

SOMMAIRE

SOMMAIRE

LISTE DES TABLEAUX

REMERCIEMENTS

INTRODUCTION

PREMIERE PARTIE : GENERALITES ET BIBLIOGRAPHIE

CHAPITRE 1 : GENERALITE SUR LES CIMENTS

 1.1 DEFINITION DU CIMENT

 1.2 LES CONSTITUANTS DU CIMENT

 1.3 LES DIFFERENTS TYPES DE CIMENTS

CHAPITRE 2 : LE CIMENT ALUMINEUX

 2.1 COMPOSITION DU CIMENT ALUMINEUX

 2.2 CARACTERISTQUES DU CIMENT ALUMINEUX

 2.3 RESISTANCES DU CIMENT ALUMINEUX

 2.4 TEMPS DE PRISE DU CIMENT ALUMINEUX

 2.5 LES MATIERES PREMIERES

 2.6 ROLE DES OXYDES SUR LE PROCESSUS DE PRODUCTION DU CIMENT ALUMINEUX

 2.7 LE MONO ALUMINATE DE CALCIUM

 2.8 METHODES DE PREPARATION DES MATIERES PREMIERES

 2.9 METHODES CLASSIQUES DE PRODUCTION DU CIMENT ALUMINEUX

 2.10 FOURS

 2.11 MODE DE REFROIDISSEMENT

 2.12 QUELQUES TENDANCES DE DEVELOPPEMENT DE LA TECHNOLOGIE DE PRODUCTION
DU CIMENT ALUMINEUX

 2.13 LES PRINCIPALES REACTIONS LORS DE LA CUISSON DU CIMENT ALUMINEUX

 2.14 BROYAGE DU CLINKER

 2.15 ACTION DE L'EAU SUR LES LIANTS HYDRAULIQUES

CHAPITRE 3 : LA CARACTERISATION DU CIMENT

 3.1 COMPOSITION DU CIMENT

 3.2 LA RESISTANCE MECANIQUE

*DEUXIEME PARTIE : ETUDE DE LA PREPARATION DE LIANT MINERAL A BASE DE
MONOALUMINATE DE CALCIUM*

CHAPITRE 1 : PREPARATION DES NITRATES

 1.2 PREPARATION DU NITRATE DE CALCIUM

 1.2 PREPARATION DU NITRATE D'ALUMINIUM

 1.3 ANALYSE DES PRODUITS OBTENUS

1.4 RESULTATS

CHAPITRE 2 : ETUDES QUALITATIVES ET PARAMETRES IMPORTANTS

2.1 TEMPERATURE DE CUISSON

2.2 TECHNIQUES DE PREPARATION DE MELANGE DES DEUX SELS

2.3 DOMAINE DE TEMPERATURE DE DEGAGEMENT DES VAPEURS NITREUSES

2.4 MODE DE CUISSON

2.5 TEST DE COMPORTEMENT HYDRAULIQUE DES ECHANTILLONS

2.6 CUISSON DES ECHANTILLONS

TROISIEME PARTIE : ETUDES QUANTITATIVES DE CARACTERISATION DU LIANT OBTENU

CHAPITRE 1 : COMPOSITION DES ECHANTILLONS DU LIANT OBTENU

1.1 ANALYSE DES ECHANTILLONS OBTENUS

CHAPITRE 2 : DETERMINATION DE L'EAU DE GACHAGE

2.1 PRINCIPE

2.2 MODE OPERATOIRE

2.3 RESULTAT

2.4 COMMENTAIRE

CHAPITRE 3 : TEST DE RESISTANCE DE LIANT DES ECHANTILLONS

CONCLUSION

BIBLIOGRAPHIE

ANNEXE 1 : DOSAGE DE LA TENEUR EN CHAUX LIBRE DANS LES CIMENTS Méthode LEDUC à l'eau sucrée.

ANNEXE 2 : DOSAGE COMPLEXOMETRIE A L'EDTA

DOSAGE DE LA CHAUX TOTALE

DOSAGE DU Fe₂O₃

DOSAGE DE L'Al₂O₃

TABLE DES MATIERES

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1 : La composition du ciment alumineux commercialisé par la Société des Etudes et Conseils des Appareillages Réfractaires (SECAR).....	6
Tableau 2 : Résistances mécaniques du ciment alumineux	7
Tableau 3 : Résultat de l'analyse de la teneur en CaO par méthode complexométrie à l'EDTA de la solution de nitrate de calcium obtenue.	24
Tableau 4 : Résultat de l'analyse de la teneur en Al ₂ O ₃ par méthode complexométrie à l'EDTA de la solution de nitrate d'aluminium obtenue.....	24
Tableau 5 : Etat du dégagement des vapeurs nitreuses en fonction de la température de cuisson.....	26
Tableau 6 : Résultats des observations des aspects des échantillons après la cuisson – Mode de préparation N°1	28
Tableau 7 : Résultats des observations des aspects des échantillons après la cuisson – Mode de préparation N°2	28
Tableau 8 : Résultat du pesage des échantillons	30
Tableau 9 : Résultats des analyses de la chaux libre par la méthode LEDUC et les oxydes par méthode complexométrie à l'EDTA	32
Tableau 10 : Résultats des essais de la résistance en compression simple des micros – éprouvettes conservées à l'air libre pendant 7 jours	36
Tableau 11 : Résultats des essais de la résistance en compression simple des micros – éprouvettes conservées sous l'eau pendant 7 ,14 et 28 jours	37

REMERCIEMENTS

Avant d'exposer les résultats de cette étude, il m'est agréable d'adresser mes remerciements à tous ceux qui m'ont aidé à la réaliser.

A ma famille, à mes amis et connaissances, à mes collègues, pour leurs conseils et leurs assistances, leurs encouragements et leur obligeance, leurs soutiens moraux, je leur exprime ma profonde gratitude.

Je tiens à remercier particulièrement :

Monsieur le Professeur RAKOTOMARIA Etienne, qui m'a confié cette étude et de m'avoir guidé à terme. Qu'il accepte l'expression de ma haute reconnaissance !

Madame le Professeur RAMANAMBE – RAVELOMANANTSOA Nicole, Directeur par intérim de l'Ecole Supérieure Polytechnique, pour l'honneur qu'elle m'a fait d'avoir bien voulu présider le jury de soutenance de ce mémoire. Je prie Madame le Directeur d'agréer l'expression de ma respectueuse déférence.

Messieurs :

RANAIVINIARIVO Gabriely, Maître de conférences, Chef du Département Sciences des Matériaux de l'ESPA ;

RAHARIJAONA Tovo Robin, Maître de conférences, Chef du Département Génie Chimique de l'ESPA ;

RAELINERA Nimbol, Maître de conférences, Directeur du Centre National de Recherches Industrielle et Technologique

Pour leur haute bienveillance de bien vouloir juger ce travail.

Qu'ils veuillent trouver ici le témoin de mes sentiments respectueux.

Je ne saurais oublier, les responsables et tous les personnels :

- de la Division de Documentation du Laboratoire National des Travaux Publics et des Bâtiments à Alarobia ;
- du Bloc Technique de l'ESPA à Ankatso ;
- du Laboratoire Pédologie de la FOFIFA à Tsimbazaza ;
- des Départements : Métallurgie, Chimie et Matériaux du CNRIT.

J'adresse mes meilleurs remerciements.

INTRODUCTION

INTRODUCTION

Ce travail entre dans le cadre des travaux de recherche mené au sein du CNRIT et de l'ESPA sur les méthodes modernes de préparation de matériaux, les résultats antérieurs nous conduit à choisir l'utilisation des nitrates.

Le CNRIT utilise à peu près une tonne de Ciment fondu Lafarge chaque année, avec le prix de un million de francs Malagasy le sac de 50kg.

D'après nos calculs estimatifs, on peut réaliser un chiffre d'affaires très élevé si on arrive à produire du ciment alumineux à température modérée. Effectivement, le coût élevé de ce type de ciment est surtout dû au coût de l'énergie dépensée pour la production du dit ciment.

Dans ce travail, nous étudierons la possibilité de produire un liant minéral à base d'aluminate de calcium.

Le premier but de cette étude est donc de maîtriser les méthodes de préparation de liants minéraux en utilisant des nitrates.

Le travail a porté une attention plus particulière sur des études bibliographiques approfondies sur les ciments, en particulier les ciments alumineux : leurs propriétés et leur mode de préparation. Puis nous compléterons ces études bibliographiques par des études bibliographiques sur les procédés modernes de préparation de matériaux.

Partant de cette bibliographie, nous étudierons les procédés aux nitrates.

Nous avons effectué des essais qualitatifs de préparation pour déterminer les domaines de travail et les paramètres les plus importants.

Après avoir fixé les paramètres importants, nous préparons des matériaux à base de mono aluminate dans les conditions adéquates.

Nous étudierons les propriétés mécaniques de liant de ces matériaux.

Ainsi, notre travail comprendra les parties suivantes :

- Première partie : généralités et bibliographie ;
- Deuxième partie : étude de la préparation de liant minéral à base de mono aluminate de calcium ;
- Troisième partie : études quantitatives de caractérisation du liant obtenu.

Nous terminerons par une brève conclusion.

PREMIERE PARTIE

GENERALITES ET BIBLIOGRAPHIE

Dans cette partie, nous exposerons une étude bibliographique approfondie sur les ciments en particulier, le ciment alumineux : propriétés et mode de préparation.

Cette partie comprendra les chapitres suivants :

CHAPITRE 1 GENERALITE SUR LES CIMENTS

CHAPITRE 2 LE CIMENT ALUMINEUX

CHAPITRE 3 CARACTERISATION DU CIMENT

PREMIERE PARTIE : GENERALITES ET BIBLIOGRAPHIE

CHAPITRE 1 : GENERALITE SUR LES CIMENTS

1.1 DEFINITION DU CIMENT

Le ciment est un liant hydraulique, c'est-à-dire une matière minérale finement moulue qui, gâchée avec de l'eau, forme une pâte qui fait prise et durcit par suite de réactions et processus d'hydratation et qui, après durcissement, conserve sa résistance et sa stabilité même sous l'eau.

1.2 LES CONSTITUANTS DU CIMENT

Les constituants du ciment présentent l'une ou plusieurs des propriétés suivantes :

- des propriétés hydrauliques, c'est-à-dire qu'ils forment par réaction avec l'eau des composés hydratés stables très peu soluble dans l'eau,
- des propriétés pouzzolaniques, c'est-à-dire qu'ils ont la faculté de former à température ordinaire, en présence d'eau, par combinaison avec de la chaux, des composés hydratés stables,
- des propriétés physiques qui améliorent certaines qualités du ciment : accroissement de la maniabilité et de la compacité, diminution ressage.

