

Valorisation des cendres de balles de riz pour la production de matériaux pouzzolaniques à Madagascar

Travail de fin d'études réalisé en vue de l'obtention du grade de Master Ingénieur
Civil des Constructions par Halleux Edouard

JURY

Dr. Ir. L. COURARD, Professeur à l'Université de Liège, Promoteur

Dr. Ir. F. COLLIN, Chargé de Cours à l'Université de Liège

Dr. Ir. E. PIRARD, Professeur à l'Université de Liège

Dr. B. HEINRICHS, Professeur à l'Université de Liège

M. KRESSE, Ingénieurs sans Frontières

Université de Liège

Faculté des Sciences Appliquées

Année Académique 2012 – 2013



Remerciements

Ce travail de fin d'études a été réalisé grâce au soutien et aux conseils de nombreuses personnes. Je profite de ces quelques lignes pour les remercier.

Tout d'abord, je tiens avant tout à remercier Monsieur Luc Courard pour son encadrement, ses conseils et de m'avoir permis de réaliser ce projet.

Dans cette même lignée, je remercie Madame Myriam Kresse et Ingénieurs sans Frontières de m'avoir encadré pour l'élaboration de ce travail et d'avoir tout mis en œuvre pour que mon aventure africaine se passe au mieux.

Mes remerciements vont ensuite à l'équipe du Laboratoire des Matériaux de Constructions et de Géotechnique. J'exprime ma gratitude à Véronique, Amaury, Monique et tout particulièrement à Fabienne pour son attention et le suivi quotidien de mes avancées en laboratoire.

Je remercie également Frédéric Michel et Anne Darimont pour l'aiguillage de mes recherches.

Je tiens aussi à remercier toutes les personnes et spécialement Le Relais – Madagascar qui m'ont accueilli et encadré lors de mon séjour à Fianarantsoa.

Pour terminer, mes pensées vont à ma famille ainsi qu'à toute personne qui a participé d'une façon ou d'une autre à la rédaction de ce travail.

Enoncé

L'objet de ce travail de fin d'études, présenté en vue de l'obtention du diplôme de Master en Ingénieur Civil des Constructions est consacré à la valorisation des cendres de balles de riz pour la production de matériaux pouzzolaniques à Madagascar.

La balle de riz est présente en quantité à Madagascar et est actuellement utilisée comme combustible ou dans le compostage. Aucune filière n'a encore été réellement développée pour l'utilisation de ce déchet.

Deux possibilités de valorisation de la balle de riz existent:

- Intégrer la balle de riz brute dans le béton (par exemple, le béton de bois).
- Calciner la balle de riz et utiliser les résidus résultant de cette calcination comme substitut au ciment ou comme complément à un liant (ex: chaux, ciment) en vue de constituer un mortier de maçonnerie.

Dans ce travail, la seconde hypothèse est traitée pour une étude, dans la mesure où la balle de riz calcinée présente des propriétés pouzzolaniques (haute teneur en silice) favorisant la durabilité et la résistance des composites à base de ciment (ou de chaux).

L'objectif est d'étudier la qualité pouzzolanique qu'offre la cendre de balles de riz à un mortier ou à un béton. Les propriétés chimiques, minéralogiques et physiques de la cendre de balles de riz sont abordées. Les résultats révèlent la présence d'une haute teneur en silice amorphe et de bonnes qualités pouzzolaniques lorsque certaines conditions de calcination sont respectées.

Le travail se compose d'une partie expérimentale dans laquelle différentes compositions de mortiers intégrant la cendre sont élaborées. Les résistances mécaniques pour chacune d'elles sont ensuite déterminées et certaines conclusions sont ensuite tirées sur l'utilisation de la cendre de balles de riz dans les mortiers.

Dr. Ir. L. COURARD
Professeur à l'Université de Liège, Promoteur

Dr. Ir. F. COLLIN
Chargé de Cours à l'Université de Liège

Dr. Ir. E. PIRARD
Professeur à l'Université de Liège

Dr. B. HEINRICHS
Professeur à l'Université de Liège

M. KRESSE
Ingénieurs sans Frontières

TABLE DES MATIERES

1	INTRODUCTION.....	9
1.1	OBJECTIFS.....	14
1.2	METHODOLOGIE.....	14
1.3	CONTRAINTES DE L'ETUDE.....	15
2	LES LIANTS.....	16
2.1	LA CHAUX.....	16
2.1.1	<i>Production de chaux.....</i>	<i>16</i>
2.1.2	<i>Prise et durcissement.....</i>	<i>17</i>
2.2	LE CIMENT PORTLAND.....	19
2.2.1	<i>Production de ciment.....</i>	<i>19</i>
2.2.2	<i>Composition.....</i>	<i>19</i>
2.2.3	<i>Hydratation, prise et durcissement.....</i>	<i>21</i>
2.2.3.1	<i>Hydratation des composants du ciment.....</i>	<i>21</i>
2.2.3.2	<i>Hydratation du ciment Portland.....</i>	<i>22</i>
2.2.3.3	<i>Prise et durcissement du ciment Portland.....</i>	<i>23</i>
2.3	POUZZOLANE.....	24
2.4	LIANTS POUZZOLANIQUES.....	27
2.4.1	<i>Chaux avec ajout de pouzzolane.....</i>	<i>27</i>
2.4.2	<i>Ciment Portland avec ajout de pouzzolane.....</i>	<i>28</i>
3	LITTERATURE AU SUJET DE LA BALLE DE RIZ.....	32
3.1	LA BALLE DE RIZ.....	32
3.2	COMBUSTION.....	34
3.3	CARACTERISTIQUES DE LA CENDRE DE BALLE DE RIZ.....	35
3.3.1	<i>Composition chimique.....</i>	<i>35</i>
3.3.2	<i>Composition minérale.....</i>	<i>35</i>
3.3.3	<i>Surface spécifique.....</i>	<i>37</i>
3.3.4	<i>Activité pouzzolanique.....</i>	<i>38</i>
3.4	LIANTS AVEC ADDITION DE CENDRE DE BALLES DE RIZ.....	38
3.4.1	<i>Ciment Portland avec addition de CBR.....</i>	<i>38</i>
3.4.2	<i>Liants Chaux - Balles de riz.....</i>	<i>41</i>
3.4.3	<i>Liants Ciment Portland - Chaux - Balles de riz.....</i>	<i>41</i>
4	PROGRAMME DE RECHERCHE EXPERIMENTALE.....	42
4.1	PRODUCTION ET CARACTERISATION DE LA CENDRE DE BALLE DE RIZ.....	42
4.1.1	<i>Production.....</i>	<i>42</i>
4.1.1.1	<i>Origine de la balle de riz.....</i>	<i>42</i>
4.1.1.2	<i>Le four et la combustion.....</i>	<i>43</i>
4.1.2	<i>Caractérisation.....</i>	<i>46</i>
4.1.2.1	<i>Teneur en eau.....</i>	<i>46</i>
4.1.2.2	<i>Pertes au feu.....</i>	<i>47</i>
4.1.2.3	<i>Broyage.....</i>	<i>48</i>
4.1.2.4	<i>Activité pouzzolanique.....</i>	<i>49</i>
4.1.2.5	<i>Composition minéralogique.....</i>	<i>53</i>
4.1.2.6	<i>Densité.....</i>	<i>57</i>
4.1.2.7	<i>Granulométrie.....</i>	<i>58</i>
4.1.2.8	<i>Surface spécifique.....</i>	<i>59</i>
4.1.2.9	<i>Morphologie.....</i>	<i>61</i>
4.1.2.10	<i>Composition chimique.....</i>	<i>63</i>
4.1.2.11	<i>Conclusions.....</i>	<i>63</i>
4.2	AUTRES MATERIAUX.....	64
4.2.1	<i>Chaux.....</i>	<i>64</i>

4.2.1.1	Densité	64
4.2.1.2	Surface spécifique.....	65
4.2.1.3	Granulométrie	65
4.2.2	<i>Ciment Portland</i>	66
4.2.2.1	Composition chimique	66
4.2.2.2	Densité	67
4.2.2.3	Surface spécifique.....	67
4.2.2.4	Granulométrie	67
4.2.3	<i>Sable</i>	67
4.2.4	<i>Fillers</i>	68
4.2.4.1	Densité	68
4.2.4.2	Surface spécifique.....	68
4.2.4.3	Granulométrie	68
4.2.5	<i>Cendres volantes de centrales thermiques</i>	69
4.2.5.1	Composition chimique	69
4.2.5.2	Densité	69
4.2.5.3	Surface spécifique.....	69
4.2.5.4	Granulométrie	70
4.2.5.5	Morphologie.....	70
4.2.6	<i>Récapitulatif</i>	74
4.2.6.1	Densité	74
4.2.6.2	Surface spécifique.....	75
4.2.6.3	Granulométrie	75
4.3	LA COMPOSITION DES MORTIERS.....	75
4.4	PROGRAMME EXPERIMENTAL	78
4.4.1	<i>Préparations des éprouvettes de mortier</i>	78
4.4.2	<i>Méthodes expérimentales</i>	80
4.4.2.1	Essai de flexion	80
4.4.2.2	Essai de compression.....	80
4.4.3	<i>Résultats et discussions</i>	82
5	CONCLUSIONS	92
6	BIBLIOGRAPHIE	93
7	ANNEXES	96
7.1	FICHES TECHNIQUES DES MATERIAUX.....	96
7.1.1	<i>Ciment Portland - Holcim Madagascar</i>	96
7.1.2	<i>Ciment Portland - CBR</i>	97
7.1.3	<i>Cendres volantes de centrales thermiques</i>	99
7.2	RESULTATS ESSAIS MECANQUES.....	100

TABLE DES FIGURES

FIGURE 1 - EFFICACITE DES SYSTEMES DE GESTION DES DECHETS MUNICIPAUX DANS LE MONDE.....	10
FIGURE 2 - COMPOSITION DES DECHETS SOLIDES EN AFRIQUE.....	10
FIGURE 3 - IMPORTANCE DES CULTURES A MADAGASCAR.....	11
FIGURE 4 - SITUATION DE FIANARANTSOA (MADAGASCAR).....	13
FIGURE 5 – PRODUCTION DE LA CHAUX	17
FIGURE 6 - DECORTICAGE MANUEL OU MECANIQUE	32
FIGURE 7 - RIZIERES DANS LA COMMUNE D'ISORANA.....	42
FIGURE 8 - BALLES DE RIZ APRES DECORTICAGE DU PADDY	43
FIGURE 9 - FOUR UTILISE POUR LA PHASE SUR TERRAIN – CUISINE RELAIS-MADAGASCAR.....	43
FIGURE 10 - PROFILE METALLIQUE POUR FOUR.....	44
FIGURE 11 - PLACEMENT DES PROFILES ET COMPACTAGE DE LA BALLE DE RIZ.....	45
FIGURE 12 - COMBUSTION DE LA BALLE DE RIZ DANS LE FOUR	45
FIGURE 13 - FOUR DE LABORATOIRE ET CENDRES OBTENUES APRES CALCINATION.....	46
FIGURE 14 – GRAPHIQUE DE LA TENEUR EN EAU AU SEIN DE LA BALLE DE RIZ	47
FIGURE 15 - GRAPHIQUE DE LA PERTE AU FEU DE LA BALLE DE RIZ EN FONCTION DE LA TEMPERATURE.....	47
FIGURE 16 - BROYEUR A DISQUES.....	48
FIGURE 17 - BROYEUR A MACHOIRES - RECIPIENT	49
FIGURE 18 - BROYEUR A MACHOIRES FERME	49
FIGURE 19 - CENDRES BROYEES OBTENUES.....	49
FIGURE 20 - SCHEMA DU MONTAGE.....	50
FIGURE 21 - MONTAGE DE L'ESSAI CHAPELLE EN LABORATOIRE.....	50
FIGURE 22 - ESSAI CHAPELLE - CHAUX LIBRE RESTANTE EN FONCTION DE LA TEMPERATURE.....	51
FIGURE 23 – GRAPHIQUE DE LA VARIATION DE LA CONDUCTIVITE EN FONCTION DE LA TEMPERATURE	53
FIGURE 24 - RESULTATS OBTENUS DE LA DRX POUR LA CENDRE DE BALLES DE RIZ - 600°C	54
FIGURE 25 - GRAPHE DE LA DRX POUR LA CENDRE DE BALLES DE RIZ - 600°C.....	54
FIGURE 26 - RESULTATS OBTENUS DE LA DRX POUR LA CENDRE DE BALLES DE RIZ - 700°C	55
FIGURE 27 - GRAPHE DE LA DRX POUR LA CENDRE DE BALLES DE RIZ - 700°C.....	55
FIGURE 28 - RESULTATS OBTENUS DE LA DRX POUR LA CENDRE DE BALLES DE RIZ - 800°C	55
FIGURE 29 - GRAPHE DE LA DRX POUR LA CENDRE DE BALLES DE RIZ - 800°C.....	56
FIGURE 30 - PYCNOMETRE EN VERRE	57
FIGURE 31 - GRANULOMETRE A DIFFRACTION LASER – MASTERSIZER 2000.....	58
FIGURE 32 - GRANULOMETRIE DE LA CENDRE DE BALLES DE RIZ.....	59
FIGURE 33 - PERMEABILIMETRE DE BLAINE	60
FIGURE 34 – PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT DE LA METHODE DE BLAINE	60
FIGURE 35 - GRANULOMORPHOMETRE OCCHIO 500NANO	61
FIGURE 36 - DISTRIBUTION DE TAILLE DES PARTICULES DE CENDRE DE BALLES DE RIZ (EN VOLUME)	62
FIGURE 37 - IMAGES DE LA CENDRE DE BALLES DE RIZ – ½ MM/PIXEL.....	62
FIGURE 38 - POURCENTAGE DES TAILLES DE PARTICULES DE CENDRE DE BALLES DE RIZ	63
FIGURE 39 - PYCNOMETRE A GAZ.....	64
FIGURE 40 - GRANULOMETRIE DE LA CHAUX.....	65
FIGURE 41 - CIMENT PORTLAND - COMPOSITION DÉCLARÉE	66
FIGURE 42 - CIMENT PORTLAND - COMPOSITION CHIMIQUE.....	66
FIGURE 43 - GRANULOMETRIE DU CIMENT PORTLAND.....	67
FIGURE 44 - GRANULOMETRIE DES FILLERS CALCAIRES	68
FIGURE 45 - GRANULOMETRIE DES CENDRES VOLANTES DE CENTRALES THERMIQUES.....	70
FIGURE 46 - DISTRIBUTION DE TAILLE DES PARTICULES DE CENDRES VOLANTE DE CENTRALES THERMIQUES (EN VOLUME).....	70
FIGURE 47 - POURCENTAGE DES TAILLES DE PARTICULES DE CENDRES VOLANTES DE CENTRALES THERMIQUES	71
FIGURE 48 - IMAGES DE LA CENDRES VOLANTES DE CENTRALES THERMIQUES – ½ MM/PIXEL.....	71
FIGURE 49 - DISTRIBUTION DE TAILLE DES PARTICULES DES DEUX CENDRES.....	72
FIGURE 50 - POURCENTAGE DES TAILLES DES PARTICULES DES DEUX CENDRES	73
FIGURE 51 - POURCENTAGE EN FORME DES PARTICULES DES DEUX CENDRES.....	73
FIGURE 52 - TABLE A SECOUSSES <i>SOURCE</i>	77
FIGURE 53 - ETALEMENT POUR LA COMPOSITION 7	78
FIGURE 54 - MALAXEUR NORMALISE	78
FIGURE 55 - MOULES POUR BARRETTES.....	79
FIGURE 56 - TABLE A SECOUSSES.....	79

FIGURE 57 - DISPOSITIF POUR L'ESSAI DE RESISTANCE A LA FLEXION.....	80
FIGURE 58 - DISPOSITIF POUR LA RUPTURE EN COMPRESSION.....	81
FIGURE 59 - ESSAI DE COMPRESSION EN LABORATOIRE	81
FIGURE 60 - RESISTANCE EN FLEXION APRES 7 JOURS.....	83
FIGURE 61 – RESISTANCE EN COMPRESSION APRES 7 JOURS	84
FIGURE 62 - RESISTANCE EN FLEXION APRES 28 JOURS	85
FIGURE 63 - RESISTANCE EN COMPRESSION APRES 28 JOURS	86
FIGURE 64 – BARRETTE APRES FLEXION DES ECHANTILLONS N°1 - SEGREGATION	87
FIGURE 65 - RESISTANCE EN FLEXION DES DIFFERENTES COMPOSITIONS EN FONCTION DE LEUR AGE	88
FIGURE 66 - RESISTANCE EN COMPRESSION DES DIFFERENTES COMPOSITIONS EN FONCTION DE LEUR AGE	89

TABLE DES TABLEAUX

TABLEAU 1 - PRINCIPAUX OXYDE FORMANT LA BASE DE LA COMPOSITION DU CLINKER	20
TABLEAU 2 - APERÇU DES COMPOSANTS MINÉRALOGIQUES DU CLINKER	21
TABLEAU 3 - POURCENTAGE DES COMPOSITIONS DES POZZOLANES	26
TABLEAU 4 - PRODUCTION MONDIALE DU RIZ.....	33
TABLEAU 5 - SURFACE SPECIFIQUE ET QUANTITE DE CARBONE PRESENTE DANS DES ECHANTILLONS DE CENDRES DE BALLES DE RIZ OBTENUS SOUS DIFFERENTES CONDITIONS	37
TABLEAU 6 - SURFACES SPECIFIQUES APRES DIFFERENTS TEMPS DE BROYAGE.....	37
TABLEAU 7 - TENEUR EN EAU - RESULTATS.....	47
TABLEAU 8 - PERTE AU FEU - RESULTATS.....	48
TABLEAU 9 - RESULTATS OBTENUS DE L'ESSAI CHAPELLE.....	51
TABLEAU 10 - RESULTATS OBTENUS DE L'ESSAI DE LUXAN.....	52
TABLEAU 11 - PYCNOMETRE - RESULTATS.....	57
TABLEAU 12 - CONDITIONS DE L'ESSAI DE BLAINE	60
TABLEAU 13 - GRANULOMETRIE DU SABLE NORMALISE CEN	68
TABLEAU 14 - COMPOSITION CHIMIQUE DE LA CENDRE DE CENTRALES THERMIQUES.....	69
TABLEAU 15 - RECAPITULATIF DES SURFACES SPECIFIQUES.....	75
TABLEAU 16 - COURBES GRANULOMETRIQUES DES MATERIAUX.....	75
TABLEAU 17 - COMPOSITIONS DES MORTIERS	76
TABLEAU 18 - TEST DE CONSISTANCE DES MORTIERS - RESULTATS	77
TABLEAU 19 - OPERATIONS DE MALAXAGE DU MORTIER	79
TABLEAU 20 - ESSAI DE FLEXION EN LABORATOIRE	80
TABLEAU 21 - RESULTATS ESSAI DE FLEXION - 7 JOURS.....	82
TABLEAU 22 - RESULTATS ESSAI DE COMPRESSION - 7 JOURS.....	83
TABLEAU 23 - RESULTATS ESSAI DE FLEXION - 28 JOURS	85
TABLEAU 24 - RESULTATS ESSAI DE COMPRESSION - 28 JOURS.....	86

1 Introduction

Le développement du monde dans tous les secteurs et toutes les révolutions industrielles a eu différents impacts. D'une part, l'utilisation de ressources renouvelables ou non et d'autre part l'encouragement des populations à consommer sans demi mesure. Au fil des années, les conséquences négatives des déchets entraînés par ces comportements se sont fait ressentir et la recherche de solutions efficaces et innovantes s'est manifestée pour devenir un défi pour l'avenir. Il est urgent de trouver des alternatives pour la planète afin de protéger les équilibres climatiques et environnementaux déjà sérieusement touchés.

Actuellement, les hommes produisent plus de 10 millions de déchets par jour sans compter ceux des secteurs de la construction et de l'agriculture. Cela signifie que chaque année il s'agit d'une production de 4 milliards de tonnes. Un européen produit annuellement 600kg de déchets alors qu'un américain atteint 700kg. De manière nettement moindre, un africain n'en produit que 150kg. (REME, 2011)

Suite à différentes études, il est clair que les quantités de déchets ne cessent de croître avec le temps et ce, à cause du mode de consommation des habitants vivant sur Terre, ne cessant de devenir de plus en plus riches et étant attirés par les nouveaux produits. Indéniablement, cela fait d'eux des consommateurs et producteurs de déchets. En définitive, la gestion des déchets fait partie des grands challenges des années à venir pour le génie urbain. Il ne suffira plus de se débarrasser du déchet mais de lui trouver une autre utilisation afin d'en obtenir une valeur ajoutée et utilitaire. Cela est extrêmement important à l'heure où les matières premières et les ressources naturelles commencent à s'épuiser de façon irréversible. La grande solution au problème du déchet est donc de dégager une valorisation du déchet.

Si l'on en croit les statistiques, la quantité mondiale de déchets doublera d'ici 2030 et cette hausse émanera principalement des pays du Sud connaissant de faibles revenus et une croissance urbaine importante.

Actuellement, la gestion des déchets solides municipaux est plutôt bien menée par les pays développés et connaît de gros problèmes en Afrique. Cela s'explique principalement par l'augmentation effrénée de la population urbaine et une gestion qui a beaucoup de mal à s'établir suite à cela. La gestion des déchets solides est un problème qui a connu beaucoup d'échecs par le passé lorsque des mesures trouvées ont essayées d'être mise en place. Selon un rapport établi par la Banque Mondiale en juin 2012, l'Afrique ne produirait que 5% de la quantité totale des déchets mais elle posséderait le pire système de gestion de déchets solides dans le monde. Cela signifie que les 200 millions de tonnes de déchets générés par l'Afrique annuellement, sont le plus souvent déversés dans la nature ou brûlés. (REME 2011)

Outre les déchets industriels, les déchets organiques sont également en constante croissance. Ils représentent l'ensemble des résidus ou sous-produits générés par l'agriculture, les industries agroalimentaires ou les collectivités. Ils sont constitués de matière organique non synthétique caractérisé par la présence d'atomes de carbone issus d'organismes vivants végétaux ou animaux. Autrement dit, les déchets organiques désignent l'ensemble des déchets fermentescibles et comprennent :

- Des produits issus de la viande, du poisson et du lait

- Des produits végétaux issus de la filière avicoles et vinicoles et de la transformation des fruits et légumes, céréales et oléagineux
- Des déchets de matières premières végétales ou animales, des chutes de produits élaborés ou des produits déclassés
- Des boues issues de traitements des effluents.

Ces déchets, de natures et d'origines diverses, ont la particularité d'être riches en matière organique et peuvent retrouver une place dans le cycle de la matière. (REME, 2011)

En terme de proportion, les déchets organiques en Afrique représentent 57% de la quantité totale des déchets. (Hoornweg D. *et al*, 2012)

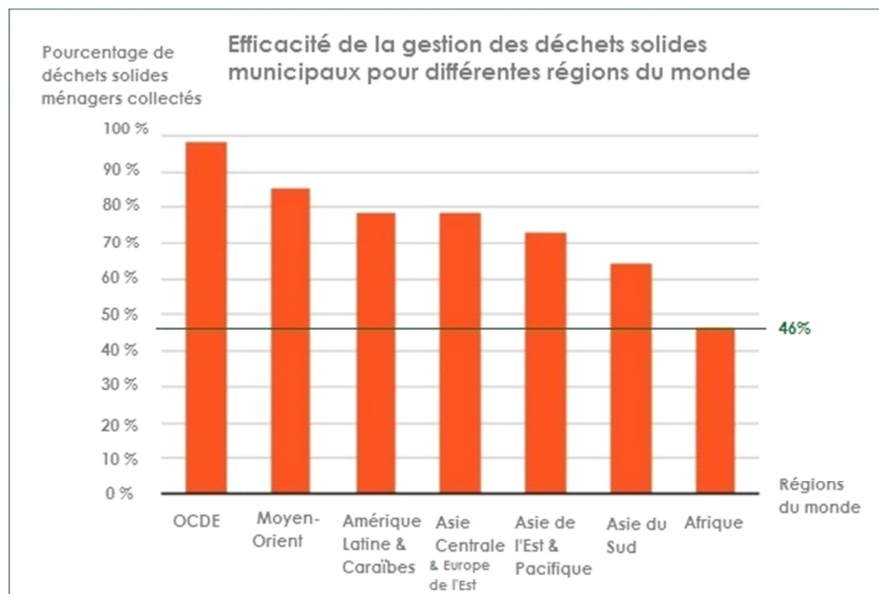


Figure 1 - Efficacité des systèmes de gestion des déchets municipaux dans le monde

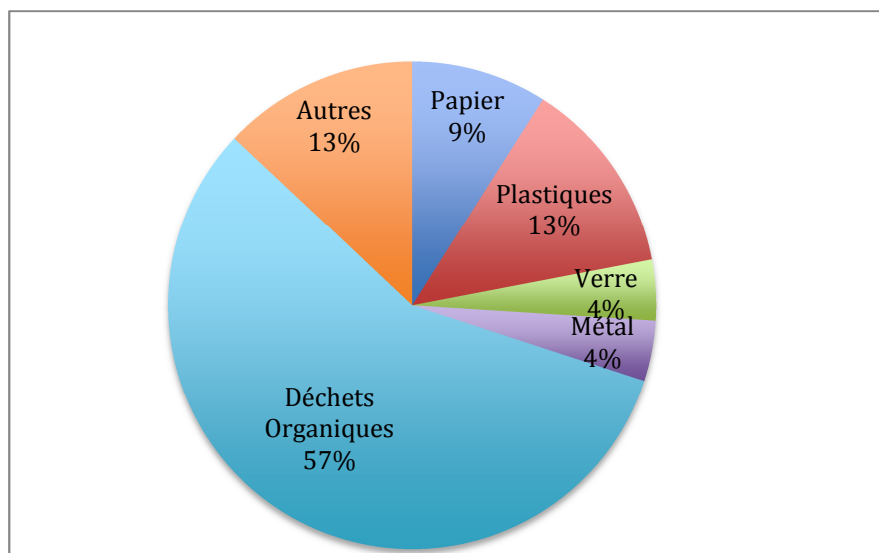


Figure 2 - Composition des déchets solides en Afrique

Parmi les déchets organiques à Madagascar, ceux issus de l'agriculture représentent une proportion de 69%, soit la majorité du volume produit annuellement. Les déchets proviennent essentiellement des cultures de maniocs, de maïs, d'arachides et surtout du riz.

La culture du riz est la culture la plus répandue et la plus importante de Madagascar. Dans plus de 75% des communes malgaches, le riz est la principale culture en terme d'occupation de la superficie cultivée en 2011. La carte de la figure 3 expose que la répartition spatiale de l'importance de la culture du riz dans les différentes communes. Que ce soit dans les Hautes Terres, dans les régions du Moyen-Ouest et Moyen-Est, le riz est la principale culture s'établissant sur les terres agricoles du pays. (Dabat M.H. *et al*, 2000)

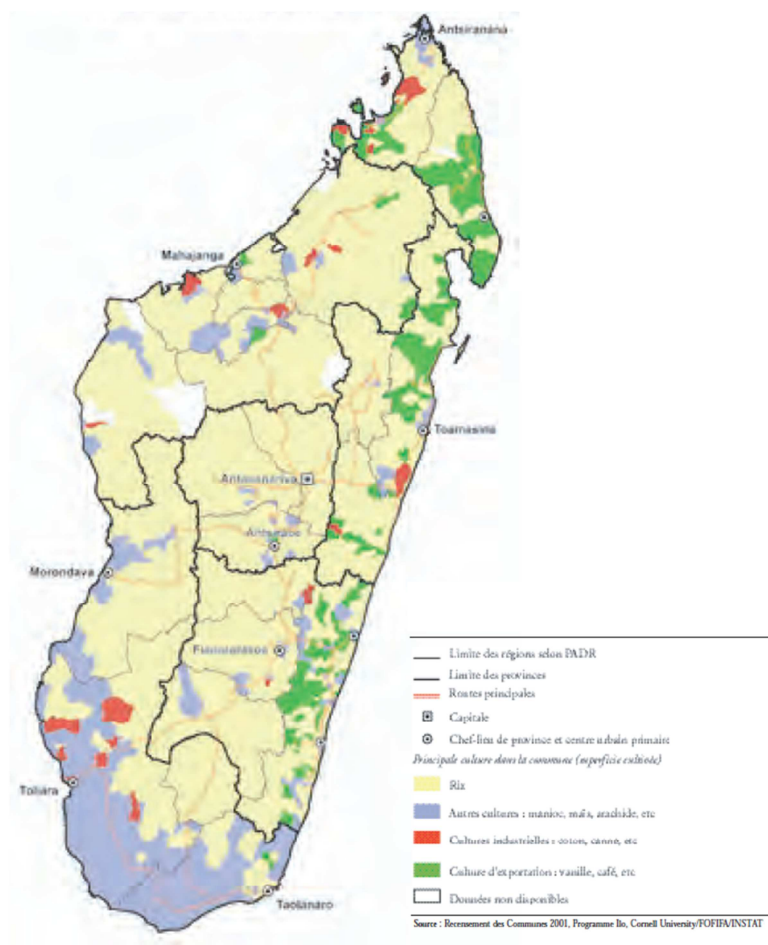


Figure 3 - Importance des cultures à Madagascar

Le secteur agricole de Madagascar a produit 4,54 millions de tonnes de riz lors de l'année 2011. L'exploitation de cette culture génère des déchets d'environ 30-40% du poids initial. Une grosse part est vendue dans le commerce sous forme de sous-produits (farine, brisures) et le reste constitué de balles de riz est brûlé, à perte. Autrement dit, il s'agit d'un rejet de 1,14 millions de tonnes de balles de riz qui est brûlé et réduit en cendres afin de n'avoir plus que 1/5 du volume occupé par ce déchet végétal. Cette matière est cependant recyclable et permet d'être une source d'énergie. Pour exemple, une demi tonne de balles de riz représente l'énergie apportée par un baril de pétrole. La balle de riz peut, par exemple, trouver différentes utilisations (Onibokun A.G., 2001) :

- Litière pour les animaux
- Substrat pour les cultures agricoles après qu'elle soit passée par un processus de carbonisation
- Fabrication de briques ou de panneaux isolants
- Absorption d'hydrocarbures en cas d'accident
- Production d'énergie

Une autre filière d'utilisation de la balle de riz qui s'est déjà faite connaître est celle d'intégrer ses cendres dans les mortiers ou les bétons. La balle de riz ainsi ses cendres ont été utilisées dans les mortiers et les bétons depuis environ une septantaine d'années. Habituellement, elle a été utilisée en tant que matériau léger ou encore pour ses qualités d'isolation. Après les années soixante, la cendre de balle de riz a été prise pour être incorporée dans les ciments ou les mortiers afin de profiter de ses qualités pouzzolaniques intéressantes. Cette découverte émane de recherches, de travaux et autres expérimentations dans le domaine.

La balle de riz est un déchet obtenu suite au décorticage du riz brut également appelé le paddy. Si on la calcine à une température bien définie, la balle est alors transformée en une cendre possédant une haute teneur en silice amorphe réactive, pouvant ainsi être utilisée comme pouzzolane en complément aux liants classiques, c'est-à-dire de la chaux ou un ciment de type Portland. Tout particulièrement dans les pays en voie de développement, ce genre de mélange entre la cendre de balles de riz avec un liant peut être une solution avantageuse afin de réduire le coût de la construction à base de ciment exclusivement.

L'objet de ce présent travail se penche donc sur la valorisation des cendres de balles de riz pour la production de matériaux pouzzolaniques à Madagascar. L'étude a été réalisée en partenariat avec l'ONG « Ingénieurs sans Frontières » dans le cadre d'une recherche établie pour le contexte de Madagascar. Il fait suite à un voyage réalisé durant deux mois entre le 14 février et le 12 avril 2013.

Ce travail de fin d'études se présente sous différents chapitres. La première partie s'intéressera aux liants au niveau de leur composition et des différentes réactions qui leurs permettent de se mettre en œuvre. La seconde partie sera quant à elle dédiée à la phase expérimentale de la recherche. Elle exposera la cendre de balles de riz, les différents matériaux, les propriétés physiques de ces matériaux et également les propriétés obtenues des mélanges réalisés en laboratoire. Enfin, la dernière partie sera consacrée à l'analyse et la discussion faisant suite à la phase expérimentale. Les résultats obtenus seront interprétés et différentes conclusions pourront être retirées.

La phase expérimentale de cette étude s'est réalisée d'une part à Madagascar, dans la région des Hautes Terres, aux alentours de la ville de Fianarantsoa et d'autre part, au sein de l'Université de Liège afin de profiter d'outils adéquats en laboratoire. Ce pays a été choisi suite à l'observation du problème que rencontrait la population avec le déchet obtenu suite au décorticage du riz. Aucune filière n'a réellement été développée pour réutiliser ce déchet et ainsi le revaloriser à des fins bénéfiques et intéressantes.



Figure 4 - Situation de Fianarantsoa (Madagascar)

Le sujet d'incorporer la cendre de balles de riz dans les liants a déjà été étudié durant les dernières décennies. De plus, un accent intéressant a été mis sur les recherches à ce sujet, et cela a mené à l'utilisation de la cendre pour augmenter les performances des bétons ou encore à la recherche scientifique sur la réaction pouzzolanique de la cendre avec de l'hydroxyde de calcium.

Ces différentes réflexions mènent à l'exposition de l'état de la situation suivante :

- Suite aux précédentes recherches, il reste encore certaines interrogations quant à la connaissance des propriétés des matériaux constitués de la cendre de balle de riz ainsi que sur les performances mécaniques qu'un tel matériau peut offrir à la construction. Ces informations sont très importantes pour le projet si l'on désire dans le futur développer et produire en quantité ce matériau.
- Bien que des recherches aient déjà été entreprises, aucune utilisation n'a été adoptée par la population locale en vue de construire leurs habitations au moyen de ce matériau.

1.1 Objectifs

En accord avec l'état de la question, différents objectifs ont été fixés pour ce travail :

- 1) La compréhension des effets pouzzolaniques de la cendre de balles de riz tant au niveau physique, minéralogique et au niveau de la microstructure pour constituer des mortiers.
- 2) La caractérisation de la cendre de balle de riz issue de l'agriculture à Madagascar ainsi que les autres matériaux utilisés dans la phase expérimentale
- 3) Mettre en œuvre différents mortiers intégrant la balle de riz afin d'étudier ses caractéristiques mécaniques et d'en tirer certaines conclusions sur leur compositions.

1.2 Méthodologie

La méthodologie suivie pour atteindre les objectifs fixés précédemment se constitue de 3 parties. La première est une recherche bibliographique à propos du sujet faite dans la littérature au sein de l'Université de Liège et dans des livres obtenus dans différentes universités ainsi qu'essentiellement dans les articles scientifiques Elsevier & Pergamon disponibles sur internet.

La seconde partie est quant à elle dédiée à la caractérisation des matériaux malgaches utilisés, les propriétés physiques de ces matériaux et enfin, les propriétés des compositions réalisées. Cette partie se compose de deux volets : le premier se penche de manière plus détaillée sur les propriétés de la cendre de balles de riz. Le second volet traite de la caractérisation des différents matériaux malgaches sur lesquels s'est basée l'étude. Pour chacun d'eux, différentes propriétés intéressantes seront développées pour permettre l'analyse.

Dans la troisième partie, il s'agira du programme expérimental établi pour introduire la cendre de balles de riz dans les bétons et les mortiers. L'influence de l'utilisation de la cendre de balles de riz dans les mélanges ciment, chaux et ciment/chaux sera testée. En effet, différents paramètres varieront comme la composition ou encore l'âge du mortier. Durant la recherche, la consistance des mélanges sera testée ainsi que la résistance en flexion et en compression.

La littérature consultée pour ce travail a permis de poser des connaissances sur lesquelles se baser par la suite pour traiter les liants à base de ciment mais également de la cendre de balles de riz. En partant de cet acquis, des recherches pertinentes et des expérimentations en laboratoire ont pu être traitées pour la réalisation de cette étude. Les informations bibliographiques ont également servi à comparer, en guise de vérification, les résultats obtenus dans la phase expérimentale.

1.3 Contraintes de l'étude

Durant l'élaboration de l'étude, certains choix ont dû être faits et des décisions ont dû être prises, ce qui a posé plusieurs contraintes sur la manière dont la recherche allait être poursuivie. A cause d'un temps limité, seulement certains aspects de la cendre de balles de riz ont pu être étudiés. Certaines choses ont été déduites des données fournies par la littérature existante.

Dans un premier temps, étant donné la mauvaise situation économique de Madagascar, il a été demandé pour ce travail d'utiliser la cendre de balles de riz en essayant que le coût soit moindre pour la population locale. Intégrer la balle de riz dans la construction malgache permettrait de leur offrir une nouvelle filière d'exploitation et d'obtenir un matériau plus économique que ceux utilisés actuellement.

Ensuite, il est clair que la durabilité dans les régions du Sud pose beaucoup de questions et de problèmes. L'effet de la cendre de la balle de riz sur la durabilité des maisons et la durabilité des mortiers peut être étudié de différentes façons. Une manière simple est de faire une série de configurations en faisant varier les paramètres comme les compositions, les méthodes d'application, la base sur laquelle on applique le mortier, etc. On regarde ensuite la compatibilité des matériaux avec le temps et on examine ce qu'il se passe avec le temps. De cette manière, un autre paramètre important doit être pris en compte dans l'analyse : l'environnement. Dans le cas de cette étude, pour un problème de temps et de moyens, la durabilité ne sera pas abordée.

Enfin, une contrainte rencontrée et posée par Ingénieurs sans Frontières est que le matériau mis en œuvre ne peut utiliser que des matériaux locaux. Dans la limite du possible, cela a été essayé d'être respecté. En effet, étant donné que la phase scientifique a été réalisée en Belgique, il n'a pas été possible de ramener de Madagascar tous les matériaux disponibles à l'élaboration des mortiers étudiés. Quand cela n'a pas été faisable, un matériau a été choisi de façon à ce qu'il se rapproche au mieux du matériau local afin que le travail prenne son sens au niveau du développement local. Il en a été fait de même au niveau des conditions existantes sur le terrain, tout a été fait en laboratoire pour qu'on approche au mieux la réalité sur le terrain.

2 Les liants

Les liants minéraux peuvent être classifiés en deux catégories : les liants hydrauliques et les liants aériens. La différence se situe au niveau de la manière dont ils durcissent. Les liants hydrauliques (ciment Portland, chaux hydraulique, laitiers, ciments spéciaux, etc.) durcissent grâce à la réaction qu'ils développent avec l'eau. Les liants aériens (chaux aérienne, gypse, plâtre, argile, etc.) ont besoin de CO_2 pour durcir par carbonatation. Cette réaction a lieu entre la chaux hydratée $\text{Ca}(\text{OH})_2$ et le CO_2 . Les liants hydrauliques, en plus de l'hydratation, peuvent également subir une carbonatation durant leur vie. En effet, une certaine quantité d'hydroxyde de calcium peut être présente dès le début ou alors se former durant la réaction d'hydratation.

Les liants peuvent être utilisés pour couvrir ou liasonner les briques, les blocs, les pierres ou encore pour constituer les bétons. Les liants sont rarement utilisés seuls, ils sont généralement mélangés avec des matériaux inertes comme des agglomérats ou des fillers comme par exemple, le sable qui permet d'obtenir un sous produit appelé mortier. Si on ajoute à ce mortier des granulats, on obtiendra du béton. Ces matériaux inertes sont liés les uns aux autres par une pâte de ciment qui permet de remplir les pores entre chacun d'eux. Il est bien entendu très clair que le choix du sable ou encore du granulats aura une grande influence sur les propriétés du matériau obtenu comme la résistance mécanique, la microstructure, la porosité, etc.

Dans la suite des sections, seulement le ciment Portland et la chaux seront mélangés à la cendre de balles de riz car ce sont les seuls liants qui permettent d'y être associé.

