

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'enseignement supérieur et de la

recherche scientifique

Université A/Mira de Bejaia

Faculté de Technologie

Département de Génie Civil



جامعة بجاية
Tasdawit n Bgayet
Université de Béjaïa

**En vue d'obtention En vue d'obtention du diplôme de
Master en Génie Civil**

Mémoire de fin d'études

**Elaboration et étude des géopolymères à base d'additions
aluminosilicates**

Présenté par :

- ABDELFETTAH Amel
- SAIDI Meriem

Encadré par :

M^{me} : M.MEZIANI

Devant le jury :

M^{me} : S.AREZKI

M^r : LAICHAOUI

Promotion 2022/2023

Remerciements

Au premier lieu, nous tenons à remercier le dieu le plus puissant qui nous a donné la force, le courage et la volonté pour élaborer ce travail.

Nous voudrions exprimer toute nos reconnaissances à notre directrice du travail Madame M.MEZIANI. Nous la remercions de nous avoir encadrées, orientées, aidées et conseillées.

A nos parents et nos proches, qui nous ont soutenus durant les moments de doute et d'abandon, qui ont cru en nous.

Nous tenons à remercier les membres de jury d'avoir accepté d'examiner notre travail.

Nous adressons nos sincères remerciements à l'ensemble des enseignants de département de Génie Civil particulièrement Monsieur CHELLOUAT.

Enfin, nous tenons à remercier toute notre gratitude à nos camarades avec lesquels nous avons eu le plaisir de travailler, ainsi tous ceux qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail

AMEL ET MERIEM

Dédicace

Je dédie ce modeste travail

A mes très chers parents, source de vie, d'amour et d'affection, pour leur soutien et sacrifices tout au long de mon parcours académique

A mes chers frères et sœurs Souhila, Dida, Malek, Mazigh et Nina source de bonheur et motivation.

A mes neveux Mima et Adem

A toute ma famille, source d'espoir.

A mon cher binôme et amie Amel avec qui j'ai partagé que de bons moments durant la préparation de ce travail.

A mon encadrante Madame M.MEZIANI

A mes très chères amies Amel, Nadjia, Lina, Sarah et Celina

A toute la promotion de Master Génie Civil 2022/2023.

MERIEM

Dédicace

Je dédie ce modeste travail

A mon cher père qui a été toujours à mes cotés pour me soutenir et m'encourager, sa présence à mes cotés a toujours été ma source de force.

A ma très chère mère, son affection me couvre et sa bienveillance me guide.

A mes frères Lamine et Toufik et ma sœur Lamia.

A ma très chère famille, ma source de joie.

A mon très cher binôme et amie Meriem avec qui j'ai partagé que de bons moments inoubliables durant la préparation de ce mémoire.

A mon encadrante Madame M.MEZIANI.

A mes très chères amies Sara, Tinhinane, Lilia, Lina.

A toute la promotion de Master Génie Civil 2022/2023

AMEL

Liste de Figures

Figure I-1: Diagramme ternaire CaO-Al ₂ O ₃ -SiO ₂ des matières premières des géopolymères	5
Figure I-2: Quelques applications de matériaux géopolymères dans le Génie Civil a) Bâtiment en géopolymère, b) Université de Queensland en béton de géopolymère, c) Structures préfabriquées en béton géopolymère et d) Briques en géopolymère	10
Figure I-3: Parpaings fabriqués à base d'un béton géopolymère	11
Figure I-4: Image au microscope de la structure des ciments géopolymères et ciments Portland	13
Figure II-1: Situation géographique du gisement de zéolite	15
Figure II-2: Photographie de la zéolite	16
Figure II-3: Photographie de déchets de brique	16
Figure II-4: Sable normalisé	17
Figure II-5: Chaux aérienne.....	18
Figure II-6: Composants de la solution alcaline	18
Figure II-7: Fiche technique de l'adjuvant	19
Figure II-8: Appareil de perméabilité Blaine	22
Figure II-9: Echantillons imbibés dans l'eau	24
Figure II-10: Courbe granulométrique du sable	26
Figure II-11: Analyse granulométrique par sédimentométrie de la poudre de brique.....	27
Figure II-12: Analyse granulométrique par sédimentométrie de la zéolite	28
Figure II-13: Analyse granulométrique par sédimentométrie de la chaux	28
Figure II-14: Spectre infrarouge de la zéolite	29
Figure II-15: Spectre infrarouge de la brique	30
Figure II-16: Spectre infrarouge de la chaux	31
Figure II-17: Diffractogramme de la brique	32
Figure II-18: Diffractogramme de la chaux	32
Figure II-19: Diffractogramme de la zéolite	33
Figure II-20: Conservation des mortiers	34
Figure II-21: Les pâtes géopolymères versées dans les moules	35
Figure II-22: Appareil VICAT.....	36

Figure II-23: Mesure de retrait linéaire d'une éprouvette	36
Figure II-24: Pesée dans l'air	38
Figure II-25: Echantillons dans un dessiccateur	38
Figure II-26: Echantillons de pâte de brique dégradés dans l'eau	41
Figure II-27: Dispositif expérimental de l'essai de compression	41
Figure II-28: Dispositif X-RAYS pour la détermination des rayons X	42
Figure III-1: Temps de prise (début et fin) des pâtes géopolymères (zéolite et déchets de brique)	44
Figure III-2: Evolution du retrait linéaire des échantillons	45
Figure III-3: Evolution de la perte de masse des échantillons	46
Figure III-4: Porosité des échantillons aux différents jours	47
Figure III-5: Absorption d'eau des échantillons aux différents jours	47
Figure III-6: Densité des différents échantillons	48
Figure III-7: Evolution de la résistance à la compression de la pâte géopolymère avec l'âge de durcissement	49
Figure III-8: Spectre infrarouge de la pâte de brique et zéolite	50
Figure III-9: Diffractogramme de brique et mortier de brique	51

Liste des tableaux

Tableau II-1 : Masse volumiques des différentes matières premières	20
Tableau II-2 : La viscosité de l'air η et $\sqrt{0.1\eta}$ en fonction des températures	23
Tableau II-3 : La surface spécifique des différents matériaux	23
Tableau II-4 : Résultats d'absorption d'eau	25
Tableau II-5 : Porosité, masse volumique apparente et absorption de l'eau des mortiers de brique et zéolite à 7 jours	38
Tableau II-6 : Porosité, masse volumique apparente et absorption de l'eau des pâtes de brique et zéolite à 7 jours	38
Tableau II-7 : Porosité, masse volumique apparente et absorption de l'eau des mortiers de brique et zéolite à 28 jours	39
Tableau II-8 : Porosité, masse volumique apparente et absorption de l'eau des pâtes de brique et zéolite à 28 jours	39

Table de matières

Introduction

Chapitre I : Synthèse bibliographique

I-Introduction	1
I-1- Historique des géopolymères	1
I-2 -Définition des géopolymères	2
I-3- Mécanisme de formation (synthèse)	2
I-4- Les éléments constitutifs des géopolymères	5
I-4-1-Matières premières	6
I-4-1-1- Matériaux aluminosilicates	6
➤ L'argile	6
➤ La zéolite.....	7
I-4-1-2-Les solutions alcalines	7
I-5-Propriétés des activateurs alcalins	8
I-6-Les adjuvants	9
I-7- Le rôle des matières premières pour l'élaboration des géopolymères	9
I-8- Utilisation des géopolymères dans le domaine de Génie Civil.....	10
I-9- Impact environnemental des géopolymères et comparaison avec le ciment portland	12
I-10- Conclusion	13

Chapitre II : Matériaux et méthodes expérimentales

II- Introduction	15
II-1-Matériaux aluminosilicates et solutions alcalines	15
II-1-1-Zéolite	15
II-1-2-La brique	16
II-1-3-Le sable	17
II-1-4-La chaux	17
II-1-5-La solution alcaline	18
II-1-6-Adjuvant	19
II-2-Characterisation des matériaux	19
II-2-1-Masse volumique absolue	19
II-2-2-La surface Blaine	20
II-2-3-Coefficient d'absorption d'eau	24

II-2-4- Analyse granulométrique du sable	25
II-2-5- Granulométrie par sédimentométrie des matériaux fins	26
II-2-6- Spectroscopie infrarouge	29
II-2-7- Analyse par diffraction des rayons X	31
II-3- Formulation des pâtes et mortiers	33
II-3-1-Formulation de mortier	33
II- 3-2-Formulation des pâtes	34
II-4-Essais mécaniques et physiques	35
II-4-1- Temps de début et de fin de prise (essai Vicat)	35
II-4-2- Retrait linéaire	36
II-4-3-Perte de masse	37
II-4-4-Porosité et masse volumique apparente	37
II-4-6-Essai de compression	41
II-4-8-Diffraction des rayons X.....	42
II-5-Conclusion	42

Chapitre III : Résultats et discussions

III-Introduction	44
III-1- Essai de prise	44
III-2 -Retrait linéaire	45
III-3- Perte de masse	46
III-4- Essai de porosité	47
III-5-Essai de compression	49
III-6-Spectroscopie infrarouge	50
III-7-Analyse par diffraction des rayons X	51
III-8-Conclusion	51

Conclusion

Symboles et notations

ρ_a	: Masse volumique absolue
S	: Surface spécifique Blaine
M	: La masse de l'échantillon
M_p	: La masse de pycnomètre
M'	: La masse de pycnomètre avec l'échantillon
M_1	: La masse de pycnomètre avec l'échantillon plein d'eau
M_2	: La masse de pycnomètre plein de l'eau distillé
V	: Volume du lit de liant en centimètre cubes
n	: Porosité
η	: Viscosité de l'air en fonction de la température
ρ	: Masse volumique
K	: Constante de l'appareil
t	: Temps
A	: absorption d'eau
MF	: Module de finesse
R_L	: Retrait linéaire
L_0	: La longueur de l'éprouvette au démoulage
L	: La longueur de l'éprouvette à une échéance prédéfinie
P_M	: Perte de masse apparente
M_0	: La masse de l'éprouvette au démoulage
M	: La masse de l'éprouvette chaque deux jours
M_{app}	: Masse volumique apparente
M_{st}	: Masse saturée
M_s	: Masse sèche
M_{ph}	: Masse par la poussée hydrostatique

Résumé

La nécessité de construire de manière durable, rationnelle et écologique incite à l'innovation et la recherche d'alternatives, tel que la géopolymérisation et l'alcali-activation.

Deux matériaux aluminosilicates (zéolite et déchets de brique) ont été caractérisés (composition chimique, minéralogique, distribution granulométrique, surface spécifique et masse volumique) puis utilisés comme matières premières aluminosilicates pour la synthèse de ciments géopolymères dans une étuve à 40 °C. Les produits synthétisés ont été caractérisés par la détermination du temps de prise, du retrait linéaire, de la perte de masse, de la porosité et la résistance mécanique en compression. Une analyse microstructurale a été élaborée par une diffraction aux rayons X et par une spectrométrie infrarouge.

D'après les résultats de cette étude la zéolite est une bonne source de silice et d'alumine et permet d'élaborer des géopolymères avec des propriétés mécaniques comparé aux déchets de briques.

ملخص

الحاجة إلى البناء المستدام والمنطقي والبيئي تدفع للابتكار والبحث عن بدائل مثل الجيوبوليمرات والتفعيل القلوي. تم توصيف مادتين تحتويان على الألومينوسيليكات (الزبوليت ونفايات الطوب) (التركيب الكيميائي والمعدني وتوزيع الحبيبات والمساحة السطحية والكثافة الظاهرية) ثم استخدمت كماد خام لتحضير أسمنت الجيوبوليمر في فرن عند 40 درجة مئوية. تم توصيف المنتجات المحضرة من خلال تحديد وقت الاستيعاب والانكماش الخطي وفقدان الوزن والمسامية والمقاومة الميكانيكية بالضغط. تم إعداد تحليل للهيكلمجهري باستخدام تفريق الأشعة السينية والتحليل الطيفي للأشعة تحت الحمراء.

ووفقاً لنتائج هذه الدراسة، فإن الزبوليت هو مصدر جيد للسيليكا والألومينا ويمكن أن يؤدي إلى تحضير جيوبوليمرات تتمتع بخصائص ميكانيكية مقارنة بنفايات الطوب

Introduction

Le secteur du bâtiment est le plus grand consommateur d'énergie au monde. La plupart des impacts environnementaux de ce secteur sont liés à la phase de fabrications des matériaux tels que le ciment portland, ces fabrications s'accompagnent d'importantes émissions de CO₂ ce qui contribuent à accroître le taux de réchauffement de la planète, et donc provoque le changement climatique, la dégradation de l'environnement et menace notre avenir [1].

Depuis quelques années, des études sont entreprises dans le but de développer des liants moins consommateurs d'énergie et plus adaptés à l'environnement [2].

Dans ce cadre, des recherches sur de nouveaux liants pouvant être utilisés pour la construction et les travaux de génie civil sont à l'ordre du jour. Parmi ces nouveaux liants, des composés connus sous l'appellation de géopolymères ont vus le jour.

Les géopolymères sont des matériaux de construction innovants qui suscitent un intérêt croissant dans le domaine de l'ingénierie et de la construction. Ils sont considérés comme une alternative prometteuse aux matériaux traditionnels tels que le ciment et le béton, en raison de leurs performances (résistance mécanique, résistance aux produits chimiques, résistance au feu, durabilité, faible empreinte carbone, isolation thermique) et de leur impact environnemental réduit. Ils sont essentiellement des matériaux inorganiques à base de polymères formés par la réaction chimique entre matières premières riche en silice et alumine et des alcalis.

Cette réaction produit une structure en réseau tridimensionnelle solide et liée chimiquement, qui confère aux géopolymères des propriétés mécaniques exceptionnelles.

Le présent projet de fin d'étude s'inscrit dans le cadre de la lutte contre les gaz à effet de serre et essaye de substituer le ciment Portland par des matériaux alternatifs plus respectueux de l'environnement par leur faible émission de CO₂ dans l'atmosphère. L'objectif de cette étude consiste à élaborer et à caractériser des formulations de géopolymères à base d'une zéolite naturelle et des déchets de brique. Pour ce faire, le mémoire a été subdivisé en trois chapitres.

Le premier chapitre offre une synthèse bibliographique qui comporte la définition des géopolymères, leur mécanisme de formation, leurs utilisation dans le domaine de Génie civil ainsi leur impact environnemental et comparaison avec le ciment portland. Le deuxième chapitre est consacré à la caractérisation des matériaux utilisés et les méthodes expérimentales adoptées. Le troisième chapitre regroupe l'ensemble des résultats des expériences du chapitre précédent ainsi que leurs discussions.

Le manuscrit se termine par une conclusion générale récapitulant les principaux résultats obtenus.

Chapitre

I

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

I-Introduction

La synthèse des géopolymères dépend de nombreux facteurs dont le plus important est la nature des matières premières utilisées. Plusieurs matériaux à base de silicium et d'aluminium tels que le kaolin, le métakaolin et les cendres volantes pouvant être potentiellement utilisés.

Dans ce premier chapitre, il sera présenté une synthèse bibliographique sur les géopolymères, leur structure et synthèse, ainsi, le mécanisme de formation, le domaine d'utilisation et l'impact environnemental.

I-1-Historique des géopolymères

En raison des nombreux incendies survenus en France de 1970 à 1973, la gravité de l'incendie a été attribuée aux matériaux de décoration en polyester utilisés dans la plupart des cas [3, 4], la production sur site est donc devenue impérative pour les matériaux non combustibles. C'est dans ce contexte que Davidovits a concentré son travail sur la conception des matériaux innovants. Au cours de cette exploration, il a remarqué que d'une part, les conditions de synthèse de certains matériaux plastiques organiques sont similaires, et d'autre part, les conditions de synthèse des minéraux feldspathiques réfractaires, ainsi que la zéolite sont similaires. Ces types de synthèse sont réalisés en milieu alcalin concentré, à pression normale et à des températures qui ne dépassent pas 150 °C [4, 5].

Au cours de cette durée, le développement géochimique des liants et des polymères minéraux utilisant ces minéraux n'a pas été complètement étudié [6, 7], mais cela n'a pas empêché le développement des premiers géopolymères et leur utilisation dans la construction.

L'application dans le domaine des matériaux se présente sous la forme de panneaux géopolymères réfractaires agglomérés [4]. Un matériau composite et géopolymère recouvert d'une matrice de copeaux de bois. Ce dernier est synthétisé à partir d'un mélange de kaolinite, de quartz et de solution d'hydroxyde de sodium dans une plage de température de 130 à 200 °C [3, 6].

La stabilité thermique des matériaux géopolymères a incité le groupe de recherche Davidovits à se concentrer sur les domaines de l'aérospatiale ainsi les transformations des thermoplastiques [5].

En 1983, le premier ciment géopolymère est né, qui présente des caractéristiques mécaniques et une résistance aux acides intéressantes. La résistance à la compression de ce ciment est de 20 MPa, après un maintien à 20 °C pendant 4 heures [4, 5, 6, 7]. Ces matériaux sont

actuellement considérés comme des substituts au ciment Portland, plastiques et céramiques, de plus en plus des travaux de recherche sont menés partout dans le monde, en vue de les utiliser dans divers domaines [8, 9, 10].

I-2-Définition des géopolymères

Les géopolymères sont considérés comme des ciments de troisième génération et souvent qualifiés de « eco ciments », d'une part du fait d'un faible rejet de CO₂ dans l'atmosphère, lié à leurs productions [11], et d'autre part grâce à leur résistance à la compression qui peut être similaire ou supérieure à celle de certains mortiers ou béton ou ciment Portland [12].

Les géopolymères sont des matériaux qui possèdent un intérêt économique très intéressant car ils peuvent être produits à faible coût [13]. De plus, ils possèdent des propriétés diverses [14] comme leur stabilité thermique jusqu'aux températures élevées (plus de 1200°C) [15], leur forte résistance aux attaques acido-basiques [16], et leurs propriétés mécaniques très importantes [17]. Une résistance en compression a été observé par Davidovits de 20 MPa après seulement 24 heures à température de 20 °C et des résistances d'environ 70 et 100 MPa après 28 jours.