1.2.1 CLINKER PORTLAND (K)¹

Ce constituant entre dans la composition de tous les ciments.

Le clinker Portland est obtenu par cuisson, au moins jusqu'à fusion partielle, d'un mélange fixé avec précision de matières premières (farine crue, pâte ou suspension) contenant du CaO, SiO₂, Al₂O₃ apportés par les calcaires et argiles de roches soigneusement sélectionnées.

¹ Symbole conventionnels, servant à désigner les constituants d'un ciment

1.2.2 LAITIER GRANULE DE HAUT FOURNEAU (S)²

Le laitier granulé de haut fourneau est obtenu par refroidissement rapide de la scorie fondue de composition convenable provenant de la fusion du minerai de fer dans un fourneau.

Le laitier granulé de haut fourneau doit présenter des propriétés hydrauliques latentes pour convenir à son emploi en cimenterie.

1.2.3 POUZZOLANES NATURELLES (Z)³

Les pouzzolanes naturelles sont des produits essentiellement composés de silice, d'alumine et d'oxyde de fer, présentant

- soit naturellement, lorsqu'elles sont d'origine volcanique,
- soit après activation thermique des propriétés pouzzolaniques.

1.2.4 CENDRES VOLANTES SILICEUSES (V)⁴ OU CALCIQUES (W)⁵

Les cendres volantes sont des particules pulvérulentes obtenues par dépoussiérage électrostatique ou mécanique des gaz de chaudières alimentées au charbon pulvérisé.

1.2.5 SCHISTES CALCINES (T)⁶

Sous réserve de caractéristiques convenables définies dans la norme, les schistes calcinés peuvent être utilisés.

1.2.6 CALCAIRES (L)⁷

Ce sont des produits obtenus par broyage fin de roches naturelles présentant une teneur en carbonate de calcium – CaCO₃ – supérieure à 75%.

² Symbole conventionnels, servant à désigner les constituants d'un ciment

³ Symbole conventionnels, servant à désigner les constituants d'un ciment

⁴ Symbole conventionnels, servant à désigner les constituants d'un ciment

⁵ Symbole conventionnels, servant à désigner les constituants d'un ciment

⁶ Symbole conventionnels, servant à désigner les constituants d'un ciment

⁷ Symbole conventionnels, servant à désigner les constituants d'un ciment

1.2.7 FUMEES DE SILICE (D)⁸

Les fumées de silices sont des particules très fines d'environ $1\mu\text{m}$, présentant une très forte teneur en silice amorphe.

Elles proviennent de la réduction de quartz de grande pureté par du charbon dans des fours à arc électrique utilisés pour la production de silicium et d'alliages de ferro-silicium.

1.2.8 SULFATE DE CALCIUM

Le sulfate de calcium généralement du gypse doit être ajouté en faible quantité aux autres constituants du ciment au cours de sa fabrication, en vue de régler la prise.

1.2.9 ADDITIFS

Les additifs sont ajoutés dans une quantité totale ne dépassant pas 0.5% en masse du clinker pour améliorer la fabrication ou les propriétés du ciment. Par exemple agents de mouture.

1.3 LES DIFFERENTS TYPES DE CIMENTS

1.3.1 LE CIMENT PORTLAND ou CIMENT ORDINAIRE : CPA-CEM I

Le ciment Portland artificiel résulte du broyage de clinker et de sulfate de calcium, généralement du gypse ou de l'anhydrite pour régulariser la prise, et éventuellement de fillers en faible quantité. La teneur en clinker est au minimum de 95%.

1.3.2 LE CIMENT PORTLAND COMPOSE : CPJ-CEM II/A ou B

LE CIMENT Portland composé résulte du mélange de clinker en quantité au moins égale à 65% et d'autres constituants tels que :

- laitiers de haut fourneau,
- cendres volantes,
- pouzzolanes naturelles,

⁸Symbole conventionnels, servant à désigner les constituants d'un ciment

- calcaires,
- ou fumée de silice.

La teneur totale des constituants secondaires ne dépasse pas 35%.

1.3.3 LE CIMENT DE HAUT FOURNEAU : CHF-CEM III/A ou B

Le ciment de haut fourneau contient entre 36 et 80% de laitier et 20 à 64% de clinker.

C'est un ciment sensible à la dessiccation. Il faut les maintenir humide pendant le durcissement et pour cela, protéger au besoin sa surface à l'aide d'un produit de cure.

1.3.4 LE CIMENT PROMPT NATUREL : CNP

On l'appelle aussi ciment romain.

Le ciment prompt est obtenu par cuisson, à température modérée, 1000 à 1200°C, d'un calcaire argileux.

1.3.5 LE CIMENT A MACONNER : CM

Le ciment à maçonner résulte d'un mélange d'une proportion variable de liants hydrauliques : clinker Portland, laitier, pouzzolane et d'autres constituants secondaires inertes avec une proportion inférieure à 90%.

La proportion du laitier doit être inférieure à 50% du poids des constituants actifs.

1.3.6 LE CIMENT BLANC

Le ciment blanc est obtenu à partir de kaolin et de calcaire très pur, et très pauvres en oxyde de fer. La cuisson nécessite l'adjonction de fondants.

Généralement, le ciment blanc est utilisé pour des motifs de décoration.

1.3.7 CIMENT ALUMINEUX : CA

Le ciment alumineux, appelé aussi ciment fondu résulte de la mouture, après cuisson poussée ou jusqu'à fusion, d'un mélange composé principalement d'alumine, de chaux, d'oxyde de fer et de silice, dans des proportions telles que le ciment obtenu renferme au moins 30% de son poids d'alumine.

CHAPITRE 2 : LE CIMENT ALUMINEUX

2.1 COMPOSITION DU CIMENT ALUMINEUX

La composition du ciment alumineux varie d'un pays à un autre suivant la méthode de production et les matières premières utilisées.

Cette composition peut varier comme suit :

Al_2O_3 : 30 -50 %

CaO : 35 – 45 %

SiO_2 : 5 – 15 %

Fe_2O_3 : 5 – 15 %

TiO_2 : 1.5 – 2.5 %

MgO : 0.5 – 1 %

SO_3 : 0.1 – 1 %

Alcalis : 0 – 1 %

Les oxydes constituants principaux sont : AL_2O_3 , CaO , SiO_2 et Fe_2O_3 .

Et les oxydes, constituants secondaires ou impuretés dans les bauxites sont : TiO_2 , MgO .

Généralement, on utilise la zone de cristallisation du mono aluminate de calcium du système ternaire $\text{CaO} – \text{Al}_2\text{O}_3 – \text{SiO}_2$ pour la production du ciment alumineux.

Tableau 1 : La composition du ciment alumineux commercialisé par la Société des Etudes et Conseils des Appareillages Réfractaires (SECAR)

	Ciment fondu	SECAR 162	SECAR 250
P.F.	0.3	0.9	0.35
SiO_2	3.6	4.4	0.25
Al_2O_3	39.6	60.0	72.0
CaO	37.9	29.4	27.0
Fe_2O_3	11.6	1.8	-
FeO	5.3	0.7	0.15
TiO_2	1.9	2.65	-
MgO	0.2	0.05	-
K_2O	0.005	0.02	-
Na_2O	0.1	-	-

Source : JOURDAIN, 1966

2.2 CARACTERISTIQUES DU CIMENT ALUMINEUX

C'est en 1908 que Bied, Directeur du Laboratoire de la Société des Ciments Lafarge et du Teil, mit au point le premier ciment ayant des caractéristiques nettement différentes des ciments Portland courants.

Les caractéristiques du ciment alumineux sont seulement normalisées qu'en 1991 dans la norme française NF P 15 – 315.

Le ciment inventé par Bied est à base d'aluminate de calcium.

Le ciment alumineux développe des résistances à court terme élevées grâce à un durcissement rapide.

Il est très résistant aux milieux agressifs et acides (jusqu'à un pH de l'ordre de 4).

C'est un ciment réfractaire avec un bon comportement jusqu'à 1300°C.

On peut aussi le préparer selon la norme française NF P - 319 pour que le ciment alumineux ait des performances capables de résister à la mer et en eaux à haute teneur en sulfate. Dans les deux cas, l'emballage du ciment doit porter la mention PM - pour les travaux à la mer et ES-pour les milieux à forte teneur en sulfate.

Le durcissement rapide du ciment alumineux dégage une chaleur d'hydratation élevée qui lui permet d'être mis en œuvre par temps froid jusqu'à -10°C. Toutefois, dans ce cas il faut protéger le béton jusqu'au déclenchement de la phase de durcissement.

2.3 RESISTANCES DU CIMENT ALUMINEUX

Les résistances minimales sur « mortier normal » sont données dans le tableau suivant [10]:

Tableau 2 : Résistances mécaniques du ciment alumineux

Résistance en MPa	6 heures	24 heures	28 jours
Compression	30	50	65
Flexion	4	6.5	6.5

Source : JOURDAIN, 1966

2.4 TEMPS DE PRISE DU CIMENT ALUMINEUX

Le temps de prise minimal du ciment alumineux est de 1 heure 30.

2.5 LES MATIERES PREMIERES

Généralement, les matières premières qu'on utilise pour la production du ciment alumineux sont le calcaire et la bauxite.

2.5.1 LE CALCAIRE

On peut utiliser des calcaires à structure cristalline fine avec une grande densité ou des calcaires à structure amorphe, qui réagissent plus aisément avec les autres constituants des matières premières. Le cipolin (la craie) est léger et facile à broyer en donnant des particules à grande surface spécifique.

2.5.2 LA BAUXITE

La bauxite n'est pas pure, mais contient des impuretés généralement ferrugineuses. Elle est composée de mélange d'oxydes d'aluminium hydraté (diaspore : $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ou hydrargillite $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$), qui sont les constituants principaux et des constituants secondaires d'argile, du quartz et des oxydes de fer et de titane. On rencontre aussi des bauxites intermédiaires diaspo-hydrargillites.

La composition des bauxites varie suivant son origine.

Al_2O_3	: 30-75%
SiO_2	: 2-20%
Fe_2O_3	: 2-40%
TiO_2	: jusqu'à 5%

Eau de constitution : 10 à 25%.

Dans [6], on donne une composition de bauxite utilisée dans la production d'un ciment alumineux bauxite d'origine française).

