé peuvent être employées pour la fabrication du plâtre.

II.7 Conclusion :

Le travail présenté dans ce chapitre traite séparément les caractéristiques des matériaux de base utilisés dans l’étude expérimentale. C’est une étape nécessaire avant d’entamer l’étude expérimentale de ces pâtes.



CHAPITRE III
PROCEDES
EXPERIMENTAUX

III .1 Introduction :

Le travail de ce chapitre consiste d'une part à développer une formulation de la pâte de plâtre, et d'autre part à caractériser ses performances physique et mécanique à partir d'essais appropriés. Par le biais de leurs performances, est évaluée l'aptitude des pâtes de plâtre formées à remplacer les plâtres traditionnels. Pour cela, nous avons choisi de faire varier quelques paramètres dans la pâte traditionnelle. Pour cela le plâtre a été partiellement substitué par des additions minérales telle que la zéolite et la chaux pour former ces pâtes de plâtres.

III.2 Formulation des pâtes de plâtre

Dans le but de fixer le rapport eau /liant et le taux de substitution du plâtre par les additions minérales nous avons effectué des essais préliminaires en se basant sur un essai de consistance.

III.2.1 Essai de consistance (Méthode de dispersion) :

La méthode de dispersion est utilisée pour les liants de gypse et les enduits de gypse à consistance fluide en mesurant l'écoulement du mélange lorsqu'un moule rempli du mélange est retiré. Pour déterminer la masse (en grammes) de liant de gypse ou d'enduit de gypse qui produira un mélange d'une consistance donnée.

L'essai de consistance a été réalisé selon la norme EN 13279-2 (2014). Cet essai consiste à mettre une quantité de plâtre déterminée par un test initial pour fournir un diamètre d'étalement de 150 mm à 210 mm dans un bol mélangeur contenant une quantité d'eau spécifiée. Le plâtre est pulvérisé sur l'eau puis mélangé soigneusement et rapidement à l'aide d'une spatule métallique pendant 30 secondes, le temps zéro correspond au moment de l'ajout du plâtre à l'eau, puis laisser reposer le mélange pendant 60 secondes. Verser le mélange dans un moule tronconique de 40 mm de hauteur, de 65 mm de diamètre intérieur supérieur et de 75 mm de diamètre intérieur inférieur, qui se repose sur une plaque de verre. Araser le moule et enlever l'excédent de pâte, puis soulever le moule à la verticale pour permettre à la pâte de s'écouler sur la plaque et former une galette.

Mesurer le diamètre de la galette à deux endroits perpendiculaires l'un à l'autre et retenir la valeur moyenne.

A) Détermination du rapport (E/P) (eau /plâtre) :

Dans la conception expérimentale, il est prévu que le rapport eau/poudre soit maintenu à 0,8 selon les recommandations techniques du fabricant de plâtre.

$$E/P=0,8 \longrightarrow E=P*0,8$$

Pour la détermination du taux E/P correspondant à une bonne résistance et bonne maniabilité, nous avons effectué des essais préliminaires résumés dans le tableau III.1.

Tableau III. 1 : Détermination du Rapport E/P

	Masse du plâtre (g)	Masse d'eau (g)	(E/P)	Température (°C)	Etalement (mm)
Essai 1	200	160	0,8	21	310
Essai 2	300	225	0,75	21	300
Essai 3	250	162,5	0,65	21	250
Essai 4	250	150	0,6	21	210
Essai 5	250	125	0,5	21	90
Essai 6	300	165	0,55	21	185

D'après les résultats obtenus par les essais on a adopté un rapport eau/plâtre (E/P) de 0,6.

B) Rapport de substitution du plâtre par les additions minérales :

La substitution partielle du plâtre consiste à remplacer une partie de sa masse par la zéolite et /ou la chaux. Etant donné que le rapport E/P a été fixé à 0,6 et généralisé à tous les mélanges, le pourcentage de substitution du plâtre a été varié et la consistance de ces mélanges a été surveillée.

Comme la zéolite absorbe plus d'eau que la chaux, nous avons mené des expériences pour déterminer le pourcentage de la zéolite proportionnelle au rapport (E/L) choisi. Le pourcentage

retenu pour la zéolite sera généralisé sur les autres mélanges contenant la chaux seule ou additionnée à la zéolite.

Les pourcentages testés sont 5%, 7% et 10%. Les compositions massiques retenues sont résumées dans le tableau III.2.

La lettre P désigne le plâtre et la lettre Z désigne la zéolite, et CH la chaux.

Tableau III.2 : Compositions massiques des pâtes (Plâtre+Zéolite) à divers pourcentages de zéolite.

Pates	Plâtre (g)	Zéolite (g)	E/P	Eau (g)	Etalement (mm)
P+Z(5%)	285	15	0,6	180	210
P+Z(7%)	279	21	0,6	180	200
P+Z(10%)	270	30	0,6	180	181

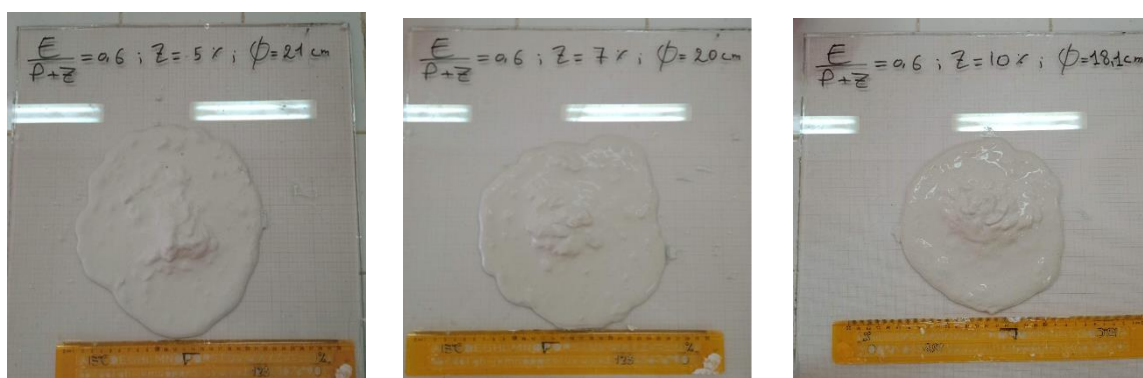


Figure III.1 : Etalement des mélanges Plâtre+Zéolite

Commentaire : Etant donné que l'essai à 10 % de substitution a donné une quantité substantielle de zéolite par rapport aux autres essais et la valeur d'écoulement de 181 mm rentre dans l'intervalle 150 mm-210 mm exigé par la norme EN13279-2, nous avons choisi cette quantité pour réaliser les autres mélanges.

Tableau III.3 : Compositions massiques de mélange (Plâtre+ chaux +zéolite).

Pate	Plâtre (g)	Zéolite(g)	Chaux (g)	E/P	Eau (g)	Etalement (mm)
P+CH(10%)	270	-	30	0,6	180	167,5
P+CH(5%)+Z(5%)	270	15	15	0,6	180	188,5

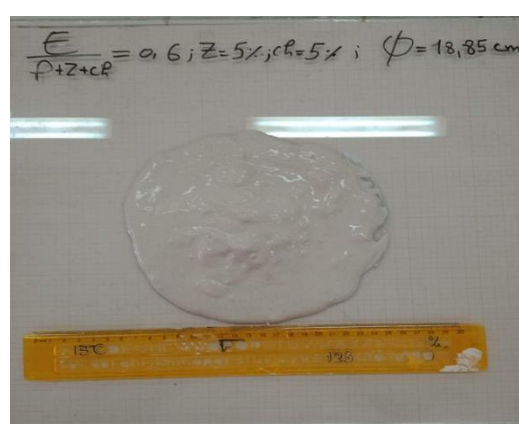
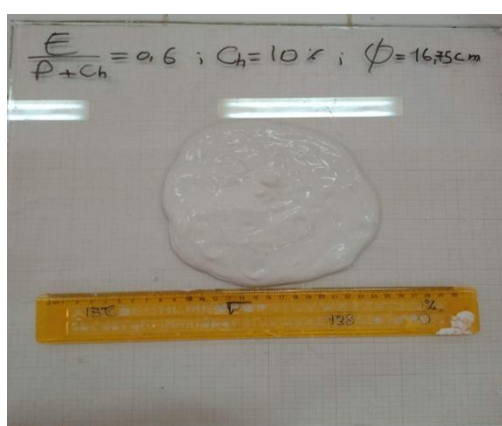


Figure III.2 : L'étalement des mélanges.