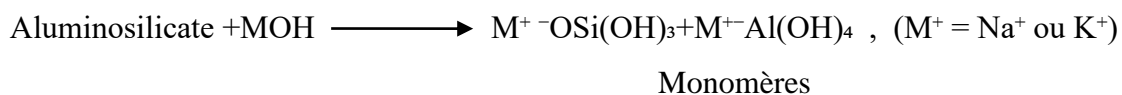
I-3-Mécanisme de formation (synthèse)

La méthode utilisée pour la synthèse des géopolymères est le procédé sol-gel qui permet de former par polymérisation aux températures proches de l'ambiante un réseau d'oxydes. Elle est une méthode de synthèse de matériaux à partir de précurseurs moléculaire en solution aqueuse. Le principe de ce procédé repose sur la condensation et l'hydroxylation de précurseurs moléculaires. L'idée de base consiste à gélifier une solution, l'on obtient ainsi des espèces de plus en plus condensés qui forment un gel. Ce gel qui peut être rigide (gel de silice) ou élastique, crée progressivement un réseau tridimensionnel d'oxyde pour un traitement thermique [18] cette technique a été largement utilisée, d'abord pour fabriquer des combustibles nucléaires dans les années 60 pour élaborer des catalyseurs des verres ordinaires, des céramiques, des dépôts en couche mince, des fibres, etc. [19]. Cette méthode de synthèse a été utilisée pour les avantages qu'elle peut offrir par rapport à la méthode traditionnelle, car elle permet d'obtenir des matériaux de plus basses températures [19]. La viscosité des solutions et des gels permet d'élaborer directement les matériaux sous les formes

chaque étape dépend du type d'aluminosilicate, de la nature de la solution alcaline de la concentration en silicate et en alcalis et de la quantité d'eau utilisée lors de la préparation de la liqueur liante [21]. Ces 3 étapes peuvent être décrites ainsi :

- Dissolution du matériau aluminosilicate par action ions hydroxyles :

La géopolymérisation commence avec hydratation du matériau aluminosilicate. Elle est suivie par la phase de dissolution, c'est-à-dire la rupture des liaisons Si-O-Si-Al pour former des précurseurs réactifs $[\text{SiO}(\text{OH})_3]^-$ et $[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$ dans la solution, ce qui se traduit par l'équation suivante [21] :



Cette dissolution est concomitante à la gélification de l'aluminosilicate.

- Transport, orientation et condensation des ions précurseurs en monomères :

Les précurseurs aluminosilicatés dans la solution alcaline sont mobiles, avant d'être gélifiés. La condensation se produit entre les ions aluminates et les espèces silicatés formées et dépend de la concentration du silicium dans le milieu. Si le mélange est préparé avec un rapport de Si/Al=1, la condensation se produit entre l'ion aluminate et les espèces silicatés pour former un polymère appelé poly (sialate). Pour un rapport Si/Al >1, les espèces silicatées formées par réaction avec le silice ont tendance à former les oligomères silicatés qui se condensent avec l'ion aluminate pour former un réseau 3D rigide de poly (sialate-siloxo) ou poly(sialate-disiloxo) [22].

- Polymérisation / polycondensation des monomères en structure polymérique :

Lors de la réaction de polycondensation, les oligomères formés se condensent pour donner un réseau tridimensionnelle (3D) de poly (sialate-siloxo) et poly (sialate-disiloxo) lorsque la condensation en précurseurs devient supérieur à la condensation de saturation, la polymérisation des Al^{3+} et Si^{4+} est immédiate [22].

I-4-Les éléments constitutifs des géopolymères

Les géopolymères peuvent être obtenus par activation alcaline d'un aluminosilicate (matériaux ayant une teneur élevée en SiO_2 et Al_2O_3) inorganiques solides.

Ils ont la possibilité d'être formulé à partir d'une large gamme de minéraux tels que les cendres volantes [23, 24], le laitier de haut fourneau, le métakaolin ou d'autres minéraux naturels tel que l'argile [25]. La (Figure I-1) illustre les différents matériaux qui peuvent constituer des précurseurs pour la synthèse des géopolymères [26]. Avec cette diversité de matériaux, le terme géopolymère inclut toutes les réactions chimiques entre un solide riche en aluminosilicates et des solutions alcalines pour produire le gel géopolymère.

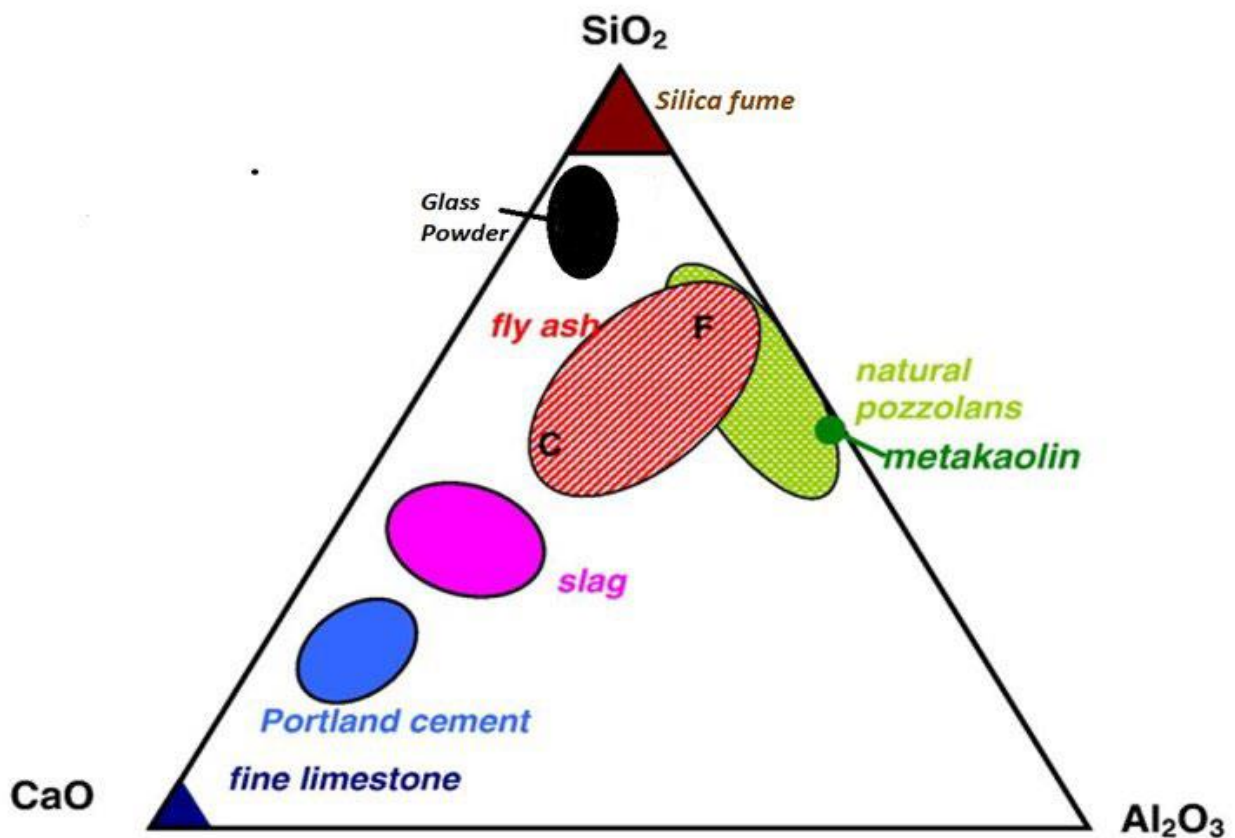


Figure I-1 : Diagramme ternaire $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ des matières premières de géopolymère et d'autres liants traditionnels [26].

I-4-1-Matières premières

Pour synthétiser les géopolymères on utilise deux types de matières premières ; les matériaux aluminosilicates, les solutions alcalines.

I-4-1-1-Matériaux aluminosilicates

Les matériaux d'aluminosilicates pour l'élaboration des géopolymères doivent être riches à la fois en silice (SiO_2) et en alumine (Al_2O_3). Leur choix dépend de plusieurs facteurs parmi lesquels la disponibilité, le coût, et le type d'application.

Ces matériaux peuvent être naturels (kaolin, micas, andalousite, illite, spinelle, scories volcaniques) ou synthétiques (métakaolin, cendres volantes, sous-produits calcinés ou résidus d'exploitation industrielle) [27]. L'amorphisation de certains matériaux conduit à des produits présentant une forte résistance à la compression comparée à celle des produits obtenus à partir des matériaux non amorphisés (argile kaolinique et certains minéraux naturels) [28]. Parmi les matériaux d'aluminosilicates les plus utilisés, nous citons le métakaolin, les cendres volantes, les laitiers de hauts fourneaux, les scories volcaniques, zéolites et l'argile....

- **L'argile :** les argiles renferment en plus de kaolinite et d'autres phyllosialates (micas, smectite....) des minéraux tels que les oxydes, oxyhydroxydes et hydroxydes de fer et d'aluminium, la silice, les carbonates, les sulfates. Les impuretés les plus couramment rencontrées sont les composés à base du fer et de la silice. Le fer est présenté dans les argiles essentiellement sous forme d'oxyhydroxydes et/ou d'oxydes. Les principaux oxydes anhydres contenus dans les argiles sont l'hématite ($\text{Fe}_2\text{O}_3\alpha$) et des composés de la série maghémite-magnétite ($\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-}\delta\text{-Fe}_3\text{O}_4$). La silice se rencontre essentiellement sous forme de quartz dont la taille des particules est plus élevée que celles des argiles (20 à 60 μm). L'utilisation des argiles en tant que matière première pour élaborer des géopolymères basés sur la réactivité qu'elles présentent vis-à-vis des solutions alcalines. En effet, au contact d'un milieu alcalin, un phénomène de dissolution aura lieu. Plusieurs études [29, 30, 31], ont mis en exergue que la cinétique de cette dissolution dépend essentiellement de la valeur du pH de la solution alcaline, de la température et de la nature du minéral argileux. En effet, plus la valeur de PH et la température sont élevées, plus la dissolution est favorisée. La nature du minéral argileux conditionne également la dissolution. Il est montré dans ce contexte que la kaolinite se dissout plus rapidement que l'illite et la montmorillonite [32] en

présentant des cinétiques de dissolution proches à des valeurs de pH supérieures 11. La calcination d'argile kaolinitique à des températures comprises entre 650°C et 800°C produit le métakaolin qui est un matériau naturel riche en silice et en alumine, et amorphe métastable avec une grande réactivité, sa réaction avec des solutions alcalines entraîne la formation d'un géopolymère avec des performances mécanique élevées [33]. Les caractéristiques physico-chimiques des géopolymères à base de métakaolin dépendent de plusieurs facteurs dont les plus importants sont la teneur en silice dissout, la température de maturation, la nature de maturation, la nature de la concentration de l'activateur, la composition chimique et minéralogique du métakaolin

- **La zéolite :** les zéolites sont des minéraux aluminosilicatés poreux et cristallins connus par leur capacité d'échange d'ions et d'absorption d'eau dans leurs pores [34, 35, 36]. Ces minéraux sont utilisés dans de très nombreuses applications industrielles et divers modes de synthèse des zéolites existent. La cristallinité des zéolithes confère aux pores une homogénéité de taille et de forme. La structure zéolithique est basée sur un arrangement tridimensionnel des tétraèdres TO_4 (SiO_4 ou AlO_4) reliés entre-eux par leurs atomes d'oxygène formant des sous-unités et de larges réseaux de blocs identiques (maille élémentaire). Ceci résulte d'une structure constituée d'un réseau régulier de canaux et de cages ayant des ouvertures différentes selon la zéolithe, pouvant aller jusqu'à 13Å. Ainsi, on recense des structures et topologies différentes avec des diamètres poreux (4-13Å) et des diamètres d'ouvertures de pores (3-8Å) très disparates d'une zéolithe à l'autre ont été recensés [37].

Martin et al [38] ont étudiés l'effet de la température de synthèse sur la résistance à la compression des pâtes de géopolymères liants à base de cendres volantes. Les essais mécaniques de compression et de flexion réalisés sur des pâtes géopolymères traités thermiquement entre 26 et 60°C ont montré des fissures de fragilité sur la surface des éprouvettes. [39] ont synthétisé un géopolymère en utilisant un mélange de 80% de cendres volantes et 20% de métakaolin, tandis que [40] ont utilisé des cendres volantes mélangées avec une petite quantité de kaolinite pour réduire de manière significative les fissures de retrait haut.

I-4-1-2-Les solutions alcalines

Les activateurs alcalins constituent le deuxième composant indispensable pour la synthèse des géopolymères [41]. La solution alcaline la plus utilisée pour l'élaboration des matériaux

géopolymères est le mélange d'une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium ou de potassium avec le silicate de sodium ou de potassium [42]. La réaction de géopolymérisation est accélérée par la présence d'une solution alcaline contenant à la fois du silicate de sodium et/ou de potassium est une solution d'hydroxyde alcalin par rapport à celle contenant uniquement de l'hydroxyde alcalin [43]. En outre, les études faites sur plusieurs matériaux montrent que la solution aqueuse d'hydroxyde de sodium produit une meilleure dissolution de l'aluminosilicate que celle de l'hydroxyde de potassium [44].

Cependant Van Deventer et Xu [45] ont également démontré que la présence de silicate de sodium (Na_2SiO_3) dans la solution alcaline améliore la formation de précurseurs de géopolymères lors du contact entre les aluminosilicates et la solution. De même, Fernández Jimenez et al. [46] ont prouvé qu'une amélioration significative de la résistance mécanique a été obtenue lorsque la solution alcaline contenait du silicate de sodium par rapport à l'utilisation de l'hydroxyde alcalin comme seul produit de base, ce qui attribué à l'augmentation de la densité de la pâte due à la présence de silice soluble dans la solution alcaline .

En chimie de synthèse des géopolymères, les cations Na^+ en milieu basique sont connus pour accroître la dissolution de la phase amorphe en association avec des monomères de silicate alors que les cations K^+ augmentent la croissance du gel par association avec de plus gros anions aluminosilicates [47].

I-5-Propriétés des activateurs alcalins

Les activateurs alcalins présentent plusieurs propriétés intéressantes telles que [48,49] :

- Un faible retrait et une faible conductivité thermique.
- Une bonne résistance aux températures élevées.
- Une résistance mécanique précoce et élevée.
- Une chaleur faible de réaction (comparée à celle dégagée lors de l'hydratation du ciment Portland).
- Une grande résistance aux attaques chimiques.
- Un bon comportement face à la réaction alcali-agrégats.
- Une bonne adhérence sur des supports en béton frais et anciens.

I-6-Les adjuvants

Les adjuvants sont des produits chimiques qui, incorporés dans les mortiers lors de leur malaxage ou avant leur mise en œuvre à des doses inférieures à 5% du poids de ciment [50], provoquent des modifications des propriétés ou du comportement de ceux-ci pour des raisons de commodité d'utilisation, la plupart des adjuvants se trouvent dans le commerce sous forme d'un liquide.

Selon la norme NF EN 934-2 [51], les adjuvants sont classés en :

- Plastifiants réducteurs d'eau
- Les super plastifiants
- Rétenteurs d'eau
- Entraineurs d'air
- Accélérateurs de prise
- Accélérateurs de durcissement
- Retardateurs de prise
- Hydrofuges

I-7-Le rôle des matières premières pour l'élaboration des géopolymères

Les géopolymères ont l'avantage de pouvoir être formulés à partir d'une large gamme de minéraux, les cendres volantes [52, 53], les laitiers de hauts fourneaux ou d'autres minéraux naturels [54]. La kaolinite et d'autres argiles furent initialement utilisées en 1974 et 1975 comme source d'aluminosilicates pour la fabrication des géopolymères devant servir à l'encapsulation des déchets radioactifs [55].

Les matériaux calcinés réagissent généralement mieux que les matériaux non calcinés, et les impuretés présentes dans les matières premières peuvent subir des réactions secondaires affectant aussi bien la cinétique des réactions que les propriétés mécaniques des produits obtenus [55]. Cependant, il y a un manque d'investigation concernant l'élaboration des géopolymères à partir des argiles naturelles vues la variabilité de leur composition. Par exemple, [56] ont tenté sans succès de produire des géopolymères à partir d'un pyrophyllite argile de type 2/1, sans avoir préalablement détruit l'argile par broyage. En contre partie, Buchward et al., [57] ont prouvé qu'une argile illito-smectite est une matière première adéquate pour l'élaboration des géopolymères.

I-8-Utilisation des géopolymères dans le domaine de Génie Civil

Les propriétés et le domaine d'utilisation des géopolymères sont déterminés par le rapport atomique Si/Al dans la structure de poly (siate). Cette nouvelle génération est utilisée dans certains domaines de l'industrie. Ces applications se trouvent dans l'industrie de plastique, art et décoration, restauration des bâtiments et en génie civil...etc. [58], [59], [60].

En génie civil, les géopolymères qui sont considérés comme des matériaux novateurs se présentent comme une alternative à l'utilisation des bétons à base du ciment portland.

Les premières applications des géopolymères dans ce domaine datent des années 80 avec la construction des bâtiments à partir du laitier activé [61, 62]. Ces bâtiments sont encore utilisés de nos jours et ne présentent aucun problème particulier de durabilité (Figure I-2).



Figure I-2 : Quelques applications de matériaux géopolymères dans le Génie Civil a) Bâtiment en géopolymère [63], b) Université de Queensland en béton de géopolymère, c) Structures préfabriquées en béton géopolymère [64] et d) Briques en géopolymère [65]

Les géopolymères sont également utilisés dans la rénovation structurelle sous forme de composites en fibres à base de géopolymères.

Palomo et Fernandes-Fiménez ont utilisé les géopolymères à base de cendre volante pour la fabrication de traverses monoblocs des voies ferrés [66]. Pour l'instant l'Australie se montre

comme l'un des pays les plus actifs dans l'application des géopolymères à l'échelle industrielle avec par exemple la commercialisation depuis les années 2000 par la compagnie Zeobond de béton à base de laitiers et cendres volantes activés. Ainsi en 2013, à l'université de Queensland, un bâtiment public a été construit à partir d'un béton géopolymère.

Pouhet, à travers ses travaux de thèse [67], a pu montrer la possibilité de développer des briques à base de métakaolin activé par une solution de silicate et d'hydroxyde de sodium.

La société russe Tsentrmetallurgremont entre 1986 et 1994 a utilisé des géopolymères fabriqués à partir de laitier de haut fourneau avec succès pour construire un certain nombre de bâtiments, certains de ces bâtiments se composent d'environ 20 étages (Figure I-2 a) avec des formes assez complexes [68].

Contrairement aux fondations, aux escaliers et aux éléments porteurs, qui ont été préfabriqués, les murs extérieurs ont été coulés in-situ. Un traitement a été utilisé pour atteindre une résistance en compression de 25MPa, et aucune réaction alcali-granulat n'a été notée pour ce bâtiment qui est toujours en service.

