
Optimisation d'un procédé de broyage à haute énergie de laitiers pour une substitution partielle du clinker dans la confection de pâtes cimentaires

BOUCHENAF A Othmane ¹, HAMZA OUI Rabah ¹,
BENNABI Abdelkrim ¹, Colin Johan ¹.

¹ Université Paris-Est, Institut de Recherche en Constructibilité, ESTP, 28 avenue du Président Wilson, 94234 Cachan, France, obouchenafa@estp-paris.eu

¹ rhamzaoui@estp-paris.eu

¹ abennabi@estp-paris.eu

¹ jcolin@estp-paris.eu

Résumé.

Le ciment est un matériau de construction indispensable utilisé dans le monde entier. Mais la production de 1 kg de ciment entraîne l'émission de 0,74 kg de CO₂. Ce constat, établi depuis des années, a rendu nécessaire la recherche de solutions techniques permettant de réduire ce taux d'émission de CO₂. La substitution d'une partie du clinker par des co-produits industriels structurellement modifiés, dans le processus de fabrication des ciments peut faire partie de ces solutions.

Notre étude qui rentre dans les thématiques de la constructibilité porte sur une modification de laitiers par un procédé d'activation mécanique basé sur un broyage à très haute énergie à l'aide d'un broyeur planétaire. Pour optimiser le processus de broyage et en particulier pour réduire la durée du broyage, des agents de contrôle (Process Control Agent) ont été utilisés. Ces derniers permettent de réduire les phénomènes d'agglomération et d'activer efficacement le laitier au bout de 15 minutes de broyage.

Des échantillons de pâte cimentaire ont été préparés avec une substitution de 50 % de CEM I. Les résultats d'essais mécaniques montrent des performances meilleures que celles du ciment I à 7, 28 et 90 jours de temps de cure.

MOTS-CLÉS : Broyage à haute énergie, Pâte de ciment, Agent de contrôle, résistance à la compression.

ABSTRACT.

Cement is an indispensable building material throughout the world. The production of 1 kg of cement results in the emission of 0.74 kg of CO₂. This observation, established over the years, has made it necessary to find technical solutions to reduce the CO₂ emission rate. Substitution of part of the clinker by structurally modified industrial co-products in the cement manufacturing process may be part of these solutions.

Our study concerns a modification of the slag by a mechanical activation process carried out by high energy ball milling using a planetary mill. To optimize the milling conditions and in particular to reduce the milling time, the control agents are used. The latter make it possible to affect agglomeration phenomena and to reduce long milling time to the short milling time (15 minutes of milling).

Cementitious paste samples are prepared with a 50% substitution of CEM I. Mechanical test results show superior performance to cement at 7, 28 and 90 days of curing time.

KEY WORDS: High energy ball milling, Cement paste, Process control agents, Compressive strength.

1. Introduction

L'incorporation des coproduits industriels dans les matériaux cimentaires est une des solutions permettant la réduction de la quantité de clinker utilisée tout en garantissant les performances nécessaires à leur emploi.

Le broyage à haute énergie est une solution qui permet d'activer les coproduits et d'augmenter leur taux de substitution au clinker. La mécanosynthèse permet de réduire la taille et la forme des particules et obtenir ainsi un matériau nanostructuré (taille nanométrique des cristallites).

Cette technique, connue pour les matériaux métalliques [HAM 03], commence à être utilisée pour l'activation de coproduits industriels à incorporer dans les matériaux cimentaires.

Les paramètres de broyage qui influent le plus sur l'efficacité du broyage sont : la vitesse de broyage, le temps de broyage, le ratio masse billes/masse poudres... etc. [Sur 01]. Ce procédé de broyage a été appliqué à la kaolinite, à des cendres volantes et à des laitiers ([Ham 15] [Ham 16] et [Bou 17]). Les résultats ont montré que l'activation optimale de ces matériaux était respectivement de 9, 3 et 1 heure.

Cette étude porte plus particulièrement sur l'optimisation des paramètres de broyage avec l'utilisation d'agents de contrôle (Process Control Agents PCA).

Le PCA est ajouté au mélange durant le broyage afin de réduire l'effet du soudage à froid. Il peut prendre une forme solide, liquide ou gazeuse. Le PCA, adsorbé sur la surface des particules des poudres, minimise le soudage à froid entre les particules et a comme conséquences d'inhiber l'agglomération. [EAQ 14] [SUR 01].