III.3 Confection des éprouvettes et conditions de conservation

III.3.1 Préparation des pâtes de plâtre :

Nous avons d'abord introduit 600g d'eau dans une gamelle humide, puis saupoudré 1000g de plâtre et mélangé soigneusement et rapidement à l'aide d'une spatule en métal pendant 30 secondes et démarrons le chronomètre lorsqu'on ajoute le plâtre à l'eau, puis nous avons laissé reposer le mélange pendant 60 secondes pour libérer les bulles d'air, la pâte est mélangée deux fois, puis versée dans le moule (figure III.4). Les pâtes ne contenant que le plâtre servent d'échantillon témoin (pâtes de référence).



Figure III.3 : Malaxage de la pâte de plâtre.

D'autre part, nous avons formulé trois autres pâtes (plâtre + zéolite, plâtre + chaux, plâtre + chaux + zéolite) avec un rapport de substitution du plâtre par la zéolite et /ou la chaux de 10 %. Pour préparer 1000 grammes du mélange, à l'aide d'une balance avec une précision de 1 g, on pèse 900 g de plâtre, 100 g de poudre (zéolite et/ou chaux) et 600 g d'eau. Le plâtre est mélangé avec la poudre (zéolite et/ou chaux) jusqu'à homogénéisation. Après cela, on introduit l'eau dans la gamelle, puis on saupoudre le mélange sec (plâtre + poudre). La procédure de malaxage est la même adoptée dans les pâtes de référence.

III.3.2. Mise en place et conditions de cure des éprouvettes :

Après préparation et malaxage, les mélanges ont été moulés dans des moules prismatiques de 40*40*160 mm³, nettoyés et huilés préalablement.

Les moules prismatiques de 40*40*160 mm³ ont été soumis à l'essai de flexion. Des éprouvettes de 40*40*40 mm³ à l'essai de compression, et celle de 10*60*80 mm³ pour l'essai de la conductivité thermique.

Les éprouvettes ont été conservées dans le laboratoire à l'air ambiant pendant 7, 28 et 60 jours. A chaque échéance d'essai, les éprouvettes sont transférées dans une étuve régulée à 40 ±2 °C jusqu'à masse constante pour arrêter les réactions d'hydratation.



Figure III.4 : Différents moules utilisés

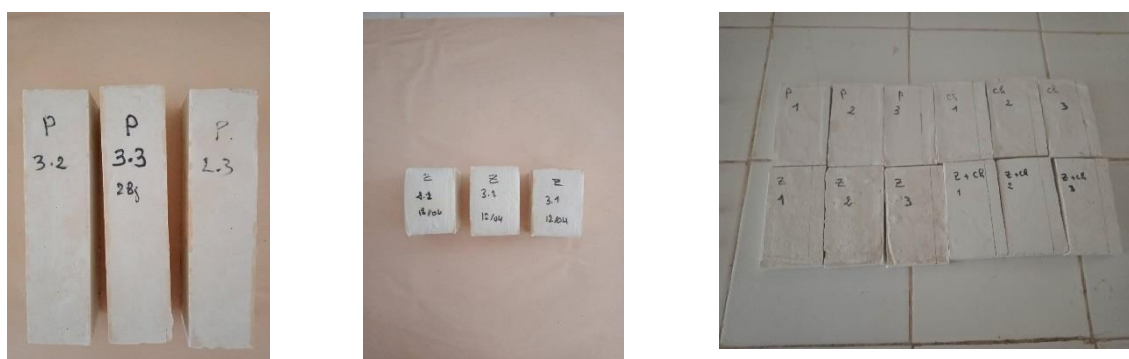


Figure III.5 : Différentes éprouvettes prismatiques des différents échantillons.

III.4. Essais sur pâtes de plâtre

III.4.1. Temps de prise (temps couteau) (EN13279-2)

Temps de prise est le temps nécessaire pour mettre en œuvre de plâtre, il s'écoule entre le début du gâchage et le durcissement du plâtre.

Début de prise : moment où le plâtre commence à cristalliser, ou le sillon tracé par une lame de couteau dans une galette de pate de plâtre ne se ferme plus (voir la Figure III.6).

Fin de prise : moment où la pâte de plâtre n'est plus utilisable, le plâtre achève son durcissement, un pouce fermement appliqué sur la surface ne laisse plus de trace.



Figure III.6 : Galette de temps prise.

Tableau III.4 : Temps début et fin de prise des pâtes de plâtre.

	Plâtre	Plâtre +Chaux	Plâtre +Zéolite	Plâtre +Chaux +zéolite
Temps début de prise	8min	21min 41s	8min 29s	20min 41s
Temps fin de prise	34min	28min 29s	15min 40s	29min 47s

Commentaire : le plâtre utilisé dans notre recherche a un temps de prise très court de 8 minute et temps fin de prise très lente de 34 min, Le début et la fin de prise les plus courts sont enregistrés dans le cas du plâtre composé de 10% de zéolite. Le début et la fin de prise les plus lents sont enregistrés dans le cas du plâtre compose de 10% chaux et plâtre composé de 5% chaux +5% de zéolite. La chaux permettra donc de retarder la prise (le durcissement) du plâtre afin d'aider à son application,

III.5. Caractéristiques mécaniques des éprouvettes :

Il s'agit de l'essai de flexion à trois points et l'essai de compression, qui sont réalisés sur les échantillons réalisés, moyennant un appareil d'essais mécanique. La valeur de la charge de rupture est lue directement sur l'écran de la machine.

La machine utilisée est de marque CONTROLS PILOT PRO modèle 65-L27P12 (Figure III.7).



Figure III.7 : Presse hydraulique type CONTROLS PILOT PRO

III.5.2. Résistances mécaniques de rupture par flexion (R_f) :

L'essai de flexion à trois points a été réalisé selon la norme NF EN 12390-5. Il a été effectué sur des prismes $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ avec une vitesse de mise en charge de 5 N/s . L'éprouvette prismatique est placée sur deux rouleaux d'appuis, et une force est progressivement appliquée au centre de l'éprouvette jusqu'à sa rupture (Figure III.9). La partie supérieure de l'éprouvette est en compression et la partie inférieure en traction. Le résultat pris est la moyenne de trois essais.

La force requise pour briser un prisme de plâtre mesurant $40 \text{ mm} \times 40 \text{ mm} \times 160 \text{ mm}$, reposant sur des rouleaux supports distants de 100 mm est donnée par l'expression suivante :

$$f_{cf} = \frac{3 \cdot F \cdot l}{2 \cdot d_1 \cdot d_2^2}$$

Où :

f_{cf} : est la résistance en flexion, en mégapascals (newtons par millimètre carré) ;

F : est la charge maximale, en newtons ;

l : est l'écartement entre les deux rouleaux d'appui, en millimètres ;

d_1 et d_2 : sont les dimensions de la section transversale de l'éprouvette, en millimètres.

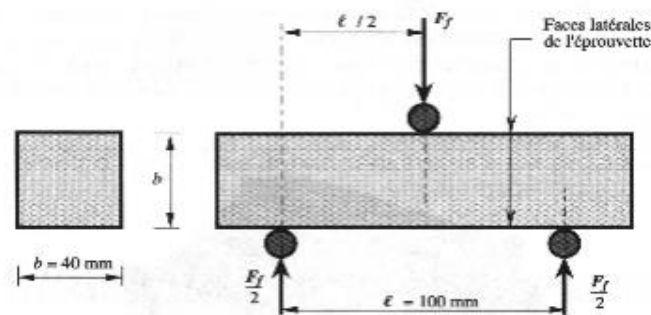


Figure III.8 : Schéma type de l'essai de flexion.



Figure III.9 : Essai de résistance à la flexion.

III.5.3. Résistance mécanique à la rupture par compression :

L'essai de résistance mécanique en compression consiste à soumettre l'éprouvette à un écrasement par compression axiale (Figure III.11). La mise en charge doit se faire d'une manière continue jusqu'à rupture de l'éprouvette. La contrainte de compression est donnée par l'expression suivante :

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

Où :

RC : Résistance à la compression en (MPa).