Al_2O_3	: 45- 55%
SiO_2	: 3.5-6%
Fe_2O_3	: 20-25%
CaO	: 0.5-3%

On choisit la bauxite en se basant sur son module de silice, le rapport de la teneur pondérale en Al_2O_3 par la teneur pondérale en SiO_2 . Le module de silice est appelé aussi

rapport de qualité et il doit être supérieur à 2. Dans la pratique, on a trouvé la valeur optimale du rapport de qualité entre 5-7%.

Les matières premières employées ne doivent pas représenter une teneur trop élevée en silice afin de conserver au ciment ses qualités de durcissement rapide. La teneur finale en silice doit être inférieure à 6% [3] et [13].

2.5.3 RAPPORT DES MATIERES PREMIERES

Pour le calcul du rapport entre la quantité de calcaire et la quantité de bauxite nécessaire à la production de ciment alumineux, on utilise la formule empirique suivante :

$$\frac{\text{Bauxite}}{\text{Calcaire}} = \frac{1.857\text{SiO}_2(\text{b}) + 0.55\text{Al}_2\text{O}_3(\text{b}) + 0.5\text{Fe}_2\text{O}_3(\text{b}) - \text{CaO}(\text{b})}{\text{CaO}(\text{c}) - [1.85\text{SiO}_2(\text{c}) + 0.55\text{Al}_2\text{O}_3(\text{c}) + 0.5\text{Fe}_2\text{O}_3(\text{c})]}$$

2.6 ROLE DES OXYDES SUR LE PROCESSUS DE PRODUCTION DU CIMENT ALUMINEUX

2.6.1 OXYDE D'ALUMINIUM

L'oxyde d'aluminium facilite la fusion du mélange des matières premières, appelé aussi cru et en même temps facilite la formation d'aluminate de calcium.

La quantité d'alumine Al_2O_3 dans le cru ne doit pas être inférieure à 30-32%, car dans le cas contraire se formeront des aluminates de calcium basiques, qui appauvriront la qualité du ciment.

Toutefois, l'augmentation de la teneur en Al_2O_3 (plus de 45-50%) ne convient non plus également à cause d'une augmentation de la quantité de minéraux de CA_2 et CA_6 formée dans le système, qui ont une activité plus faible que celle du CA.

2.6.2 OXYDE DE CALCIUM

C'est le principal constituant du ciment et entre dans tous les constituants minéraux.

Suivant la teneur en CaO , les ciments alumineux peuvent être divisés en deux groupes :

- Ciment alumineux à haute teneur en CaO : > 40% ;
- Ciment alumineux à faible teneur en CaO : < 40%.

Dans les ciments alumineux à haute teneur en CaO, à part les constituants principaux CA, se forment également des minéraux de C₅A₃ et dans ceux à faible teneur en CaO – des minéraux de CA₂.

2.6.3 OXYDE DE FER

Une teneur d'oxyde de fer dans la limite de 5 à 10 % dans le cru influence positivement

- et sur le processus de formation des minéraux
- et sur la propriété du ciment.

Dans le cas contraire, une teneur d'oxyde de fer supérieure à 10 – 15% diminue la qualité du ciment.

2.6.4 DIOXYDE DE SILICIUM

Une teneur de 4 à 5 % en silice donne une fusion uniformisée et totale du cru et en même temps accélère cette fusion. Par contre une teneur supérieure à 5 – 10% influence négativement sur la qualité du ciment par suite de la formation d'un silicate de calcium et de gelhénites, difficile à hydrater.

2.6.5 OXYDE DE MAGNESIUM

A 1 – 2%, il accélère le processus de fusion, car sa présence diminue la température de fusion et également diminue la viscosité de la mase fondante.

Une teneur en MgO supérieure à 2% augmente la quantité d'Al₂O₃, qui réagit avec le MgO pour former du spinelle MgO.Al₂O₃, qui influence négativement sur l'activité du ciment.

C'est pourquoi, on a tendance à prendre une teneur en MgO inférieure à 2%.

2.6.6 DIOXYDE DE TITANE

Une teneur en dioxyde de titane de 1 à 3% dans le cru donne du CaO.TiO₂ (pérovskite), qui ne joue aucun rôle important dans le processus de fusion, ni dans la qualité du ciment. Par contre, une teneur en TiO₂ supérieure à 3% diminue l'activité du ciment alumineux.

2.6.7 OXYDES DE SODIUM ET DE POTASSIUM

Les oxydes de sodium et de potassium diminuent la température de fusion du cru, mais influence négativement sur la qualité du ciment alumineux. Leur présence en grande quantité dans le cru donne des phases vitreuses et favorise la formation d'une solution solide avec les minéraux du ciment lors du refroidissement de la masse fondu du ciment alumineux.

2.6.8 PENTAOXYDE DE PHOSPHORE

Une teneur jusqu'à 1% n'influence pas directement sur la propriété du ciment alumineux, mais elle atteint plus de 1%, le penta oxyde de phosphore influence sur la résistance du ciment alumineux.

2.6.9 OXYDE DE CHROME

Même dans une quantité minime l'oxyde de chrome influence négativement sur l'activité du ciment.

2.7 LE MONO ALUMINATE DE CALCIUM

2.7.1 SON ETAT ET SON ROLE

Le mono aluminate de calcium, présent dans les ciments alumineux industriels se rencontre très rarement à l'état pur [3]. En fait, le mono aluminate de calcium forme une solution solide avec :

- le mono ferrate de calcium (jusqu'à 15%),
- l'oxyde ferrique (jusqu'à 10%),
- le chromate de calcium,
- les oxydes de chrome, le magnésium,
- Et quelques autres éléments.

Ce qui explique une déviation de son spectre.

Le mono aluminate de calcium peut se former dans la phase fondu ou bien lors de la cristallisation du produit de fusion. Suivant les conditions de combustion et de

refroidissement et aussi de la composition chimique du produit de fusion, la forme des cristaux du mono aluminate de calcium peut être différente.

Le refroidissement rapide du produit de fusion entraîne l'apparition d'une ramifications dendritique des minéraux de mono aluminate de calcium (ramification dans les trois directions de l'espace).

Les mono alumates de calcium étant moins basiques, confèrent aux ciments alumineux des modes de refroidissement intéressants.

2.7.2 SA TEMPERATURE DE FUSION

La température de fusion du mono aluminate de calcium est de 1600°C.

2.7.3 SA STRUCTURE CRISTALLINE

La structure du mono aluminate de calcium est composée du tétraèdre de $[AlO_4]^{5-}$ à oxygène commun et du cation de Ca^{2+} , situé dans les vides octaédriques.

La coordination des atomes de calcium par rapport à l'oxygène n'est pas régulière et égale à 6 et 7.

La haute activité hydraulique du mono aluminate de calcium est liée à cette irrégularité de la coordination des atomes de Ca^{2+} et d' Al^{3+} .

2.8 METHODES DE PREPARATION DES MATIERES PREMIERES

La première opération pour la préparation des matières premières du ciment est le concassage et /ou le broyage, suivi du mélange. Les matériaux sont broyés séparément, mélangés, séchés et ensuite soumis à un broyage plus finement alumineux qui a lieu dans des broyeurs à boulets, puis dans des broyeurs à cylindres ou même dans des broyeurs composés [13].

2.9 METHODES CLASSIQUES DE PRODUCTION DU CIMENT ALUMINEUX

Il existe deux méthodes de production du ciment alumineux :

- la méthode de cuisson jusqu'au frittage du mélange des matières premières ;
- et la méthode de cuisson jusqu'à la fusion du mélange des matières premières.

2.9.1 METHODE DE CUISSON JUSQU'AU POINT DE FRITTAG

La méthode de cuisson jusqu'au point de frittage consiste à effectuer la cuisson du cru, finement broyé et bien homogénéisé jusqu'au frittage dans un milieu réducteur.

Les fours utilisés pour cette méthode peuvent être :

- des fours rotatifs,
- des fours tunnels de céramiques,
- des fours circulaires de céramique
- ou des hauts fourneaux.

Le mélange des matières premières entrant dans les fours (sauf pour les fours rotatifs) est en forme de briquettes [3].

La méthode par frittage demande une bauxite à faible teneur en silice SiO_2 et en oxyde de fer Fe_2O_3 .

La température de frittage du ciment alumineux est située entre 1250 et 1350°C, et la température de fusion est de 1400°C. Dans la pratique, on travaille vers 1400 – 1450°C pour la méthode par frittage et 1700 – 1800°C pour la méthode de fusion.

On a démontré dans [14], que la différence entre la température de frittage et la température de fusion du cru doit être supérieure à 100°C ; pour pouvoir effectuer la production du ciment alumineux, obtenu à partir de bauxite ferrugineuse par la méthode par frittage.

Les exigences imposées aux matières premières et au mode de conduite de la cuisson rendent la méthode par frittage moins utilisée.

2.9.2 METHODE DE CUISSON JUSQU'AU POINT DE FUSION

Cette méthode consiste à effectuer la cuisson jusqu'à la fusion du cru

- dans des fours à cuve à chemise d'eau ;
- dans des fours électriques ;
- dans des fours à réverbères ;
- ou dans des hauts fourneaux.

Dans les hauts fourneaux, les couches des matières (bauxite et calcaire) et combustible (coke) sont disposées en couche superposées, c'est-à-dire couche de cru suivie de couche de coke, et ainsi de suite...

Le ciment alumineux fondu et la fonte, produits obtenus simultanément dans ce type de fours se séparent en deux couches distinctes, et sont périodiquement évacués séparément.

2.10 FOURS

2.10.1 FOUR A CUVE A CHEMISE D'EAU : DESCRIPTION ET FONCTIONNEMENT

Les fours à cuve à chemise d'eau, sont utilisés dans des productions semi-industrielles, l'eau joue le rôle de réfrigérant. Les parois sont en tubes métalliques, dans lesquelles circule l'eau refroidissante.

Pendant le temps de fonctionnement du four à cuve, sur la paroi métallique intérieure se forment des pellicules de ciment alumineux, qui serviront de revêtement réfractaire de la cuve.

Le cru, en forme de briquettes et le coke sont alimentés par une ouverture de chargement de forme cylindrique ou conique, située dans la zone de cuisson.

L'air nécessaire à la combustion est donné à la partie inférieure du four [4].

Il est recommandé d'utiliser

- de la bauxite suffisamment pure.
- un combustible contenant très peu de cendres (35-40% du poids du ciment).

Ces exigences rendent difficiles la maîtrise de ce type de four.

2.10.2 FOUR ELECTRIQUE : DESCRIPTION ET FONCTIONNEMENT

Dans les fours électriques, on utilise la chaleur conductrice du courant électrique.