L'utilisation du PCA dans cette étude a pour but d'étudier sa capacité à contrôler l'efficacité de l'activation du laitier pour une durée de broyage non excessive.

2. Matériels et méthodes

2.1 Matériaux

Nous avons utilisé un ciment Portland type I (CEM I 52,5 N CP2. NF EN 197-1). Le laitier utilisé est un laitier granulaire fourni par la société SCH. Sa composition chimique, déterminée par fluorescence (Bruker S2 Ranger), est donnée dans le tableau 1.

Le PCA, de l'éthanol pur à 95%, a été utilisé à des proportions allant de 1 à 4 % (pourcentage massique).

Tableau 1. Composition chimique du laitier

Composant	SiO ₂	CaO	Al ₂ O ₃	MnO	MgO	K ₂ O	SO ₃	BaO	P ₂ O ₅	Fe ₂ O ₃
% massique	33,3	23,7	14,6	13,5	9,35	1,54	1,35	1,02	0,562	0,37

2.2. Méthodes

2.2.1 Broyage à haute énergie

Pour le broyage nous avons utilisé un broyeur planétaire à billes Retsch PM 400. Le plateau tourne dans le sens contraire à celui de la rotation des jarres.

Les conditions de broyage utilisés dans cette étude sont :

- Le temps de broyage : 15 min,
- Le poids de produits par jarre = 200 g,
- Le ratio masse billes/masse poudres = 4,
- La vitesse de rotation du plateau $\Omega = 400$ tr/min.
- La vitesse de rotation des jarres $\omega = 800$ tr/min

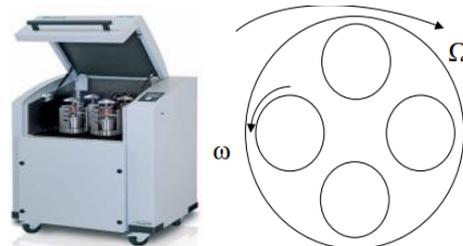


Figure 1 Broyeur planétaire et schéma de rotation du broyeur

2.2.2 Préparation des pâtes cimentaires

Pour la préparation de la pâte de ciment, nous avons respecté le rapport eau/ciment (e/c) = 0,3. La substitution de ciment a été effectuée par du laitier naturel et broyé à niveau de 50 % ; la pâte a été mise dans des moules pour fabriquer des éprouvettes de 4*4*16 cm, séché à l'air libre pendant 24 h afin de pouvoir les décoffrer de leur moule et les découper par la suite pour obtenir des éprouvettes de taille 4*4*4 cm, qui ont la taille normative pour le test de résistance à la compression. On les laisse dans un milieu de conditionnement avec 20 °C et 100 % d'humidité.

Après un temps de 7, 28 et 90 J. On a effectué les tests de compression sur quatre éprouvettes avec une presse électromécanique 3 R. Un test d'analyse thermogravimétrie a aussi été réalisé sur les pâtes cimentaires.

3. Résultats et discussions

3.1 Résultats de compression

La figure 2 donne les résultats des essais de compression réalisés sur l'ensemble des éprouvettes. Elle montre plus précisément le gain ou la perte de résistance par rapport à la pâte cimentaire référence (52, 55 et 59 MPa pour des durées de conservation de 7, 28 et 90 jours respectivement). Pour les laitiers activés avec l'utilisation PCA (Alcool), on remarque une amélioration des performances mécaniques pour les 4 taux de PCA ajoutés lors du broyage. Cela prouve que l'utilisation de l'alcool comme agent de contrôle du procédé de broyage est effective pour l'amélioration des propriétés et la réduction de la durée de broyage en comparant par rapport à la littérature [BOU17].

L'augmentation la plus remarquable est celle avec 4 % d'alcool, la résistance à la compression a été la plus importante à 7 jours +16 % (61,13 MPa), à 28 jours +21 % (67,07 MPa) et aussi à 90 jours +41 % (84,22 MPa). Et nous avons noté également qu'à un faible taux de PCA utilisé, nous avons une augmentation de la résistance mécanique par rapport à la référence pour toutes les durées de concertation 7, 28 et 90 jours.

Cette amélioration est due à l'activation de la réaction pouzzolanique, qui a pour intérêt de produire des C-S-H secondaires responsables de l'amélioration de ces performances mécaniques [LI 03].