F_c : Charge de rupture en (N).

b : Coté de l'éprouvette est égale à 40 mm.

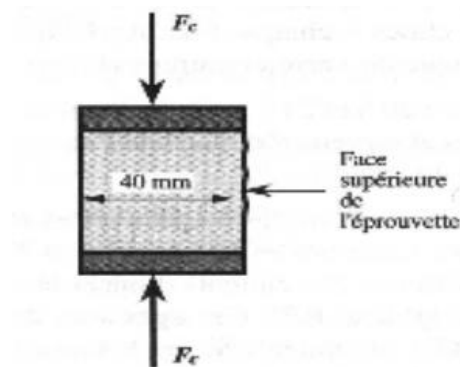


Figure III.10 : Schéma type de l'essai de compression.

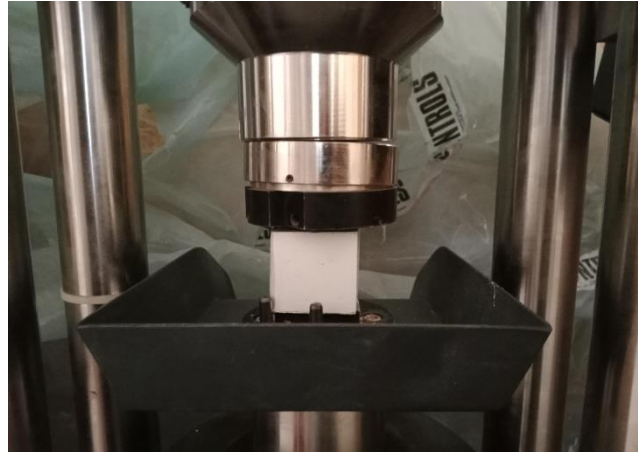


Figure III.11 : Essai de résistance à la compression.

III.6. Essais physiques :

III.6.1. Essai de la conductivité thermique :

La conductivité thermique est une grandeur physique caractérisant le comportement des matériaux lors des transferts de la chaleur. Elle représente la quantité de chaleur transférée par unité de surface et par unité de temps.

L'appareil utilisé dans cet essai est le CT-mètre (Figure III.12). Cet appareil permet de déterminer plusieurs paramètres pour un même échantillon à savoir la conductivité thermique et la chaleur spécifique. Une mesure au CT Mètre consiste à mettre une sonde contenant un fil résistif entre deux plaques d'échantillon. Cette paire d'échantillons, initialement isotherme, est soumise à un flux thermique délivré sous forme d'effet Joule par le fil résistif.



Figure III.12 : L'appareil de CT-mètre muni d'une sonde.

III. 6.2. Essai de retrait :

Cet essai a pour but de mesurer en fonction du temps la variation dimensionnelle des éprouvettes à l'état durci, dues aux effets de l'hydratation et de la dessiccation des matériaux.

Il s'agit d'évaluer le rétrécissement des prismes conservés à l'air ambiant du laboratoire. Pour ce faire, l'évolution de la longueur de l'éprouvette par rapport à sa longueur initiale après démoulage par le biais d'un pied à coulisse a été effectué, en faisant la différence entre les mesures initiales et finales au temps indiqué. Le retrait est calculé par la formule suivante :

$$\frac{L_{initiale} - L_{finale}}{L_{initiale}} \times 100$$



Figure III.13 : Processus de l'essai de retrait.

III.6.3. Porosité :

La porosité est définie comme étant le volume total de l'ensemble des vides exprimée en pourcentage du volume global de la pâte de plâtre.

L'essai est effectué sur les six (06) demi-épreuves provenant de l'essai de flexion qu'on a pesé à sec, soit (M_1) la valeur de cette masse sèche. Ces moitiés de prisme ont été ensuite immergées dans l'eau pendant 24 heures, puis retirées de l'eau et essuyées soigneusement et rapidement avec du papier absorbant. La masse humide (M_2) a été déterminée. La masse (M_3) est la masse de l'échantillon immergé dans l'eau, suspendu avec un fil dans un bac, et est appelée masse hydrostatique. Elles ont été placées dans un dessiccateur pendant une (01) heure (Figure III.14). A la sortie du dessiccateur, les demi-épreuves ont été pesées dans l'eau pour déterminer la masse saturée (M_4). La porosité est déterminée par la formule suivante :

$$(P\%) = \frac{M_2 - M_1}{M_2 - M_4} \times 100$$

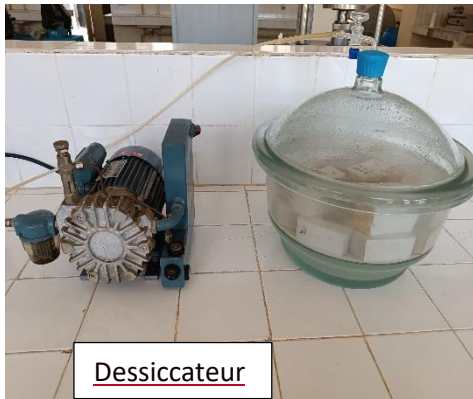


Figure III.14 : Le processus de la pesé hydrostatique.

III.6.4. Masse volumique apparente :

Elle a été déterminée en utilisant la procédure décrite en haut (porosité). La masse volumique apparente est calculée comme suit :

$$M_{\text{app}} = \frac{M_1}{M_2 - M_4}$$

Où :

M₂ : Masse saturé ;

M₁ : Masse sèche ;

M₄ : Masse par la poussé hydrostatique.

III.6.5. Absorption d'eau :

L'absorption d'eau (A) exprime en pourcentage la relation entre le poids d'eau absorbée et le poids de l'échantillon sec. Le test a été réalisé selon la procédure américaine : Test de 24 h de submersion dans l'eau déminéralisée (ASTM C 67-03a). Les éprouvettes sont séchées et refroidies selon la procédure décrite en haut (porosité). Elles sont ensuite immergées dans l'eau déminéralisée pendant 24 heures. L'absorption d'eau est ensuite calculée par l'équation suivante :

$$A = \frac{M_2 - M_1}{M_1} \times 100$$

Où :

M₁ : Masse de l'échantillon sec ;

M₂ : Masse de l'échantillon saturé

III.6.6. Analyse par spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) :

L'analyse par spectrométrie infra-rouge révèle de différentes bandes de vibration, de déformation et d'élongation dans notre échantillon. Les résultats obtenus sont illustrés sur les figures ci-dessous :

