



LA DIFFRACTION DES RAYONS X : UNE METHODE INTERESSANTE POUR LA CARACTERISATION DE COMPOSÉS DU CIMENT ANHYDRE, ARGILE NATURELLE, ET DES MELANGES CIMENT ANHYDRE / ARGILE NATURELLE.

A. S. BENOSMAN⁽¹⁾, H. TAIBI⁽¹⁾, M. MOULI⁽²⁾, M. BELBACHIR⁽¹⁾

(1) Faculté des sciences, Laboratoire de Chimie des Polymères, Université d'Oran Es-Sénia. BP1524 ; El Mnaouer, Oran 31000 ; Algérie

(2) Département de Génie Civil, Ecole National Supérieur de l'Enseignement Technique BP1523 ; El Mnaouer, Oran31000 ; Algérie

e-mail : amre20022000@yahoo.fr

Résumé

Le ciment anhydre est essentiellement composé d'une roche artificielle, dite clinker, constitué au moins de quatre phases (silicates et aluminates de calcium). Chacune de ces phases présente un polymorphisme en fonction de la température et des impuretés. L'argile naturelle est composée principalement de silicates en feuillets (phyllosilicates) d'Al, plus ou moins hydratés. Huit échantillons ont été analysés : Le ciment CPJ-CEM II/A de deux sites différents (noté C1 et C2), deux types d'argile : terre décolorante (maghnite) (noté A) et la bentonite (noté B), et pour d'autres études ultérieures, nous avons procédé aux mélanges d'argile et du ciment donnant les combinaisons suivantes : (C1+A), (C1+B), (C2+A) et (C2+B). La technique utilisée est la diffraction des rayons X, l'identification de leurs différentes phases est donnée par la position d'un certain nombre de pics caractéristiques qui permettent de calculer la distance entre les plans de diffraction. Ainsi, l'interprétation des spectres DRX obtenus met en évidence l'appartenance des 2 argiles à la famille des montmorillonites, et la présence de toutes les phases du clinker dans le cas des ciments. Pour les autres combinaisons des matériaux, on constate la grande complexité de la composition et de la structure des minéraux.

Mots-clés : montmorillonite, ciment, diffraction de RX, renforcement.

Abstract

Anhydrous cement is primarily composed of an artificial rock, said clinker, is consisted at least of four phases (calcium silicates and aluminates). Each one of these phases has a polymorphism according to the temperature and of the impurities. Natural clay is made up mainly of silicates in layers (phyllosilicates) of Al, more or less hydrated. Eight samples were analyzed: Cement CPJ-CEM II/A of two different sites (noted C1 and C2), two types of clay: bleaching ground (maghnite) (noted A) and the bentonite (noted B), and for other later studies, we proceeded to the mixtures of clay and cement giving the following combinations: (C1+A), (C1+B), (C2+A) and (C2+B). The technique used is the diffraction of X-rays, the identification of their various phases is given by the position of a certain number of characteristic peaks which make it possible to calculate the distance between the plans of diffraction. Thus, the interpretation of spectra DRX obtained highlights the membership of 2 clays to the family of montmorillonites, and the presence of all the phases of the clinker in the case of cements. For the other combinations of materials, we note the great complexity of the composition and the structure of minerals.

Key words: montmorillonite, cement, diffraction of X-ray, reinforcement.

NOTATIONS: M: Montmorillonite, Q: Quartz, F: Feldspaths, C: Calcite, C₃S: Alite, C₂S: Bélite, C₃A: Céliste, C₄AF: Alumino-ferrite de calcium, MgO : Oxyde de magnésium

