



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne Démocratique et Populaire
وزارة التعليم العالي والبحث
العلمي



Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

جامعة غرداية

N°d'enregistrement

Université de Ghardaïa

/...../...../...../...../.....

كلية العلوم والتكنولوجيا

Faculté des Sciences et de la Technologie

قسم الري والهندسة المدنية

Département Hydraulique et Génie Civile

Mémoire

Pour l'obtention du diplôme de Master

Domaine: ST

Filière: Génie Civile

Spécialité: Structures

ETUDE DE PROPRIETES PHYSIQUES ET MECANIQUES DE MORTIERS GEO POLYMERES

Etude de cas société Laboratoire des Travaux Publics du Sud

Soutenu le : 20/06/2023

Réalise Par :

Sous la direction de :

• AMRANE Ines

Dr. AZIEZ Mohammed Nadjib

Année universitaire 2022/2023

REMERCIEMENTS.

Je remercie d'abord Dieu, de m'avoir donné le courage et la patience pour mener à terme ce travail.

Je tiens en tout premier lieu à exprimer mes remerciements et mon respect le plus sincère à mon encadrant de mémoire « **Mr AZIEZ** Mohammed Nadjib » pour son temps, sa patience et surtout ses efforts pour toujours vouloir me transmettre le meilleur. Merci encore pour m'avoir appris.

Je voudrais également exprimer ma gratitude à tous mes enseignants, pour nous avoir guidés et encadrés durant notre parcours universitaire.

Enfin, un grand merci à tous ceux et celles qui ont contribué de près comme de loin à l'élaboration de ce travail.

INES AMRANE



DÉDICACES

Je dédie ce mémoire à ...

Mon cher père (Bachir AMRANE), et ma chère mère (N. ZOUIDJA) pour vos sacrifices et votre soutien durant mon cursus d'étude

A ma chère grand-mère Pour ses prières et son affection qu'elle me porte

A ma Assil ma source de bonheur

A mes très chers amis Sara, Amira pour leur présence, sympathie et encouragement dans les moments difficiles,

Sœur Radia, frères Alaa et Adel ma source de bonheur et d'espoir.

A mes neveux Mohammed, Nadjib je vous aime

A ma nièce Janna Je t'aime

A toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

MILLES MERCIS.

INES AMRANE



Résumé

L'étude des propriétés et de l'application du mortier de géopolymère a attiré une attention croissante de la part des chercheurs et des industries du ciment en raison de ses avantages en termes de durabilité

Le développement de nouveaux matériaux de construction est devenu un problème, car les chercheurs tentent de trouver des matériaux peu coûteux, respectueux de l'environnement et adaptés à leur domaine d'utilisation. Ces dernières années, les déchets de construction sont devenus un défi et un problème environnemental.

Cette étude vise à étudier l'efficacité de l'ajout partiel et du remplacement du ciment par des briques, activé avec des silicates de sodium et une solution d'hydroxyde de sodium, et l'effet de l'oxyde de fer et le bentonite, ciment sur les propriétés physiques et mécaniques. Lorsqu'une partie des éprouvettes a été soumise à une température de 55°, avec une période de durcissement de 6 jours.

Mots clé : déchet de brique, température de cure, mortier, propriétés physico-mécaniques.

ملخص

جذبت دراسة خصائص وتطبيق ملاط الجيوبوليمر اهتماما متزايدا من الباحثين وصناعات الأسمنت بسبب فوائدها على الاستدام ، أصبح تطوير مواد بناء جديدة مشكلة ، حيث يحاول الباحثون العثور على مواد غير مكلفة وصديقة للبيئة ومناسبة لمجال استخدامها. في السنوات الأخيرة أصبحت نفايات البناء تحديا ومشكلة بيئية.

تهدف هذه الدراسة إلى دراسة فعالية الإضافة والاستبدال الجزئي للأسمنت بالطوب ، المنشط بسيليكات الصوديوم ومحلول هيدروكسيد الصوديوم ، وتأثير أكسيد الحديد والبننتونيت والأسمنت على الخواص الفيزيائية والميكانيكية ، عندما يتعرض جزء من العينات لدرجة حرارة 55 درجة ، مع فترة علاج 6 أيام

كلمات مفتاحيه : نفايات الطوب الأحمر الأجروري, درجة حرارة المعالجة, ملاط, الخصائص الفيزيائية الميكانيك

Abstract

The study of the properties and application of geopolymer mortar has attracted increasing attention from researchers and the cement industry because of its advantages in terms of durability.

The development of new construction materials has become an issue as researchers try to find materials that are inexpensive, environmentally friendly and suited to their area of use. In recent years, construction waste has become a challenge and an environmental problem.

The aim of this study was to investigate the effectiveness of the partial addition and replacement of cement by bricks, activated with sodium silicates and a sodium hydroxide solution, and the effect of iron oxide and bentonite cement on the physical and mechanical properties, when part of the specimens was subjected to a temperature of 55°, with a curing period of 6 days.

Keywords: bricks waste, curing temperature, mortar, physical-mechanical properties

TABLE DES MATIERES

REMERCIEMENTS.	I
DEDICACES	II
RESUME	III
ملخص	IV
ABSTRACT	V
TABLE DES MATIERES	VI
LISTE DES FIGURES	VIII
LISTE DES TABLEAUX	X
INTRODUCTION GENERALE	1
CHAPITRE 1 : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE	
I.1 Introduction :	5
I.2. Historique :	6
I.3. Définition des géopolymères :	7
I.4. Application des géopolymères:	8
I.5. Différents types de géopolymère :	11
I.6. Les ciments géopolymères:	12
I.7. Béton géopolymère:	13
I.8. Formulation des géopolymères :	14
I.9. Mécanisme de la géopolymérisation :	14
I.10. Facteurs influant sur les propriétés des géopolymères:	16
I.11. Conclusion :	19
I.12. Références Bibliographiques :	20
CHAPITRE II : MATERIAUX ET PROCEDURES EXPERIMENTALES	
II.1. Introduction :	24
II.2. Caractérisation des matériaux utilisés :	25
II.2.1. Ciment :	25
II.2.2.Sable :	25
II.2.3. Déchet de Brique :	29
II.2.4. Oxyde de fer :	32
II.2.4. Eau de gâchage :	32
II.3. Méthode de formulation de mortier :	32
II.3.1. Le malaxage :	33
II.3.2. Moulage des éprouvettes :	34
II.3. 3. Démoulage des éprouvettes :	35
II.4. Méthodes expérimentales :	36
II.4.1. Essais à la compression– Norme NF EN 12390-3	36
II.4.2. Essais à la traction par de flexion– Norme NF EN 12390-6	36
II.4.3. Porosité accessible à l'eau	37
II.4.4. Absorption capillaire	37
II.5. Conclusion	39
CHAPITRE III: RESULTATS EXPERIMENTAUX ET INTERPRETATIONS	
III.1. Introduction :	41
III.2. La masse volumique :	42

III.3. Résistance à la compression :	43
III.4. Résistance a la traction par flexion:	44
III.5. Absorption capillaire :	45
III.6. Porosité accessible a l'eau :	45
III.7. la vitesse ultrasonique :	46
III.8. Conclusion :	47
CONCLUSION GENERALE	49

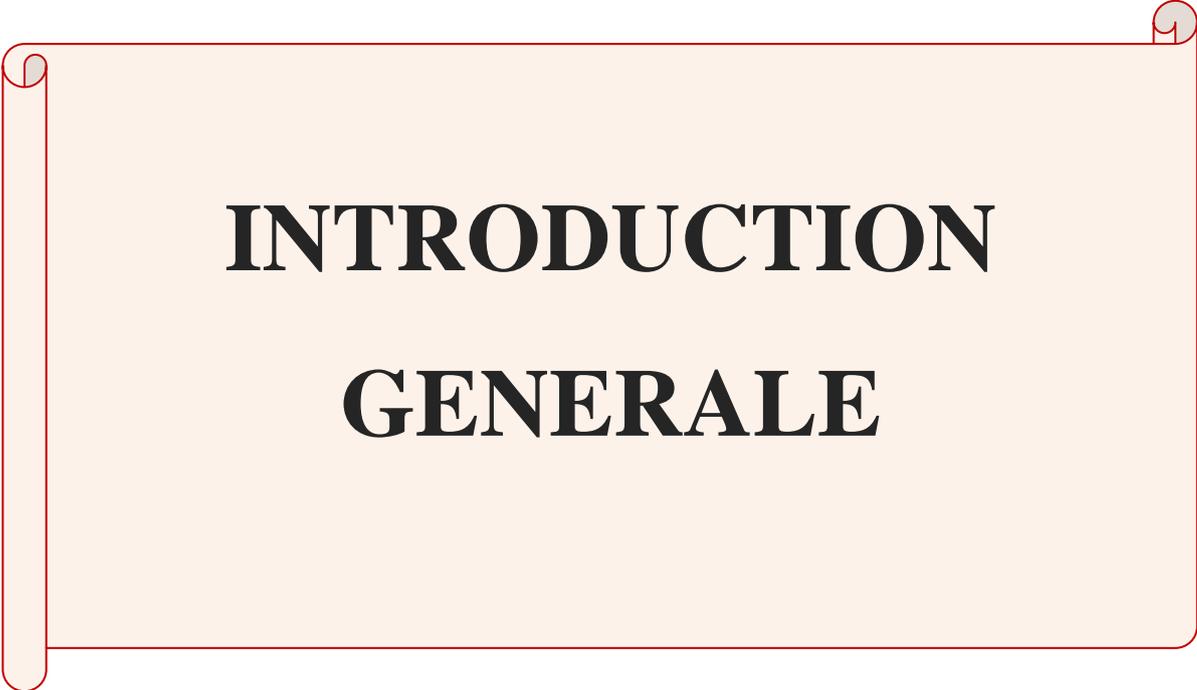
LISTE DES FIGURES

INTRODUCTION GENERALE	
Figure 1. Brique rouge.	1
Figure 2. Ecologie construction.	1
Figure 3. béton écologie fabriqué sans ciment (geopolymere).	2
CHAPITRE I ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE	2
Figure I. 1: Représentation des différents sialates présents dans la structure d'un géopolymères .	6
Figure I. 2 : Formulation de géopolymère .	8
Figure I. 3 : Bâtiments fabriqués avec des liants géopolymères A/ région Lipetsk (Russie 1994) B/Mariupol (Ukraine 1960) .	9
Figure I. 4 : L'institut GCI (The Global Change Institute) à l'université du Queensland, Australie, 2013 .	10
Figure I. 5 : Pavé de géopolymère en Australie .	10
Figure I. 6 : Micrographies SEM de (a-e) sections polies et (f) surface de fracture des échantillons (flèches indiquant les grains de Na–Al–Si).	12
Figure I. 7 : Réaction d'hydratation et de polycondensation du ciment Portland et du géopolymère respectivement [Chimie du ciment Portland vs chimie du ciment géopolymère].	13
Figure I. 8 : (à gauche) Mécanisme réactionnel de la géopolymérisation proposé par Duxson et al. (à droite) Schéma des processus de réaction impliqués dans la géopolymérisation .	15
Figure I. 9 : Évolution de la résistance à la compression d'un géopolymère en fonction de la surface spécifique des CV utilisés [39].	18
CHAPITRE II MATERIAUX ET PROCEDURES EXPERIMENTALES	
Figure II. 1: Sac de ciment CEM I/A 42,5.	24
Figure II. 2 : Sable d'Oued M'Zi Laghouat.	25
Figure II. 3 : Les tamis utilisé à LTPS.	26
Figure II. 4 : La courbe granulométrique de sable	26
Figure II. 5 : L'essai au piston de l'équivalent de sable.	27
Figure II. 6 : Détermination de la masse volumique apparente.	28
Figure II. 7 : Déchet brique utilisée dans cette recherche.	29
Figure II. 8 : La machine de concasseur des briques LTPS.	30
Figure II. 9 : La Machine Micro Duval à LTPS.	30
Figure II. 10 : Tamisage manuellement de la poudre et granulés des briques	31
Figure II. 11 : La poudre finale de brique qui est passée sur le tamis 0.08 mm	31
Figure II. 12 : Oxyde de fer.	31
Figure II. 13 : Malaxeur électrique utilisée dans la fabrication du mortier [Labo Béton –LTPS].	33
Figure II. 14 : l'appareille à choc [Labo Béton –LTPS].	34
Figure II. 15 : Le moules sont prêts et remplis.	34
Figure II. 16 : Démoulage les échantillons.[service de Béton –LTPS].	35
Figure II. 17 : Dispositif de l'essai mécanique de Compression.	35
Figure II. 18 : Dispositif de l'essai mécanique de rupture par flexion.	36
Figure II. 19 : Montage pour la mesure de la porosité accessible à l'eau.	36

