

---

# Optimisation de la teneur d'un ciment en SO<sub>3</sub>: Étude de l'effet du taux de sulfatage sur les propriétés physico-mécaniques d'une matrice cimentaire

Siline Mohammed<sup>1</sup>, Omary Safiullah<sup>2</sup>.

<sup>1</sup> LMMS, Université de M'sila; Algérie. [silinemohammed@gmail.com](mailto:silinemohammed@gmail.com)

<sup>2</sup> ICube, UMR CNRS 7357, INSA de Strasbourg, France. [Safiullah.omary@insa-strasbourg.fr](mailto:Safiullah.omary@insa-strasbourg.fr)

---

*RÉSUMÉ. La littérature des matériaux cimentaires est riche des recherches qui entrent dans le cadre de l'amélioration des performances de ciment. Dans ces recherches, dont le but est de trouver la composition optimale d'un ciment à partir des matériaux : clinker, gypse et une addition (laitier, pouzzolane, fumée de silice, cendres volantes, etc.), la teneur en gypse est le plus souvent prise arbitrairement entre 3 et 5% en poids. Il est connu que le sulfate de calcium dihydraté CaSO<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O joue le rôle d'un régulateur de prise. Cependant, cette teneur qui varie d'un auteur à l'autre, peut influencer sur d'autres propriétés telles que : la réponse mécanique, les variations dimensionnelles et le processus d'hydratation. Le but de ce travail est de chercher, à travers une campagne expérimentale et des formules théoriques, l'optimum de sulfatage pour un ciment Portland CEM I fabriqué en Algérie. Pour ce faire, la teneur des ciments en gypse a été prise variable entre 0 et 9% en poids et l'évolution des propriétés physico-mécaniques, à l'état frais et durci, des mortiers résultants a été suivie. Il a été expérimentalement démontré que la teneur optimale du ciment en gypse est 5,5% en poids.*

*ABSTRACT. The literature of cementitious materials is rich in researches that come within the subject of improved cement performances. In these researches, where the objective is to find the cement optimal composition from materials: clinker, gypsum and a such addition (slug, pozzolana, silica fume, fly ash, etc.), the gypsum rate is usually arbitrarily taken between 3 and 5% by weight. It is known that calcium sulfate dihydrate CaSO<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O acts as a cement setting regulator. However, this rate, which varies from one author to another, can influence other properties such as: mechanical response, dimensional variations and hydration process. The aim of this work is to find, through an experimental protocol and theoretical formulas, the optimum sulphation of an algerian Portland cement CEM I. To do this, the content of cements from gypsum was taken variable between 0 and 9% by weight and the evolution of the physico-mechanical properties, of resulted mortars, in fresh and hardened state is followed. It has been experimentally demonstrated that the optimum cement content from gypsum is 5.5% by weight.*