D'autre part, une équipe de recherche de l'université de Toulouse (France) a créé des parpaings à base de béton géopolymères en 2015 [69] (Figure I-3), qui sont capables de remplacer les parpaings conventionnels à base de ciment portland.

Ces exemples d'applications montrent que les matériaux alcalis activés possèdent d'énormes potentiels pour leur utilisation dans le domaine de Génie civil.

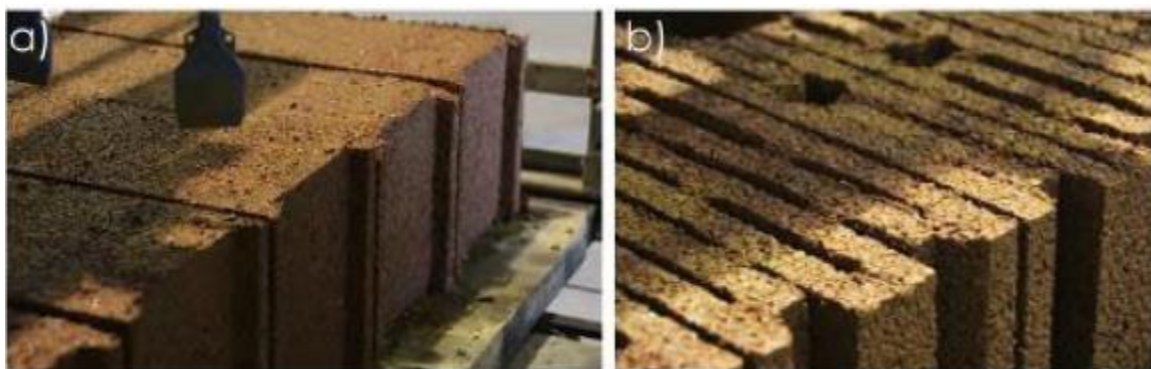


Figure I-3 : Parpaings fabriqués à base d'un béton géopolymère [69].

I-9-Impact environnemental des géopolymères et comparaison avec le ciment portland

Les géopolymères offrent tant sur le plan environnemental qu'énergétique, sont un important facteur de l'intérêt accru des recherches pour la science des géopolymères. Le bâtiment géopolymères appelé « ciment vert », peut apporter une bonne solution environnementale au problème des émissions de gaz à effet de serre. En effet, comparé au ciment portland, qui émettent environ une tonne de dioxyde de carbone pour chaque tonne fabriquée [70] [71], une réduction significative de l'ordre 40 à 80% des émissions de CO₂ peut être atteinte lors de la fabrication des géopolymères. De plus, comparé à l'énergie nécessaire pour fabriquer les ciments géopolymères, la quantité d'énergie utilisée pour produire du ciment portland qui est d'environ 4700J/t est substantiellement plus élevée. Les géopolymères à base du métakaolin nécessitant une quantité d'énergie moyenne d'environ 2715J/t, principalement utilisée pour la calcination des aluminosilicates naturels (kaolinite). D'autre part l'utilisation de laitier de haut fourneau peut réduire cette énergie à 1965Mj/t [70].

Les ciments portland et les ciments géopolymères se différencient selon les caractéristiques suivantes :

- **Matière première abondante**

Tout composé pouzzolanique ou aluminosilicate qui se dissout rapidement dans une solution alcaline peut être pris comme source de production de matériau géopolymères [72].

- **Economie d'énergie et protection de l'environnement**

Les ciments géopolymères ne requièrent pas une importante consommation d'énergie. Le traitement thermique des aluminosilicates naturels (kaolinite, halloysite) aux températures relativement basses (500-800°C) fournit une matière première de qualité, ceci en consommation moins de 80% de l'énergie qu'on consomme lors de la production des ciments géopolymères émet moins de 90% de gaz carbonique [73].

- **Bonne stabilité de volume**

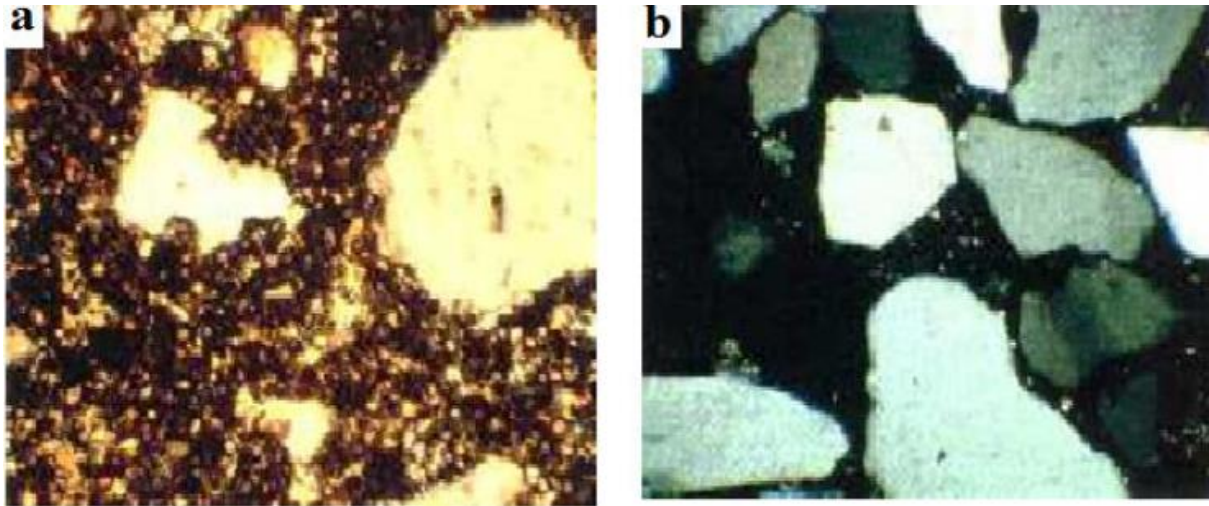
Les bétons ou mortiers géopolymères ont un faible retrait comparé aux ciments portland, le retrait étant responsable des fissurations que l'on observe avec des bétons faits à partir du ciment portland [72].

- **Prise rapide**

Les bétons géopolymères peuvent acquérir 70% de leur résistance à la compression au cours des quatre premières heures tandis que le béton normal n'atteint cette résistance qu'après plusieurs jours [74].

- **Durabilité excellente**

Les ciments géopolymères ont une bonne stabilité thermique [75]. L'observation au microscope de la structure de bétons faits l'un avec du ciment portland (a) et l'autre avec du ciment géopolymère (b) montre que le béton à base de ciment portland est une juxtaposition des grains de matières, ce qui cause des fissurations. Au contraire, le béton fait avec du ciment géopolymères est uniforme et possède de ce fait des caractéristiques supérieures.



Structure granuleuse du ciment Portland enrobant
du sable

Structure lisse et homogène du ciment géopolymère
Enrobant du sable géopolymère

Figure I-4 : Image au microscope de la structure des ciments géopolymères et ciment Portland

I-10-Conclusion

Ce chapitre a été consacré à recueil bibliographique sur les liants géopolymères et les matières premières intervenant dans leur synthèse, à savoir, les matériaux d'aluminosilicates et la solution alcaline. Parmi les matériaux d'aluminosilicates les plus utilisés se trouvent le laitier de haut fourneau, l'argile, la zéolite et les cendres volantes. La solution alcaline la plus utilisée dans la synthèse des liants géopolymères est le mélange d'une solution aqueuse de l'hydroxyde de sodium ou de potassium avec les silicates de sodium ou potassium.

Récemment, certaines études traitant les géopolymères partout autour du monde présentent l'intérêt de leurs utilisations comme liant alternatif au ciment.



Chapitre

II

**MATERIAUX ET METHODES
EXPERIMENTALES**

II-Introduction

Dans ce chapitre, nous intéressons dans un premier temps à la présentation des matériaux employés et les procédures de malaxages pour confectionner nos mélanges.

Dans le deuxième temps, nous présenterons le programme expérimental mené sur les différentes formulations, ainsi que, les méthodes et essais utilisés pour la caractérisation des matériaux.

II-1-Matériaux et solutions alcalines

II-1-1-Zéolite

La zéolite utilisée dans notre étude est une zéolite naturelle de type modérnite prélevée du village TINEBDHER (Sidi Aïch). La (Figure II-1) montre sa situation géographique.



Figure II-1 : Situation géographique du gisement de zéolite

Ce matériau a été prélevé sous forme du bloc en zone humide, avant son utilisation, il est d'abord séché dans une étuve à 50°C pendant 24 heures minimum, la zéolite étuvée est ensuite concassée à l'aide d'un marteau pour faciliter son broyage. La poudre obtenue est tamisée jusqu'au passage intégral à travers un tamis d'ouverture de maille 63 μ m (Figure II-2).

**Zéolite concassé****Zéolite tamisée****Figure II-2 : Photographie de la zéolite**

II-1-2-La brique

L'argile utilisée dans cette expérimentation est calcinée prélevée des déchets de brique concassés puis broyés et tamisés sur $63\mu\text{m}$ pour avoir un lot homogène prêt à être utilisé (FigureII-3).

**Brique concassée****Déchets de brique tamisés****Figure II-3 : Photographie de déchets de brique**

II-1-3-Le sable normalisé

Le sable normalisé est un sable naturel, siliceux notamment dans ces fractions les plus fines. Il est propre, les grains sont de forme généralement isométrique et arrondie. Il est séché, criblé et préparé dans un atelier moderne offrant toutes garanties de qualité et de régularité, il est conditionné en sachets contenant chacun $1350 \pm 5\text{g}$ (Figure II-4).



Figure II-4 : Sable normalisé

II-1-4-La chaux

La chaux utilisée est une chaux aérienne, d'après la norme [NF EN459-1] elle est principalement constituée d'oxyde ou d'hydroxyde de calcium qui durcit lentement à l'air sous l'effet du dioxyde de carbone présent dans l'air. En général, elle ne durcit pas sous l'eau, car elle n'a pas de propriétés hydrauliques (Figure II-5).



Figure II-5 : Chaux aérienne

II-1-5-La solution alcaline

La solution alcaline activatrice est obtenue par le mélange d'un volume d'hydroxyde de sodium et $\frac{1}{2}$ volume de silicate de sodium. Les solutions d'hydroxyde de sodium de molarité (10M) et de silicate de sodium de molarité (0,5M) sont obtenues par dissolution dans l'eau distillée (Figure II-6).

L'hydroxyde de sodium est un solide blanc de formule chimique NaOH, il se présente généralement sous forme de pastilles, de paillettes ou de billes blanches corrosives.

Le silicate de sodium de formule Na_2SiO_3 est un solide blanc très soluble dans l'eau et corrosive pour la peau.



NaOH

Na_2SiO_3

Solution alcaline

Figure II-6 : Composants de la solution alcaline

II-1-6-Adjuvant

L'adjuvant utilisé est un plastifiant réducteur d'eau pour haute résistance mécanique non chloré prêt à l'emploi à base de polycarboxylates modifiés, permet d'obtenir des bétons plastiques ayant de fortes résistances mécaniques à court et à long terme et des bétons étanches. Dosage : plage de dosage recommandée ; 0,3% à 1% (Figure II-7).



Figure II-7 : Fiche technique de l'adjuvant

II-2-Characterisation des matériaux

II-2-1-Masse volumique absolue

Selon la norme [NF 18-558] la masse volumique absolue est définie comme le quotient de la masse sèche de l'échantillon par le volume de sa matière (volume absolu tous vides déduits). Pour évaluer la masse volumique il s'agit de prélever la poudre qui sera introduite dans un pycnomètre taré au préalable, soit M_p la masse du pycnomètre et M' la masse du pycnomètre avec l'échantillon. Le pycnomètre a été rempli d'eau à 2/3 de sa hauteur puis agiter pendant 1h, afin que le liquide présente un léger trouble, il faut laisser reposer quelques heures puis compléter le remplissage du pycnomètre et le placer dans le thermostat réglé de $2\text{ }^{\circ}\text{C}$ à $5\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,2\text{ }^{\circ}\text{C}$ au-dessus de la température ambiante. Sortir le pycnomètre quand le liquide ne s'échappe plus du capillaire, essuyer soigneusement et soit M_1 sa nouvelle masse. En vue de déterminer la masse M_2 le pycnomètre a été vidé, nettoyé et séché puis rempli de l'eau distillée.

La masse volumique absolue (ρ_a) est donnée par la formule :

$$\rho_a = \frac{M}{M + M_2 - M_1} \times \rho$$

M : La masse de l'échantillon, $M = M' - M_p$

M_p : La masse de pycnomètre

M' : La masse de pycnomètre avec l'échantillon

M_1 : La masse de pycnomètre avec l'échantillon plein d'eau

M_2 : La masse de pycnomètre plein de l'eau distillé

ρ : La masse volumique de l'eau distillée à température $T = 21 \text{ }^\circ\text{C}$ est $\rho = 0.998 \text{ t/m}^3$

Le tableau suivant résume les résultats obtenu pour chaque matériau

Tableau II-1 : Masse volumiques des différentes matières premières

	Essai 1				Essai 2			
	brique	zéolite	chaux	sable	brique	Zéolite	chaux	sable
$M_p(\text{g})$	53,8	53,8	53,8	53,8	53,8	58,3	53,8	53,8
$M'(\text{g})$	55,7	56	55,7	68,1	58,4	58,5	55,7	63,4
$M(\text{g})$	1,9	2,2	1,9	14,3	4,6	4,7	1,9	9,6
$M_1(\text{g})$	161,6	161,6	161,6	169,3	163,3	163	161,6	166,4
$M_2(\text{g})$	160,4	160,4	160,4	160,4	160,4	160,4	160,4	160,4
$\rho(\text{t/m}^3)$	2,708	2,20	2,708	2,64	2,70	2,23	2,708	2,66

La moyenne des deux essais a donné la masse volumique absolue de chaque matériau :

La brique : $\rho = 2,708 \text{ t/m}^3$

La zéolite : $\rho = 2,215 \text{ t/m}^3$

La chaux : $\rho = 2,708 \text{ t/m}^3$

Le sable : $\rho = 2,65 \text{ t/m}^3$

II-2-2-Surface spécifique Blaine (Finesse de mouture)

La finesse spécifique Blaine est couramment utilisée dans l'industrie cimentière pour quantifier la finesse des ciments produits. La finesse d'une poudre est généralement exprimée par sa surface massique : c'est la surface totale des grains contenus dans une unité de masse de poudre. La surface par unité de masse est généralement exprimée en cm^2 de surface des grains

par gramme de poudre. Le perméabilimètre de Blaine (Figure II-8) permet d'évaluer cette surface et qui consiste à mesurer la durée nécessaire au passage d'un volume d'air à travers l'échantillon de la poudre. L'objectif de l'essai est d'apprécier cette surface qui est directement liée à la réactivité du matériau.

Pour cet essai, il s'agit de peser une quantité de matériau (m_1) pour obtenir un lit de liant de porosité $e = 1 - n$

$$m_1 = 0.5 \times \rho \times V$$

Dans laquelle :

ρ : Masse volumique des liants en grammes par centimètre cube (g/cm^3)

V : Volume du lit de liant en centimètre cubes (cm^3)

D'après la norme [NF EN 196-6 P15-476], au fond de la cellule, une grille est placée puis un disque neuf de papier-filtre appliqué sur elle au moyen d'une tige à face inférieure plane, puis le liant est versé dans la cellule en utilisant un entonnoir. Après avoir versé le liant et donné quelques secousses à la cellule pour niveler la couche supérieure du liant, il est bien de tasser avec précaution au moyen du piston en évitant la remontée de la poudre au-dessus du papier filtre jusqu'à ce que le collier vienne buter contre le haut de la cellule, il est commode de retirer le piston lentement et de pratiquer une légère rotation alternative.

Le liquide de manomètre doit affleurer au trait inférieur, et enduire de vaseline la partie ronde de la cellule afin d'assurer un joint étanche. L'air du tube a été aspiré lentement au moyen de la poire jusqu'à ce que le niveau du liquide atteigne le trait supérieur, une fois le robinet est fermé, il faut mettre en marche un chronomètre sensible au cinquième de seconde quand le niveau de liquide atteint le deuxième trait, et l'arrêter quand le liquide atteint le troisième trait. Et noter le temps écoulé 't' ainsi que la température de la pièce, il est à noter que l'essai a été réalisé sous une température de $T=21.5^\circ\text{C}$.