Figure II. 20 : Dispositif expérimental de l'essai d'absorption capillaire	37
CHAPITRE III RESULTATS EXPERIMENTAUX ET INTERPETATIONS	
Figure III. 1: Résultat des masses volumiques des variantes étudiées (8mol).	42
Figure III. 2: Résistance à la compression.	43
Figure III. 3 : Résistance à la traction par flexion à 55° (8Mol).	43
Figure III. 4 : Absorption capillaire.	44
Figure III. 5: La porosité accessible à l'eau.	45
Figure III. 6: Vitesse ultrasonique.	45

LISTE DES TABLEAUX

CHAPITRE II : MATERIAUX ET PROCEDURES EXPERIMENTALES	
Tableau II. 1 : Résultats d'analyse granulométrique du sable utilisé.	25
Tableau II. 2 : Résultat de l'essai de l'équivalent du sable utilisé.	26
Tableau II. 3 : Résultat de l'essai de l'équivalent du sable utilisé.	26
Tableau II. 4 : Pourcentage de remplacement de ciment par des briques.	32
CHAPITRE III : RESULTATS EXPERIMENTAUX ET INTERPRETATIONS	
Tableau III. 1: Résultat des masses volumiques.	39
Tableau III. 2 : Résistance à la compression.	40
Tableau III. 3 : Résistance à la traction par flexion.	42



INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

En Algérie, suite à des sinistres naturels comme les séismes et les crues ou par vieillissement et dégradation des bâtiments publics, des ponts et des installations industrielles sont démolis mais jamais recyclés. Les ressources naturelles dans certaines régions sont donc épuisées. Les granulats de brique cuite concassés issus de produits de construction et/ou de démolition présentent un intérêt particulier, car leur valorisation permet de contribuer à la résolution du problème de stockage des déchets, à la réduction de la pollution de l'environnement, à la préservation des ressources naturelles, à la réduction du coût de construction.



Figure 1. Brique rouge.

Face à l'enjeu environnemental qui prend de plus en plus de l'ampleur, aujourd'hui plusieurs Des recherches sont établies par des chercheurs pour trouver des matériaux de construction moins coûteux et respectueux de l'environnement (Ecofriendly).

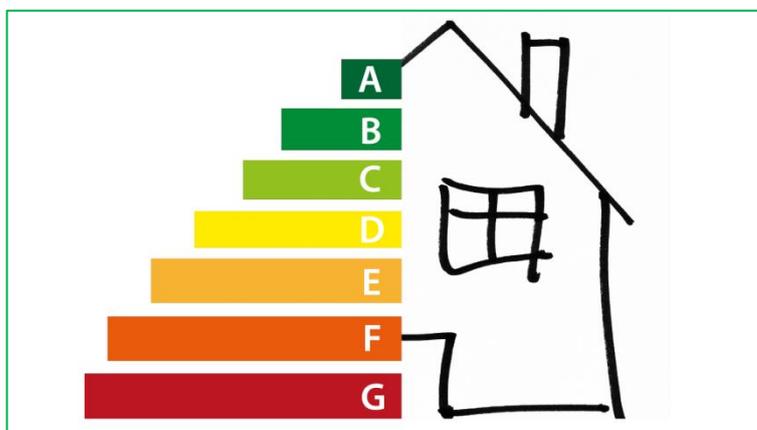


Figure 2. Ecologie construction.

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Le mortier géopolymère est l'un des matériaux durable récent, reconnu par le remplacement de ciment avec des déchets de briques à des pourcentages différents dont les résultats de ses propriétés physiques et mécaniques sont intéressantes et remarquables.

L'évolution des connaissances sur les géopolymères (GP), et plus généralement sur les matériaux activés par les alcalins (AAM), tend à montrer qu'ils pourraient potentiellement offrir une alternative efficace au ciment Portland ordinaire (OPC) dans des applications particulières. Les matériaux activés par les alcalins ont commencé à émerger comme un nouveau matériau pour le génie civil il y a plus de trois décennies, et ces dernières années ont vu une augmentation de la recherche par la communauté scientifique internationale ainsi que par les entreprises industrielles. Cependant, dans les nombreuses constructions actuellement en cours dans le monde, l'utilisation de l'activation du métakaolin seule reste marginale.

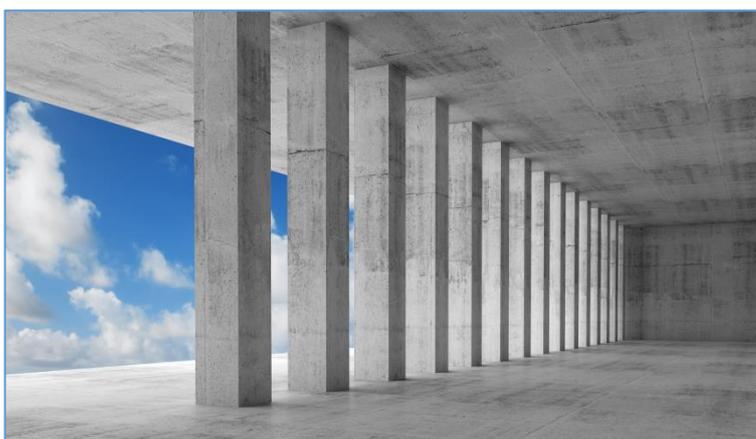


Figure 3. béton écologie fabriqué sans ciment (geopolymere).

Le terme "matériaux activés par les alcalins" s'applique à une classe de matériaux solides synthétisés par la réaction d'une poudre d'aluminosilicate avec une solution alcaline. Le terme "géopolymère", inventé dans les années 1970 par le professeur Joseph Davidovits, scientifique et ingénieur français, représente une sous-partie de cette classe de matériaux, limitée à l'utilisation de poudre d'aluminosilicate à faible teneur en calcium, par exemple les cendres volantes de charbon ou le méta kaolin.

Les principaux objectifs de cette étude d'évaluer la formulation et la durabilité des géopolymères à base de déchet de brique en tant que liant pour les matériaux de génie civil, dans le but de répondre aux :

Le liant géopolymère à base de déchet de brique pourrait-il constituer une alternative efficace au ciment Portland ordinaire ? est-ce que seraient de mêmes caractéristiques ?

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Cette étude vise à étudier l'efficacité du remplacement de la poudre de brique rouge dans le mortier avec les effets de la température de durcissement.

Contexte : ce mémoire divisé en 3 chapitres dont : Introduction générale.

Le premier chapitre Ce chapitre présente une synthèse bibliographique sur les mortiers, et la valorisation des déchets de brique

Le deuxième chapitre : Dans ce chapitre expérimental, nous avons présenté une caractérisation des matériaux utilisés (poudre déchet de brique), et les méthodes d'essais réalisées sur les ciments et mortiers préparés.

Le troisième chapitre : Il affiche les résultats expérimentaux obtenus et les observations faites. Enfin, comme conclusions générales, nous résumons les résultats obtenus dans cette étude. Elle ouvre également de nouvelles perspectives expérimentales pour une meilleure caractérisation du mortier de briques (ciment + déchets de briques).

CHAPITRE I

ETUDE

BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1. Introduction :

Visant à remplacer partiellement ou totalement le ciment Portland traditionnel, de nouveaux liants dits géopolymères à faible impact environnemental et à faible énergétique ont été proposés.

C'est un matériau de construction innovant qui possède des propriétés uniques et des propriétés améliorées. Utilisé dans une variété d'applications industrielles et de construction, il offre d'énormes avantages sans l'utilisation de matériaux traditionnels tels que le ciment Portland.

Le géopolymère est considéré comme un ciment de troisième génération après la chaux et le ciment Portland ordinaire. Le terme " géopolymère " est utilisé de façon générique pour décrire un aluminosilicate alcalin amorphe qui est aussi couramment utilisé pour désigner des « polymères inorganiques », des « ciments activés en milieu alcalin (Alcali-activated cements) », des « géociments », des « céramiques à liaison alcaline », des « hydrocéramiques » etc. Malgré cette variété de nomenclature, ces termes décrivent tous des matériaux synthétisés à partir de la même chimie [1,2].

Selon une autre définition ou formulation, les géopolymères sont des aluminosilicates amorphes. Il provient de la dissolution d'une source de silicate d'aluminium dans une solution alcaline à pression atmosphérique et température ambiante [3]. La formule chimique générale est :



Avec: n le degré de polymérisation, z le rapport molaire Si/Al, et M^+ est le cation monovalent compensateur de charge électrique. Les géopolymères sont formés d'un réseau tridimensionnel de tétraèdres SiO_4 et AlO_4 par des réactions de polycondensation et de géopolymérisation. En effet, le cation alcalin M^+ assure la neutralité en compensant le déficit de charge créé par la substitution d'un cation Si^{+4} par un cation Al^{+3} [4].

En général, les géopolymères sont des matériaux polymères inorganiques formés par la réaction d'une source d'aluminosilicate avec une solution de silicate fortement alcaline suivie d'un durcissement à température ambiante ou à température légèrement élevée.

Dans ce chapitre, nous nous concentrerons sur la compréhension générale du géopolymère, l'histoire du géopolymère, ses types, ses utilisations, etc.

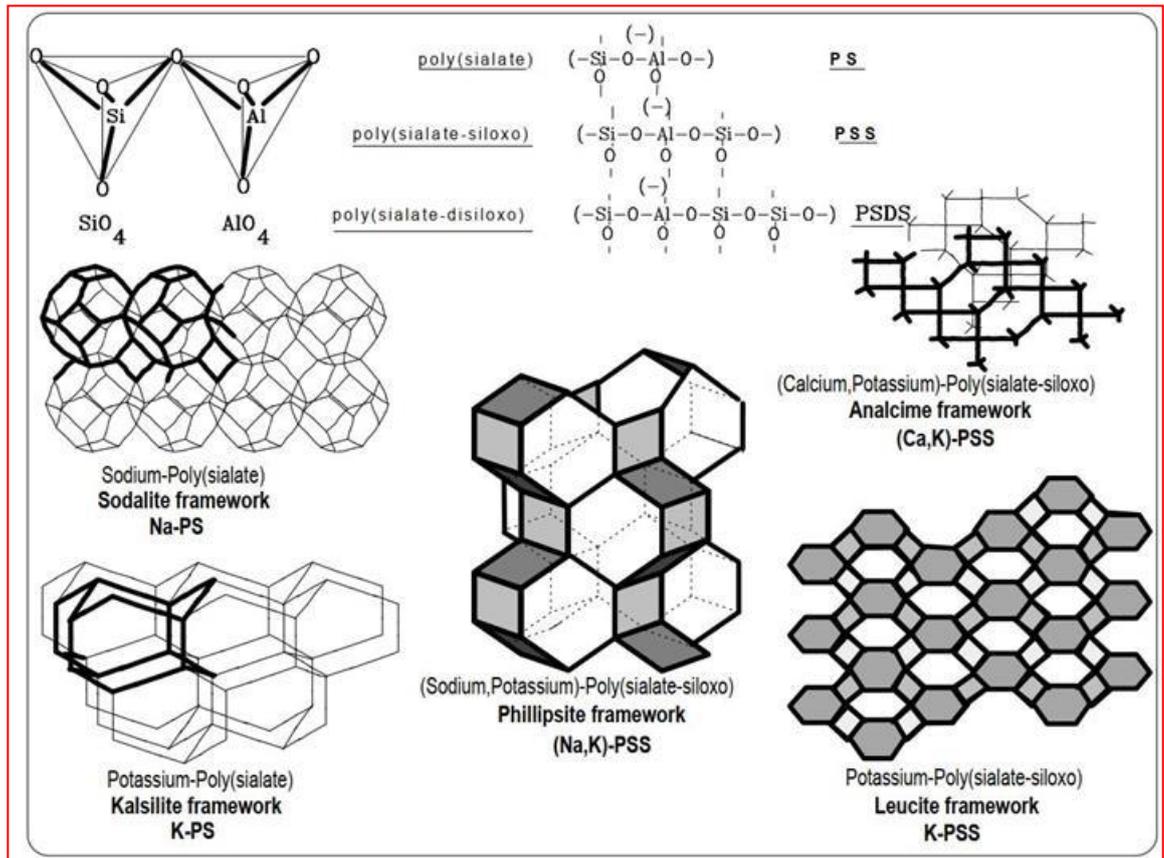


Figure I.1. Représentation des différents sialates présents dans la structure d'un géopolymères [14].