2.1 La Chaux

Parmi la chaux, deux types peuvent être spécifiés : la chaux hydraulique et la chaux aérienne. La différence se fait remarquer au niveau du processus de production et est déterminée par le matériau brut utilisé. La chaux aérienne est obtenue par la calcination de calcaire naturel ou de coquillages, contenant une forte proportion de carbonate de calcium CaCO_3 . La chaux hydraulique est quant à elle produite à partir de calcaire impur, contenant des composés argileux ou organiques ; ou des mélanges de calcaire et d'argile. Durant la calcination, la clinkerisation, résultant des composés hydrauliques, apparaîtra. La composition de la chaux hydraulique se situe entre ceux de la chaux aérienne et ceux d'un ciment Portland. (Courard,

Dans cette étude, seul la chaux hydraulique sera traitée dans la phase expérimentale. Il faut donc noter que lorsque l'on parlera de chaux dans ce rapport, il faudra sous entendre qu'il s'agit de chaux hydraulique.

2.1.1 Production de chaux

Le processus de calcination est réalisé dans des fours rotatifs. Durant cette phase, le dioxyde de carbone CO_2 est débarrassé du CaCO_3 à une température approchant approximativement 900°C , laissant derrière presque que de la chaux ou oxyde de calcium CaO . A cette température, la décomposition est très lente. En augmentant la température, la réaction augmentera mais d'un autre côté la qualité quant à elle diminuera. Si le matériau brut utilisé pour la production est riche en hydroxyde de calcium $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (aux alentours de 95%), on

obtiendra de la chaux grasse. Si par contre, il s'agit d'un matériau pauvre en Ca(OH)_2 , on sera en présence d'une chaux maigre. (Lea F. M., 1998)

Après la calcination, la chaux produite doit être éteinte avant de pouvoir être utilisée comme liant. Cela signifie qu'on additionne à la chaux une certaine quantité d'eau pour transformer le CaO en chaux hydratée Ca(OH)_2 . Quand l'extinction a lieu, il faut tenir compte qu'une partie de l'eau est perdue du à l'évaporation pendant la réaction exothermique. En fonction de la quantité d'eau ajoutée, la chaux éteinte aura l'aspect d'une pâte (chaux éteinte) ou d'une poudre (chaux hydratée). (Van Balen K., 2005)

En plus du dégagement de chaleur, la réaction est également caractérisée par une augmentation de poids et de volume. Il est bien évident que cela dépend de la quantité d'eau ajoutée lors de l'extinction de la chaux, faisant une différence entre hydratation et extinction. Si l'extinction n'est pas réalisée correctement, il se peut que des grains de CaO demeurent dans la pâte ou la poudre de chaux, provoquant par la suite un mortier peu solide. (Van Balen K., 2005)

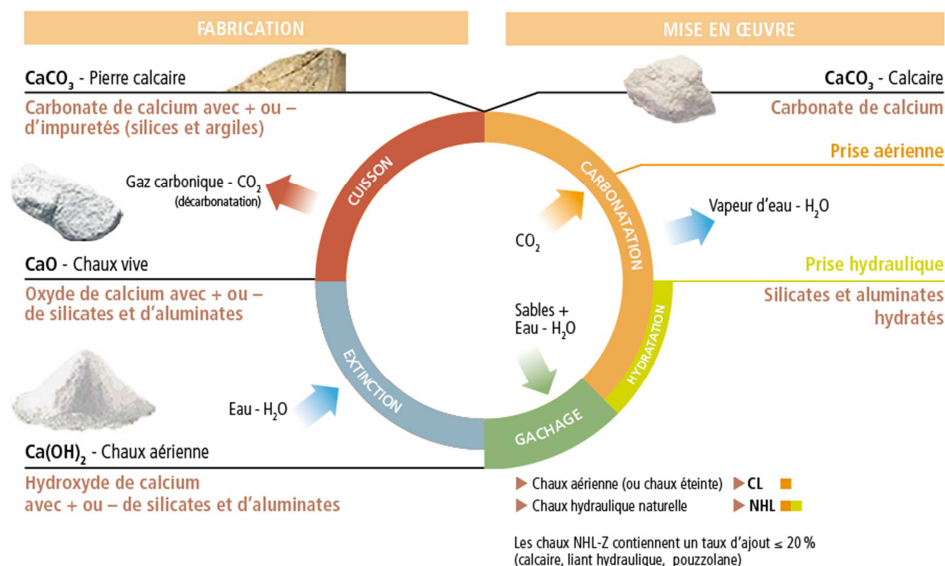


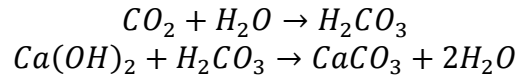
Figure 5 – Production de la Chaux

source : <http://www.parexlanko.com/parexlanko.php?page=accueil>

2.1.2 Prise et durcissement

Avant que la prise du mortier ne puisse se faire, il faut qu'une partie de l'eau s'évapore. Cela est accompagné par des forces de capillarité, compactant le mortier et en le rendant de plus en plus rigide. Cette phase se développe sans de grandes contraintes dans le matériau. A terme, la liaison chimique se déroule quand le dioxyde de carbone CO_2 est capable de pénétrer le mortier, se dissout dans l'eau et atteint le Ca(OH)_2 . Ce processus chimique porte le nom de carbonatation.

Pendant cette carbonatation, le CO_2 de l'air se dissoudra dans les pores remplis d'eau restant et réagira avec le Ca(OH)_2 pour ainsi former du CaCO_3 . Cette réaction peut être séparée en deux étapes. Dans la première, le dioxyde de carbone dissous se converti en acide carbonique. Durant la seconde, la chaux hydratée et l'acide carbone réagissent ensemble pour former du carbonate de calcium et de l'eau.



Le produit résultant de la réaction de carbonatation est sous forme de cristaux de calcite CaCO_3 . Grâce au fait que ces cristaux s'entremêlent, le mortier devient dur et rigide. (Van Balen K., 2005)

La vitesse de carbonatation est principalement déterminée par la microstructure et la porosité qui dépend de proportion de sable et d'eau par rapport à la chaux. Cette vitesse dépend également de la quantité d'eau présente dans les pores. Cette eau doit s'évaporer, comme expliqué précédemment, car la diffusion du CO_2 dans l'eau est d'environ 10.000 fois plus lente que dans l'air. Un excès d'eau dans les pores peut donc prévenir l'apparition de carbonatation. Cependant, l'eau des pores est très importante pour la réaction car elle doit dissoudre le CO_2 et le Ca(OH)_2 . Durant la carbonatation, les pores dont l'eau s'est évaporée se remplissent à nouveau avec l'eau libérée de la réaction. La vitesse de la carbonatation éventuelle, se règle sur une forme d'équilibre, qui varie en fonction du temps et qui dépend de la vitesse d'évaporation de l'eau et de la production d'eau due à la carbonatation.

En plus de la quantité des pores remplis d'eau, la quantité de chaux ajoutée au mélange est déterminante pour la vitesse de carbonatation. La quantité de chaux nécessaire pour lier le sable, dépend de la porosité de la structure du sable. Si beaucoup trop de chaux est ajoutée, le mortier sera presque imperméable, ce qui ralentira la carbonatation et donc le durcissement. D'un autre côté, une trop faible quantité de chaux impliquera une porosité plus importante, favorisant la carbonatation mais donnant un mortier de faible résistance. Généralement, on utilise un rapport en volume de sable/chaux de 2,5 à 3 afin de permettre le remplissage des pores du squelette formé par le sable. Il est à noter que la surface spécifique ainsi que la taille moyenne des particules de chaux sont également des paramètres importants influençant la vitesse de carbonatation. (Van Gemert *et al.*, 2009)

La réaction de carbonatation, se faisant de la couche extérieure vers l'intérieur du mortier, engendre une modification de la microstructure et forme une structure plus dense. Ce changement entrave la progression du CO_2 à l'intérieur du mortier, ce qui rend le processus de carbonatation lent.

On peut facilement mettre en évidence le phénomène de carbonatation au moyen d'un indicateur pH. En effet, le caractère alcalin de l'hydroxyde de calcium est perdu lorsqu'il réagit avec le dioxyde de carbone pour former du carbonate de calcium. Dans ce cas, pour de la phénolphthaléine, le pH passe d'une valeur de 12,5 à 7-8 qui est la fourchette du point d'équivalence pour cet indicateur. (Lea F. M., 1970)

2.2 Le Ciment Portland

Le ciment Portland est un liant hydraulique, obtenu en mélangeant des matériaux calcaireux et argileux. Généralement, les matériaux bruts utilisés sont la chaux ou la craie et l'argile ou l'ardoise. La marne ou le schiste peuvent également être choisis car ils contiennent tous les deux des composés argileux et calcaireux, ou d'autres silices, alumines et oxydes de fer. Ce mélange est cuit dans un four à une température comprise entre 1300 et 1500 °C pour former par la suite un constituant appelé clinker. Le clinker est ensuite moulu et offre au ciment sa capacité de liant hydraulique. (Lea F. M., 1998)

2.2.1 Production de ciment

Le ciment est produit suite au concassage et au broyage de mélanges de matériaux bruts, cuits auparavant dans des fours rotatifs à des températures données. Lorsque l'on considère la production de ciment, on peut considérer deux filières : la voie humide et la voie sèche. Durant la production par voie humide, le mélange alimente les fours rotatifs où les différentes phases de calcination ont lieu. Pendant la production par voie sèche, le séchage, le réchauffage et la décarbonatation de la pâte ont lieu à l'extérieur des fours rotatifs utilisant les gaz émergents. La poudre résultant est obtenue suite au passage dans les fours. Entre ces deux filières, il existe le procédé de production semi-humide dans lequel de l'eau est ajoutée à la poudre juste avant de l'introduire dans le four. La clinkérisation prend place au point le plus chaud atteint dans le four, c'est -à-dire à 1400-1450°C. (Lea F.M., 1998)

Pendant le procédé, l'oxyde de calcium (CaO , C) en provenance des matériaux calcaireux, réagissent avec l'oxyde d'aluminium (Al_2O_3 , A), la silice (SiO_2 , S) et l'oxyde ferrique (Fe_2O_3 , F) présents dans les composés argileux. Les composés hydrauliques obtenus durant la réaction sont des silicates bicalciques (C_2S), des silicates tricalciques (C_3S), des aluminates tricalciques (C_3S) et des alumino-ferrites tetracalciques (C_4AF). Chacun de leur état minéralogique dépend de la température de calcination, du temps de cuisson et de la vitesse de refroidissement du procédé. Des ciments Portland composés peuvent être obtenus en ajoutant au mélange d'autres constituants (laitier de haut fourneau, pouzzolane naturelle, cendres volantes, fillers calcaires, etc.). (Lea F.M., 1970)

Après que le clinker soit éteint par l'air, il est broyé jusqu'à ce qu'on atteigne la finesse des particules souhaitée. Plus le ciment Portland est fin, plus vite il durcira, mais le temps de prise restera le même. Lors du broyage, certains additifs peuvent être inclus dans la composition (par exemple, du laitier de haut fourneau, des entraîneurs d'air, des pouzzolanes). Si le ciment n'est pas éteint, le C_3S se décomposera et cela diminuera par la suite les performances du ciment.

2.2.2 Composition

Afin d'obtenir un clinker Portland, les matériaux bruts doivent être mélangés selon certaines proportions. Plusieurs formules empiriques existent pour déterminer ces proportions. Dans la formule de « Lea and Parker », la quantité de chaux est limitée par la quantité des autres oxydes :

$$\text{CaO} \leq 2,80 * S + 1,18 * A + 0,65 * F$$

Il est recommandé que la partie gauche de l'équation soit inférieure ou égale à 1 afin de s'assurer que le clinker contienne suffisamment de CaO. La composition chimique du clinker est donnée dans le tableau 1.

$$\frac{CaO}{2,80 * S + 1,18 * A + 0,65 * F} \leq 1$$

	Formule complète	Dénomination courante	Rapport pondéral en %	Matières premières pour la calcination	
Oxydes primaires	CaO	Chaux	62 à 68	Calcaire tendre ou dur (CaCO ₃)	Calcaire dur, schiste calcaire, marne calcaire
	SiO ₂	Oxyde de silicium	19 à 25	Schiste, argile, cendres volantes	
	Al ₂ O ₃	Oxyde d'aluminium	2 à 9	Présent dans les matières susmentionnées et complété de minéraux et produits auxiliaires contenant du fer et de l'aluminium	
Oxydes secondaires	Fe ₂ O ₃	Oxyde de fer	1 à 5		
	MgO	Oxyde de magnésium	0 à 2	Impuretés dans les matières susmentionnées	
	K ₂ O+Na ₂ O	Oxydes alcalins	0,5 à 1,5		

Tableau 1 - Principaux oxyde formant la base de la composition du clinker (Technologie du béton, 2006)

Pendant la phase de calcination, les oxydes primaires et certains oxydes secondaires (Al₂O₃ et Fe₂O₃) réagissent pour former les composés hydrauliques susmentionnés. Les oxydes secondaires demeurant restent quant à eux libres. (Lea F.M., 1998)

Ce sont Le Chatelier et Törnebohm qui ont découvert que les composés hydrauliques apparaissent sous quatre formes de cristaux. Ceux-ci sont l'alite, la bélite, la célite ou la félite. Il a été remarqué que la alite se présentait essentiellement sous forme de C₃S avec une petite quantité d'aluminates comme impuretés. La bélite et la félite correspondent à des β-C₂S et la célite à des C₄AF. Tous les composés hydrauliques, les oxydes secondaires restant et les limites de leurs proportions dans la composition du clinker Portland sont exposés dans le tableau 2. (Lea F.M., 1998)

A cause de la phase d'étouffement du clinker durant l'étape de production, les phases de transformation ne sont pas totalement complètes. En effet, en plus des 4 formes de cristaux, il existe une phase amorphe. La littérature précise que cet état vitreux est présent dans le clinker commercialisé à raison de 2 à 12%.

Le C_3S , le composé qui représente en grande partie la masse du clinker, est responsable du développement de la résistance au jeune âge du mortier ou du béton (jusqu'à 28 jours). A un âge situé entre 28 jours et 6 mois, c'est le C_2S qui apporte de la résistance. Le C_3A et le C_4AF accélèrent l'hydratation du C_3S et contribuent un peu à la résistance également. (Lea F.M., 1998)

	Formule complète	Formule abrégée	Dénomination ordinaire	Rapport pondéral en %	Influence sur la résistance
Composants principaux	$3CaO.SiO_2$ Alite	C_3S	Silicate tricalcique	40 à 75	Grande résistance initiale et finale
	$2CaO.SiO_2$ Belite	C_2S	Silicate dicalcique	10 à 35	Grande résistance finale
Composants secondaires	$3CaO.Al_2O_3$ Celite	C_3A	Aluminate tricalcique	0 à 15	Peu d'influence sur la résistance, bien sur la prise
	$4CaO.Al_2O_3.Fe_2O_3$	C_4AF	Alumino-ferrite tétracalcique	1 à 20	N'a pratiquement pas d'influence sur la résistance
Non liés	MgO	M	Oxyde de magnésium	< 5	Pas d'influence sur la résistance mais danger d'expansion
	CaO	C	Caux libre	< 3	

Tableau 2 - Aperçu des composants minéralogiques du clinker (Groupement belge du béton, 2006)

La quantité de d'oxyde de magnésium (M) et d'oxyde de calcium (C) doit être aussi faible que possible et ne peuvent jamais excéder les valeur du tableau ci-dessus. MgO a un intérêt positif sur le processus de production, facilitant les combinaisons et permettant une clinkérisation plus facile. Cependant, une trop grande proportion de MgO et CaO donnera un ciment faible en qualité.

2.2.3 Hydratation, prise et durcissement

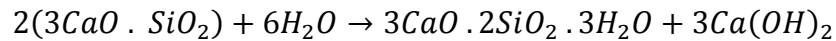
L'hydratation, la prise et le durcissement du ciment Portland ont lieu lorsqu'il est mélangé avec de l'eau. Les quatre composés principaux, qui sont anhydres, sont tous attaqués et décomposés par l'eau formant par la suite des composés hydrauliques. Le taux de cette réaction dépend de l'état physique (la finesse du ciment) et de la nature chimique des composants du ciment.

Avant d'aborder les sujets de la prise et du durcissement, nous allons nous intéresser à la réaction que subissent les différents composants avec l'eau ainsi qu'à la nature et aux propriétés de leurs produits dus à l'hydratation.

2.2.3.1 Hydratation des composants du ciment

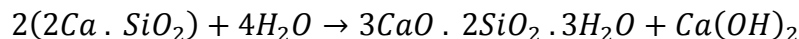
Quand les silicates dicalciques et tricalciques (C_2S et C_3S) réagissent avec l'eau, il y a formation de silicates de calcium hydratés (C-S-H) et d'hydroxydes de calcium. Ce nom

couvre une large gamme de compositions, tous apparaissant à un certain moment durant la réaction et variant avec le changement de l'eau : le ratio solide et la température. C_3S s'hydrate très vite lorsqu'il est mélangé avec l'eau. La chaux et la silice se mettent en solution initialement à un rapport moléculaire de 3 :1, le même que dans un composé anhydride. La concentration de la chaux augmente de manière constante alors que celle de la silice décroît rapidement. Cela peut être observé dans l'équation suivante :



En réalité, la réaction est un peu plus complexe. La phase de C-S-H aura un ratio $CaO : SiO_2$ qui n'est pas exactement de 1,5 mais qui tourne dans une fourchette de 1,4 à 1,6. (Lea F.M., 1970)

L'hydratation des C_2S produit aussi une phase de C-S-H, qui est du même type que celle produite par l'hydratation du C_3S . Elle présente tout de même quelques différences. Seul le β - C_2S est attaqué par l'eau et son hydratation n'a lieu qu'après plusieurs semaines voir quelques mois. La réaction d'hydratation du C_2S est présentée dans l'équation suivante :



Une fois encore, la vraie réaction est plus compliquée que cela et la phase de C-S-H aura un ratio $CaO : SiO_2$ compris entre 1,65 et 1,8. (Lea F.M., 1970)

La réaction de C_3A avec l'eau est très rapide et exothermique. Pendant cette réaction, les cristaux de C_4AH_{19} et C_2AH_8 commencent à se former, en à peine, quelques minutes et augmentent vite en taille et en quantité. Ils se présentent sous forme d'aiguilles, souvent rassemblés en petit groupe et rayonnant autour d'un centre qui est très souvent un noyau de célite (C_3A) déshydraté. Ces cristaux sont métastables à température ambiante et se transforment en un cristal cubique plus stable composé de C_3AH_6 . Si la température est assez haute ($50^\circ C$), par exemple du au caractère exothermique de la réaction, ce composé est directement formé. A cause de la rapidité de la réaction accompagnée d'un développement de chaleur, une petite quantité de $CaSO_4$ est ajoutée au ciment Portland, formant de fines aiguilles de $C_3A \cdot 3CaSO_4 \cdot 31H_2O$ (ettringite) autour des C_3A et retardant ainsi son hydratation. (Van Gemert *et al*, 2009)

Bien que moins rapide que celle du C_3A , la réaction du C_4AF est malgré tout vive. Pendant l'hydratation, des cristaux hexagonaux plats sont formés et sont convertis en une solution C_3AH_6 - C_3FH_6 cubique solide. L'addition de $CaSO_4$ résulte de la formation d'une solution solide de sulfo-aluminate avec un hydrate de sulfo-ferrite analogue.

2.2.3.2 Hydratation du ciment Portland

Dans la partie précédente, l'hydratation individuelle des composés a été présentée. Ici, nous allons reprendre les descriptions décrites et les entremêler afin de considérer l'hydratation du ciment comme un tout. Cette réaction peut être présentée en différentes phases qui vont être exposées dans l'ordre chronologique.

Instantanément après le mélange avec l'eau, une solution d'hydroxyde ainsi que de sulfate de calcium, potassium et sodium est formée. Cela se produit tant que le pH monte à une valeur

au-dessus de 12. Au même moment, $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ et $\text{Ca}(\text{OH})_2$ sont présents en phase solide. Cette solution solide est (super)saturée en respectant ses composés.

Le $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ est cependant rapidement consommé dans la réaction avec le C_3A (réaction immédiate) et le C_4AF (réaction rapide) pour former un haut sulfate sulfo-aluminate (quand la réaction solide $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ est (super)saturée ou un faible sulfate sulfo-aluminate ($3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{CaSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ quand la solution solide n'est pas saturée) et un sulfo-ferrite ($3\text{CaO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{CaSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$). Quand presque tous les sulfates se sont retirés de la phase solide, le haut sulfate sulfo-aluminate se convertira en une forme faible de sulfate. Cela formera des cristaux d'ettringite sous forme d'aiguilles.

Durant cette même phase d'hydratation, les produits d'hydratation initiale C_3S et $\beta\text{-C}_2\text{S}$ sont formés. $2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ est formé lentement alors que $3\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ est formé à une vitesse modérée.

Après que le $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ soit épuisé, le restant de C_3A sera hydraté pour produire du C_4AH_{19} qui sera converti, en fonction de la température, en C_3AH_6 . Le C_4AF sera, en plus du C_3AH_6 , aussi sous forme de C_3FH_6 . Ces réactions seront cependant lentes en raison de la couche de sulfo-aluminate entourant le C_3A et la couche de sulfo-aluminate et de sulfo-ferrite entourant le C_4AF .

Après quelques heures, les produits C_3S et $\beta\text{-C}_2\text{S}$ de l'hydratation initiale se transforment très lentement en une phase de silicate de calcium hydraté avec un ratio de $\text{CaO} : \text{SiO}_2$ de 1,5. Cette phase comprend une petite quantité de Al_2O_3 , Fe_2O_3 et SO_3 . Finalement, ce ratio dépend du ratio eau/ciment, de la température et de la phase qui comprend Al_2O_3 . Ce produit final, $3\text{CaO} \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, est appelé Tobermorite. De cette réaction, il y a également du $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (Portlandite) qui est libéré (0,5 de la masse du C_3S et 0,2 de la masse du C_2S). (Lea F.M., 1970)

24 heures après le début de l'hydratation, les aiguilles de sulfo-aluminate et sulfo-ferrite se transforment en une solution hexagonale plate solide de :

- $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Ca}(\text{SO}_4, (\text{OH})_2) \cdot \text{H}_2\text{O}$
- $3\text{CaO} \cdot (\text{Al}_2\text{O}_3, \text{Fe}_2\text{O}_3) \cdot \text{CaSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$
- $3\text{CaO} \cdot (\text{Al}_2\text{O}_3, \text{Fe}_2\text{O}_3) \cdot \text{Ca}(\text{SO}_4, (\text{OH})_2) \cdot \text{H}_2\text{O}$

Finalement, cela se transformera en une solution solide hexagonale plate de $3\text{CaO} \cdot (\text{Al}_2\text{O}_3, \text{Fe}_2\text{O}_3) \cdot \text{Ca}(\text{SO}_4, (\text{OH})_2, \text{SiO}_3) \cdot \text{H}_2\text{O}$ avec une possible formation d'une phase de $4\text{CaO} \cdot (\text{Al}_2\text{O}_3, \text{Fe}_2\text{O}_3) \cdot \text{H}_2\text{O}$ contenant des oxydes alumineux et ferreux ainsi que de la silice.

2.2.3.3 Prise et durcissement du ciment Portland

Durant le passage de l'hydratation à la phase finale de durcissement, deux étapes peuvent être observées. La première est accompagnée d'une perte de plasticité du mélange. Même si le mortier est remélangé avec de l'eau, la plasticité n'est pas ou alors partiellement rétablie. La seconde étape est caractérisée par la consolidation et une augmentation de la dureté couplée avec la disparition presque complète de la perméabilité à l'eau.

En accord avec Le Chatelier, les composés anhydrides du ciment passent en solution après que des produits stables de l'hydratation soient formés. Ils apparaîtront sous forme de cristaux enclavés qui précipiteront dans la solution super saturée (la prise). Le durcissement est décrit par la transformation du reste des composés hydrauliques en cristaux aboutissant à un matériau solide. (Lea F.M., 1970)

Michaelis stipule cependant que la prise est le résultat de la précipitation d'une masse gélatineuse colloïdale qui unit le reste des composés hydrauliques en une masse liée non-durcie. Le durcissement est quant à lui le résultat de la disparition de l'eau par déshydratation du gel dans la suite de la réaction. (Lea F.M., 1970)

La réalité se trouve dans la combinaison des deux théories, qui en fait représente une facette des propriétés de la prise du ciment. Le Chatelier décrit la nature cristalline du ciment alors que Michaelis met l'accent sur la grande surface spécifique des phases de C-S-H. Le liage du ciment correspond à la précipitation de la phase colloïdale alors que le durcissement correspond à la période de cristallisation. Il faut remarquer que le comportement colloïdal n'est pas le même qu'une non régularité de la structure interne. Beaucoup de gels sont en fait constitués de constituants élémentaires cristallisés.

La prise du ciment Portland est caractérisée par la formation d'une solution (super)saturée qui précipite à partir de la masse du gel des cristaux, qui sont formés autour des particules de ciment. Cette phase ralentit la formation des produits d'hydratation car l'eau ne peut seulement atteindre par diffusion les composés hydrauliques à travers la pellicule de C-S-H. A partir de ce processus, une structure plus compacte est formée. La cristallisation est caractérisée par la présence de cristallites individuelles provenant principalement de l'hydroxyde et du sulfoaluminate de calcium.

Pendant la période de durcissement, la solidité augmente rapidement. La formation de la phase de C-S-H est plus intense et est accompagnée de la liaison des cristaux s'arrangeant pour former une structure cristalline solide. La perméabilité du matériau diminue à cause de la production additionnelle des phases hydratées. Le comportement plastique est perdu et est remplacé par un comportement plus résistant. Quand elle se produit via l'air, l'hydratation semble se terminer lorsque l'humidité relative du matériau baisse en dessous de 80%. Il se peut tout de même que la réaction continue un peu sous des humidités relatives plus faibles. (Van Gemert *et al*, 2009) ; (Lea F.M., 1970)

2.3 Pouzzolane

Le nom « Pozzolana » est originaire du village de Pozzuloni près de Naples, en Italie. C'était dans ce village que les romains ont commencé en premier à exploiter le sol volcanique en vue de créer des liants hydrauliques. Cependant, ils n'étaient pas les premiers à découvrir les propriétés intéressantes des matériaux pouzzolaniques. Les artisans phéniciens avaient déjà une connaissance empirique des propriétés des pouzzolanes artificielles au travers de l'ajout des tuiles cassées dans les mortiers. Au 7^e siècle avant Jésus-Christ, les grecs avaient aussi ajouté du sol volcanique de la région de Santorin dans leurs mortiers afin d'augmenter la qualité. Cette technique a toujours été améliorée et systématiquement adoptée par les romains pour mettre en œuvre leurs mortiers ainsi que leurs bétons tout en assurant une bonne résistance physique et chimique. (Verhasselt A., 1993)

Les pouzzolanes sont définies comme un ensemble de matériaux n'ayant aucune capacité propre de liant mais capable de réagir avec de la chaux Ca(OH)_2 en présence d'eau à une température ordinaire afin de former des composants du ciment. Ce pouvoir est appelé « l'activité pouzzolanique », un terme qui couvre toutes les réactions se produisant parmi les constituants actifs de la pouzzolane, de la chaux et de l'eau. Ce terme comprend deux paramètres à savoir la quantité maximale de chaux qui peut être combinée avec la pouzzolane et la vitesse à laquelle une telle combinaison apparaît. (Lea F.M., 1998)

Les pouzzolanes peuvent être divisées selon leur origine mais également selon leur caractère naturel ou artificiel :

- La plupart des pouzzolanes naturelles sont originaires de l'activité volcanique mais il existe tout de même des pouzzolanes naturelles issues de la sédimentation consolidée. Les pouzzolanes, faites de roches pyroclastiques en provenance de volcans explosifs, sont très sensibles à la réaction avec de la chaux libre. Si elles sont consolidées, ces pouzzolanes sont appelées « tuffs ». Des exemples de pouzzolanes naturelles d'origine volcanique sont : la terre de Santorin, le tuff et le trass de la région du Rhin en Allemagne, la Bavière, la Roumanie et la pierre ponce des montagnes Eifel en Allemagne. (Verhasselt A., 1993)
- Les pouzzolanes artificielles sont un produit fini, un sous-produit ou encore un déchet en provenance de l'activité industrielle. Elles sont obtenues par calcination de certains argiles, schistes argileux et autres diatomites (Kieselguhr) contenant une certaine proportion d'argile à une température appropriée. Ces matériaux possèdent les mêmes propriétés que les pouzzolanes naturelles. Des exemples de pouzzolanes artificielles sont :
 - Cendres volantes issues de la combustion de charbon ou de mazout
 - Certains argiles calcinées à des températures comprises entre 600 et 900°C
 - Cendres résultant de la calcination de déchets organiques possédant une haute teneur en silice (balle de riz, canne à sucre, paille de froment)
 - Pierres naturelles ayant subi un traitement thermique
 - Silice naturelle amorphe ayant subi un traitement thermique

La condition pour ces matériaux, afin qu'ils démontrent une activité pouzzolanique, est la possession d'une haute teneur en silice. Plus cette teneur est importante, plus la pouzzolane sera réactive. De plus, cette silice doit se présenter sous forme d'une structure amorphe, doit être instable à température ambiante et doit être dispersée très finement afin de favoriser une grande surface spécifique. En résumé, la composition de la minéralogie, la finesse et la surface spécifique des particules sont les principaux paramètres influençant la réactivité pouzzolanique. (Taylor H.F.W., 1990)

Les autres états minéralogiques de la silice sont cristallins : quartz, tridymite et cristobalite. α -quartz est la phase sous laquelle apparaît la silice cristalline dans la nature comme par exemple sous forme de sable. A 573°C, α -quartz est transformée en β -quartz qui devient de la tridymite à 870°C. La cristobalite est la forme stable atteinte par la silice une fois que la température se trouve entre 1470°C et 1710°C, limite à laquelle elle fond. Ces transformations en tridymite et en cristobalite ne peuvent avoir lieu que si la température augmente de façon

très lente. Si cela n'est pas respecté, alors le quartz prend la forme d'un verre visqueux une fois la température atteignant 1500-1600°C. (Lea F.M., 1970)

Quand il y a un refroidissement de l'état liquide, la silice a tendance à adopter un état vitreux, sans cristallisation. Cependant, si elle est refroidie sous des conditions favorables, les cristaux peuvent se former : ceux-ci s'avèrent être de la cristobalite mais un changement en tridymite plus tard peut avoir lieu. Le quartz, qui d'un point de vue chimique est une substance fortement inerte à des températures normales, n'a jamais été observé pour cristalliser de la silice vitreuse pure. (Lea F.M., 1970)

Il faut remarquer que la chaleur ne fait pas seulement que modifier l'état minéralogique de la pouzzolane. En effet, elle transforme également la pouzzolane chimiquement et physiquement et cela peut avoir des effets positifs et négatifs. Augmenter ou diminuer l'activité pouzzolanique dépend de la nature de la pouzzolane, de la température et de la durée de chauffage. Le chauffage à haute température améliore la dévitrification, la cristallisation et la densification, aboutissant à une diminution de la surface spécifique et à la formation de phases plus stables. (Lea F.M., 1970)

La composition chimique de certaines pouzzolanes naturelles et artificielles est décrite dans le tableau 3 :

Pouzzolane	Perte au feu	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O
Trass du Rhin	10,1	54,6	16,4	3,8	3,8	1,9	5,1	3,9
Trass de bavière	14,5	57,0	10,9	5,6	6,0	2,2	1,8	1,5
Terres de santorin	4,9	63,2	13,2	4,9	4,0	2,1	3,9	2,6
Naples	4,4	59,5	19,3	3,3	2,1	0,2	11,3	
Tuff de Crimée	11,7	70,1	10,7	1,0	2,5	0,3	3,7	
Argile calciné	1,6	58,2	18,4	9,3	3,3	3,9	3,9	
Gaize brûlé	-	88,0	6,4	3,3	1,2	0,8	-	
Diatomite brulée	0,4	69,7	14,7	8,1	1,5	2,2	3,2	
Cendres volantes (USA)	1,2	41,1	18,2	19,2	7,0	1,11	3,95	
Cendres volantes (G-B)	0,9	47,4	27,5	10,3	2,1	2,0	5,7	

Tableau 3 - Pourcentage des compositions des pouzzolanes
(Lea F.M., 1970)

2.4 Liants pouzzolaniques

Les liants pouzzolaniques sont des mélanges de chaux, ciment ou encore les deux avec une addition de pouzzolanes. Dans le cas des mélanges avec de la chaux hydratée, les pouzzolanes sont utilisées pour offrir des capacités de liant hydraulique. En ce qui concerne le ciment Portland, elles sont utilisées comme un substitut partiel ou comme un additif au ciment. L'addition peut être faite pendant la production du ciment ou directement sur le site sur lequel le ciment est utilisé. (Lea F.M., 1970)

Auparavant, les pouzzolanes naturelles étaient utilisées sous forme plutôt grossière. Les particules les plus grosses jouaient le rôle d'agréats inertes alors que les plus fines offraient leur qualité de pouzzolane active. De nos jours, il est de pratique courante de broyer les pouzzolanes grossièrement afin de garantir une certaine finesse au ciment. En adoptant cela, la surface spécifique et par conséquent l'activité pouzzolanique sont augmentées. Cela est essentiel pour obtenir une capacité de liant la plus importante possible. (Lea F.M., 1970)

Pendant l'hydratation, les pouzzolanes réagissent avec le Ca(OH)_2 de la chaux hydratée dans le cas des liants chaux/pouzzolane ou avec le Ca(OH)_2 formé par l'hydratation du C_3S et du C_2S dans le cas des liants ciment/pouzzolane. Le résultat est en définitive la production de phases de C-S-H, similaires à ceux formés lors de l'hydratation du ciment Portland décrite précédemment. Cependant, le rapport calcium/silice est différent à cause de raisons variées. La vitesse globale de la réaction pouzzolanique dans les liants dépend des paramètres suivants :

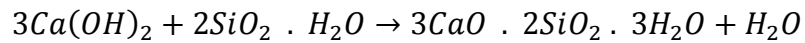
- La quantité de pouzzolane dans le liant
- La quantité de SiO_2 dans la pouzzolane
- La nature des phases actives dans la pouzzolane
- La surface spécifique de la pouzzolane
- Les propriétés physiques et chimiques du ciment et/ou de la chaux hydratée
- Le rapport eau/solide
- La durée de durcissement
- La température

De plus, les recherches au sujet de la corrélation entre les caractéristiques et l'activité pouzzolanique montre que dans le court terme, l'activité pouzzolanique est proportionnelle à la surface spécifique, tandis que dans le long terme, l'activité est relative aux propriétés chimiques et minéralogiques. (Lea F.M., 1970)

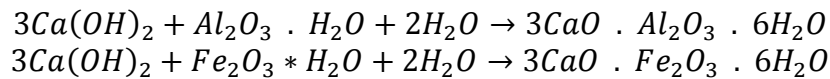
2.4.1 Chaux avec ajout de pouzzolane

Les liants à base de chaux avec ajout de pouzzolane durcissent par réaction pouzzolanique et par carbonatation, les deux se présentant à une faible vitesse. Bien que ce processus soit plus complexe que le durcissement de chaux, il est tout de même plus simple que l'hydratation de ciment avec ajout de pouzzolane. Pendant la phase de durcissement, la solidité du mortier ou de la pâte de liant augmente comme la quantité de chaux combinée. Cependant, il n'existe pas de relation générale entre ces deux paramètres, il existe juste une corrélation simple pour chacune des différentes pouzzolanes. (Lea F.M., 1998)

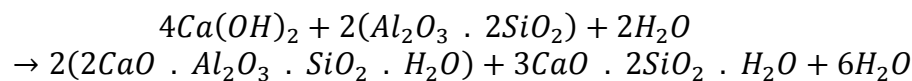
La réaction de la chaux et de la pouzzolane produit les mêmes composants que l'hydratation du ciment Portland puisque la composition chimique globale des deux mélanges sont du même ordre. Les phases de C-S-H, avec le gel de Tobermorite, sont formées selon la formule suivante :



Au même moment mais à une importance moindre, il y a également de l'aluminate tricalcique hydraté et de ferrite tricalcique hydraté qui se forment :



Quand il s'agit d'argile calcinée ($Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$) qui est utilisée comme pouzzolane, la chaux hydratée et la silice libre réagisse de la manière suivante :



La combinaison de la chaux durant ces réactions est déterminée par les paramètres décrits dans la section précédente et varie donc en fonction de chacune des sortes de pouzzolane. Il a été observé qu'après 180 jours de la réaction, les pouzzolanes sont capables de combiner 50 à 100% de la chaux libre en ce qui concerne leur masse. Quand la quantité d'eau s'est vue augmentée, le taux de combinaison s'est vu augmenté ce qui favorise la résistance ultime. Parce que la porosité a également augmenté, la résistance maximale est atteinte pour une certaine quantité d'eau, qui est différente pour chaque pouzzolane. De plus, l'addition de gypse permet d'améliorer la combinaison de la chaux ainsi que la résistance. Finalement, une bonne corrélation linéaire a été trouvée entre la surface spécifique des pouzzolanes naturelles et la résistance en compression des mélanges chaux-pouzzolanes de rapport 20 :80. (Lea F.M., 1970)

2.4.2 Ciment Portland avec ajout de pouzzolane

Les ciments mélangés avec de la pouzzolane sont divisés en deux : les ciments pouzzolaniques et les ciments avec addition de pouzzolanes. Les ciments pouzzolaniques sont des mélanges de ciment Portland et de pouzzolanes qui, une fois durcit, manquent de chaux libre, du moins théoriquement. Si du $Ca(OH)_2$ est encore présent après une longue période de séchage, cela s'explique par la vitesse lente de la réaction pouzzolanique et aux difficultés rencontrées par les ions Ca^{2+} à atteindre les particules de pouzzolane et à réagir avec elles. Les ciments avec addition de pouzzolanes sont des mélanges qui sont insuffisant pour combiner tous les $Ca(OH)_2$ obtenus suite à l'hydratation des silicates de calcium du clinker. De cette manière, la présence de portlandite même après 10 ans se justifie. Quand un additif est utilisé, les pouzzolanes sont reconnues pour améliorer la qualité du béton mais dans le cas d'un remplacement partiel du ciment Portland, cela peut causer une baisse des propriétés du ciment au delà d'un certain niveau de remplacement. (Lea F.M., 1970)

Les produits résultant de l'hydratation des mélanges de ciments pouzzolaniques sont les même que ceux apparaissant dans les pâtes de ciment Portland :

- Ettringite
- Aluminate tricalcique hydraté (souvent carbonaté)
- Monosulfo-aluminate
- C-S-H
- $2\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ (gehlénite)
- $\text{Ca}(\text{OH})_2$

Cependant, l'addition de pouzzolanes modifie d'une certaine mesure les réactions d'hydratation du ciment Portland. Cela affecte la cinétique de l'hydratation du C_3S , la formation de la portlandite et la composition des hydrates ainsi que leur morphologie. Cette influence se révèle par les changements suivants (Lea F.M., 1998) :

- La chaleur d'hydratation
- La teneur de portlandite
- La quantité d'eau combinée
- Le degré d'hydratation de l'alite
- Le degré de réaction du matériau pouzzolanique

En règle générale, grâce à leur finesse, les pouzzolanes ont un effet accélérateur sur l'hydratation initiale du C_3S en fournissant des sites de nucléations préférentiels à la formation des phases de C-S-H. Cela est expliqué par le fait qu'il se produit une rapide absorption des ions Ca^{2+} sur la grande surface spécifique de la pouzzolane. Cette accélération n'est pas le résultat de la réaction pouzzolanique mais bien la conséquence de l'activité pouzzolanique du matériau ajouté puisque les micro-matériaux inertes n'ont pas la capacité d'absorber les ions Ca^{2+} . Plus grande est l'activité pouzzolanique de la micro-silice, plus grande sera la capacité d'absorption du calcium. Cette accélération d'hydratation est plus remarquable pour la micro-silice amorphe que pour des pouzzolanes naturelles. (Lea F.M., 1998)

Ce mécanisme résulte de la formation d'une couche de C-S-H avec un grand rapport $\text{CaO}:\text{SiO}_2$ sur les particules de C_3S et une couche de C-S-H avec un rapport normal $\text{CaO}:\text{SiO}_2$. Après un certain temps, dépendant des caractéristiques de la pouzzolane utilisée, du rapport eau/ciment, de la température, etc. ; la réaction pouzzolanique commence et réduit le rapport $\text{CaO}:\text{SiO}_2$ de la couche entourant les particules de pouzzolane et formant du silicate de calcium hydratée. La diminution progressive du rapport $\text{CaO}:\text{SiO}_2$ en passant des régions dans lesquelles le C_3S n'a pas réagi vers celles situées près de la pouzzolane est observée par une analyse aux rayons X de la pâte. (Lea F.M., 1998)

Le changement de composition et de morphologie des phases de C-S-H, du à l'addition d'un matériau pouzzolanique, a été constaté pour des cendres volantes, scories de haut-fourneau et autres fumées de silice. En règle générale, la première conséquence de l'hydratation au niveau de la microstructure du ciment est la formation en début de réaction d'une enveloppe des produits d'hydratation autour des grains de clinker. Après quelque temps, les fibres de C-S-H, apparaissant à l'extérieur, recouvrent les enveloppes et donnant en définitive une structure plus confuse. (Taylor H. F. W., 1990)

La réaction pouzzolanique elle-même devient apparente, au moins pour les pouzzolanes les plus habituelles, à partir de 3 à 14 jours après le mélange avec l'eau c'est-à-dire aussi tôt que

70-80% de l'alite contenue dans la ciment Portland ait réagi. Le commencement et le taux de la réaction pouzzolanique dépendent des propriétés de la pouzzolane et du mélange mais également de la température. (Lea F.M., 1998)

La combinaison de l'hydratation et de la réaction pouzzolanique ont été étudiées pour les ciments pouzzolaniques contenant des cendres volantes. Cela a été présenté sous forme de plusieurs étapes de différentes longueurs (Taylor H. F. W., 1990):

- Après une heure d'hydratation, certains signes montrent que la réaction des grains de clinker a commencé. Des aiguilles d'ettringite ainsi que d'autres produits granulaires sont formés. Les particules de cendres volantes semblent avoir sur leur surface certains produits d'hydratation.
- Après quatre heures, en addition de l'ettringite, du Ca(OH)_2 apparaît sur la surface des cendres volantes.
- Après huit heures, les grains de clinker sont recouverts d'ettringite, de C-S-H et de gros cristaux de Ca(OH)_2 .
- Après dix-huit heures, la pâte de ciment acquiert une certaine cohésion
- Après sept jours, les phases de C-S-H apparaissent sous la forme d'un produit externe et interne autour de l'alite du clinker. Les cendres volantes semblent être recouvertes par l'enveloppe formée par la croissance radiale du C-S-H et des cristaux d'ettringite.
- Après vingt-huit jours, les fibres de C-S-H ont rempli tous les pores
- Après 17 à 21 mois d'hydratation, le C-S-H apparaît sous la forme d'un produit interne et externe autour des particules de clinker encore non hydratées. Le produit externe a une apparence plutôt fibrillaire. De plus, les particules de cendres volantes sont couvertes d'une couche fibrillaire radiale de C-S-H formée dans les limites initiales de la particule. Cela est le résultat de la réaction pouzzolanique.
- A un âge plus élevé, lorsque la réaction du clinker baisse, la réaction pouzzolanique continue petit à petit jusqu'à ce que les ions cessent pratiquement de bouger dans la pâte durcie. Les particules des cendres volantes sont soit encapsulées par les produits de réaction, soit réagissent selon les différents comportements, soit complètement dissous.