Durant cet essai, cinq répétitives ont été faites. La moyenne arithmétique des cinq lectures (temps en secondes) a été enregistré, et la surface spécifique 'S' est calculée par la formule

suyvante :

$$S = \frac{k \times \sqrt{n^3} \times \sqrt{t}}{\rho \times (1-n) \times \sqrt{0.1\eta}}$$

D'où :

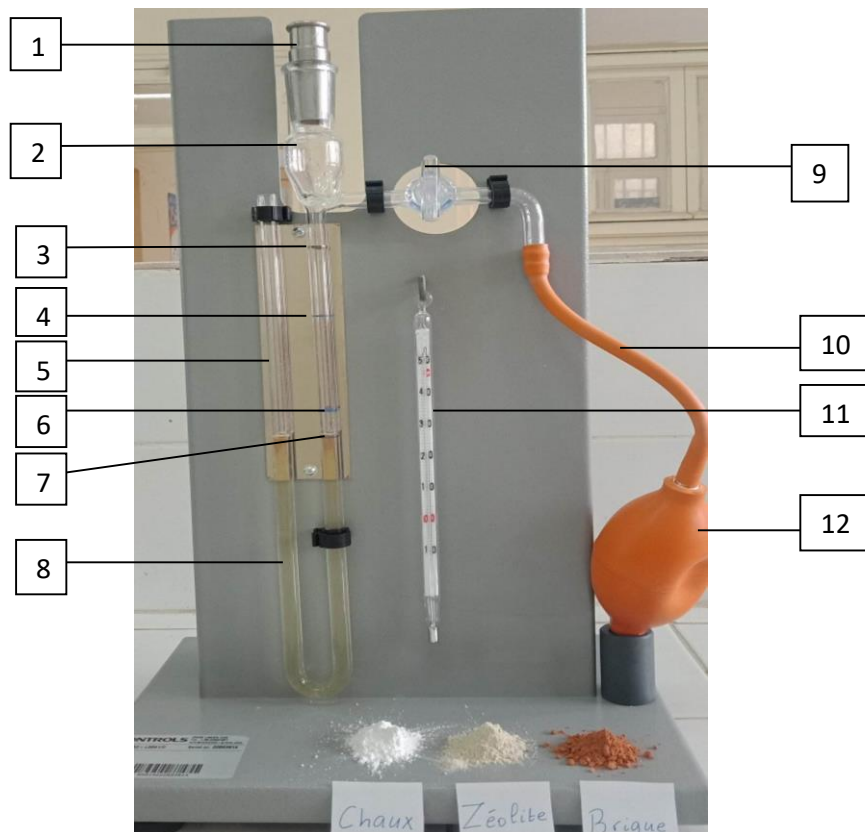
n : Porosité

η : Viscosité de l'air en fonction de la température (Pa.s)

ρ : Masse volumique du matériau testé (t/m^3)

K : Constante de l'appareil, K

t : Temps (s)



- | | | | |
|---|--------------------------------|----|--------------------|
| 1 | La cellule | 7 | Ligne gravée 4 |
| 2 | Rodage conique pour la cellule | 8 | Huile légère |
| 3 | Ligne gravée 1 | 9 | Robinet d'arrêt |
| 4 | Ligne gravée 2 | 10 | Tube en caoutchouc |
| 5 | Manomètre | 11 | Thermomètre |
| 6 | Ligne gravée 3 | 12 | Poire d'aspiration |

Figure II-8 : Appareil de perméabilité Blaine

La viscosité de l'air η est fonction des températures est montrée dans le (Tableau II-2)

Tableau II-2 : La viscosité de l'air η et $\sqrt{0.1\eta}$ en fonction des températures

Températures de laboratoire (°C)	Viscosité de l'air (Pa.s)	
	η	$\sqrt{0.1\eta}$
16	0.000 018 00	0.001 342
17	0.000 018 05	0.001 344
18	0.000 018 10	0.001 345
19	0.000 018 15	0.001 347
20	0.000 018 19	0.001 349
21	0.000 018 24	0.001 351
22	0.000 018 29	0.001 353
23	0.000 018 34	0.001 354
24	0.000 018 39	0.001 356

Note : des valeurs intermédiaires sont obtenues par interpolation linéaire

Les surfaces spécifiques des matériaux utilisés sont montrées dans le (Tableau II-3)

Tableau II-3 : Surface spécifique des différents matériaux

	La zéolite	Déchets de brique	La chaux
$\rho(t/m^3)$	2.22	2.705	2.71
m(g)	2.0202	2.4615	2.4661
$t_1(s)$	87.92	119.82	323.02
$t_2(s)$	88.53	119.93	324.04
$t_3(s)$	88.48	120.42	322.69
$t_4(s)$	87.85	120.49	322.99
$t_5(s)$	87.97	120.31	/
$T_m(s)$	88.15	120.194	323.185
S (m ² /kg)	7111	6815	11154

Commentaire :

En analysant les résultats obtenues dans (Tableau II-3) nous observons que la chaux a une surface spécifique élevée cela signifie que le matériau offre une grande quantité de surface par unité de volume par rapport aux autres matériaux.

II-2-3-Coefficient d'absorption d'eau

L'essai d'absorption d'eau vise à mesurer la quantité d'eau absorbée par les particules du matériau. Selon la norme [NF P18-555] un échantillon représentatif du matériau est prélevé et pesé avec précision et mis ensuite dans une étuve à 105 °C pendant 24 heures, l'échantillon est ensuite immergé dans l'eau pendant une journée (Figure II-9). Après l'immersion, l'échantillon est retiré de l'eau et soigneusement tamponné pour éliminer l'excès d'eau et une pesée est effectuée (M immersion), et a été ensuite remis dans l'étuve régulée à 105 °C pendant 24 heures. Une pesée finale est effectuée pour déterminer la masse de l'échantillon après absorption d'eau (M initiale).

$$A = \frac{\text{Masse après immersion} - \text{Masse initiale}}{\text{Masse initiale}} \times 100$$



Figure II-9 : Echantillons imbibés dans l'eau

Les résultats d'absorption d'eau sont montrés dans le (Tableau II-4)

Tableau II-4 : Résultats d'absorption d'eau

L'échantillon	Déchets de brique	Zéolite	Chaux
Masse après immersion (g)	34.1	27.5	30.8
Masse initiale (g)	22.7	15.4	15.6
A(%)	50.22	78.57	97.44

Commentaire

Le coefficient d'absorption est une mesure de la quantité d'eau qu'un matériau peut absorber par rapport à sa masse.

En analysant les résultats du (Tableau II-4), nous observons que la chaux a un coefficient d'absorption d'eau élevé par rapport aux autres matériaux cela peut être signifié par sa réaction avec l'eau, puis la zéolite avec un pourcentage de 78.57%, cela signifie que la zéolite a une capacité élevée à absorber l'eau.

II-2-4-Analyse granulométrique du sable

L'analyse granulométrique est le procédé pour lequel on détermine les proportions pondérales des grains de différentes dimensions qui constituent un matériau grenu (gravier, sable, limon et argile). La détermination de la granularité des granulats de dimension entre 0.063 et 80 mm a été effectuée selon la norme **[NF P18-560]**.

Le résultat de l'analyse granulométrique peut être figuré par une courbe sur un diagramme proportion-dimension ou plus souvent, proportion cumulée-dimension (Figure II-10).

Le caractère plus au moins fin d'un sable peut être quantifié par le calcul du module de finesse FM, celui-ci égale au $\frac{1}{100}$ de la somme des refus cumulés exprimée en pourcentage sur les tamis de la série suivante : 0.16-0.315-0.63-1.25-2.5-5 mm selon **[NF P18-540]**.

$$MF = \frac{1}{100} \{ \text{refus cumulés en \% des tamis [0.16-0.315-0.63-1.25-2.5-5 mm]} \}$$

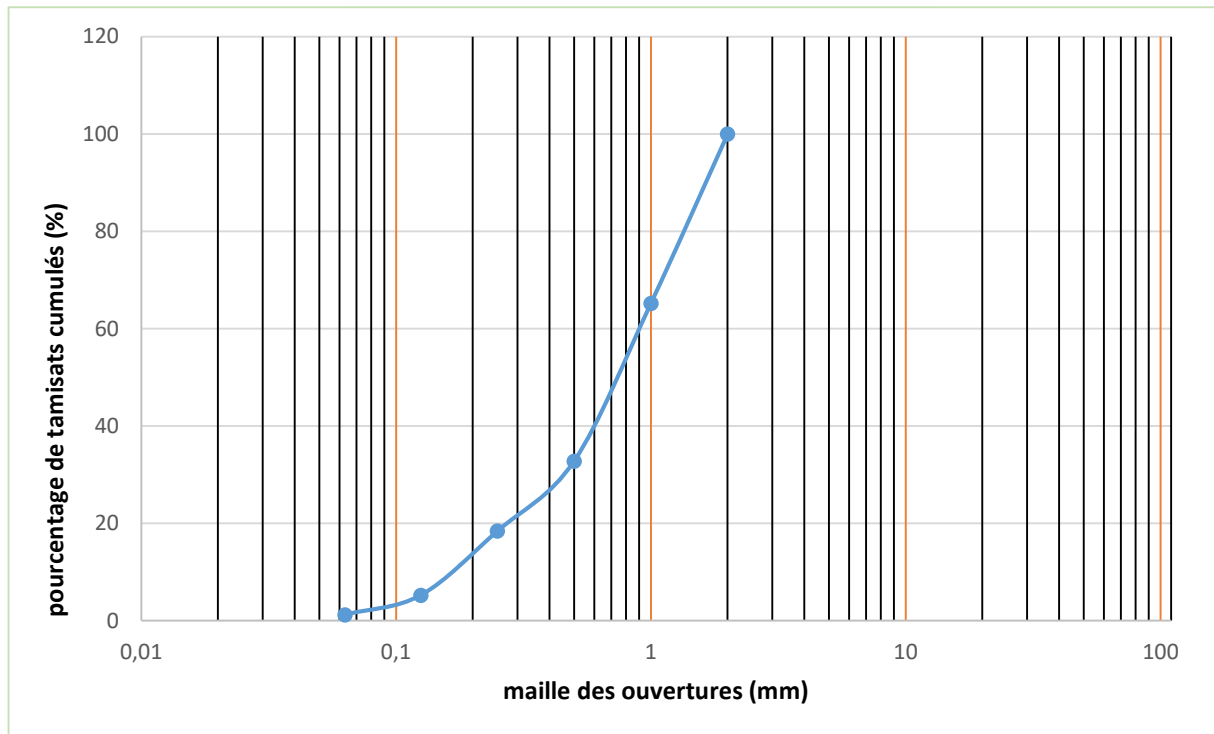


Figure II-10 : Courbe granulométrique du sable

Calcul du module de finesse :

$$MF=2.784$$

$$2.2 < MF = 2.784 < 2.8$$

Commentaire

On est en présence d'un sable préférentiel, ce qui signifie que les grains s'emboîtent bien les uns avec les autres, formant une structure relativement dense.

II-2-5-Granulométrie par sédimentométrie des matériaux fins

La sédimentométrie permet de déterminer la distribution pondérale de la taille de particules fines d'un sol.

D'après la norme [NF P94-057] cet essai s'applique sur les particules passant à travers un tamis de maille $80\mu\text{m}$. Cette méthode est basée sur le fait que les grains de diamètre différent sédimentent dans un milieu liquide au repos à vitesses différentes.

La sédimentométrie se base sur la loi de Stokes exprimant la relation entre la vitesse limite de sédimentation (V) et le diamètre (D) d'une particule solide sphérique. En l'appliquant à des grains de forme quelconque, on n'obtiendra que des diamètres équivalents.

Une quantité de 50g de matériau préparé est prélevée a été introduite dans un récipient, puis 500cm³ de solution (eau distillée+30cm³ déflaulant) est ajoutée et laissée imbibée à température ambiante pendant 12h minimum. Ensuite la suspension a été dispersée par un agitateur mécanique pendant 2min pour séparer les particules puis le mélange a été introduit dans une éprouvette, cette dernière a été complétée par l'eau distillée jusqu'à la graduation 1000 cm³. Enfin, le mélange a été agité à l'aide d'un agitateur manuel pendant 1 min environ pour homogénéiser et dès que l'agitateur est retiré un chronomètre a été déclenché et le densimètre été introduit dans la suspension en vue de la première lecture à 30s et les lectures successives à 1, 2, 3, 5, 10, 20, 80min et 2, 4, 24 heures, la lecture R et la température de la suspension ont été prises.

Les (Figures II-11, II-12, II-13) montrent les courbes granulométriques par sédimentométrie des trois matériaux (chaux, poudre de brique et zéolite).

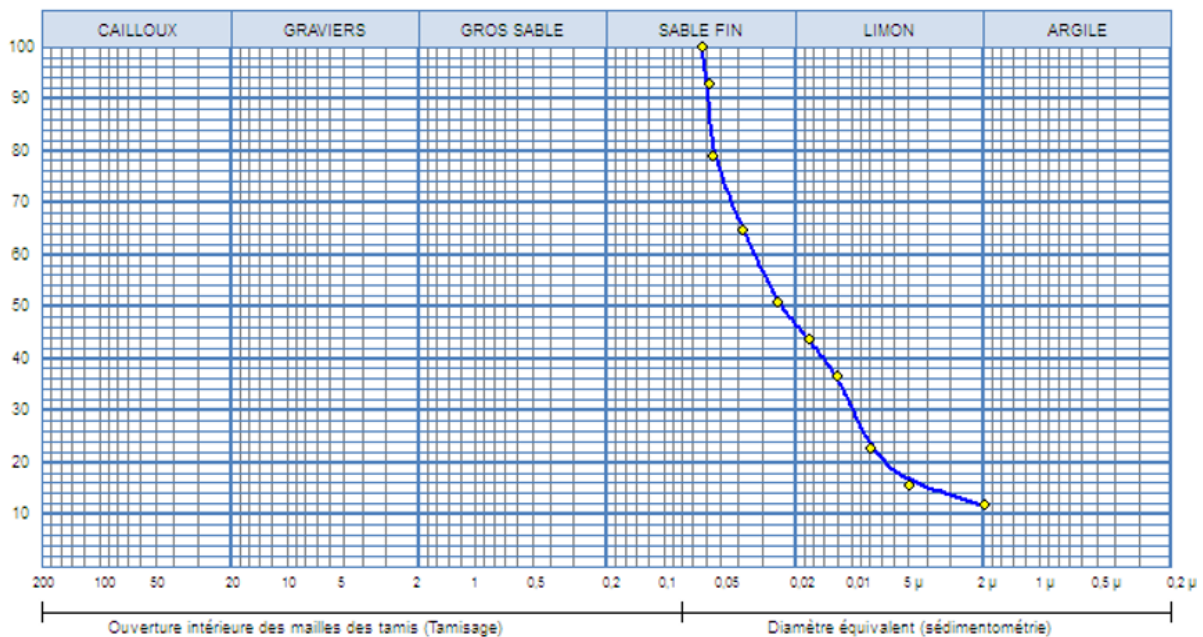


Figure II-11 : Analyse granulométrique par sédimentométrie de la poudre de brique

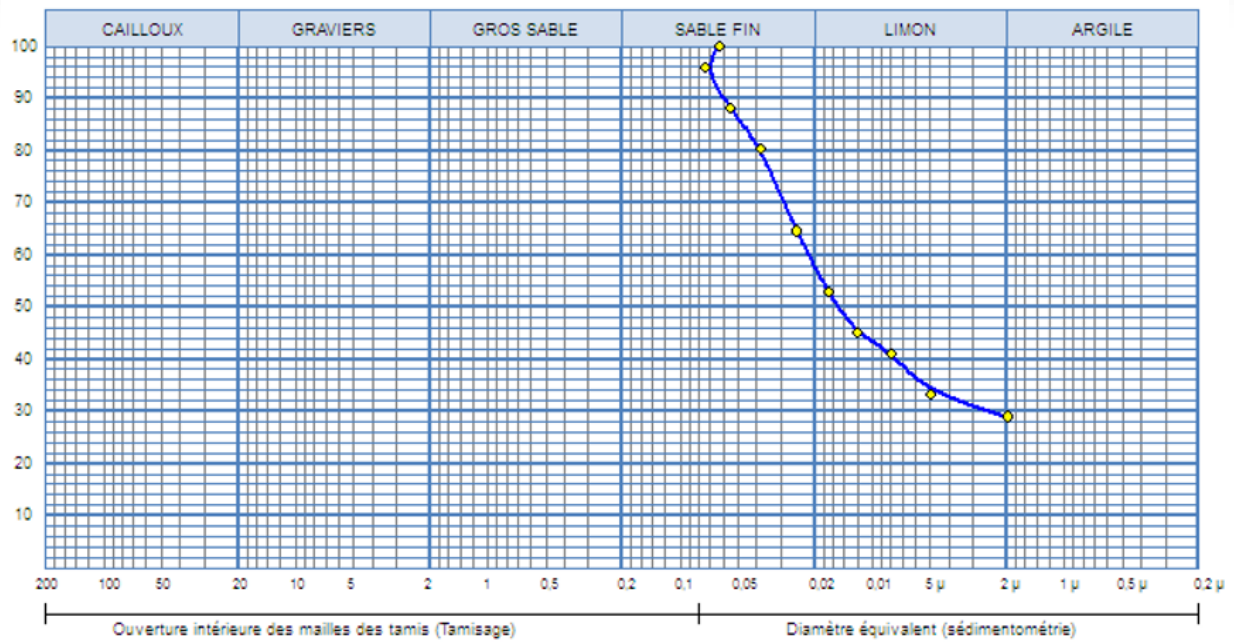


Figure II-12 : Analyse granulométrique par sédimentométrie de zéolite

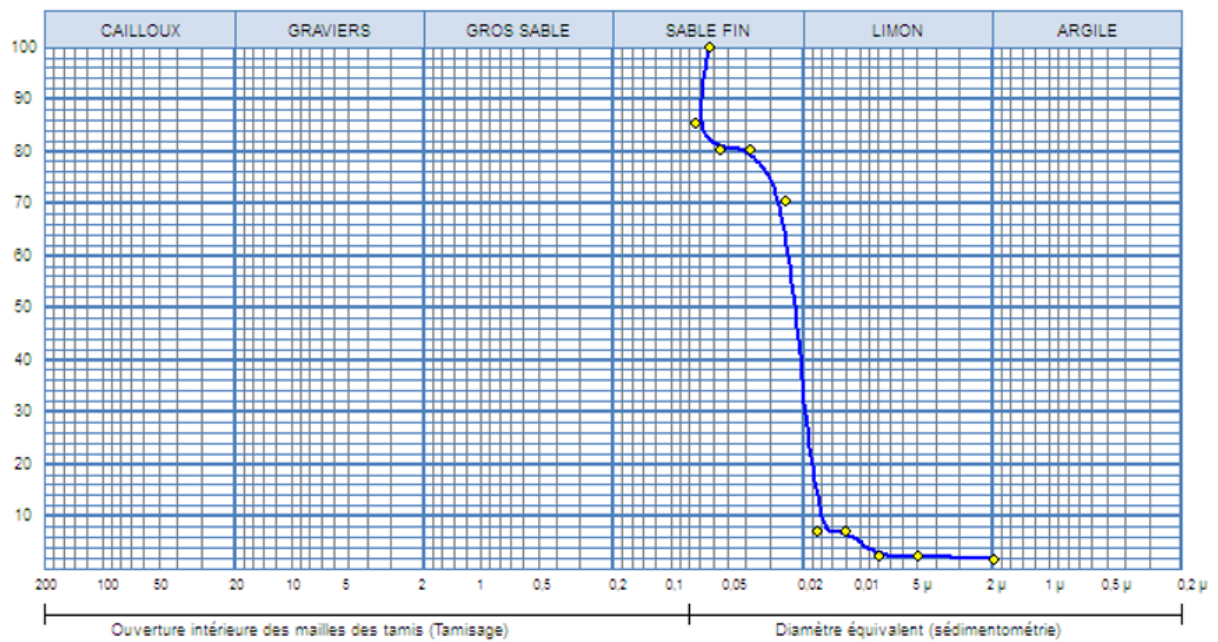


Figure II-13 : Analyse granulométrique par sédimentométrie de la chaux

Commentaire

L'essai de sédimentométrie nous a permis de déterminer les dimensions des particules par décantation qui correspond au diamètre des grains de même poids spécifique.

D'après les trois figures. Les matériaux étudiés présentent des courbes granulométriques des sables fins et limons.