I.2. Historique :

Le terme "géopolymère" a été inventé dans les années 1970 par le scientifique et ingénieur français Joseph Davidovits [5], et appliqué à une classe de matériaux solides synthétisés par la réaction d'une poudre d'aluminosilicate avec une solution alcaline. Selon Provis et Deventer [6] la paternité de la découverte des matériaux alcali-activés revient à Purdon (1940). Dans son étude Purdon a réussi à produire un matériau de construction par l'alcali-activation d'un laitier riche en calcium. Mais selon Shi and al. [7] le crédit de cette découverte revient à Kuhl un chimiste et ingénieur cimentier allemand (1930). Plus récemment, un brevet de Kuhl déposé en 1908 a été reconnu comme la première utilisation des précurseurs d'aluminosilicates activés avec des alcalins afin d'obtenir un matériau alternatif au ciment Portland (OPC) ordinaire [8] Victor Glukhovskiy et par la suite Pavel Krivenko ont développé dans les années 1950 en Ukraine des systèmes alcali-activés, contenant des phases de silicate de calcium hydraté (C-S-H) et d'aluminosilicates, qui ont servi à construire un grand bâtiment en Russie. Glukhovskiy a été le

premier à supposer que, puisque le processus géologique de transformation de certaines roches volcaniques en zéolithes à lieu pendant la formation des roches sédimentaires à basse température et pression, il pourrait être modelé et utilisé en systèmes cimentaires [9].

Les études absolument pionnières de Davidovits [3] signalent que les blocs des pyramides de Gizeh ou de Senefrude l’Egypte antique n’étaient pas taillés mais étaient en fait des pierres ré-agglomérées. D’après cet auteur elles seraient fabriquées à partir du calcaire local contenant 5 à 10% d’argiles kaolinitiques, du natron (carbonate de sodium) et de la chaux. En présence d’eau, l’argile, le natron et la chaux forment une colle dite « géopolymérique ». Les résultats par DRX de Barsoum et al. (2006) [10] signalent la présence des grains de calcaire d’un composé très minoritaire de type $(\text{NaSi}_6\text{Al}_4\text{MgCa}_7)\text{C}_{11}\text{O}_{32}\text{Cl}(\text{OH})_{32}$ mais sans preuve de son caractère liant. Il est plus probable que le liant soit proche d’un silicate de calcium-aluminium hydraté, ce qui ressemblerait à un géopolymère issu d’un silicate et d’un précurseur riche en Ca comme des laitiers des hauts fourneaux.

Le « water glass » ou verre liquide a été défini dans « Manuel of Chemical Technology » de Van Wagner comme tout silicate alcalin soluble [11], d’abord observé par van Helmont en 1640 comme une substance fluide apparaissant lorsqu’on fait fondre du sable (silice) avec un excès d’alcali. Glauber en 1648 produit ce qu’il a appelé de la « silice fluide » à partir de potasse et silice. Egalement von Fuchs en 1825 a obtenu du « verre liquide » (wasserglass) par réaction d’acide silicique avec un alcali et le produit résultant était soluble dans l’eau [11].

Les matériaux du type « water glass » peuvent également être obtenus par attaque à chaud des produits siliceux par des bases concentrées selon cette réaction:



I.3. Définition des géopolymères:

Les géopolymères sont des matériaux de construction avancés formés par la réaction chimique de précurseurs inorganiques tels que le silicate d’aluminium avec des activateurs alcalins. Contrairement aux matériaux de construction traditionnels à base de ciment Portland, les géopolymères ne dépendent pas de températures élevées pour durcir ils durcissent à température ambiante, tout comme le ciment Portland.

Les géopolymères présentent de nombreux avantages par rapport aux matériaux de construction traditionnels. Il présente une excellente résistance à la compression, une faible porosité, une résistance chimique élevée, une bonne résistance au feu et une durabilité accrue. De plus, les

géopolymères ont un impact environnemental moindre car ils nécessitent moins d'énergie pour produire et émettre des gaz à effet de serre.

Ces matériaux peuvent être utilisés dans une variété d'applications telles que la construction de routes, de bâtiments, de ponts, de pipelines et même l'industrie nucléaire. Ils sont également utilisés dans le domaine de la réparation et de la rénovation structurelle, offrant une alternative durable et résiliente aux matériaux de construction traditionnels.

En résumé, les géopolymères sont des matériaux de construction avancés avec de nombreuses propriétés avantageuses par rapport aux matériaux conventionnels. Leur utilisation permet de répondre aux exigences de durabilité, de performance et d'impact environnemental réduit dans le secteur de la construction.

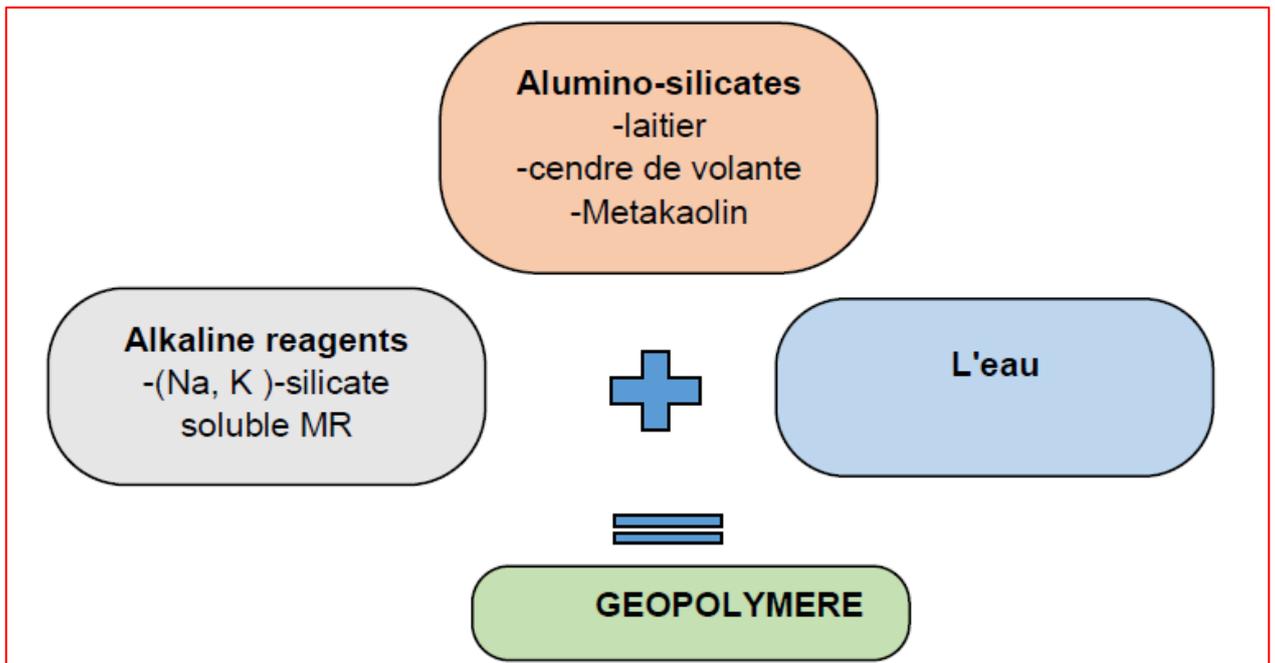


Figure I.2. Formulation de géopolymère [13].

I.4. Application des géopolymères:

Les géopolymères trouvent de nombreuses applications dans divers domaines de l'industrie et de la construction en raison de leurs propriétés uniques. Certaines des utilisations les plus courantes des géopolymères sont énumérés ci-dessous.

- **Architecture et construction** : Les géopolymères peuvent être utilisés pour construire des murs, des sols et des toits. Ils ont une résistance mécanique supérieure, une durabilité plus longue et une résistance au feu améliorée par rapport aux matériaux de construction traditionnels.

CHAPITRE I ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

- **Réparer et renforcer les structures** : Les géopolymères sont utilisés pour réparer et renforcer les structures en béton endommagées ou fragilisées. Il peut être appliqué comme revêtement ou injecté dans les fissures et les joints pour restaurer la résistance et l'intégrité structurelle.
- **Infrastructures routières** : Les géopolymères sont utilisés dans la construction et la réparation des routes, des autoroutes et des trottoirs. Ils sont très résistants à l'usure, à la fatigue et aux influences environnementales, prolongeant la durée de vie des infrastructures routières.
- **Revêtements de sol** : Les géopolymères peuvent être utilisés comme revêtement de sol dans les zones industrielles, les entrepôts, les parkings et les zones de circulation. Comparé aux matériaux de revêtement de sol conventionnels, il présente une résistance chimique élevée, une résistance à l'abrasion et une excellente durabilité.
- **Applications marines** : Les géopolymères sont utilisés dans la construction de structures offshore telles que les jetées, les quais et les plates-formes offshore. La résistance à l'eau salée, à la corrosion et à l'abrasion le rend idéal pour les environnements marins exigeants.

Côté ingénierie, on note le développement de nouveaux ciments géopolymères comme American Cement PYRAMENT, qui est sur le marché aux USA depuis 1988 et qui est ultra-rapide et performant. C'est un produit idéal pour l'entretien et la construction de plates-formes d'atterrissage en béton [14]

De 1986 à 1994, la société russe Tsentrmetallurgremont a fabriqué avec succès de nombreux bâtiments en béton géopolymère à base de laitier (Figure I.3).



Figure I.3. Bâtiments fabriqués avec des liants géopolymères A/ région Lipetsk (Russie 1994) B/Mariupol (Ukraine 1960) [15].

CHAPITRE I ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Par exemple en 2013, la société australienne Wagners a utilisé le béton géopolymère à base de laitier et de cendres volantes comme moyen de réaliser un institut et une innovation GCI (Global Change Institute) à l'Université du Queensland, Australie (Figure I.4),



Figure I.4. L'institut GCI (The Global Change Institute) à l'université du Queensland, Australie, 2013 [16].

La société Zeobond a industrialisé un ciment E-crete à base de sous-produits industriels comme les cendres volantes et les laitiers (Figure I.5).



Figure I.5. Pavé de géopolymère en Australie [17].

I.5. Différents types de géopolymère :

Il existe différents types de géopolymères, chacun composé de précurseurs et d'activateurs spécifiques adaptés à l'application visée. Voici quelques exemples de types de géopolymères :

- **Géopolymère à base de laitier** : Le laitier est le résidu de la fusion des minerais métalliques dans un haut fourneau. Ils peuvent être utilisés comme précurseurs dans la production de géopolymères. Les géopolymères à base de laitier ont une excellente résistance à la chaleur et une résistance mécanique élevée.

◇ Matières premières : métakaolin, laitier de haut fourneau, silicate alcalin.

◇ Structure géopolymère : Si:Al = 2 ; en fait, Si:Al = 1, Ca-poly(disilicate), anorthite + Si:Al = 3, K-poly (sialate-disiloxo), forme orthose et une solution solide de calcium disilicate hydraté (CSH).

- **Géopolymères à base de cendres volantes** : Ces géopolymères utilisent des cendres volantes, un sous-produit de la combustion du charbon dans les centrales électriques, comme précurseur. Actuellement, il existe deux types de ciment de cendres volantes, grade F

◇ **Type 1** : Activation alcaline des géopolymères à base de cendres volantes : Généralement, il doit être durci à chaud à 60-80°C et n'est pas fabriqué séparément mais comme partie intégrante du béton lui-même. NaOH + cendres volantes.

◇ **Structure géopolymère** : particules de cendres volantes noyées dans un gel d'aluminosilicate, Si:Al = 1 à 2, type zéolithe

◇ **Type 2** : Ciment géopolymère à base de laitier/cendres volantes : Le ciment durcit à température ambiante. Solution de silicate (inoffensive et sans cruauté) + laitier de haut fourneau + cendres volantes.