Le calcaire est préalablement carbonisé pour le libérer de son CO₂ et la bauxite préalablement séchée, avant le chargement dans ce type de four. Les matières premières sont en morceaux de 20-40mm de dimension.

Le chargement de bauxite humide ou de calcaire non décomposé dans un four électrique est néfaste, car les matériaux entrant dans le four rencontrent directement la zone à haute température jusqu'à 3000°C.

Dans ce cas, le chargement peut s'explorer et le gaz de décomposition du calcaire CO₂ peut réagir avec le carbone des électrodes et cela accélère l'usure de ces derniers.

La fusion se produit à haute température dans un milieu réducteur, dans lequel presque tous ou une partie seulement des oxydes de fer est réduite jusqu'à l'oxyde ferreux ou même jusqu'au fer métallique ; et les silices- en silicium élémentaire. Ces produits de réduction formés lors de la fusion donnent une certaine quantité de ferro-silicium.

On obtient une solution solide du ciment alumineux et du ferro-silicium. La densité du premier est en moyenne égale à 3, et celle du second produit de fusion – 6 ; c'est pourquoi le ferro-silicium se trouve au fond du bain du four et le ciment alumineux fondu à la partie supérieure du four.

Le ciment alumineux obtenu dans les fours électriques est de très bonne qualité, car le ciment est exempté de silicium. Le déchargement des produits de fusion (ciment alumineux fondu et ferro-silicium) s'effectue périodiquement vers 1550-1650°C.

Lorsqu'on a une bauxite siliceuse, on ajoute des ferrailles de fer ou des minerais de fer pour lier la silice en donnant des ferro-silicium.

On peut aussi ajouter une certaine quantité de coke supplémentaire au chargement pour :

- réduire les oxydes de fer,
- réduire la silice,
- augmenter la conductibilité thermique du cru,
- prolonger la durée de vie des électrodes.

2.11 MODE DE REFROIDISSEMENT

Après chaque fusion, les masses fondues sortant du four sont recueillies dans des creusets en fonte spécialement conçus à cet effet.

La température des masses fondues à la sortie du four est de 1500 – 1700°C.

La masse fondu subit un refroidissement rapide jusqu'à 1400°C pour éviter l'augmentation de la cristallisation des gelénites [3].

Dans [1], on propose une allure de refroidissement comme suit :

- un refroidissement normal, plus ou moins rapide jusqu'à 950°C ;
- ensuite maintenir le four à un régime iso thermique pendant 30 minutes, afin d'éviter la cristallisation massive de C₁₂A, qui modifie la qualité du ciment alumineux fondu.

2.12 QUELQUES TENDANCES DE DEVELOPPEMENT DE LA TECHNOLOGIE DE PRODUCTION DU CIMENT ALUMINEUX

Dans les grands trusts, on pratique le procédé complexe de production du ciment alumineux et d'autres produits, comme le phosphore ou l'acide sulfurique.

Pour la production simultanée de ciment alumineux et de phosphore, on utilise comme cru des apatites enrichies, de la bauxite et du coke.

La méthode complexe de production permet d'obtenir :

- du phosphate réduit ;
- et du ciment contenant jusqu'à 2% de penta oxyde de phosphore P_2O_5 et 0.7% de fluor F ;
- une qualité beaucoup plus inférieure à celle du ciment alumineux obtenu par les méthodes classiques de production.

Par cette méthode de production, en remplaçant le calcaire par du gypse ; on obtient simultanément du ciment alumineux et de l'acide sulfurique.

Sous l'action du carbone du coke, le gypse se dissocie en donnant de la chaux vive CaO et du gaz sulfureux SO_2 . Le gaz formé est collecté puis envoyé vers une cellule de production d'acide sulfurique. La chaux vive CaO formée, mélangée avec de la bauxite préalablement séchée est envoyée vers la cellule de production du ciment alumineux [4].

Dans [11], on décrit le processus de production du ciment d'aluminate de baryum à partir de sulfate de baryum et d'alumine. Le four qu'on utilise est un four rotatif tubulaire. On utilise la méthode de charge homogénéisée ou la méthode à la boue [11].

Dans [7], on essaie d'obtenir des bétons réfractaires à base de ciment alumineux et de magnésium. Les domaines d'application sont analogues à ceux des ciments alumineux. Les bétons prêtent cependant beaucoup mieux à la réalisation de bétons réfractaires à granulats de magnésie, et conviennent particulièrement à la fabrication de bétons réfractaires destinés aux revêtements à des sollicitations très sévères en sidérurgie.

2.13 LES PRINCIPALES REACTIONS LORS DE LA CUISSON DU CIMENT ALUMINEUX

Lors de la montée de température de cuisson, les réactions qui se passent dans le four dépendent aux différents niveaux de température.

250 - 1000°C – Départ des eaux de la bauxite ;

900°C – Début de décomposition du calcaire ;

330 – 370°C – Etuvage total de l’hydrargillite ;
550 – 580°C – Etuvage total de boéhmite ;
540- 590°C – Etuvage total du diaspor ;
1000 – 1100°C – Etuvages des parties argileuses du cru ;
700 – 900°C – Apparition du CA ;
1000 – 1100°C – Formation de CA₂ ;
900 – 1200°C – Formation de CF et C2F ;
> 1473°C – Formation de CA, C₃A, C₆A₂F, C₂F et formation de solution solide de C₆A₄MS.

Dans un milieu réducteur, le fer lié est réduit jusqu’au fer métallique et une partie des silicates en silicium.

Par la méthode par frittage, on obtient des petits cristaux de couleur marron d’aluminate de calcium, presque opaques, contenant des oxydes de fer.

Par la méthode par fusion, on obtient des gros cristaux prismatiques et squelettiques, entre lesquels se cristallisent des gelhénites et des βC₂S.

2.14 BROYAGE DU CLINKER

La dureté de la masse du clinker de ciment alumineux est de 7 – 7.5 (échelle de Mohs) [4].

Le concassage et le broyage du clinker de ciment alumineux s’effectuent dans des concasseurs et broyeurs plus puissants que ceux utilisés pour le ciment artificiel Portland ordinaire.

Le tamisage s’effectue avec un tamis N° 0085, supérieur à 90% de particules passantes.

2.15 ACTION DE L’EAU SUR LES LIANTS HYDRAULIQUES

Lors de l’ajout de l’eau, différentes phénomènes physico-chimiques se passent sur le liant hydraulique :

- l’adsorption,
- l’hydrolyse,
- la dissolution,
- la solvatation,

- la cristallisation,
- et la diffusion.

2.15.1 L'ADSORPTION

Dans un solide cristallin, l'arrangement interne des particules qui définit le réseau est la résultante d'un système de forces en équilibre. Il en est de même à la surface où il existe des liaisons libres. La résultante des forces n'étant pas nulle, il se crée une tension superficielle du solide et un effet de champ électrique.

L'adsorption est le phénomène qui par fixation de molécules ou d'ions du milieu extérieur tend à réduire l'énergie libre superficielle. Suivant l'importance des énergies mises en jeu, on distingue deux sortes d'adsorption :

- l'adsorption physique
- et l'adsorption chimique ou chimisorption.

2.15.1.1 L'adsorption physique

L'adsorption physique se traduit par une condensation instantanée d'atomes, de molécules ou d'ions à la surface d'un solide.

Dans le cas de l'eau, ses molécules étant très polarisées, des forces de Van der Waals qui orientent les dipôles que sont les molécules d'eau, formant ainsi quelques molécules régulièrement réparties à la surface de l'adsorbant (grains de ciment) [17].

Les énergies mises en jeu sont faibles, l'action reste physique car elle s'effectue à distance relativement grande.

Elle ne modifie pas de façon importante l'état électronique de la molécule adsorbée (eau). Par contre elle modifie les propriétés physiques de celle-ci.

La condensation qui a lieu augmente la viscosité et la densité de l'eau adsorbée.

2.15.1.2 L'adsorption chimique

L'adsorption chimique correspond à la formation d'une liaison chimique entre les atomes de la surface du solide et les molécules de l'adsorbant.

Les énergies mises en jeu sont plus importantes car elles entraînent la modification de la structure de la molécule.

Dans le cas de l'eau, on observe la rupture de la liaison O – H.

L'adsorption chimique, contrairement à l'adsorption physique qui est instantanée, est plus lente. Cependant, elle peut y faire suite. Elle ne se fait pas de façon uniforme mais dans des sites préférentiels (défauts cristallins). Les particules adsorbées peuvent migrer d'un site à un autre si elles parviennent à franchir la barrière du potentiel qui les sépare.

2.15.2 L'HYDROLYSE

L'hydrolyse est la réaction de transformation du solide et de décomposition de l'eau. Dans certain cas, l'adsorption conduit à l'hydrolyse.

2.15.3 LA DISSOLUTION

Dans le réseau cristallin des solides ioniques, la position des atomes est fonction de la résultante des forces d'attraction et de répulsion. Les ions sont arrangés de telle sorte qu'il y ait réduction maximale des forces de répulsion et favorise les forces attractives.

L'édifice cristallin est stable, les forces de liaison lui fournissent une énergie réticulaire élevée.

La force de liaison entre un cation c et un anion a à une distance est de la forme :

$$F = q_a q_c / 4\pi \epsilon_0 d^2$$

Où ϵ_0 - la permittivité du milieu.

Par sa permittivité élevée, l'eau a pour effet de diminuer les forces de liaisons internes au cristal.

L'énergie réticulaire étant diminuée, les molécules d'eau du fait de leur polarité, exerce une attraction sur les ions du cristal ; ce qui est appelée énergie de solvatation.

La dissolution a lieu quand l'énergie de solvatation est supérieure à l'énergie réticulaire.

L'édifice cristallin est réduit et les ions passent en solution.

2.15.4 LA SOLVATATION

Quand les ions du cristal anhydre se dispersent dans la solution, ils sont rapidement entourés de molécules d'eau. C'est le phénomène de solvatation.

2.15.5 LA CRYSTALLISATION

La cristallisation succède à la dissolution et à la solvatation. Elle comprend deux étapes :

- la germination ;
- et la croissance.

2.15.5.1 La germination

Les ions en solution forment des assemblages ou germes au hasard de leur rencontre. Les amas deviennent stables et donnent naissance à un embryon s'ils dépassent une taille critique. Le germe doit grossir sinon il perd son individualité et retourne en solution. Un embryon ne peut se développer que s'il a de l'espace et le temps suffisants.

2.15.5.2 La croissance du germe

Après la germination, vient la croissance du germe. Elle s'opère par accumulation d'atomes ou de molécules en couches successives au niveau de l'interface liquide – solide. Un germe plus important peut grossir aux dépens d'autres plus petits.