1. INTRODUCTION

Tout corps cristallisé peut être analysé par diffraction de RX [1,2], car ces atomes sont arrangés selon des plans cristallisés spécifiques, donc cette méthode est mieux adaptée à l'identification des différentes phases majeures de nos échantillons. Le ciment (C1, C2) est un mélange de plusieurs phases [3-6] dont l'alite C_3S ($C=CaO$), (S= SiO_2) pour 50 à 75%, de la bélite C_2S de 10 à 20%, de l'aluminate C_3A ($A=Al_2O_3$) de 5 à 10% et de la ferrite C_4AF ($F=Fe_2O_3$) pour moins de 10% ; les argiles [7-9] étudiés ici, contiennent des minéraux argileux qui se présentent comme des phyllosilicates d'aluminium dont les feuillets sont constitués de couches d'octaèdres $Al(OH)_6$ et de couches de tétraèdres SiO_4 reliées par les atomes O et OH mis en commun, la distance inter-réticulaire (d) sépare 2 feuillets successifs. Le principal minéral argileux qui nous intéresse est la montmorillonite, sa formule théorique [10] est souvent donnée sous la forme : $Al_2O_3, 4SiO_2, nH_2O$, elle est généralement calcique, plus rarement sodique.

Les objectifs de ce travail ont été présentés dans un premier article [11], il vient en complément à l'étude précédente, qui a pu identifier les différents composants des ciments, argiles et des mélanges basés sur l'identification

des bandes d'absorption par spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF). Le maximum de résultats possibles sera tiré à partir de l'interprétation des différents spectres de DRX : tels l'appartenance de nos deux argiles, la caractérisation des différentes phases des deux ciments et le renseignement sur l'état de cristallisation de nos matériaux. En se basant sur les spectres DRX précédents, nous avons pu identifier les différentes phases des échantillons obtenus à partir du mélange (ciment/argile).

2. PROCEDURE EXPERIMENTALE

Les échantillons sont analysés par un diffractomètre Philips PW 1710, utilisant une anticathode de cuivre ($Cu-K\alpha$) de longueur d'onde $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$. Les deux ciments C1 et C2 de type CPJ-CEM II/A (ciment portland à la pouzzolane) de deux sites différents et les deux types d'argile terre décolorante (maghnite) (noté A) et la bentonite (noté B) sont des poudres anhydres broyés à une granulométrie de $315 \mu m$. Les combinaisons de matériaux (ciment / argile) sont dans un rapport de mélange de l'ordre de (1:1). Les spectres DRX ont été obtenus par l'exécution rapide de la technique et du prélèvement en quelques minutes du matériau. La composition chimique des deux ciments et des types d'argiles est regroupée dans les tableaux ci-dessous :

Eléments	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	CaO	MgO	Na_2O	K_2O	TiO_2	SO_3	AS	PAF
% (w/w)	69,3	14,67	1,16	0,30	1,07	0,5	0,79	0,16	0,91	0,05	11

Tableau 1 : Composition chimique de la terre décolorante (Maghnite) (A)

Eléments	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	CaO	MgO	Na_2O	K_2O	TiO_2	MnO	P_2O_5	PAF
% (w/w)	50,46	18,57	2,39	3,58	2,31	1,30	1,50	0,21	0,20	0,22	19,26

Tableau 2 : Composition chimique de la Bentonite (B)

Eléments	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	CaO	MgO	SO_3	PAF	CaO libre
Pourcentage	21,82	6,57	4,01	63,43	0,21	1,86	2,09	0,24

Constituant	C_3S	C_2S	C_3A	C_4AF
Pourcentage	40,20	32,25	10,64	12,19

Tableau 3 : Composition chimique et minéralogique du ciment C1 (CPJ-CEM II/A).

Eléments	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	CaO	MgO	SO_3	PAF	CaO libre
Pourcentage	21,93	6,81	4,26	63,87	0,21	1,31	1,08	0,13

Constituant	C_3S	C_2S	C_3A	C_4AF
Pourcentage	37,17	28,03	10,85	12,95

3. RESULTATS ET DISCUSSION

3.1. Interprétation des spectres DRX des argiles et des ciments anhydres

i. L'analyse par DRX [12,13] des deux argiles : la maghnite [14] (A), et la bentonite (B) représentées par les figures (1) et (2) respectivement, révèle que les deux argiles sont constituées essentiellement de composés argileux, telle la montmorillonite et de composé non argileux (Impuretés) tels le quartz (sable), les Feldspaths, et les carbonates (calcite). La fraction argileuse de nos 2 matériaux est constituée en grande proportion de montmorillonite [15,16].