◇ **Structure géopolymère** : Les particules de cendres volantes sont intégrées dans une matrice géopolymère Si:Al = 2, (Ca,K)-poly(sialate-siloxo) [13].

- **Géopolymère à base des roches volcaniques** : Le remplacement d'une certaine quantité de métakaolin par des tufs volcaniques sélectionnés donne des ciments géopolymères avec de meilleures performances et moins d'émissions de CO₂ que les simples ciments géopolymères à base de laitier.

◇ Matières premières : métakaolin MK-750, laitier de haut fourneau, tuf volcanique (calciné ou non), laitier + silicate alcalin (facile à utiliser).

◇ Structure géopolymère : Si:Al = 3 ; en fait, Si:Al = 1, Ca-poly(disialate) (type anorthite) + Si:Al = 3-5, (Na,K)-poly(sialate -multisiloxo) et une solution solide de disilicate de calcium hydraté (CSH).[13].

- **Géopolymères à base de métakaolin** : Le métakaolin est une substance obtenue en cuisant du kaolin à haute température. Il est souvent utilisé comme précurseur dans les formulations de géopolymères. Les géopolymères à base de métakaolin possèdent une excellente résistance mécanique et une faible porosité.

- **Géopolymères à base de silicate de sodium** : Le silicate de sodium, également appelé verre soluble. Il réagit avec les activateurs alcalins pour former des réseaux géopolymères solides et élastiques.

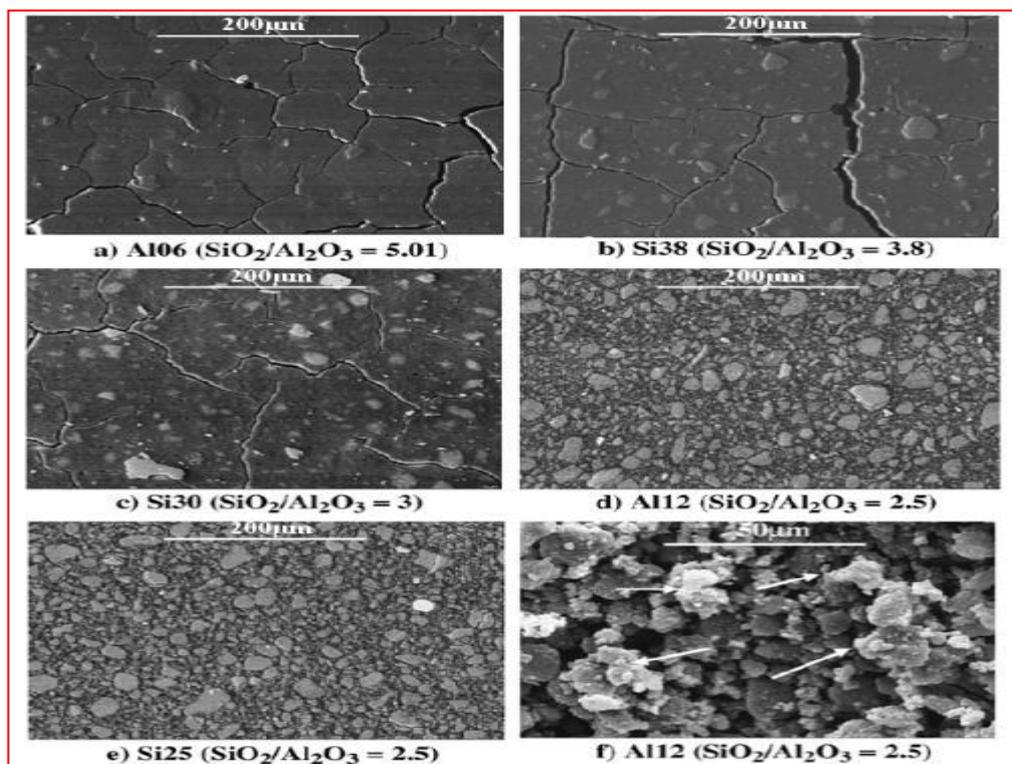


Figure I.6. Micrographies SEM de (a-e) sections polies et (f) surface de fracture des échantillons (flèches indiquant les grains de Na-Al-Si)[11].

I.6. Les ciments géopolymères:

Le durcissement du ciment Portland se produit principalement par hydratation du silicate de calcium C_3S en silicate de calcium hydraté (C-S-H) et en hydroxyde de calcium $Ca(OH)_2$. Pour les géopolymères, la prise et le durcissement se produisent par des réactions de

polycondensation dans lesquelles des chaînes macromoléculaires sont formées à partir de petites molécules de silicate-aluminate.

L'activation est assurée par une solution alcaline qui est souvent à base de silicate de sodium ou de potassium. Lorsque les matières premières aluminosilicates entrent en contact avec la solution alcaline, une matrice amorphe se forme à travers un processus chimique complexe, nommé « géopolymérisation » [18]. Le mécanisme de prise et de durcissement des ciments Portland est différent de celui des géopolymères.

Pour former un gel en tant que principale phase liante, la teneur en calcium disponible des composants réactifs est généralement faible afin de permettre la formation d'une structure de réseau pseudozéolithique plutôt que des chaînes caractéristiques du silicate de calcium hydraté (C-S-H). La différence entre le gel CSH du ciment et le NASH ($\text{Na}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{H}_2\text{O}$) des géopolymères est montrée dans la Figure I.7.

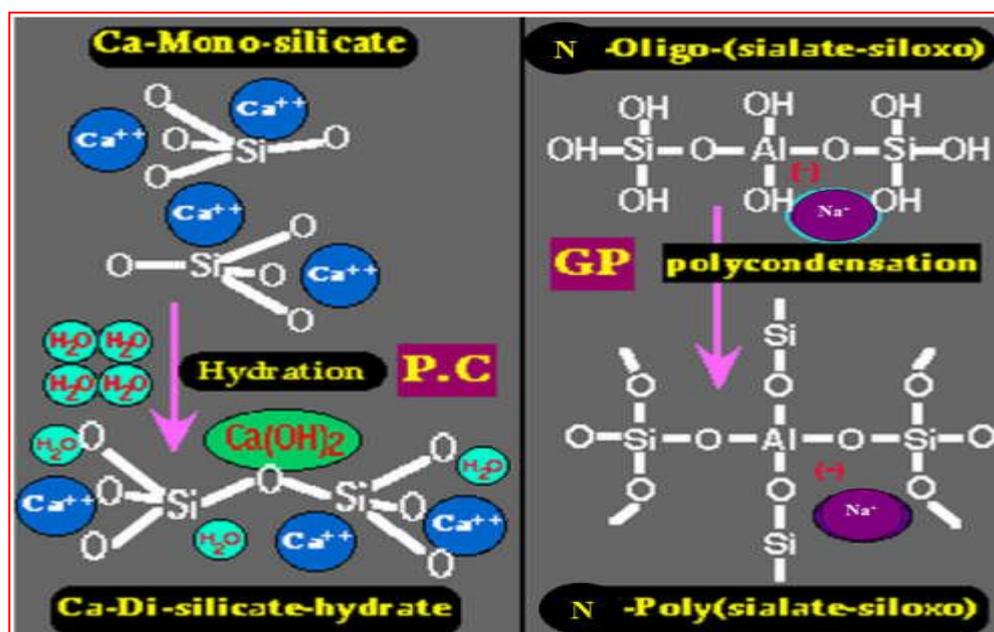


Figure I.7. Réaction d'hydratation et de polycondensation du ciment Portland et du géopolymère respectivement [Chimie du ciment Portland vs chimie du ciment géopolymère][19].

I.7. Béton géopolymère :

D'un point de vue terminologique, un béton géopolymère est un matériau composite résultant de l'addition du ciment géopolymère à des granulats et de l'eau. Autrement dit, la principale différence entre un béton Portland et un béton géopolymère est le type du liant. D'après les formulations des bétons géopolymères publiées dans la littérature, nous constatons que le sable

est toujours utilisé comme granulats fins et la taille maximale des granulats employés est entre 10 et 20 mm [20,21]. En plus de leurs avantages environnementaux et économiques, les bétons géopolymères possèdent de bonnes propriétés mécaniques et physico-chimiques.

Les SiO_2 et les Al_2O_3 rentrés dans la matière première aluminosilicate réagissent avec le liquide alcalin pour former de la pâte géopolymère qui englobe les gravillons, le sable et les autres particules qui n'ont pas réagi pour former le béton géopolymère. A l'instar des bétons Portland, les granulats occupent entre 75 et 80% de la masse du béton géopolymère [19].

I.8. Formulation des géopolymères :

La mise en œuvre des compositions géopolymère est un facteur clé dans l'obtention d'un bon adhésif ayant des bonnes propriétés mécaniques, rhéologiques et physiques. Il existe de nombreuses méthodes de formulation proposées selon différents paramètres. Cependant, une méthode de recette générale n'est pas encore fixée en raison de la grande variété de matériaux de base utilisés dans la formulation. La méthode la plus répandue dans la littérature est basée sur différents rapports molaires, comme les rapports $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, $\text{M}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ et $\text{H}_2\text{O}/\text{m}_2\text{O}$ ($m=\text{Na}$ ou K). (Wei et al.,)[22]. ont étudié l'effet de ces trois derniers rapports molaires sur la résistance à la compression de ciment géopolymère à base de métakaolin par une approche réseau Neurones et résultats expérimentaux de travaux antérieurs. Les résultats de ce travail sont permis de savoir les rapports molaires optimaux pour avoir une bonne formulation de géopolymères qui donne une bonne résistance à la compression. Ces rapports massiques de divers composants, tels que le rapport activateur alcalin/cendres volantes, Rapport $\text{m}_2\text{OSiO}_3/\text{mOH}$ et rapport SS/SH (solution SS / solution NaOH).

I.9. Mécanisme de la géopolymérisation :

Dans les années 1950, Glukhovsky a proposé un mécanisme général d'activation alcaline de matériaux composés principalement de silice et d'alumine réactive. Le modèle de Glukhovsky divise le processus en trois phases :

A) destruction-coagulation ; **B)** coagulation- condensation ; **C)** condensation-cristallisation [23,24].

Dans l'article de Duxson et al. 2006 [24], Les auteurs ont tenté de décrire les différentes étapes de la géopolymérisation. Aujourd'hui encore, il existe des idées fausses sur les différentes étapes de la géopolymérisation. La Figure I.8 montre les principaux processus impliqués dans la conversion de sources d'aluminosilicate solides en aluminosilicates alcalins synthétiques. Bien

CHAPITRE I ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

que les auteurs représentent linéairement les mécanismes pour les rendre aussi simples que possible, ces processus sont largement couplés et se produisent simultanément.

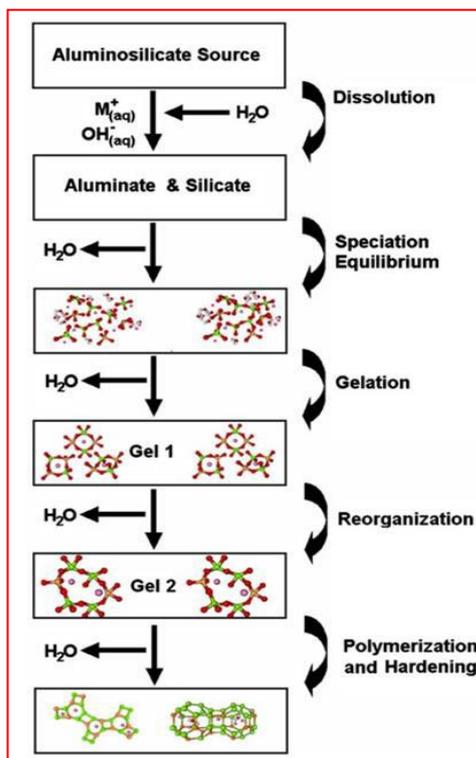


Figure I.8. Mécanisme réactionnel de la géopolymérisation proposé par Duxson et al. [24]

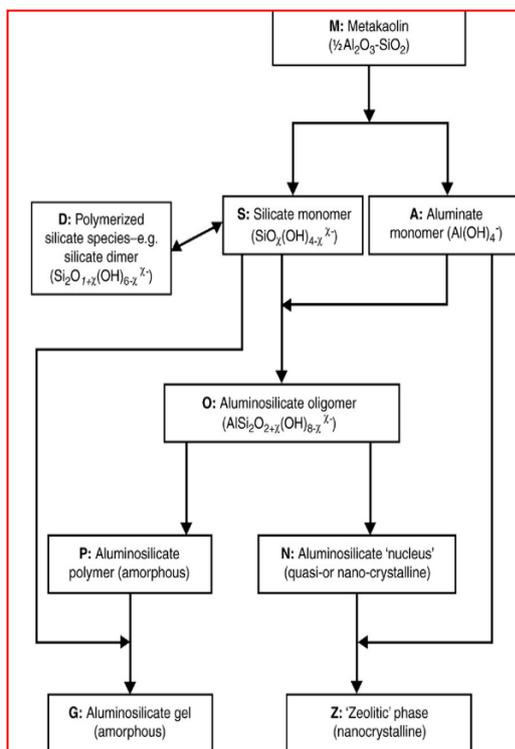


Figure I.9. Schéma des processus de réaction impliqués dans la géopolymérisation [25].