2.15.6 LA DIFFUSION

Dans les premiers temps, la vitesse d'hydratation est contrôlée par le processus de dissolution et le processus de précipitation et sera très vite ralentie par le phénomène de diffusion qui va imposer la cinétique de l'hydratation.

Les hydrates, au fur et à mesure qu'ils précipitent, forment un écran entre les grains non encore hydratés et la solution.

Les molécules d'eau pour effectuer leur attaque (dissolution) devront diffuser à travers les couches d'hydrates formées tandis que les ions en solution devront parcourir le chemin inverse.

La diffusion est l'étape limite de l'hydratation.

CHAPITRE 3 : LA CARACTERISATION DU CIMENT

Les ciments se caractérisent par :

- leur composition ;
- leur résistance mécanique ;
- leurs caractéristiques garanties.

3.1 COMPOSITION DU CIMENT

La composition chimique des divers ciments est normalisée et définie dans la norme française NF P 15 – 461.

Dans cette norme on donne les méthodes normalisées de détermination de :

- des oxydes principaux : CaO, Al₂O₃, Fe₂O₃, MgO ;
- la chaux libre du ciment à caractériser ;
- la perte au feu ;
- des insolubles.

3.2 LA RESISTANCE MECANIQUE

La méthode normalisée de détermination de la résistance mécanique du ciment est décrite dans la norme française NF P 15 – 414.

DEUXIEME PARTIE

ETUDE DE LA PREPARATION DE LIANT MINERAL A BASE DE MONOALUMINATE DE CALCIUM

Dans cette deuxième partie, nous étudierons expérimentalement la possibilité de préparation de ciment alumineux en utilisant des nitrates comme matières de départ.

Cette étude commence par une étude qualitative puis suivie d'une étude quantitative des méthodes de préparation du liant que nous nous proposons d'obtenir.

Les deux études permettront de fixer les paramètres déterminants de la technique de préparation.

Cette partie comprendra les chapitres suivants :

CHAPITRE 1 : PREPARATION DES NITRATES

CHAPITRE 2 : TEMPERATURE DE CUISSON

DEUXIEME PARTIE : ETUDE DE LA PREPARATION DE LIANT MINERAL A BASE DE MONOALUMINATE DE CALCIUM

CHAPITRE 1 : PREPARATION DES NITRATES

1.2 PREPARATION DU NITRATE DE CALCIUM

1.1.1 PRINCIPE

Le principe consiste à attaquer La chaux par de l'acide nitrique suivant la réaction :



1.1.2 MATIERES

On utilise :

- de la fleur de chaux, commercialisée par le Groupe Chaux Pouzzolane d'Ambatondrazaka ;
- de l'acide nitrique techniquement pur dilué au 1 :1.

1.1.3 MODE OPERATOIRE

On verse dans un récipient en plastique l'acide nitrique dilué au 1 :1.

On pèse une quantité suffisante de fleur de chaux.

On verse petit à petit dans l'acide nitrique dilué la fleur de chaux jusqu'à l'obtention d'un milieu neutre, c'est-à-dire un pH égale à 8.

On laisse reposer le produit d'attaque pendant une nuit.

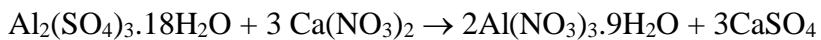
On filtre.

REMARQUE : vers la fin de l'attaque le fond du produit d'attaque devient rouge – une coloration, due à la coloration des résidus d'attaque

1.2 PREPARATION DU NITRATE D'ALUMINIUM

1.2.1 PRINCIPE

Le nitrate d'aluminium est obtenu par la simple réaction d'échange entre le sulfate d'aluminium et le nitrate de calcium :



1.2.2 MATIERES

On utilise du :

- sulfate d'aluminium du CNRIT préparé à partir d'argile kaolinique ;
- nitrate de calcium, préparé par le mode opératoire précédent.

1.2.3 MODE OPERATOIRE

On prépare une solution étendue de sulfate d'aluminium : exemple 350 g de sulfate d'aluminium dans 450 ml d'eau.

On met la solution étendue de sulfate d'aluminium dans un récipient en plastique.

Dans le récipient en plastique contenant la solution étendue de sulfate d'aluminium, on verse doucement la solution aqueuse de nitrate de calcium, tout en agitant sans cesse.

Le sulfate de calcium précipite abondamment.

On vérifie de temps en temps jusqu'à la finition de la réaction de précipitation.

Pour vérifier la fin de la précipitation, nous prélevons un échantillon. Nous filtrons ce prélèvement. Nous versons dans deux bêchers différents afin de voir si une nouvelle addition de solution de nitrate de calcium provoque un nouveau précipité ou une addition de solution étendue de même concentration que celle utilisée pour la réaction ne produit pas de précipité.

Dans les deux cas, lorsque les échantillons ne précipitent plus ; la réaction de précipitation est terminée.

1.3 ANALYSE DES PRODUITS OBTENUS

Les teneurs en CaO et en Al₂O₃ sont déterminées par la méthode complexométrie à l'EDTA : une méthode normalisée définie dans la norme française NF P 15 – 461.

1.4 RESULTATS

1.4.1 ANALYSE DE LA TENEUR EN CaO DE LA SOLUTION DE NITRATE DE CALCIUM OBTENU

Tableau 3 : Résultat de l'analyse de la teneur en CaO par méthode complexométrie à l'EDTA de la solution de nitrate de calcium obtenue.

Poids de fleur de chaux utilisée, g	Volume d'acide nitrique dilué au 1 :1, ml	Teneur en CaO du filtrat obtenu, g.l ⁻¹
400	1000	240.5

Source : Auteur, 2000

1.4.2 ANALYSE DE LA TENEUR EN Al₂O₃ DANS LA SOLUTION DE NITRATE D'ALUMINIUM OBTENU

Tableau 4 : Résultat de l'analyse de la teneur en Al₂O₃ par méthode complexométrie à l'EDTA de la solution de nitrate d'aluminium obtenue

Poids de sulfate d'aluminium pris, g	Volume de solution de nitrate de calcium utilisé, ml	Teneur en Al ₂ O ₃ du filtrat obtenu, g.l ⁻¹
175	30	95.7

Source : Auteur, 2000

CHAPITRE 2 : ETUDES QUALITATIVES ET PARAMETRES IMPORTANTS

2.1 TEMPERATURE DE CUISSON

La température de cuisson que nous devons mener pour la préparation d'un liant minéral à partir des deux sels de nitrates de calcium et d'aluminium doit être beaucoup plus inférieure à la température de cuisson du ciment alumineux, obtenu par la technologie classique.

Pour fixer la température de cuisson du mélange des sels de nitrate, nous devons savoir la température à laquelle la décomposition totale du mélange se situe-t-elle.

Avant la cuisson il faut mélanger les deux sels. Et nous avons essayé deux techniques différentes de préparation de mélange des deux sels et par la suite nous évaluerons ces deux techniques

2.2 TECHNIQUES DE PREPARATION DE MELANGE DES DEUX SELS

2.2.1 TECHNIQUE 1

On évapore séparément les deux solutions de sels de nitrate jusqu'à obtention de cristaux

On les broie séparément. On prend les masses dans la proportion nécessaire pour la formation du mono aluminate de calcium.

Enfin on procède à la cuisson du mélange micronisé obtenu.

2.2.2 TECHNIQUE 2

On mélange deux solutions différentes dans une proportion nécessaire pour la formation du mono aluminate de calcium.

On évapore la solution obtenue pour avoir des cristaux bien homogènes.

Ensuite on broie les cristaux ainsi obtenus avant de procéder à une cuisson.

2.3 DOMAINE DE TEMPERATURE DE DEGAGEMENT DES VAPEURS NITREUSES

La cuisson des masses obtenues par les techniques de préparation se fait séparément afin de fixer les températures auxquelles débute et se termine le dégagement des vapeurs nitreuses, issues de la réaction de décomposition du mélange.

Pour ce faire, on met l'échantillon dans un four électrique. Ensuite on branche le four et on note la montée de température tout le four en observant l'état de dégagement des vapeurs de décomposition de l'échantillon.

Nous appellerons :

N°1 - l'échantillon préparé à partir de la technique 1

N°2 - l'échantillon préparé à partir de la technique 2

2.3.1 RESULTATS

Les résultats des observations du dégagement des vapeurs nitreuses sont établis dans le tableau :

Tableau 5 : Etat du dégagement des vapeurs nitreuses en fonction de la température de cuisson

°C	Etat du dégagement des vapeurs nitreuses							
	150	200	250	300	350	400	450	500
N°1	Modéré	Modéré	Abondant	Abondant	Modéré	Raréfié	Négatif	Négatif
N°2	Modéré	Modéré	Abondant	Abondant	Modéré	Raréfié	Négatif	Négatif

Source : Auteur, 2000

2.3.2 COMMENTAIRES

Le dégagement des vapeurs nitreuses commence vers 200°C.

On ne détecte plus de dégagement de vapeurs nitreuses vers 350°C et au-delà de cette température.

2.3.3 ASPECT DES ECHANTILLONS

Lorsqu'on ne détecte plus de dégagement de vapeurs nitreuses, on éteint le four. Ensuite, on attend le refroidissement du four jusqu'à la température ambiante. Et puis on observe l'aspect des échantillons après la cuisson.

La couleur de l'échantillon N° 1 est blanche.

La couleur de l'échantillon N° 2 est grise verdâtre.

2.4 MODE DE CUISSON

Deux modes de cuissons ont été étudiés.

2.4.1 MODE DE CUISSON N° 1

Cuisson jusqu'à une température de cuisson fixée puis garder cette température de cuisson pendant une heure.

2.4.2 MODE DE CUISSON N° 2

Cuisson avec deux paliers d'une heure chacun au niveau de 350°C et à la température de cuisson.

Pour avoir l'idée de la température de cuisson convenable, nous avons essayé les températures suivantes : 400 ; 450 ; 500 ; 550 ; 600 ; 650 ; 700 et 800°C pour les deux modes de cuisson.

2.4.3 RESULTATS

Après la cuisson, nous avons observé les aspects des produits de cuisson.

Les résultats des observations sont établis dans les tableaux :

2.4.4 COMMENTAIRE

Dans les deux modes de cuisson et dans tous les modes de préparation des échantillons, le produit de cuisson change d'aspect à partir de 550°C.

Le changement d'aspect est total vers 650°C.

Les résultats des observations des aspects des échantillons après la cuisson sont présentés dans les tableaux suivant.