II-2-6-Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

Les poudres sont broyées à une granulométrie inférieure à $80\mu\text{m}$ et mélangées avec du KBr (bromure de potassium) et analysées en pastilles. Les pastilles sont préparées en mélangeant 0,08gr de KBr avec 0,002gr de la poudre à tester. Le mélange est ensuite mis dans le moule de préparation de pastille pendant 2 minutes, les pastilles obtenues sont mises ensuite dans le spectromètre de marque IRAffinity-1 shimadzu.

Les spectres infrarouges des différents matériaux sont représentés ci-dessous (Figure II-14, II-15, II-16) :

- **Poudre de zéolite :**

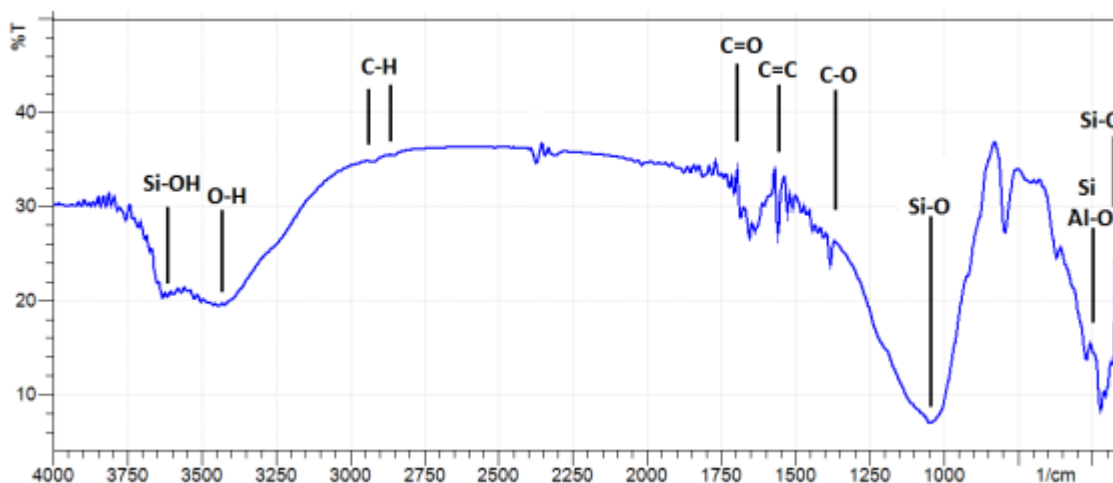


Figure II-14 : Spectre infrarouge de la zéolite

Ce spectre infrarouge montre qu'entre 3655 cm^{-1} et 3408 cm^{-1} ces vibrations indiquent la présence de liaisons de Si-OH et OH, aux pics 1638 cm^{-1} correspond à la liaison H-O-H, les

pics 1047 cm^{-1} , 430 cm^{-1} correspondent à la liaison Si-O, 797 cm^{-1} correspond à la liaison Si-O-Al cm^{-1} , 716 cm^{-1} et 519 cm^{-1} correspond à la liaison Al-O. Toutes les liaisons signaler précédemment correspondent à la modérnite.

• Poudre de déchets de brique

Les spectres infrarouges de poudre de brique sont montrés dans la (figure II-15).

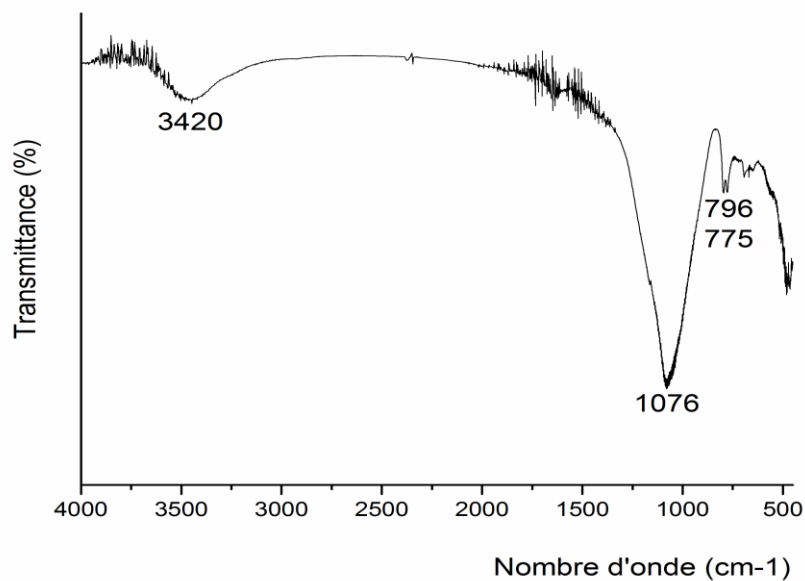


Figure II-15 : Spectre infrarouge de la brique

-Une bande intense caractéristique de l'argile située entre 935 et 1215 cm^{-1} et centrée à un nombre d'onde d'environ 1076 cm^{-1} . Cette bande correspond à la vibration de valence de la liaison Si-O.

-Une bande caractéristique attribuée aux vibrations de valence OH-Fe³⁺ à environ 3420 cm^{-1} .

-Une bande observée à environ 796 cm^{-1} , attribuable aux vibrations d'élongation des liaisons Si-O-Al.

Néanmoins, les bandes à 796 et 775 cm^{-1} peuvent correspondre au Quartz.

- **La chaux**

Les spectres infrarouges de la chaux sont montrés dans la (figure II-16).

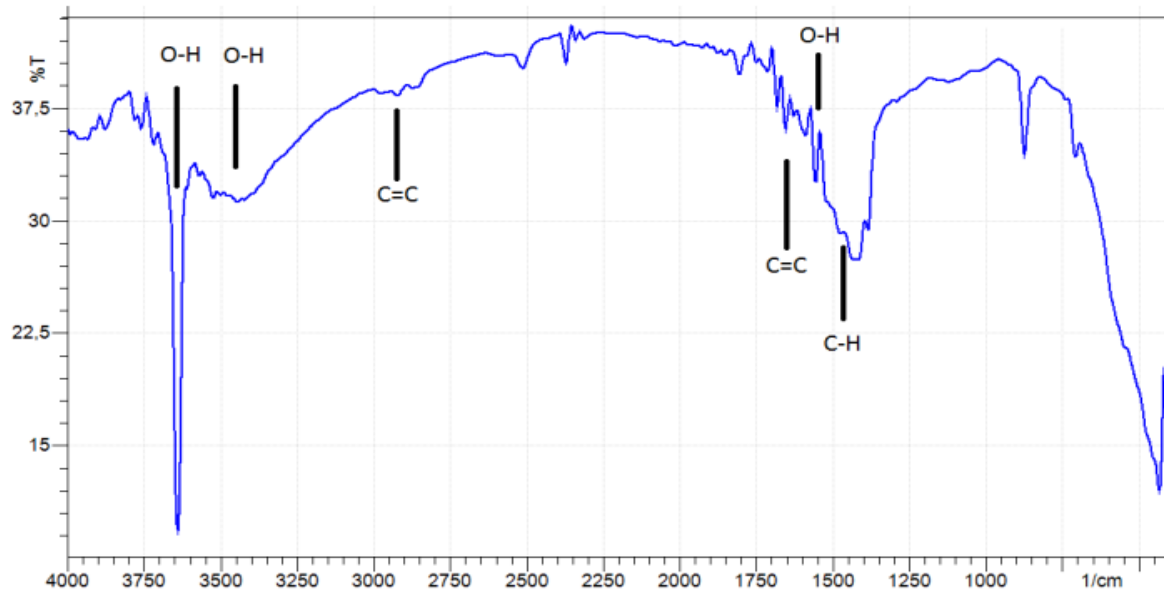


Figure II-16 : Spectre infrarouge de la chaux

Les liaisons de O-H et C-H indique la présence de la portlandite, les liaisons C=O indique la présence de la calcite.

- La soude : C'est une base forte de 99.99% d'hydroxyde de sodium (NaOH).
- Le gypse : Est une espèce minérale composée de sulfate déshydraté de calcium de formule $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.
- Le sel: Contiens plus de 95% de chlorure de sodium, sa formule est NaCl.

II-2-7-Analyse par diffraction des rayons X (DRX)

Les échantillons sous forme de poudre sont aplatis dans une coupelle pour former des pastilles. Un détecteur fait le tour de l'échantillon pour mesurer l'intensité des rayons X selon la direction. La composition minéralogique de la brique, la chaux et la zéolite est donnée dans le diffractogramme (Figure II-17, Figure II-18, Figure II-19) respectivement :

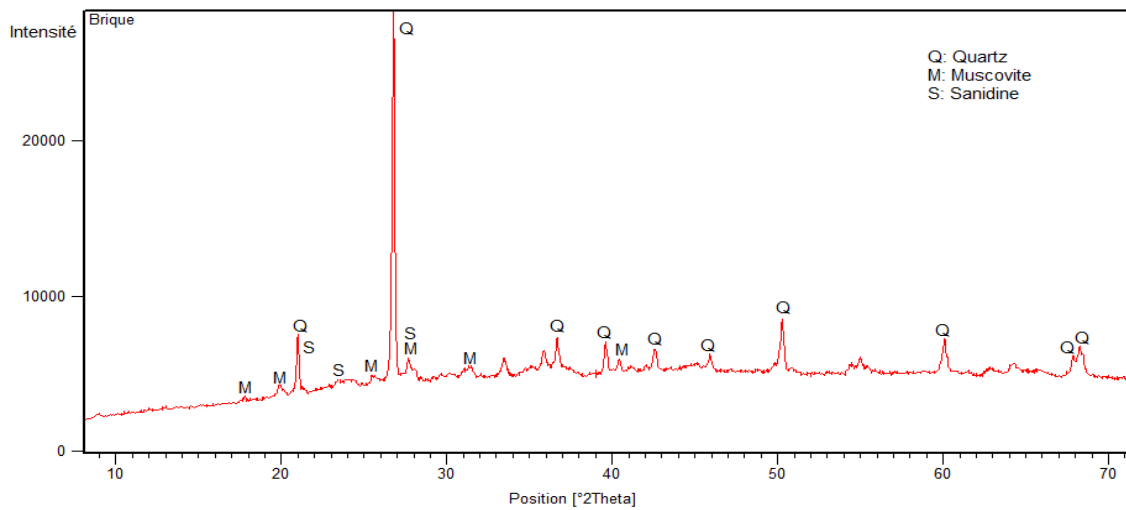


Figure II-17 : Diffractogramme de la brique

Commentaire

D’après le diffractogramme on aperçoit la domination de quartz, avec la présence de muscovite et sanidine.

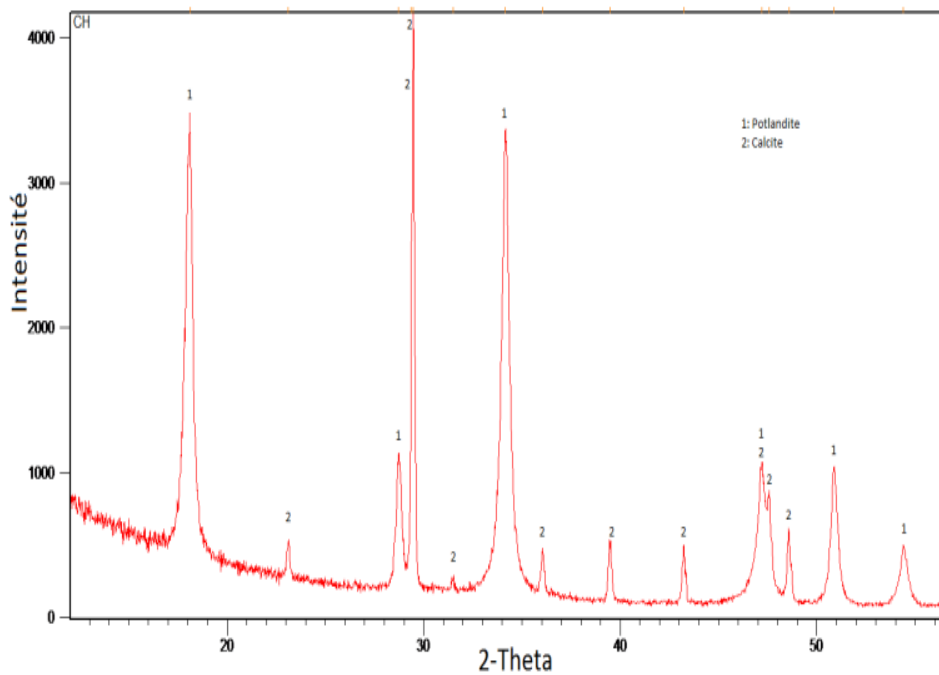


Figure II-18 : Diffractogramme de la chaux

Commentaire

D’après le diffractogramme on aperçoit la domination de la portlandite, avec la présence de quelques pics de calcite obtenus par la réaction de la portlandite avec la chaux.

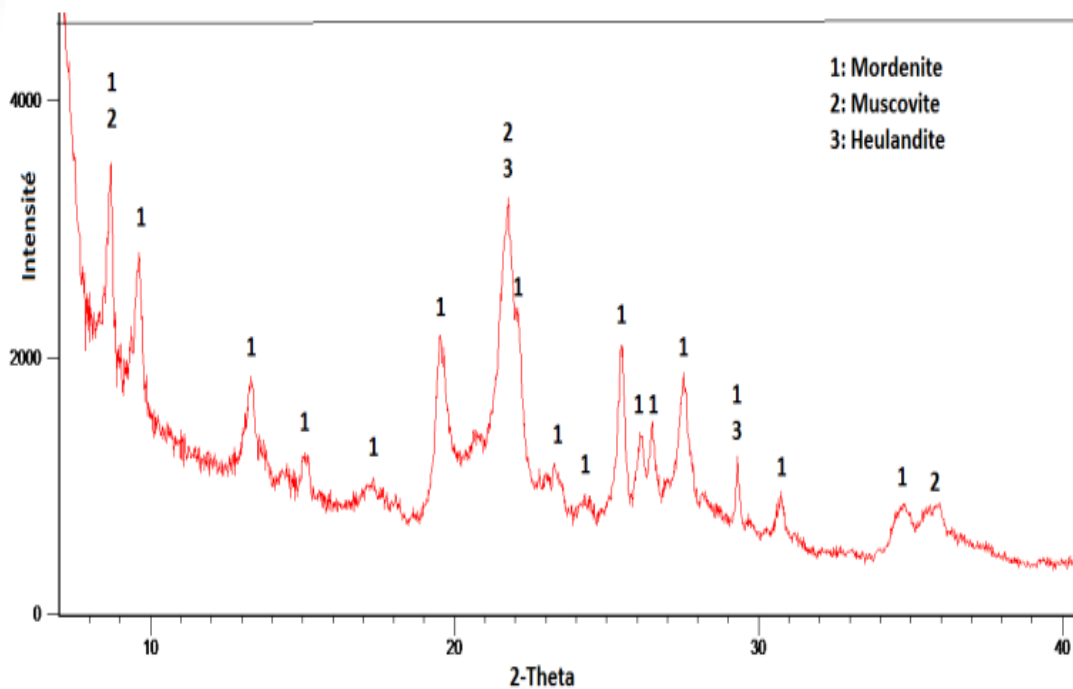


Figure II-19 : Diffractogramme de la zéolite

Commentaire

D'après le diffractogramme ce matériau indique la présence de la mordenite, la muscovite et l'heulandite.

II-3- Formulation des pâtes et mortiers

II-3-1-Formulation de mortier

L'élaboration de mortier consiste à malaxer, pour un moule à trois prismes de dimensions $(4*4*16) \text{ cm}^3$, 97% de liant (déchets de brique ou zéolite) et 3% de chaux ce qui correspond à 436,5 gr de liant et 13,5 gr de chaux, 1350 gr de sable, 1% d'adjuvant par rapport à la masse du liant mélangé avec la chaux. Le rapport massique par rapport à la masse du liant mélangé avec la chaux est de 0,8. Après 1min 30s de malaxage à vitesse lente, enlever avec une raclette tout le mortier adhérant aux parois et au fond du récipient, puis reprendre le malaxage à grande vitesse pendant 1min30s suivant la norme [NF EN 196-1] d'où il en résulte un mortier homogène. Le mélange est coulé dans deux types de moules $(4*4*16) \text{ cm}^3$ et $(2*6*10) \text{ cm}^3$ et vibrer pendant 15s grâce à la table vibrante afin d'expulser l'air emprisonné par les particules de matériau lors du malaxage. Afin d'éviter l'évaporation d'eau au cours de la prise et de durcissement du mortier, les éprouvettes sont couvertes avec un fin film de polyéthylène puis

placées dans l'étuve à 40 °C (Figure II-20). Le démoulage se fait 24 heures après le coulage. Les éprouvettes sont ensuite remises dans l'étuve régulée à 40 °C retirées à des échéances prédéfinies (7 et 28 jours) pour refroidissement et mise à essais.



Figure II-20 : Conservation des mortiers

II-3-2-Formulation des pâtes

L'élaboration des pâtes géopolymères consiste à mélanger la solution alcaline avec le liant poudre de zéolite ou de déchets de brique broyée, (et 3% de chaux) (par rapport à la masse de liant) selon un rapport solution/liant = 0.8 et 1% d'adjuvant. Le mélange des fines est d'abord homogénéiser à l'aide d'un malaxeur pendant 10 secondes, puis rajouter la solution alcaline et l'adjuvant et malaxer à petite vitesse pendant 1min 30s, puis, avec une raclette soulever la pâte adhérente de parois et au fond du récipient pendant 15 secondes puis reprendre le mélange à grande vitesse pendant 1min 30s.

La pâte formée est versée dans des moules de (4*4*16) cm³ et de (2*6*10) cm³ (Figure II-21), et placée sur une table vibrante durant 15s afin d'extraire les bulles d'air contenues dans le mélange.

Les moules sont recouverts d'un film mince de polyéthylène et chauffés à 40 °C dans une étuve. Après 24 heures, le film est retirés et les échantillons de géopolymères sont démoulés et conservés à 40 °C dans la même étuve.



Figure II-21 : Les pâtes géopolymères versées dans les moules

II-4-Essais mécaniques et physiques

II-4-1-Temps de début et de fin de prise (essai Vicat)

La prise est la propriété qu'ont les liants hydrauliques de passer d'une consistance fluide à une consistance solide quand ils sont associés à de l'eau. Cette propriété comprend les temps de début et de fin de prise. Le temps de début de prise correspond à l'augmentation de la viscosité, où raidissement de la pâte avec une élévation de sa température, il peut se mesurer au moyen de l'aiguille normalisée à l'aide de l'appareil de VICAT (Figure II-22).