La dissolution de la source solide d'aluminosilicate par hydrolyse alcaline (noter la consommation d'eau observée) produit des espèces d'aluminate et de silicate (vraisemblablement sous forme monomérique). Une fois en solution, les espèces libérées par dissolution sont incorporées dans la phase aqueuse silicatée présente dans la solution activée. Cela produit un mélange complexe d'espèces de silicate, d'aluminate et d'aluminosilicate. La dissolution des aluminosilicates amorphes est généralement très rapide dans les milieux à pH élevé, entraînant la formation.

Par phénomène de Condensation (gélification), lorsque le système arrive à une concentration adéquate, il en résulte la formation d'un gel, du fait que les oligomères de la phase aqueuse forment de grands réseaux. L'eau a été consommée lors de l'étape de dissolution et restituée dans la solution. Le gel formé lors de l'étape de condensation a une structure qui est communément appelée bi-phasique, il est formé de liant aluminosilicaté et d'eau. Le temps de formation des gels dépend grandement du type d'aluminosilicates (matières premières) et le type d'activateurs chimiques utilisés [26].

Après la gélification, le système continue de se réarranger et de se réorganiser à mesure que la connectivité du réseau de gel augmente, donnant naissance à un "réseau d'aluminosilicate tridimensionnel" communément attribué aux géopolymères. [27].

I.10. Facteurs influant sur les propriétés des géopolymères:

Plusieurs facteurs ont été identifiés comme des paramètres clés qui influencent les propriétés des matériaux géopolymères.

A- Nature et concentration des solutions alcalines :

Les alcalis, les solutions de silicates de sodium ou de potassium ou encore un mélange de ses solutions pour la production de liants géopolymères à base du metakaolin ont fait l'objet d'études [28,29]. Le liquide alcalin (solutions de silicates sodium ou de potassium) contenant les silicates solubles accroît la vitesse de la réaction, comparé aux solutions alcalines qui contiennent seulement de l'hydroxyde de sodium ou de potassium. Cependant, lorsqu'on augmente la température du milieu de synthèse et la concentration des alcalis (NaOH, KOH), les propriétés mécaniques des géopolymères croissent exponentiellement. Popel, [28] et Wang et al. [29] ont étudié les propriétés des géopolymères en utilisant la solution de NaOH comme activatrice. Ils ont rapporté que les propriétés des géopolymères dépendent de la concentration

de la solution de NaOH. Les résistances à la compression, les résistances à la flexion et la densité apparente des géopolymères augmentent avec la molarité de la solution de NaOH de 4 à 14 M. Ces résultats sont attribués à l'augmentation du degré de géopolymérisation dans le milieu réactionnel.

B- Température :

La température est un accélérateur de réaction dans la géopolymérisation. Il a été montré qu'une température de traitement élevée et un temps de gâchage long donnent un matériau géopolymère avec une résistance à la compression élevée. La teneur en eau et la condition de calcination de l'argile kaolinique affectent aussi les propriétés des géopolymères [30].

Rovnanik. 2010 [31] a étudié l'effet de la température sur les propriétés des géopolymères à base de la métakaolinite. Il ressort de ses travaux que l'augmentation de la température de synthèse des géopolymères améliore leurs propriétés mécaniques et augmente la taille et le volume total des pores.

La teneur en eau et les conditions de calcination de l'argile kaolinitique affectent les propriétés des géopolymères. Cependant, un traitement à une température trop élevée fait apparaître des craquelures et a un effet négatif sur les propriétés chimiques et mécaniques du matériau [32].

Une étude similaire réalisée par Muniz-Villareal et al. (2011) [33] a montré qu'il existe une température optimale de traitement (60 °C) à laquelle les géopolymères présentent de meilleurs propriétés mécaniques et physiques.

C- Effet des rapports Si/Al et SiO₂/Al₂O₃ :

Duxson et al. (2007) ont étudié l'effet des rapports Si/Al compris entre 1,15 et 2,15 sur les propriétés mécaniques et la microstructure des géopolymères à base de la métakaolinite. Il obtient une meilleure résistance à la compression pour le rapport Si/Al égale à 1,90; les analyses microstructurales montrent que les matériaux présentent une porosité importante et sont peu structurés pour Si/Al $\leq 1,40$, tandis que pour Si/Al $\geq 1,65$ les matériaux ont des pores de l'ordre du micron et sont plus homogènes. [34]

De Silva et al. (2007) ont étudié le rôle de la silice et de l'alumine dans la cinétique de la géopolymérisation. Ils ont remarqué que le temps de prise augmente avec le ratio SiO₂/Al₂O₃ [35].

D- Effet des Rapports massique Solide/Liquide du mélange :

La résistance à la compression du géopolymère décroît lorsque le rapport massique Solide/Liquide (S/L) du mélange augmente. Ce rapport est analogue au rapport Eau/Ciment lors de la confection des pâtes, mortiers et bétons à partir de ciments Portland. Les travaux de Yao et al. [36] ont montré que lorsque le rapport S/L est grand, la viscosité de la pâte est faible et lorsque ce rapport est faible, la viscosité de la pâte est élevée et par conséquent, le degré de la réaction de polycondensation augmente. D'autre part, Zuhua et al. [37] ont montré que la vitesse de dissolution du matériau aluminosilicaté est améliorée lorsque le rapport massique S/L est faible. Kong et al. [38] ont montré que la résistance à la compression des géopolymères à base du metakaolin est optimale lorsque le rapport massique S/L est égal à 0,8 car ce rapport donne une bonne maniabilité de la pâte. La maniabilité de la pâte devient faible lorsque ce rapport est dépassé 0,8 ce qui abaisse les propriétés mécaniques du géopolymère.

E- Influence de la finesse des coproduits industriels sur la géopolymérisation :

Afin d'optimiser les performances des géopolymères et aussi d'améliorer le comportement rhéologique des géopolymères, certains chercheurs ont travaillé à modifier les propriétés des matières premières avant mélange avec des activateurs chimiques.

Madai and al. [39], ont utilisé une cendre volante de classe F (ratio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 2,26$), qui a été séchée et broyée avec un broyeur à billes à différentes durées (10, 20,30 et 60 min), la préparation des géopolymères a été faite avec l'ajout de l'hydroxyde de soude en respectant le rapport $L/S = \frac{1}{2}$. Un traitement thermique a été appliqué sur les échantillons âgés de 20 heures à une température de 150°C pendant 4h. Les essais de compression ont été effectués après 7 jours de cure. Les résultats peuvent être vus sur la Figure I.9. Les géopolymères à base de CV non broyée ont montré une résistance qui est faible (0,4 MPa), et ont observé que le broyage et la durée ont un effet significatif sur les performances mécaniques des géopolymères. Un optimum a été obtenu pour une durée de 30 min (RC = 10.56 MPa) et pour une finesse (Blaine 2500 $\text{cm}^2.\text{g}^{-1}$ / BET= 7,649 m^2/g).

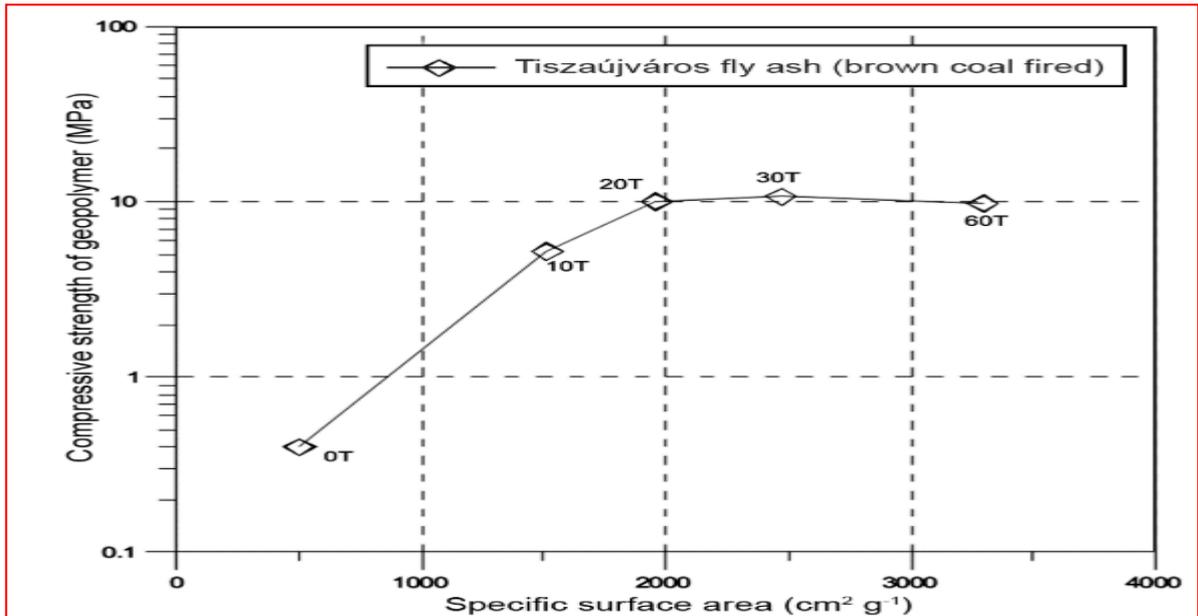


Figure I.10. Évolution de la résistance à la compression d'un géopolymère en fonction de la surface spécifique des CV utilisés [39].

I.11. Conclusion :

Ce chapitre est consacré à l'étude des liants géopolymères et des matières premières impliquées dans leur synthèse, à savoir les matériaux aluminosilicates et les solutions alcalines.

Les matériaux aluminosilicates les plus couramment utilisés comprennent le laitier granulé de haut fourneau, le laitier volcanique, les cendres volantes et le métakaolin. La solution alcaline la plus couramment utilisée pour la synthèse des liants géopolymères est un mélange de solutions aqueuses d'hydroxyde de sodium ou de potassium et de silicate de sodium ou de potassium. Le type de solution alcaline joue un rôle très important dans la synthèse des géopolymères. La température de la solution alcaline, le type, la concentration, le rapport molaire $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$, $\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O}$, $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$, le rapport massique solide-liquide sont des facteurs qui influencent les propriétés du géopolymère liant. En effet, la température accélère la réaction de géopolymérisation. Cela affecte grandement la résistance mécanique, le temps de mélange et le type de liquide alcalin. Les liquides alcalins accélèrent la réaction. La composition molaire des oxydes contenus dans le matériau aluminosilicate joue un rôle très important. La résistance à la compression diminue à mesure que le rapport massique solide/liquide augmente.

Dans l'ensemble, les géopolymères sont une alternative prometteuse aux matériaux de construction traditionnels, offrant des performances supérieures dans certains cas, tout en contribuant à réduire l'impact environnemental de l'industrie du génie civil.