ii. Les spectres de DRX des échantillons C1, C2 [figures (3) et (4)], présentent des pics aigus et donnent des valeurs d'angles de diffraction pour les différentes phases du clinker proches à celles des phases pures (C_3S , C_2S , C_3A , C_4AF). Ce qui permet de dire que les principaux minéraux classiques [17] du clinker notamment le silicate tricalcique, le silicate bicalcique (α, β), l'aluminate tricalcique et le ferro-aluminate tétracalcique (avec leurs distances inter-réticulaire correspondantes) sont présents et cristallisés et qui confirme que les deux ciments C1 et C2 sont adéquats.

Néanmoins, une légère variation a été constatée entre les fractions des ciments C1 et C2 dans les angles de diffractions et les distances inter-réticulaire (d). Cette variation peut être expliquée par la différence entre la composition [18] chimique et minéralogique et la forme du réseau cristallin des deux matériaux (composants).

3.2. Interprétation des spectres DRX des mélanges (ciment/argile)

Les spectres de DRX, montrés par les figures (5), (6), (7) et (8) des mélanges des matériaux (ciment / argile), nous révèle la présence en plus des minéraux principaux du clinker [19,20] tels C_3S , C_2S , C_4AF , C_3A avec quelques pics du MgO , et de montmorillonite avec quelques impuretés (quartz, calcite et Feldspaths). Ainsi, la grande complexité de la composition et de la structure des minéraux présentés, témoignent de la difficulté rencontrée pour l'identification des différentes phases des mélanges (ciment / argile).

Une étude comparative entre les spectres DRX des figures (5), (6), (7), (8) et les spectres des figures (1) et (2) dans un intervalle d'angles de diffraction (2θ) variant entre 25° et 60° , nous a permis de constater que les pics du composé argileux montmorillonite sont moins présents dans les figures (5), (6), (7) et (8) que dans les figures (1) et (2). Ceci peut être expliqué par la présence des phases du clinker (tels : C_3S , βC_2S , αC_2S , ...) qui possèdent des réseaux cristallins [21] définis par de groupe de symétrie spatial, alors qu'on ne peut pas donner pour la montmorillonite (et de façon plus générale pour l'ensemble des smectites) de groupe de symétrie et seul le feuillet [10,22] peut être décrit à l'aide d'un groupe plan [10]. Dans cette interprétation qualitative, nous nous sommes basés essentiellement sur les DRX qui nous a permis de constater que cette technique [1, 12, 23,24] n'identifie que les phases cristallisées majoritaires et dominantes des échantillons de mélange (ciment / argile).

4. Conclusions

Les résultats obtenus dans la présente étude on permet d'aboutir aux conclusions suivantes :

- La diffraction des Rayons X reste un outil d'analyse simple de caractérisation de corps cristallisés.
- Cette étude nous a permis de montrer qu'il était possible d'identifier qualitativement les minéraux principaux d'un ciment anhydre, d'une argile ou des mélanges (ciment / argile) malgré la complexité de l'ensemble des phases du clinker, de leurs états de cristallisation et des minéraux argileux.
- L'étude a permis de situer la limite du comportement de mélange ciment/argile, pouvant jouer comme facteur prépondérant dans le renforcement des propriétés des matériaux; ce qui s'avère intéressant pour la continuité du programme du projet entamer.

REMERCIEMENTS

Nous tenons à remercier A. AIT AMER pour son aide à la mise en forme de cet article.