Pendant l'hydratation des composés du ciment Portland, de la portlandite est produite mais dans le cas des ciments contenant de la pouzzolane, l'évolution de cette teneur est plus complexe. Etant donné que l'évolution ordinaire de l'hydratation est perturbée par la présence de pouzzolane, la quantité de portlandite ne dépend plus seulement du degré d'hydratation. En

effet, cela dépend également de l'avancée de la réaction pouzzolanique. La quantité de Ca(OH)_2 dans les ciments pouzzolaniques se trouve être augmentée durant l'hydratation. A un certain moment, dépendant de plusieurs facteurs comme le type de pouzzolane ou la température, la quantité de Ca(OH)_2 atteint un maximum après lequel elle commence à diminuer à cause de la réaction pouzzolanique. (Taylor H. F. W., 1990)

Malgré qu'elle soit consommée par la réaction pouzzolanique, la portlandite persiste encore même dans les ciments pouzzolaniques avec suffisamment de matériaux pouzzolaniques pour combiner tous le Ca(OH)_2 restant par l'hydratation des C_3S et C_2S . Dans les ciments contenant 20% de cendres volantes, les cristaux de Ca(OH)_2 entourant les particules de cendres, montrent qu'aucun signe de réaction pouzzolanique n'a pu être remarqué. Cette observation est certainement due à la difficulté rencontrée par la portlandite et les particules de pouzzolane à réagir. (Lea F.M., 1998)

A côté des changements de composition et de morphologie, il a été constaté que l'addition de pouzzolanes avait une influence sur les propriétés physiques. Les ciments pouzzolaniques ont tendance à avoir initialement une meilleure perméabilité que les ciments Portland. Cela dit, cette perméabilité diminue plus la période de séchage augmente. A contrario, la porosité des ciments pouzzolaniques restera toujours plus importante que pour les ciments ordinaires. Ces observations sont surtout évidentes pour les mortiers avec un grand rapport eau/ciment. La perméabilité et la porosité diminuent lorsqu'il y a augmentation de la teneur en pouzzolane et du temps de séchage. Enfin, il faut noter que la sorptivité¹ est remarquablement plus basse pour les ciments pouzzolaniques que pour les ciments Portland. (Lea F.M., 1998)

Le temps de prise pour un ciment pouzzolanique n'est pas franchement différent de celui pour un ciment Portland. Cela étant dit, les cendres volantes retardent quand même le début et la fin de la période de prise du liant.

Pour finir, il y a en effet une diminution de la résistance à court terme du ciment à cause du remplacement d'une partie du ciment par un matériau pouzzolanique. L'effet global sur la résistance dépend de la teneur en pouzzolane, de sa nature, de sa classification, de sa surface spécifique mais également des caractéristiques individuelles du ciment Portland lui-même. Un remplacement à raison de 10 à 20% permettra d'augmenter la résistance en compression à long terme. (Lea F.M., 1998)

¹ La sorptivité représente la capacité d'un matériau à absorber l'eau lorsque l'écoulement se produit uniquement sous l'action du gradient de pression

3 Littérature au sujet de la balle de riz

3.1 La balle de riz

La balle de riz est la partie externe recouvrant le grain de riz. Il est constitué de deux moitiés qui se replient autour du riz. Puisque cette écorce n'est pas comestible, elle doit être enlevée du grain. Cette phase peut soit être réalisée mécaniquement, soit manuellement. Habituellement, quand les moyens le permettent, une décortiqueuse est utilisée pour cette tâche. (Bui D.D., 2001)



Figure 6 - Décortilage manuel ou mécanique

Fréquemment, la balle de riz est considérée comme un déchet dans l'agriculture, représentant un problème de traitement pour tous les cultivateurs de riz et qui est souvent simplement résolu par sa calcination. En raison de son problème de traitement ainsi que de son faible coût, plusieurs applications ont été inventées afin de revaloriser ce déchet. Par exemple, la balle de riz est utilisée comme fertilisant en agriculture, comme additif dans le ciment ou la chaux comme matériau pouzzolanique ou encore comme combustible de qualité inférieure. (Sabuni E., 1995)

	Surface cultivée (Mha)	Rendement (tonne/ha)	Production (Mt)	Production (%)
Chine	29,88	6,58	196,68	28,70
Inde	41,85	3,19	133,70	19,51
Indonésie	12,88	4,99	64,40	9,40
Bangladesh	11,35	4,20	47,72	6,96
Viêt Nam	7,44	5,23	38,90	5,68
Birmanie	8,00	4,09	32,68	4,77
Thaïlande	10,96	2,87	31,46	4,59
Philippines	4,53	3,59	16,27	2,37
Brésil	2,87	4,40	12,65	1,85
Japon	1,62	6,52	10,59	1,55
Pakistan	2,88	3,58	10,32	1,51
États-Unis	1,26	7,94	9,97	1,46
Cambodge	2,68	2,84	7,59	1,11
Égypte	0,75	10,00	7,50	1,09
Corée du Sud	0,92	2,93	7,02	1,02
Madagascar	1,54	2,94	4,54	0,66

Tableau 4 - Production mondiale du riz

Dans le tableau 4 (Food and Agriculture Organization, 2013), nous pouvons voir la production de paddy cultivés dans les principaux pays producteurs de riz. Pour ces pays, il semblerait intéressant d'utiliser la balle de riz en vue de produire un matériau pouzzolanique à intégrer dans la chaux ou le ciment. La production de riz à Madagascar représente 0,66% de la production totale mondiale.

La proportion de balle de riz pour un paddy brut dépend de la variété du riz cultivé, de la zone géographique, de la saison, des méthodes de cultures, etc. Selon les différentes recherches qui ont déjà eu lieu, la balle de riz a une masse moyenne de 20% celle du paddy brut. (Della V. P. *et al*, 2002)

La balle de riz est composée de matières organiques (70-80 %) et de matières minérales non-organiques. Les matières organiques sont principalement la cellulose, la lignine, le pentosane et une petite quantité de protéines et de vitamines. Les quantités relatives de ces différents constituants dépendent une fois encore de la variété du riz, de la saison de culture, de la zone géographique, des méthodes de cultures employées, etc. En moyenne, on peut considérer que les valeurs suivantes sont représentatives de la composition : 20% de matières non-organiques, 38% de cellulose, 22% de lignine, 18% de pentosane et 2% pour le reste des autres matières organiques. (Zhou Z. *et al*, 2002)

La silice présente dans la balle de riz s'avère être dispersée dans les matières organiques au niveau moléculaire et concentrée sur la partie externe de l'enveloppe. Sa concentration est très faible sur sa face intérieure et pratiquement non existante à l'intérieur de la structure de l'enveloppe. Il existe une forme amorphe hydratée qui est probablement d'opale biogène ou de gel de silice. Cela a été confirmé au travers des recherches de Sabuni et au moyen de la microscopie électronique à balayage (MEB) et de la diffractométrie de rayons X (DRX). La microscopie électronique a montré la présence de larges pores sur l'extérieur de la balle alors que la partie interne est plate. Les analyses par diffractométrie de rayons X de la balle de riz

ont exposé un large pic de diffraction qui est caractéristique de la présence de silice amorphe. (Bui D.D., 2001)

Durant la combustion de la balle de riz, la matière organique (cellulose, lignine, pentosane) est brûlée, produisant de la cendre de balle de riz. La masse de ces cendres est d'environ 20% de la masse initiale des balles. Il s'agit d'un matériau poreux, conservant la microstructure cellulaire du matériau de départ, riche en silice mais dépendant beaucoup des conditions de calcination et également de la quantité restante de carbone. Si ces conditions sont bien contrôlées, la silice sera principalement amorphe, ce qui est un critère très important pour le comportement pouzzolanique du matériau. Après le broyage, la structure poreuse se casse et donne lieu à de fines particules poreuses possédant des propriétés similaires de celles de la fumée de silice. (Sabuni E., 1995)

3.2 Combustion

La manière la plus simple et la plus économique pour calciner de la balle de riz et ainsi obtenir de la cendre est de la brûler à l'air libre. L'inconvénient est que les paramètres de température et de temps de combustion ne peuvent pas être contrôlés avec une telle méthode, ce qui ne garantit pas l'obtention de cendres réactives. Une autre méthode simple est de calciner des balles faites d'argile ou de boue résiduelle de chaux (en provenance de canne à sucre ou de production de papier) mélangées avec des balles de riz. Celles-ci sont séchées et brûlées à l'air libre. Une fois encore, la température et le temps de calcination ne peuvent pas être correctement contrôlés. (Smith R., 1984)

D'autres installations peu technologiques existent et permettent un meilleur contrôle des paramètres. Parmi eux, il existe l'incinérateur en briques ou encore un brûleur composé d'une cuve et de tubes permettant la régulation de l'air. Ces montages peuvent être très facilement réalisables localement étant donné que les matériaux sont disponibles aisément. Ils sont plus intéressants que les méthodes de brûlage à l'air libre et offrent la possibilité d'obtenir des cendres de balles de riz à faible coût. Les premiers exemples ont été mis en place par le Pakistan Council for Scientific and Industrial Research (PCSIR) au moyen d'un ancien bidon d'huile de 168 litres. Le premier incinérateur en briques a, quant à lui, été mis en place à l'Institut de Recherche de Ciment en Inde. Pour chacun d'eux, la capacité de pouvoir maintenir la température de combustion entre 600 et 700°C est garantie et il y a également la possibilité d'atteindre des températures proches de 850°C. (Waswa-Sabuni B. *et al*, 2003)

Chacune de ces méthodes ont été étudiées par Ray Smith qui a fait des recherches à différentes échelles pour les méthodes de combustions et mettant ainsi en lumière six sortes d'équipements sur six sites différents en Inde, au Pakistan et au Népal. Il en a conclu qu'une vaste gamme de bonnes méthodes peu chères existait. Les combustions à l'air libre se sont révélées être trop délicates à contrôler et produisent des cendres de qualités fort variées. Selon lui, il est préférable d'utiliser un type d'incinérateur contrôlable et dans lequel la cendre est brûlée en petite quantité. Un bon contrôle de ventilation permet ainsi d'anticiper de hautes températures si elles surviennent et d'éviter d'obtenir des cendres cristallines. (Smith R., 1984)

À côté de ces techniques bon marché, des méthodes plus techniques et plus coûteuses ont été développées. On peut noter les fours de type cyclone, les chaudières ou encore des réacteurs à lit fluidisé. (Nehdi M. *et al*, 2003)

3.3 Caractéristiques de la cendre de balle de riz

3.3.1 Composition chimique

La cendre de balle de riz (CBR) possède une grande quantité de silice dépendant de la nature du paddy et de la méthode de combustion. La cendre produite par des incinérateurs à hautes performances en laboratoire peut généralement atteindre de haut pourcentage de silice pouvant aller de 86,98% à 96,94%. Les pertes au feu sont situées dans une fourchette de 0,85% à 4,80%. Les impuretés principales de la cendre sont des produits alcalins dont le potassium est le constituant prédominant. (Zhang M.H. *et al*, 1996)

Dans le cas des combustions réalisées au moyen d'incinérateurs de faible technicité, la température et la durée de calcination sont difficiles voir même impossibles à maîtriser. Cela a pour conséquences de produire des cendres avec des teneurs de silice et des pertes au feu fort différentes. La cendre brûlée par Jaturapitakkul C. *et al* à une température située approximativement entre 600°C à 800°C contient 78,22% de silice avec une perte au feu de 8,97%. Des échantillons de cendres, obtenues dans un incinérateur en briques, ont été obtenus par « The National Housing & Building Research Agency in Dar es Salaam ». Un échantillon possédait en moyenne 95,6% de teneur en silice avant l'incinération et 95,3% après. Après la silice, les composés les plus importants présents sont le K_2O et le CaO . Bui D. D *et al* ont produit de la cendre contenant 86,98% avec une perte au feu de 5,14%. Il a obtenu cela au moyen d'un incinérateur cylindrique alors que pour une calcination à l'air libre, Martinera Hernandez J. F. *et al* ont eu une cendre avec 71,74% de silice et 0,78% de pertes au feu.

La combustion des balles faites de balles de riz (80% et 70%) et d'argile (20% et 30%) a seulement été testé par Villar Cocina E. *et al* et le résultat a été une cendre contenant 57,30% à 62,69% de silice, 14,83% à 10,36% de Al_2O_3 , 8,60% à 6,11% de Fe_2O_3 et une perte au feu de 2,04% à 14,21%. (Jaturapitakkul C. *et al*, 2003) ; (Villar-Cocina *et al*, 2003) ; (Martinera Hernandez J.F. *et al*, 1998) ; (Bui D.D., 2001)

D'une manière générale, la teneur en silice rencontrée est plus importante lorsque la température et/ou la durée de combustion augmente. Mais d'un autre côté, la perte au feu, intimement liée à la quantité de carbone, diminue. Cela indique que la combustion est plus complète. Durant la combustion, un changement de couleur de la matière peut être observé en fonction de la teneur en carbone. Pour une haute teneur, on possède une couleur noire tendant vers le gris foncé. Quand cette teneur diminue, la couleur s'oriente vers le gris clair. Une fois qu'il n'y a plus présence de carbone, la couleur est blanche voir rose pâle. (Sabuni E., 1995)

3.3.2 Composition minérale

Comme il a été précisé dans les sections précédentes, la condition *sine qua non* pour obtenir une cendre pouzzolanique est qu'elle contienne de la silice amorphe. Durant la calcination, dépendant de sa température et de sa durée, la silice présente dans la cendre peut se cristalliser. Concernant la température idéale, différentes valeurs peuvent être trouvées dans la littérature. (Shinohara Y. *et al*, 2004)

Des analyses thermiques différentielles ont été dirigées par Sabuni E. sur la balle de riz. Il a observé qu'une matière volatile se libérait jusque 360°C. A partir de 525°C, des phases cristallines ont commencé à être aperçues mais la transformation nette de la silice amorphe en

silice cristalline a lieu aux alentours de 750°C. Lorsque l'on augmente cette température de combustion jusqu'à 900°C, plus aucun changement de phase de la cendre n'était constatable. A ce point, la plupart de la silice était cristalline. Quand Sabuni a effectué une microscopie électronique à balayage, il a vu qu'à 600°C la formation de cristaux se faisait. Une fois 900°C atteint, la cendre se transformait en une structure granulaire compacte et complètement cristallisée. (Sabuni E., 1995)

Shinohara S. *et al* ont examiné les balles de riz et ils les ont calcinées à plusieurs températures : 500°C, 700°C, 800°C, 900°C, 1000°C, 1100°C, 1200°C et 1350°C. Il a effectué une combustion pour chacune de ces températures pendant 6 ou 24 heures. Ensuite, en effectuant une DRX, il a observé qu'il y avait une augmentation des pics de diffraction lorsque la température augmentait. Cela était synonyme de la formation de tridymite et de cristobalite. Après avoir chauffé jusque 700°C pendant 6h, seule une petite quantité de cristaux a été formée. Cependant lorsque l'on approche 800 voir 900°C, une grande quantité de cristobalite et une plus faible de tridymite sont détectées. La quantité totale de ces deux composés est de plus ou moins 60%. Pour une température grimant jusque 1350°C, la quantité de tridymite augmente alors que la cristobalite diminue. La quantité totale de silice cristallisée est d'environ 80%. Selon Shinohara, le fait que la cristobalite était dominante pour de basses températures alors que la tridymite se formait pour des hautes a été expliqué par la présence de K₂O dans la cendre. (Shinohara Y.*et al*, 2004)

La cendre produite par Bui D.D. à 750°C et 780°C dans un réacteur à lit fluidisé expérimental s'est révélée être amorphe hormis le fait qu'il persistait une petite quantité de quartz comme unique composé cristallin. Della V.P. *et al* ont chauffé la cendre à des températures allant de 400°C à 700°C pendant 1, 3 et 6 heures. Tous les échantillons ont prouvé être amorphes sauf celui calciné à 700°C pendant 6 heures qui s'est montré être un peu cristallin. D'un autre côté, Yu Q. *et al* ont montré la présence de cristobalite cristallisée dans la cendre obtenue au moyen d'un four à 600°C. Des résultats similaires ont également été trouvés par de nombreux autres chercheurs. (Bui D.D., 2001) ; (Della V. P. *et al*, 2002)

Ce qui peut être retiré de toutes ces recherches est que la température de combustion ne doit pas excéder 750°C. Cependant, il n'est pas toujours possible de garantir cela avec des méthodes peu technologiques et souvent, cela entraîne une cendre généralement cristallisée et donc de pauvres propriétés pouzzolaniques. Il a été mentionné que la température pouvait atteindre 1100°C à l'intérieur du tas de balles de riz lorsqu'il était brûlé à l'air libre. Pour les réacteurs à lit fluidisé, des températures allant de 800°C à 1000°C peuvent être obtenues. (Jauberthie *et al*, 2000)

La cristallinité a aussi été épinglée pour avoir une grande influence sur le temps de broyage et sur la taille des particules de la cendre. Sugita S. *et al* ont signalé que quand on appliquait la même énergie, la poudre est plus fine pour des combustions à faibles températures. Cela s'explique par la faible quantité de silice cristallisée. De plus, Hammoud A.A. stipule qu'une cendre contenant une haute teneur en silice cristallisée demande une durée de broyage plus importante que pour une avec une haute teneur en silice amorphe. (Sugita S. *et al*, 1993) ; (Hammoud A.A., 1990)

3.3.3 Surface spécifique

Suite à la combustion, traitée précédemment, la matrice cellulose/lignine de la balle de riz est détruite par le feu et laisse derrière elle des particules irrégulières et anguleuses constituées d'un squelette siliceux poreux. Bien que les particules de cendres de balles de riz ne soient pas très petites, elles possèdent une très grande surface spécifique majoritairement interne due à leur porosité. Cependant, cela dépend une fois encore des conditions de calcination, c'est-à-dire la température et la durée, puisque la cristallisation de la silice mène à l'agglomération des particules et à la transformation en une structure compacte granulaire. (Jaturapitakkul C. *et al*, 2003)

La présence de carbone dans la cendre, dépendant également des conditions de calcination, augmente la surface spécifique étant donné que le carbone est lui aussi très poreux. Cela a été démontré par Bui D.D. lorsqu'il a calciné des balles de riz à différentes températures et durées de combustion (tableau 5). (Bui D.D., 2001)

Température [C°]	Durée [h]	Perte au feu [%]	Surface spécifique [m ² /g]
400	24	6,25	76
500	20	4,86	57
600	6	27,15	131

Tableau 5 - Surface spécifique et quantité de carbone présente dans des échantillons de cendres de balles de riz obtenus sous différentes conditions

En plus de la quantité de carbone et de la composition minéralogique, la surface spécifique est aussi contrôlée par le broyage de la cendre de balles de riz. En effet, cette phase diminue la taille des particules mais en augmente la surface spécifique dans un premier temps. Ensuite, lorsqu'un broyage prolongé a lieu, la destruction de la structure poreuse a lieu et il se produit une agglomération des particules et ainsi une diminution de la surface spécifique de la cendre. Ce phénomène s'avère apparaître lorsque la taille de la particule est réduite à une valeur égalant la distance d'espacement moyenne entre les micropores (0,5 – 10 µm). Cette observation a été prouvée pour différents temps de broyage par Bui D.D. *et al* lors de la mesure des surfaces spécifiques. La même conclusion a été tirée par Sigita S. suite à la mesure de surfaces spécifiques après un broyage de 10, 40 et 80 minutes (tableau 6). (Bui D.D. *et al*, 2005) ; (Sugita S. *et al*, 1993)

Echantillons	Temps de broyage [h]	Surface spécifique [m ² /g]
CBR (0)	0	123
CBR (14)	14	151
CBR (18)	18	137

Tableau 6 - Surfaces spécifiques après différents temps de broyage

A cause de la grande surface spécifique, la demande en eau devra être importante pour obtenir une certaine ouvrabilité du mélange incorporant la balle de riz. En effet, suite à la porosité des particules, le matériau agit comme une éponge et absorbe donc une grande quantité d'eau lorsque le mélange est mis en œuvre. En conséquence, la porosité d'un mortier durci avec addition de cendre de balles de riz est haute, ce qui réduit sa résistance.

La baisse de la quantité de carbone présente dans la cendre a un effet positif sur la demande en eau et donc sur la résistance du mortier. D'un autre côté, à cause de la finesse de ses particules, la cendre de balles de riz tend à jouer le rôle d'un filler. Cela donne lieu à un mortier plus dense et donc plus résistant. La surface spécifique de la cendre a aussi une influence sur la réaction pouzzolanique avec de la chaux. Celle-ci est plus importante lorsque la surface spécifique augmente. (Sugita S. *et al*, 1993)

3.3.4 Activité pouzzolanique

La relation entre la réaction pouzzolanique d'un côté et les méthodes de combustion, les compositions chimiques et minérales et la surface spécifique d'un autre côté ont été brièvement explicitées dans les sections précédentes. La réaction pouzzolanique s'est avérée augmenter avec l'accroissement de la quantité de silice amorphe et l'augmentation de la surface spécifique. De plus, Sugita S. *et al* ont indiqué que la relation entre l'activité pouzzolanique et le temps de broyage était la même que la relation entre la surface spécifique et le temps de broyage. Afin de déterminer l'activité pouzzolanique, différentes méthodes existent dont beaucoup se reposent sur le concept de la variation de conductivité électrique. Lorsque de telles méthodes sont utilisées, la cendre de balles de riz a une activité pouzzolanique similaire à celles obtenues pour d'autres pouzzolanes artificielles (cendres volantes et fumées de silice). (Bui D.D., 2001) ; (Sugita S. *et al*, 1993)

3.4 Liants avec addition de cendre de balles de riz

Les liants avec addition de cendre de balles de riz sont obtenus par combinaison et mélange de liants conventionnels comme du ciment Portland, chaux vive et/ou chaux hydratée et de la cendre de balles de riz (CBR). Généralement, la CBR est utilisée comme un additif au ciment Portland ou comme substitution d'une partie du ciment jusqu'à 30% pour la production de mortiers ou bétons. Cependant, parfois, il se peut que l'on remplace le ciment Portland par de la CBR jusqu'à 70% dans le but de créer des matériaux de construction à faible coût. Lorsque l'on combine avec de la chaux hydratée, le liant est constitué de 50 à 66,7% de CBR et de 50 à 33,3% de chaux.

En tant que pouzzolane, la CBR réagit avec le Ca(OH)_2 présent dans la chaux hydratée ou résultant de l'hydratation des silicates de calcium du ciment Portland. Cela entraîne la formation de produits stables et insolubles dont principalement des phases de C-S-H. La quantité de Ca(OH)_2 ou d'ions Ca^{2+} est donc moindre dans les pâtes de ciment, les mortiers et les bétons quand il y a une addition de CBR. (Bui D.D., 2001) ; (Villar-Cocina *et al*, 2003) ; (Zhang M.H. *et al*, 1996)

3.4.1 Ciment Portland avec addition de CBR

Quand le niveau de substitution dans le ciment Portland reste peu élevé ($\leq 20\%$) et qu'un superplastifiant est ajouté pour compenser la haute demande d'eau, l'addition de CBR s'avère avoir une influence positive sur plusieurs propriétés du béton, mortier et les pâtes de ciment. Cela est en partie dû à la réaction pouzzolanique avec le Ca(OH)_2 restant pendant

l'hydratation mais cette amélioration est également assignée à d'autres mécanismes comme la rôle de la CBR en tant que filler et l'accélération de l'hydratation du ciment :

- Suite à la réaction pouzzolanique, des quantités supplémentaires de C-S-H sont produites, réduisant la quantité de chaux libre et rendant la microstructure plus dense. La conséquence est donc que le béton et le mortier sont plus résistants en comparaison à un ciment sans addition de CBR. (Jauberthie R. *et al*, 2000)
- L'action en tant que filler de la CBR est due à sa finesse et mène au remplissage des vides entre les grains de ciment relativement grossiers et qui, sans l'addition, seraient occupés par de l'eau. Cela permet de réduire l'eau demandée par le superplastifiant et améliore le remplissage des particules et donc la densité du mortier, de la pâte ou du béton. Pour optimiser cet effet, la granulométrie de la CBR doit s'accorder avec celle du ciment Portland. (Sugita S. *et al*, 1993)
- Selon Yu Q. et Bui D.D., l'accélération de l'hydratation du ciment due à l'addition de la CBR est expliquée par les mêmes arguments développés dans la section 2.4.2 traitant de l'hydratation des ciments pouzzolaniques en général. A côté de cela, le temps initial et le temps final de la prise des mortiers avec ajout de CBR sont retardés du à l'addition de la cendre. Cela s'explique par la lenteur de la réaction pouzzolanique. (Bui D.D., 2001)

D'un autre côté, l'ajout de CBR apporte certaines difficultés au niveau de la demande en eau et de l'ouvrabilité. Il a été démontré que la demande en eau est plus importante lorsque l'on substitue le ciment par de la CBR. Cela s'explique par la grande surface spécifique due à la nature poreuse et donnant un rôle d'éponge à la cendre. Cet effet défavorable est surtout remarquable pour les mélanges de CBR avec des ciments plus fins. De plus, la demande en eau se révèle augmentée lorsqu'il y a présence d'une haute teneur en carbone contenue dans la cendre étant donné que le carbone est aussi poreux mais plus fin que la silice. La demande en eau augmente aussi avec le temps de broyage pour atteindre un maximum et diminue ensuite lors d'un broyage prononcé. Cette augmentation de demande en eau peut compenser la diminution d'ouvrabilité. Un superplastifiant peut aussi être employé pour atteindre une ouvrabilité comparable. (Nehdi M., 2003)

Dans certaines conditions déjà stipulées auparavant en début de section, l'ajout de CBR est supposé avoir un effet positif sur la porosité, sur la microstructure, sur la cohésion, sur la résistance en compression et en flexion, sur la durabilité et sur le retrait du béton, du mortier ou de la pâte de ciment.

Il a été remarqué que grâce à la réaction pouzzolanique et la capacité de filler de la CBR, la taille moyenne des pores du béton, du mortier ou de la pâte de ciment avec ajout de CBR diminue et que la microstructure de transition entre les agrégats et le ciment est améliorée, comparée à un échantillon de contrôle. Bui et Zhang ont également noté une modification de la structure des pores aboutissant à des pores plus fins en comparaison à un échantillon de contrôle. En outre, sa grande capacité d'absorption et de rétention d'eau permet à la CBR d'augmenter significativement la cohésion des bétons et ainsi de réduire la ségrégation au sein des mélanges. (Zhang M.H. *et al*, 1996) ; (Bui D.D., 2001)

Les conséquences de la diminution de la porosité, l'amélioration de la microstructure et l'augmentation de la cohésion confèrent aux bétons et aux mortiers avec ajout de CBR une hausse de leurs résistances en flexion et en compression. Cela a été démontré par Nehdi M. *et al* pour un béton à base de ciment et de CBR après 28 jours et par Sousa Coutinho J. et Zhang M.H. *et al* pour un même mélange à tous les âges. Dans le cas de liants avec de la CBR, Bui D.D. a affirmé qu'à un âge jeune, les résistances n'augmentent que pour de faibles niveaux de substitutions. Après 180 jours, tous les mortiers ont montré une augmentation de la résistance en compression. Dans le cas de bétons à hautes performances avec ajout de CBR, une résistance supérieure a été mesurée à tous les âges. A côté de cela, les pâtes de ciment avec addition de CBR constituées par Zhang M.H. *et al* ont montré que la résistance en compression après 28 jours était identique que celle obtenue pour l'échantillon de contrôle mais après 90 et 180 jours, une augmentation de résistance était notable. Singh N.B. *et al* ont exposé que mis à part la CBR, aucune autre addition pouzzolanique comme la fumée de silice n'avait le pouvoir de contribuer à la résistance du mélange avec le ciment Portland à un âge de 1 à 3 jours. Dans le cas de faible substitution pouvant aller jusqu'à 20%, une amélioration de la résistance en compression a été exposée par Bui D.D. lorsqu'on augmentait le pourcentage et la finesse de la cendre pour des ratios eau/ciment et des âges correspondant. A contrario, Bouzoubaâ *et al* n'ont noté aucune différence significative de la résistance en compression entre des pourcentages de substitutions allant de 7,5 à 12,5% après 1, 3, 7 et 28 jours. Si au lieu d'utiliser un superplastifiant, la ratio eau/ciment est adapté pour obtenir une ouvrabilité comparable aux mortiers avec un remplacement de ciment Portland par de la CBR, la résistance en compression diminue. (Nehdi M., 2003) ; (Sousa Coutinho J., 2003) ; (Zhang M.H. *et al*, 1996) ; (Bui D.D., 2001) ; (Singh N.B. *et al*, 2000) ; (Bouzoubaâ N. *et al*, 2001)

En conséquence, un faible remplacement du ciment Portland par de la CBR permet aussi d'améliorer la durabilité. Les mélanges de béton ou de mortier avec de la CBR montre une faible sorptivité, une plus grande résistance à la pénétration des chlorures, une plus faible perméabilité et une résistance plus importante aux attaques chimiques. D'un autre côté, le retrait des pâtes de ciment avec de la CBR est plus important que celui obtenu pour l'échantillon de contrôle. Ce comportement est dû au fait que l'augmentation de pores plus fins dans le matériau donnent naissance à un retrait causé par les forces de capillarité. Cependant, ces résultats sont obtenus pour des mélanges avec une très grande quantité de liant (ciment+CBR) et un faible rapport eau/ciment en comparaison à un béton normal. Il est bien connu que le retrait de séchage du ciment augmente avec la quantité de ciment et diminue avec la diminution du rapport eau/ciment. (Sousa Coutinho J., 2003) ; (Singh N.B. *et al*, 2000)

Dans la situation de recherches de liants pour la construction de matériaux à faible coût, Hammond A.A., Sabuni E., Stroeven P. et Waswa-Sabuni B, ont investigué sur l'influence du remplacement d'une partie du ciment Portland par de la CBR à des niveaux allant de 20% à 70%. Les liants à base de chaux hydratée et de ciment Portland avec de la chaux hydratée ont également été analysés mais les résultats seront traités dans les sections suivantes. Les mélanges avec du ciment et de la CBR examinés par Waswa-Sabuni B. et Stroeven P. étaient plus faibles que pour un mortier de référence. Les mortiers avec 10% et 20% de substitution, préparés par Hammond A.A., ont montré posséder une résistance en compression supérieure à celle pour le ciment de référence après 7 jours. Mais après 28 jours, seul le mortier avec 10% de remplacement a montré une résistance plus importante. Sabuni E. rapporte que la résistance en compression avec une augmentation de la substitution atteint un maximum lorsque l'on a un remplacement par la CBR de 20%. Après ce palier, il y a une diminution de

résistance quand on augmente la substitution. (Hammond A.A., 1990) ; (Sabuni E., 1995) ; (Waswa Sabuni B. *et al*, 2003) ; (Stroeven P. *et al*, 1999)

3.4.2 Liants Chaux - Balles de riz

En décortiquant la littérature au sujet des liants composés de chaux et de CBR, seules des informations au sujet de la résistance en compression ont été trouvées. L'examen de la réaction pouzzolanique a déjà été réalisé dans les chapitres précédents et aucune nouvelle information n'a été découverte en ce qui concerne la nature des liants composés de chaux et de CBR. En ce qui concerne la production de ces liants, il a été exposé, autant par Bui D.D. que par Hammond A.A. que le broyage commun de la chaux et de la CBR influençait favorablement la résistance. (Hammond A.A., 1990)

Les résistances en compression ont été analysées par Jaturapitakkul C *et al*, Stroeven P. et Waswa-Sabuni B. La CBR et la chaux ont été mélangées selon un ratio 1 :1 pour Stroeven. Waswa-Sabuni a quant à lui remplacé la chaux par 20%, 30%, 40% et 50%. Jaturapitakkul a constitué des liants fait de résidus de carbure de calcium (principalement du Ca(OH)_2 et de la CBR. Ces compositions varient en CBR de 20% à 80% et en carbure de calcium de 80% à 20%. D'une manière générale, les résistances des mortiers chaux-CBR augmentent après l'addition de CBR du à la réaction pouzzolanique, bien qu'elles sont encore plus faibles que celles obtenues pour un ciment de référence. Aussi bien Jaturapitakkul que Waswa-Sabuni ont rapporté que les meilleurs résultats qu'ils ont obtenu étaient ceux en utilisant 50% de CBR et 50% de chaux ou de résidus de carbure de calcium. (Waswa Sabuni B. *et al*, 2003) ; (Stroeven P. *et al*, 1999) ; (Jaturapitakkul C. *et al*, 2003)

3.4.3 Liants Ciment Portland - Chaux - Balles de riz

Stroeven P. est le seul à avoir analysé dans son programme de recherche les liants composés de ciment Portland, de chaux et de CBR. Il a indiqué que ce mélange possédait des résistances plus importantes que pour le mélange chaux-CBR mais qu'elles restaient tout de même plus faibles que celles des mélanges constitués de ciment Portland et de CBR. (Stroeven P. *et al*, 1999)

4 Programme de recherche expérimentale

Dans cette partie, nous allons présenter les différents matériaux utilisés au cours de la préparation et de la composition des mortiers. Cet exposé sera suivi par une explication du programme de recherche. Les résultats seront ensuite présentés et couplés d'une discussion dans la dernière partie de ce travail.

4.1 Production et caractérisation de la cendre de balle de riz

4.1.1 Production

4.1.1.1 Origine de la balle de riz

La balle de riz provient de la rizerie située dans la commune d'Isorana, à 35km de la ville de Fianarantsoa. Cette rizerie fut installée en 1967, elle a fonctionné pendant des années sous le nom de SICI (Société Industrielle et Coopérative de l'Isandra), à une époque où Madagascar était encore « auto-suffisant » en riz. Durant les conflits politiques à la fin des années 80, l'installation a été mise à l'arrêt. Depuis deux ans, elle a été reprise par Le Relais-Madagascar. Une telle rizerie permet de remplacer les petites décortiqueuses et de garantir aux consommateurs un produit de qualité sans cailloux et sans impuretés. Tout en gardant l'esprit développé par Le Relais, cette rizerie permet de créer de l'emploi et de redonner à la région une place de producteur de riz.



Figure 7 - Rizières dans la commune d'Isorana

La rizerie est donc un point central des petites cultures locales développées dans la région. Chaque paysan peut venir y vendre sa production et la rizerie prend le relais pour l'acheminement vers le consommateur. La rizerie voit donc des tonnes de paddy transiter et les déchets du décortiquage sont nombreux. Actuellement, différentes variétés sont traitées sans faire de distinction lors de la mise en sac. La balle de riz obtenue n'émane donc pas d'un type de riz particulier.

Un projet du Relais est d'être autonome en énergie. Il compte installer des gazogènes fonctionnant avec de la balle de riz comme combustible. La consommation annuelle serait de 25% de la balle de riz provenant de la rizerie. Il reste ainsi 75% ne faisant pas l'objet d'une quelconque utilisation pour le moment.



Figure 8 - Balles de riz après décorticage du paddy

4.1.1.2 Le four et la combustion

A Fianarantsoa, aucun four n'est prévu pour la calcination de la balle de riz. Cependant, au sein de l'entreprise du Relais - Madagascar, les cuisines sont équipées de fours alimentés par des copeaux de bois actuellement. L'idée durant la phase sur le terrain a été de réadapter ce four pour utiliser la balle de riz.

Le fonctionnement du four est très simple. Il s'agit d'un four en briques en argile ayant des propriétés réfractaires. Il est de forme cylindrique dont son diamètre est de 40cm et sa hauteur de 58cm.

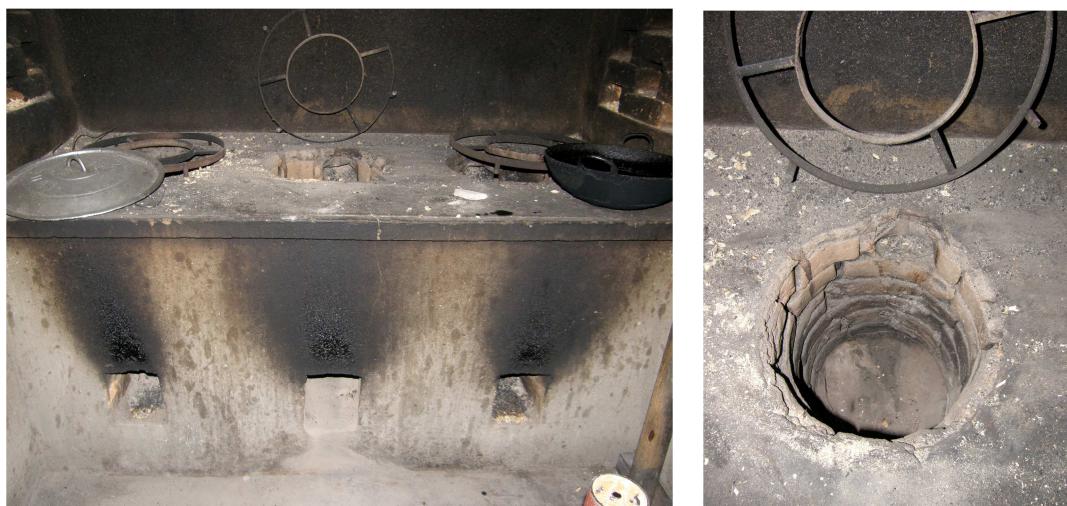


Figure 9 - Four utilisé pour la phase sur terrain – Cuisine Relais-Madagascar

Il utilise le principe d'un incinérateur traditionnel qui est activé par appel d'air. Avant de placer les combustibles, il est obligatoire de placer deux profilés métalliques en « L » afin de créer une cheminée facilitant l'appel d'air de la base à la partie supérieure du four. Après ce placement, le combustible peut être versé dans le four et un tassement est recommandé afin d'obtenir un ensemble compact. Après avoir compacté durant 5 minutes de façon énergique,

les profilés peuvent être retirés et s'en suit, l'allumage. Cependant, un problème a été rencontré lors de l'utilisation de la balle de riz au sein de ce type de four. Contrairement aux copeaux de bois qui s'imbriquaient correctement du à leur allure de « chips », les balles de riz ne permettent pas de supporter leur poids après le compactage et l'enlèvement du profilé central. En effet, si on enlève délicatement celui-ci, la balle de riz s'affaisse et réduit à néant la cheminée désirée. Pour palier à cela, un profilé métallique a été mis en œuvre pour rester dans le four tout au long de la combustion tout en permettant que l'appel d'air puisse se réaliser.