I.12. Références Bibliographiques :

- [1] B. Singh, G. Ishwarya, M. Gupta, S.K. Bhattacharyya, Geopolymer concrete: A review of some recent developments, *Constr. Build. Mater.* 85 (2015) 78–90. doi:10.1016/j.conbuildmat.2015.03.036.
- [2] J.L. Provis, Alkali-activated materials, *Cem. Concr.Res.* 114 (2018) 40–48. doi:10.1016/j.cemconres.2017.02.009.
- [3] Davidovits, J., *Geopolymer Chemistry and Applications*. 2008: Geopolymer Institute.
- [4] FardjaouiNor-El-Houda , « Synthèse des aluminosilicates de type géopolymères et zéolite LTA à partir des kaolins. Application à l’adsorption des métaux lourds (Cu(I), Cr(VI)) et des colorants textiles (jaune bezanyl, vert nylomine)», thèse doctorat, université 8 Mai 1945 - Guelma, 2018.
- [5] J. Davidovits, Geopolymers. *Inorganic polymerie new materials*, *J. Therm. Anal.* 37 (1991) 1633–1656. doi:10.1007/BF01912193.
- [6] J. Davidovits, Geopolymers and geopolymericmaterials, *J. Therm. Anal.* 53 (1989) 429–441. doi:10.1017/CBO9781107415324.004.
- [7] J.L. Provis, J.S.J. van Deventer, eds., *Geopolymers. Structure, processing, properties and industrial applications*, CRC Press, 2009.
- [8] C. Shi, A. Fernández-Jiménez, Á. Palomo, A. Fernández Jiménez, A. Palomo, New cements for the 21st century: The pursuit of an alternative to Portland cement, *Cem. Concr. Res.* 41 (2011) 750–763. doi:10.1016/j.cemconres.2011.03.016.
- [9] J.L. Provis, J.S.J. van Deventer, eds., *Alkali Activated Materials*, RILEM State-of-the-Art Reports. 13 (2014) 388. doi:10.1007/978-94-007-7672-2.
- [10] K. Komnitsas, D. Zaharaki, Geopolymerisation: A review and prospects for the minerals industry, *Miner. Eng.* 20 (2007) 1261–1277. doi:10.1016/j.mineng.2007.07.011.
- [11] Barsoum, M.W., A. Ganguly, and G. Hug, Microstructural Evidence of Reconstituted Limestone Blocks in the Great Pyramids of Egypt. *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 89(12) 2006. p. 3788-3796.
- [12] Wagner, J.R., et al., *Manual of Chemical Technology*. 1895: D. Appleton &Company.
- [13] Maza Imene et Deghachekheireddine. « Etude des propriétés physiques et mécaniques des géopolymères contenant différentes fibres », mémoire de master, Université de Mohamed El-Bachir El-Ibrahimi - Bordj Bou Arreridj ,2021/2022.
- [14] El Alouani, M., Saufi, H., Moutaoukil, G., Alehyen, S., Nematollahi, B., Belmaghraoui, W., &Taibi, M. h. (2021). Application of geopolymers for treatment of water contaminated with

CHAPITRE I ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

- organic and inorganic pollutants: State-of-the-art review. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 9(2), 105095.
- [15] Aurélie, F. Mécanisme de prise et rhéologie de liants géopolymères modèles. Université Paris-Est, 2013.
- [16] Boumediene, M. (2022). ÉTUDE DES PROPRIÉTÉS DES MATÉRIAUX GÉOPOLYMÈRES ÉTUVÉS].
- [17] <http://www.zeobond.com/>
- [18] A. Gharzouniet Al., “Monitoring the Structural Evolution During Geopolymer Formation By ^{27}Al NMR,” *Dev. Strateg. Ceram.Mater.Ceram.Eng. Sci. Proceedings*, Vol. 36, No. 8, P. 37, 2015.
- [19] Mehsas Boumediene, « Étude Des propriétés des matériaux géopolymères étuvés », thèse doctorat, université Mohamed Boudiaf - M’sila, 2021/2022.
- [20] A. Islam, U. J. Alengaram, M. Z. Jumaat, N. B. Ghazali, And S. Yusof f, “Influence of Steel Fibers On The Mechanical Properties And Impact Resistance Of Lightweight Geopolymer Concrete,” *Constr. Build. Mater.*, Vol. 152, Pp. 964–977, 2017
- [21] A. Mehta And R. Siddique, “Properties of Low-Calcium Fly Ash Based Geopolymer Concrete Incorporating OPC As Partial Replacement of Fly Ash,” *Constr. Build. Mater.*, Vol. 150, Pp. 792– 807, 2017.
- [22] Wei, B., Zhang, Y., & Bao, S. (2017). Preparation of geopolymers from vanadium tailings by mechanical activation. *Construction and Building Materials*, 145, 236-242.
- [23] C. Shi, A. Fernández-Jiménez, Á. Palomo, A. Fernández Jiménez, A. Palomo, New cements for the 21st century: The pursuit of an alternative to Portland cement, *Cem. Concr. Res.* 41 (2011) 750–763. doi:10.1016/j.cemconres.2011.03.016.
- [24] P. Duxson, A. Fernández-Jiménez, J.L. Provis, G.C. Lukey, A. Palomo, J.S.J. van Deventer, Geopolymer technology: the current state of the art, *J. Mater. Sci.* 42 (2006) 2917–2933. doi:10.1007/s10853-006-0637-z.
- [25] J.L. Provis, P. Duxson, J.S.J. Van Deventer, G.C. Lukey, The Role of Mathematical Modelling and Gel Chemistry in Advancing Geopolymer Technology, *Chem. Eng. Res. Des.* 83 (2005) 853–860. doi:10.1205/CHERD.04329.
- [26] F. Pacheco-Torgal, J. Castro-Gomes, S. Jalali, Alkali-activated binders: A review. Part 1. Historical background, terminology, reaction mechanisms and hydration products, *Constr. Build. Mater.* 22 (2008) 1305–1314. doi:10.1016/j.conbuildmat.2007.10.015.

- [27] OthmaneBouchenafa. Mécanosynthèse et matériaux de construction: optimisation et application pour la clinkérisation et la géopolymérisation. Matériaux.Université Paris Est, 2019.Français.
- [28] Popel G.N., Synthesis of a mineral-like stone on alkaline aluminosilicate binders to produce the materials with the increased corrosion resistance. In: Krivenko, editor. 2nd International conference on alkaline cements and concretes, Kiev, Ukraine; (1999) 208–219.
- [29] 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.
- [30] Mo, B.-h., et al., Effect of curing temperature on geopolymerization of metakaolin-based geopolymers. *Applied Clay Science*, Vol. 99. 2014. p. 144-148.
- [31] Rovnaník, P., Effect of curing temperature on the development of hard structure of metakaolin-based geopolymer. *Construction and Building Materials*, Vol. 24(7) 2010. p. 1176-1183.
- [32] Sindhunata A., Conceptual model of geopolymerisation. Bachelor of engineering (Hong), University of Melbourne, Department of chemical and biomolecular engineering.PhD thesis (2006) 262.
- [33] Muñoz-Villarreal, M.S., et al., The effect of temperature on the geopolymerization process of a metakaolin-based geopolymer. *Materials Letters*, Vol. 65(6) 2011. p. 995-998.
- [34] Duxson, P., et al., The effect of alkali and Si/Al ratio on the development of mechanical properties of metakaolin-based geopolymers. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, Vol. 292 2007.p. 8-20.
- [35] De Silva P., et al., Kinetic of géopolymérisation: role of Al₂O₃ and SiO₂. *Cement and Concrete Research*, Vol. 37 2007 .p. 512- 518.
- [36] Yao X., Zhang Z., Zhu H., Chen Y., Geopolymerization process of alkali-metakaolinite characterized by isothermal calorimetry. *ThermochemicaActa* 493 (2009) 49–54.
- [37] Zuhua Z., Xiao Y., Huajun Z., Yue C., Role of water in the synthesis of calcined kaolin-based geopolymer. *Applied Clay Science* 43 (2009) 218–223.
- [38] Kong D.L.Y., Sanjayan J.G., Sagoe-Crentsil K., Comparative performance of geopolymers made with metakaolin and fly-ash after exposure to elevated temperatures. *Cement and Concrete Research* 37 (2007) 1583–1589.
- [39] F. Madai, F. Kristály, G. Mucsi, G.M. F. Mádai, F. Kristály, Microstructure, mineralogy and physical properties of ground fly ash based geopolymers, *Ceram. - Silikaty*. 59 (2015) 70–79.

CHAPITRE II

MATERIAUX ET PROCEDURES

EXPERIMENTALES

CHAPITRE II MATERIAUX ET PROCEDURES EXPERIMENTALES

II.1. Introduction :

Les matériaux cimentaires sont les matériaux les plus utilisés au monde, ce sont essentiellement eux qui façonnent notre environnement. Voies de circulation, ouvrages d'art et d'assainissement, bâtiments de toute nature, édifices historiques, rien n'échappe à leur omniprésence.

Dans ce chapitre on à présenter les matériaux de construction utilisés pour la confection des Mortier géopolymère avec leurs caractéristiques et les essais sont normalisés et réalisés au LTPS de Wilaya de Ghardaia.

II.2. Caractérisation des matériaux utilisés :

II.2.1. Ciment :

Nous avons choisi dans cette thèse le ciment spécialement utilisé ciment portland CPA CEM I/42,5, dans la réalisation des structures en béton armé, cette ciment provenant de la cimenterie de LAFARJ qu'il répond à la norme Algérienne NA 442 (NA 442, 2013) et à la norme européenne EN 197-1 avec un taux en $C_3A < 3\%$ (cf. fiche technique Annexe A).



Figure II.1. Sac de ciment CEM I/A 42,5.

II.2.2. Sable :

Le sable utilisé pour notre recherche Sable d'oued : est un sable roulé ramené d'oued M'ZI (Laghouat).



Figure II.2. Sable d'Oued M'Zi Laghouat.

a) Analyse granulométrique de sable:

L'essai consiste à classer les différents grains constituant l'échantillon en utilisant une série de tamis, emboités les uns sur les autres, dont les dimensions des ouvertures sont décroissantes du haut vers le bas. Le matériau étudié est placé en partie supérieure des tamis et le classement des grains obtient par vibration de la colonne de tamis 1 voir la Figure II.3.



Figure II.3. Les tamis utilisés à LTPS.

Tableau II.1. Résultats d'analyse granulométrique du sable utilisé.

Les tamis	Refus partiel (g)	Refus cumulé (g)	Pourcentage Refus %	Pourcentage Passant %
2.5	4	0	0	100
1.25	20	20	2.86	97.14
1	8	28	4	96
0.500	105	133	19	81
0.250	171	304	43.42	56.58
0.125	131	435	62.14	37.86
0.080	23	458	65.42	34.58

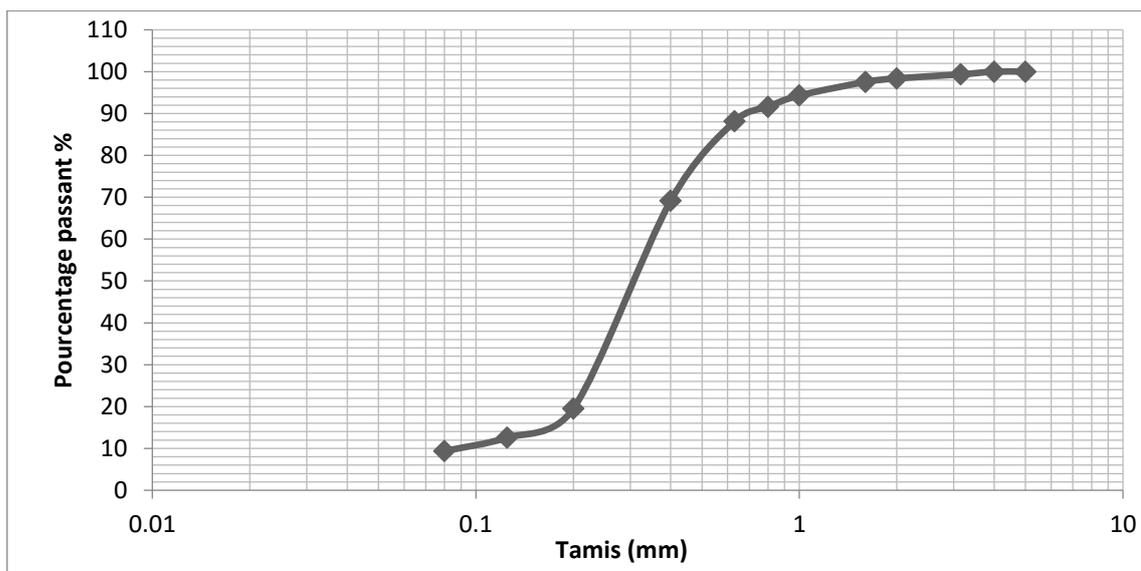


Figure II.4 : La courbe granulométrique de sable.