Cet essai est réalisé selon la norme [NF EN 196-3] Le mélange été versé dans un moule préalablement placé sur une plaque de base plane humide. L'aiguille de l'appareil de VICAT a été relâchée verticalement pour pénétrer le mélange. Cette opération a été répétée chaque 10 min jusqu'au moment où l'aiguille ne s'enfonce plus dans l'anneau qui est considéré comme temps de fin de prise.



Figure II-22 : Appareil VICAT

II-4-2-Retrait linéaire

Les mesures du retrait (R_L) sont effectuées à l'aide d'un pied à coulisse sur des éprouvettes parallélépipèdes maintenues la température de l'étuve (40 °C) (Figure II-23). Pour chaque éprouvette, nous mesurons le retrait linéaire à partir du jour de démoulage.

Le retrait linéaire est donné par la relation suivante :

$$R_L = \frac{L_0 - L}{L_0} \times 100$$

L_0 : la longueur de l'éprouvette au démoulage

L : la longueur de l'éprouvette à une échéance prédéfinie

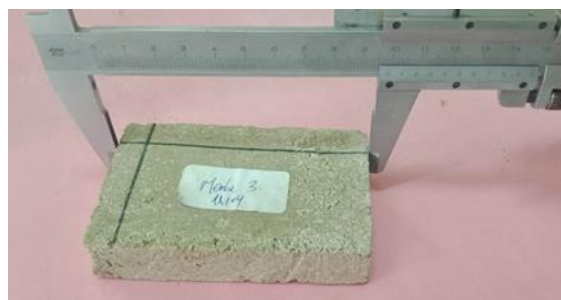


Figure II-23 : Mesure du retrait linéaire d'une éprouvette

II-4-3-Perte de masse :

La perte massique (P_M) est déterminé par la pesé des éprouvettes conservées dans l'étuve à 40 °C du jour de démoulage.

La perte de masse est donnée par la relation suivante :

$$P_M = \frac{M_0 - M}{M_0} \times 100$$

M_0 : la masse de l'éprouvette au démoulage

M : la masse de l'éprouvette chaque deux jours

II-4-4-Porosité et masse volumique apparente :

La méthode de saturation sous vide a été utilisée pour mesurer la densité apparente et la porosité accessible à l'eau des mortiers et pâtes. L'essai a été effectué sur trois éprouvettes de forme cubique (40*40*40) mm³ de chaque formulation. Ces éprouvettes ont été séchées dans une étuve à 40 °C pendant 7 jours et 28 jours. La valeur totale à l'eau est obtenue après 4 pesées connaissant la masse sèche M_s (Figure II-24), puis émergées dans l'eau pendant 24 heures, à la sortie de l'eau elles ont été placés sur un linge sec avec lequel elles ont été soigneusement et rapidement essuyées pour obtenir la masse saturée en eau M_{st} , les éprouvettes ont été ensuite placées dans un dessiccateur plein d'eau pendant 1 heure (Figure II-25), et enfin retirés pour être repesés à l'eau (pesée hydrostatique) (M_{ph}), ces masses sont obtenues par la moyenne des trois échantillons de chaque mortier et pâtes. La porosité et la densité apparente ont été déterminées par les formules suivantes :

$$Pr = \frac{M_{st} - M_s}{M_{st} - M_{ph}} \times 100$$

$$M_{app} = \frac{M_s}{M_{st} - M_{ph}}$$

Avec :

M_{st} : masse saturée (g)

M_s : mase sèche (g)

M_{ph} : masse par la poussée hydrostatique (g)

L'absorption d'eau est ensuite déterminée après séchage et refroidissement des éprouvettes selon la procédure de l'essai de porosité. Le test a été réalisé après avoir immergé les échantillons dans l'eau déminéralisée pendant 24h (selon la procédure américaine ASTM C 67-03a). L'absorption d'eau est calculée comme suite :

$$A = \frac{M_{st} - M_s}{M_s} \times 100$$



Figure II-24 : Pesée dans l'air et Pesée hydrostatique



Figure II-25 : Echantillons dans un dessiccateur

Les résultats des essais de porosité accessible à l'eau, de masse volumique apparente et d'absorption de l'eau des mortiers et pâtes à 7 jours sont donnés dans les (Tableaux II-5 et, II-6, respectivement).

Tableau II-5 : Porosité, masse volumique apparente et absorption de l'eau des mortiers de brique et zéolite à 7 jours.

	Mortier					
	Zéolite			Brique		
	Ms(g)	Mst (g)	Mph(g)	Ms(g)	Mst(g)	Mph(g)
Moyenne	158.86	174.25	64	171.87	188.6	62.66
Mapp	1.44			1.36		
A(%)	9.68			9.73		
Pr(%)	13.95			13.28		

Tableau II-6 : Porosité, masse volumique apparente et absorption de l'eau des pâtes de brique et zéolite à 7 jours.

	Pâtes					
	Zéolite			Brique		
	Ms(g)	Mst(g)	Mph(g)	Ms(g)	Mst(g)	Mph(g)
Moyenne	113.43	123.29	50	126.88	135.74	56
Mapp	1.55			1.59		
A(%)	8.69			6.98		
Pr(%)	13.45			11.11		

Les résultats des essais de porosité accessible à l'eau, de masse volumique apparente et d'absorption de l'eau des pâtes à 28 jours sont donnés dans les (tableaux II-7 et II-8, respectivement). Il est à noter que les pâtes de briques ont été dégradées pendant l'essai (Figure II-26).

Tableau II-7 : Porosité, masse volumique apparente et absorption de l'eau des mortiers de briques et zéolite à 28 jours.

	Mortier					
	Zéolite			Brique		
	Ms(g)	Mst(g)	Mph(g)	Ms(g)	Mst(g)	Mph(g)
Moyenne	140.1	152.4	59	162.81	174.5	78
Mapp	1.5			1.68		
A(%)	8.77			7.18		
Pr(%)	13.16			12.11		

Tableau II-8 : Porosité, masse volumique apparente et absorption de l'eau des pâtes de zéolite à 28 jours.

	Pâtes		
	Zéolite		
	Ms(g)	Mst (g)	Mph (g)
Moyenne	170.04	184.8	88
Mapp	1.75		
A(%)	8.68		
Pr(%)	15.24		



Figure II-26: Échantillons de pâte de brique dégradés dans l'eau

II-4-5-Essai de compression

La résistance en compression peut être définie comme étant la mesure de la résistance maximale d'une éprouvette de béton ou de mortier à une charge axiale. Elle est en méga pascalle (MPa) et est déterminée à l'âge de 7 et 28 jours. L'essai consiste à déterminer les résistances en compression sur des cubes de mortier et de pâtes de 40 mm de côté (Figure II-27) selon la norme [NF EN196-1]. Il s'agit dans cet essai de caractériser les performances mécaniques d'un mortier et une pâte géopolymère.



Figure II-27 : Dispositif expérimental de l'essai de compression

II-5-Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X est une technique expérimentale intéressante qui permet d'obtenir les fonctions de distributions radiales de substances diverses. Une fois c'est connu, une analyse adéquate permet de déterminer les distances interatomiques (Figure II-28).



Figure II-28 : Dispositif X-RAYS pour la détermination des rayons X

II-6-Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons exposé les différents matériaux utilisés dans nos formulations avec leurs caractérisations à savoir, la masse volumique, la surface Blaine, l'absorption d'eau, la granulométrie, la diffractométrie des rayons X et spectroscopie infrarouge



Chapitre

III

RESULTATS ET DISCUSSIONS

III-Introduction

Ce chapitre est consacré à la présentation et l'interprétation des résultats des différents essais appliqués aux matériaux géopolymères.

III-1-Essai de prise

Le temps de prise est déterminé par l'observation de la pénétration d'une aiguille dans une pâte de zéolite et de déchets de brique, les résultats obtenus sont donnés par (Figure III-1).

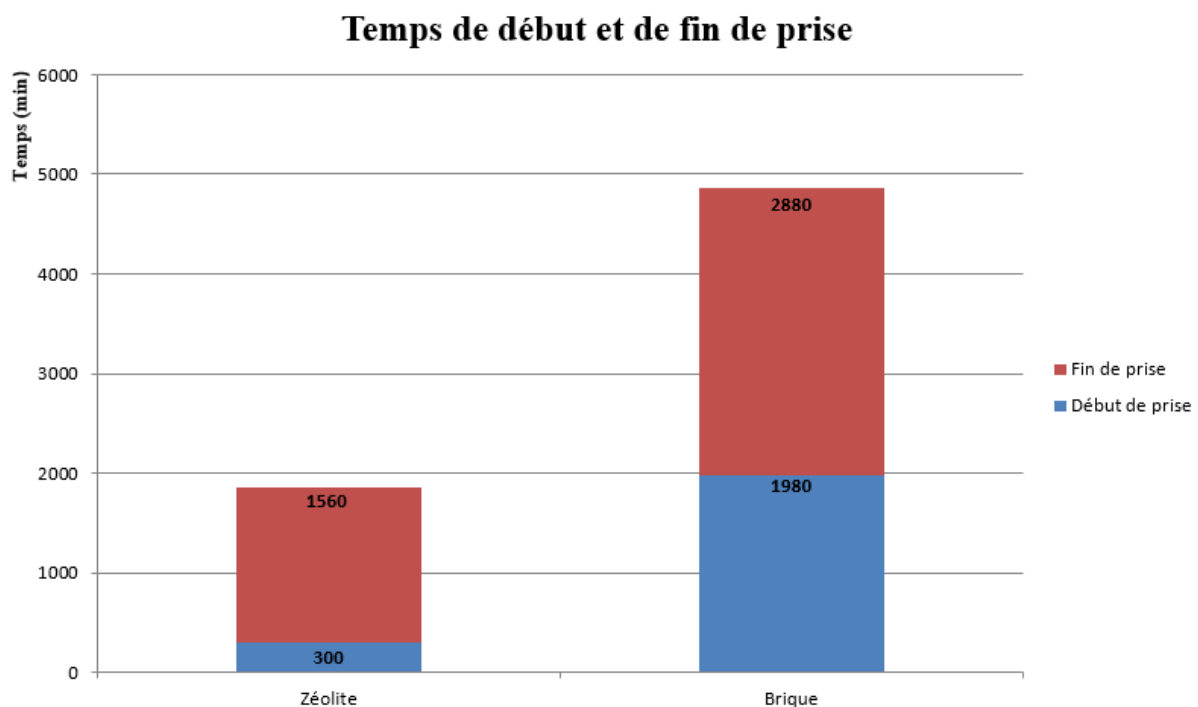


Figure III-1 : Temps de prise (début et fin) des pâtes géopolymère (zéolite et déchets de brique)

Le temps de prise dépend de plusieurs paramètres tels que le type de matériau aluminosilicates, sa composition chimique, la finesse de ses particules et la température du milieu réactionnel [76] [77]. La (Figure III-1) montre que la pâte de zéolite durcit plus rapidement que celle de la brique ceci peut être attribué à leurs surfaces spécifiques qui de l'ordre de 7111 et 6815 m²/kg, respectivement. D'autres chercheurs ont prouvé que si la surface spécifique des particules du matériau aluminosilicates est élevée, le temps de début de prise est réduit car la vitesse de dissolution de la silice et de l'alumine devient élevée [78].

III-2-Retraît linéaire

Les résultats de l'évolution du retrait linéaire au cours du temps de durcissement sont montrés dans le graphe suivant

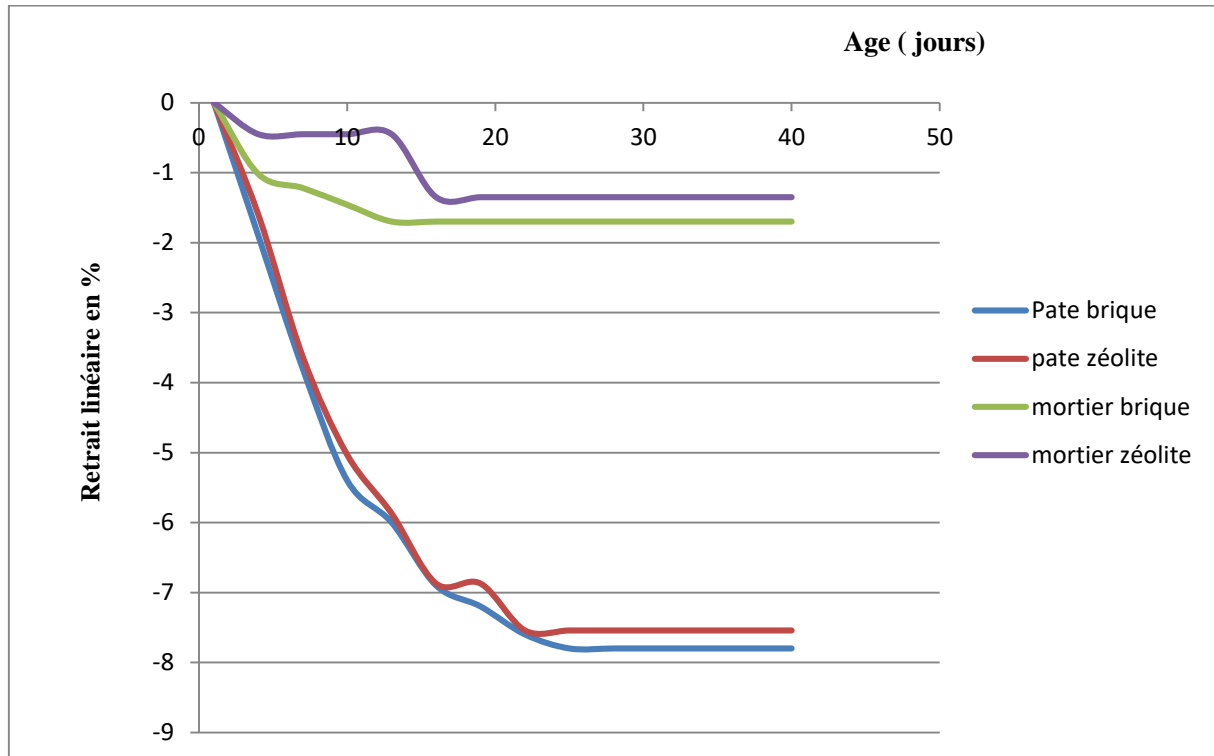


Figure III-2 : Evolution du retrait linéaire des échantillons

De la Figure III-2, il est clair que le retrait des quatre échantillons augmente au cours du durcissement. Ainsi, cette figure révèle un retrait important dans les pâtes que dans les mortiers, ceci peut être justifié par la présence du sable dans ces derniers. En effet, les masses volumiques absolues des matières premières sont de l'ordre de $2,215 \text{ t/m}^3$ et $2,708 \text{ t/m}^3$, zéolite et déchet de brique, respectivement sont supérieures à celles des géopolymères synthétisés. Le volume occupé par les produits de synthèse est moins important que les matières premières ce qui engendre une contraction dans l'échantillon. En présence du sable, les contractions sont réduites. Par ailleurs, le type du matériau alluminosilicaté n'a pas d'effet particulier sur la déformation linéaire des échantillons. Les réactions de géopolymérisation étant exothermiques, par conséquent la température à l'intérieur du matériau augmente, provoquant une évaporation de l'eau et la formation des microcavités [79].

III-3-Perte de masse

Les résultats du pourcentage de perte de masse au cours de durcissement sont montrés dans la (Figure III-3).

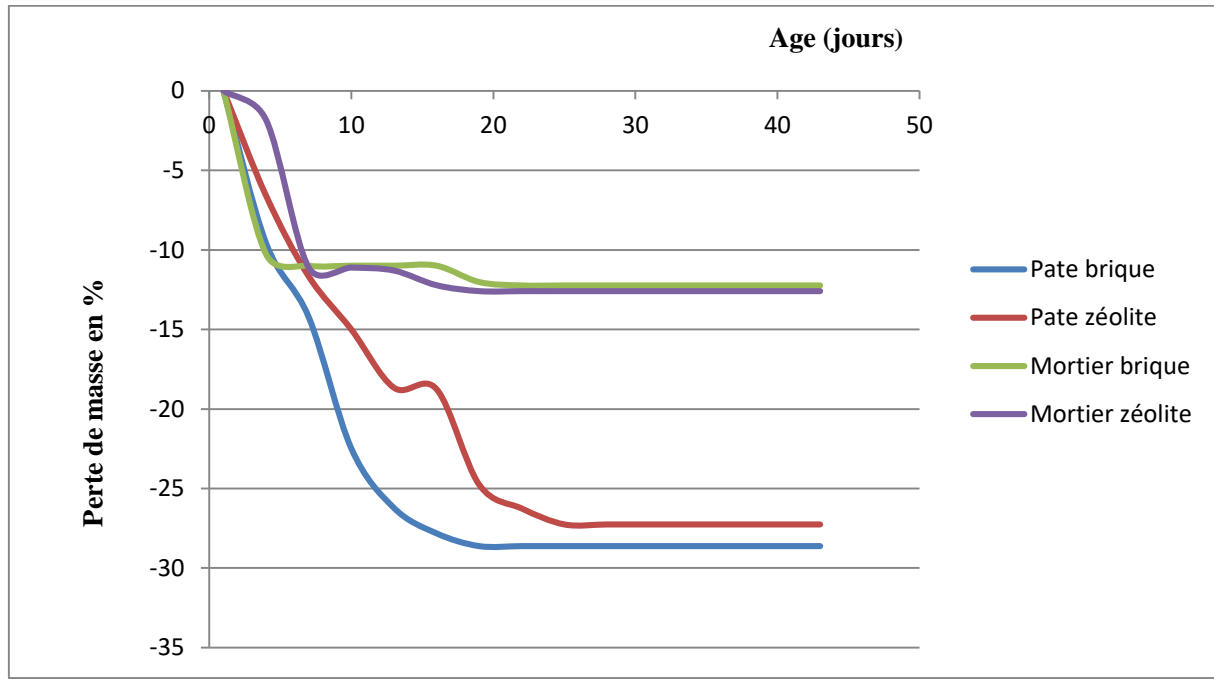


Figure III-3 : Evolution de la perte de masse des échantillons

En analysant les résultats présentés sur la (Figure III-3), nous apercevons que le pourcentage de la perte de masse augmente au cours du temps et ce pour tous les échantillons, nous déduisons que le retrait linéaire est proportionnellement lié à la perte de masse, car il est principalement causé par la perte de l'eau pendant le processus de séchage.