*MOTS-CLÉS : Ciment, Teneur en gypse, SO<sub>3</sub>, Optimum, Hydratation.*

*KEY WORDS: Cement, Gypsum content, SO<sub>3</sub>, Optimum, Hydration.*

---

## 1. Introduction

Le ciment Portland s'obtient d'un mélange de clinker et de gypse. Pour réduire son coût et ses émissions de CO<sub>2</sub>, on remplace une partie de clinker par un autre matériau, c'est le cas d'un CEM II. Cette substitution peut présenter d'autres avantages liés aux propriétés mécaniques des ciments envisagés et à la durabilité des mortiers et bétons résultants, ce qui a suscité l'intérêt de beaucoup de chercheurs à travers le monde surtout pour les matériaux actifs tels que : le Métakaolin [RAM 12], la fumée de silice [KAD 11], les cendres volantes [AGH 14] et les argiles calcinées [SIL 16]. Les auteurs de ces recherches utilisent deux procédés pour l'incorporation de leurs ajouts : remplacement partiel du clinker [SIL 16] ou remplacement partiel du ciment [KAD 11]. Bien que la première méthode soit la plus représentative de la fabrication d'un ciment, le rapport clinker/gypse, dans la deuxième méthode, s'avère indéterminé. Le gypse, sulfate de calcium dihydraté (CaSO<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O), est utilisé dans le ciment principalement comme régulateur de prise. Dans un ciment, le C<sub>3</sub>A est l'élément le plus réactif avec l'eau, s'il n'y avait pas de gypse pour ralentir son hydratation, la réaction serait brutale et il se produirait une fausse prise avec formation d'aluminates de calcium hydratés (C<sub>4</sub>AH<sub>13</sub>, C<sub>4</sub>AH<sub>19</sub>, C<sub>2</sub>AH<sub>8</sub> et C<sub>3</sub>AH<sub>6</sub>) qui ont un effet négatif sur la résistance du ciment. C'est la formation de ces hydrates, qui se précipitent sur les silicates de calcium C<sub>3</sub>S et C<sub>2</sub>S et les empêchent de s'hydrater, qui cause la prise rapide du ciment (raidissement vers 15 mn) [SOR 86]. En présence du gypse, le C<sub>3</sub>A réagit avec le gypse pour former l'ettringite (C<sub>6</sub>A<sub>3</sub>H<sub>32</sub>), qui est à l'origine du début du raidissement de la pâte. A l'épuisement de la source de sulfate de calcium, le C<sub>3</sub>A résiduel réagit avec l'ettringite formée pour produire du monosulfoaluminate de calcium (C<sub>4</sub>A<sub>1</sub>H<sub>12</sub>).

Selon Gunay [GUN 12], l'optimum de sulfatage repose sur deux hypothèses : microstructurale et cinétique. L'hypothèse microstructurale prévoit que cet optimum se traduit par la formation d'une quantité d'ettringite qui correspond exactement à l'espace poreux laissé par les C-S-H. Le moins d'ettringite provoque plus de porosité ce qui diminue la résistance. Quant à l'hypothèse cinétique, elle suggère que cet optimum s'obtient lorsqu'il y a une simultanéité entre le pic d'accélération d'hydratation des silicates et le pic de dissolution des aluminates (C<sub>3</sub>A et C<sub>4</sub>AF) et précipitation des Afm, ce qui améliore les résistances mécaniques du fait de l'augmentation du degré d'hydratation. Un surplus de sulfate provoque un déphasage entre ces 2 pics et donc une quantité des hydrates inférieure et des résistances plus basses. Pour une quantité plus faible de SO<sub>3</sub> la fin de consommation du gypse devance le pic d'accélération d'hydratation, d'où la pâte durcit rapidement. Une lecture rapide de quelques travaux de recherche, récemment publiés, montre que les auteurs de ces recherches ont choisi d'incorporer le gypse dans leurs matrices cimentaires à 3% et 5% de la masse totale du ciment. Il est connu que l'élément essentiel du gypse est le SO<sub>3</sub>, la norme NF 197-1, liée à la fabrication des ciments, limite la teneur totale d'un ciment en SO<sub>3</sub> (en provenance du gypse, du clinker et de l'ajout) à 3,5%. Théoriquement, Lerch a proposé une formule simplifiée qui permet de calculer le pourcentage optimal d'incorporation du gypse dans le ciment [KUR 14]. Cet optimum est fonction de la teneur du ciment en C<sub>3</sub>A, mais aussi de sa teneur en alcalis, qui présentent aussi une cause de la fausse prise. Cependant, l'expérience a montré que d'autres paramètres peuvent intervenir dans la détermination de cet optimum de sulfatage, tels que: la finesse du ciment et sa teneur totale en SO<sub>3</sub>. L'objectif de cet article est de chercher expérimentalement la teneur optimale d'un ciment Portland CEM I en gypse. Cette optimisation a été conduite à travers le suivi des performances des ciments anhydres (composition chimique, masse volumique et SSB), pâtes de ciment (consistance normale et temps de prise) et mortiers normalisés (résistance à la compression, chaleur d'hydratation, retrait et gonflement), tout en variant la teneur des ciments en gypse entre 0 et 9% en masse.