La température atteinte au sein de la balle de riz mesurée à l'aide d'une sonde thermique varie entre 500°C et 750°C approximativement. Lors de la calcination, une couche de carbonisation se forme tout autour du profilé, ce qui empêche la balle de riz située à la périphérie de prendre correctement feu. Pour palier à cela, un remuage fréquent est recommandé afin de casser cette couche de carbonisation.

Notons qu'au lieu d'utiliser un profilé percé comme réalisé dans cette étude, l'utilisation d'un tube réalisé en grillage et pouvant résister à de hautes températures serait plus opportun. Cela n'a pas été appliqué étant donné le manque de matériel sur place.

La combustion de la balle de riz se fait pendant environ deux heures pour l'équivalent de 8kg de balles de riz. Il en résulte environ 20% de cendres, autrement dit 1,6 kg.



Figure 10 - Profilé métallique pour four



Figure 11 - Placement des profilés et compactage de la balle de riz



Figure 12 - Combustion de la balle de riz dans le four

Dans la phase en laboratoire, nous utilisons un four pouvant atteindre de hautes températures. Il présente néanmoins certaines différences en terme de combustion par rapport à celui utilisé dans la phase sur terrain. Dans un premier temps, la température d'un tel four est très précise. On peut donc s'assurer d'avoir des cendres obtenues dans les mêmes conditions. Ensuite, contrairement à l'autre, aucun appel d'air ne se fait naturellement ou n'est forcé. Cela implique une petite quantité de carbone supplémentaire présente dans la cendre à la fin de la calcination. L'installation ne permet pas de calciner de grande quantité de balles de riz. Une quantité de 2,2kg est calcinée à chaque fournée de 2 heures. On obtient ainsi à chaque fois 400g de cendres environ. On rencontre encore le problème de la croute de carbonisation. Un remuage est nécessaire et réalisé toutes les 20 minutes pour obtenir une cendre de couleur quasi homogène.



Figure 13 - Four de laboratoire et cendres obtenues après calcination

4.1.2 Caractérisation

Le but de ce travail est de fournir une référence pour la qualité de la cendre de balles de riz et d'analyser l'influence du broyage sur la granulométrie, la densité, la surface spécifique et l'activité pouzzolanique. L'influence de la température de la calcination sera également abordée.

Dans les sections suivantes, nous étudierons la cendre de balles de riz obtenue dans le laboratoire de matériaux de construction de l'Université de Liège. Les conditions pour son obtention essaient de se rapprocher au plus des conditions artisanales adoptées sur le terrain. Mais il est évident que nous travaillons dans des conditions optimales contrairement à la population locale qui désirerait obtenir la cendre de manière plus manuelle. Il ne faudra donc pas perdre de vue ce détail.

4.1.2.1 Teneur en eau

Afin de mesurer la teneur en eau de la balle de riz utilisée tout au long de cette étude, une certaine quantité de balles a été placée dans une étuve et l'évolution de la masse a été observée.

Durée dans l'étuve [h]	Poids cristalliseur [g]	Poids total [g]	Poids Balles de riz [g]	Teneur en eau [%]
0	79,41	89,41	10	0
12	79,41	88,6	9,19	8,1
24	79,41	87,77	8,36	16,4
72	79,41	87,76	8,35	16,5

Tableau 7 - Teneur en eau - Résultats

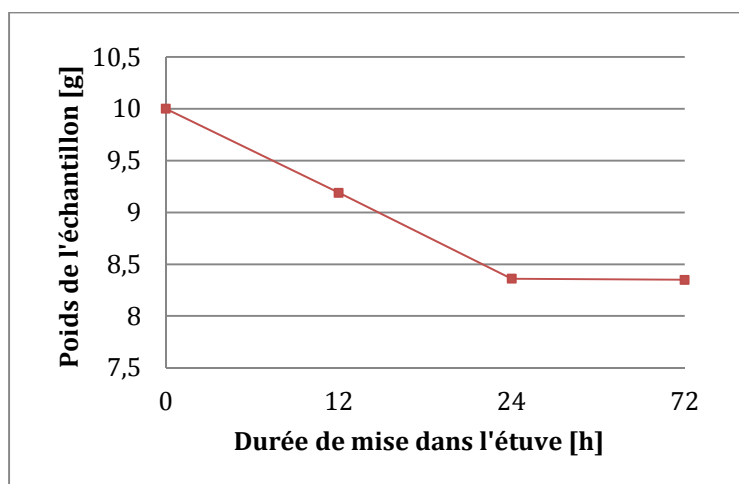


Figure 14 – Graphique de la teneur en eau au sein de la balle de riz

La balle de riz utilisée possède donc une teneur en eau de 16,5%.

4.1.2.2 Pertes au feu

Afin de connaître la perte au feu de la balle de riz, une quantité de 45 grammes de balles a été pesée après chaque heure passée dans un four à des températures variant de 200 à 1100°C.

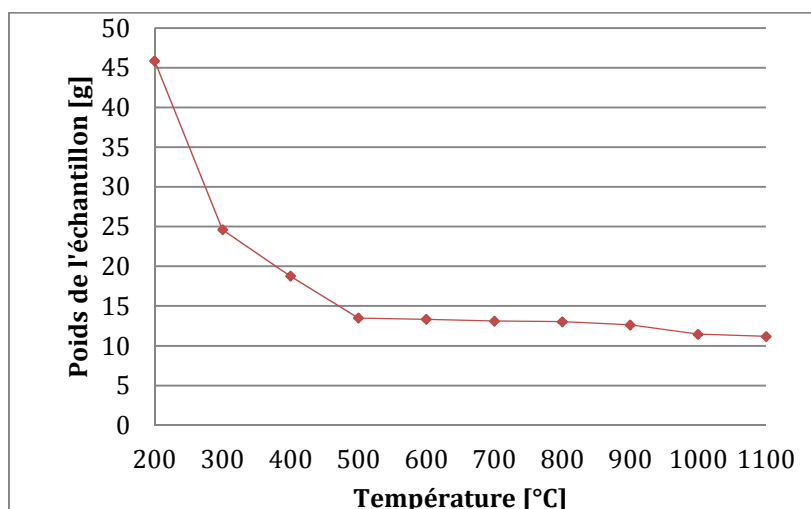


Figure 15 - Graphique de la perte au feu de la balle de riz en fonction de la température

Températures de calcination [°C]	Pertes au feu [%]
200	8,26
300	50,78
400	62,46
500	73
600	73,34
700	73,76
800	73,04
900	74,72
1000	77,06
1100	77,62

Tableau 8 - Perte au feu - Résultats

Lorsque l'on atteint des températures dépassant 600°C, la cendre de balles de riz ne représentent plus que 20-25% du poids initial.

4.1.2.3 Broyage

La cendre utilisée pour déterminer les compositions chimique et minéralogique a été obtenue après deux broyages consécutifs. Le premier a été réalisé en vue d'obtenir un pré-broyage. Il a été effectué au moyen d'un broyeur à disques permettant ainsi de diminuer le volume pris par la cendre. La cendre est versée dans un entonnoir dans la partie supérieure du broyeur et en ressort plus fine dans un tiroir inférieur suite à son passage entre les disques.



Figure 16 - Broyeur à disques

Ensuite, afin d'obtenir des particules plus fines, un second passage a eu lieu dans un broyeur à mâchoires durant 12 secondes. Ce temps provient de données présentes dans la littérature exprimant plusieurs temps de broyage. Le temps de 12 secondes a été choisi après avoir testé différents temps de broyage. Il a semblé que le résultat du broyage donnait une poudre acceptable. Ces différents paramètres ont été respectés pour chacun des échantillons utilisés dans ce travail.



Figure 17 - Broyeur à mâchoires - Récipient



Figure 18 - Broyeur à mâchoires fermé



Figure 19 - Cendres broyées obtenues

4.1.2.4 Activité pouzzolanique

L'activité pouzzolanique est le paramètre primordial pour assurer une bonne réaction pouzzolanique au sein du matériau. La meilleure façon de caractériser cette activité consiste à effectuer des essais mécaniques sur des mélanges ciment-pouzzolane ou chaux-pouzzolane à

des âges différents. Cette façon de faire est la plus sûre mais demande un temps long avant d'obtenir des résultats. Etant donné le temps limité pour cette étude, des techniques chimiques ont été réalisées et nous ont donné une indication sur l'activité pouzzolanique de la cendre. Les tests ont été effectués sur des cendres calcinées à différentes températures durant deux heures et obtenues après un passage dans le broyeur à mâchoires durant 12 secondes.

4.1.2.4.1 Méthode Chapelle

Cet essai consiste à faire bouillir dans 200 cm³ d'eau distillée, pendant 16 heures, 1g de cendre et 1g de chaux décarbonatée. La silice et l'alumine active se combine à la chaux pour former des silicates *et* aluminates de calcium. La quantité de chaux fixée qui varie par exemple de 20 à 40% renseigne sur la valeur de la cendre testée. L'essai a l'avantage d'être rapide mais s'éloigne des conditions pratiques. (Papadakis P. et Venuat M., 1969)

Afin de réaliser cette manipulation, le banc d'essai est réglé à une température de 100°C. Dans un erlenmeyer, on place donc l'eau distillée avec 1g de cendre et 1g de CaO. On y place également une barrette magnétique afin d'assurer un mélange continu de la solution. Une fois que la solution se trouve en ébullition, on installe la colonne de refroidissement et on laisse l'installation dans ces conditions durant 16 heures. Ensuite après avoir procédé au refroidissement de l'erlenmeyer, on procède au titrage avec de l'acide chlorhydrique décinormal (HCl 0,1N) au millilitre près. La mesure du pH se fait au moyen d'un pH-mètre. Une fois que celui-ci indique que la solution est neutre, autrement dit qu'elle a un pH de 7, la manipulation prend fin. La quantité de HCl ajoutée nous permet finalement de mesurer la quantité de CaO libre au sein de la solution, c'est à dire le CaO n'ayant pas réagi avec la cendre.

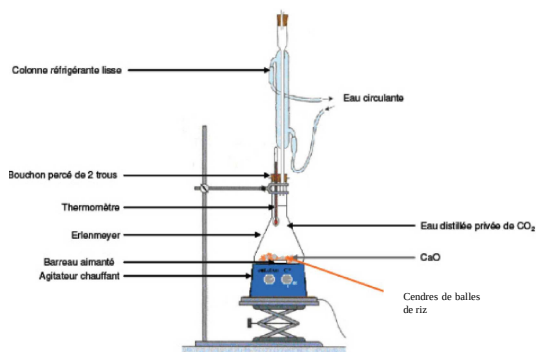


Figure 20 - Schéma du montage



Figure 21 - Montage de l'essai Chapelle en laboratoire

L'essai Chapelle a été réalisé deux fois sur chacun des échantillons calcinés à une température donnée. Les valeurs moyennes sont indiquées dans le tableau suivant :

	pH de départ de la solution	Ajout de HCl 0,1N [ml]	Chaux libre restante [g]
500	11,92	309	0,7725
600	12,18	320	0,8
700	12,09	310	0,775
800	11,98	330	0,825
900	11,88	350	0,875

Tableau 9 - Résultats obtenus de l'essai Chapelle

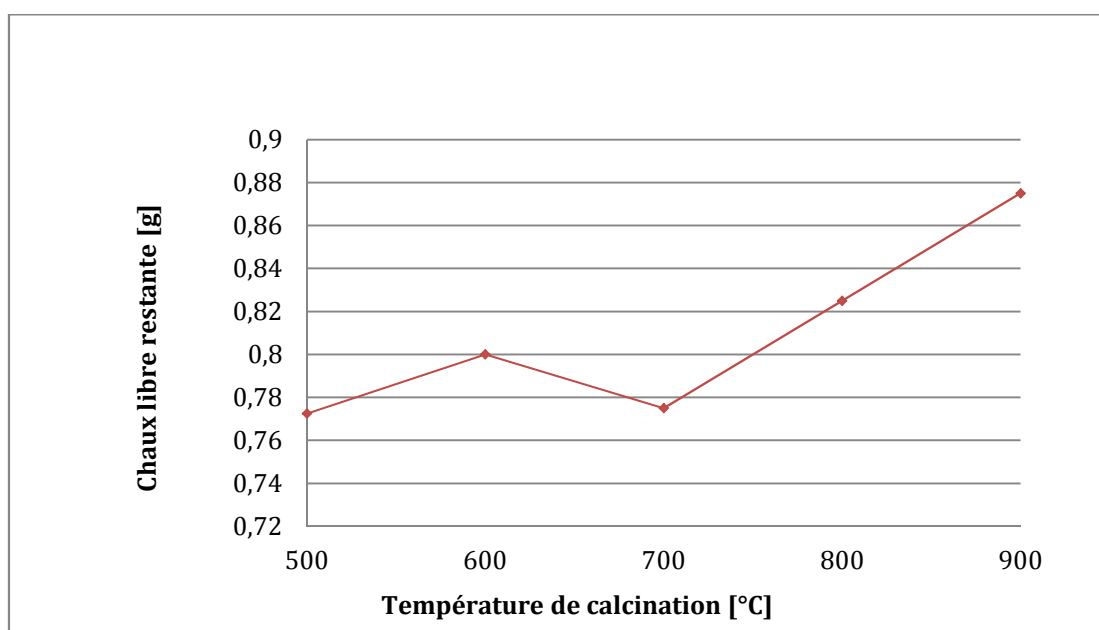


Figure 22 - Essai Chapelle - Chaux libre restante en fonction de la température

Cet essai ne nous fournit pas de résultats très convaincants. Il semblerait que pour des températures se situant dans l'intervalle de 500 à 700°C, l'activité pouzzolanique soit plus importante que pour d'autres températures. Cette observation est à prendre avec beaucoup de prudence car l'essai ne nous permet pas de tirer de conclusions claires et nettes.

Une autre méthode a donc été abordée afin de déterminer la température de calcination offrant l'activité pouzzolanique la plus importante à la cendre.

4.1.2.4.2 Méthode de Luxan

Dans ce second essai mesurant l'activité pouzzolanique de la cendre, nous utilisons la méthode de *Luxan & Al* (Luxan M.P. *et al*, 1989). C'est une méthode simple, rapide et indirecte basée sur la mesure du changement de conductivité électrique dans une solution saturée en chaux $\text{Ca}(\text{OH})_2$ après l'addition de cendres à caractère pouzzolanique.

Pour cette méthode, *Luxan* impose une solution saturée en chaux de 200 ml à une température de 40°C avec 5g de cendres. Dans un premier temps, la conductivité de la chaux solutionnée dans de l'eau dénaturisée est mesurée. Le courant de cette solution est transmis via les ions Ca^{2+} et les ions OH^- en provenance du $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Après l'addition des cendres, la silice amorphe commence à réagir avec les $\text{Ca}(\text{OH})_2$ et forme des C-S-H. Cela a comme conséquence de réduire le nombre d'ions de Ca^{2+} et de OH^- présents dans la solution. Suite à cela, il y a donc une diminution de la conductivité électrique.

Lorsque l'on utilise cette méthode, on peut prendre en compte la présence de sels ioniques présents dans les cendres qui contribue aussi à la conductivité. En plus de la conductivité électronique, le pH de la solution pourra aussi changer d'une solution alcaline à une moins alcaline.

Il s'agit d'une mesure qualitative de l'activité pouzzolanique dépendant de la présence de silice amorphe.

En accord avec *Luxan et al*, un matériau est considéré comme avoir une mauvaise activité pouzzolanique lorsque la variation de conductivité est inférieure à 0,4, une pouzzolanité variable lorsque la variation se situe entre 0,4 et 1,2, et une bonne pouzzolanité lorsque la variation est supérieure à 1,2.

Les échantillons ont été testés chacun trois fois. Chacun des échantillons de cendres a été obtenu suite à une calcination qui lui était propre afin de s'approcher de résultats cohérents et intéressants.

Les valeurs moyennes de conductivité électrique pour les différentes températures sont indiquées dans le tableau ci-dessous :

Températures [°C]	Conductivité Solution Chaux [mS/cm]	Conductivité Chaux + Cendres [mS/cm]	Conductivité Eau + Cendres [mS/cm]	Variation de conductivité électrique
500	9,36	6,46	0,172	2,728
550	9,39	6,44	0,177	2,773
600	9,53	6,01	0,188	3,332
650	9,34	6,45	0,184	2,706
700	9,38	6,65	0,179	2,551
800	9,36	6,97	0,165	2,225
900	9,32	7,82	0,142	1,358
1000	9,35	8,94	0,12	0,29

Tableau 10 - Résultats obtenus de l'essai de Luxan

Les variations sont des mesures qualitatives de l'activité pouzzolanique et nous permettent de constater la présence de silice amorphe. La variation de la conductivité électronique est calculée en soustrayant de la conductivité de la solution avec la chaux seule la conductivité de la solution de chaux + CBR et la conduction de l'eau + CBR. Autrement dit : colonne 5 = colonne 2 - (colonne 3 + colonne 4).

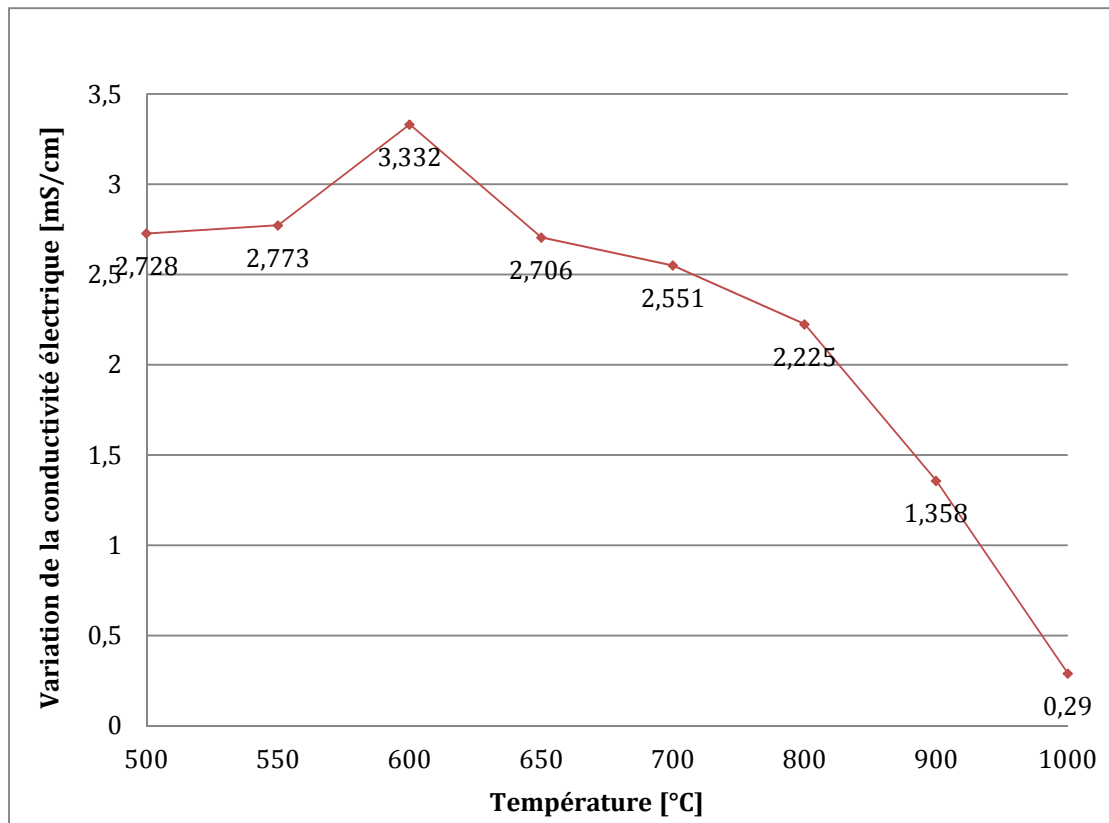


Figure 23 – Graphique de la variation de la conductivité en fonction de la température

Les résultats exprimés sont très bons par rapport à ce qui est indiqué dans la littérature. L'activité pouzzolanique est intéressante pour les températures comprises dans la fourchette de 500 à 900°C pour des combustions d'une durée de deux heures. Cela étant dit, la température de 600°C se démarque des autres en obtenant une variation de conductivité électrique plus importante que les autres. Cette valeur de température s'accorde avec les valeurs décrites dans la littérature. Pour la suite de notre étude, la température de 600°C sera donc la température adoptée pour calciner la cendre.

4.1.2.5 Composition minéralogique

La composition minéralogique de la cendre a été déterminée par DRX.

C'est seulement ici une représentation qualitative et non quantitative des phases amorphes et cristallines de la silice.

Les facteurs contrôlant si la cendre de balles de riz reste amorphe ou si elle devient cristalline sont la température et la durée de calcination. Quand la température s'élève au delà de la température de transformation, la silice amorphe, qui est métastable, commence à s'aligner et forme un treillis. La cinétique de la transformation sera faible ou haute en fonction de si l'on se trouve à une température juste au-dessus ou très loin au-dessus de la température de transformation. Si l'on s'accorde avec la littérature, on peut conclure que la balle de riz calcinée à une température de 700°C donne une cendre amorphe avec une bonne activité pouzzolanique.

Idéalement, pour un matériau totalement amorphe, nous ne devrions pas voir de pics mais juste une bande diffuse devrait être visible sur le graphe. La raison est la présence de phases cristallines, spécialement de la cristobalite et de la tridymite, pouvant apparaître lors de la calcination pas parfaitement contrôlée. Avec un tel four utilisé en laboratoire, bien que le thermostat assure une température de chauffe fixe, la température au sein du tas de balles de riz dans le bac peut varier durant les deux heures de combustion.

La DRX a été effectuée sur trois échantillons de cendres de balles de riz calcinées à des températures différentes : 600, 700 et 800°C. L'analyse quantitative est effectuée sur les raies correspondant aux distances inter-réticulaires « d » du quartz (3,34 Å, 4,26 Å, 1,82 Å et 1,54 Å), de la cristobalite (4,04 Å, 2,49 Å et 2,47 Å) et de la tridymite (4,11 Å et 4,33 Å). En effectuant la DRX, cela sert de confirmation du choix de la température de 600°C suite à l'analyse de l'activité pouzzolanique. Les résultats des DRX ayant eu lieu sont présentés sur les figures 24 à 29.

• 600°C

T W	d-spacing (Å)	Angle (°2Theta)	Background (counts/s)	Significance		
12,85512	65,61	8,63719	18,24	172,79	0,28000	0,72
5,69569	64,96	19,57060	18,06	131,03	0,12000	0,85
5,03955	51,36	22,14895	14,28	155,20	0,48000	1,00
4,20311	100,00	26,63066	27,80	214,44	0,12000	0,74
3,34657	89,16	33,62696	24,79	147,38	0,20000	1,08

Figure 24 - Résultats obtenus de la DRX pour la cendre de balles de riz - 600°C

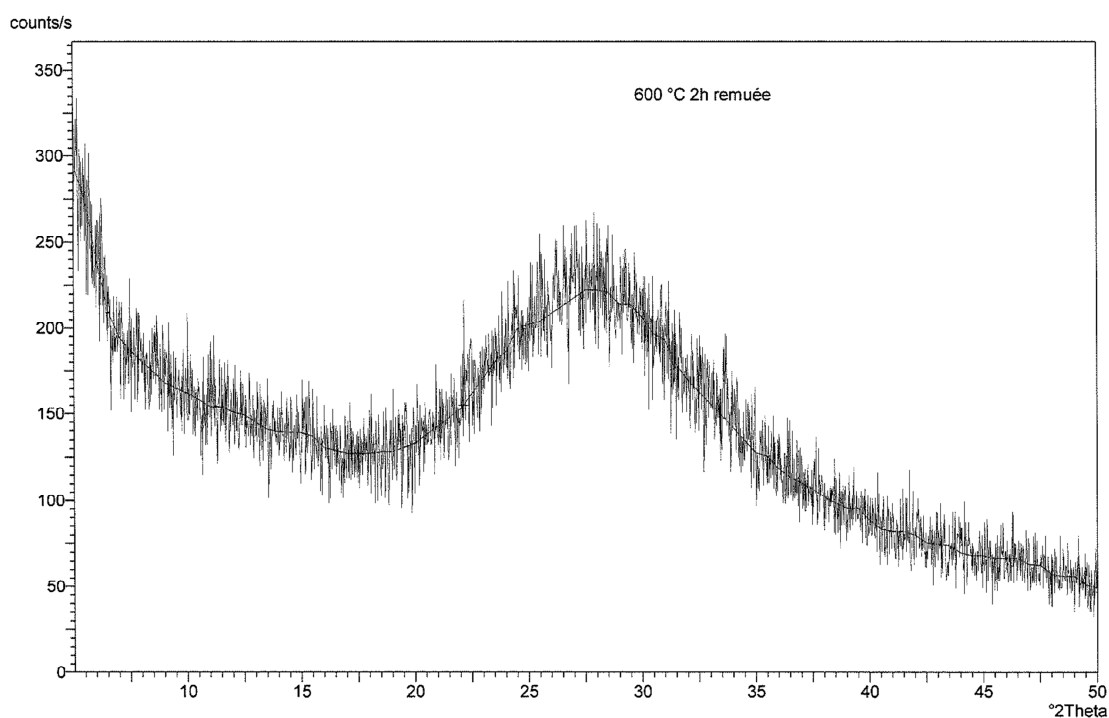


Figure 25 - Graphe de la DRX pour la cendre de balles de riz - 600°C

- 700°C

T d-spacing W ($\text{\AA}$)	Angle ($^{\circ}2\theta$)	Background (counts/s)	Significance
4,07434	29,96	27,48859	15,25
3,99741	100,00	28,02837	50,89
3,33671	46,50	33,72937	23,66
		230,06	0,10000
		228,59	0,10000
		148,26	0,48000
			0,67
			0,63
			0,68

Figure 26 - Résultats obtenus de la DRX pour la cendre de balles de riz - 700°C

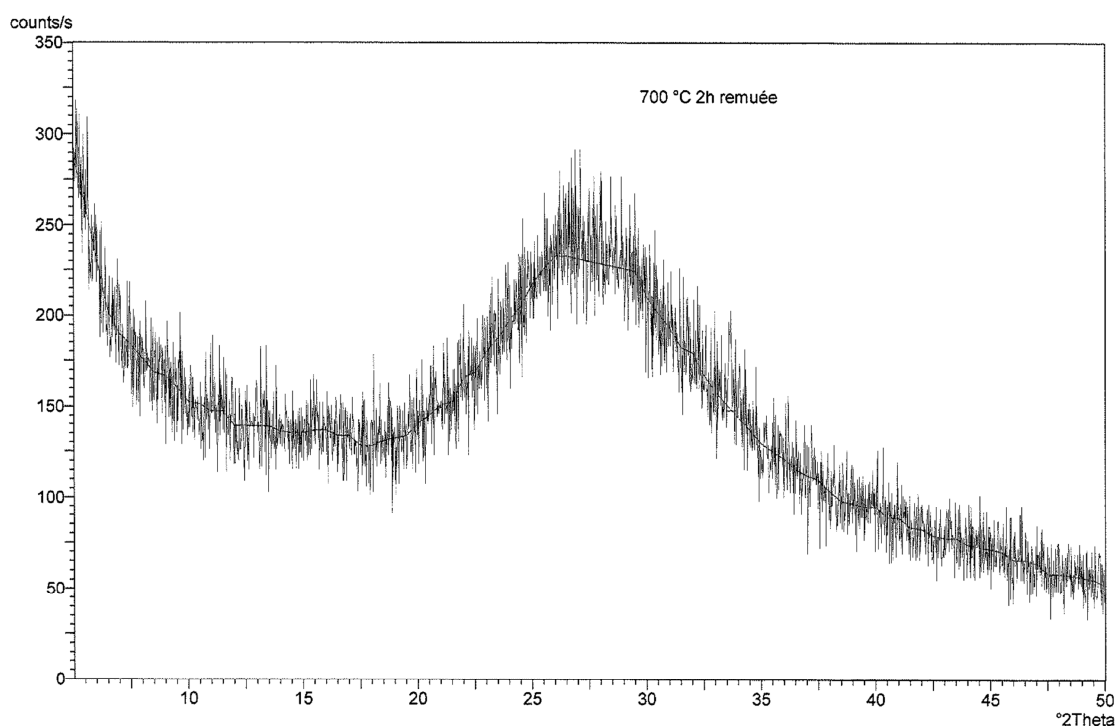


Figure 27 - Graphe de la DRX pour la cendre de balles de riz - 700°C

- 800°C

T d-spacing W ($\text{\AA}$)	Angle ($^{\circ}2\theta$)	Background (counts/s)	Significance
6,51061	16,81	17,10127	7,35
6,05491	71,39	18,39910	31,23
3,33680	100,00	33,72838	43,74
2,89753	19,36	39,03376	8,47
		117,25	0,80000
		118,13	0,06000
		136,05	0,24000
		86,65	0,20000
			0,75
			0,60
			1,66
			0,61

Figure 28 - Résultats obtenus de la DRX pour la cendre de balles de riz - 800°C

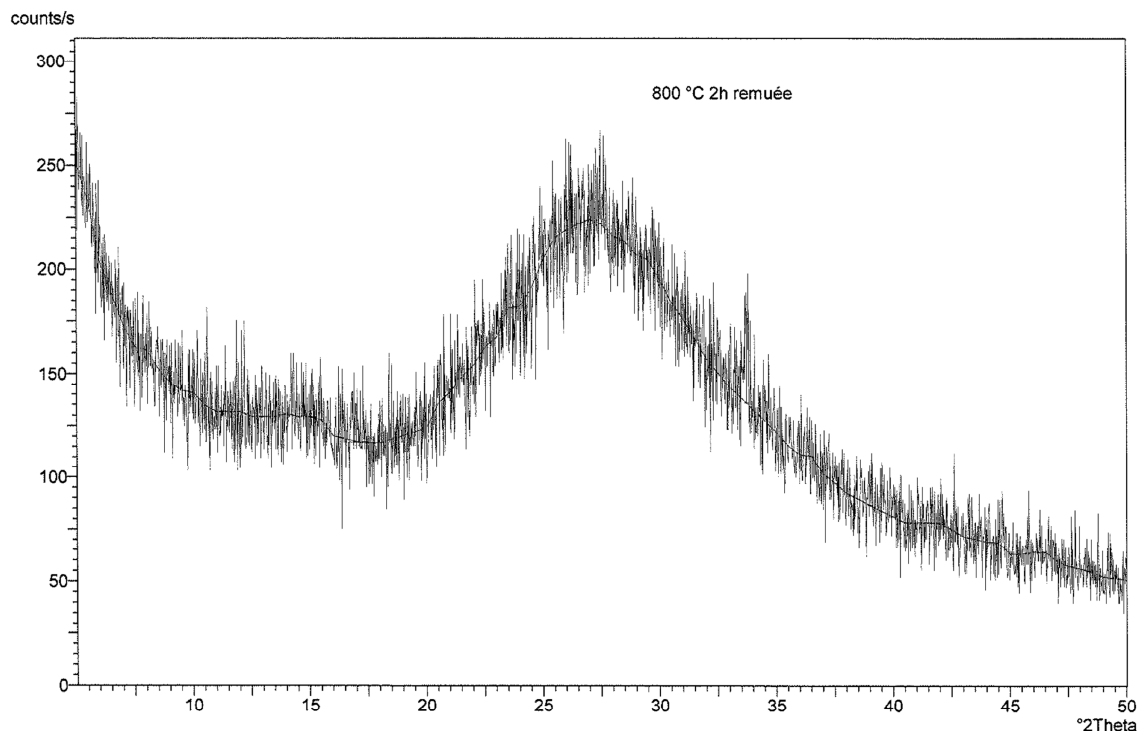


Figure 29 - Graphe de la DRX pour la cendre de balles de riz - 800°C

Nous n’observons pas de pic de diffraction net sur les graphes obtenus après DRX des trois échantillons. Ils montrent plutôt des pics diffus et larges ce qui est caractéristique d’un état amorphe et donc d’une certaine réactivité de la cendre. Les graphes ne possèdent pas une allure plate, preuve du caractère amorphe, mais ne possède pas de pic permettant de conclure que les cendres sont cristallines.

L’intensité du pic maximum est plus faible pour la cendre calcinée à 600°C que pour les autres températures.

En se référant aux tableaux des résultats, seul l’échantillon calciné à 700°C possède un pic à 4,07434 Å caractérisant la présence de cristobalite dont le « d » est compris entre 4,05 et 4,13. L’échantillon de la cendre obtenue à 600°C contient quant à lui un « d » proche de 4,20311 Å pouvant expliquer la présence de cristobalite. L’intensité de ce pic est plus faible que pour celui représentant la cristobalite à 700°C. Cela explique donc la formation de phases cristallines lorsque la température augmente.

Nous pouvons remarquer qu’entre la DRX caractérisant la cendre calcinée à 600°C et la DRX pour une cendre calcinée à 800°C, la quantité de quartz diminue. Il y a donc transformation du quartz en phase cristalline.

Ces observations faites, il faut tout de même garder un peu de recul et ne pas tirer de conclusions hâtives. En effet, les résultats obtenus suite à la DRX ne sont pas des résultats clairs et nets, et ne nous permettent de les interpréter comme désiré. Cela étant dit, la température de 600°C semble être le bon choix pour la balle de riz dont on est en présence.

4.1.2.6 Densité

La densité absolue est déterminée par l'utilisation de pycnomètres en verre (selon la norme NF EN 1097-3) avec du white spirit comme liquide de mesure. En effet, le white spirit a un plus grand pouvoir de mouillabilité et facilite donc la manipulation pour des poudres telles que les cendres de balles de riz. L'échantillon de cendres a d'abord été séché dans une étuve à 105°C. Deux pycnomètres ont été préparés afin de corréliser les résultats et s'assurer de leur cohérence. Les pycnomètres sont pour rappel des fioles jaugées d'une grande précision.

La mesure de la densité se fait par une série de trois pesées successives :

- 1) On remplit la fiole de white spirit jusqu'au repère. On mesure une masse M1.
- 2) On ajoute à côté de la fiole une quantité de cendres pour laquelle on désire connaître sa densité. On mesure une masse M2.
- 3) On place les cendres dans le pycnomètre et on ajuste le volume du white spirit jusqu'au repère. On mesure une masse M3.

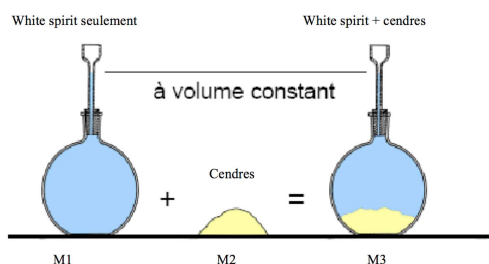


Figure 30 - Pycnomètre en verre

Les différentes prises de mesures sont notées dans le tableau ci-dessous :

	Pycnomètre 1	Pycnomètre 2
Volume du pycnomètre [cm³]	99,5196	100,0562
Poids vide [g]	45,0449	45,2981
Poids avec échantillon [g]	49,0461	49,3354
Poids de l'échantillon [g]	4,0012	4,0373
Poids avec white spirit [g]	124,7327	125,4464
Poids du white spirit [g]	75,6866	76,1110
Masse volumique du white spirit [g/cm³]	0,7724	0,7724
Volume du white spirit [cm³]	97,9889	98,5384
Volume de l'échantillon [cm³]	1,5307	1,5178
Masse volumique de l'échantillon [g/cm³]	2,61	2,66

Tableau 11 – Pycnomètre - Résultats

La densité moyenne obtenue pour la cendre utilisée est donc de **2,635 g/cm³** pour la cendre obtenue dans les conditions choisies. Notons que si on avait augmenté la durée de broyage, cette densité aurait été un peu plus élevée.

4.1.2.7 Granulométrie

La granulométrie de la cendre de balles de riz a été réalisée en deux phases. Dans un premier temps, nous avons utilisé un tamisage manuel à l'aide de tamis. Il s'agit d'une méthode simple, économique et qui permet d'obtenir de bons résultats lorsque les particules ne sont pas trop fines. Cette méthode consiste à mesurer le poids de la matière qui passe au travers de tamis calibrés. Ceux-ci sont superposés de façon décroissante et on mesure dans chacun d'eux la matière refusée après le tamisage. L'opération de tamisage se fait à sec et est réalisée par un appareil faisant vibrer l'ensemble de la colonne de tamis.

Dans notre étude, nous avons choisis les tamis suivant : 250 μ m, 125 μ m, 80 μ m, 63 μ m et 45 μ m. Cela nous a donc permis d'obtenir une première partie de la granulométrie concernant les particules de taille supérieure à 45 μ m.

La seconde phase s'est effectuée au moyen d'un granulomètre à diffraction laser de type Mastersizer 2000. Ce système utilise le principe de la diffraction et de la diffusion d'un faisceau laser frappant les particules. Chaque particule diffracte la lumière selon un angle en fonction de sa taille. Suite à cela, il est donc possible d'établir la granulométrie du matériau. Ce système est composé d'un banc optique et d'un préparateur d'échantillon. L'échantillon du matériau est dispersé et passe à travers la zone de mesure du banc optique. Le laser frappe les particules et différents détecteurs mesurent précisément l'intensité de la lumière diffusée par les particules du matériau sur une large gamme angulaire.



Figure 31 - Granulomètre à diffraction laser – Mastersizer 2000

Le préparateur d'échantillons permet que l'échantillon de matériau soit envoyé vers le banc optique avec une concentration correcte et une dispersion stable et appropriée. Les modules assurant la dispersion des particules de matériaux fonctionnent en voie liquide. Le dispersant est soit de l'eau, soit un solvant (exemple : éthanol). En mouillant la surface de chacune des particules, les molécules diminuent leur énergie de surface ce qui réduit en conséquence les forces d'attraction entre les particules en contact. Le dispersant permet donc que le matériau soit en suspension. Pour assurer l'homogénéité et la suspension des particules, l'échantillon est mis en recirculation continue au niveau de la cellule de mesure.

Pour que les particules soient convenablement dispersées individuellement, une agitation fournie par une pompe est appliquée. Lorsque le matériau est extrêmement fin, on a recours à l'utilisation d'ultrasons.

Cette technique se repose sur la théorie de Fraunhofer, c'est-à-dire que les particules sont considérées sphériques, non poreuses et opaques et ainsi qu'elles diffractent la lumière avec la même efficacité quelle que soit leur taille. Ces hypothèses permettent de ne pas devoir connaître les indices de réfraction de l'échantillon et du milieu porteur. Par expérience, cette théorie offre des résultats cohérents.

L'appareil électronique peut tout à fait mesurer des particules pouvant atteindre des tailles jusque 2mm. Le souci est que la diffraction est bien plus grande pour les grandes particules ce qui a comme conséquence de limiter fortement la précision sur les fines. Un pré-tamissage à l'aide des tamis est donc judicieux à ce niveau là.

Notons, que pour la mesure de la cendre de balles de riz, l'eau sera utilisée comme dispersant.