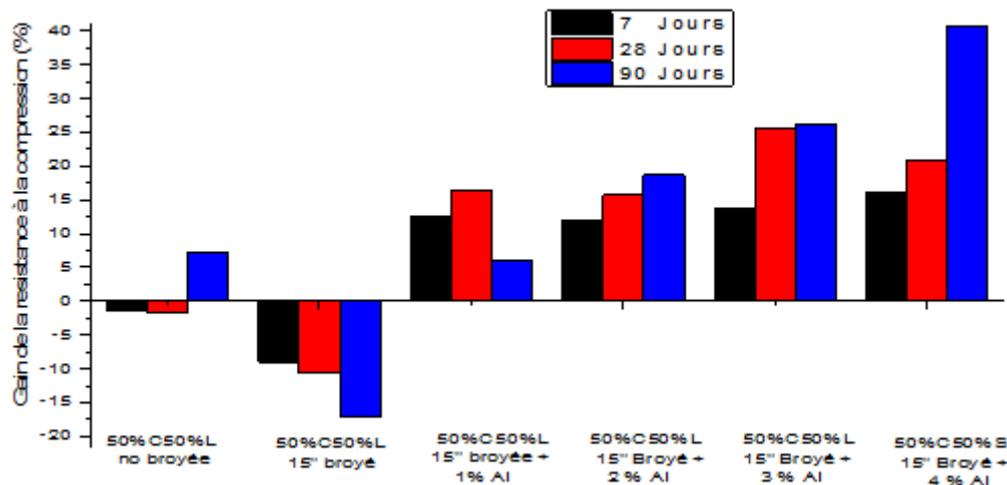


Figure 2. Gain en résistance à la compression pour des pâtes cimentaires (ciment/Laitier) à différentes durées de cure

Dans Une autre étude effectuée par Bouaziz and al. [BOU17], du laitier d'Algérie broyé selon deux techniques (broyage à haute énergie et broyage classique) a été utilisé. L'étude a montré que pour une substitution de ciment à 45 %, l'amélioration de la résistance à la compression était meilleure pour 6 h de broyage à haute énergie à + 3,84 %, + 7,27 % et + 8,77. Contrairement à l'utilisation du laitier broyé classiquement où il y a une baisse dans la résistance à la compression qui varie Quant à l'utilisation du laitier broyé classiquement, une baisse dans la résistance à la compression est observée avec des baisses qui varient de - 25 % pour 7 jours et de - 12 % pour 90 jours.

3.2 Résultats de la thermogravimétrie

La figure 3 montre la dérivée de la courbe d'analyse thermogravimétrie DATG des différentes pâtes cimentaires (ciment/laitier) conservé à 28 jours de cure. Entre 25°C et 600 °C avec une vitesse de chauffe de 20 °C/ min, on trouve 2 pics relatifs à la décomposition des échantillons des pâtes cimentaires en fonction de la température [TAY 97] [HEW 98].

- 1^{er} pic : entre 80 et 140 °C est pic relatif à la perte d'eau et la décomposition des hydrates.
- 2^e pic : 450 et 550 °C c'est le pic relatif à la décomposition de la portlandite.

Ces deux pics se répètent peu importe le temps de cure, le type de PCA ou le taux utilisé, mais ce qui diffère c'est à quelle plage de température ils apparaissent