$$\% \text{ Opt SO}_3 = 1,23 + 0,093 * \text{Al}_2\text{O}_3 + 1,71 * \text{Na}_2\text{O}_3 + 0,94 * \text{K}_2\text{O} \quad [\text{KUR 14}] \quad (1)$$

## 2. Matériaux et Méthodes expérimentales

Le clinker et le gypse utilisés dans le cadre de cette étude proviennent de la cimenterie de Lafarge M'sila en Algérie, leurs compositions chimiques et caractéristiques physiques sont données dans le tableau 1. Après leur broyage séparé, ces matériaux ont été utilisés pour la formulation de 10 variantes de ciment contenant : 0 ; 2 ; 3 ; 4 ; 5 ; 5,5 ; 6 ; 7 ; 8 ; et 9% (en masse) de gypse.

A l'état anhydre, les ciments ont subi des analyses chimiques ainsi que des tests de masse volumique et de SSB selon les normes NF P15-467, NF 94-054 et NF 196-6 respectivement. Les ciments ont été utilisés pour la confection des pâtes où les consistances normales et les temps de prise ont été évalués conformément à la norme NF 196-3. Quant aux mortiers, ils ont été confectionnés selon la norme NF 196-1 sur la base des variantes de ciment et d'un sable normalisé. Les essais de chaleur d'hydratation, de résistance mécanique à la compression et de variations dimensionnelles ont été conduits suivant les normes NF 196-9, NF 196-1 et NF P15-433 respectivement.

**Tableau 1.** Compositions chimiques (en % massique) et caractéristiques physiques du clinker et du gypse.

	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	SO <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	PAF	SSB (cm <sup>2</sup> /g)	ρ (g/cm <sup>3</sup> )
Clinker	21,5	4,89	3,97	65,92	1,59	0,73	0,69	0,10	0,3	3270	3,17
Gypse	3,37	0,82	0,32	32,19	4,20	37,52	0,15	0	26,86	4680	2,52

### 3. Résultats et discussion

A partir du tableau 2, on constate que seuls les ciments contenant 8 et 9% du gypse ne sont pas conformes à NF 197-1 du fait que leurs teneurs en SO<sub>3</sub> sont supérieures à 3,5%. D'autre part, la teneur en gypse a fait augmenter la finesse des ciments, contrairement aux masses volumiques qui ont été en diminution avec l'augmentation du % du gypse ce qui est dû à la différence de masse volumique entre le clinker et le gypse.

**Tableau 2.** Compositions chimiques (en % massique) et caractéristiques physiques des variantes de ciments.

% du gypse	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	SO <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	PAF	SSB (cm <sup>2</sup> /g)	ρ (g/cm <sup>3</sup> )
0	21,5	4,89	3,97	65,92	1,59	0,73	0,69	0,1	0,3	3270 <sup>±20</sup>	3,17 <sup>±0,01</sup>
2	19,86	4,96	3,41	63,97	1,53	1,53	0,57	0,1	0,8	3345 <sup>±60</sup>	3,15 <sup>±0,02</sup>
3	20,06	4,63	3,28	63,94	1,54	2,04	0,58	0,11	0,85	3368 <sup>±70</sup>	3,14 <sup>±0,01</sup>
4	19,96	4,76	2,96	61,37	1,54	2,52	0,59	0,11	1,12	3290 <sup>±30</sup>	3,12 <sup>±0,01</sup>
5	19,95	4,72	2,98	61,86	1,55	2,78	0,6	0,12	1,44	3409 <sup>±30</sup>	3,08 <sup>±0,03</sup>
5,5	19,86	4,71	3,13	59,42	1,56	3,02	0,61	0,12	1,42	3430 <sup>±40</sup>	3,05 <sup>±0,02</sup>
6	19,46	4,73	3,18	60,47	1,57	3,22	0,61	0,11	1,74	3555 <sup>±60</sup>	2,98 <sup>±0,01</sup>
7	19,19	4,79	3,27	59	1,58	3,48	0,62	0,12	2,1	3480 <sup>±20</sup>	2,95 <sup>±0,01</sup>
8	19,31	4,74	3,25	58,7	1,61	3,78	0,63	0,11	2,39	3500 <sup>±20</sup>	2,97 <sup>±0,01</sup>
9	19,03	4,54	3,07	58,75	1,6	4,03	0,64	0,11	2,4	3520 <sup>±90</sup>	2,90 <sup>±0,02</sup>