REFERENCES

- [1] J.P. Eberhart, (1989), « Analyse structurale et chimique des matériaux » (diffraction des rayons X, électrons et neutrons, spectrométrie

La diffraction des rayons X : une méthode intéressante pour la

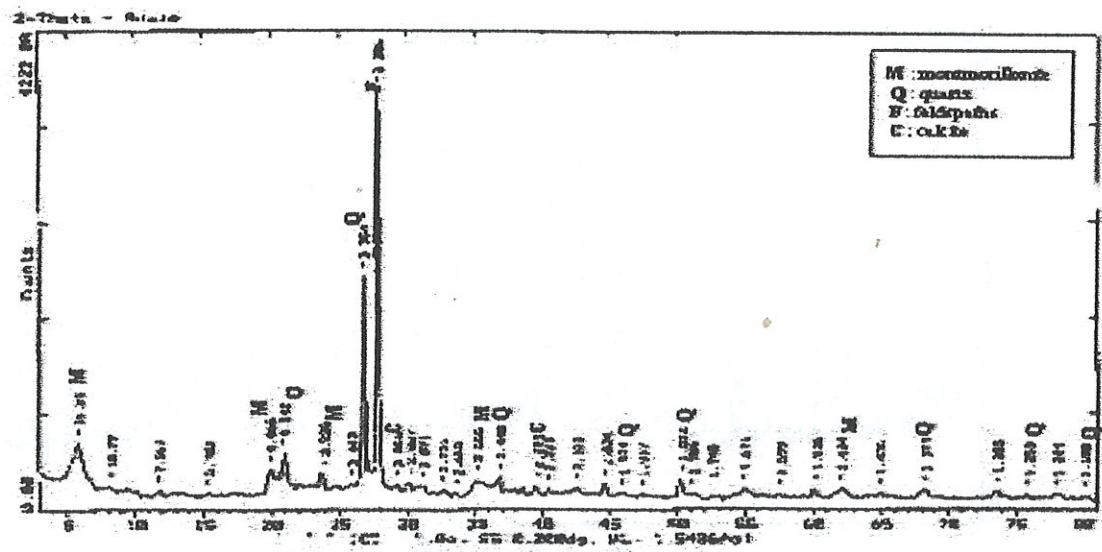


Figure 1 : Spectre DRX de l'argile (A)

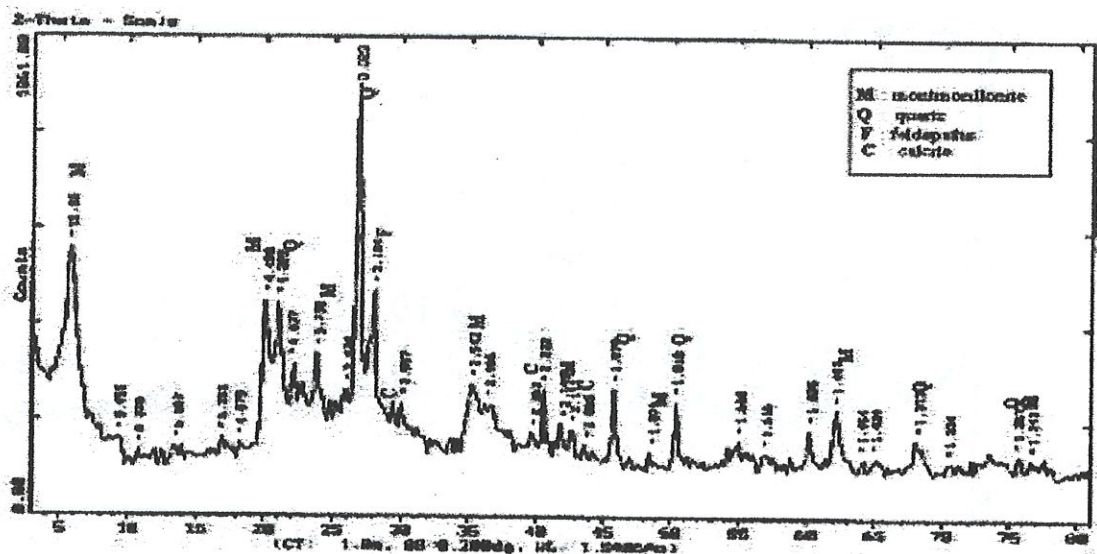


Figure 2 : Spectre DRX de l'argile (B)