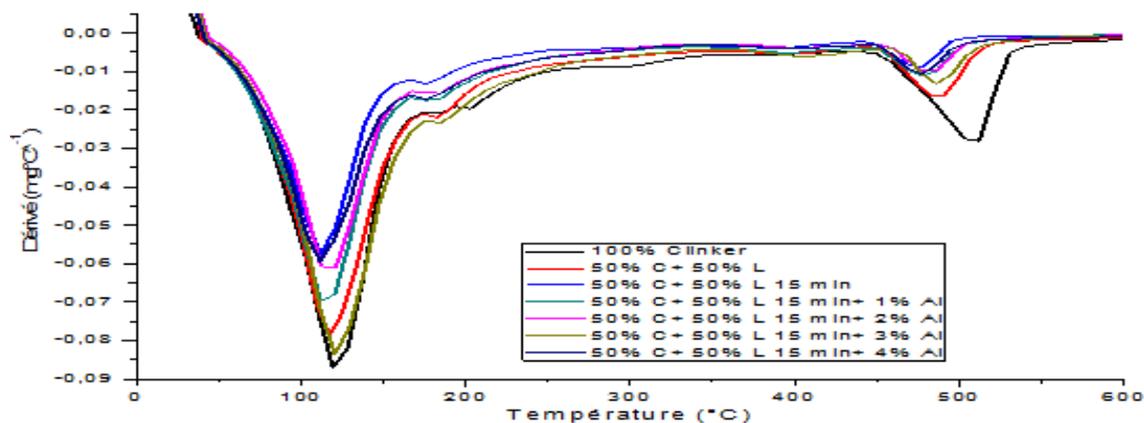


Figure 3. Courbes ATG des différentes pâtes cimentaires (ciment/laitier) étudiées à 28 jours de cure

D'après les résultats obtenus, on remarque pour le 2^e ensemble de pics relatifs à la dégradation de la portlandite, le pic relatif à une pâte de 100% de ciment possède le pic le plus important donc on peut déduire que l'échantillon a la plus grande quantité de portlandite, contrairement aux pâtes-ciment/laitier où l'on voit que ces pics sont moins importants.

Ces phénomènes seront mieux détaillés dans l'article qui est en cours de rédaction, ou on a comparé les taux en portlandite de chaque pâte cimentaire.

4. Conclusion et Perspectives

Dans cette étude, l'utilisation du PCA lors du broyage du laitier a montré son efficacité pour l'amélioration des performances mécaniques des pâtes cimentaires. Nous avons observé l'amélioration des performances mécaniques, peu importe le taux de PCA (Alcool) utilisé. La meilleure configuration est l'utilisation de 4% d'alcool qui a montré une amélioration de +16% à +40 % des performances mécaniques pour une substitution de 50% de clinker. Cela prouve que la réaction pouzzolanique de ces laitiers a bien été activée et a produit des C-S-H secondaires contribuant à ces bons résultats. Il est à noter que les résultats sur l'effet de l'utilisation du PCA lors d'un broyage à haute énergie font l'objet d'un article qui va être publié dans un journal international sous peu, ou il va traiter la comparaison entre 2 types de PCA (alcool et eau) et on a étudié 2 types de coproduit laitiers et cendres volantes.

5. Bibliographie

- [BOU 17] BOUAZIZ A., HAMZAOU R., GUESSASMA S., LAKHAL R., ACHOURA D., and LEKLOU N., "Efficiency of high energy over conventional milling of granulated blast furnace slag powder to improve mechanical performance of slag cement paste," *Powder Technol.* vol. 308, pp. 37–46, 2017.
- [EAQ 14] EAQUB M.A., ULLAH M., And ABD HAMID S.B., "Surfactant-assisted ball milling: a novel route to novel materials with controlled nanostructure -a review," *Rev. Adv. Mater. Sci.*, vol. 37, pp. 1–14, 2014.
- [HAM 03] HAMZAOU R., ELKEDIM O., FENINECHE N., GAFFET E., And CRAVEN J., "Structure and magnetic properties of nanocrystalline mechanically alloyed Fe – 10% Ni and Fe – 20% Ni," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 360, no. 1, pp. 299–305, 2003.
- [HAM 15] HAMZAOU R., MUSLIM F., GUESSASMA S., BENNABI A., And GUILLIN J., "Structural and thermal behavior of proclay kaolinite using high energy ball milling process," *Powder Technol.*, vol. 271, pp. 228–237, 2015.
- [HAM 16] HAMZAOU R., BOUCHENAF O., GUESSASMA S., LEKLOU N., and BOUAZIZ A., "The sequel of modified fly ashes using high energy ball milling on mechanical performance of substituted past cement," *Mater. Des.*, vol. 90, pp. 29–37, 2016.
- [HEW 98] HEWLETT P.C., "Lea's chemistry of cement and concrete", Londres, 4^{ème} édition, Edward Arnold, 1998
- [LI 03] Z. LI and Z. DING, "Property improvement of Portland cement by incorporating with metakaolin and slag," *Cem. Concr. Res.*, vol. 33, no. 4, pp. 579–584, 2003.
- [SUR 01] C. SURYANARAYANA, "Mechanical alloying and milling," *Prog. Mater. Sci.*, vol. 46, no. 1–2, pp. 1–184, Jan. 2001.
- [TAY 97] TAYLOR H.F.W., « Cement chemistry », Londres, 2^e édition, Ed Thomas Telford, 1997.