**Tableau 3.** Caractéristiques physico-mécaniques des pâtes et des mortiers étudiés.

Teneur en gypse	E/C (%)	Temps de prise (mn)		f <sub>c28</sub> (MPa)	Chaleur d'hydratation à 41h (J/g)	Retrait à 28j (μm/m)	Gonflement à 28j (μm/m)
		Début	Fin				
0	24,4	30	75	33,4 <sup>±2,6</sup>	315	610,68 <sup>±45,8</sup>	91,6 <sup>±13,4</sup>
2	24,6	65	175	36,2 <sup>±1,9</sup>	274	594,35 <sup>±41,4</sup>	92,83 <sup>±10,7</sup>
3	24,9	75	225	44,6 <sup>±2,1</sup>	257	581,02 <sup>±61,2</sup>	95,05 <sup>±12,6</sup>
4	25,2	110	335	50,8 <sup>±2,9</sup>	243	584,69 <sup>±40,2</sup>	96,28 <sup>±11,6</sup>
5	25,2	145	380	51,4 <sup>±1,9</sup>	239	578,36 <sup>±39,6</sup>	100,5 <sup>±14,6</sup>
5,5	26,0	180	440	53,8 <sup>±2,1</sup>	235	565,03 <sup>±42,2</sup>	102,73 <sup>±12,1</sup>
6	26,3	175	445	50,1 <sup>±1,8</sup>	241	555,70 <sup>±52,4</sup>	108,95 <sup>±10,3</sup>
7	26,5	185	440	47,4 <sup>±2,2</sup>	281	577,37 <sup>±73,4</sup>	128,17 <sup>±14,5</sup>
8	26,8	170	430	45,4 <sup>±2,6</sup>	320	641,04 <sup>±40,6</sup>	161,4 <sup>±17,1</sup>
9	27,3	180	445	38,2 <sup>±3,2</sup>	367	702,11 <sup>±61,8</sup>	203,4 <sup>±13,6</sup>

Selon les résultats du tableau 3, la demande en eau des ciments augmente avec la teneur en gypse, ce qui est probablement dû à l'augmentation de leurs finesses et aux réactions chimiques d'hydratation dues à la présence du gypse. L'effet retardateur du gypse sur la prise des ciments est bien évident pour des teneurs entre 2 et 5,5%, à partir de 6%, le teneur en gypse ne présente aucun effet sur la prise des ciments. Les mêmes tendances ont été remarquées en termes de résistance à la compression à 28 jours, où la variante contenant 5,5% de gypse a enregistré la meilleure résistance (+61,08% par rapport au témoin). Il est bien connu que le manque du gypse affecte l'hydratation des C<sub>2</sub>S et C<sub>3</sub>S [MEN 80], ce qui a conduit à des faibles résistances pour les variantes contenant 0, 2 et 3% de gypse. Alors que son excès n'a que l'effet de remplissage, d'où une chute de résistance avec le surplus du gypse (cas des ciments avec 8 et 9% de gypse). L'effet de la teneur en gypse sur la l'évolution de la réponse mécanique peut s'expliquer par une meilleure hydratation et production des hydrates notamment les C-S-H conduisant à une matrice plus dense et plus résistante [SOR 86]. La chute de résistance au delà de 5,5% de gypse dans le ciment, montre qu'il y a une teneur optimale conduisant aux meilleures hydratation et résistance mécanique. Comme l'hydratation du C<sub>3</sub>A génère plus de chaleur que celles des C<sub>2</sub>S et C<sub>3</sub>S, les ciments contenant peu de gypse (315 j/g pour 0% de gypse), ont libéré plus de chaleur d'hydratation par rapport au ciment avec la teneur optimale de 5,5% (226 j/g). Les résultats obtenus pour les variantes contenant des fortes teneurs en gypse peuvent être attribués à la formation de Brucite et de Portlandite à partir du gypse résiduel et non exploité lors de l'hydratation du ciment. Quand aux variations dimensionnelles elles ont été également affectées par la teneur des ciments en gypse, la variante contenant 5,5% de gypse semble être la moins affectée. L'analyse de tous ces résultats montre que la teneur de 5,5% est la plus avantageuse. Elle n'a abouti qu'à 2,61% de SO<sub>3</sub> dans le ciment, ce qui est compatible avec la valeur théorique obtenue par la formule de Lerch (formule 1) (2,51%) et conforme à la norme NF 197-1 (< 3,5%).