III-4-Essai de porosité

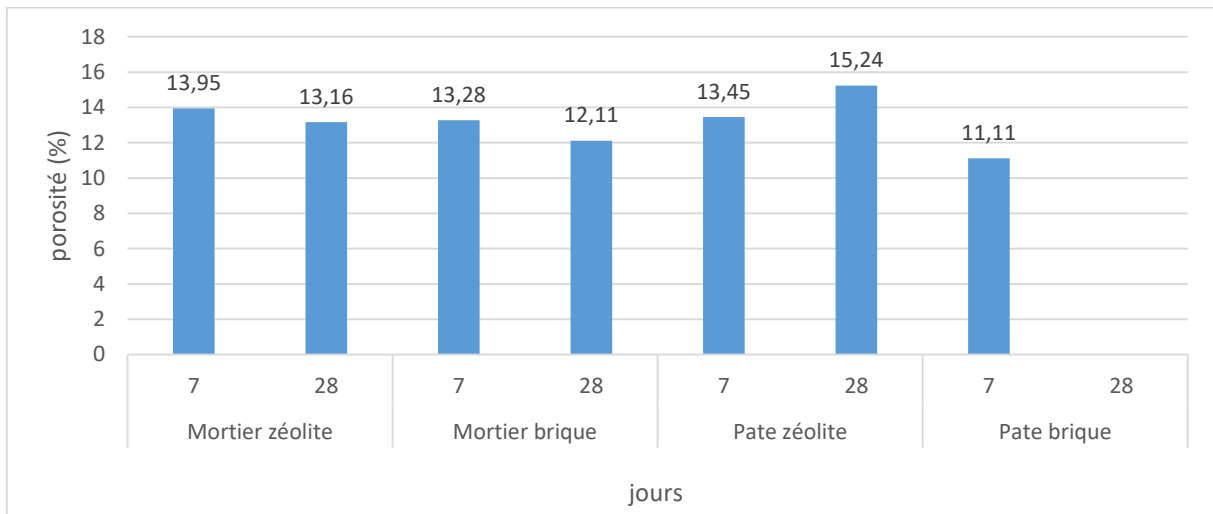


Figure III-4 : Porosité des échantillons aux différents jours

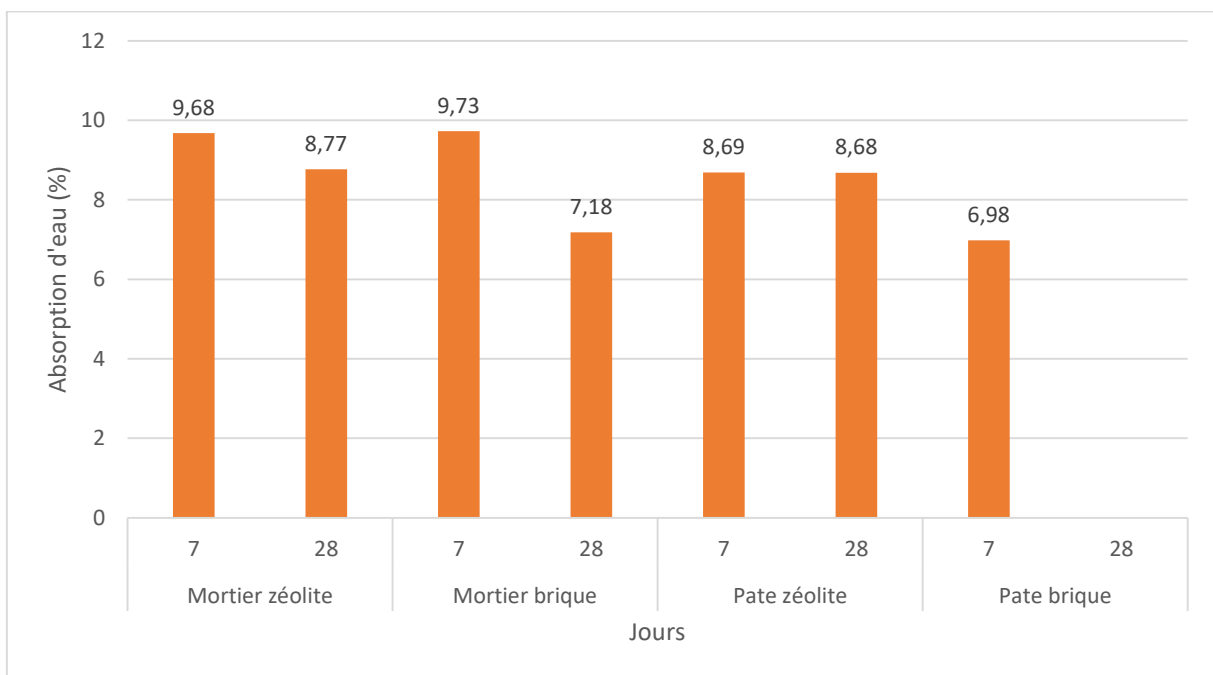


Figure III-5 : Absorption d'eau des différents échantillons



Figure III-6 : Densité des différents échantillons

En analysant les résultats de porosité représentés dans l'histogramme de la (Figure III-4), nous constatons que :

-La diminution de la porosité et l'absorption d'eau, et l'augmentation de la densité, ceci est démontré par [80] qu'un matériau poreux présente toujours l'avantage d'avoir une faible densité apparente par rapport au matériau constituant le squelette solide, de plus, un matériau poreux peut présenter d'autres propriétés comme une haute perméabilité [81] ou d'autres propriétés selon l'application [82-83-84-85-86] la diminution de la porosité et l'absorption d'eau sont dues peut être à la réaction chimique qui forme les géopolymères est qui conduit à la formation des liaisons silicate-oxo-aluminate, en raison de ces liaisons la structure de géopolymères devient plus dense. Par conséquent la porosité des matériaux diminue.

-A 28 jours, les échantillons de pate de brique ont été perdus lors de l'essai, ce phénomène peut être justifié par le durcissement complet de la pâte, ce qui lui rend vulnérable à l'absorption d'eau.

-La porosité de tous les échantillons diminue légèrement entre 7 et 28 jours cela peut être dû à la continuité des réactions de géopolymérisation dans le temps et la formation de produits de synthèse comblant les pores dans les mélanges.

III-5-Essai de compression :

Les résultats de la résistance mécanique en compression des mortiers et pâtes géopolymères évaluée à 7, 28 et 56 jours sont regroupés dans la (Figure III-7).

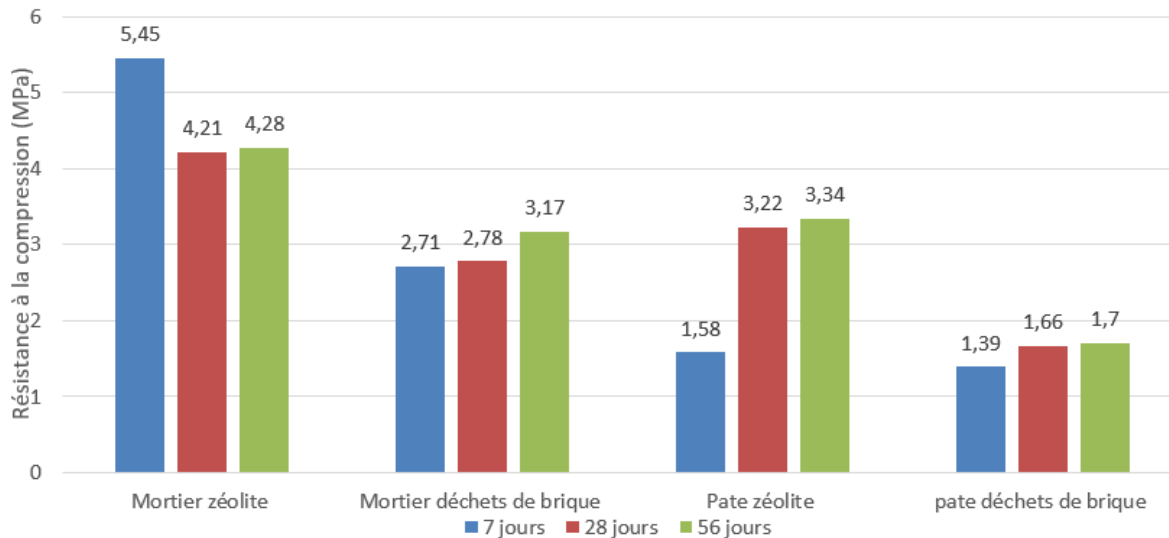


Figure III-7 : Evolution de la résistance à la compression de la pâte géopolymère avec l'âge de durcissement

De la (Figure III-7) on voit bien que la résistance à la compression des pâtes augmente avec le temps de durcissement pour atteindre des valeurs maximales à 56 jours 1.70 MPa pour la pâte de déchets de brique et 3.34 MPa pour la zéolite.

Certains chercheurs ont montré que la résistance à la compression des pâtes de liants géopolymères dépend de plusieurs paramètres, tel que la distribution granulométrique [87] [88].

Les matériaux utilisés sont tamisés à $63\mu\text{m}$, [89] ont montré que si la matière première contient une quantité importante des particules fines, il en résulte une grande surface spécifique et en conséquence une grande réactivité, ce qui conduit à des valeurs de résistance à la compression élevées.

D'autre part il y'a la résistance du mortier de zéolite et celle de déchets de brique qui augmente également le mortier de poudre de brique atteint sa valeur maximale à 56 jours 3.17 MPa et 4.28 MPa pour le mortier de zéolite.

Les résultats ont montrés que la résistance à la compression des mortiers est plus élevés que celle des pâtes cela est peut être justifié par le sable ajouté au mortier.

III-6-Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

Les spectres infrarouges des échantillons des pâtes de brique et zéolite sont représentés dans la (figure III-8)

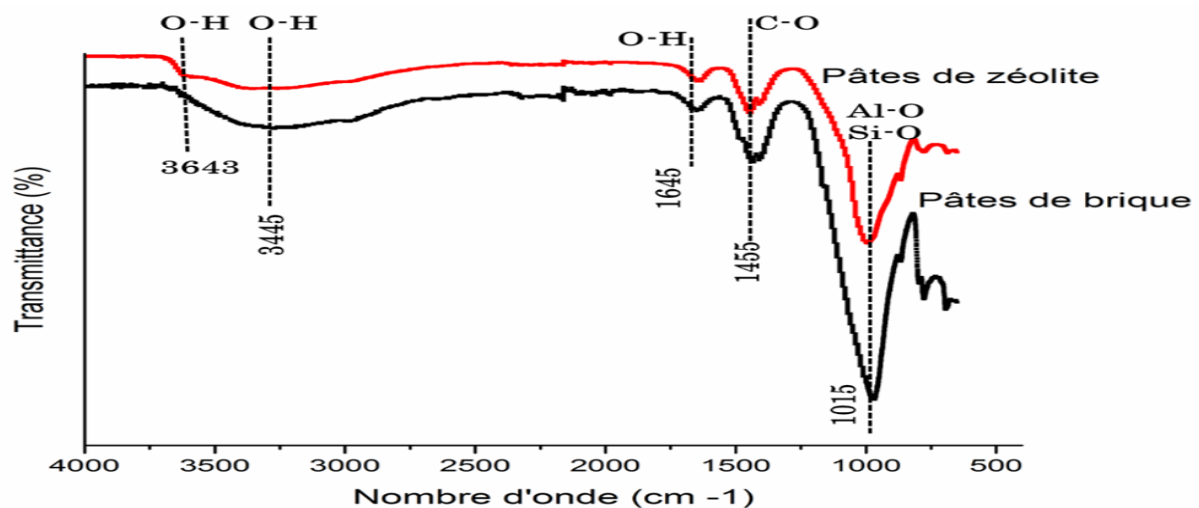


Figure III-8 : Spectre infrarouge de la pâte de brique et zéolite

-Présence d'hydroxyde de calcium marquée par la vibration fine de O-H à 3643 cm^{-1} . -Le pique à 3445 cm^{-1} , 1417 cm^{-1} indiquent la formation des silicates de calcium hydratés (CS-H). -La vibration intense de la liaison C-O à 1455 cm^{-1} indique la présence du carbonate de calcium (CaCO_3). -La bande à 1645 cm^{-1} liée aux mouvements des groupes O-H dans les molécules d'eau est caractéristique de la présence du C-S-H.

-Le pic large à environ 1015 cm^{-1} peut être attribué à l'étirement asymétrique des liaisons Al-O et Si-O provenant de tétraèdres individuels. Ce pic est la principale empreinte digitale des matériaux géopolymères.

III-7-Diffraction des rayons X

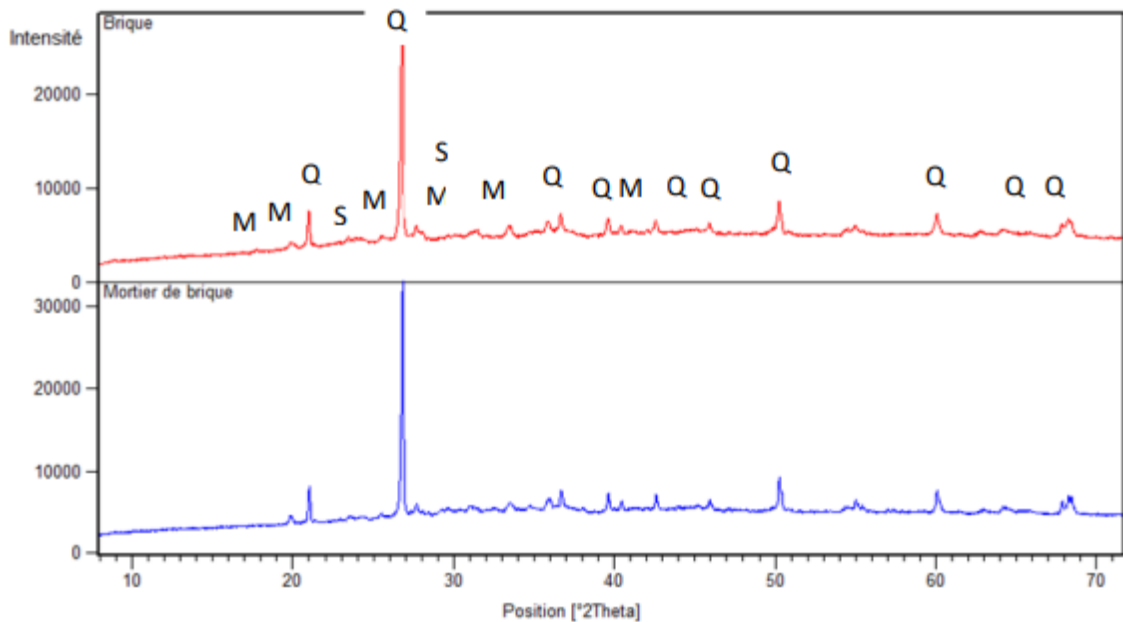


Figure III-9 : Diffractogramme de brique et mortier de brique

Les diffractogrammes de la brique ainsi que son mortier sont identiques on ne voit pas de formation de nouveaux composés (Figure III-9).

III-6-Conclusion

Cette partie de travail a pour but de comparer les propriétés des pâtes et mortiers (brique, zéolite) géopolymères obtenus. Les différents analyses effectuées sur les matières premières montre que la taille des particules, la masse volumique et la surface spécifique influence significativement les propriétés des géopolymères.

L'ajout du sable améliore les propriétés mécaniques ce qui rend les mortiers plus résistants que les pâtes. En effet, les meilleures propriétés mécaniques n'ont pas été cernées pour la pâte de brique par rapport aux mortiers.

L'essai de porosité à montrer que la brique est moins poreuse que la zéolite, on conséquent elle absorbe beaucoup d'eau.

Conclusion

Cette étude a fait l'objet de l'élaboration d'un géopolymère liant à faible impact environnemental en utilisant deux matériaux distincts d'aluminosilicates, la zéolite et les déchets de brique à la place d'argile calciné, les deux matériaux ont été broyés finement à $63\mu\text{m}$ pour avoir une finesse favorable aux réactions de polycondensation. L'essai de surface spécifique des deux matériaux a montré que les poudres sont assez fines pour assurer un bon processus réactionnel.

La méthode d'activation alcaline en utilisant une solution de NaOH 10M et Na_2SiO_3 0.5M a été employée pour élaborer les géopolymères liants élaborés à base de zéolite et déchets de brique présente des performances mécaniques adéquates.

Les conclusions suivantes peuvent être tirées de cette étude :

-La pâte géopolymère de zéolite durcit plus rapidement que la brique, cela est dû à la structure poreuse de la zéolite.

-Le retrait linéaire et la perte de masse sont provoqués par l'évaporation de l'eau, ils sont important dans les pâtes géopolymères que dans les mortiers, ceci est due à la présence du sable dans ces derniers.

-La porosité et l'absorption d'eau sont proportionnellement liés, nous avons prouvé que la porosité des géopolymères synthétisés diminuent avec le temps, cela résulte une diminution d'absorption d'eau et une augmentation de densité.

-La résistance à la compression des géopolymères augmente avec le temps, ceci est due au plusieurs facteurs dont on cite la solution alcaline, la présence de NaOH joue un rôle important dans l'évolution des propriétés mécanique.

-Ensuite une surface spécifique élevée entraîne une grande réactivité, ce qui conduit à des valeurs de résistance élevée, les valeurs de résistance à la compression des mortiers sont alors importantes que celle des pâtes grâce au sable normalisé ajouté, ses grains s'emboîtent formant une structure dense.