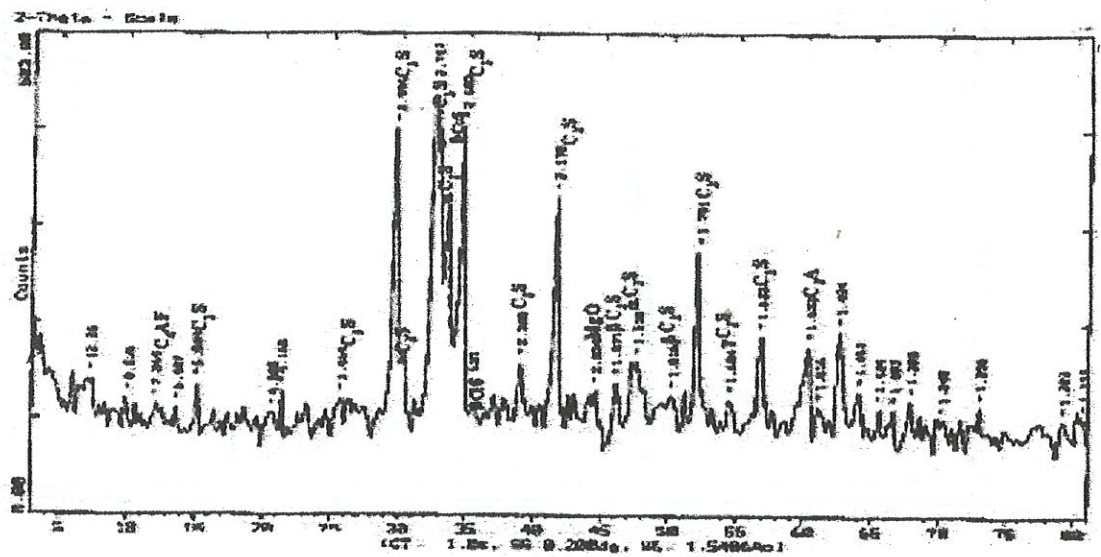


Figure 3 : Spectre DRX du ciment C1

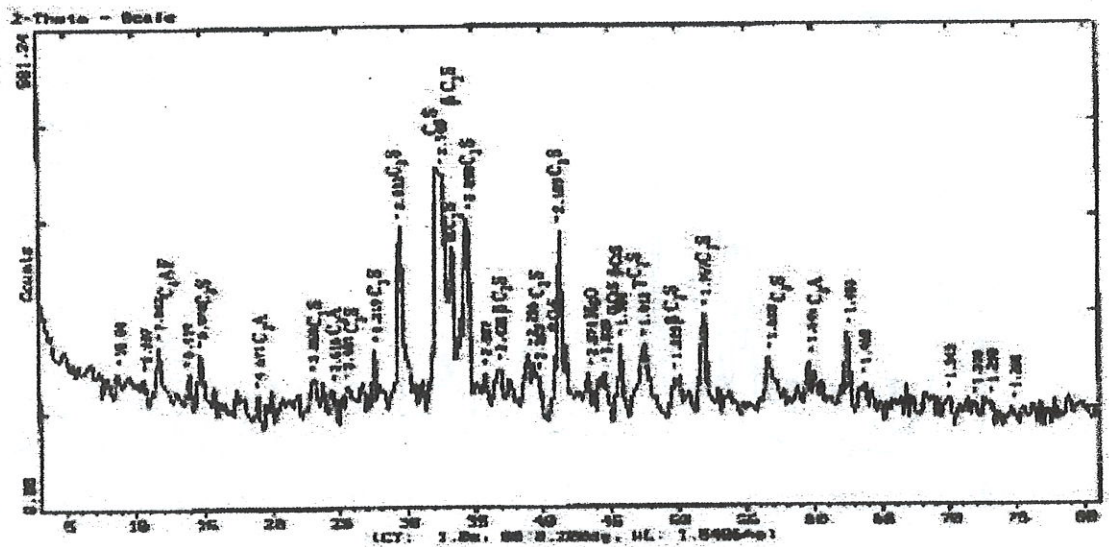


Figure 4 : Spectre DRX du ciment C2