Source : auteur d'étudiante.

b) Equivalent de sable:

Dans cet essai la première chose il faut vérifier deux conditions. Diamètre des grains de sable est inférieur à 5mm par tamisage et la mase sèche de l'échantillon soit de 120g. Il y a deux méthode dans cet essai, l'une est visuelle, l'autre par piston. Le but dans cet essai est séparé les particules plus grossier, et a pour déterminer la proportion relative de poussières fin ou d'élément argileux nuisibles, il est réalise sur des sables destinés à la confection de béton. Une procédure normalisée permet de déterminer un coefficient d'équivalent de sable qui quantifie la propreté de celui.

$$ES = \frac{h_1}{h_2} \times 100$$

Où :

Hauteur h1 : sable propre + éléments fins.

Hauteur h2 : sable propre seulement.

Selon que la hauteur h2 mesurée visuellement ou à l'aide du piston en déterminer :

ESV (équivalent de sable visuel), et ESP (équivalent de sable par piston).

Tableau II.2. Résultat de l'essai de l'équivalent du sable utilisé.

Paramètre	unité	Equivalent de sable visuel	Equivalent de sable par piston
H1	cm	11	10.9

CHAPITRE II MATERIAUX ET PROCEDURES EXPERIMENTALES

H2	cm	8.8	8.9
ES	%	80	81.65
ES moyenne	%	80.83	



Figure II.5. L'essai au piston de l'équivalent de sable.

c) Masse volumiques apparentes:

Déterminer les masses volumiques apparentes du matériau, c'est-à-dire sa densité à l'état naturel (en présence des pores).

Tableau II.3. Résultat de l'essai de l'équivalent du sable utilisé.

N° d'essai	M (g)	ρ_{app} (g/cm ³)	ρ_{app} (g/cm ³)
Essai 1	3120.5	1.560	1.546
Essai 2	3066.9	1.533	
Essai 3	3084.6	1.542	
Essai 4	3096.4	1.548	

M : la masse de l'échantillon sans poids du récipient.

La masse volumique apparente du sable est déterminée par la formule :

$$\rho_{app} = \frac{M}{V} \text{ (g/cm}^3\text{)}$$

Où :

ρ_{app} : la masse volumique apparente.

V : volume de récipient est connu 2000 cm³.



Figure II.6. Détermination de la masse volumique apparente.

d) Masse volumiques absolue:

Poids de sable sec $\rightarrow P_1=525.3$ g

Poids du récipient plein d'eau $\rightarrow P_2=2184.4$ g

$\rightarrow P_3=P_1+P_2=2709.7$ g

Poids du récipient + sable + eau $\rightarrow P_4=2513.6$ g

Volume des sable $\rightarrow V=P_3+P_4=196.1$

Masse volumique absolue :

$$\rho_{app} = \frac{M}{V} \text{ g/cm}^3 = 2.68 \text{ g/cm}^3.$$

II.2.3. Déchet de Brique :

La poudre de brique est obtenue par la fragmentation des déchets de briques avec le concasseur de laboratoire en suite a été tamisée avec un tamis de 1 mm et séchée au four pendant 24 h à 110 °C pour éliminer toute humidité. Après séchage, le déchet de brique a été broyé à sec dans une machine de Micro Deval pendant 2 heures pour obtenir une poudre fine. Un total de 12000 tours a été effectué. Les billes de broyage en acier inoxydable utilisées avaient un diamètre de 10 mm. Le rapport massique bille sur poudre (B/P=10) (5000 g de bille sur 500 g de brique), la vitesse de rotation et la durée du processus de broyage ont été fixe.

Le déchet de brique rouge, le broyage de brique faite au niveau du laboratoire LTPS de Ghardaïa par le broyeur. La Figure représente la brique utilisée dans cette étude. Voir la Figure II.6.



Figure II.7. Déchet brique utilisée dans cette recherche.

Nous collectons les déchets de brique impropres et cassées dans les chantiers. Après le processus de collecte, j'ai utilisé la machine de concassage voir la Figure II.7 et mettre les chut de brique dans la machine et j'ai obtenue petite granules des brique.



Figure II.8. La machine de concasseur des briques LTPS.

Et le dernier processus a lieu dans une machine micro-duval et mis 500 kilogrammes des brique avec 5 kilogrammes de granulées d, puis il tourne 12000 tours à la fin en a obtenue de la poudre et des granulées très fins.



Figure II.9.a. Granulés de brique dans le Moule de la machine de Micro Duval avec granulés de fer.



Figure II.9.b. La Machine Micro Duval à LTPS.

J'ai effectuée ce processus manuellement jusqu'à ce que j'ai obtenue une poudre qui passée sur l'ouverture d'un tamis 0.8mm voir la Figure II.10



Figure II.10. Tamisage manuellement de la poudre et granulés des briques.



Figure II.11. La poudre finale de brique qui est passée sur le tamis 0.08 mm.

II.2.4. Oxyde de fer :

Oxyde de fer de la poudre de pigment Oxyde de fer pour le béton brique marron, (Fig II.12)



Figure II.12. Oxyde de fer.

II.2.4. Eau de gâchage :

L'eau utilisée pour la confection du mortier est celle du Eau distillée sans passer par l'analyse chimique de cette eau.

II.3. Méthode de formulation de mortier :

Pour la préparation des mortiers on a à chaque fois répété le protocole suivant : La première chose nous mettons à l'intérieur de les moules une légère couche de l'huile pour facilité le démoulage, cette étape très important peut diminuais sa résistance la compression quand en a utilisé trop prononcé d'huile Préparer tout le matériel et matériau nécessaire pour la confection des mortiers. Préparer les pesées des matériaux à utilisés(sable , déchet de brique , ciment , eau

CHAPITRE II MATERIAUX ET PROCEDURES EXPERIMENTALES

, bentonite , oxyde de fer , silicate , NaOH). L'eau : 50ml, Sable : 1050g , NaOH :74 g , silicate : 185g.

II.3.1. Le malaxage :

Le malaxage c'est une étape très important dans la fabrication des mortiers, il faut bien respecter son mode et son temps le mélange (Sable, déchet de brique, bentonite, oxyde de fer) est mélangé pendant 30 secondes à vitesse lente à l'aide d'un malaxeur à mortier normalisé. Ensuite introduit graduellement le mélange (NaOH , silicate , eau) sur le premier mélange à vitesse lente pendant une minute puis un arrêt pour racler les parois et le fond de la cuve pendant 15 seconde on a reprend ensuite le malaxage pendant une minute à vitesse rapide a fin d'homogène la pate. La mise en moule doit se faire immédiatement après l'essai de maniabilité dans notre cas dans des moules normalisés.

Le malaxage de nos mortiers a été réalisé avec un malaxeur de laboratoire pour mortier à axe vertical, constitué d'une cuve et d'une palette centrale tournante à deux vitesses lente et rapide, de capacité de 5 litres.

Tableau II.4. Pourcentage de remplacement de ciment par des briques.

			binder							
			Brick	bentonite	oxyde de fer	cement	sand	water	silicate	NaOH
8 mol	A	Mix 1	427,5	0	22,5	0	1050	50	185	74
	B	Mix 2	405	0	45	0	1050	50	185	74
	C	Mix 3	382,5	0	67,5	0	1050	50	185	74
	D	Mix 4	202,5	225	22,5	0	1050	50	185	74
	E	Mix 5	315	112,5	22,5	0	1050	50	185	74
	F	Mix 6	0	427,5	22,5	0	1050	50	185	74
	H	Mix 7	427,5	0	0	22,5	1050	50	185	74
	I	Mix 8	405	0	0	45	1050	50	185	74
	G	Mix 9	382,5	0	0	67,5	1050	120	185	74



Figure II. 13. Malaxeur électrique utilisée dans la fabrication du mortier [Labo Béton – LTPS].

II.3. 2. Moulage des éprouvettes :

En a fixés bien le moule sur la table à chocs voir la Figure II.13.introduit le mortier à l'aide d'une cuiller appropriée Nous Étaler la couche uniformément à l'aide de la grande spatule en veillant à assurer un surplus, et serrer par 60 chocs sur l'appareille à choc et nous Retirer doucement le moule de la table à chocs .Nous Enlever immédiatement l'excès de mortier à l'aide de la règle métallique.



Figure II. 14. l'appareille à choc [Labo Béton –LTPS].



Figure II. 15. Le moules sont prêts et remplis.

II.3. 3. Démoulage des éprouvettes :

Après 24 heures, les échantillons sont retirés du moule, et une partie d'entre eux est placés dans un four à une température de $55 \pm 5^\circ$ pendant 6 jours.



Figure II. 16. Démoulage les échantillons.

II.4. Méthodes expérimentales :

II.4.1. Essai de compression :

En a obtenue les demi-prismes d'éprouvettes à cause de la rupture en flexion qui seront rompus en compression. Nous mettons l'échantillon Entre deux plateaux de la presse, le plateau inférieur est place Fixe, plaque supérieure mobile. Le principe de l'essai est de soumettre une éprouvette à une force croissante et constante jusqu'à rupture de celle-ci afin de déterminer sa résistance à la compression. Voir la Figure II.16.



Figure II. 17. Dispositif de l'essai mécanique de Compression.

II.4.2. Essais à la traction par de flexion :

Cet essai de traction à pour but de mesurer la résistance à la rupture d'un matériau, est en a placée l'échantillon sur l'appareille dans deux appuis et l'on appliqué au centre de la barrette une force croissante jusqu'à la rupture. Généralement cet essai le plus utilisé dans la caractérisation des matériaux est réalisé sur des éprouvettes prismatiques voir la Figure II.17.



Figure II. 18. Dispositif de l'essai mécanique de rupture par flexion.

II.4.3. Porosité accessible à l'eau :

La porosité accessible à l'eau a été mesurée selon la recommandation de l'AFC-AFAM cette porosité a été estimée en faisant la moyenne de trois valeurs. Les échantillons ont d'abord été séchés dans une étuve à 55°C, jusqu'à stabilisation de la masse (Md). Puis l'air présent dans les pores et le mortier a été évacué à l'aide d'une pompe à vide. La masse des cubes de mortier entièrement saturés a été calculée en utilisant l'équation suivante :

$$P = ((M_{SA} - M_d) * 100) / ((M_{SA} - M_{SW}))$$

Où :

M_{SA} : la masse saturée d'eau dans l'air.

M_d : la masse sèche.

M_{SW} : la masse saturée d'eau sous l'eau.



Figure II.19. Montage pour la mesure de la porosité accessible à l'eau.

II.4.4. Absorption capillaire :

Les mesures de capillarité sont réalisées selon les prescriptions de la norme AFPCAFREM sur éprouvettes de dimensions 40x40 mm.

Les échantillons sont d'abord séchés à l'étuve à la température de 55 °C jusqu'à la stabilisation de la masse, puis laissés à l'air libre et pesés à l'aide d'une balance de précision 0.01 g, afin de déterminer leur poids à l'état sec M₀. Les échantillons sont ensuite placés sur un lit de gravier dans des récipients en plastique peu profonds, contenant de l'eau.

La profondeur d'immersion des surfaces d'échantillon pendant le test d'absorption est de 2 à 3 mm.

Après chaque échéance de submersion, les échantillons sont prélevés de l'eau, essuyés et séchés superficiellement pour enlever l'excès d'eau présente sur la surface puis pesés (M_t).

Les mesures de masse et pénétration d'eau sont prises à des intervalles : 5, 10, 15, 30, 45, 60, 75, 90 min et 24.heurs.

Le coefficient d'absorption capillaire est défini par la relation suivante :

$$C = \frac{M_t - M_0}{A}$$

Où :

C : Coefficient d'absorption capillaire (kg/m²).

M_t : Masse de l'éprouvette à l'instant t (kg).

M₀ : Masse initiale de l'éprouvette (kg).

A : Section immergée de l'éprouvette (m²).