Tableau 6 : Résultats des observations des aspects des échantillons après la cuisson – Mode de préparation N°1

°C	Aspect des échantillons après cuisson							
	400	450	500	550	600	650	700	800
Mode cuisson N°1	Ne change pas	Ne change pas	Change partiellement	Change partiellement	Change partiellement	Change totalement	Change totalement	Change totalement
Mode cuisson N°2	Ne change pas	Ne change pas	Change partiellement	Change partiellement	Change partiellement	Change totalement	Change totalement	Change totalement

Source : Auteur, 2000

Tableau 7 : Résultats des observations des aspects des échantillons après la cuisson – Mode de préparation N°2

°C	Aspect des échantillons après cuisson							
	400	450	500	550	600	650	700	800
Mode cuisson N°1	Ne change pas	Ne change pas	Change partiellement	Change partiellement	Change partiellement	Change totalement	Change totalement	Change totalement
Mode cuisson N°2	Ne change pas	Ne change pas	Change partiellement	Change partiellement	Change partiellement	Change totalement	Change totalement	Change totalement

Source : Auteur, 2000

2.5 TEST DE COMPORTEMENT HYDRAULIQUE DES ECHANTILLONS

2.5.1 MODE OPERATOIRE

Nous avons pris tous les échantillons, qui ont changé totalement.

Nous les avons pesés.

Puis nous ajoutons de l'eau pour les gâcher.

Après gâchage, on observe chaque échantillon s'il fait prise.

2.5.2 RESULTATS DES OBSERVATIONS

Tous les échantillons préparés à partir de la technique 1 ne font pas prise.

Tous les échantillons préparés à partir de la technique 2 font prise.

2.5.3 INTERPRETATION

D'après les résultats obtenus, nous pouvons établir :

- la technique de préparation du mélange des nitrates
- la température de cuisson
- et le mode de cuisson

2.6 CUISSON DES ECHANTILLONS

2.6.1 RAPPORT DES NITRATES

En s'inspirant aux compositions des ciments recommandés par le SECAR (cf. 2.1 de la Première Partie), nous avons préparé des mélanges dont le rapport pondéral $\text{Al}_2\text{O}_3 / \text{CaO}$ sont respectivement : 1.04 ; 2.04 et 2.67 qui correspondent respectivement au ciment fondu, au SECAR 162 et au SECAR 250.

Nous avons également pris un mélange à rapport pondéral $\text{Al}_2\text{O}_3 / \text{CaO} = 1.82$ qui correspond au rapport $\text{Al}_2\text{O}_3 / \text{CaO}$ du mono aluminate de calcium.

2.6.2 NUMEROTATION

Nous donnons des numéros aux échantillons pour faciliter leurs identifications.

- N°1 – l'échantillon, dont le rapport $\text{Al}_2\text{O}_3 / \text{CaO} = 1.04$;
- N°2 – l'échantillon, dont le rapport $\text{Al}_2\text{O}_3 / \text{CaO} = 1.82$;
- N°3 – l'échantillon, dont le rapport $\text{Al}_2\text{O}_3 / \text{CaO} = 2.04$;
- N°4 – l'échantillon, dont le rapport $\text{Al}_2\text{O}_3 / \text{CaO} = 2.67$;

2.6.3 MODE OPERATOIRE DE PREPARATION DES ECHANTILLONS

On mélange les deux nitrates la technique 2 décrite dans 2.2.2.
L'évaporation se fait pendant 8 heures sur un bain de sable à température égale à 80°C.
Lorsqu'on obtient des cristaux, on les broie.
On place l'échantillon obtenu dans un creuset en céramique.
On pèse le creuset avec l'échantillon. On note ce poids P1.
On place le creuset avec l'échantillon dans un four, non encore chauffé.

2.6.4 PESAGE DES ECHANTILLONS OBTENUS PAR LE MODE DE CUISSON N°2

L'allure de montée qu'on a adoptée est comme suit :

- une montée de température jusqu'à 350°C ;
- garder la température à 350°C pendant une heure ;
- ensuite une nouvelle montée de température jusqu'à 650°C ;
- garder la température à 650°C pendant une heure

Tableau 8 : Résultat du pesage des échantillons

	N° DES ECHANTILLONS			
	1	2	3	4
Poids du creuset, g, g	61	61	61	61
Poids du creuset contenant l'échantillon avant cuisson P1, g	200	300	350	250
Poids du creuset contenant l'échantillon après cuisson, g	160	250	200	150
Poids du cru, g	139	239	289	189
Poids du clinker, g	99	189	139	89

Source : Auteur, 2000

TROISIEME PARTIE

ETUDES QUANTITATIVES DE CARACTERISATION DU LIANT OBTENU

Les caractéristiques principales d'un liant minéral sont :

- sa composition ;
- ses résistances mécaniques de 7, 14 et 28 jours ;
- ses caractéristiques garanties : eau de gâchage recommandée.

Pour éclaircir les caractéristiques principales du liant que nous avons obtenu, nous devons choisir un seul type d'échantillons parmi ceux dans 2.6.2.de la deuxième partie de notre travail.

La troisième partie de notre travail comprendra les chapitres suivants :

CHAPITRE 1 : COMPOSITION DES ECHANTILLONS DU LIANT OBTENU

CHAPITRE 2 : DETERMINATION DE L'EAU DE GACHAGE

CHAPITRE 3 : TEST DE RESISTANCE DE LIANT

TROISIEME PARTIE : ETUDES QUANTITATIVES DE CARACTERISATION DU LIANT OBTENU

CHAPITRE 1 : COMPOSITION DES ECHANTILLONS DU LIANT OBTENU

1.1 ANALYSE DES ECHANTILLONS OBTENUS

1.1.1 MISE EN SOLUTION DES ECHANTILLONS

La mise en solution se fait sur un échantillon de 1 g additionné de 10ml d'acide chlorhydrique de normalité de 1N.

1.1.2 DOSAGE DES CONSTITUANTS PRINCIPAUX

Les trois éléments principaux : CaO, Al₂O₃ et Fe₂O₃ sont analysés par méthode complexométrie à l'EDTA dont les principes, les modes opératoires sont décrits dans les annexes.

1.1.3 DOSAGE EN CHAUX LIBRE DES ECHANTILLONS

La teneur en chaux libre des échantillons est déterminée par méthode LEDUC à l'eau sucrée que nous décrivons dans les annexes.

1.1.4 RESULTATS

Tableau 9 : Résultats des analyses de la chaux libre par la méthode LEDUC et les oxydes par méthode complexométrie à l'EDTA

	%		
CaO	34	37	45
Fe ₂ O ₃	3	3	4.5
Al ₂ O ₃	65	60	50
Chaux libre	15	11	9

Source : Auteur, 2000

1.1.5 COMMENTAIRE

D'après les résultats d'analyse, le taux de chaux libre dans tous les échantillons est très élevés. Il ne doit pas dépasser 1% dans le ciment alumineux normalisé et 3% dans le ciment ordinaire courant.

Cela nous amène à supposer que les sels de nitrate ne forment pas entièrement du monoaluminate de calcium :

- soit la méthode d'homogénéisation (mélange) n'est pas parfaite ;
- soit les conditions de cuisson ne sont pas suffisantes.

CHAPITRE 2 : DETERMINATION DE L'EAU DE GACHAGE

2.1 PRINCIPE

Le principe de la détermination consiste à quantifier l'eau nécessaire pour obtenir, après malaxage, une pâte pure ayant la consistance normale définie dans NF P 15 – 402.

2.2 MODE OPERATOIRE

Peser 100g d'échantillon.

Mettre dans un récipient en forme de bol.

Ajouter 10ml d'eau et procéder au malaxage.

Nous avons procédé au malaxage manuel.

Ensuite, ajouter petit à petit l'eau de gâchage sans arrêter de malaxer jusqu'à l'obtention d'une pâte pure à consistance normale.

Noter le volume total d'eau versée.

2.3 RESULTAT

Nous avons remarqué un fort dégagement de chaleur pendant le processus de gâchage.

Le dégagement de chaleur perdure environ 10 minutes.

Nous avons utilisé 30% d'eau (pondérale).

2.4 COMMENTAIRE

- L'eau de gâchage nécessaire pour l'obtention d'une pâte pure à consistance normale est trop élevée par rapport à l'eau de gâchage des ciments ordinaires.
- Cela est probablement dû :
 - A l'existence d'un taux élevé de chaux libre dans l'échantillon qui dégage une forte chaleur lors du gâchage ;
 - Ou bien à la chaleur élevée d'hydratation du liant, qui entraîne l'évaporation d'une grande partie d'eau. Ce qui explique la hausse de la quantité d'eau nécessaire pour le gâchage de l'échantillon.

CHAPITRE 3 : TEST DE RESISTANCE DE LIANT DES ECHANTILLONS

3.1 DETERMINATION DES PROPRIETES MECANIQUES

3.1.1 PRINCIPE

Le principe de la détermination des propriétés mécaniques consiste à mesurer la résistance en compression simple sur les pâtes pure des échantillons de ciment à étudier.

L'adaptation des éprouvettes prismatiques normalisées, décrites dans la norme française NF P 15 - 414 ne sera pas souhaitable pour notre cas.

Le procédé mis au point par Ambroise J. et ensuite utilisé par RANAIVONIARIVO Gabriely dans [19], selon lequel les éprouvettes utilisées pour les essais mécaniques de compression simple sont des mini-éprouvettes cylindriques de 2 cm de diamètre et de 4 cm de hauteur. Et par la suite, nous allons adopter les méthodes de détermination des propriétés physiques utilisées dans le travail de RANAIVONIARIVO G.

Les moules utilisées sont en Plexiglas.

L'intérêt des moules en Plexiglas réside sur le fait qu'ils permettent d'éviter l'existence de bulles d'air au sein de l'éprouvette. Les bulles d'air sont source de résultats erronés.

3.1.2 PREPARATION DE LA PATE : COULAGE ET MOULAGE

Nous avons préparé une quantité suffisante de pâte pure à consistance normale avec :

1. du ciment Portland CPA 45 ;
2. notre échantillon.

Le malaxage se fait manuellement, au lieu d'utiliser un malaxeur électrique, mentionné dans [5], qui fait défaut.

Cependant, nous devons respecter le temps de malaxage et la consistance recommandée.

Nous les coulons par batteries de 4 unités dans des moules en Plexiglas.

3.1.3 CONSERVATION DES EPROUVETTES

Les éprouvettes sont gardées dans leur moule pendant deux jours.

Nous démoulons après ce délai.