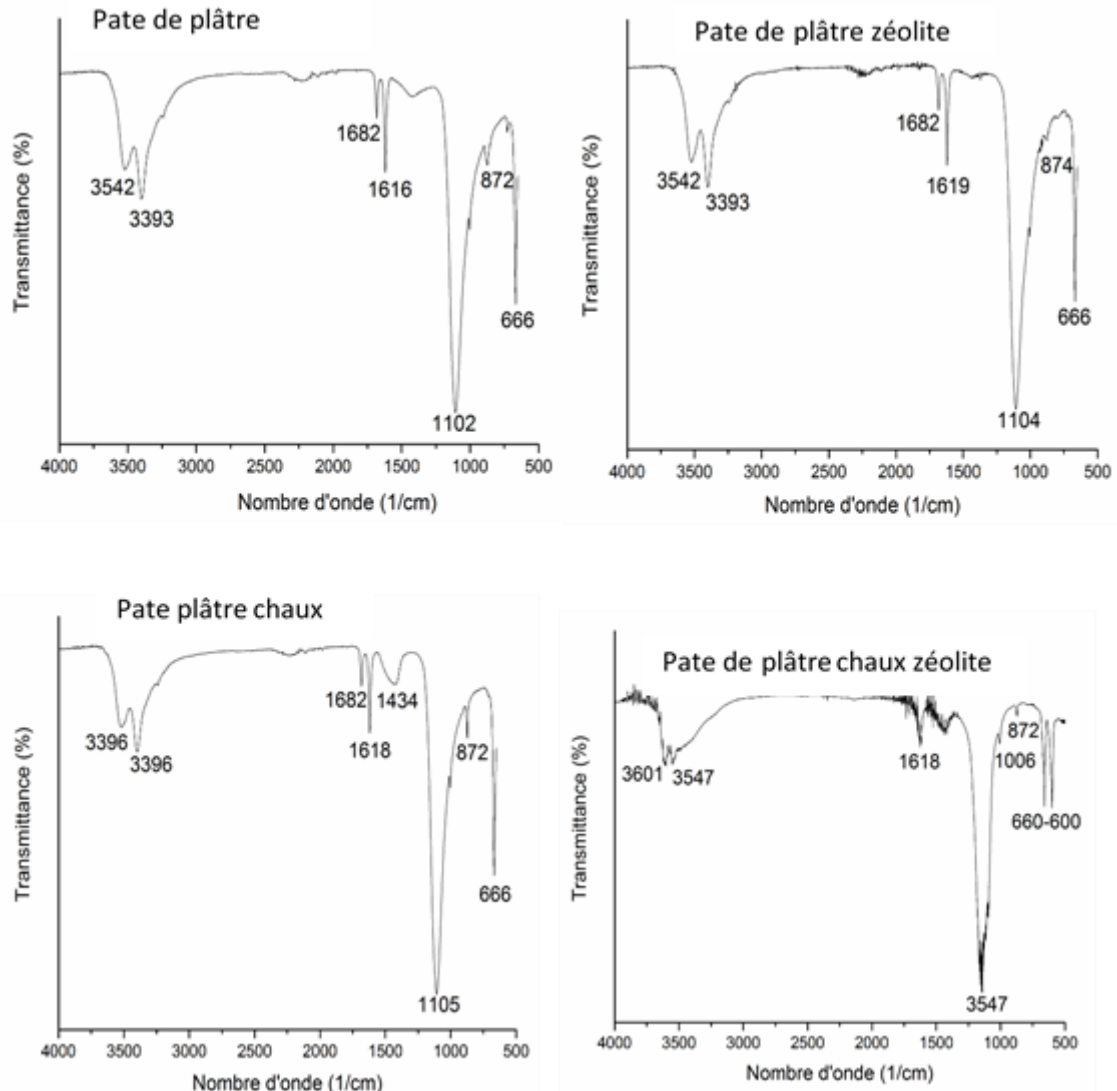


Figure III.15 : Spectres infrarouges des différentes pates de plâtre.

On peut le voir sur la Figure II.15 que les quatre spectres IRTF sont presque identiques, ils diffèrent légèrement en longueur des pics à cause de la substitution de plâtre par les additions minérales utilisés, des bandes caractéristiques au gypse peut être identifié par :

Des doublets centrés à environ 1158 cm^{-1} , 1121 cm^{-1} , 670 cm^{-1} et 603 cm^{-1} qui correspondent aux élongations de la liaison S-O du sulfate de calcium (SO_4^{2-}).

A blue scroll graphic with a white border, featuring a rolled-up edge on the left and a small scroll end on the top right. The text is centered on the scroll.

CHAPITRE IV
RESULTATS ET
DISCUSSIONS

IV .1. Introduction :

Ce chapitre est consacré à la présentation, analyse et interprétation des résultats expérimentaux obtenus durant le programme expérimental. Les résultats obtenus nous permettront de savoir et de juger le comportement des pâtes composés de différentes additions minérales (zéolite et chaux). Pour donner une meilleure lisibilité aux résultats, ces derniers seront présentés dans des tableaux et par des diagrammes. Une conclusion sera exploitée à la fin de ce chapitre.

IV.2. Essai de résistance à la compression

Selon les résultats repris dans l'essai, nous avons tracé la variation de la résistance à la compression pour les différents échantillons.

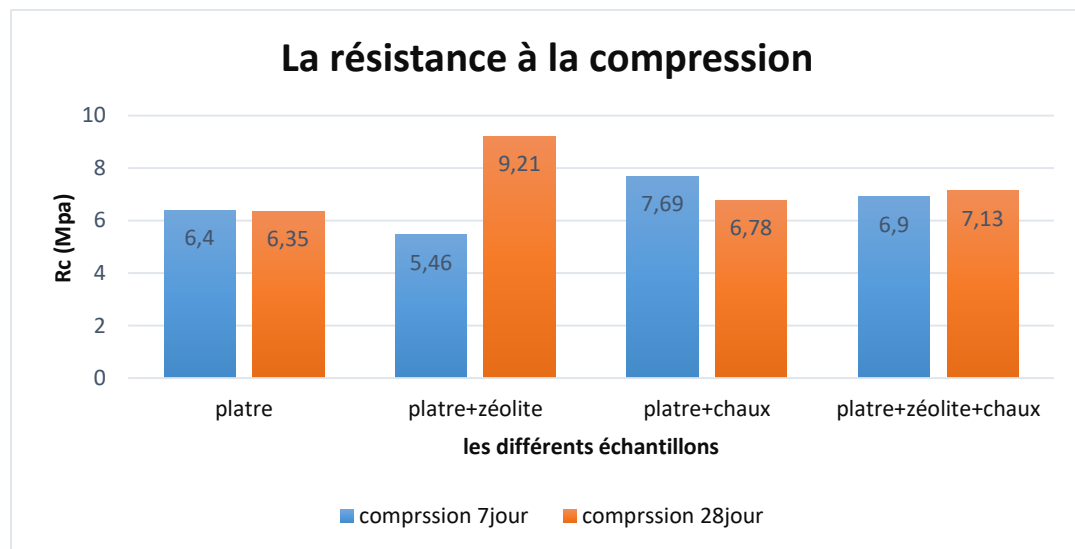


Figure IV.1 : la résistance à la compression des différents échantillons.

Selon les résultats de la résistance à la compression à l'âge de 7 jours et 28 jours pour les différents échantillons, on constate que la « chaux » dans le « plâtre » présente une meilleure résistance à la compression 7,69 MPa que celle de la « plâtre - zéolite » à l'âge de 7 jours. Par contre cette dernière a enregistré une augmentation dans le temps et passe de 5.46 MPa à 7 jours à 9.21 MPa à 28 jours ; également la pâte de « plâtre - zéolite-chaux » donne une résistance

élevée par rapport aux celle de « plâtre - chaux ». De plus, l'incorporation de la zéolite dans les pâtes de plâtre augmente la résistance en compression et surpasse celle du plâtre seul.

Ceci montre que la « zéolite » est caractérisée par une activité pouzzolanique (réaction) très importante et plus grande que celle de la « chaux » mais au fil de temps, ce qui permet de les utiliser avec un pourcentage assez important dans le plâtre.

Dans une étude réalisée sur l'élaboration de matériaux zéolitiques à partir de déchets industriels pour une utilisation comme pouzzolane active dans un ciment ternaire a conclu que la zéolite retarde le développement de la résistance mécanique jusqu'à 28 jours de durcissement [26].

De par sa grande surface spécifique, la chaux s'infiltré entre les particules de plâtre et de zéolite et resserre les pores dans les pâtes qui le contiennent. Son rôle est de type physique par densification du mélange et obturation des pores. La présence concomitante de la chaux et de la zéolite avec une quantité suffisante d'eau interstitielle peut former du silicate de calcium hydraté (C-S-H) par la réaction pouzzolanique. La formation du gel C-S-H par consommation de la chaux par la zéolite confère au mélange une résistance mécanique accrue. Cependant, dans le mélange « plâtre – zéolite », l'absence de la chaux limite l'effet de la zéolite à un effet purement physique de comblement des pores. De ce fait, elle n'engendre aucun effet chimique car elle ne possède pas de caractéristiques liantes en elle-même [27,28].

La résistance en compression du mélange composé de zéolite et de chaux n'a pas offert les valeurs attendues. La consommation de la chaux ne semble pas avoir lieu par la zéolite, ceci peut être attribué à une mauvaise homogénéisation et une hydratation difficiles de ces composants [29].

Dans une étude il a été montré que l'ajout de zéolite naturelle diminue la résistance à la compression des pâtes de plâtre. Bien que l'hydratation complète des semi-hydrates en dihydrates a été bien évidente à partir des résultats DRX et IF des composites « gypse + zéolite » naturelle, la raison de cette diminution peut être que la matrice de gypse dense a été perturbée en raison de l'introduction de vides/défauts/pores par l'incorporation de la zéolite naturelle poreuse [30].