Références bibliographique

- [1] BAUDE, Manuel, DUSSUDE, François, et al. Chiffres clés du climat. France, Europe et monde. 2018.
- [2] Benmansour, 2015.
- [3] A. Bourlon, «Phisico-Chimie Et Rhéologie Des Puits Pétroliers». Thèse De Doctorat De l'université De Pierre Et Marie Curie, 2011.
- [4] J.Delatte, G.Facy, Des Bétons Unique Aux Géopolymères. Arts Et Metiers Magazine, 180,8-16,1993.
- [5] J.Davidovits, «Geopolymer Chemistry And Applications». 3eme Edition, Institut Géopolymère, France, P 3-32, 2011.
- [6] J.Davidovits, «Geoolymer Conference :30 years of successes and failures Institut géopolymer Applications. Market trends and Potential Break throughs». October 28-29, Melbouncne (Australia), 16P, 2002.
- [7] J.Davidovits, «Geopolymer: Inorganic polymeric New Materials». Journal of Thermal Analysis, 37, 1633-1656, 1991.
- [8] L.Tchadjie Noubissie, «Comportement Techniques Des Géopolymer Obtenus A Partir D'une Argile Kaolinite». Mémoire De Master En Chimie De L'université De Yaoundé I, 2012.
- [9] H, Xu, J.S.J. Van Deventer, Microstructural Characterization Of Geopolymer Synthesized From Kaolinite/ Stilbite Mixtures Using XRD, MAS-NMR, SEM/ EDK, TEM/EDX, And HREM. Ceme-concr-Res., 32, 1705-1716, 2002.
- [10] Z.Yunsheng, S.Wei, L.Zonglin, « Composition Design and Microstructural Characterization Of Calcined Kaolin-Based Geopolymer Cement». Appl-CI-Sci, 47,271 275, 2010.
- [11] Duxson P, Mallicoat S.W, Lukey G.C, Kriven W.M, Van Deventer J.S.J (2007a) The effect of alkali and Si/Al ratio on the development of mechanical properties of metakaolin-based geopolymers. Colloids Surface A 292, 8-20.
- [12] MISSOUM Sarah, Transformation des débris de verre pharmaceutique en géopolymère à caractère lient, Thèse de doctorat 2020, USTO-MB.p.38.
- [13] J.Davidovits (2008 a) Geopolymer Chemistry And Applications, Geopolymer Institute 2 eme Edition, St Quentin, France.

Références bibliographique

- [14] J.Davidovits (2008 b) geopolymer Chemistry And Applications, Geopolymer Institute, 3eme Edition, USA.
- [15] Barbosa V.F.F, Mac Kenzie K.J.D (2003) Synthesis and thermal behavior of potassium sialate géopolymères. *Materials Letters* 57, 1477-1482
- [16] loyd R.R, Provis J.L, Van Deventer J.S.J (2012) Acid resistance of inorganic polymer binder. 1. Corrosion rate. *Materials and Structures* 45, 1-14.
- [17] Swanepoel J.C, Stridum C.A (2002) Utilisation of Flash ash in a geopolymeric material. *Applied Geochemistry* 17, 1143-1148.
- [18] J. Phalipon., Une nouvelle voie de synthèse d'oxydes: Applications aux verres. *L'industrie Céramique* 81(2006) 11-18.
- [19] C.J. Brinker., Scherrer G.W., Sol science. San Diego : Academic Press ; 1990.
- [20] J. Davidovits, <<Proprties of géopolymère ciments >> ., 1994.
- [21] Xu H., Geopolymerisation of aluminosilicate. PhD Thesis, University of Melbourne, Australia (2002) 270.
- [22] Cioffri, R., Maffucci, L., Santoro, L., Optimization of a Kaolinitic residue. *Resour. Conserv.Recycl.* 40(1). (2003) 27-38.
- [23] J.M.Phair et J.S.J Van Deventer, « Characterization of Fly-Ash-Based Geopolymeric Binders Activated with Sodium Aluminate », *Ind. Eng.Chem.Res.*, Vol. 41,n°17,P.4242-4251, aout 2002, doi : 10-1021/ ie 0109370.
- [24] J.G.S Van Jaarsveld et J.S.J. Van Deventer, « Effect of the Alkali Metal Activator on the properties of fly Ash-Based Geopolymer ». *Ind.Eng.Chem.Res.*,VOL. 38,n°10,P.3932-394, oct.1999,doi:10.1021/ie 980804b.
- [25] L.Weng et K.Sagoe-Crentsil, « Dissolution processes, hydrolysis and condensation reactions during geopolymer synthesis : Part I-Low Si/Al Ratio systems », *J Mater Sci*, Vol.42.n°9,P.2997-3006, mai 2007, doi :10.1007/s 10853-006-0820-2.
- [26] B.Lothenbach, K. Scrivener, et R.D. Hooton,«Supplementary cementitious materials», *Cement and Concrete Research*, Vol.41,n°12,P.1244-1256, déc.2011,doi:10.1016/j.cemconres. 2010.12.001.
- [27] Harjito D. and Ranyan B.V., Devlopment and properties pf low-calcium flyash-based geopolymer concrete. Research report GC1.Faculty of engineering,. Curtin University of Technology Perth. Australia (2005) 94.
- [28] De silva P., Creustel K.S., Sirvisatnanon V., Kinetics of geopolymerisation: Role of Al₂O₃ and SiO₂. *Cement and Concrete Research* 37 (2007) 512-518.

Références bibliographique

- [29] M.Rozalen,F.J.Huertas, P.V.Brady, Experimental study of the effect of PH and temperature on the kinetics of montmorillonite dissolution. *Geochimica and cosmochimica Acta*, 2009, vol.73,P.3752-3766.
- [30] C.Tournassat, E.Ferrage, C.Poinsignon, L.Charlet, The titration of clay minerals. Structure-based model and Implications for clay reactivity.*Journal of Colloid and Interface Science*, 2004, Vol.273, p.234-246.
- [31] A.Bauer, G.Berger, Kaolinite. And smectite dissolution rate in high molar KOH solutions at 35°C and 80°C. *Applied Geochemistry*, 1998, vol.13,P. 905-916.
- [32] J.A. Neyroud, Formation de produits zéolithiques à partir de l'argile kaolinitique. Thèse de l'université de l'école polytechnique fédérale Zurich, 1972.
- [33] G. Sposito, *The Chemistry of Soils*. Oxford University Press, USA, 2008.
- [34] A.Gualtieri,P.Norby, G.Artioli, et J.Hanson, « Kinetics of, formation of zeolite Na-A [LTA] from natural Kaolinites », *Physics and Chemistry of Minerals*, vol.24,n°3,p.191-199,1997.
- [35] R.M.Barrer,« Zeolites and their synthesis», *Zeolites*, vol.1,n°3,p.130-140, 1981.
- [36] R.M.Barrer, J.F.Cole, et H. Sticher, « Chemistry of soil minerals. Part V.Low temperature hydrothermal transformations of kaolinite», *Journal of the Chemical Society. A: Inorganic, Physical, Theoretical* , p.2475-2485,1968.
- [37] Wiffried Louis frema, Caractérisation des oxydes nanoporeux contenant des ions lourds en milieu aqueux. Thèse de doctorat de l'Université de recherche Paris Sciences Lettres-PSL Research University, P.9-10,2016.
- [38] Martin A., Pastor Y.J., Palomo A., Fernandez Jimenez A., Mechanical behavior at high temperature of alkali-activated aluminosilicates (geopolymers). *Constr.Build. Mater.* 93(2015) 1188-1196.
- [39] Chereerat T., Lee-Anansaksiri A., Chindaprasirt P., Syntheses of high calcium fly ash and calcined kaolin geopolymer mortar. In: *International Conference of concrete Geopolymer*, Khon Kaen Thailand, (2006) p.327-335.
- [40] Van Jaarsveld J.G.J., Van Deventer J.SJ., Schwartzman A., The potential use of geopolymeric materials to immobilize toxic metals, part: material and leaching characteristics. *Miner. Eng* 12 (1) (1999) 75-9.
- [41] Bouha El Moustapha, Formulation et étude d'un géopolymère accumulateur d'énergie thermique dans le cadre de l'éco-construction des bâtiments. *Ecole Doctorale Sciences des Métiers de L'ingénieur [LCPI-Campus de PARIS]*, P. 19, 2023.

Références bibliographique

- [42] Merabtene Meriem, Elaboration de liants géopolymères à partir d'aluminosilicates et déchets naturels, Thèse doctorat université Oran, P. 23 2010.
- [43] J.Davidovits, « Geopolymers :Inorganic polymeric new materials », Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, vol. n°8, p. 1633-1656, juil. 2005, doi :10.1007/bt 01912193.
- [44] Harjito D. and Rangan B.V., Development and properties of flow-calcium fly ash-based geopolymer concrete. Research report GC1. Faculty of Engineering, Curtin University of Technology Perth, Australia (2005) 94.
- [45] H. Xu et J.S.J.Van Deventer, «The geopolymerisation of alumino-silicate minerals», International Journal of Mineral Processing, vol. 59, n°3, p. 247-266, juin 2000, doi: 10.1016/S0301-7516(99)00074-5.
- [46] A.Fernandez-Jimenez, A.Palomo, et C.Lopez-hanbrados, «Engineering proprieties of alkali-activated fly ash», ACI Materials Journal, vol. 103, p.106-112, mars 2006.
- [47] Merabtène Meriem. Elaboration de liants géopolymères à partir d'aluminosilicates et déchets naturels, Thèse Doctorat Université Oran, 2020,p.23.
- [48] J.L.Provis, J.S.J.Van Deventer, Alkali Activated Materials, Springer Netherlands, Dordrech(2014).
- [49] Bernier.G, 2005 : Formulation des bétons, Techniques de l'ingénieur, traité construction Doc C2 210.
- [50] Luc Nicoleau « interaction physico-chimiques entre le latex et les phases minérales constituant le ciment au cours de l'hydratation », Thèse de Doctorat, université de Bourgogne, 2004.
- [51] Baron.J, Olivier.J.P et weiss JC, 1996 : chapitre1A : les ciments courants, les bétons bases et données pour leur formulation, sous la direction de jacques. BABON, jean-pierre OLIVIER, Ed Eyrolles.
- [52] J.W.Phair, J.S.J. Van Deventer, Characterization of fly-ash-based geopolymeric binders actived with sodium aluminate. Industrial & Engineering Chemistry Research, 2002, vol. 41,P.4242-4251.
- [53] J.G.S Van jaarsveld, J.S.J, Van Deventer, Effect of the alkali metal activator on the properties of fly ash-based geopolymers. Industrial and Engineering Chemistry Research, 1999, vol.38, p.3932-3941.
- [54] L.Weng,K. Sagoe-Crentsil, Dissolution processus, hydrolysis and condensation reactions during geopolymer synthesis: part1-low Si/Al ratio systems. Journals science. 2007, vol.42,P.2997-3006.

Références bibliographique

- [55] K.Komnitsas,D. Zaharaki, Geopolymerisation: a review and prospects for minerals industry. Minerals engineering, 2007, vol.20,p.1261-1277.
- [56] K.J.D.Mackenzie, D.R.M.Brew, R.A Fletcher, C.L.Nicholson, R.Vagana, M.Chmucker, Towards an understanding of synthesis mechanisms of geopolymer materials. Proceeding of the 4th international conference on geopolymers.St.Quentin: Institut Géopolymère, 2005, p.41-44.
- [57] A.Buchwald, M.Hohmann, K.Posern, E.Brendler, The suitability of thermally active illite/smectite clay as raw material for geopolymer binders. Applied clay Science, 2009, vol.46, P.300-304.
- [58] Davidovits J. Geopolymer chemistry and properties .Ins:J. Davidovits, J. Orlins, editor, Proceedings of the first European conference of soft mineralogy, The geopolymer Institute, Conpiegne (1988) 25-48.
- [59] Sindhunata A. Conceptual model of geopolymerisation. Bachelor of engineering (Hong), University of Melbourne, Departement of chemical and biomolecular engineering. PHD thesis (2006) 262P.
- [60] Wallah S.E., Rangan B.V.Low calcium fly ash based geopolymers concrete long-term properties. Research report GC2, Faculty of Engineering, Curtin University of Technology Perth, Australia (2006) 94P.
- [61] M.Cyr,R.Pouhet, Durabilité des géopolymères-cas de la carbonatation, in: Conférence NoMaD.Douai,France,2015 :pp.1-10.
- [62] A.Palomo, P. Krivenko,I.Garcia-Lodeiro, E.Kavaleroua, O. Maltseva, A.Fernandez-jiménez.A review on alkaline activation ; new analytical perspectives, Mater, Constr. 64 (2014) 022.
- [63] M. Cyr, R. Pouhet, Durabilité des géopolymères - Cas de la carbonatation, in: Conférence NoMaD, Douai, France, 2015: pp. 1–10.
- [64] A. Palomo, P. Krivenko, I. Garcia-Lodeiro, E. Kavalerova, O. Maltseva, A. Fernández-Jiménez, A review on alkaline activation: new analytical perspectives, Mater. Constr. 64 (2014) 022.
- [65] R. Pouhet, Formulation and durability of metakaolin-based geopolymers, Université de Toulouse, Université Toulouse III-Paul Sabatier, 2015. <http://thesesups.ups-tlse.fr/2802/> (accessed November 12, 2016).
- [66] A. Palomo, A. Fernandez-Jeménez, Alkaline activation, procedure for transforming fly ash into new materials. Part1 . Applications, in: world coal Ash WOCA Conf., 2011: pp. 1-14

Références bibliographique

fernandez-jimenez/publication/26800_Alkaline_activation_procédure_for_transforming_fly_ash_into_new_materials_part_1_Applications/links/5601773208aeb30ba7345cc6.pdf.(accessed December 6, 2006).

[67] R.Pouhet, formulation and durability of metakaolin-based geopolymers, Université de Toulouse. Université Toulouse 3-Paul sebatier, 2015. (accessed November 12,2016).

[68] F.Pacheco-Torgal, J.Labrincha, C.Leonelli, A.Palomo, et P.Chinda prasis, Handbook of alkali-Activated Cements, Mortiers and concretes. Elsevier, 2014.

[69] R.Pouhet,« Formulation and durability of metakaolin-based geopolymers», phd thesis, Université Paul Sebatier-Toulouse 3, 2015. Consulté le: 26 aout 2022. [En ligne] .

[70] J.Davidovits, « Geopolymer Cement a review 2013 », P.1-11. Jan.2013.

[71] O.S.Ohunakin, O.R.Leramo, O.A.Abidakum, M.K.Odunfa, et O.B. Bafuwa, « energy and Cost analysis of cement Production Using the Wet and Dry Processes in Nigeria», EPE, vol.05.n°09, P.537-550, 2013, doi: 10.4236/epe.2013.59059.

[72] Zoegjin L., Zhu D.,Yunsheng Z. Developement of sustainable cementitious materials Internationnal workshop on sustainable development and concrete technology. Chinese (2005) 55-76.

[73] Davidovits J. Propreties of geopolymer cement. Pu blished in proceedings first international conference on alkaline cement and concretes scientific research institute on binder and materials, Kiev state technical university, kiev, Ukraine (1994b) 131-149.

[74] Barbosa V.F.F.,Mackenzie K.J.D., Thaumaturgo C. synthesis and characterization of materials based on inorganic polymeric of aluminum and silica: sodium polysialate polymers. International journal of inorganic Materials 2 (2005) 309-317.

[75] Snbaer, Van Riessen A. Thermo-mechanical and microstructural characterization of sodium-poly (sialate-siloxo) (Na-PSS) géopolymèrs. Journal of Materials Science 42 (2007) 3117-3123.

[76] Komnitas K, Zaharaki D. Geopolymerisation: a review and prospects for the minerals industry. Minerals Engineering 20 (2007) 1261-1277.

[77] Weng L., Sagoe-Crentsil K., Broun T., Song S. Effects of aluminates on the formation of geopolymers. Materials Sciences and Engineering B 117 (2005) 163-168.

[78] Diaz E.I., Allouche E.N., Eklund S. Factors affecting the suitability of fly ash as source material for geopolymers. Fuel 89 (2010) 992-996.

Références bibliographique

- [79] Sathonsaowaphak A., Chindaprasirt P., Pimraksa K. Workability and strength of lignite bottom ash geopolymer mortar. *Journal of Hazardous Materials* 168 (2009) 44-50.
- [80] M. Scheffler, P. Colombo, *Cellular ceramics : structure, manufacturing properties and applications*, Edition Wiley-VCH, UK, 2005.
- [81] M. D. M. Innocentini, P. Sepulveda, V. R. Salvini, V. C. Pandolfelli, Permeability and Structure of Cellular Ceramics : a comparison between two preparation techniques, *Journal of The American Ceramic Society* 81 (12), 1998, pp. 3349-3352.
- [82] P. Sepulveda, F. S. Ortega, M. D. M. Innocentini, V. C. Pandolfelli, Properties of highly porous hydroxyapatite obtained by the gel casting of foams, *Journal of The American Ceramic Society* 83 (12), 2000, pp. 3021-3024.
- [83] K. Yamada, T. Watanabe, K. Fukuda, T. Kawaragi, T. Tashiro, Removal of non-metallic inclusion by ceramic filter, *Transaction of The Iron & Steel Institute of Japan* 27 (11), 1987, pp. 873-877.
- [84] B. P. Kumar, H. H. Kumar, D. K. Kharat, Study on pore forming agents in processing of porous piezoceramics, *Journal of Materials Science: Materials in Electronics* 16 (10), 2005, pp. 681-686.
- [85] K. Okada, A. Ooyama, T. Isobe, Y. Kameshima, A. Nakajima, K. J. D. McKenzie, Water retention properties of porous geopolymers for use in cooling applications, *Journal of The European Ceramic Society* 29 (10), 2009, pp. 1917-1925.
- [86] T. Graule, B. Michen, M. Wegmann, Porous ceramic materials and their application in virus filtration, *Global roadmap for ceramics-ICC2 proceedings*, EMPA, Verona, 2008, pp. 459-473.
- [87] Kumar S., Kumar R., Alex T.C., Bandopadhyay A., Mehrotra S.P., Effect of mechanically activated fly ash on the properties of geopolymer cement. In: Davidovits, J. (Ed.), *Proceedings of the World Congress Geopolymer*, Saint Quentin, (2005) 113-116.

Références bibliographique

[88] Weng L., Sagoe-Crentsil K., Broun T., Song S., Effects of aluminates on the formation of geopolymers. *Materials Sciences and Engineering B* 117 (2005) 163-168.

[89] Diaz E.I., Allouche E.N., Eklund S., Factors affecting the suitability of fly ash as source material for geopolymers. *Fuel* 89 (2010) 992-996.

Normes

[NF EN459-1] : Norme française, norme européenne, Chaux de construction.

[NF 18-558] : Norme française, Détermination de la masse volumique absolue des fines.

[NF EN 196-6 P15-476] : Norme française, norme européenne, Détermination de la finesse.

[NF P18-555] : Norme française, Mesure ces masses volumiques, coefficient d'absorption et teneur en eau des sables.

[NF P18-560] : Norme française, Analyse granulométrique par tamisage.

[NF P18-540] : Norme française, Analyse granulométrique.

[NF P94-057] : Norme française, Analyse granulométrique par sédimentation.

[NF EN196-1] : Norme française, norme européenne, Méthode d'essai des ciments, Partie 1 : Détermination des résistances mécaniques).

[NF EN196-3] : Norme française, norme européenne, Méthode d'essai des ciments, Partie 3 : Détermination du temps de prise et stabilité).