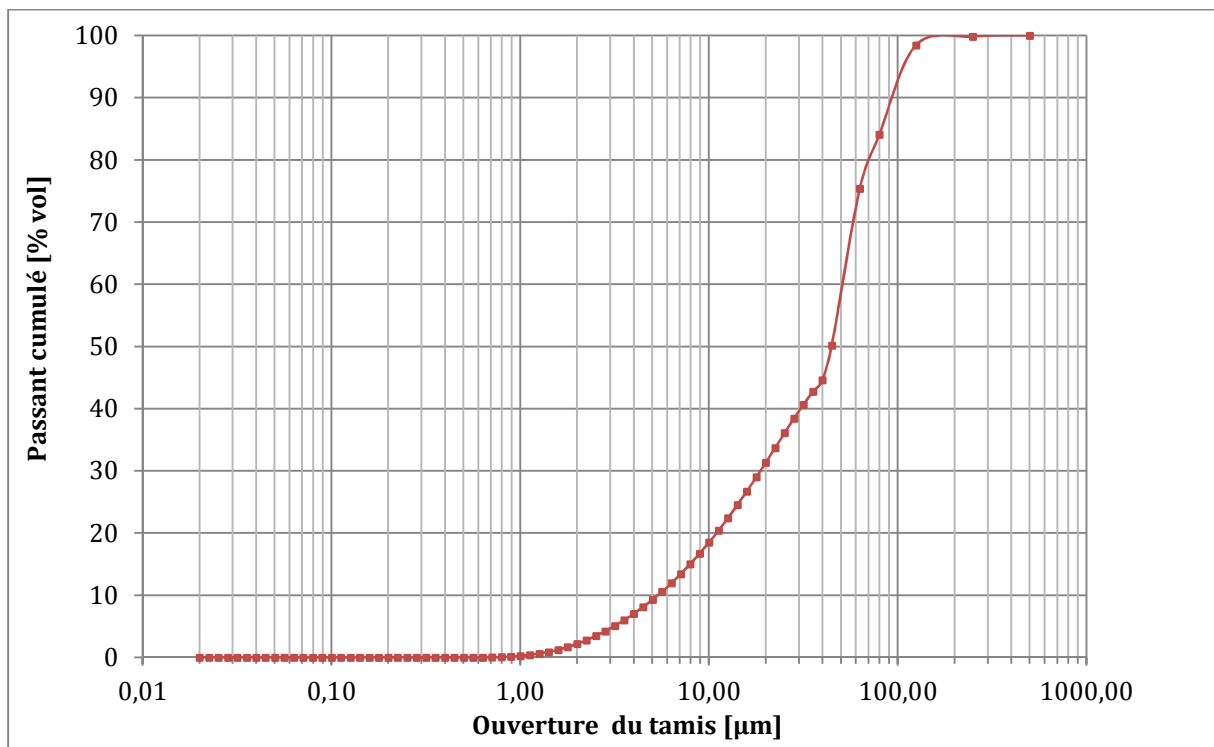


Figure 32 - Granulométrie de la cendre de balles de riz

4.1.2.8 Surface spécifique

La surface spécifique, parfois appelée finesse de Blaine, permet de calculer la finesse d'une poudre. Celle-ci est caractérisée par la surface spécifique, autrement dit la surface totale développée par tous les grains dans un gramme de poudre étudiée. Son unité est le cm^2/g .

La surface spécifique a été déterminée par la méthode de Blaine (EN 196-6). Pour chacun des échantillons préalablement séchés dans une étuve à 105°C , deux tests ont été réalisés avec pour chacun deux prises de mesures. Après cela une valeur moyenne a pu être obtenue.

L'essai a pour but de mesurer le débit d'air capable de passer au travers de la poudre. La surface spécifique n'est pas directement calculée dans cet essai, elle est comparée à une

poudre dont on connaît sa surface spécifique. Dans cet essai, nous faisons passer un volume d'air à travers la cendre. Plus le temps sera important pour faire traverser ce volume d'air, plus la surface spécifique sera importante. Dans les conditions dictées par la norme, la surface spécifique est proportionnelle à $\sqrt{t}$.



Figure 33 - Perméabilimètre de Blaine

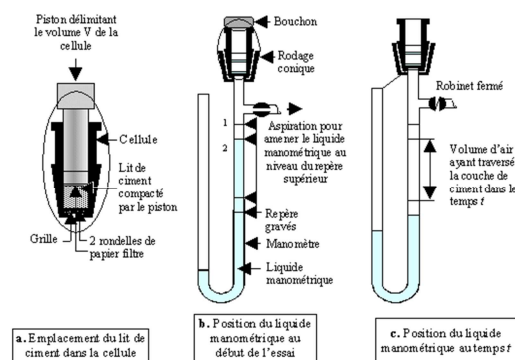


Figure 34 – Principe de fonctionnement de la méthode de Blaine

Matériaux de construction 1, Prof. J.P. DELISLE, F. ALOU, Lausanne, octobre 1978

Pour chaque prise d'essai, la cellule, le piston ainsi que les filtres en papier et la grille métallique sont pesés avant et après que la cendre soit ajoutée et compactée. Par la différence de masses, la porosité peut être calculée en utilisant le volume de la cellule et de la densité précédemment calculée.

A partir de la mesure du temps, de la température et de la constante de l'appareil de Blaine ($k=2,47$), la surface spécifique de Blaine peut être calculée.

La surface spécifique moyenne obtenue est de $16455 \text{ cm}^2/\text{g}$. Cette surface spécifique est valide dans les conditions d'essai dans lesquelles elle a été déterminée :

Température [°C]	Humidité relative [%]	Pression [Pa]	Viscosité de l'air [Pa.s]
21,3	65,7	101000	0,00001824

Tableau 12 - Conditions de l'essai de Blaine

Déjà mentionné auparavant, la porosité des particules de la cendre est le premier facteur influençant la surface spécifique. Le matériau le plus poreux dans la cendre est le carbone restant et par conséquent une grande quantité de carbone aura une surface interne importante et donc une grande demande en eau.

La surface spécifique obtenue est plus faible que celles qui ont été exposées dans la littérature. Cela s'explique par un temps de broyage plus élevé que le temps de 12 secondes choisi dans notre situation.

4.1.2.9 Morphologie

Pour caractériser la morphologie de la cendre de balles de riz, nous utilisons un granulomorphomètre pour analyser les particules. Au moyen de l'appareil Occhio 500nano, nous pouvons mesurer des tailles et analyser la morphologie de particules à partir de 400 nm jusqu'à 2mm. Ce système est composé d'une caméra de haute résolution, d'un éclairage spécifique et d'un disperseur dédié aux fines particules afin de réaliser des analyses morphologiques très précises.

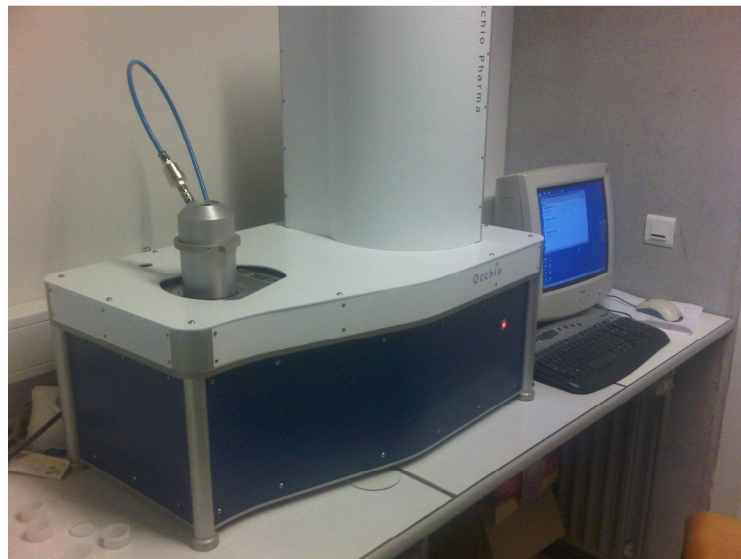


Figure 35 - Granulomorphomètre Occhio 500nano

□ Un tel appareil ne remplace en rien un microscope électronique à balayage. Le granulomorphomètre donne une indication au niveau de la taille et de la forme des particules. La mise au point est effectuée automatiquement et nous offre une résolution d'un demi micromètre par pixel. Le problème rencontré avec ce type de mesure est l'étalement des tailles des particules. En effet, lors de la mise au point de l'appareil, celui-ci doit ajuster sa lentille et doit se focaliser sur les particules. Si il décide de s'ajuster sur les grandes, il passera à côté des plus petites et vice-versa.

Etant donné la précision de l'appareil, un filtre a été placé pour le recensement des particules. Seules les particules ayant un diamètre moyen compris entre 10 et 100 microns seront analysées permettant ainsi d'avoir des résultats cohérents. Si cela n'avait pas été le cas, les plus petites particules auraient semblées sphériques au niveau de la morphologie.

Remarquons qu’il s’agit d’une projection bidimensionnelle d’un objet tridimensionnelle. Les particules ont donc choisi se placer face à la lentille selon une position aléatoire mais souvent préférentielle. Certains paramètres n’appartenant pas au plan ne sont donc pas pris en compte par l’analyse. Un certain esprit critique est donc à maintenir durant l’observation des résultats.

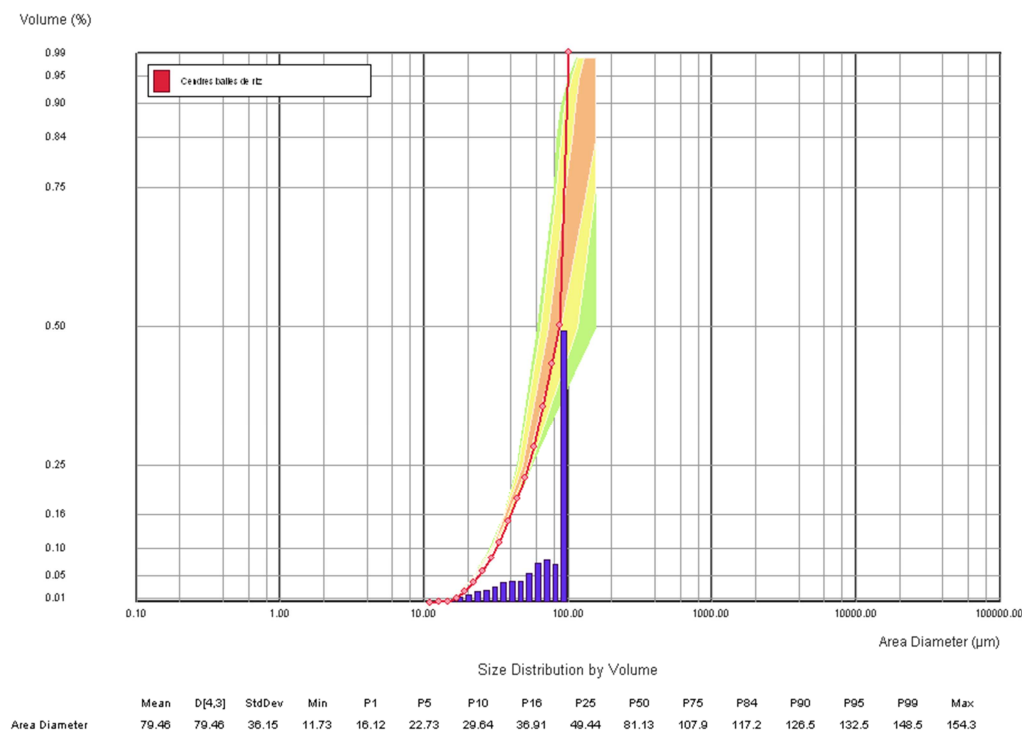


Figure 36 - Distribution de taille des particules de cendre de balles de riz (en volume)

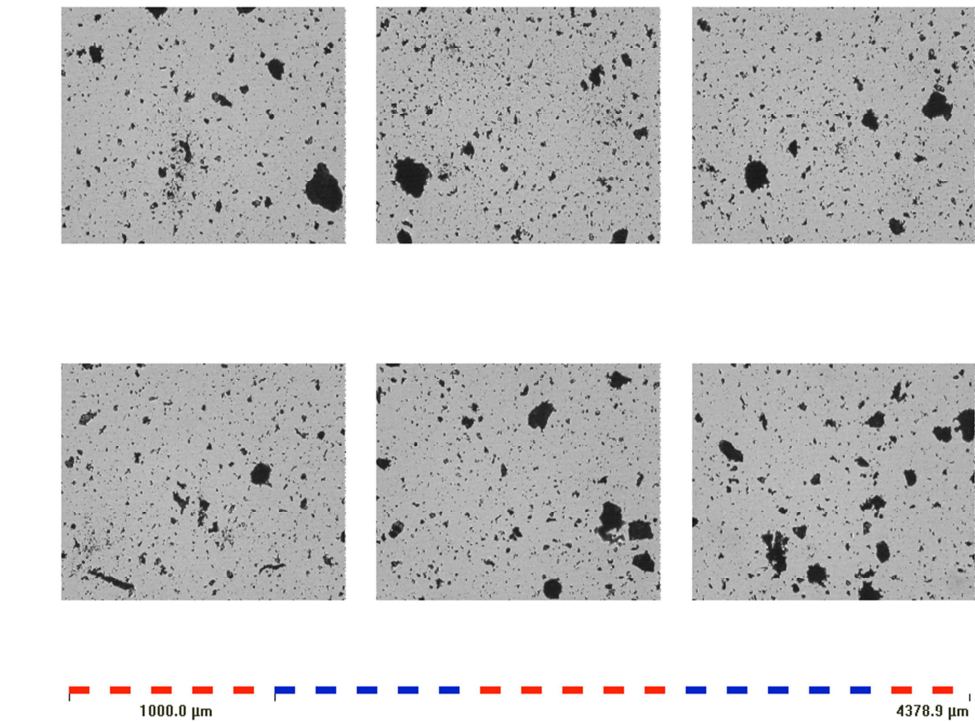


Figure 37 - Images de la cendre de balles de riz – ½ µm/pixel

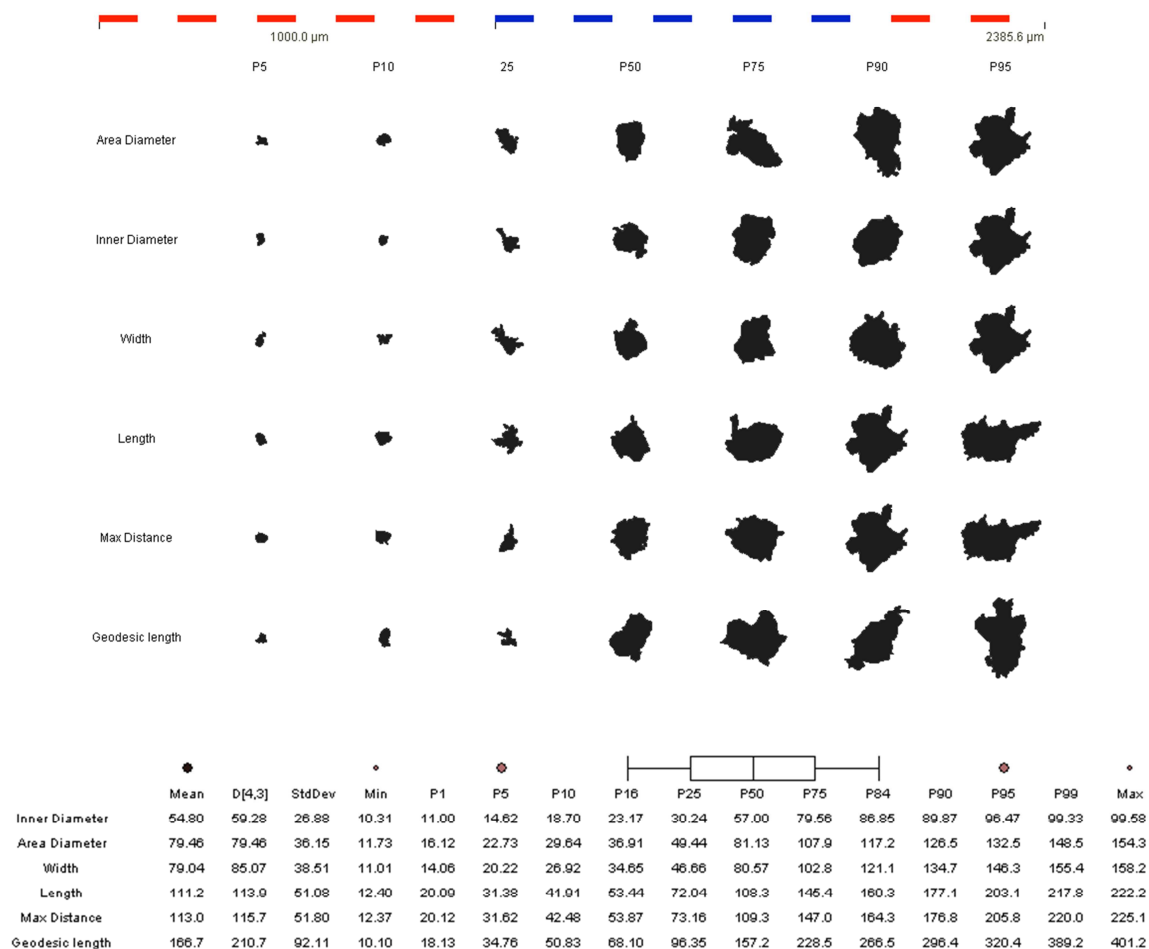


Figure 38 - Pourcentage des tailles de particules de cendre de balles de riz

4.1.2.10 Composition chimique

La composition chimique de la balle de riz n'est pas traitée dans ce travail. Une étude par fluorescence-X pourrait être effectuée afin de déterminer chacun des constituants de la cendre utilisée.

4.1.2.11 Conclusions

A partir de ces résultats, certaines conclusions peuvent être tirées :

- La cendre de balles de riz possède une phase amorphe lorsqu'elle est calcinée à une température de 600°C. Elle possède une bonne activité pouzzolanique lorsque l'on compare à la littérature consultée.
- La cendre de balles de riz possède une grande surface spécifique ce qui expliquera une probable demande en eau importante pour la mise en œuvre des mortiers. La forme des particules en sera également une raison.

4.2 Autres matériaux

Afin de mettre en œuvre différents mortiers et pouvoir en analyser leurs résistances mécaniques, d'autres matériaux ont été choisis et sont caractérisés dans ce chapitre. Dans la mesure du possible, des matériaux malgaches ont été préférés et lorsque ce n'était pas le cas, des matériaux semblables ont été utilisés.

4.2.1 Chaux

La chaux est une chaux hydraulique et sert de liant au sein des compositions. Cette chaux provient de l'entreprise « Safy » située à Tulear, dans le sud-ouest de Madagascar. Il s'agit d'une entreprise leader dans son secteur. Dans leur gamme de produit, la chaux utilisée est la chaux Tropic.

4.2.1.1 Densité

La densité n'est pas mesurée via le même essai que pour la cendre de balles de riz. Nous utilisons un pycnomètre à gaz suivant la norme NF EN ISO 8130-2. Ce pycnomètre est un moyen rapide de mesurer avec précision la densité et la porosité d'un matériau. Le volume et la densité d'un échantillon sont facilement calculés à l'aide de deux lectures de pression affichées sur l'indicateur digital.

Il y a trois volumes disponibles 5 cm³, 35 cm³ et 150 cm³ fonction de la taille de l'échantillon à mesurer. Étant donné que nous sommes en présence de poudre, nous choisissons le plus petit des volumes.

Ce matériel utilise un gaz à 140-170 kPa. Les gaz pouvant être employés sont l'azote ou l'hélium. De préférence, l'hélium est très souvent choisi, il fait preuve de meilleures performances étant donné qu'il est stable avec tous matériaux.



Figure 39 - Pycnomètre à gaz

L'échantillon à analyser est introduit dans la petite cellule en aluminium du pycnomètre. L'hélium est alors confiné à une certaine pression P_1 dans le volume V_1 connu d'une cellule. Le gaz est ensuite libéré dans le volume de détente V_2 dans lequel se situe l'échantillon. Nous obtenons alors une certaine pression P_2 . Le volume V_e de l'échantillon dont on connaît la masse M_e peut pour finir être déterminée grâce à la loi des gaz parfaits. La prise de mesure est effectuée quatre fois afin d'avoir un résultat reproductif.

Après essai, on obtient une chaux de densité valant **2,4244 g/cm³**.

Notons que cette technique n'est pas préférée au pycnomètre en verre pour la cendre de balles de riz en raison de la trop grande porosité de celle-ci. Après essai avec l'hélium, la densité moyenne pour la cendre de balles de riz vaut 3,6807 g/cm³ contre 2,635 g/cm³ pour la densité obtenue via le pycnomètre en verre. Cette valeur est complètement erronée, elle surestime la densité réelle.

4.2.1.2 Surface spécifique

La surface spécifique de la chaux est déterminée par la méthode de Blaine explicitée dans le chapitre concernant la caractérisation de la balle de riz. La surface spécifique de la chaux vaut **11510 cm²/g**. Elle est mesurée dans les mêmes conditions de laboratoire que pour la cendre de balles de riz.

4.2.1.3 Granulométrie

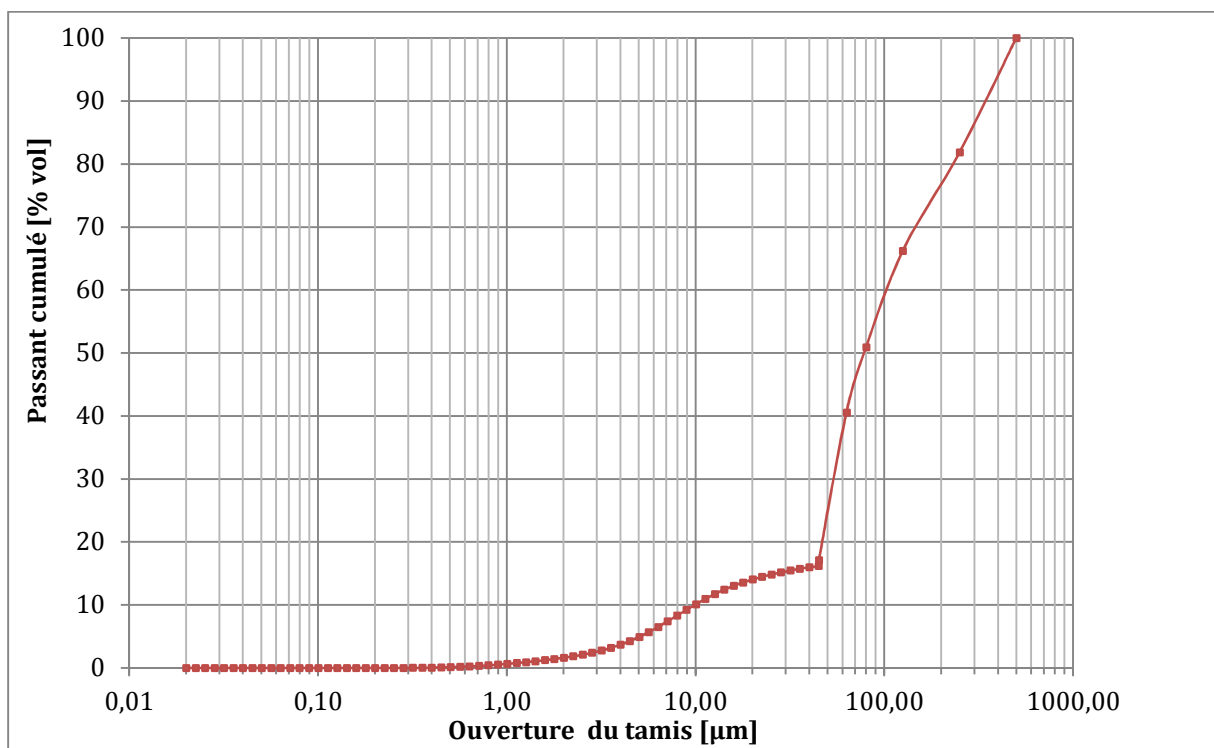


Figure 40 - Granulométrie de la chaux

La brisure de la courbe granulométrique s'explique par la moindre précision de la première phase de tamisage par rapport à la granulométrie établie électroniquement.

4.2.2 Ciment Portland

Le ciment Portland utilisé est un ciment CEM I 52,5 N produit à Lixhe par le cimentier CBR. Il respecte la norme européenne EN 197-1. Il contient en moyenne 98% de clinker Portland et le reste est constitué de fillers. Ce ciment a une durée de prise de 2h40 et possède après 28 jours une résistance en compression supérieure à 52,5N/mm².

A Madagascar, trois types de ciments sont produits par le cimentier Holcim dans la région de la capitale, Antananarive. Parmi eux, le ciment « Manda » est un ciment Portland CEMI 42,5N possédant une proportion de clinker de 95 à 100%. A 28 jours, il aura donc une résistance minimum de 42,5 N/mm². Une fiche technique de ce ciment est jointe en annexe.

Lors du retour en Belgique suite au séjour à Madagascar, une trop faible quantité de ce ciment fut ramenée. Un ciment de composition quasi équivalente a donc été choisi en Belgique malgré la différence de résistance après 28 jours.

	Unités	Valeurs moyennes	Exigences	
			min.	max.
Constituants en % de la somme des constituants principaux et secondaires				
Clinker (K)	%	98	95	100
Filler	%	2	–	5
Ajouts en % du ciment fini				
Régulateur de prise	%	6,0	–	–
Agent de mouture	%	< 0,2	–	1,0
Agent réducteur*	%	0,5	–	–

Figure 41 - Ciment Portland - Composition déclarée

4.2.2.1 Composition chimique

	Unités	Valeurs moyennes	Exigences	
			min.	max.
CaO	%	64	–	–
SiO ₂	%	21	–	–
Al ₂ O ₃	%	5	–	–
Fe ₂ O ₃	%	4	–	–
C ₃ A	%	7	–	–
Sulfate SO ₃	%	2,9	–	4,0
Résidu insoluble	%	0,5	–	5,0
Perte au feu	%	1,3	–	5,0
Chlorures	%	0,06	–	0,10
Chrome (VI)*	%	< 0,0002	–	0,0002
Na ₂ O équivalent	%	0,85**	–	–

* Conformément au Règlement CE 1907/2006 (Reach), la teneur en chrome (VI) soluble est limitée à 0,0002 % maximum. La teneur en chrome (VI) est déterminée selon EN 196-10.

** Valeur moyenne + 1,96 x écart-type

Figure 42 - Ciment Portland - Composition chimique

4.2.2.2 Densité

Tout comme la chaux, nous utilisons le pycnomètre à gaz. La marche à suivre est exactement identique.

Après essai, on obtient une chaux de densité valant **3,1386 g/cm³**.

4.2.2.3 Surface spécifique

Par la méthode de Blaine, on détermine la surface spécifique du ciment Portland vaut **4225 cm²/g**. Cette valeur s'accorde parfaitement avec la valeur moyenne de 4400 cm²/g donnée par le cimentier CBR. Elle est mesurée dans les mêmes conditions de laboratoire que pour la cendre de balles de riz.

4.2.2.4 Granulométrie

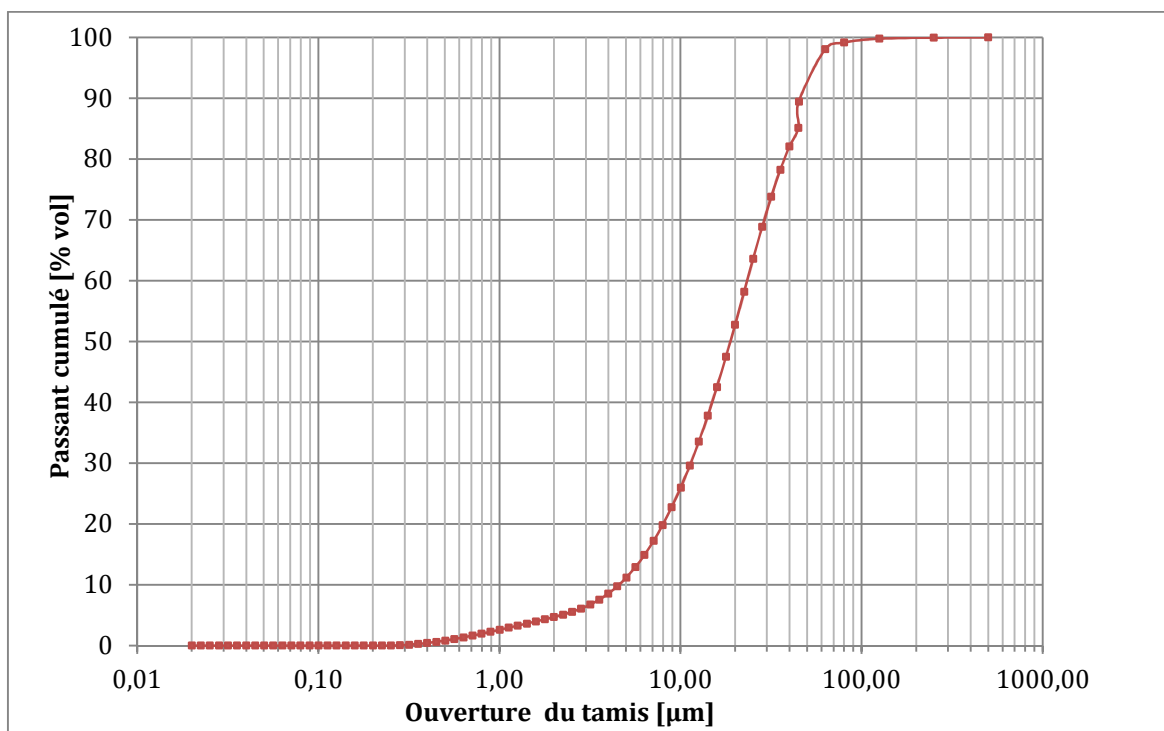


Figure 43 - Granulométrie du ciment Portland

4.2.3 Sable

Le sable utilisé est du sable normalisé CEN. Il s'agit d'un sable naturel et ses propriétés sont décrites dans la norme 196-1 que nous utiliserons plus tard pour les mélanges. Il possède une teneur en silice d'au moins 98% de silice et une teneur en humidité de moins de 0,2%. Le sable se présente sous sachet en plastique de $1350 \pm 5g$. La granulométrie est explicitée dans le tableau ci-dessous.

Tamis ouverture des mailles (mm)	Refus cumulés (%)
0.08	99 ± 1
0.16	87 ± 5
0.50	67 ± 5
1.00	33 ± 5
1.60	7 ± 5
2.00	0

Tableau 13 - Granulométrie du sable normalisé CEN

4.2.4 Fillers

Les fillers choisis sont des fillers calcaires « Calcitec ».

4.2.4.1 Densité

Tout comme la chaux et le ciment, nous utilisons le pycnomètre à gaz. La marche à suivre est exactement identique.

Après essai, on obtient une chaux de densité valant **2,7151 g/cm³**.

4.2.4.2 Surface spécifique

Par la méthode de Blaine, on détermine la surface spécifique du ciment Portland vaut **4441 cm²/g**. Elle est mesurée dans les mêmes conditions de laboratoire que pour la cendre de balles de riz.

4.2.4.3 Granulométrie

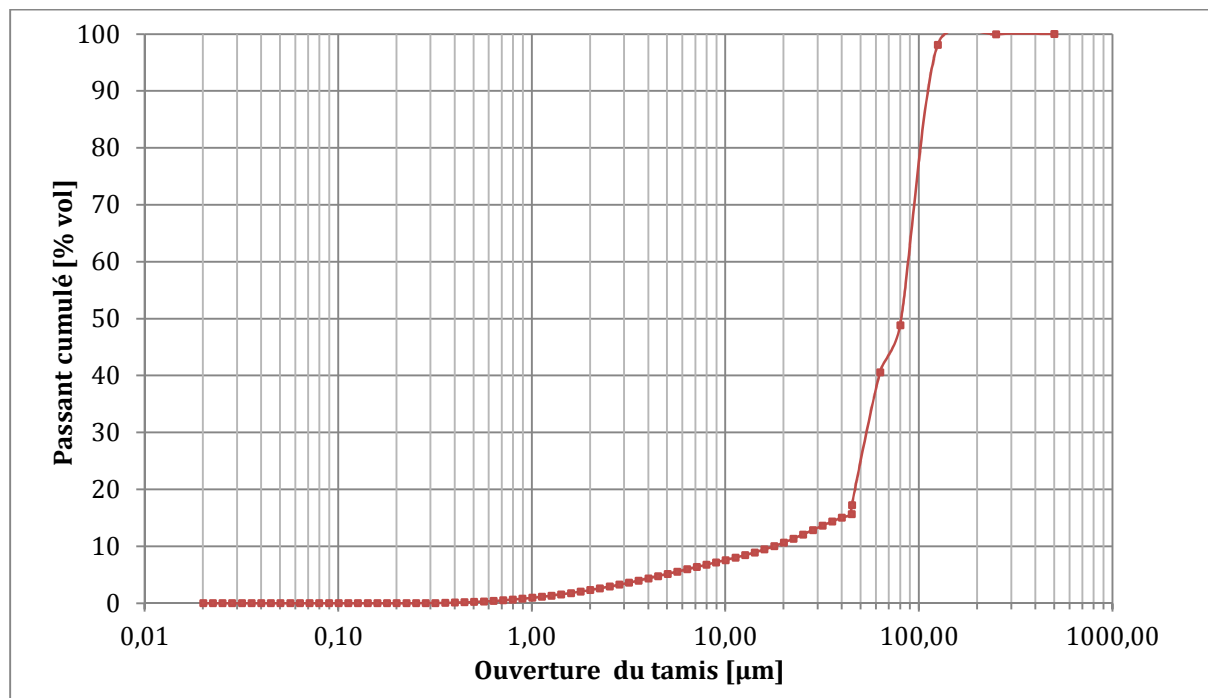


Figure 44 - Granulométrie des fillers calcaires

4.2.5 Cendres volantes de centrales thermiques

Il s'agit de cendres volantes provenant de centrales thermiques aux Pays-Bas, dans la région de Nimègue plus précisément. Cette cendre est utilisée comme additif dans les ciments produits à Lixhe (Belgique) par le cimentier CBR.

4.2.5.1 Composition chimique

La composition chimique nous a été donnée par les laboratoires de recherche du cimentier CBR à Lixhe. Ils ont effectué 17 échantillons sur la période de statistique communiquée. Les valeurs moyennes des constituants sont les suivants :

Constituants	Proportion [%]
SiO₂	54,08
Al₂O₃	23,40
Fe₂O₃	6,43
CaO	4,06
Na₂O	0
K₂O	2,02
MgO	1,80
Perte Feu	3,19

Tableau 14 - Composition chimique de la cendre de centrales thermiques

4.2.5.2 Densité

Tout comme les matériaux précédents, nous utilisons le pycnomètre à gaz. La marche à suivre est exactement identique.

Après essai, on obtient une chaux de densité valant **2,2794 g/cm³**. Elle est mesurée dans les mêmes conditions de laboratoire que pour la cendre de balles de riz.

4.2.5.3 Surface spécifique

Par la méthode de Blaine, on détermine la surface spécifique du ciment Portland vaut **3105 cm²/g**. Cette valeur est en accord avec la valeur moyenne de 2927 cm²/g communiquée sur la fiche technique accompagnant les cendres.