IV.3. Essai de résistance à la flexion

Selon les résultats obtenus, nous avons tracé la variation de la résistance à la flexion pour les différents échantillons.

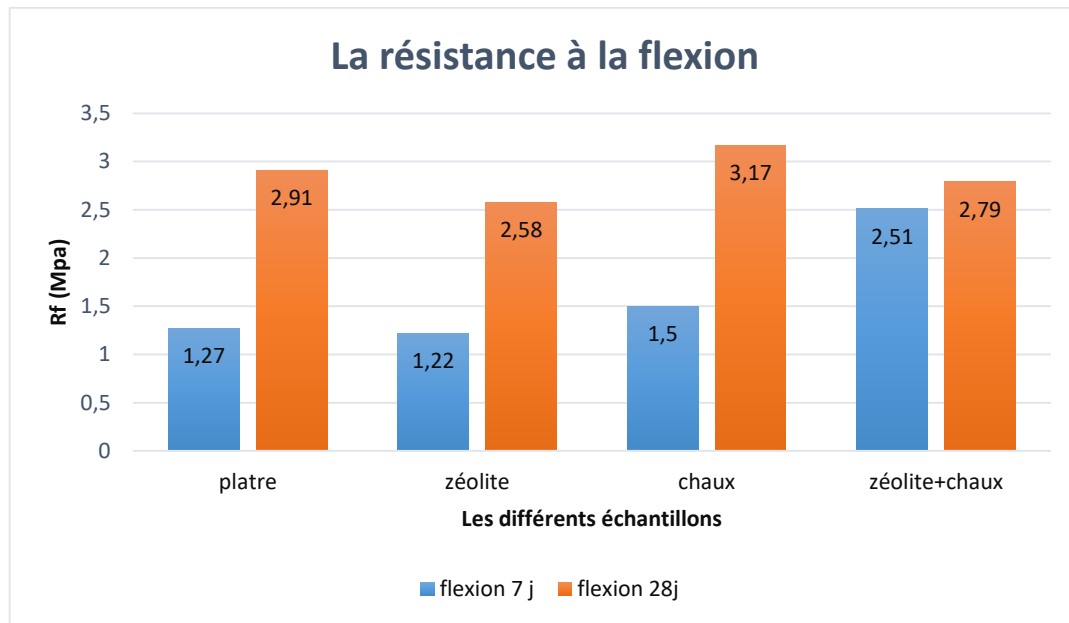


Figure IV.2 : La résistance à la flexion des différents échantillons.

D'une vue générale, on peut remarquer dans la figure IV.2 que la résistance à la flexion progresse au cours du durcissement. La résistance à la flexion de la pâte « plâtre – chaux - zéolite » à 7 jours de durcissement est légèrement grande à celles des pâtes « plâtre - zéolite » et « plâtre - chaux » ainsi que la pâte de référence « plâtre seul » avec une résistance de (2,51 MPa). L'écart de résistance entre les différentes formulations de pâtes n'est pas significatif ni à 7 jours ni à 28 jours. La pâte de « plâtre - chaux » enregistre la résistance la plus haute avec une valeur de 3,17 MPa.

Ceci montre que les tests directs de la résistance mécanique (flexion) des pâtes de « plâtre - zéolite » et « plâtre – chaux – zéolite » reste les meilleurs indicateurs indirects du pouvoir pouzzolanique d'un matériau.

Ont conclu que la zéolite et la chaux ont retardé le développement de la résistance mécanique jusqu'à 28 jours de durcissement. Sur ce, on constate que la présence de la zéolite et de la chaux enclenche le développement des performances mécaniques par le biais de la réaction pouzzolanique qui est une réaction lente.

Les résultats de ce test montrent que l'augmentation de la résistance à la flexion des échantillons durcis contenant de la zéolite n'est pas aussi considérable que dans le cas de la résistance à la compression [27].

IV.4. Essai de porosité et d'absorption d'eau

Les résultats de porosité et d'absorption d'eau obtenus pour les différents composites testés à 7 jours et 28 jours sont présentés par les Figures VI.3 et VI.4.

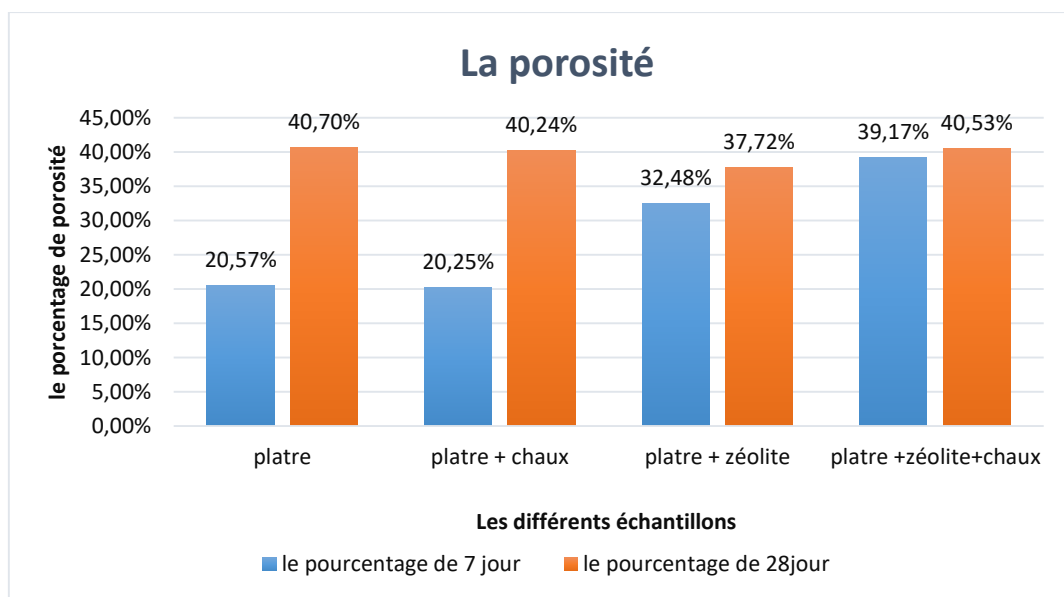


Figure IV.3 : La Porosité des différents échantillons de pâtes.

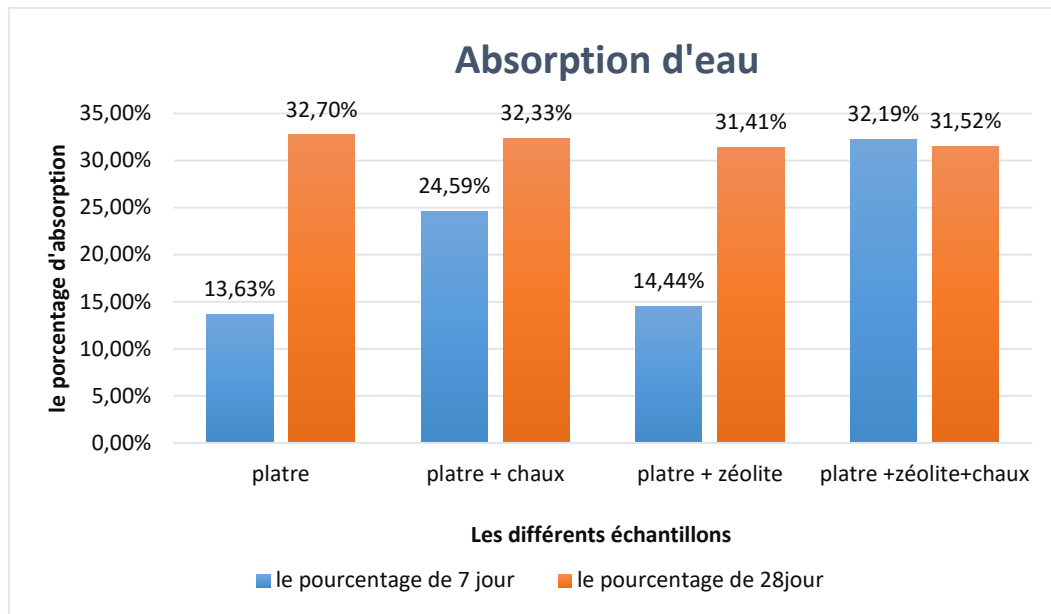


Figure VI.4: Absorption de l'eau des différents échantillons.