Nous laissons encore deux jours à l'air libre.

Ensuite, nous les concernons dans un bassin plein d'eau jusqu'au jour de l'essai mécanique.

Le jour de l'essai mécanique nous sortons les échantillons du bassin d'eau à peu près 30 minutes avant l'essai mécanique, le temps du transport des échantillons de Fiadanana – Tsimbazaza (CNRIT – lieu de confection des éprouvettes) jusqu'à Ankatso (Bloc Technique – lieu du déroulement des essais mécaniques).

Ce mode de conservation suit à peu près le mode de conservation décrit dans NF P 15 – 401.

Avant de commencer, il faut connaître la quantité d'échantillon nécessaire et suffisante pour un seul moulage.

Nous avons aussi fait des tests de 7 jours : garder les éprouvettes à l'air libre pendant 7 jours avant de les passer au test mécanique (bassin d'eau avant de procéder au test mécanique proprement dit).

3.1.4 RESULTATS

Nous avons pris du ciment CPA 45 marque *Moraingy* comme étalon. Et quelques tests ont été effectués pour l'étalon et l'échantillon : test de 7 jours présenté dans le tableau n°10 et test de 14 et ensuite 28 jours pour le tableau n°11.

Tableau 10 : Résultats des essais de la résistance en compression simple des micros – éprouvettes conservées à l'air libre pendant 7 jours

	CPA 45			Echantillon		
			Moyenne			Moyenne
Force appliquée, daN	150 350	520 500	335 425	150 250	80 190	115 225
Résistance en compression simple, MPa			10.7 13.5			3.7 7.0

Source : Auteur, 2000

Tableau 11 : Résultats des essais de la résistance en compression simple des micros – éprouvettes conservées sous l'eau pendant 7 ,14 et 28 jours

	CPA 45			Echantillon		
	7j	14j	28j	7j	14j	28j
Valeur lue, daN		675		150	190	405
Résistance en compression simple, MPa		21.5		4.8	6.05	12.5

Source : Auteur, 2000

3.1.5 COMMENTAIRE

Les échantillons, que nous avons préparés à partir de nitrates ont :

- une propriété hydraulique ;
- une résistance en compression simple nettement inférieure au ciment CPA 45 de la marque *Moraingy* ;
- la diminution de la résistance en compression est probablement due à l'existence d'une forte teneur en chaux libre dans les échantillons préparés.

CONCLUSION

CONCLUSION

Dans ce travail, nous avons étudié la possibilité de produire du ciment alumineux à température modérée en utilisant des nitrates.

En effet, les méthodes traditionnelles de production du ciment alumineux utilisant des matières premières, comprenant des produits minéralisés, tels que le calcaire et la bauxite, ciments, nécessitent des températures élevées et des temps de cuisson importante. Le processus de production est très énergétivore d'où le coût élevé du ciment alumineux.

Dans le cadre de recherches menées au sein du CNRIT et de l'ESPA sur les méthodes de préparation des matériaux, les résultats antérieurs nous ont conduits à choisir l'utilisation des nitrates.

Nous avons d'abord mené une étude bibliographique approfondie sur les ciments, en particulier les ciments alumineux : leurs propriétés et leur processus de production. Puis nous avons complété cette bibliographie par des publications sur les procédés modernes de préparation des matériaux.

A partir des résultats de cette bibliographie, nous sommes tenus d'étudier les procédés basés sur la décomposition des nitrates.

Ensuite, nous avons mené des essais qualitatifs pour évaluer les domaines de travail et les paramètres les plus importants. Ces essais qualitatifs nous ont montré :

- l'importance de la manière de conduite de la réaction de décomposition des nitrates, que nous avons pris comme matières premières ;
- l'importance de la température.

Après ces études qualitatives, nous avons entrepris d'étudier de manière détaillée la production du mono aluminate de calcium.

Après avoir obtenu les mono aluminates nous avons étudié, sur des micro - éprouvettes les propriétés mécaniques du produits obtenu.

Ces résultats montrent que l'on peut effectivement produire des liants à base d'aluminate de calcium par le procédé aux nitrates à une température de l'ordre de 600°C.

Ces résultats méritent d'être approfondis ultérieurement.

BIBLIOGRAPHIE

1. ARDEX GMBH, OBERSTE 6 PADTBERG R. - Process for producing ferruginous high - alumina cement - PCT/EP 94/03017, 1995.
2. BRICK (C. R.) - Refractories super raw material. USA ; 1978. - Vol. 173. - N°2 ; pp. 32-36.
3. BUTT (I. M.), CITCHEV (M. M.), TIMACHEV (V. V.) - Technologie chimique des liants minéraux ;- Moscou : Ecole supérieure, 1980.
4. BUTT (I. M.) - Technologie du ciment et des liants minéraux. - Moscou : Promizdat, 1956.
5. CENTRE D'INFORMATION SUR LE CIMENT ET SES APPLICATIONS.- Paris : Collection Technique Cimeton. Fiches techniques Ciments.- C1 ; C2 :1 ; C2 :2 ; C3, 1994.
6. CHABRIER de la SAULNIERE (P). - « Industrie de la chaux, du ciment et du plâtre. »/Les industries, leurs production, leurs nuisances. - Paris : Masson et Cie, 1970.
7. DEICA (N). - Contributions à la fabrication de nouveaux ciments réfractaires hydrauliques. - Bull. Soc. Fr. Ceram - 1973 ; N°98 ; pp. 37-44.
8. DROZD (M), WOLEK (W). - Le ciment alumineux de baryum. Ses propriétés et ses applications. - Bull. Soc. Fr. Ceram.- 1975 ; Vol. 107 ; pp. 39-52.
9. JOUENNE (C. A.) – Traité de céramiques et de matériaux minéraux – Paris : Septima, 1990.
10. JOURDAIN (A). – La technologie de la céramique industrielle. – Paris : Gauthier, 1966.
11. JUNG (M). – Propriétés hydrauliques des ciments à haute teneur en alumine. – Bull. Soc. Fr. Ceram. – 1973 ; N°98 ; pp. 11-20.
12. KARAS (G. E.), KONETSKIJ (N. V.), MUKHIN (A. A.), SHAPIROYA, YUTINA (A. S.), ZOLOTAREVA (O. V.). – Essai de fabrication d'un ciment à teneur élevée en alumine à l'usine des réfractaires de Semiliki. – OGNEUPORY ; ISSN 0369-7290 ; 1979 ; N°10 ; pp. 2-4
13. KUZNETSOVA (T. V.). – Propriétés techniques des ciments d'aluminate et de sulfoaluminate. / Cement ISSN 0041-4867 ; 1983 ; N°5 ; pp.6-8.

14. KUZNETSOVA (T. V.), KRAVCHENKO (I. V.). – Tendances de développement de la technologie des ciments alumineux. / Cement, 1980, N°2 ; pp.12-13.
15. LEPRINCE (L). – Encyclopédie scientifique et technique. – Edition : Lidis, T. 1 « Ciment » ; 1974 ; pp.90-92.
16. MOTZET (H), OPITZ (D). – Method for making aluminous cement.-PCT/EP 98/04070, 1999.
17. ROESEL (R. E.), MACZURA (G), ROTHENBULHER (P. T.). – Calcium aluminate cements for high strength refractory monoliths. – Interceram.- Vol. 31. – N°5, 1982 ; pp. 519-523.
18. Technique de l'Ingénieur. – A – 2142, 1978.
19. RANAIVONIARIVO (G). – Contribution à l'étude des liants pouzzolaniques de synthèse à base de matériaux thermiquement activés à moyennes températures, principalement les latérites calcinées. – Thèse de Docteur Ingénieur, ESPA : Antananarivo, 1992.

ANNEXES

ANNEXE 1 : DOSAGE DE LA TENEUR EN CHAUX LIBRE DANS LES CIMENTS

Méthode LEDUC à l'eau sucrée.

Peser 1 g de produit.

Introduire dans une fiole jaugée de 100 ml.

Remplir avec une solution d'eau sucrée à 10 % de sucre en affleurant au trait.

Boucher et agiter fortement pendant un quart d'heure. Au bout de ce temps, filtrer sur un filtre à plis.

Prélever au moyen d'une pipette de 25 ml du filtrat et verser dans un vase à précipiter.

Ajouter quelques gouttes de phénol phtaléine et titrer avec une solution d'acide sulfurique contenant 4.373 g d'acide sulfurique H_2SO_4 par litre.

Le nombre de ml employés indique directement la teneur centésimale en chaux libre.

ANNEXE 2 : DOSAGE COMPLEXOMETRIE A L'EDTA

DOSAGE DE LA CHAUX TOTALE

PRINCIPE

On titre le calcium Ca²⁺ dans le ciment par formation du complexe stable CaY²⁻ en milieu alcalin.

Indicateur : murexide

Réactifs

- NaOH (20%)
- Murexide
- EDTA 0.1N

Mode opératoire

Prendre 50ml de solution préparée après mise en solution du ciment.

Mettre dans un erlen de 250 ml

Ajouter 10 ml de solution de NaOH 20% et du murexide 50 à 110 mg.

Doser avec de l'EDTA jusqu'au virage de la couleur en bleu clair.

DOSAGE DU Fe₂O₃

PRINCIPE

On titre le fer Fe²⁺ par formation du complexe stable FeY²⁺ stable en milieu acide.

Réactifs

- Acide nitrique dilué au 1 : 1 ;
- Acide chlorhydrique dilué au 1 : 1 ;
- Acide sulfosalicilique ;
- EDTA 0.1N.

Mode opératoire

Prendre 50ml de solution préparée après la mise en solution du ciment.

Ajouter de l'acide nitrique et de l'acide chlorhydrique dilué au 1 : 1.

Chauffer à 60 -70°C.

Ajouter 1 à 2 ml d'indicateur (acide sulfosalicilique).

Doser à l'EDTA jusqu'au virage de la couleur en jaune clair.

DOSAGE DE L'Al₂O₃

Dans l'rlen contenant la solution précédente, ajouter 10 ml d'EDTA.

Chauffer jusqu'à ébullition.

Ajouter 10 ml d'acétate d'ammonium pour avoir un pH = 4.8 – 5 et 1 à 2 ml de sulfosalicilique.

Doser avec de la solution de sel ferrique jusqu'au virage de la couleur jaune claire en orange doré.