4.2.5.4 Granulométrie

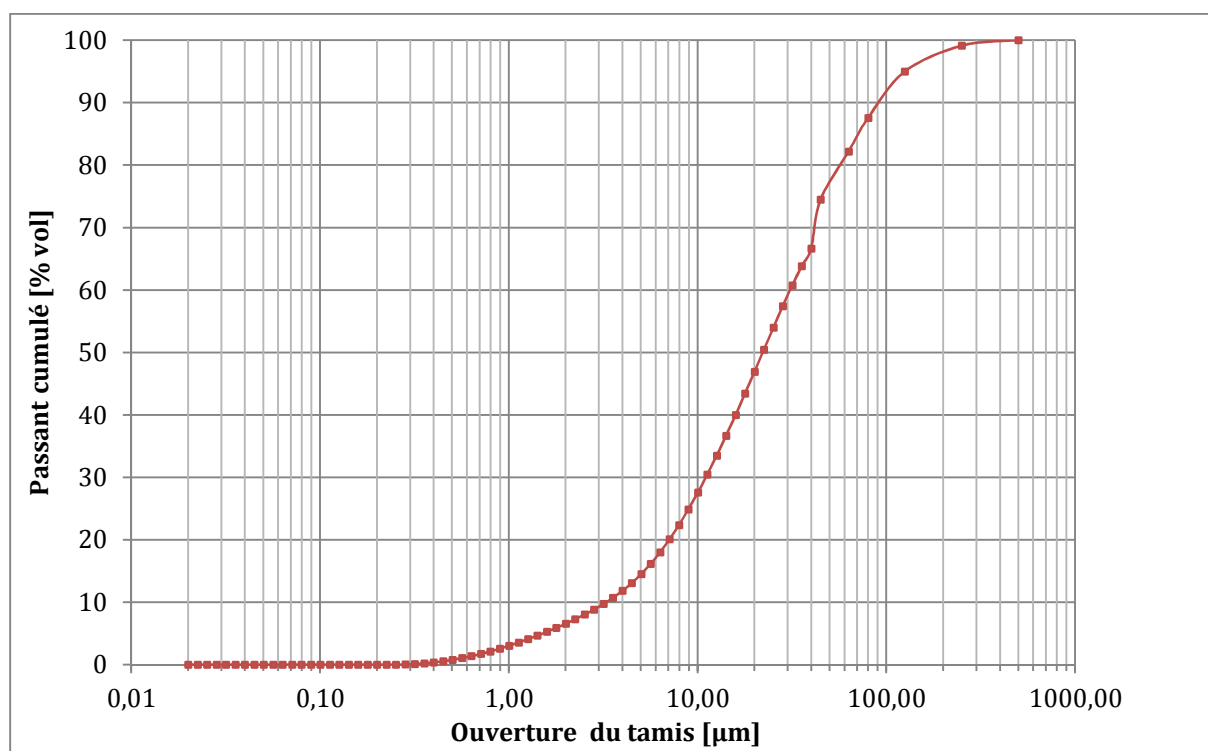


Figure 45 - Granulométrie des cendres volantes de centrales thermiques

4.2.5.5 Morphologie

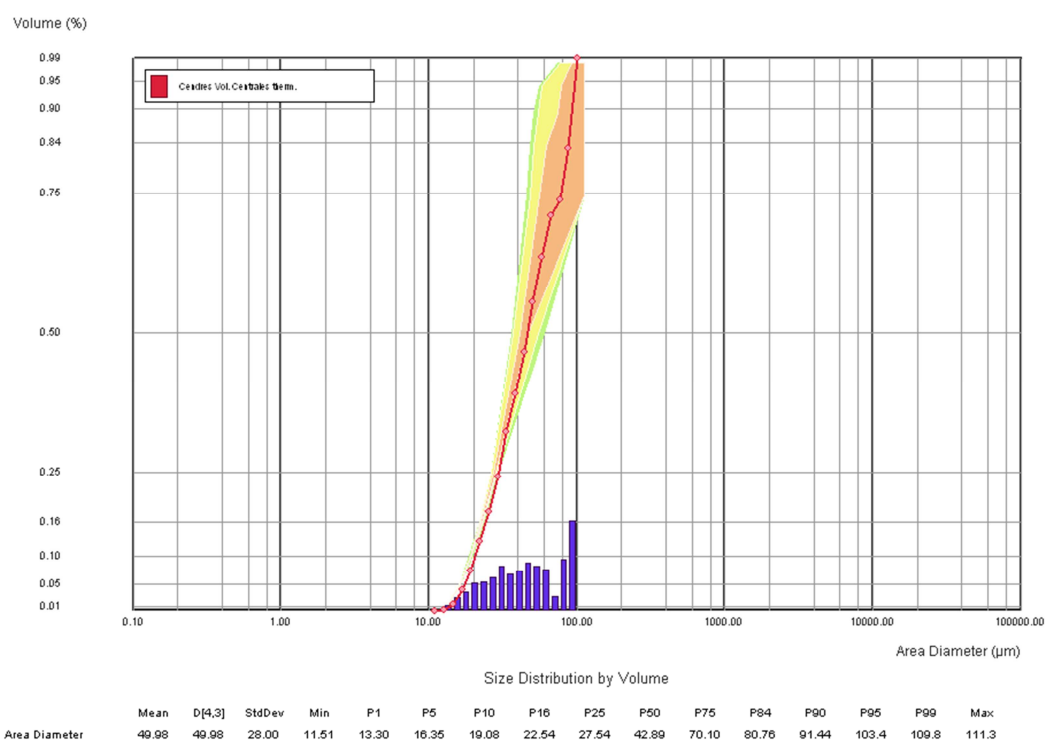


Figure 46 - Distribution de taille des particules de cendres volante de centrales thermiques (en volume)

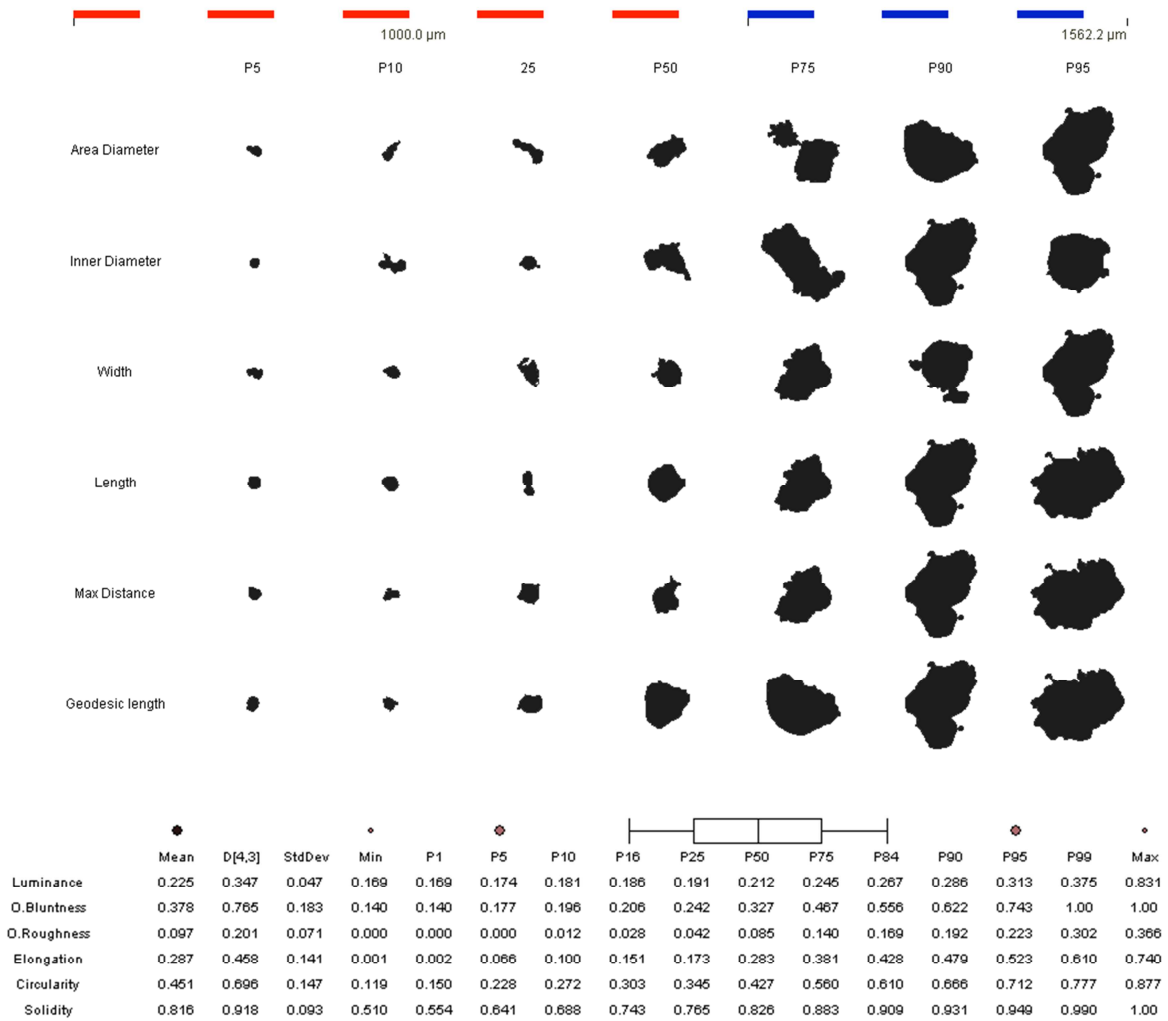


Figure 47 - Pourcentage des tailles de particules de cendres volantes de centrales thermiques

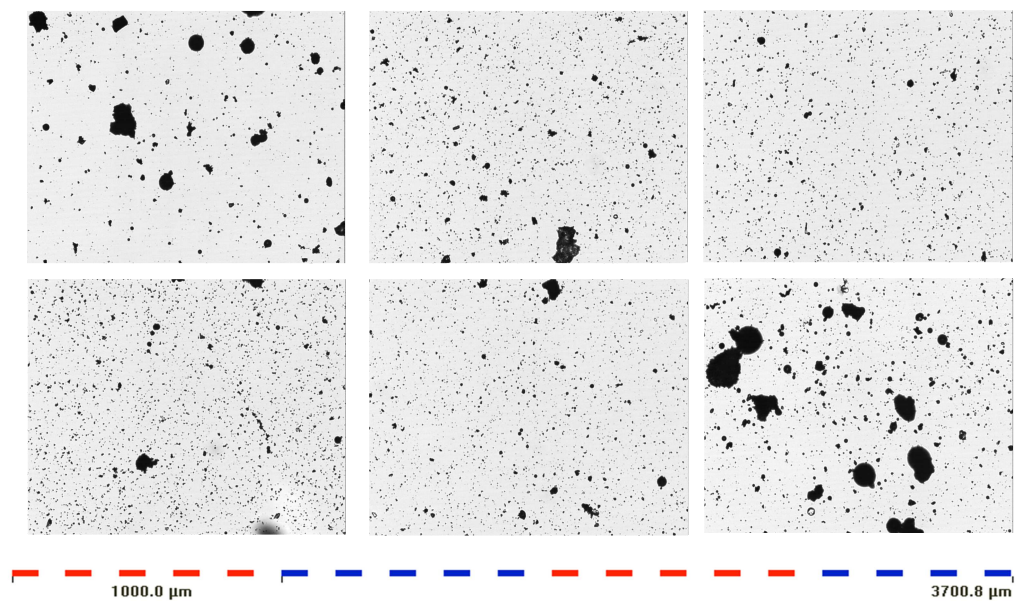


Figure 48 - Images de la cendres volantes de centrales thermiques – ½ μm/pixel

- Comparaison cendres volantes de centrales thermiques / de balles de riz

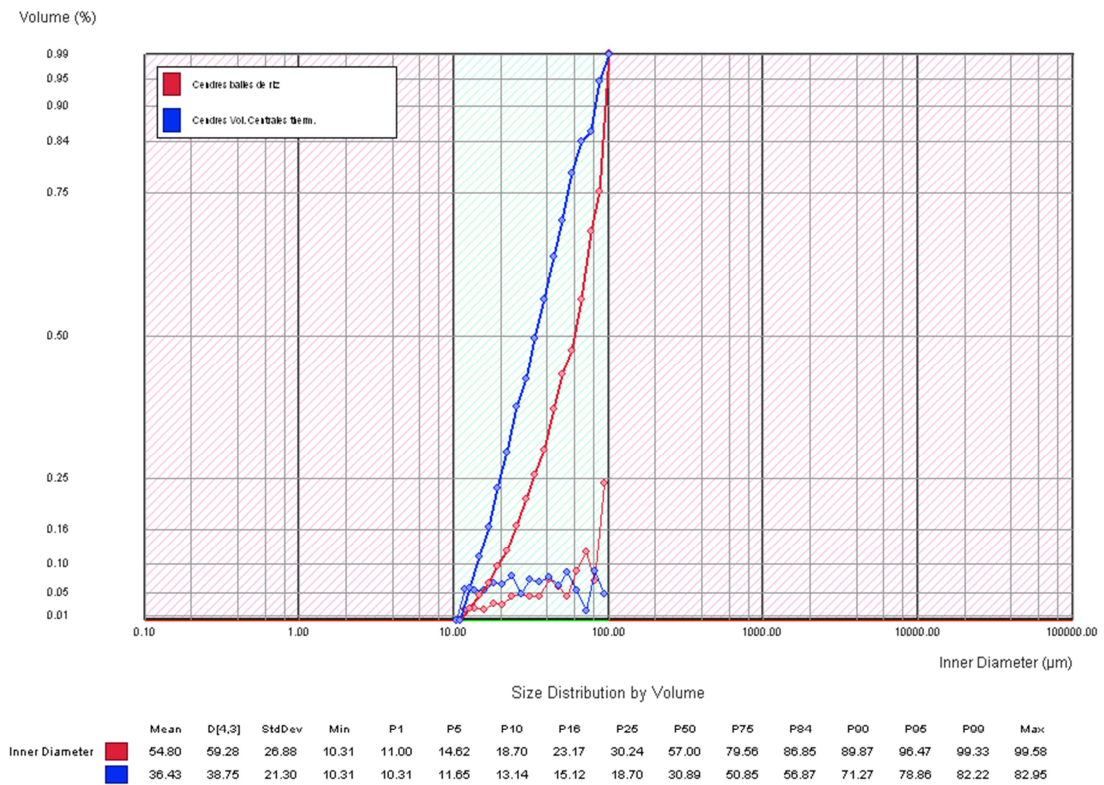
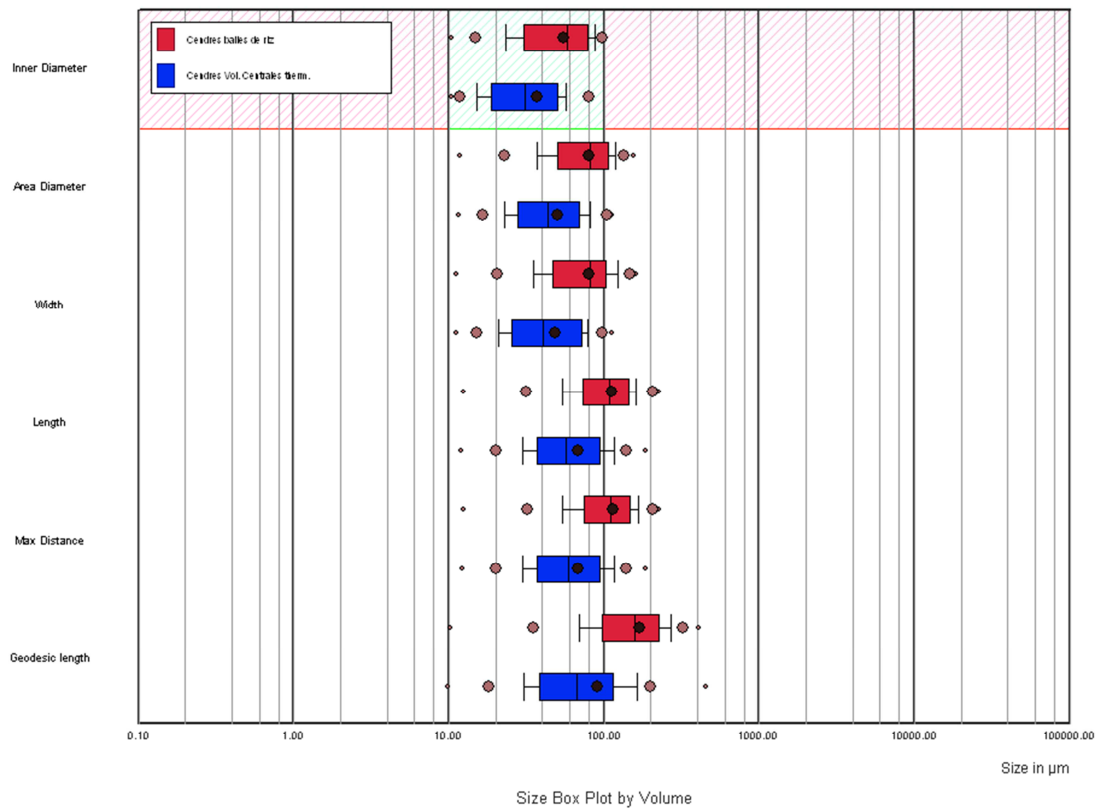
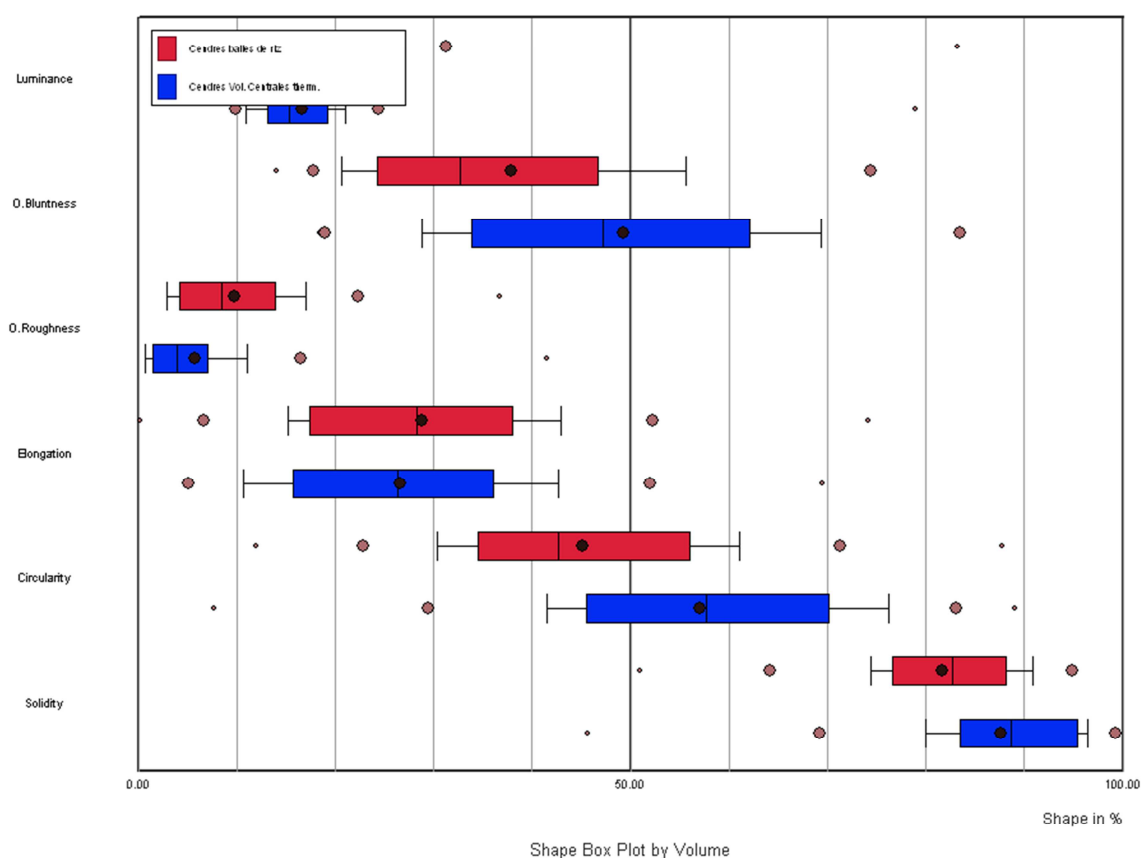


Figure 49 - Distribution de taille des particules des deux cendres



	Mean	D[4,3]	StdDev	Min	P1	P5	P10	P16	P25	P50	P75	P84	P90	P95	P99	Max
Inner Diameter	54.80	59.28	26.88	10.31	11.00	14.62	18.70	23.17	30.24	57.00	79.56	86.85	89.87	96.47	99.33	99.58
Area Diameter	38.43	38.75	21.30	10.31	10.31	11.65	13.14	15.12	18.70	30.89	50.85	56.87	71.27	78.86	82.22	82.95
Width	79.46	79.46	36.15	11.73	16.12	22.73	29.64	36.91	49.44	81.13	107.9	117.2	126.5	132.5	148.5	154.3
Length	49.98	49.98	28.00	11.51	13.30	16.35	19.08	22.54	27.54	42.89	70.10	80.76	91.44	103.4	109.8	111.3
Max Distance	79.04	85.07	38.51	11.01	14.06	20.22	26.92	34.65	46.66	80.57	102.8	121.1	134.7	146.3	155.4	158.2
Geodesic length	48.39	50.82	27.96	11.01	12.67	14.94	17.45	20.82	25.17	40.32	72.21	78.23	90.12	96.07	108.7	111.9
	111.2	113.9	51.08	12.40	20.09	31.38	41.91	53.44	72.04	108.3	146.4	160.3	177.1	203.1	217.8	222.2
	67.29	75.97	39.19	11.79	15.00	20.12	24.74	29.71	36.48	56.64	95.00	116.1	131.4	137.0	156.7	184.0
	113.0	115.7	51.80	12.37	20.12	31.62	42.48	53.87	73.16	109.3	147.0	164.3	176.8	205.8	220.0	225.1
	67.83	76.44	39.44	12.08	14.87	20.00	24.70	29.74	36.88	58.06	95.24	116.0	135.3	136.9	157.3	183.9
	166.7	210.7	92.11	10.10	18.13	34.76	50.83	68.10	96.35	157.2	228.5	266.5	296.4	320.4	389.2	401.2
	89.44	231.4	73.21	9.68	11.80	17.90	23.95	30.32	38.20	66.02	115.6	163.5	180.0	196.2	308.6	447.4

Figure 50 - Pourcentage des tailles des particules des deux cendres



	Mean	D[4,3]	StdDev	Min	P1	P5	P10	P16	P25	P50	P75	P84	P90	P95	P99	Max
Luminance	0.225	0.347	0.047	0.169	0.169	0.174	0.181	0.186	0.191	0.212	0.245	0.267	0.286	0.313	0.375	0.831
O.Bluntness	0.166	0.286	0.062	0.099	0.099	0.099	0.104	0.109	0.131	0.153	0.192	0.210	0.225	0.244	0.414	0.789
O.Roughness	0.378	0.765	0.183	0.140	0.140	0.177	0.196	0.206	0.242	0.327	0.467	0.556	0.622	0.743	1.00	1.00
Elongation	0.492	0.800	0.190	0.184	0.184	0.189	0.257	0.287	0.338	0.472	0.622	0.693	0.757	0.834	0.959	1.00
Circularity	0.097	0.201	0.071	0.000	0.000	0.000	0.012	0.028	0.042	0.085	0.140	0.169	0.192	0.223	0.302	0.366
Solidity	0.057	0.192	0.067	0.000	0.000	0.000	0.002	0.007	0.014	0.038	0.071	0.110	0.130	0.164	0.316	0.415
	0.287	0.458	0.141	0.001	0.002	0.066	0.100	0.151	0.173	0.283	0.381	0.428	0.479	0.523	0.610	0.740
	0.266	0.442	0.144	0.000	0.009	0.050	0.086	0.106	0.157	0.263	0.362	0.426	0.459	0.520	0.621	0.694
	0.451	0.696	0.147	0.119	0.150	0.228	0.272	0.303	0.345	0.427	0.560	0.610	0.666	0.712	0.777	0.877
	0.570	0.749	0.172	0.076	0.076	0.294	0.357	0.415	0.465	0.577	0.702	0.762	0.794	0.831	0.862	0.890
	0.816	0.918	0.093	0.510	0.554	0.641	0.688	0.743	0.765	0.826	0.883	0.909	0.931	0.949	0.990	1.00
	0.875	0.944	0.101	0.456	0.456	0.691	0.757	0.799	0.835	0.886	0.955	0.964	0.981	0.993	1.00	1.00

Figure 51 - Pourcentage en forme des particules des deux cendres

Au moyen d'un tel appareil de mesure, plusieurs facteurs de forme sont analysés. Détaillons les différents facteurs présents sur le graphe précédent :

- **Luminance** : Niveau de gris moyen de la particule
- **O. Bluntness** : Quantifie les aspérités des particules
- **O. Roughness** : Quantité de matière qui doit être ajoutée à la particule pour que la particule ait une surface extérieure lisse.
- **Elongation** : Rapport entre la largeur et la longueur de la particule
- **Circularity** : Degré auquel la particule est similaire à un cercle
- **Solidity** : Rapport entre l'aire de la particule et l'aire de l'enveloppe convexe englobant la particule

En comparant les deux cendres au niveau de leur morphologie, différentes choses peuvent être retirées. Dans un premier temps, nous pouvons remarquer que les particules de cendres volantes de centrales thermiques sont plus fines que pour les cendres de balles de riz. Elles possèdent chacune une granulométrie plutôt étalée. Ensuite, les cendres issues des centrales thermiques sont plus sphériques que celles de balles de riz après broyage. Au niveau de leur forme, les CBR sont plus grossières, leur surface extérieure est moins lisse. La CBR présente beaucoup plus d'aspérités ce qui peut être un paramètre dans la demande en eau lors de la constitution d'un mortier ou d'un béton. La forme de la CBR est également en accord avec la grande surface spécifique trouvée via la méthode de Blaine.

La CBR présente aussi une forme plus allongée que la cendre de centrales thermiques. Cela peut s'expliquer par la nature première de ces cendres. La CBR est issue d'un végétal fibreux et garde son caractère de forme allongé après calcination et broyage.

4.2.6 Récapitulatif

Afin d'y voir plus clair au niveau des caractéristiques des matériaux étudiés, nous exposons quelques tableaux récapitulatifs.

4.2.6.1 Densité

	Chaux	Ciment	Fillers calcaires	Cendres Vol. de Centrales Thermiques	Cendre de Balles de riz
Densité [g/cm³]	2,4244	3,1386	2,7151	2,2794	2,635

4.2.6.2 Surface spécifique

	Chaux	Ciment	Fillers calcaires	Cendres Vol. de Centrales Thermiques	Cendre de Balles de riz
Surface Spécifique [cm ² /g]	11510	4225	4441	3105	16455

Tableau 15 - Récapitulatif des surfaces spécifiques

4.2.6.3 Granulométrie

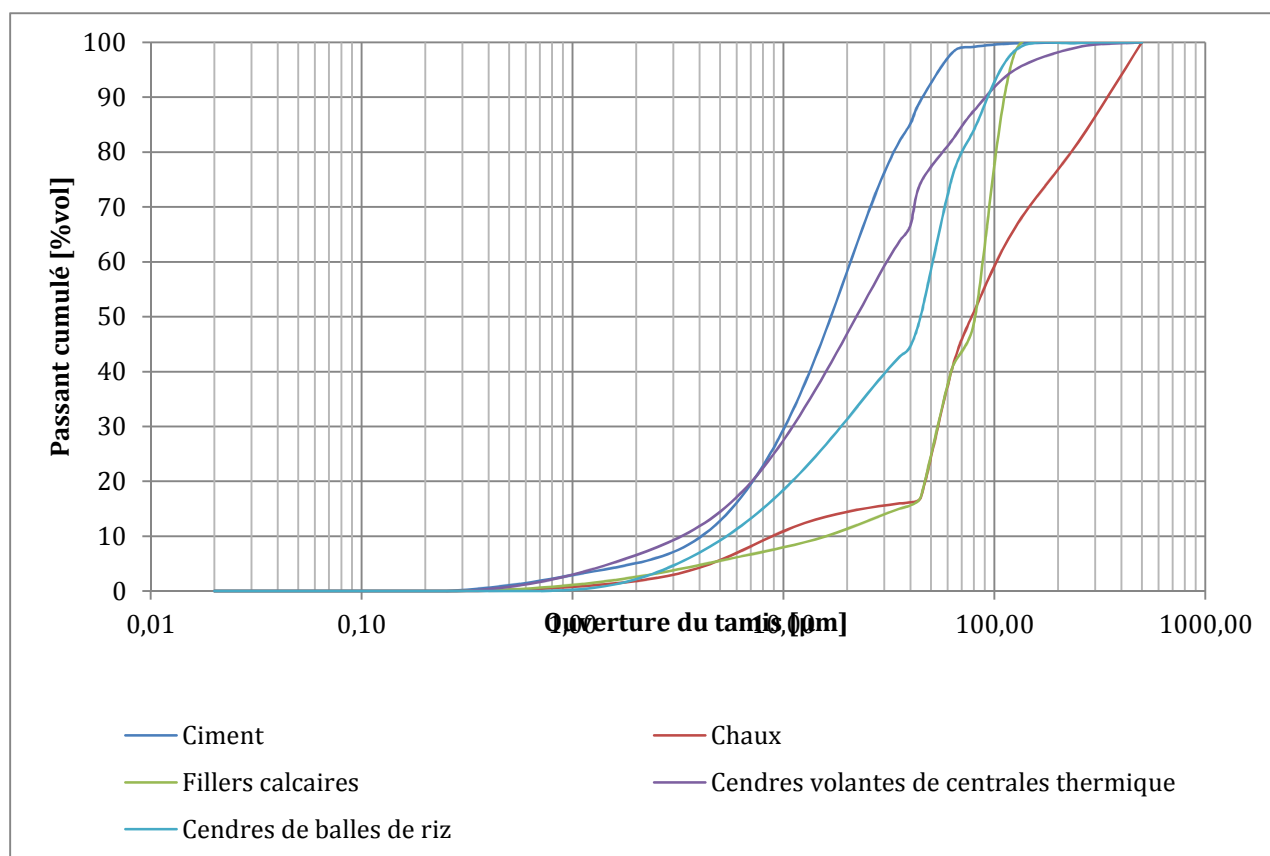


Tableau 16 - Courbes granulométriques des matériaux

4.3 La composition des mortiers

Huit mélanges ont été réalisés au moyen de chaux, de ciment Portland, de sable, de fillers calcaires, de cendres volantes de centrales thermiques et bien entendu de cendres de balles de riz. Ils ont été préparés en respectant la norme européenne NF EN 196-1. Pour chacun d'eux, 450g de liant et 1350g de sable ont été utilisés, autrement dit un rapport 1 : 3.

Parmi les huit mélanges, trois ont été constitués avec de la cendre de balles de riz et ont été comparés aux autres mélanges de composition établie. Un premier n'est composé que de ciment Portland, il sert de référence dans ce programme expérimental. Les quatre autres mélanges ne contenant pas de cendres de balles de riz ont une substitution du ciment par un autre matériau c'est-à-dire de la chaux, des fillers calcaires ou des cendres volantes de centrales thermiques. Pour le second mélange, nous remplaçons 25% du ciment par de la

chaux, pour le troisième, 25% du ciment par des fillers calcaire et pour le quatrième 25% du ciment par des cendres volantes de centrales thermiques. Pour le cinquième mélange, nous substituons 25% du ciment par 12,5% de chaux et 12,5% de cendres volantes de centrales thermiques. Les trois derniers mélanges sont composés d'une portion de cendres de balles de riz. Dans la sixième composition, 10% du ciment est remplacé par de la cendre de balles de riz. Pour le septième, 25% du ciment par de la cendre de balles de riz et pour le dernier 25% du ciment par 12,5% de chaux et 12,5% de cendre de balles de riz.

La substitution de 25% du ciment par les autres matériaux n'est pas choisie par hasard. En effet, cela est réalisé en accord avec le principe d'indice d'activité des matériaux pouzzolaniques. Celui-ci est une caractéristique importante, elle permet d'évaluer l'efficacité de la pouzzolane. Elle est calculée en faisant le rapport entre les résistances à la compression à 90 jours du mortier contenant 25% d'un autre matériau en substitution (AS) et celle du mortier sans substitution (SS) et celle du par le biais de la formule suivante :

$$I = R_{C28\ AS} / R_{C28\ 25SS}$$

Une bonne activité pouzzolanique est représentée par un indice supérieur à 1. Le détail de toutes ces compositions est présenté dans le tableau ci-dessous.

Echant.	Ciment	Sable	Chaux	Fillers Calcaires	C.V. Centrales Therm.	Cendres Balles de Riz	Eau
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1	450	1350	-	-	-	-	225
2	337,5	1350	112,5	-	-	-	225
3	337,5	1350	-	112,5	-	-	225
4	337,5	1350	-	-	112,5	-	225
5	337,5	1350	56,25	-	56,25	-	225
6	405	1350	-	-	-	45	225
7	337,5	1350	-	-	-	112,5	225
8	337,5	1350	56,25	-	-	56,25	225

Tableau 17 – Compositions des mortiers

Le rapport eau/liant de tous les mortiers mis en œuvre a été gardé constant pour chacun d'eux. Une quantité d'eau supplémentaire peut être ajoutée à certaines compositions pour obtenir une ouvrabilité suffisante. On en prendra conscience en réalisant les tests de consistance de

mortiers. Dans ce programme, la demande en eau n'a pas été un paramètre étudié, le rapport eau/ciment est gardé égal à 0,5.

L'ouvrabilité est mesurée suivant la norme NF EN 1015-3. L'ouvrabilité se détermine au moyen d'une table à secousses. Une fois que le mortier a été mis en œuvre suivant la norme NF EN 196-1 et démoulé d'un moule tronconique, il reçoit 15 chocs successifs durant 15 secondes. Ensuite, on mesure le diamètre final de la galette qui possédait un diamètre initial de 100mm. Le diamètre final de la galette se calcule en prenant la moyenne de deux diamètres perpendiculaires d1 et d2, à 10mm près.

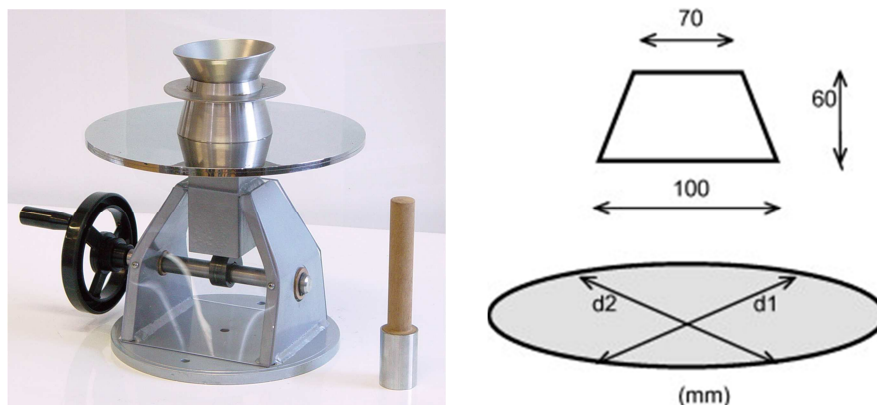


Figure 52 - Table à secousses
source : <http://www.la.refer.org/materiaux/default.html>

Les diamètres d'étalement pour chacun des mortiers sont les suivants :

Composition	d1 [mm]	d2 [mm]	Diamètre d'étalement [mm]
1	156	158	157
2	125	123	124
3	170	162	166
4	152	150	151
5	123	125	124
6	113	119	116
7	148	140	144
8	118	116	117

Tableau 18 - Test de consistance des mortiers - Résultats

Les mortiers 7 et 8 ont chacun eu de mauvais résultats en terme de consistance. Pour le mortier 7, on remarque via la figure 53 qu'il n'y a pas la formation nette d'une galette après les secousses. Le mélange étant trop sec, des petites projections sont observables durant les 15 chocs successifs. Il s'agit manifestement d'un manque d'eau. Pour le mortier 8 constitué de ciment Portland, de chaux et de cendres de balles de riz, l'ouvrabilité n'est pas suffisante, le diamètre d'étalement en témoigne. Une quantité d'eau supplémentaire est donc demandée.



Figure 53 - Etalement pour la composition 7

4.4 Programme expérimental

4.4.1 Préparations des éprouvettes de mortier

Les mortiers dont les compositions sont décrites précédemment sont préparés en laboratoire suivant les instructions de la norme NF EN 196-1 au moyen d'un malaxeur respectant cette norme.



Figure 54 - Malaxeur normalisé

Dans un premier temps, l'eau est mise dans la cuve du malaxeur. Ensuite le ciment et les autres matériaux y sont versés avant de mettre le malaxage en route durant 30 secondes à petite vitesse. Après ce laps de temps, durant les 30 secondes suivantes, le sable est introduit régulièrement. Les 30 secondes suivantes, le malaxage continue mais à vitesse rapide. Le malaxeur est ensuite arrêté durant 1 minute et 30 secondes. Durant les 15 premières secondes, un raclage du mortier sur les parois et le fond de la cuve est exigé. Pour terminer, un malaxage final a lieu pendant 1 minute à grande vitesse.

Ces opérations de malaxage sont récapitulées dans le tableau suivant :

Opérations	Introduction de l'eau	Introduction du ciment		Introduction du sable		Raclage de la cuve		
Durée			30s	30s	30s	15s	75s	60s
Etat du malaxeur	Arrêt		Vitesse lente		Vit. rapide	Arrêt		Vit. rapide

Tableau 19 - Opérations de malaxage du mortier

Après ces opérations, le mortier est directement coulé dans les moules. Ces moules sont constitués de 3 compartiments d'une longueur de 160mm et d'une section de 40x40mm chacun. Le mortier est placé dans ces compartiments en deux couches successives.



Figure 55 - Moules pour barrettes

Ensuite, un compactage a lieu au moyen d'une table à secousses. Chacun des moules subit 60 chocs durant une minute.



Figure 56 - Table à secousses

Après cette phase, le moule est placé en chambre humide à une température de 20°C et à une humidité relative de plus de 98%. Après un jour de séchage, les barrettes sont démoulées et mises dans des bacs sous eau dans une chambre humide. Ils seront testés après 7, 28 et 90 jours. Pour chaque composition, neuf barrettes ont été réalisées, trois pour chaque temps de test.

4.4.2 Méthodes expérimentales

Dans notre programme expérimental, nous avons prévu de déterminer la résistance en flexion et en compression des mortiers réalisés. Ces résistances sont déterminées en accord avec la norme NF EN 196-1.

4.4.2.1 Essai de flexion

La résistance en flexion du mortier est déterminée en appliquant un essai de flexion en trois points. Pendant ce test, la barrette est chargée en son centre par une force concentrée et supportée par deux appuis espacés de 100mm l'un de l'autre. Pour la charge maximale, on définit alors la résistance en flexion du mortier testé.

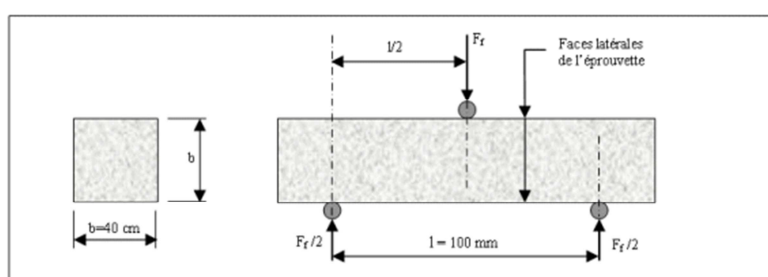


Figure 57 - Dispositif pour l'essai de résistance à la flexion



Tableau 20 - Essai de flexion en laboratoire

4.4.2.2 Essai de compression

Une fois que l'essai de flexion a été réalisé, on obtient les deux moitiés de la barrette rompue. Sur chacune de ces parties, l'essai de compression va être appliqué pour mesurer la résistance en compression. La charge sur le prisme est introduite via deux plateaux de 40 x 40mm opposés l'un à l'autre et situés de part et d'autre du mortier. Une fois que la rupture survient pour une charge donnée, on peut déterminer la résistance en compression du mélange testé.