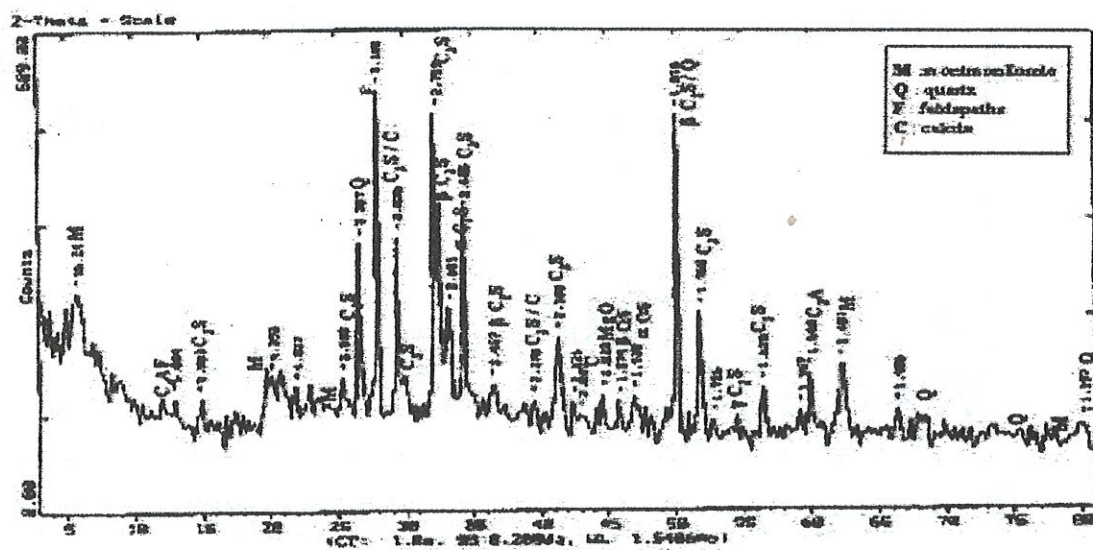
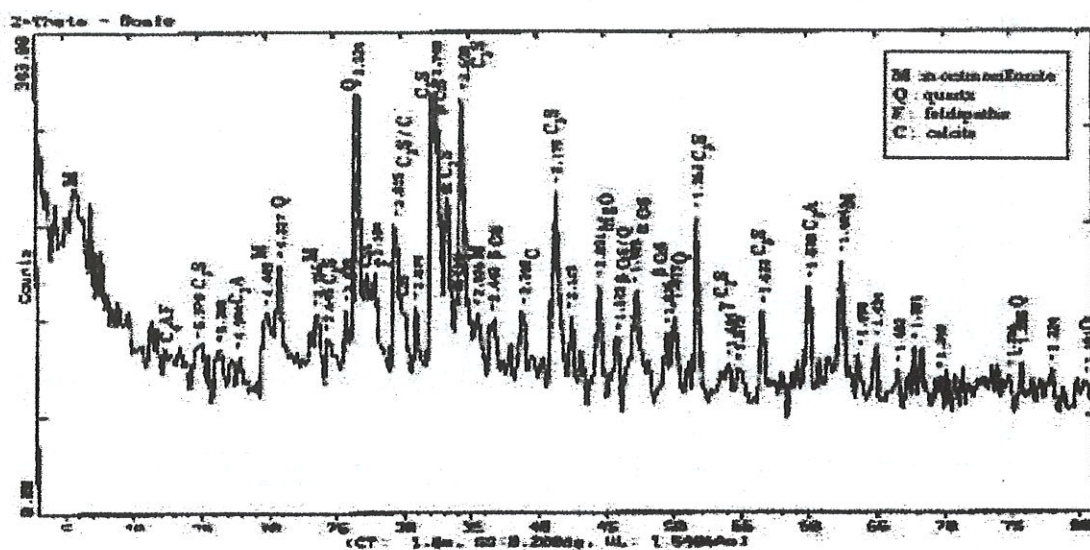


Figure 5 : Spectre DRX du mélange (C1 +B)