De la figure IV.3 on observe que toutes les formulations de pâtes sont caractérisées par une porosité ouverte élevée qui varie entre 20,25 et 39,53% à 7 jours et entre 37,72 et 40,70 % à 28 jours de durcissement. Aussi sur la figure IV.4 on voit bien que le coefficient d'absorption d'eau est très élevé et varie de 13,63 à 32,19 % à 7 jours puis connaît une augmentation vers 31,41-32,70 % à 28 jours de durcissement. Ceci confirme une bonne capacité d'absorption de l'eau des différentes formulations de pâte.

Dans l'évaluation de l'effet de la zéolite sur la porosité accessible à l'eau, on a constaté que la pâte de « plâtre - chaux » est moins poreuse que la pâte contenant de la « zéolite » à l'âge de 7 jour. Puis on a enregistré des augmentations moyennement importantes à l'âge de 28 jours mais restent légèrement inférieures à celle du « plâtre » témoin.

D'après ces résultats on conclut que la chaux absorbe de l'eau (poreuse) plus que la zéolite. Au fil du temps l'eau s'évapore et crée des augmentations du volume des pores, c'est pour ça elle augmente la porosité.

Les pâtes de « plâtre – zéolite - chaux » et « plâtre – zéolite » absorbent plus d'eau que le « plâtre » témoin à l'âge de 7 jour, par contre à l'âge de 28 jours on constate que les différentes pâtes enregistrent des élévations convergentes des coefficients d'absorption d'eau. L'abaissement du coefficient d'absorption d'eau en présence de la zéolite est probablement dû à la zéolite qui a déjà atteint son hydratation complète lors de la préparation des échantillons [29].

A 7 jours, l'ajout de zéolite naturelle a entraîné une augmentation de l'eau absorbée des mélanges de « plâtre - zéolite » et « plâtre - chaux - zéolite » par rapport au plâtre de référence. Cette augmentation de la porosité indique le manque de structure compacte du gypse formé. Les pores générés dans le gypse produit par l'ajout d'une zéolite naturelle poreuse à une matrice de plâtre agissaient comme des cavités dans lesquelles l'eau libre pouvait être piégée, entraînant une diminution de la stabilité de l'eau. De plus, le fort comportement hygroscopique de la zéolite naturelle a provoqué la diffusion de molécules d'eau dans les pores de la matrice. La maniabilité réduite des composites de « zéolite naturelle - plâtre » réduit également la compacité de la matrice de la pâte conduisant à des pores accessibles qui peuvent facilement être occupés par de l'eau [30].

L'augmentation de l'absorption de l'eau à 28 jours dans tous les mélanges peut aussi être justifiée par l'évaporation de l'eau des interstices et la connectivité des pores.

L'ajout de la zéolite est réputé pour ses bonnes propriétés de sorption, en raison de sa structure unique, et peut être utilisé dans des mélanges secs comme retenant et accumulateur d'eau. Les plâtre à la chaux et zéolites naturelles conviennent aux murs humides et peuvent être appliqués avec succès en remplacement des enduits de rénovation. Ils sont entièrement compatibles avec les matériaux de construction traditionnels, ce qui signifie qu'ils peuvent être utilisés dans la restauration des murs en maçonnerie salée [32].

IV.5. La masse volumique apparente (Densité apparente)

Les résultats des essais de la masse volumique apparente ρ_{app} pour les différentes pâtes testées à l'âge de 7 jours et 28 jours, sont présentés par la Figure (VI.5).

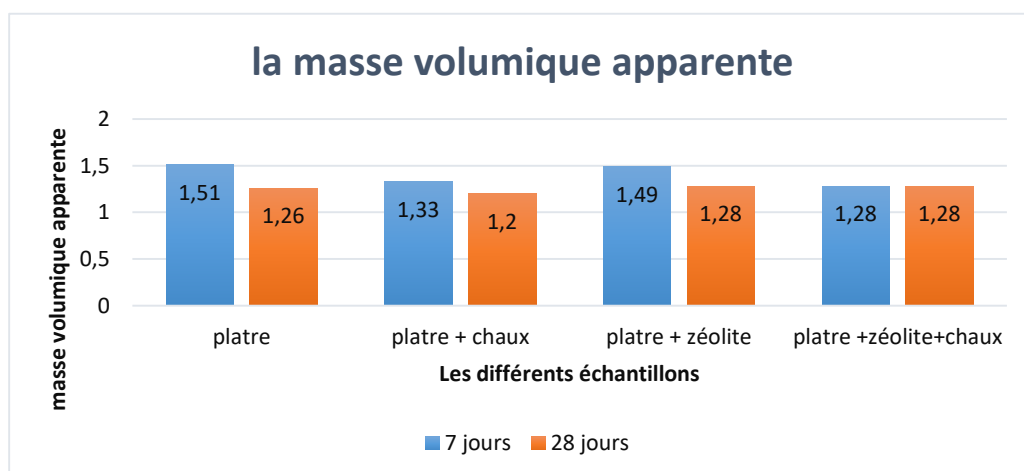


Figure IV.5 : Masse volumique apparente des différentes pâtes.

Les résultats des tests de la masse volumique apparente sont illustrés par la Figure (VI.5). Celui-ci montre des hausses augmentations à l'âge de 7 jours pour les différents pâtes « plâtre » et « plâtre - chaux » par rapport aux autres pâtes. Au fil de temps (à l'âge de 28 jours) on remarque de diminuer ces derniers avec une légère déférence aux autres pâtes.

La raison de la diminution de la densité apparente du mélange « plâtre - zéolite naturelle » est due à la nature poreuse et à la densité plus faible de la zéolite naturelle [30]. Lorsque le plâtre de densité 2,76 est remplacé par un matériau plus léger de densité de 2,22 (densité de la zéolite) le produit pris sera beaucoup plus léger. Dans ce cas, le volume de plâtre remplacé dans l'échantillon est plus important [31].

IV.6. La conductivité thermique

Les résultats des essais de la conductivité thermique et la chaleur spécifique pour les différentes pâtes sont dans la Figure IV.6 et IV.7.

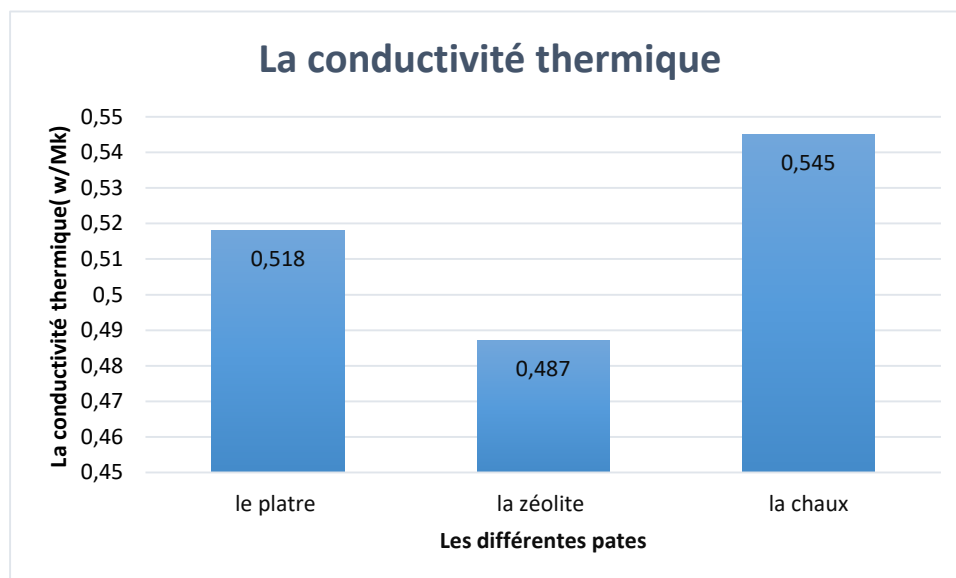


Figure IV.6: Evolution de La conductivité thermique λ des différentes pâtes.