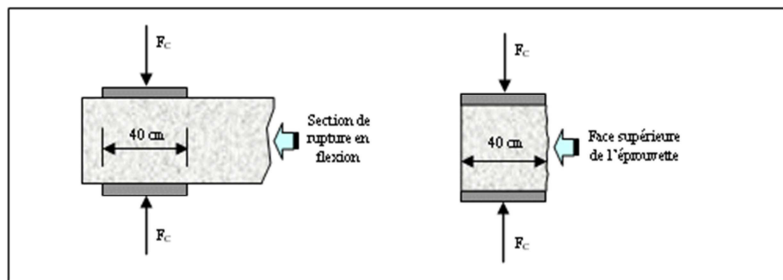


Figure 58 - Dispositif pour la rupture en compression



Figure 59 - Essai de compression en laboratoire

4.4.3 Résultats et discussions

Echantillons	Flexion - 7 jours			
	Barrette 1	Barrette 2	Barrette 3	Moyenne
	[N/mm ²]	[N/mm ²]	[N/mm ²]	[N/mm ²]
1	4,92	6,73	7,07	7,1
2	5,25	3,84	4,39	4,5
3	5,28	6	6,11	5,8
4	5,23	4,93	4,04	4,7
5	4,92	4,42	5,18	4,8
6	5,56	5,72	5,47	5,6
7	4,31	2,98	2,77	3,4
8	4,89	5,67	6,35	5,6

Tableau 21 - Résultats Essai de Flexion - 7 jours

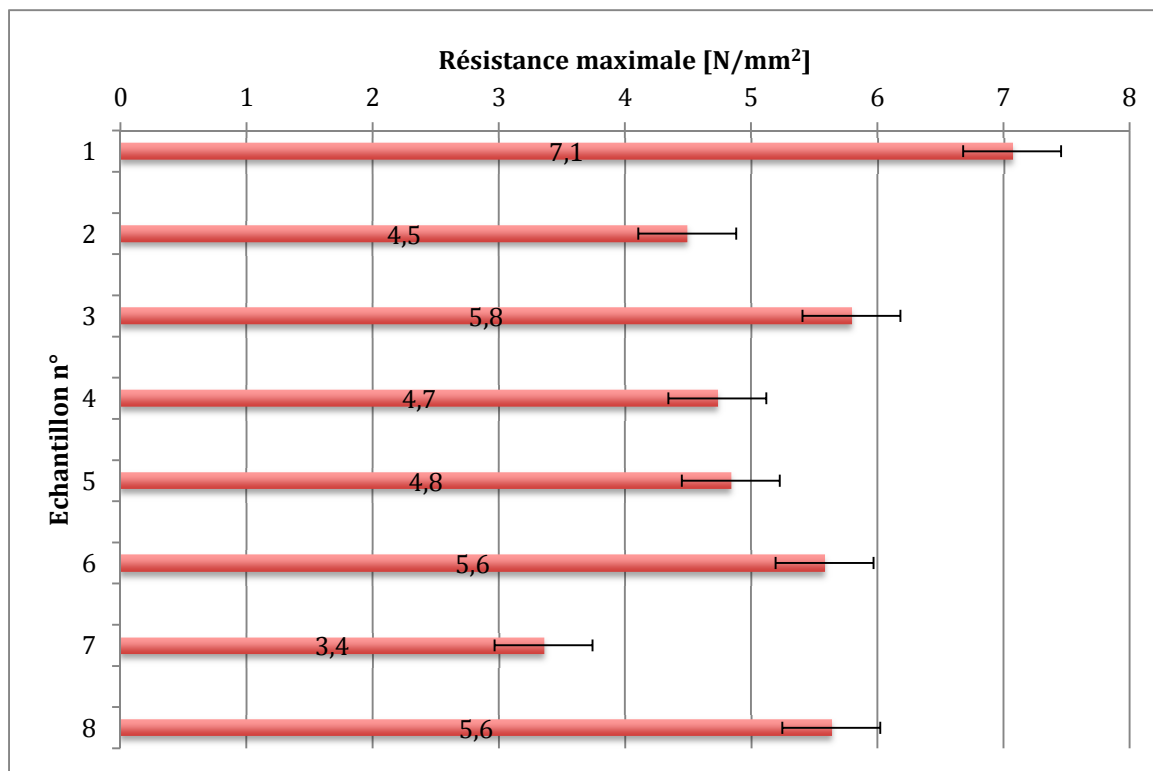


Figure 60 - Résistance en Flexion après 7 jours

Echantillons			Compression - 7 jours				
Barrette 1			Barrette 2		Barrette 3		Moyenne
[N/mm²]			[N/mm²]		[N/mm²]		[N/mm²]
	a	b	a	b	a	b	
1	27,4	31,8	30,2	40,0	44,0	43,7	43,9
2	30,8	28,3	23,0	20,2	24,6	25,8	25,5
3	31,8	31,1	37,4	33,6	34,0	35,6	33,9
4	29,6	29,3	30,5	31,1	23,6	21,1	27,5
5	31,8	29,9	25,8	26,4	28,6	31,5	29,0
6	31,5	33,4	32,1	33,5	29,6	27,4	31,3
7	22,7	23,0	17,0	18,3	17,3	14,5	18,8
8	28,3	29,3	34,6	33,7	37,7	37,4	33,5

Tableau 22 - Résultats Essai de Compression - 7 jours

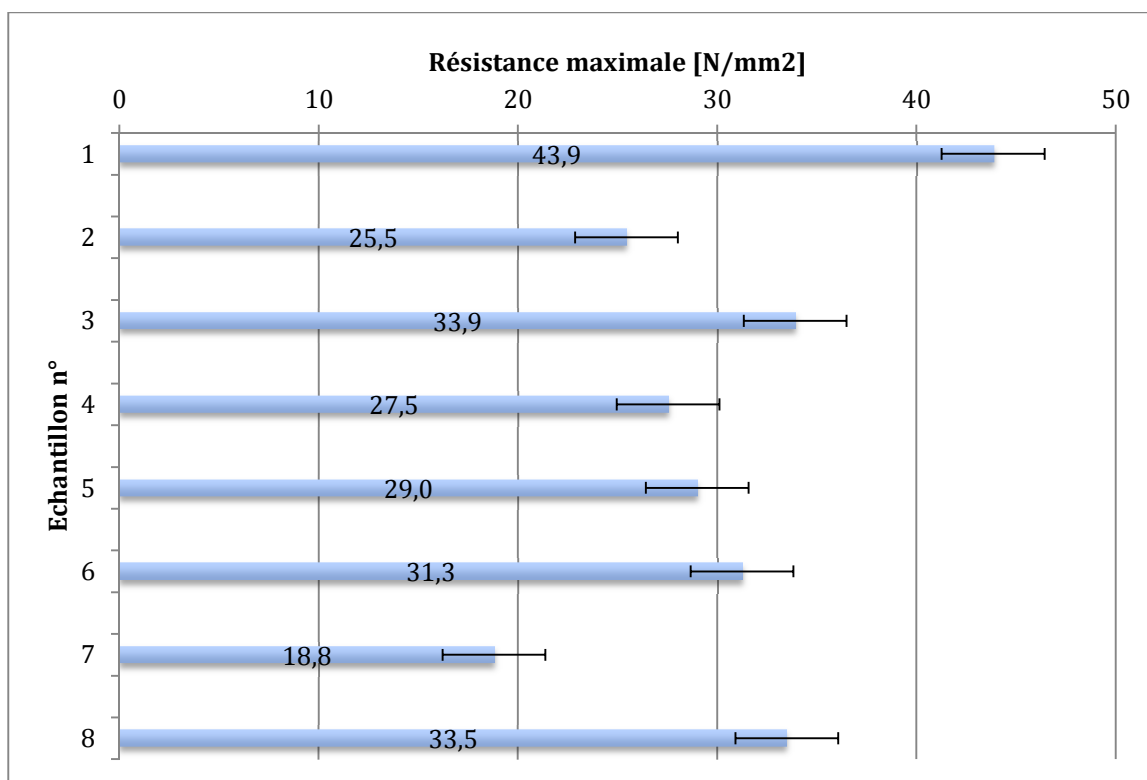


Figure 61 – Résistance en compression après 7 jours

Echantillons	Flexion - 28 jours			Moyenne [N/mm²]
	Barrette 1 [N/mm²]	Barrette 2 [N/mm²]	Barrette 3 [N/mm²]	
1	6,47	7,05	8,18	8,18
2	6,04	4,67	5,43	5,38
3	7,29	6,73	6,86	6,96
4	6,66	6,6	6,27	6,51
5	5,96	5,2	6,3	5,82
6	6,67	7,02	6,42	6,7

7	5,69	3,97	3,76	4,47
8	6,49	6,62	6,76	6,62

Tableau 23 - Résultats Essai de Flexion - 28 jours

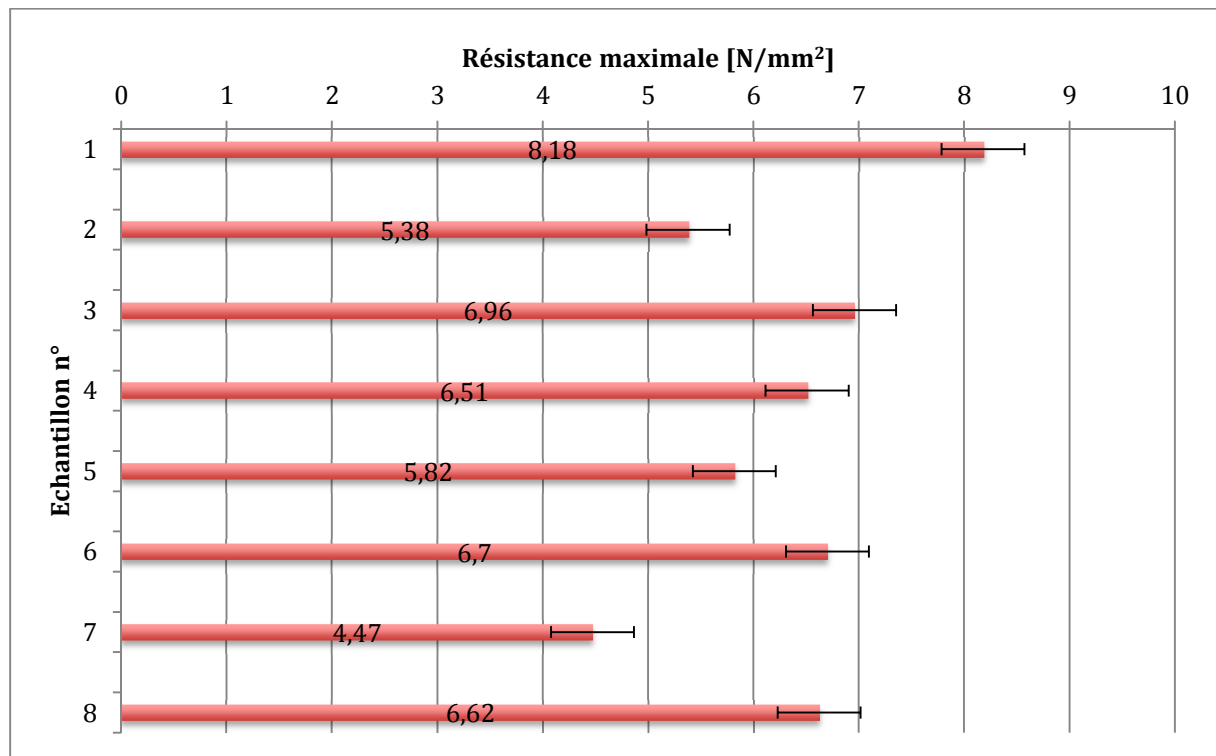


Figure 62 - Résistance en flexion après 28 jours

Echantillons			Compression - 28 jours				
Barrette 1			Barrette 2		Barrette 3		Moyenne
[N/mm²]			[N/mm²]		[N/mm²]		[N/mm²]
	a	b	a	b	a	b	
1	44,6	44,3	56	32,4	59,4	58,2	58,8
2	39,3	37,4	29,3	29,6	31,5	30,8	33
3	42,1	41,5	34	43,1	45	44,9	41,8
4	45,3	43,4	36,8	44	32,4	35,2	39,5
5	39,6	41,2	36,5	37,4	41,8	38,4	39,2

6	44,6	45,9	46,2	42,5	41,5	39,9	43,4
7	31,5	32,1	22,4	21,7	24,9	21,4	25,7
8	36,2	38,7	43,7	47,5	48,7	48,4	43,9

Tableau 24 - Résultats Essai de Compression - 28 jours

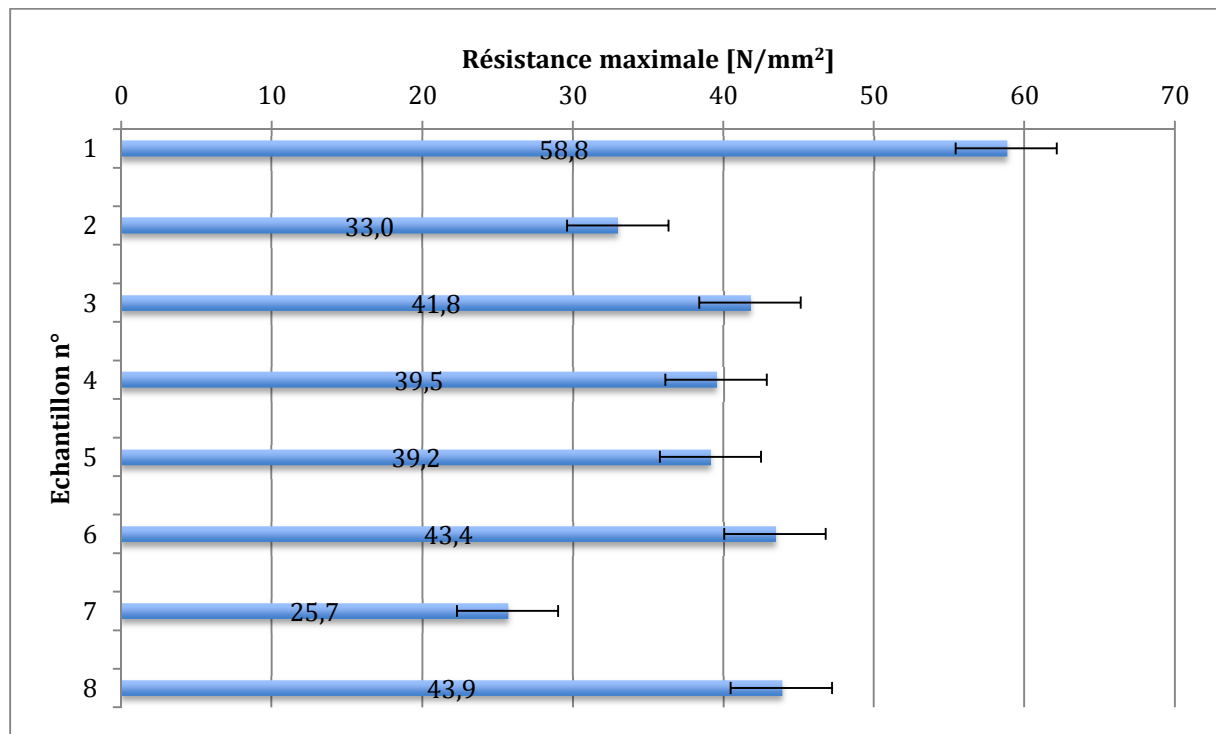


Figure 63 - Résistance en compression après 28 jours

Lors des tests en laboratoires, nous pouvons constater directement en visualisant les résultats qu'il existe une anomalie au niveau des résultats des deux premières barrettes du premier mélange. Pour la première de ces barrettes, après l'essai de flexion, on peut observer sur la section qu'il existe une ségrégation. Cela est du certainement à l'usage abusif de la dameuse manuelle lors de la confection des barrettes. L'usage de cette dameuse n'a pas eu lieu pour les autres compositions et ainsi aucune ségrégation n'est visible sur les autres barrettes.

Ensuite pour la seconde barrette de la première composition, les résultats des deux compressions qui lui sont appliquées sont éloignés de manière significative. Il s'agit certainement d'une mauvaise mise en œuvre et une hétérogénéité du mélange au sein de la barrette est présente.

Pour les raisons évoquées, ces résultats ont été supprimés de l'analyse.

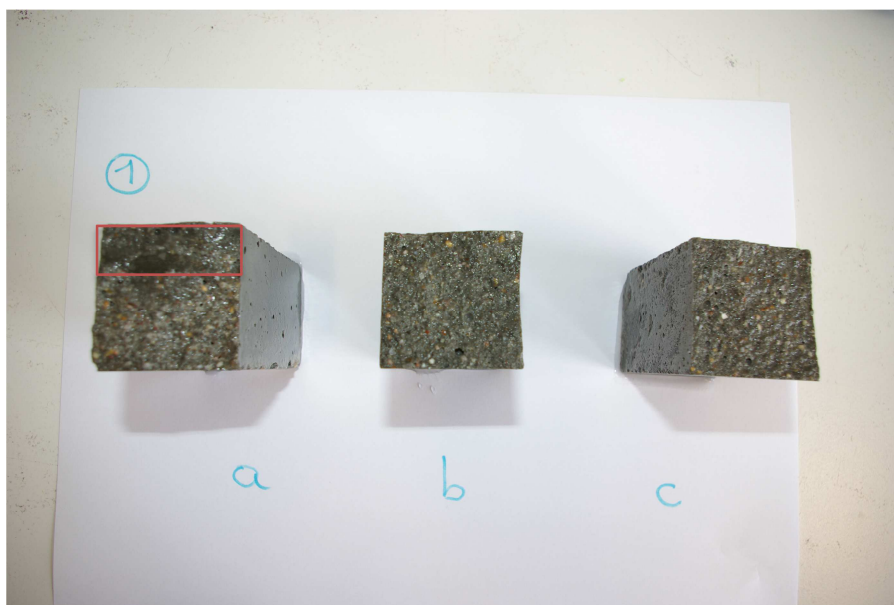
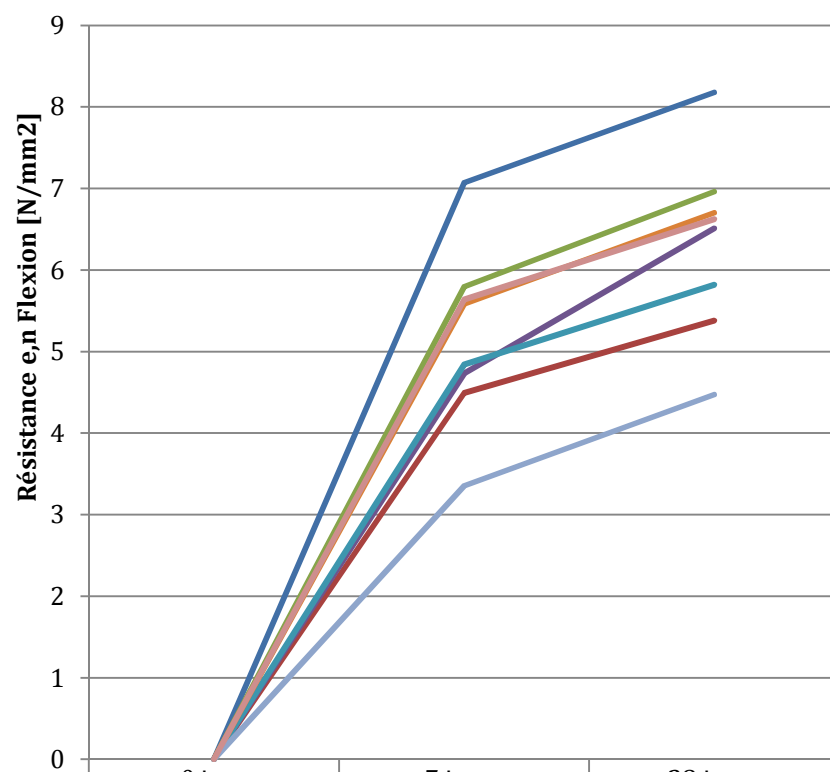


Figure 64 – Barrette après flexion des échantillons n°1 - Ségrégation



	0 jour	7 jours	28 jours
1 - 100% ciment Portland	0	7,1	8,2
2 - 75% ciment Portland + 25% chaux	0	4,5	5,4
3 - 75% ciment Portland + 25% Fillers calcaires	0	5,8	7,0
4 - 75% ciment Portland + 25% C. V. Centrales thermiques	0	4,7	6,5
5 - 75% ciment Portland + 12,5% Chaux + 12,5% C.V. Centrales thermiques	0	4,8	5,8
6 - 90% ciment Portland + 10% CBR	0	5,6	6,7
7 - 75% ciment Portland + 25% CBR	0	3,4	4,5
8 - 75% ciment Portland + 12,5% chaux + 12,5% CBR	0	5,6	6,6

Age

Figure 65 - Résistance en flexion des différentes compositions en fonction de leur âge

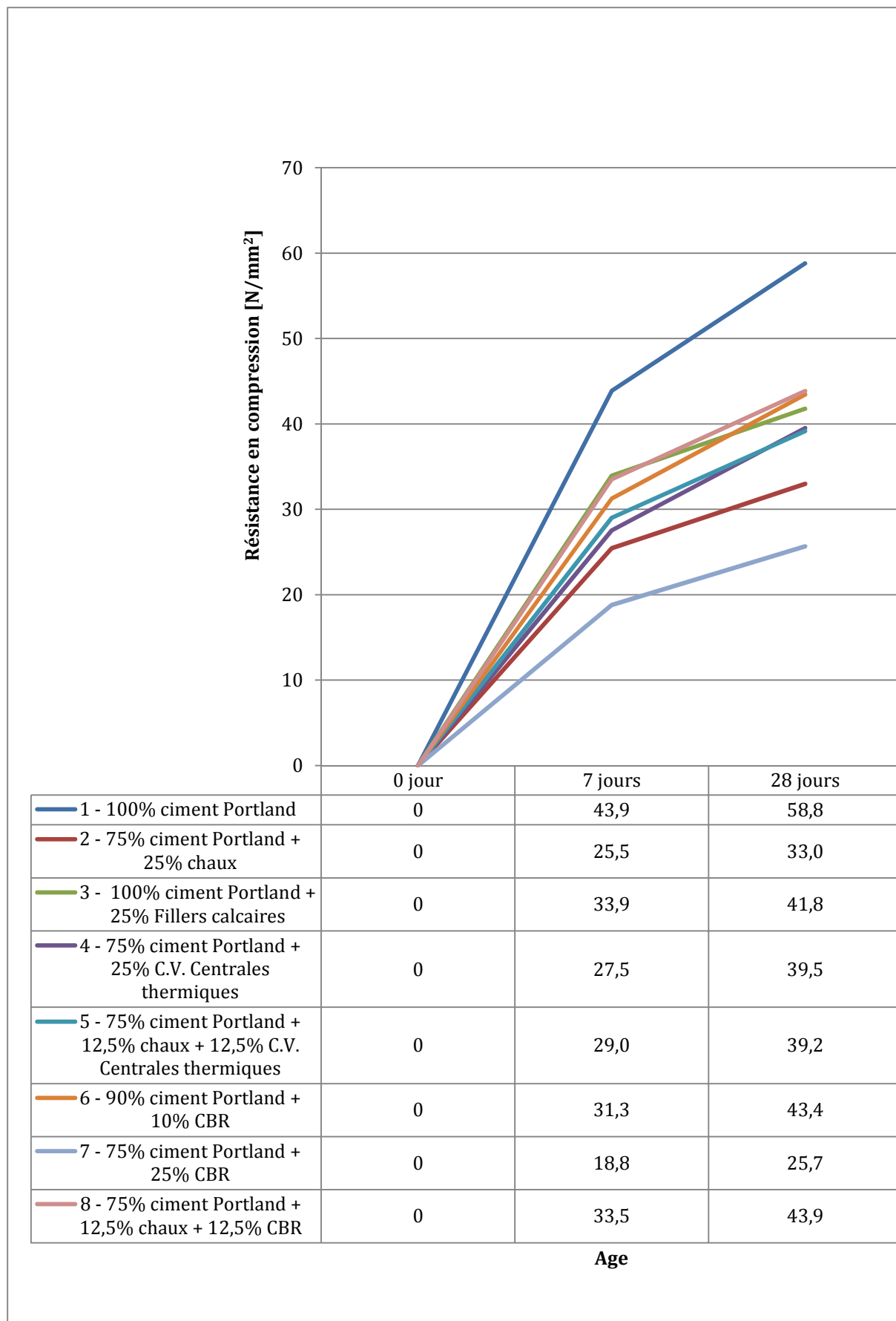


Figure 66 - Résistance en compression des différentes compositions en fonction de leur âge

Les deux figures précédentes mettent en évidence que les résistances des mortiers évoluent en augmentant avec le temps et ne présentent aucune chute. Ces évolutions sont clairement visibles sur les graphes des résistances en flexion et en compression. On peut voir que le mortier de contrôle, le premier mélange avec 100% de ciment, a pour chacun des âges une résistance supérieure à celles des autres mortiers. A 28 jours, le mortier de contrôle respecte bien la résistance annoncée par la fiche technique c'est-à-dire un minimum de 52,5MPa en compression. On constate également que lorsque la quantité de ciment diminue, la résistance ne diminue pas forcément. Le mortier 8 présente une résistance élevée après 28 jours en ayant substitué 25% du ciment par 12,5% de chaux et de cendres de balles de riz.

On peut remarquer que les performances mécaniques se développent par l'hydratation sont nettement plus rapidement pour le mortier de contrôle que pour les autres compositions. Une fois que les mortiers auront un âge avancé, les résistances mécaniques du mortier de contrôle se stabiliseront alors que celles des mortiers contenant de la cendre de balles de riz continueront à croître. C'est bien entendu grâce à la pouzzolanité du matériau que ces résistances progressent.

Le caractère des mortiers pouzzolaniques peut être observé sur ces essais à 7 jours et à 28 jours mais il est évident que cela sera plus prononcé une fois que les essais à 90 jours auront eu lieu. En effet, comme expliqué précédemment, l'action pouzzolanique ne se fait ressentir qu'à un âge avancé du mortier ou du béton. La réaction pouzzolanique n'est pas une réaction prédominante à jeune âge, elle a un effet retardateur de prise car l'hydratation est moins intense que pour le mortier de contrôle par exemple. Cela explique en partie les faibles résistances à 28 jours. La cendre produite dans ce travail présente donc une bonne activité pouzzolanique.

Lorsque l'on observe le graphique représentant les résistances en compression, on remarque qu'avec le temps, les mélanges 6 et 8 possédant une part de cendres de balles de riz ont une résistance qui croît de manière plus rapide que le mélange 4 contenant les fillers calcaires. Cela s'explique par la réaction pouzzolanique qui se crée dans le matériau. En effet, il y a une interaction entre la silice amorphe réactive dans la cendre de balles de riz et le Ca(OH)_2 libérée lors de l'hydratation du ciment, ce qui donne aux particules pouzzolaniques la capacité de fixer la chaux présente dans le matériau.

Le mélange 7 contenant 75% de ciment et 25% de cendres de balles de riz a une résistance équivalente à la moitié de celle du mortier de contrôle. Autrement dit, pour une résistance garantie de 52,5 MPa à 28 jours pour le mortier de contrôle, le mortier possèdera une résistance de 25 MPa pour un remplacement 25% de cendres de balles de riz. Dans cette étude, le rapport eau/liant ayant été gardé égal à 0,5, ce manque de résistance exprimé par les résultats s'explique par un manque d'eau. L'essai de consistance le prédisait dès le départ. A l'avenir pour de nouveaux essais, ce rapport devra être augmenté pour permettre une ouvrabilité plus importante. Les particules étant poreuses comme vu précédemment, toute l'eau est pompée et la structure du mortier est trop sèche pour s'établir correctement.

Comparons maintenant les résultats concernant les cendres de balles de riz et les cendres volantes de centrales thermiques. On remarque pour chacune d'elles, plus l'âge du mortier augmente, plus la résistance augmente. Cela étant dit, la réactivité de la cendre de centrales thermiques semble beaucoup plus réactive lorsque l'on voit la pente de sa droite observée sur les figures 65 et 66 en comparaison avec celle de la cendre de balle de riz. Encore une fois, il faudra être attentif aux résultats des essais après 90 jours.

Le mortier 7 comprenant 75% de ciment Portland et 25% de cendres de balles de riz ne présente pas les résultats escomptés de notre étude. A l'avenir, le paramètre du rapport eau/ciment devrait être pris en compte afin d'offrir à un tel mortier des résistances mécaniques acceptables. Cela étant dit, on constate que pour un mortier comprenant 90% de ciment et 10% de cendres de balles de riz, un résultat positif est déjà visible après 28 jours. Une fois une période de 3 mois écoulé pour ce mortier, les résultats seront intéressants à être observés.

5 Conclusions

Tout d'abord, la cendre de balles de riz, issue de l'agriculture à Madagascar et obtenue dans des conditions pouvant s'approcher des conditions locales, a prouvé qualitativement qu'elle pouvait être une bonne pouzzolane artificielle. Il s'est révélé qu'après calcination et suite à une étude par diffractométrie de rayons X a prouvé que la cendre était partiellement amorphe et partiellement cristalline avec des traces de cristobalite apparentes. Cela nous a indiqué qu'il ne fallait pas calciner la cendre à de trop hautes températures. Ce fait n'est seulement expliqué que de manière qualitative grâce à la DRX. Néanmoins, la cendre montre une haute activité pouzzolanique après le broyage en comparaison à la littérature consultée. Notre étude pourrait être prolongée en comparant l'influence de l'activité pouzzolanique en fonction du temps de broyage et donc de la surface spécifique des particules de la cendre.

Il a été vu que la cendre avait besoin de certaines conditions particulières afin qu'elle possède des propriétés pouzzolaniques de bonne qualité. Il est donc nécessaire que pour la production locale, les techniques pratiquées respectent au maximum ces conditions, notamment la température. Le four choisi est un four qui permet un certain contrôle mais est la taille réduite de celui qu'il faudrait pour produire une cendre en quantité suffisante. Afin que le projet d'utiliser la cendre soit un projet viable, une solution devra être trouvée à ce niveau là. L'essentiel de ce travail a été réalisée en laboratoire étant donné le peu d'outils adéquats présents sur place durant le séjour passé à Madagascar. Afin de réellement voir si l'applicabilité d'un tel matériau est possible, la mise en œuvre de mortiers et bétons devra être envisagée sur place.

Ensuite les mortiers composés de cendres de balles de riz ont montré des comportements mécaniques intéressants. Bien que cette étude possède un manquement au niveau de la variabilité du paramètre eau/liant au sein des mortiers, certains mélanges intégrant la cendre de balles de riz présentent des conclusions positives.

L'objectif de ce travail était de valoriser la cendre de balles de riz en vue de produire des matériaux pouzzolaniques à Madagascar. Pour des raisons économiques, le coût du ciment prend une part importante dans les mortiers et bétons. La substitution de 10% du ciment par de la cendre de balles de riz peut représenter un gain économique non négligeable. En faisant varier d'autres paramètres, l'obtention d'une cendre plus réactive est possible et ce taux de substitution peut certainement être augmenté. La durabilité d'un tel matériau devra aussi être analysée en vue de la mise en œuvre d'un tel matériau.

Pour finir, afin que cette étude soit complète, elle sera prolongée par des résultats des essais mécaniques à 90 jours durant le mois d'octobre. De plus, des barrettes ont été mises en œuvre dans les conditions locales, c'est-à-dire constituées d'une cendre obtenue dans un four identique à ceux présents dans la cuisine du Relais-Madagascar et une cendre broyée à la main. Actuellement en cours de prise, les résultats verront le jour prochainement.

6 Bibliographie

Bouzoubaâ N. and Fournier B.

« Concrete Incorporating Rice-Husk Ash : Compressive Strength and Chloride-Ion Penetrability », 2001.

Bui D. D.

« Rice husk Ash as a Mineral Admixture for High Performance Concrete », Pays-Bas, 2001.

Bui D. D., Hu J. and Stroeven P.

« Particle size effect on the strenght of rice husk ash blended gap-graded Portland cement concrete », 2005.

Courard, L.

Cours : «Matériaux de Construction », Univesrité de Liège, Faculté des Sciences Appliquées, Belgique 2010.

Dabat M.H., Fabre P. et al

« Diagnostic et perspectives de la filière riz à Madagascar », Ministère de l'Agriculture, Unité de Politique de Développement Rural, 2000

Della V. P., Kühn I. and Hotza D.

« Rice Husk Ash as an alternative source for active silica porduction», 2002.

Food and Agriculture Organization of the United Nations

<http://www.fao.org/home/fr/> [en ligne] [Consultation : juillet 2013]

Groupeement belge du béton

« Technologie du béton », Bruxelles, Belgique, 2006.

Hammond A. A.

« Research on Rice Husk Ash Binders Low Cost Housing Technology », 1990.

Hoornweg D., Bhada-Tata P.

“What a waste: A Global Review of Solid Waste Management”, World Bank, 2012.

Jaturapitakkul C. and Ronngreung B.

« Cementing Material from Calcium Carbide Residue-Rice Husk Ash », 2003.

Jauberthie R.,Rendell F., Tamb S. and Cisse I.

« Origin of the Pouzzolanic Effect of Rice Husks », 2000.

Lea F. M.

« Lea’s Chemistry of Cement and Concrete Fourth Edition », Grande Bretagne, 1970.

Lea, F. M.

« The chemistry of Cement and Concrete Third Edition », Grande-Bretagne, 1998.

Luxan M.P., Madruga F and Saavedra J.

« Rapid Evaluation of Pozzolanic Activity of Natural Products by Conductivity Measurement », 1989.

Martinera Hernandez J.F., Middendorf B., Gehrke M and Budelmann H.

« Use of Wastes of the Sugar Industry as Pozzolana in Lime-Pozzolana Binders : Study of the Reaction », 1998.

Nehdi M., Duquette J. and El Damatty A.

« Performance of Rice Husk Ash produced using a new technology as a mineral admixture in concrete », 2003

Onibokun A. G.

« La Gestion des Déchets Urbains : Des Solutions Pour L'Afrique », 2001.

Papadakis M. et Venuat M.

« Manuel du laboraroire d'essais des ciments, mortiers, bétons », 1969.

Réseau des Entreprises Maghrébines pour l'Environnement (REME).

« Gestion des déchets organiques », 2011.

Sabuni E.

« Research into the potentialities of rice husk ash cement for application in rural Tanzania », Pays-Bas, 1995.

Sabuni E.

« Physico-chemical investigations of Tanzania Rice-Husks and of rice husk ash for use in rural Tanzania », Pays-Bas, 1995.

Shinohara Y. and Kohyama.

« Quantitative Analysis of Tridymite and Cristobalite Crystallized in Rice Husk Ash by Heating », 2004.

Singh N.B., Singh V.D. and Rai S.

« Hydratation of bagasse ash blended portland cement », 2000.

Smith R.

« Rice Husk Ash Cement : Progress in Development and Application », Grande Bretagne, 1984

Sousa Coutinho J.

« The combined benefits of CPF and RHA in improving the durability of concrete structures », 2003.

Stroeven P., Bui D.D. and Sabuni E.

« Ash of Vegetable waste used for economic production of low to high strength hydraulic binders », 1999.

Sugita S., Shoya M. and Tokuda H.

« Evaluation of Pozzolanic Activity of Rice Husk Ash », USA, 1993.

Taylor H. F. W.

« Cement Chemistry », Grande Bretagne, 1990.

Van Balen, K.

« Carbonatation reaction of lime, kinetics at ambient temperature », 2005.

Van Gemert D., Van Balen K, Elsen J. and Cizer Ö.

« Competition between carbonatation and hydration on the hardening of calcium hydroxide and calcium silicates binders, 2009.

Verhasselt A.

« Caractérisation de la pouzzolanité des cendres volantes », Paris, 1993.

Villar-Cocina E., Valencia-Morales E., Gonzalez-Rodriguez R. en Hernandez-Ruiz J.

« Kinetics of the Pozzolanic Reaction between Lime and Sugar Cane Straw Ash by Electrical Conductivity Measurement : A Kinetic Diffusive Model », 2003.

Waswa-Sabuni B., Syagga P. M., Dulo S. O. and Kamau G. N.

« Rice Husk Ash Cement – an Alternative Pozzalana Cement for Kenyan Building Industrie », 2003

Zhang M.H., Lastra R. and Malhotra V.M.

« Rice Husk Ash Paste and Concrete : some aspects of Hydration and the Microstructure of the Interfacial Zone between the Aggregate and Paste », 1996.

Zhou Z., Robards K., Helliwell S. and Blanchard C.

« Composition and functional properties of rice », 2002.

7 Annexes

7.1 Fiches techniques des matériaux

7.1.1 Ciment Portland - Holcim Madagascar



Holcim (Madagascar)
1 Bis Rue P.Lumumba
Tsaralalana
101 Antananarivo

Tél: + 261 20 22 239 78
Fax : + 261 20 22 563 98
holcim-mdg@holcim.com

Specification data sheet **Manda**

Updated on 21/01/2013

Portland cement **CEM I 42,5 N**

Composition (en %)

Constituent		Set regulator	
Clinker (K).....	95 - 100	Gypsum.....	4,5
Other constituent	0 - 5		

Chemical composition (average value in %)

Manufactured by :	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	PaF	RI
	19,26	4,98	3,42	62,60	2,93	2,73	2,75	0,45
Requirements standard: NM 031-1 * - EN 197-1						≤ 3,5%	≤ 5,0 %	≤ 5,0 %

Mechanical and physical characteristic (average value)

Manufactured by	Compressive strength (MPa)			Initial setting time (mn)	Expansion (mm)
	2j	7j	28j		
	26,5	42,3	53,2	165	1
Requirements standard : NM 031-1 * - EN 197-1	≥ 10		≥42,5 et ≤62,5	≥ 60	≤ 10

- *NM 031-1 Malagasy standard edition january 2010 et EN 197 -1
- Laboratory Holcim (Madagascar) approved by the LNTPB (Laboratoire National des Travaux Publics) for the period november 2012 to november 2013

Force. Performance. Passion.

7.1.2 Ciment Portland - CBR

Ciment Portland

CEM I 52,5 N

CEM I

Fév. 2013

CEM I 52,5 N

1. Normes et certificats

Type de ciment	Certificat	Norme
CEM I 52,5 N (2)	CE	EN 197-1 0965-CPD-C00318
CEM I 52,5 N (2)	BENOR	NBN B12 13/02/318
CEM I 52,5 N (2)	KOMO	NEN 3550 1118-13-1059
CEM I 52,5 N	NF	NF 002 11.11

2. Composition déclarée

	Unités	Valeurs moyennes	Exigences	
			min.	max.
Constituants en % de la somme des constituants principaux et secondaires				
Clinker (K)	%	98	95	100
Filler	%	2	–	5
Ajouts en % du ciment fini				
Régulateur de prise	%	6,0	–	–
Agent de mouture	%	< 0,2	–	1,0
Agent réducteur*	%	0,5	–	–

* Conformément au Règlement CE 1907/2006 (Reach), un agent réducteur est ajouté à certains ciments afin de limiter la teneur en chrome (VI) soluble à 0,0002 % maximum.

3. Caractéristiques chimiques

Les caractéristiques chimiques sont déterminées selon EN 196-2.

	Unités	Valeurs moyennes	Exigences	
			min.	max.
CaO	%	64	—	—
SiO ₂	%	21	—	—
Al ₂ O ₃	%	5	—	—
Fe ₂ O ₃	%	4	—	—
C ₃ A	%	7	—	—
Sulfate SO ₃	%	2,9	—	4,0
Résidu insoluble	%	0,5	—	5,0
Perte au feu	%	1,3	—	5,0
Chlorures	%	0,06	—	0,10
Chrome (VI)*	%	< 0,0002	—	0,0002
Na ₂ O équivalent	%	0,85**	—	—

* Conformément au Règlement CE 1907/2006 (Reach), la teneur en chrome (VI) soluble est limitée à 0,0002 % maximum. La teneur en chrome (VI) est déterminée selon EN 196-10.

** Valeur moyenne + 1,96 x écart-type

Cimenteries CBR
Service Ingénieurs Conseil
Chaussée de La Hulpe 185
1170 Bruxelles
Tél: 02 678 35 10
Fax: 02 675 23 91
communication@cbr.be
www.cbr.be

ENCI
Assistance Technique
PB 3233
5203 DE 's-Hertogenbosch
Tél: 073 640 12 20
Fax: 073 640 12 18
tv@enci.nl
www.enci.nl

ENCI
HEIDELBERGCEMENT Group

CBR
HEIDELBERGCEMENT Group

Lixhe

4. Caractéristiques physiques

Les caractéristiques physiques sont déterminées selon les méthodes d'essai normalisées, mentionnées dans la 2^e colonne.

	Méthode d'essai	Unités	Valeurs moyennes	Exigences	
				min.	max.
Eau de consistance normale	EN 196-3	%	26,2	–	–
Début de prise	EN 196-3	minutes	120	60	–
Fin de prise	EN 196-3	heures	2:40	–	12:00
Stabilité	EN 196-3	mm	1,0	–	10
Surface spécifique (Blaine)	EN 196-6	cm ² /g	4400	–	–
Refus au tamis de 200 µm	EN 196-6	%	0	–	3,0
Chaleur d'hydratation à 7 jours	–	J/g	–	–	–
Masse volumique					
Absolue	–	kg/m ³	3100	–	–
Apparente	–	kg/m ³	1000	–	–

5. Caractéristiques mécaniques

La résistance à la compression du ciment, mesurée sur éprouvettes de mortier normalisé, est déterminée selon EN 196-1.

Résistance à la compression	Unités	Valeurs moyennes	Exigences	
			min.	max.
A 1 jour	MPa	20	–	–
A 2 jours	MPa	33	20,0	–
A 7 jours	MPa	50	–	–
A 28 jours	MPa	63	52,5	–
Rapport R2d / R28d		0,52		

6. Production et conditionnement

Ce ciment est produit dans la cimenterie de CBR Lixhe et est disponible dans les conditionnements suivants:

Vrac bateau	Vrac camion	Sac
x	x	–

7. Le système de management de l'usine est certifié



Les valeurs reprises ci-dessus sont des valeurs moyennes qui sont données à titre indicatif.
Les limites garanties figurent dans la colonne exigences.