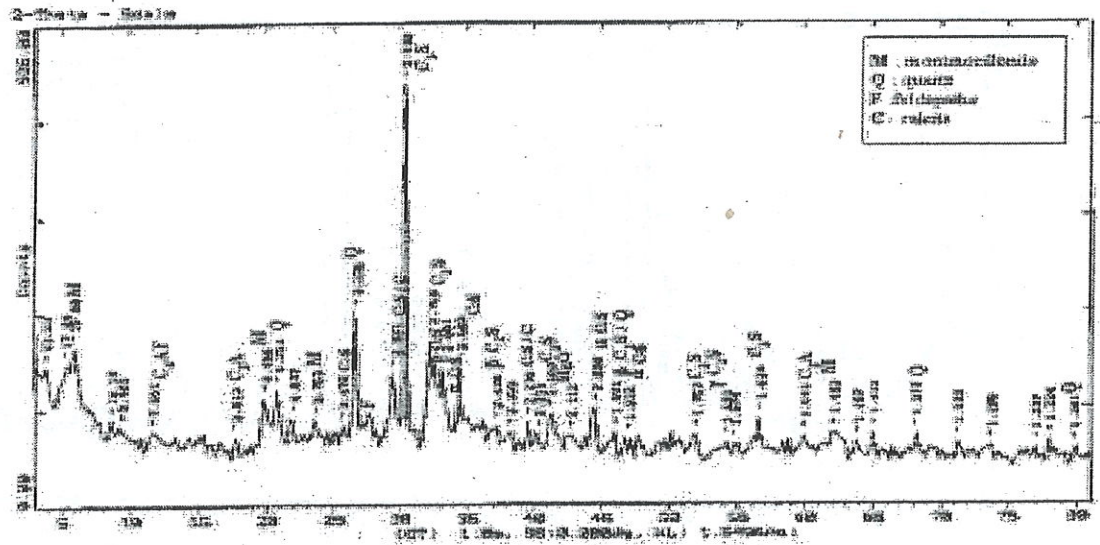


Figure 7 : Spectre DRX du mélange (C2 + B)

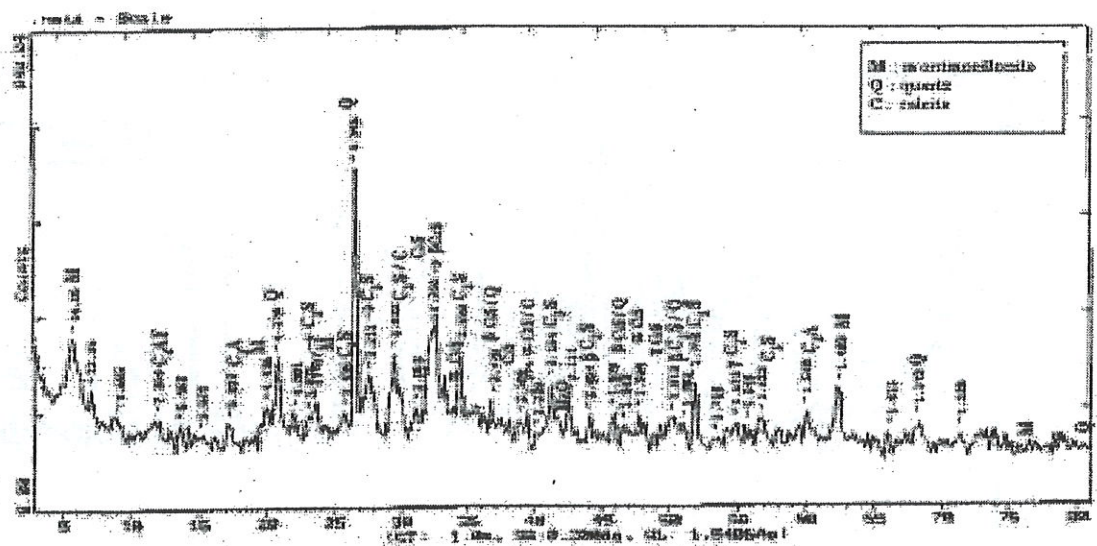


Figure 8 : Spectre DRX du mélange (C2 + A)