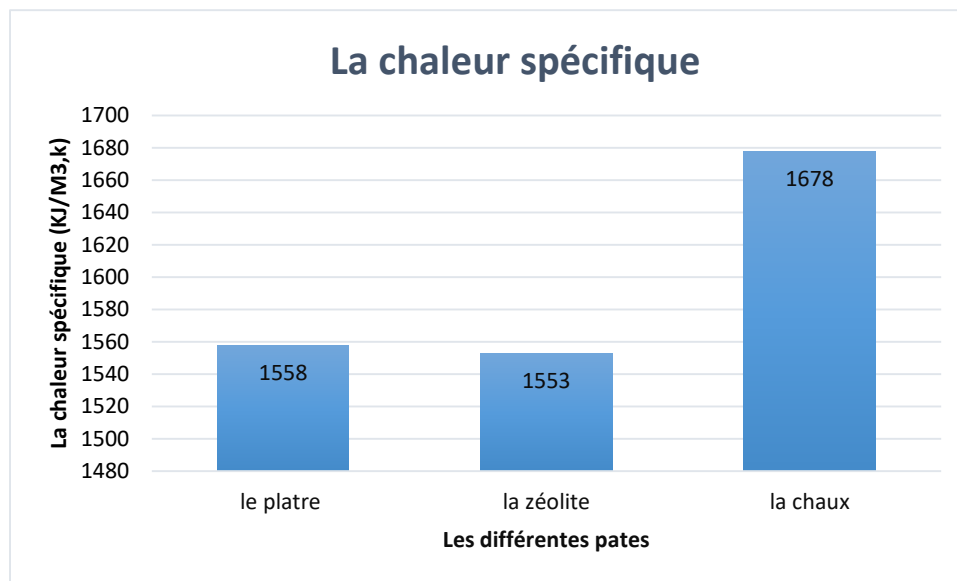


Figure IV.7: Evolution de La chaleur spécifique S_p des différentes pâtes.

L'histogramme de la figure IV.6 et IV.7 présente l'évolution de la conductivité thermique et chaleur spécifique des différentes pâtes. On remarque bien que la conductivité thermique et la chaleur spécifique ont le même comportement, la pâte de « plâtre - chaux » enregistre une hausse valeur de la conductivité thermique ainsi que la chaleur spécifique suivi de la pâte témoin. La pâte contenant la zéolite enregistre une conductivité thermique et une chaleur spécifique la moins importante.

On conclut que l'ajout de la chaux dans les pâtes améliore la conductivité thermique.

IV.7. Le retrait

Les résultats obtenus des essais de retrait et perte de masse pour les différents matériaux utilisés sont représentés dans la Figure (IV.8) et la Figure (IV.9).

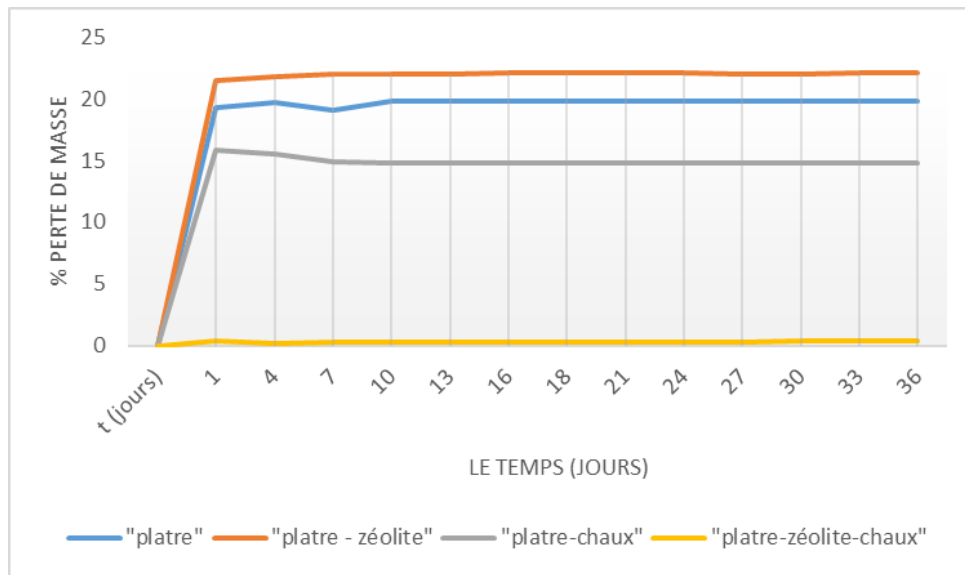


Figure IV.8: Retraits des différentes pâtes en fonction de temps.

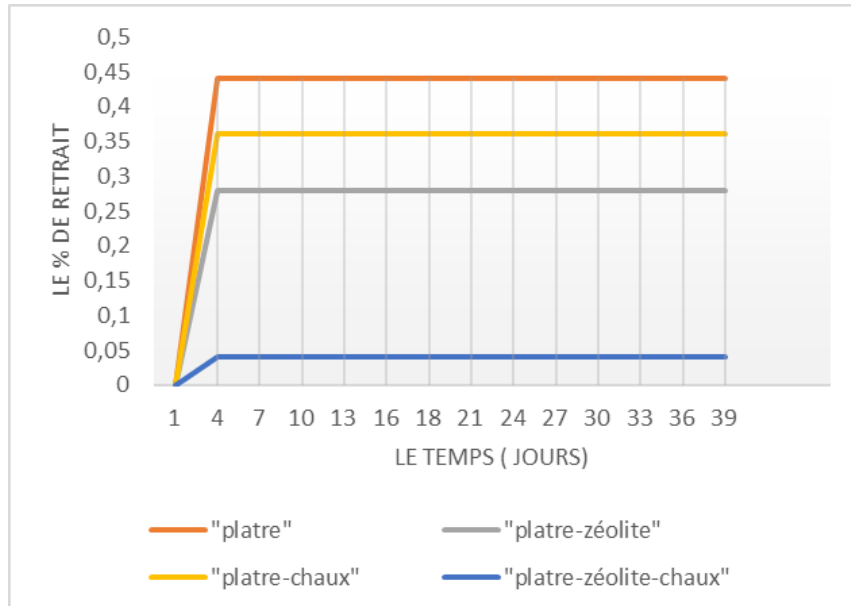


Figure IV.9: Pertes de masse des différentes pâtes en fonction de temps.

Des courbes présentées sur la figure (IV.8) on peut remarquer que les retraits des pâtes incorporant les additions minérales « chaux et ou zéolite » sont inférieurs à celui de la pâte témoin « plâtre seul ».

Le retrait arrive en raison de la perte d'eau adsorbée du plâtre, à cause de sa porosité totale et la surface spécifique de pores.

Par contre dans la figure (IV.9) on a enregistré un état différent de celui du retrait. En effet la pâte « plâtre-zéolite » a enregistré la perte de masse le plus important suivi de la pâte témoin. L'ajout de la chaux et zéolite à une même pâte a enregistré une légère perte de masse.

Le processus de durcissement est terminé et tout retrait ultérieur n'est plus à craindre [33].

Conclusion

Dans ce chapitre, on déduit que les additions minérales comme la zéolite et la chaux ont un effet et engendrent des changements dans les différentes propriétés physico-mécaniques et thermiques des pâtes de plâtre durcies.

D'après les résultats menés sur les différentes formulations de plâtre on peut déduire les conclusions suivantes :

- La zéolite retarde le développement de la résistance mécanique jusqu'à 28 jours de durcissement.
- La zéolite joue un rôle chimique ce qui fait augmenter la résistance à la compression.
- La chaux diminue le développement des réactions pouzzolaniques.
- La zéolite est un matériau poreux.
- La zéolite réduit la valeur de la conductivité thermique du plâtre.

Conclusion générale

L'objectif principal de cette étude est d'apporter notre contribution à la valorisation des matériaux de construction locaux et élargir le domaine de son utilisation de façon rationnel. Les matériaux valorisés sont le plâtre, la zéolite et la chaux qu'on trouve en très grandes quantités en Algérie.

Ce travail de recherche est présenté en quatre chapitres à l'issue de ces chapitres des conclusions sont sous-citées.