#### 4. Conclusion

Les résultats obtenus à l'occasion de ce travail nous permettent de conclure que :

- La teneur en gypse a une influence remarquable sur les propriétés physico-mécaniques des ciments.
- Le surplus du gypse affecte principalement la demande en eau, la chaleur d'hydratation et le retrait.
- Le manque en gypse influe principalement sur la prise, la résistance mécanique et le gonflement.
- L'optimum de sulfatage pour ce ciment est 5,5% [SIL 18].

#### 5. Bibliographie

- [AGH 14] AGHABAGLOU A.M., SEZER G.I., RAMYAR K., «Comparison of fly ash, silica fume and metakaolin from mechanical properties and durability performance of mortar mixtures view point», *Construction and Building Materials*, vol. 70, 2014, p. 17-25.
- [GUN 12] GUNAY S. A. Influence de la cinétique d'hydratation des phases aluminates en présence de sulfate de calcium sur celle des phases silicates, conséquences sur l'optimum de sulfatage des ciments. Thèse de Doctorat, Université de Bourgogne, 2012.
- [KAD 11] KADRI E., KENAI S., EZZIANE K., SIDDIQUE R., DE SCHUTTER G., «Influence of metakaolin and silica fume on the heat of hydration and compressive strength development of mortar», *Applied clay science*, vol. 53, 2011, p. 704-708.
- [KUR 14] KURDOWSKI W., *Chapter 4 : Cement Hydration. Cement and Concrete Chemistry*, 2014, p. 205-277, DOI: 10.1007/978-94-007-7945-7.
- [MEN 80] MÉNÉTRIER D., JAWED I., SKALNY J., «Effect of gypsum on C<sub>3</sub>S hydration», *Cement and Concrete Research*, vol. 10, 1980, p. 697-701.
- [RAM 12] RAMEZANIANPOUR A. A., BAHRAMIJOVEIN H., «Influence of metakaolin as supplementary cementing material on strength and durability of concretes», *Construction and Building Materials*, vol 30, 2012, p. 470-479.
- [SIL 16] SILINE M., GHORBEL E., BIBI M., «Valorization of pozzolanicity of Algerian clay: Optimization of the heat treatment and mechanical characteristics of the involved cement mortars», *Applied Clay Science*, vol. 132-133, 2016, p. 712-721.
- [SIL 18] SILINE M., OMARY S., « Optimization of the SO<sub>3</sub> content of an Algerian Portland cement: Study on the effect of various amounts of gypsum on cement properties», *Construction and Building Materials*, vol. 164, 2018, p. 362-370.
- [SOR 86] SOROKA I., ABAYNEH M., «Effect of gypsum on properties and internal structure of PC paste», *Cement and Construction Research*, vol. 16, 1986, p. 495-504.