TABLE DES MATIERES

SOMMAIRE

LISTE DES TABLEAUX

REMERCIEMENTS

INTRODUCTION 1

PREMIERE PARTIE : GENERALITES ET BIBLIOGRAPHIE 2

CHAPITRE 1 : GENERALITE SUR LES CIMENTS 2

 1.1 DEFINITION DU CIMENT 2

 1.2 LES CONSTITUANTS DU CIMENT 2

 1.2.1 CLINKER PORTLAND (K) 2

 1.2.2 LAITIER GRANULE DE HAUT FOURNEAU (S) 3

 1.2.3 POUZZOLANES NATURELLES (Z) 3

 1.2.4 CENDRES VOLANTES SILICEUSES (V) OU CALCIQUES (W) 3

 1.2.5 SCHISTES CALCINES (T) 3

 1.2.6 CALCAIRES (L) 3

 1.2.7 FUMEES DE SILICE (D) 4

 1.2.8 SULFATE DE CALCIUM 4

 1.2.9 ADDITIFS 4

 1.3 LES DIFFERENTS TYPES DE CIMENTS 4

 1.3.1 LE CIMENT PORTLAND ou CIMENT ORDINAIRE : CPA-CEM I 4

 1.3.2 LE CIMENT PORTLAND COMPOSE : CPJ-CEM II/A ou B 4

 1.3.3 LE CIMENT DE HAUT FOURNEAU : CHF-CEM III/A ou B 5

 1.3.4 LE CIMENT PROMPT NATUREL : CNP 5

 1.3.5 LE CIMENT A MACONNER : CM 5

 1.3.6 LE CIMENT BLANC 5

 1.3.7 CIMENT ALUMINEUX : CA 5

CHAPITRE 2 : LE CIMENT ALUMINEUX 6

 2.1 COMPOSITION DU CIMENT ALUMINEUX 6

 2.2 CARACTERISTIQUES DU CIMENT ALUMINEUX 7

 2.3 RESISTANCES DU CIMENT ALUMINEUX 7

 2.4 TEMPS DE PRISE DU CIMENT ALUMINEUX 7

 2.5 LES MATIERES PREMIERES 8

 2.5.1 LE CALCAIRE 8

 2.5.2 LA BAUXITE 8

 2.5.3 RAPPORT DES MATIERES PREMIERES 9

2.6 ROLE DES OXYDES SUR LE PROCESSUS DE PRODUCTION DU CIMENT ALUMINEUX.....	9
2.6.1 OXYDE D'ALUMINIUM	9
2.6.2 OXYDE DE CALCIUM.....	9
2.6.3 OXYDE DE FER.....	10
2.6.4 DIOXYDE DE SILICIUM.....	10
2.6.5 OXYDE DE MAGNESEIUM.....	10
2.6.6 DIOXYDE DE TITANE.....	10
2.6.7 OXYDES DE SODIUM ET DE POTASSIUM.....	11
2.6.8 PENTAOXYDE DE PHOSPHORE	11
2.6.9 OXYDE DE CHROME	11
2.7 LE MONO ALUMINATE DE CALCUIUM.....	11
2.7.1 SON ETAT ET SON ROLE	11
2.7.2 SA TEMPERATURE DE FUSION.....	12
2.7.3 SA STRUCTURE CRISTALLINE	12
2.8 METHODES DE PREPARATION DES MATIERES PREMIERES	12
2.9 METHODES CLASSIQUES DE PRODUCTION DU CIMENT ALUMINEUX.....	12
2.9.1 METHODE DE CUISSON JUSQU'AU POINT DE FRITTAGE	13
2.9.2 METHODE DE CUISSON JUSQU'AU POINT DE FUSION	13
2.10 FOURLS.....	14
2.10.1 FOUR A CUVE A CHEMISE D'EAU : DESCRIPTION ET FONCTIONNEMENT	14
2.10.2 FOUR ELECTRIQUE : DESCRIPTION ET FONCTIONNEMENT.....	14
2.11 MODE DE REFROIDISSEMENT	15
2.12 QUELQUES TENDANCES DE DEVELOPPEMENT DE LA TECHNOLOGIE DE PRODUCTION DU CIMENT ALUMINEUX.....	16
2.13 LES PRINCIPALES REACTIONS LORS DE LA CUISSON DU CIMENT ALUMINEUX	16
2.14 BROYAGE DU CLINKER	17
2.15 ACTION DE L'EAU SUR LES LIANTS HYDRAULIQUES	17
2.15.1 L'ADSORPTION.....	18
2.15.1.1 L'adsorption physique.....	18
2.15.1.2 L'adsorption chimique	18
2.15.2 L'HYDROLYSE	19
2.15.3 LA DISSOLUTION	19
2.15.4 LA SOLVATATION	19
2.15.5 LA CRISTALLISATION	20
2.15.5.1 La germination.....	20
2.15.5.2 La croissance du germe	20

2.15.6 LA DIFFUSION	20
<i>CHAPITRE 3 : LA CARACTERISATION DU CIMENT</i>	<i>21</i>
3.1 COMPOSITION DU CIMENT.....	21
3.2 LA RESISTANCE MECANIQUE	21
<i>DEUXIEME PARTIE : ETUDE DE LA PREPARATION DE LIANT MINERAL A BASE DE MONOALUMINATE DE CALCIUM.....</i>	<i>22</i>
<i>CHAPITRE 1 : PREPARATION DES NITRATES</i>	<i>22</i>
1.2 PREPARATION DU NITRATE DE CALCIUM.....	22
1.1.1 PRINCIPE.....	22
1.1.2 MATIERES	22
1.1.3 MODE OPERATOIRE	22
1.2 PREPARATION DU NITRATE D'ALUMINIUM.....	23
1.2.1 PRINCIPE	23
1.2.2 MATIERES	23
1.2.3 MODE OPERATOIRE	23
1.3 ANALYSE DES PRODUITS OBTENUS	24
1.4 RESULTATS	24
1.4.1 ANALYSE DE LA TENEUR EN CaO DE LA SOLUTION DE NITRATE DE CALCIUM OBTENU	24
1.4.2 ANALYSE DE LA TENEUR EN Al_2O_3 DANS LA SOLUTION DE NITRATE D'ALUMINIUM OBTENU	24
<i>CHAPITRE 2 : ETUDES QUALITATIVES ET PARAMETRES IMPORTANTS</i>	<i>25</i>
2.1 TEMPERATURE DE CUISSON	25
2.2 TECHNIQUES DE PREPARATION DE MELANGE DES DEUX SELS	25
2.2.1 TECHNIQUE 1.....	25
2.2.2 TECHNIQUE 2.....	25
2.3 DOMAINE DE TEMPERATURE DE DEGAGEMENT DES VAPEURS NITREUSES.....	26
2.3.1 RESULTATS	26
2.3.2 COMMENTAIRES.....	26
2.3.3 ASPECT DES ECHANTILLONS.....	26
2.4 MODE DE CUISSON.....	27
2.4.1 MODE DE CUISSON N° 1	27
2.4.2 MODE DE CUISSON N° 2	27
2.4.3 RESULTATS	27
2.4.4 COMMENTAIRE	27
2.5 TEST DE COMPORTEMENT HYDRAULIQUE DES ECHANTILLONS.....	29
2.5.1 MODE OPERATOIRE	29

2.5.2 RESULTATS DES OBSERVATIONS	29
2.5.3 INTERPRETATION.....	29
2.6 CUISSON DES ECHANTILLONS	29
2.6.1 RAPPORT DES NITRATES	29
2.6.2 NUMEROTATION	29
2.6.3 MODE OPERATOIRE DE PREPARATION DES ECHANTILLONS	30
2.6.4 PESAGE DES ECHANTILLONS OBTENUS PAR LE MODE DE CUISSON N°2.....	30
<i>TROISIEME PARTIE : ETUDES QUANTITATIVES DE CARACTERISATION DU LIANT OBTENU</i>	32
<i>CHAPITRE 1 : COMPOSITION DES ECHANTILLONS DU LIANT OBTENU</i>	32
1.1 ANALYSE DES ECHANTILLONS OBTENUS	32
1.1.1 MISE EN SOLUTION DES ECHANTILLONS	32
1.1.2 DOSAGE DES CONSTITUANTS PRINCIPAUX.....	32
1.1.3 DOSAGE EN CHAUX LIBRE DES ECHANTILLONS.....	32
1.1.4 RESULTATS	32
1.1.5 COMMENTAIRE	33
<i>CHAPITRE 2 : DETERMINATION DE L'EAU DE GACHAGE.....</i>	34
2.1 PRINCIPE	34
2.2 MODE OPERATOIRE.....	34
2.3 RESULTAT	34
2.4 COMMENTAIRE	34
<i>CHAPITRE 3 : TEST DE RESISTANCE DE LIANT DES ECHANTILLONS.....</i>	35
3.1 DETERMINATION DES PROPRIETES MECANIQUES	35
3.1.1 PRINCIPE	35
3.1.2 PREPARATION DE LA PATE : COULAGE ET MOULAGE	35
3.1.3 CONSERVATION DES EPORUVETTES	35
3.1.4 RESULTATS	36
3.1.5 COMMENTAIRE	37
CONCLUSION	38
BIBLIOGRAPHIE.....	39
ANNEXE 1 : DOSAGE DE LA TENEUR EN CHAUX LIBRE DANS LES CIMENTS Méthode LEDUC à l'eau sucrée.	42
ANNEXE 2 : DOSAGE COMPLEXOMETRIE A L'EDTA	43
DOSAGE DE LA CHAUX TOTALE.....	43
DOSAGE DU Fe ₂ O ₃	43
DOSAGE DE L'Al ₂ O ₃	44
TABLE DES MATIERES	45

Nom : RASOLOMAMPIONONA

Prénoms : Julie Aurélie Pascale

Adresse : Lot IAF 73A Antanetibe Ambohidrapeto
102 ANTANANARIVO

Tél : 032 46 033 31

Mail : julie_rasolomampionona@yahoo.fr

Titre : CONTRIBUTION A L'ETUDE DE CIMENT ALUMINEUX A BASE D'ALUMINATE DE CALCIUM

Mots-clés : CIMENT, LIANTS MINERAUX, MONO ALUMINATE DE CALCIUM, CIMENT FONDU, CIMENT ALUNINEUX, MATERIAUX, MICRO – EPROUVETTE.

Pagination : 58 pages ; 11 tableaux

RESUME

Ce travail concerne l'étude de production de ciment à base d'aluminate de calcium à partir de nitrates.

Ce travail détermine les conditions de préparation du mélange de nitrates et les paramètres les plus importants pour la production de liant à base d'aluminate de calcium.

Après avoir obtenu des aluminates de calcium, des tests mécaniques sur des micro-éprouvettes ont été effectués pour déterminer les propriétés mécaniques de liant de ces produits.