De la section synthèse bibliographiques sur le plâtre on peut dresser les conclusions suivantes :

- ✓ Malgré l'abondance naturelle de plâtre (gypse) en Algérie, son utilisation est limitée aux travaux secondaires ou décoratifs. Il est également utilisé sous plusieurs façons : comme une pâte de plâtre, mortier de plâtre ou comme un béton de plâtre.
- ✓ Les zéolites synthétiques présentent l'avantage d'être très pures et de structure uniforme. Ces paramètres sont extrêmement importants pour certaines applications telles que les utilisations catalytiques en lit fluidisé.

Après caractérisation des matières premières ont conclu que :

- ✓ Plus la surface spécifique est grande, plus la vitesse des réactions d'hydratation est élevée et plus les résistances mécaniques au jeune un âge sont grandes.

Nous avons effectué une série d'essais mécanique, physique et sur les différentes pâtes de plâtre. Les remarques qui nous avons apporté sont :

- ✓ L'absence de la chaux limite l'effet de la zéolite à un effet purement physique de comblement des pores.
- ✓ L'ajout de zéolite naturelle diminue la résistance à la compression des pâtes de plâtre.
- ✓ La présence de la zéolite et de la chaux enclenche le développement des performances mécaniques par le biais de la réaction pouzzolanique qui est une réaction lente.
- ✓ Les différentes formulations de pâtes possèdent une bonne capacité d'absorption de l'eau.
- ✓ Les différentes pâtes enregistrent des élévations convergentes des coefficients d'absorption d'eau.
- ✓ Le fort comportement hygroscopique de la zéolite naturelle a provoqué la diffusion de molécules d'eau dans les pores de la matrice.
- ✓ L'ajout de la zéolite est réputé pour ses bonnes propriétés de sorption, en raison de sa structure unique.

- ✓ L'ajout de la chaux dans les pâtes améliore la conductivité thermique.

Nous espérons que cette étude contribuera à une large diffusion des éléments à base de plâtre et pâtes de plâtre renforcés par la zéolite et la chaux.

Les des normes

La norme	L'intitulé
la norme P18-558	Détermination de la masse volumique absolue des fines
NFP 94-057/1992	Analyse granulométrique des sols (méthode par sédimentation)
La norme P18-555	Mesures des masses volumiques, coefficient d'absorption et teneur en eau des sables
EN 13279-2 (2014)	Liants-plâtre et enduits à base de plâtre pour bâtiment (méthode d'essai)
NF EN 12390-5	Essai pour béton durci
la norme EN 196-6	Détermination de la finesse (méthodes d'essai des ciments)

Références bibliographiques

- [1] Hewlett. P. et al., (2004) Lea's, Chemistry of Cement and concrete, 5ème édition.
- [2] Sylvain Meille. Étude du comportement mécanique du plâtre pris en relation avec sa microstructure. Matériaux. INSA de Lyon, 2001. Français.
- [3] F Teaoka, J Takahashi : Dimensions charges and pressure of dental stones set in silicone rubber Impression. Dent mater 2000 ; 16 : drite 144.149.
- [4] BELHOCINE AIDA -NAGOUDI NADJAT (2014) : Etude expérimentale d'un mortier avec ajouts minéraux.
- [5] SANAHUJA Julien, DORMIEUX Luc, CHANVILLARD Gilles, and MEILLE Sylvain. Modélisation micromécanique des matériaux poreux (pâte de ciment, plâtre), Janvier - <http://cmm.mines-paristech.fr>.
- [6] Secret de fabrication du plâtre – le plâtre industriel – L'entrevues – numéro 23 – page 13.
- [7] Daniel DALIGAND. “ Le plâtre“, technique de l'ingénierie, 2001.
- [8] C.N.E.R.I.B., “Recommandations pour la construction en plâtre“, Centre National d'Etudes et de Recherche Intégrées au Bâtiment, 2003.
- [9]<https://bricoleurpro.ouest-france.fr/dossier-159-platre-definition-utilisation-avantages-inconvenients.html> .
- [10] BERKANI Akila, Etude de l'activation thermique des additions minérales sur les Caractéristiques mécaniques d'un mortier de ciment normalisé, Mémoire de Master, Université de Médéa, Algérie, 2015.
- [11] STITIS., 1999 « Le pari des ciments Algérien » Habitat et construction, Alger, N°05, pp.32-39.
- [12] BOUALLA. N, (2011) Etude de l'influence de l'ajout de la pouzzolane sur les caractéristiques physicochimiques des ciments.
- [13] CRONSTEDT. A. F, (1756) Svenska Ventenskaps Akademiens Handlingar Stockholm 18, 120.
- [14] ITANI. L., (2010) Mécanisme de réaction et de mise en forme de cristaux zéolitiques, 19-20.
- [15] CLAIRE. I. FIALIPS et AL. (2005) ICARUS, Vol. 178, 74-83.
- [16] MENAD. K., (2010) Synthèse d'une zéolithe avec incorporation de métaux lourds, 7.
- [17]<https://www.soprema.be/fr/article/conseil/perlite-et-vermiculite-usage-dans-le-secteur-de-la-construction> .

- [18] ACGIH Documentation of the threshold Limit Values and Biological Exposure Indices. Talc. (2010).
- [19] Lerm Setec., (2014) Pouzzolanité, activité pouzzolanique et hydraulité.
- [20] BELHOCINE AIDA -NAGOUDI NADJAT (2014) : Etude expérimentale d'un mortier avec ajouts minéraux.
- [21] Dreux. G & J. Festa : « Nouveau guide du béton et de ses constituants ». 8ème Edition. Eyrolles. Mai 1998.
- [22] Etude physico-chimique de mortier de plâtre à base sable Renforcé de fibres synthétique et végétale - DANI SIHAM, MISSAOUI AICHA.
- [23] DANI SIHAM, MISSAOUI AICHA : « Etude physico-chimique de mortier de plâtre à base sable renforcé de fibres synthétique et végétale », UNIVERSITE AKLI MOAND OULHADJE-BOUIRA, 2017, page 19.
- [24] DJEBALI, S, (2011). "Caractérisation des éléments de structures en béton de fibres métalliques". Doctorat en Génie Mécanique- Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, 2011.
- [25] F. Ghomari. LES ADJUVANTS. Cours science des matériaux de construction. Université Abou Bekr Belkaid, faculté de technologie, département de génie civil. 2011/2012.
- [26] CENK K., HALDUN K., ILKER B.T., (2010) Utilization of natural zeolite in aerated concrete production, *Cement and Concrete Composites*, 32, 1-8.
- [27] G. Sezemanas, M. Sinica, P. Zacharčenko, N. Pivenj, D. Mikulskis, M. Kligys. Influence of Zeolite Additive on the Properties of Plaster Used for External Walls from Autoclaved Aerated Concrete. *Materials Science (Medžiagotyra)* 19, (2) 2013, 222-229.
- [28] G. Martens, R. Snelling, K. Van Balen, B. Bicer-Simsir. Pozzolanic Reactions of Common Natural Zeolites with Lime and Parameters Affecting Their Reactivity. *Cement and Concrete Research* 39 (3) 2009, 233 – 240.
- [29] P. De Luca, P. De Luca, S. Candamano, A. Macario, F. Crea and J. B. Nagy. Preparation and characterization of plasters with photodegradative action. *Buildings* 8 (122) 2018, 1-14.
- [30] M. Sophia, N. Sakthieswaran. Synergistic effect of mineral admixture and bio-carbonate fillers on the physico-mechanical properties of gypsum plaster. *Construction and Building Materials*, 204 (2019), 419–439. doi: 10.1016/j.conbuildmat.2019.01.160.
- [31] A. Jiménez Rivero, B. Ana de Guzmán, J. García Navarro. New composite gypsum plaster – ground waste rubber coming from pipe foam insulation. *Construction and Building Materials*, 55 (2014) 146–152.
- [32] B. Klimek, D. Barnat–Hunek, M. Franus. Influence of zeolite additive on the properties of plaster used for monumental salted walls. UDC 624.04 (2014). Lublin University of Technology, Civil Engineering and Architecture Faculty.

[33] R. BELOUETTAR J.R. KLEPACZKO, M.T. ABADLIA, Etude du comportement mécanique du béton cellulaire autoclave produit en Algérie, Sciences & Technologie – N°18, Décembre (2002), pp. 49-54.