Lixhe CEM I 52,5 N (2) - Fév. 2013

7.1.3 Cendres volantes de centrales thermiques

113/07/15 13:39:36		LABORATOIRE /tmp/14419.rep										CER-Lixhe - Cendres Volantes Mouture - Du 01/01/2013 au 31/12/2013									
		ECHANTILLONS INTERNES																			
												</									

7.2 Résultats essais mécaniques

RE n° :

Date d'essai: 24/07/13

ESSAI FLEXION BARRETTES

Organisme : UNIVERSITE de LIEGE

Distance entre appuis : 101.6 mm

Laboratoire : Matériaux de Construction

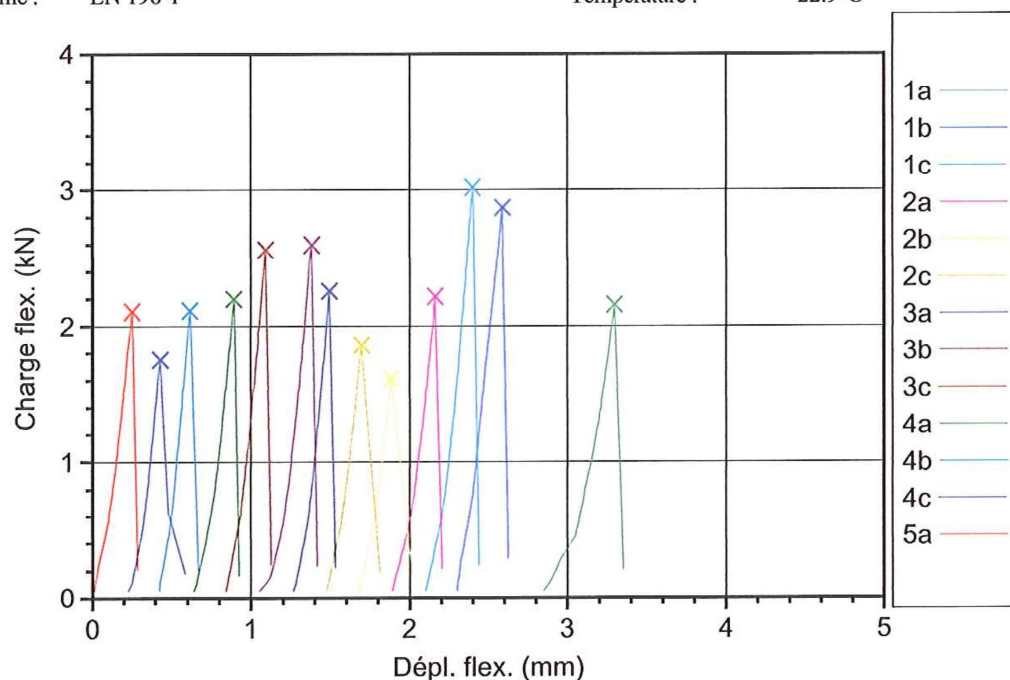
Vitesse déformation : 3000. N/min

Technicien : Amaury Daras

Humidité : 54.6 %

Norme : EN 196-1

Température : 22.9°C



	Contr. max. (N/mm ²)	Masse Vol. Kg/m ³	Charge max (N)	Poids (gr)	Larg. (mm)	Epais. (mm)	Long. (mm)	Fleche (mm)
1a	4.92	2208	2156	589.03	41.65	40.04	160.00	0.80
1b	6.73	2236	2870	579.10	40.33	40.13	160.00	0.30
1c	7.07	2209	3017	573.47	40.45	40.11	160.00	0.32
2a	5.25	2187	2218	562.76	40.20	40.01	160.00	0.29
2b	3.84	2131	1613	543.96	39.78	40.11	160.00	0.22
2c	4.39	2177	1860	561.18	40.20	40.07	160.00	0.24
3a	5.28	2223	2259	574.87	40.05	40.35	160.00	0.24
3b	6.00	2251	2598	590.75	40.82	40.19	160.00	0.34
3c	6.11	2244	2563	573.80	39.96	40.00	160.00	0.26
4a	5.23	2241	2201	576.65	40.34	39.87	160.00	0.27
4b	4.93	2199	2115	572.56	40.51	40.17	160.00	0.20
4c	4.04	2193	1753	577.97	40.97	40.20	160.00	0.22
5a	4.92	2198	2108	572.90	40.63	40.09	160.00	0.25
Moyenne	5.29	2207	2256	573.00	40.45	40.10	160.00	0.30
E.T.	0.97	33	413	12.04	0.49	0.12	0.00	0.15
Range	3.22	120	1404	46.79	1.87	0.48	0.00	0.60

RE n° :

Date d'essai: 29/07/13

ESSAI FLEXION BARRETTES

Organisme : UNIVERSITE de LIEGE

Distance entre appuis : 101.6 mm

Laboratoire : Matériaux de Construction

Vitesse déformation : 3000. N/min

Technicien :

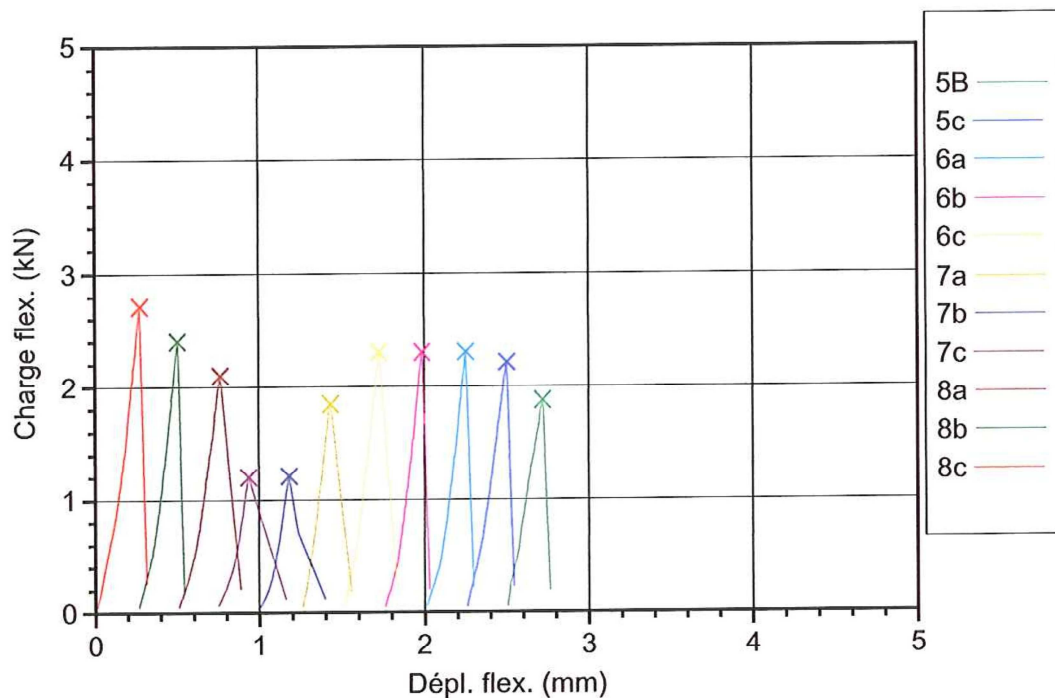
Humidité : 54.0 %

Norme : EN 196-1

Température : 24.8°C

TYPE : 7 JOURS

ETAT :



	Contr. max. (N/mm ²)	Masse Vol. Kg/m ³	Charge max (N)	Poids (gr)	Larg. (mm)	Epais. (mm)	Long. (mm)	Fleche (mm)
5B	4.42	2209	1875	569.44	40.14	40.13	160.00	0.22
5c	5.18	2220	2217	576.42	40.42	40.15	160.00	0.25
6a	5.56	2179	2309	549.23	39.19	40.20	160.00	0.25
6b	5.72	2207	2308	544.28	38.63	39.90	160.00	0.24
6c	5.47	2165	2309	556.60	40.10	40.07	160.00	0.23
7a	4.31	2167	1846	564.13	40.55	40.13	160.00	0.18
7b	2.98	2055	1210	510.34	38.90	39.91	160.00	0.18
7c	2.77	1995	1203	523.16	40.58	40.39	160.00	0.19
8a	4.89	2171	2104	568.10	40.77	40.11	160.00	0.26
8b	5.67	2152	2408	557.34	40.49	39.97	160.00	0.26
8c	6.35	2185	2714	568.15	40.53	40.10	160.00	0.27
Moyenne	4.85	2155	2046	553.38	40.03	40.10	160.00	0.23
E.T.	1.14	69	479	20.57	0.75	0.14	0.00	0.03
Range	3.58	225	1511	66.08	2.14	0.49	0.00	0.09

RE n°: **Edouard**

Date d'essai: 24/07/13

ESSAI : COMPRESSION BARRETTES

Organisme : UNIVERSITE de LIEGE

Vitesse de mise en charge : 144. kN/min

Laboratoire : Matériaux de Construction

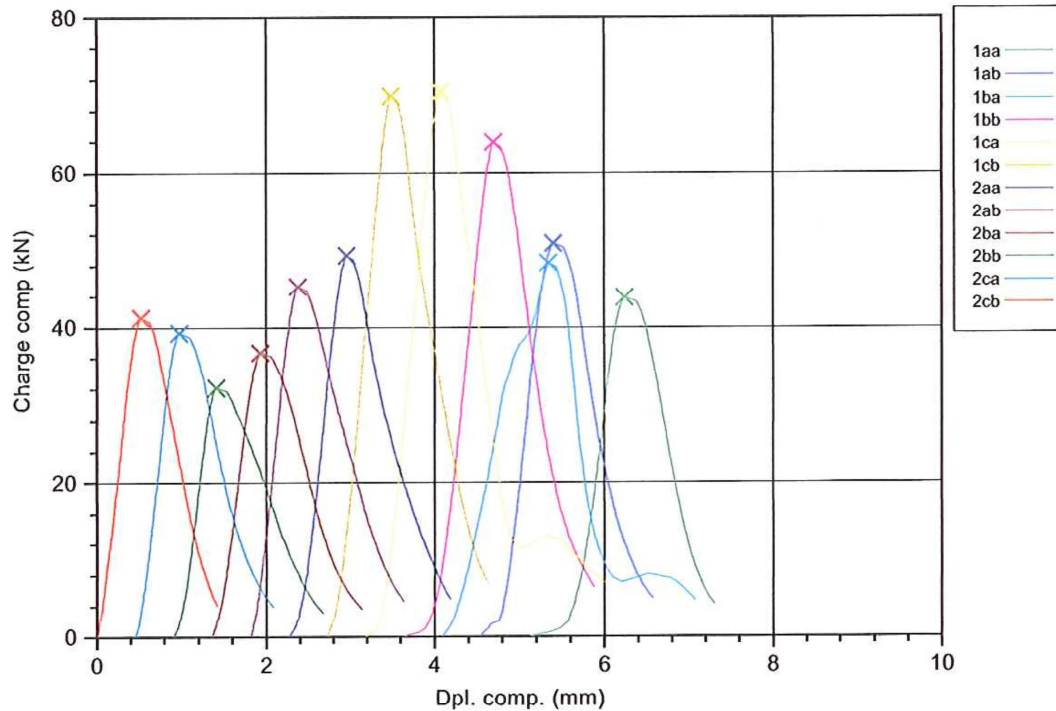
Humidité : 54.4 %

Opérateur : Amaury Daras

Température : 23.4 °C

Norme : EN 196-1

ETAT : 7 jours



	Contrainte Maximum (N/mm ²)	Charge max. (kN)	Larg. (mm)	Long. (mm)	Haut (mm)
1aa	27.4	43.86	40.00	40.00	40.00
1ab	31.8	50.84	40.00	40.00	40.00
1ba	30.2	48.35	40.00	40.00	40.00
1bb	40.0	63.96	40.00	40.00	40.00
1ca	44.0	70.47	40.00	40.00	40.00
1cb	43.7	69.92	40.00	40.00	40.00
2aa	30.8	49.34	40.00	40.00	40.00
2ab	28.3	45.32	40.00	40.00	40.00
2ba	23.0	36.77	40.00	40.00	40.00
2bb	20.2	32.27	40.00	40.00	40.00
2ca	24.6	39.29	40.00	40.00	40.00
2cb	25.8	41.29	40.00	40.00	40.00
Moyenne	30.8	49.31	40.00	40.00	40.00

RE n°: **Edouard**

Date d'essai: 24/07/13

ESSAI : COMPRESSION BARRETTES

Organisme : UNIVERSITE de LIEGE

Vitesse de mise en charge : 144. kN/min

Laboratoire : Matériaux de Construction

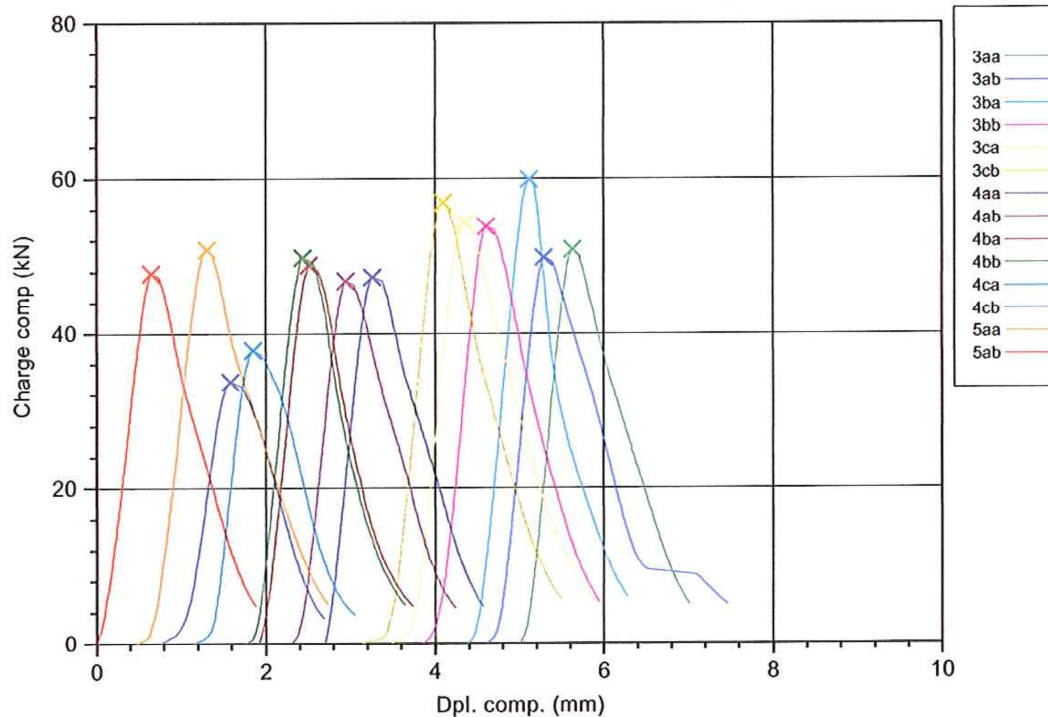
Humidité : 54.4 %

Opérateur : Amaury Daras

Température : 23.4 °C

Norme : EN 196-1

ETAT : 7 jours



	Contrainte Maximum (N/mm ²)	Charge max. (kN)	Larg. (mm)	Long. (mm)	Haut (mm)
3aa	31.8	50.85	40.00	40.00	40.00
3ab	31.1	49.82	40.00	40.00	40.00
3ba	37.4	59.88	40.00	40.00	40.00
3bb	33.6	53.83	40.00	40.00	40.00
3ca	34.0	54.36	40.00	40.00	40.00
3cb	35.6	56.93	40.00	40.00	40.00
4aa	29.6	47.34	40.00	40.00	40.00
4ab	29.3	46.85	40.00	40.00	40.00
4ba	30.5	48.85	40.00	40.00	40.00
4bb	31.1	49.84	40.00	40.00	40.00
4ca	23.6	37.81	40.00	40.00	40.00
4cb	21.1	33.76	40.00	40.00	40.00
5aa	31.8	50.86	40.00	40.00	40.00
5ab	29.9	47.83	40.00	40.00	40.00
Moyenne	30.7	49.20	40.00	40.00	40.00

RE n°:

Date d'essai: 29/07/13

ESSAI : COMPRESSION BARRETTES

Organisme : UNIVERSITE de LIEGE

Vitesse de mise en charge : 144. kN/min

Laboratoire : Matériaux de Construction

Humidité : 53.1 %

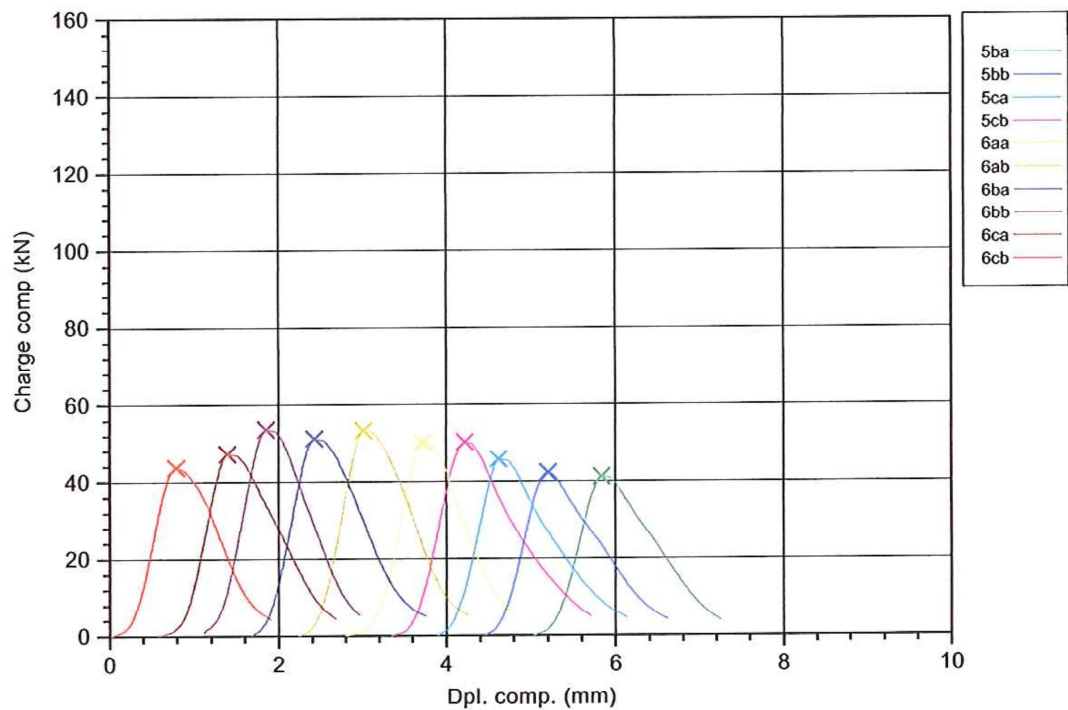
Opérateur :

Température : 24.9 °C

Norme : EN 12190 (2001)

TYPE :

ETAT : 7 jours



	Contrainte Maximum (N/mm ²)	Charge max. (kN)	Larg. (mm)	Long. (mm)	Haut (mm)
5ba	25.8	41.29	40.00	40.00	40.00
5bb	26.4	42.31	40.00	40.00	40.00
5ca	28.6	45.82	40.00	40.00	40.00
5cb	31.5	50.35	40.00	40.00	40.00
6aa	31.5	50.35	40.00	40.00	40.00
6ab	33.4	53.37	40.00	40.00	40.00
6ba	32.1	51.33	40.00	40.00	40.00
6bb	33.5	53.67	40.00	40.00	40.00
6ca	29.6	47.33	40.00	40.00	40.00
6cb	27.4	43.78	40.00	40.00	40.00
Moyenne	30.0	47.96	40.00	40.00	40.00

RE n°:

Date d'essai: 29/07/13

ESSAI : COMPRESSION BARRETTES

Organisme : UNIVERSITE de LIEGE

Vitesse de mise en charge : 144. kN/min

Laboratoire : Matériaux de Construction

Humidité : 52.1 %

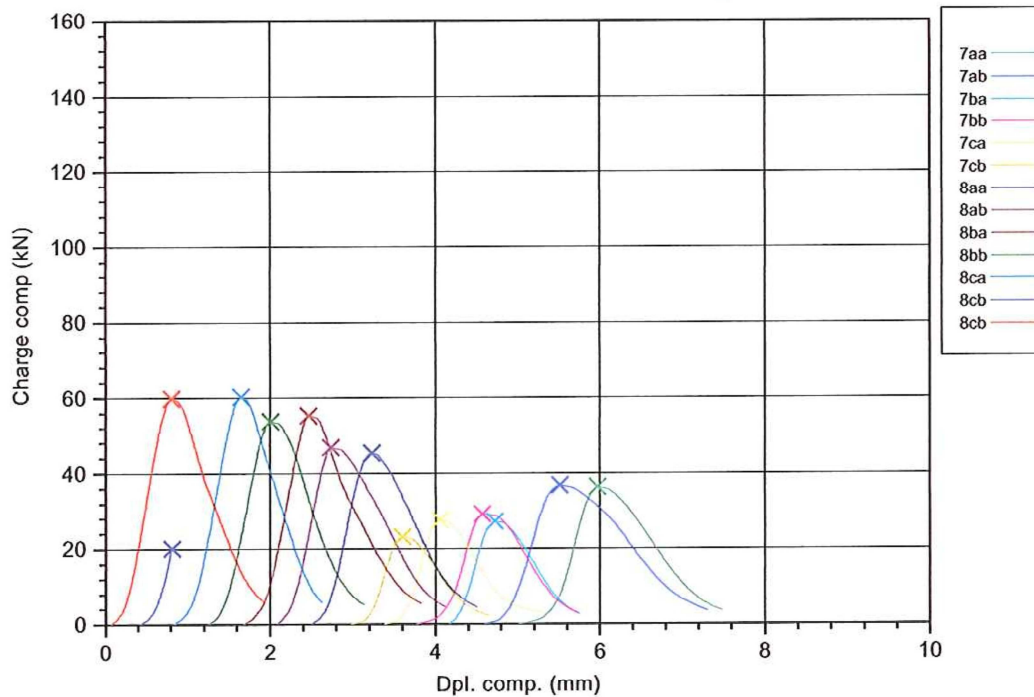
Opérateur :

Température : 25.3 °C

Norme : EN 12190 (2001)

TYPE :

ETAT : 7 jours



	Contrainte Maximum (N/mm ²)	Charge max. (kN)	Larg. (mm)	Long. (mm)	Haut (mm)
7aa	22.7	36.31	40.00	40.00	40.00
7ab	23.0	36.78	40.00	40.00	40.00
7ba	17.0	27.24	40.00	40.00	40.00
7bb	18.3	29.27	40.00	40.00	40.00
7ca	17.3	27.74	40.00	40.00	40.00
7cb	14.5	23.22	40.00	40.00	40.00
8aa	28.3	45.33	40.00	40.00	40.00
8ab	29.3	46.84	40.00	40.00	40.00
8ba	34.6	55.40	40.00	40.00	40.00
8bb	33.7	53.87	40.00	40.00	40.00
8ca	37.7	60.37	40.00	40.00	40.00
8cb	37.4	59.90	40.00	40.00	40.00
Moyenne	26.2	41.86	40.00	40.00	40.00

RE n° : **Edouard**

Date d'essai: 14/08/13

ESSAI FLEXION BARRETTES

Organisme : UNIVERSITE de LIEGE

Distance entre appuis : 101.6 mm

Laboratoire : Matériaux de Construction

Vitesse déformation : 3000. N/min

Technicien : Amaury Daras

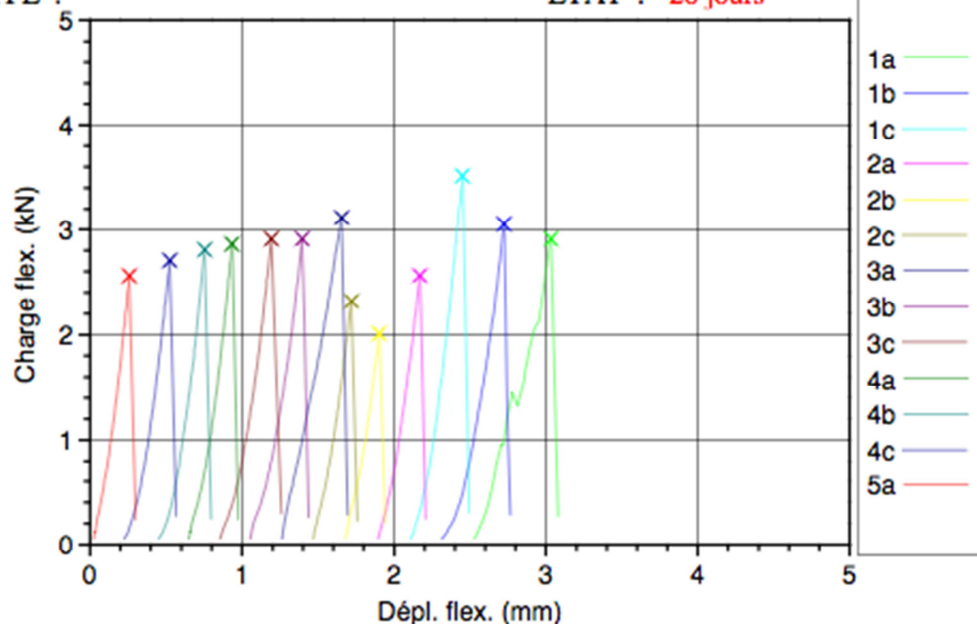
Humidité : 49.7 %

Norme : EN 196-1

Température : 21.5°C

TYPE :

ETAT : 28 jours



	Contr. max. (N/mm ²)	Masse Vol. Kg/m ³	Charge max (N)	Poids (gr)	Larg. (mm)	Epais. (mm)	Long. (mm)	Fleche (mm)
1a	6.47	2197	2911	601.30	42.63	40.12	160.00	0.53
1b	7.05	2226	3055	586.19	40.99	40.15	160.00	0.44
1c	8.18	2236	3512	582.17	40.48	40.20	160.00	0.37
2a	6.04	2167	2563	559.70	40.25	40.10	160.00	0.30
2b	4.67	2080	2009	543.28	40.66	40.14	160.00	0.24
2c	5.43	2150	2316	557.53	40.41	40.10	160.00	0.26
3a	7.29	2246	3114	581.82	40.27	40.21	160.00	0.41
3b	6.73	2261	2912	593.66	40.85	40.17	160.00	0.36
3c	6.86	2254	2913	581.77	40.19	40.13	160.00	0.36
4a	6.66	2229	2861	580.54	40.49	40.21	160.00	0.31
4b	6.60	2234	2807	580.10	40.63	39.95	160.00	0.34
4c	6.27	2162	2705	568.10	41.01	40.05	160.00	0.32
5a	5.96	2227	2558	581.44	40.69	40.11	160.00	0.26
Moyenne	6.48	2205	2787	576.74	40.73	40.13	160.00	0.34
E.T.	0.87	52	376	15.71	0.63	0.07	0.00	0.08
Range	3.51	181	1503	58.02	2.44	0.26	0.00	0.29

RE n° :Edouard

Date d'essai: 19/08/13

ESSAI FLEXION BARRETTES

Organisme : UNIVERSITE de LIEGE

Distance entre appuis : 101.6 mm

Laboratoire : Matériaux de Construction

Vitesse déformation : 3000. N/min

Technicien : Amaury Daras

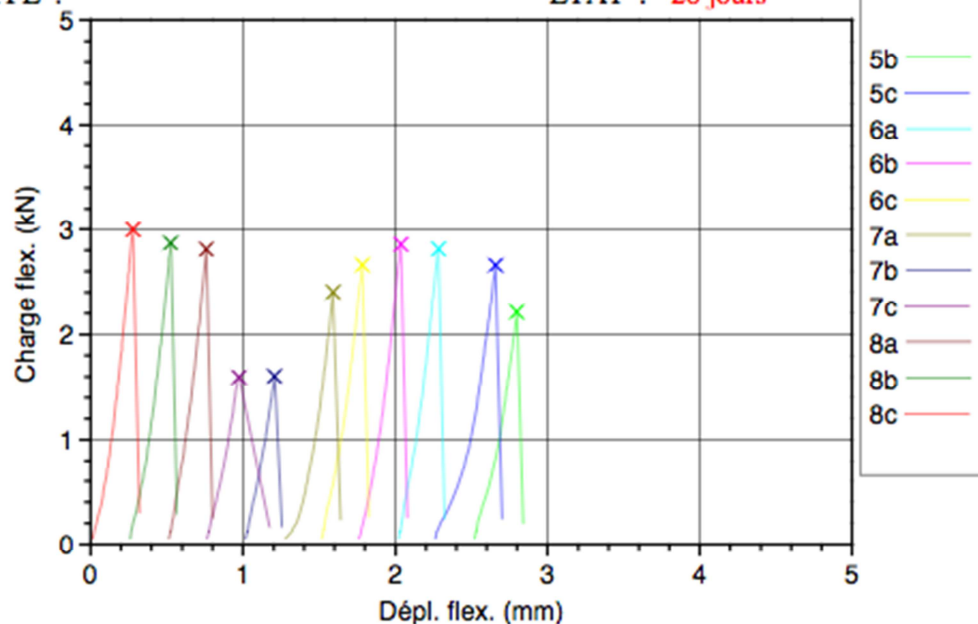
Humidité : 56.1 %

Norme : EN 196-1

Température : 21.9°C

TYPE :

ETAT : 28 jours



	Contr. max. (N/mm ²)	Masse Vol. Kg/m ³	Charge max (N)	Poids (gr)	Larg. (mm)	Epais. (mm)	Long. (mm)	Fleche (mm)
5b	5.20	2209	2209	570.09	40.17	40.16	160.00	0.30
5c	6.30	2234	2660	574.83	40.20	40.00	160.00	0.41
6a	6.67	2158	2813	554.22	40.06	40.07	160.00	0.28
6b	7.02	2201	2855	544.35	38.56	40.09	160.00	0.29
6c	6.42	2208	2662	558.58	39.54	39.98	160.00	0.28
7a	5.69	2135	2400	548.25	40.11	40.02	160.00	0.34
7b	3.97	2055	1605	504.28	38.15	40.21	160.00	0.21
7c	3.76	2048	1598	530.84	40.49	40.00	160.00	0.22
8a	6.49	2166	2811	569.63	40.91	40.17	160.00	0.26
8b	6.62	2166	2868	569.63	40.94	40.15	160.00	0.28
8c	6.76	2162	3000	583.44	42.07	40.09	160.00	0.28
Moyenne	5.90	2158	2498	555.29	40.11	40.09	160.00	0.29
E.T.	1.13	60	497	22.77	1.09	0.08	0.00	0.05
Range	3.26	186	1402	79.16	3.92	0.23	0.00	0.20

RE n°: **Edouard**

Date d'essai: 14/08/13

ESSAI : COMPRESSION BARRETTES

Organisme : UNIVERSITE de LIEGE

Vitesse de mise en charge : 144. kN/min

Laboratoire : Matériaux de Construction

Humidité : 49.2 %

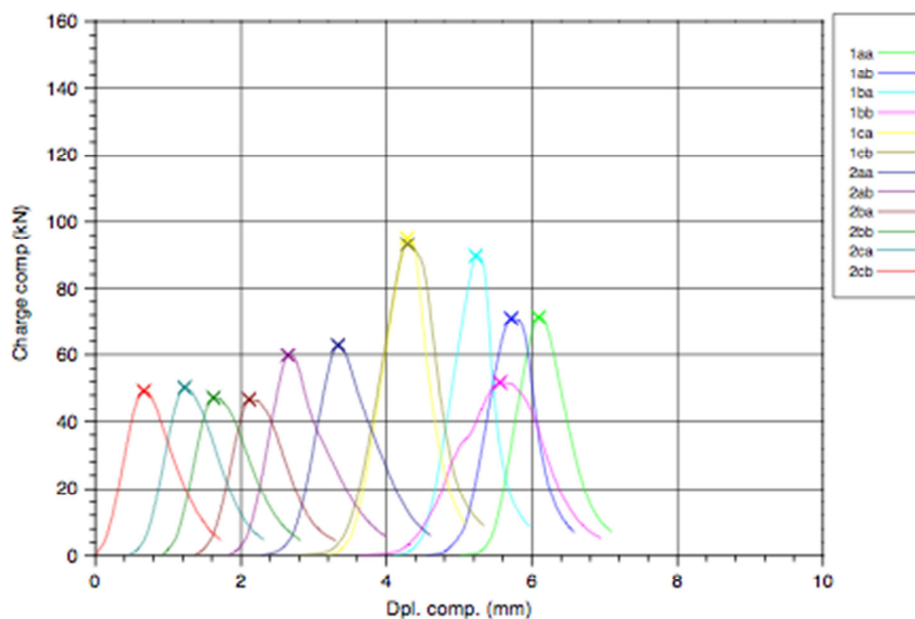
Opérateur : Amaury Daras

Température : 22.2 °C

Norme : EN 12190 (2001)

TYPE :

ETAT : 28 jours



	Contrainte Maximum (N/mm ²)	Charge max. (kN)	Larg. (mm)	Long. (mm)	Haut (mm)
1aa	44.6	71.43	40.00	40.00	40.00
1ab	44.3	70.95	40.00	40.00	40.00
1ba	56.0	89.54	40.00	40.00	40.00
1bb	32.4	51.90	40.00	40.00	40.00
1ca	59.4	95.07	40.00	40.00	40.00
1cb	58.2	93.09	40.00	40.00	40.00
2aa	39.3	62.90	40.00	40.00	40.00
2ab	37.4	59.89	40.00	40.00	40.00
2ba	29.3	46.82	40.00	40.00	40.00
2bb	29.6	47.35	40.00	40.00	40.00
2ca	31.5	50.36	40.00	40.00	40.00
2cb	30.8	49.34	40.00	40.00	40.00
Moyenne	41.1	65.72	40.00	40.00	40.00

RE n°: **Edouard**

Date d'essai: 14/08/13

ESSAI : COMPRESSION BARRETTES

Organisme : UNIVERSITE de LIEGE

Vitesse de mise en charge : 144. kN/min

Laboratoire : Matériaux de Construction

Humidité : 49.2 %

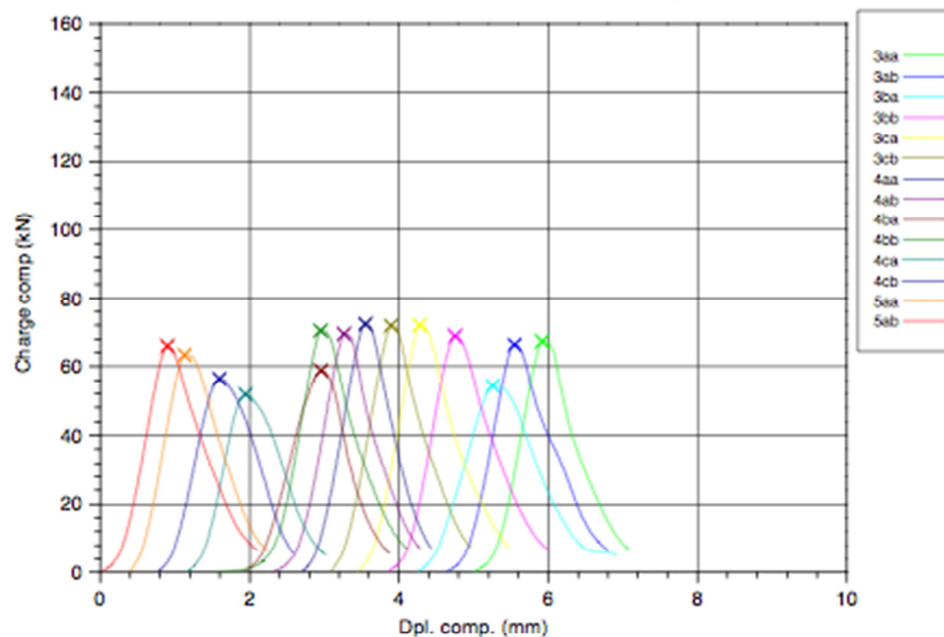
Opérateur : Arnaury Daras

Température : 22.2 °C

Norme : EN 12190 (2001)

TYPE :

ETAT : 28 jours



	Contrainte Maximum (N/mm ²)	Charge max. (kN)	Larg. (mm)	Long. (mm)	Haut (mm)
3aa	42.1	67.40	40.00	40.00	40.00
3ab	41.5	66.42	40.00	40.00	40.00
3ba	34.0	54.39	40.00	40.00	40.00
3bb	43.1	68.90	40.00	40.00	40.00
3ca	45.0	72.04	40.00	40.00	40.00
3cb	44.9	71.92	40.00	40.00	40.00
4aa	45.3	72.45	40.00	40.00	40.00
4ab	43.4	69.43	40.00	40.00	40.00
4ba	36.8	58.89	40.00	40.00	40.00
4bb	44.0	70.44	40.00	40.00	40.00
4ca	32.4	51.86	40.00	40.00	40.00
4cb	35.2	56.40	40.00	40.00	40.00
5aa	39.6	63.39	40.00	40.00	40.00
5ab	41.2	65.92	40.00	40.00	40.00
Moyenne	40.6	64.99	40.00	40.00	40.00

RE n°: **Edouard**

Date d'essai: 14/08/13

ESSAI : COMPRESSION BARRETTES

Organisme : UNIVERSITE de LIEGE

Vitesse de mise en charge : 144. kN/min

Laboratoire : Matériaux de Construction

Humidité : 49.2 %

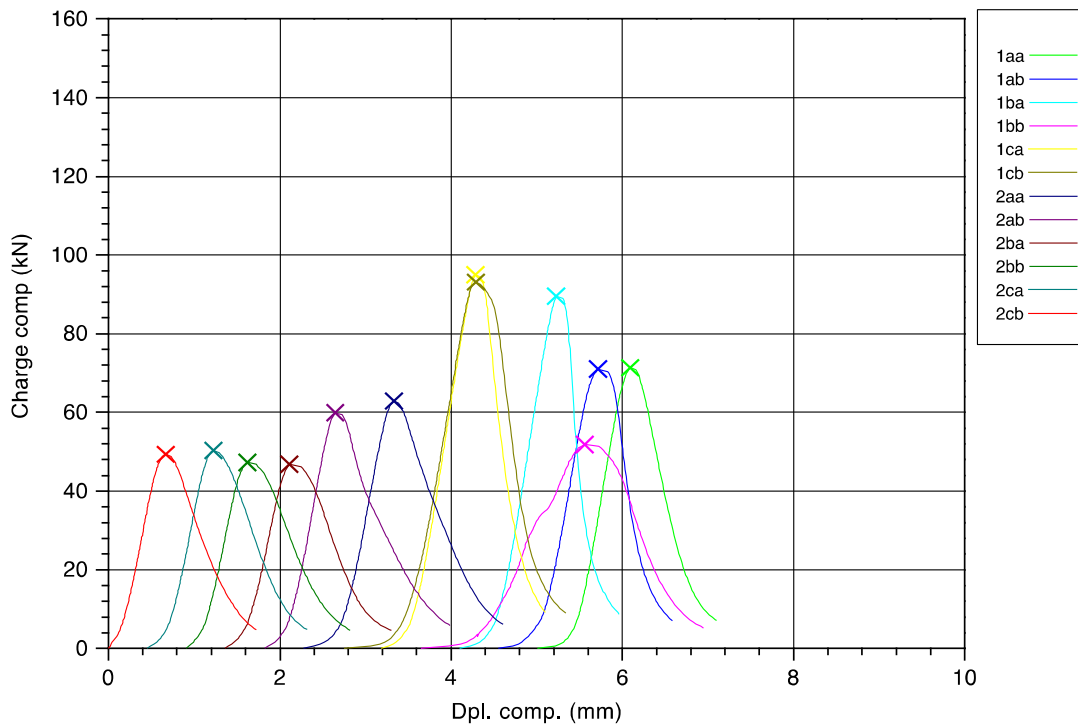
Opérateur : Amaury Daras

Température : 22.2 °C

Norme : EN 12190 (2001)

TYPE :

ETAT : 28 jours



	Contrainte Maximum (N/mm ²)	Charge max. (kN)	Larg. (mm)	Long. (mm)	Haut (mm)
1aa	44.6	71.43	40.00	40.00	40.00
1ab	44.3	70.95	40.00	40.00	40.00
1ba	56.0	89.54	40.00	40.00	40.00
1bb	32.4	51.90	40.00	40.00	40.00
1ca	59.4	95.07	40.00	40.00	40.00
1cb	58.2	93.09	40.00	40.00	40.00
2aa	39.3	62.90	40.00	40.00	40.00
2ab	37.4	59.89	40.00	40.00	40.00
2ba	29.3	46.82	40.00	40.00	40.00
2bb	29.6	47.35	40.00	40.00	40.00
2ca	31.5	50.36	40.00	40.00	40.00
2cb	30.8	49.34	40.00	40.00	40.00
Moyenne	41.1	65.72	40.00	40.00	40.00

RE n°: Edouard

Date d'essai: 19/08/13

ESSAI : COMPRESSION BARRETTES

Organisme : UNIVERSITE de LIEGE

Vitesse de mise en charge : 144. kN/min

Laboratoire : Matériaux de Construction

Humidité : 56.2 %

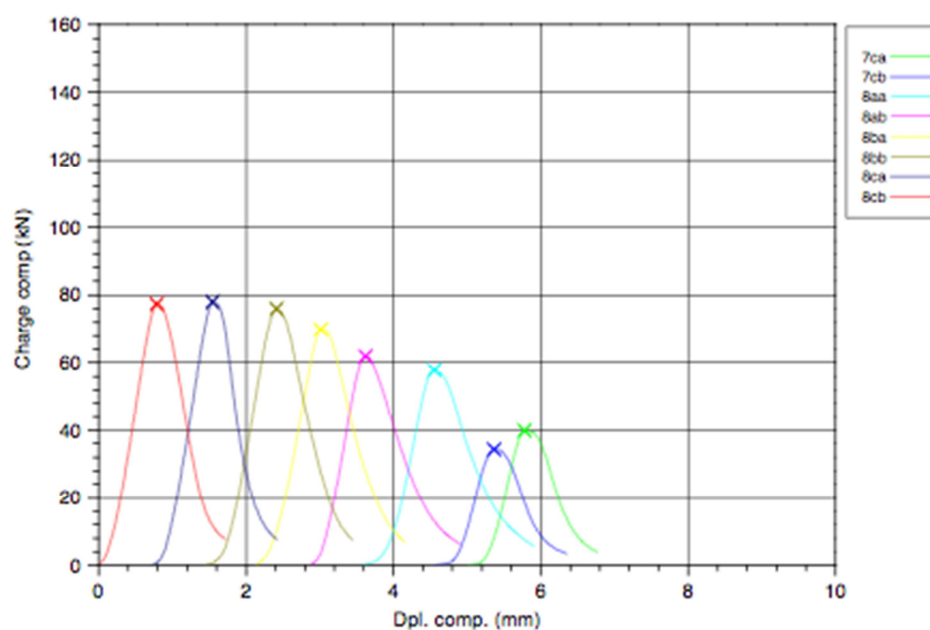
Opérateur : Amaury Daras

Température : 21.9 °C

Norme : EN 196-1

TYPE :

ETAT : 28 jours



	Contrainte Maximum (N/mm^2)	Charge max. (kN)	Larg. (mm)	Long. (mm)	Haut (mm)	
7ca	24.9	39.83	40.00	40.00	40.00	
7cb	21.4	34.30	40.00	40.00	40.00	
8aa	36.2	57.90	40.00	40.00	40.00	
8ab	38.7	61.87	40.00	40.00	40.00	
8ba	43.7	69.93	40.00	40.00	40.00	
8bb	47.5	75.99	40.00	40.00	40.00	
8ca	48.7	77.94	40.00	40.00	40.00	
8cb	48.4	77.49	40.00	40.00	40.00	
Moyenne	38.7		61.91	40.00	40.00	40.00