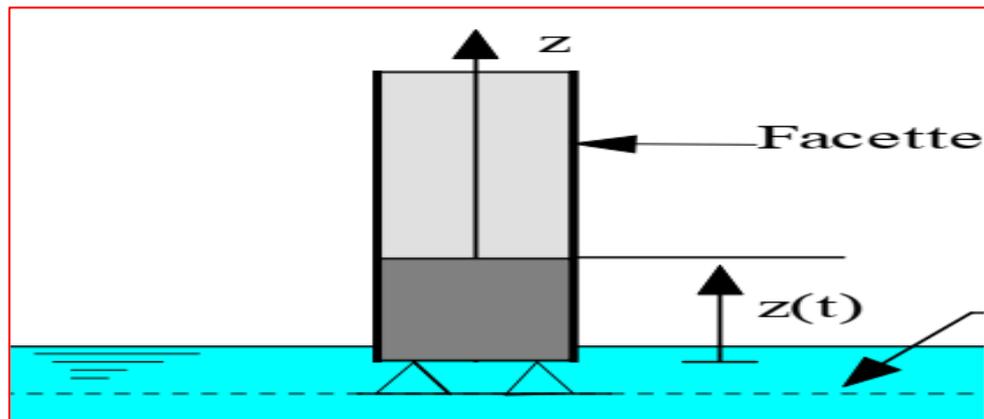


Figure II.20 : Dispositif expérimental de l'essai d'absorption capillaire.

II.5. Conclusion :

Dans ce chapitre, nous avons présenté le matériel et les méthodes expérimentales utilisées dans cette étude. De plus, nous avons discuté en détail des différentes méthodes de préparation appliquées aux briques rouges.

Nous avons également démontré les protocoles de test utilisés dans cette recherche pour déterminer les propriétés physiques (densité, porosité, absorption capillaire) et mécaniques (résistance à la compression, résistance à la traction par flexion) des composés. Nous avons utilisé de déchet de brique rouge différents pourcentages à place de ciment et déterminer les propriétés physique et mécanique en a définie la pièce standard avec un déférentes mélange de mortier doit obtenus un bon résultat

CHAPITRE III

RESULTATS EXPERIMENTAUX

ET INTERPETATIONS

**CHAPITRE III RESULTATS EXPERIMENTAUX ET
INTERPETATIONS**

III.1. Introduction:

Dans ce chapitre, nous mettons en évidence les résultats de notre étude et les caractéristique des mortiers géopolymère qui à été préparé en remplacement le ciment par des déchets de brique rouge de deux concentrations différentes d'hydroxyde de sodium. Les résultats contenir sur les propriétés physiques (d'absorption capillaire et de porosité) et sur la résistance mécanique (compression et traction par flexion).

III.2. La masse volumique :

La masse volumique apparente des mortiers étudiés sont calculées par la pesée des masses correspondantes par rapport à leurs volumes, en utilisant la loi suivante :

$$\rho_v = \frac{m}{v} \text{ (kg/m}^3\text{)}$$

m : La masse en (kg), **v** : Le volume en (m³).

Les résultats de la masse volumique sont présentés dans la Figure III.1 et tableau III.1. On remarque que la masse varier entre 1909.1 Kg/m³ jusque 1961.5 Kg/m³. Les valeurs la plus élevée ont été enregistré avec les mélanges de ciment et brique.

Tableau III.1. Résultat des masses volumiques.

Les échantillons	Masse volumique (Kg/m ³)
Mix1	1957,5
Mix2	1940,6
Mix3	1954,4
Mix4	1926,6
Mix5	1910,7
Mix6	1937,8
Mix7	1909,1
Mix8	1960,5
Mix9	1961,5

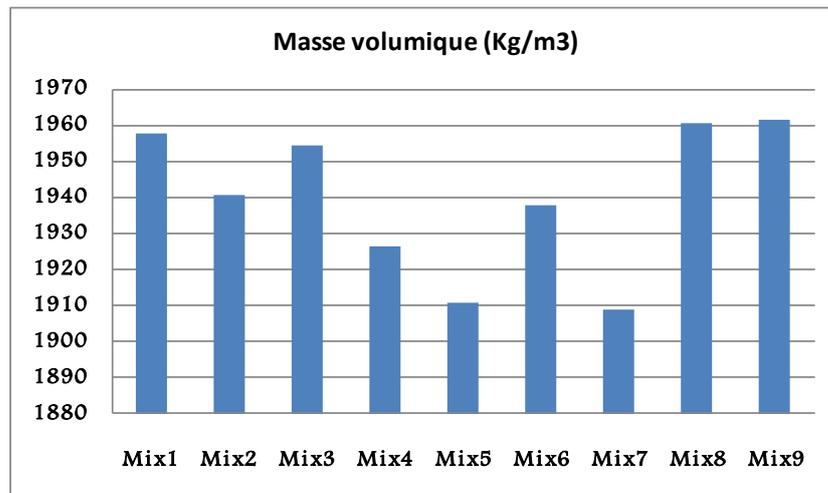


Figure III.1. Résultat des masses volumiques des variantes étudiées (8mol).

III.3. Résistance à la compression :

La Figure III.2 montre les différents résultats de résistance à la compression, ce qui nous a permis de faire les observations suivantes : Pour les échantillons qui ont été placés dans l'étuve à une température de référence de 55°C et contenant une concentration de 8 moles d'hydroxyde de sodium : la figure a montré que l'échantillon contenant des briques rouges et de ciment (mix 9), qui a été placé dans l'étuve pendant 6 Jours a donné le meilleur résultat en résistance à la compression. Il faut noter que les mélanges de la bentonite avec la brique et les oxyde de fer ne présentent pas des bons résultats. Similaire au reste des échantillons dont les résultats étaient proches les uns des autres et augmentaient avec l'augmentation de la période de traitement. La valeur la plus élevée est ordre 28 KN et les autres mélanges présentes des valeurs entre 19 à 25 KN.

Tableau II.2. Résistance à la compression.

Les échantillons	KN
Mix1	20
Mix2	22
Mix3	21
Mix4	20
Mix5	19
Mix6	22
Mix7	25
Mix8	26
Mix9	28

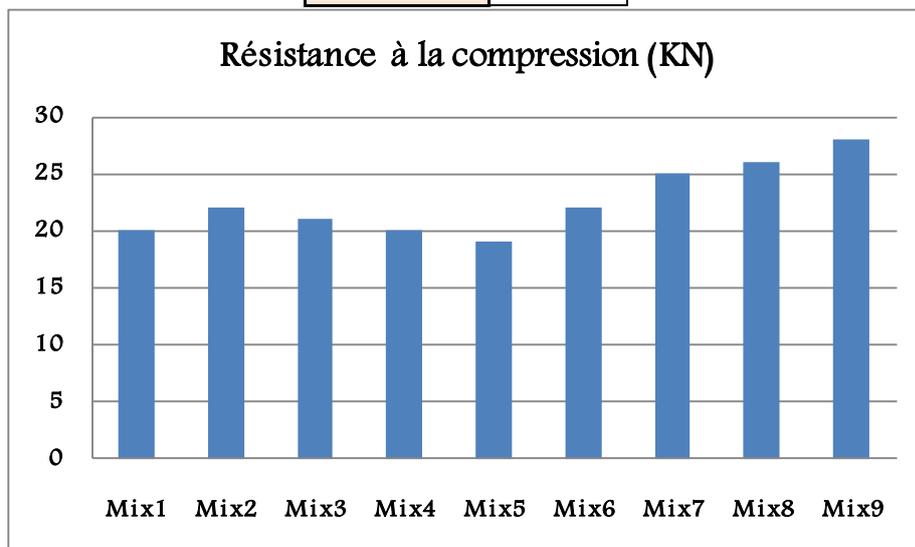


Figure III.2. Résistance à la compression.

III.4. Résistance a la traction par flexion:

La Figure III.3 nous présente les résultats de différentes résistances à la traction, ce qui nous a permis de faire les constats suivants : Nous constatons que la plus grande valeur de résistance à la traction était pour l'échantillon formulé avec le ciment avec une valeur de 3.6 KN après 30 jours.

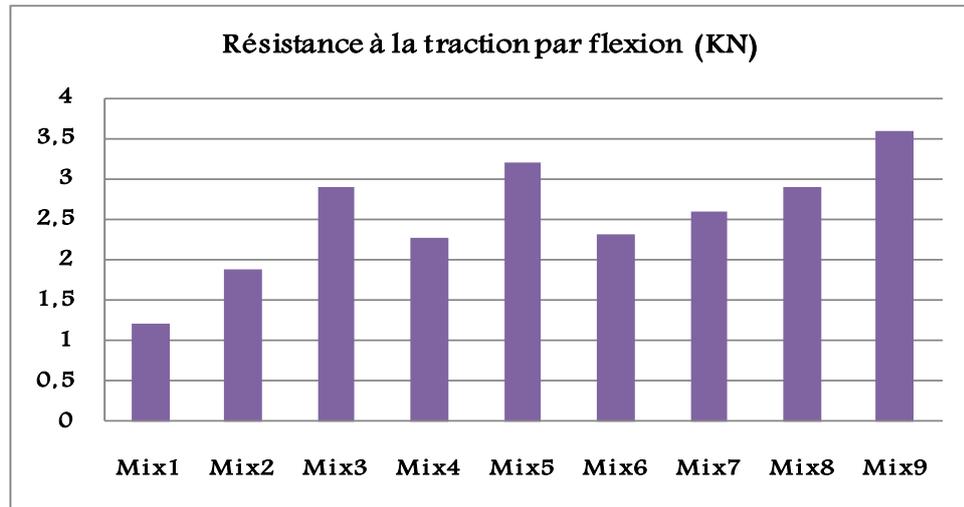


Figure III.3 : Résistance à la traction par flexion à 55° (8Mol).

Tableau II.3. Résistance à la traction par flexion.

Code Mix	(KN)
Mix 1	1,2
Mix2	1,88
Mix3	2,9
Mix4	2,26
Mix5	3,2
Mix6	2,32
Mix7	2,6
Mix8	2,9
Mix9	3,6

III.5. Absorption capillaire :

Les résultats de l'absorption capillaire en fonction du temps sont présentés sur la figure III.4. Il faut bien noter que les mélanges au ciment montrent des valeurs d'absorption faibles inférieures à 5 % (mix 7, 8, 9). Les mélanges de brique avec oxyde de fer et la bentonite présentent des valeurs entre 7 et 8 %. Le mélange de Mix 1 présente une valeur d'absorption supérieure de 9 %.

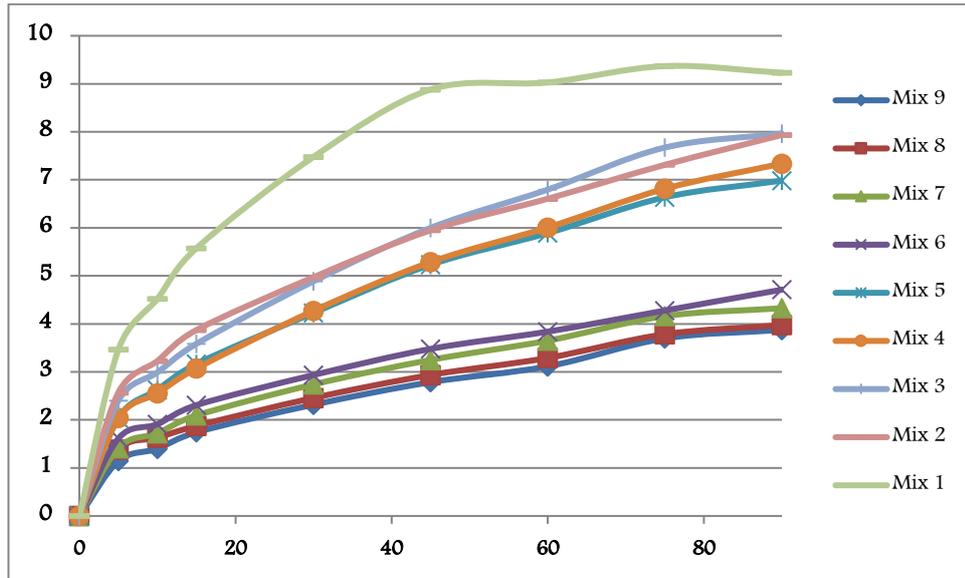


Figure III.4. Absorption capillaire.

III.6. Porosité accessible a l'eau :

Les résultats de la porosité pour les différents mélanges sont présentés dans la figure III.5 après 30 jours. La porosité élevée a été enregistrée dans le mix 1 d'ordre 25.99 %, les meilleurs résultats dans la porosité ont été recordés avec les mélanges de ciment mix 7, 8, 9 d'ordre 24.23-24.63 % qui représente les faibles valeurs de porosité.

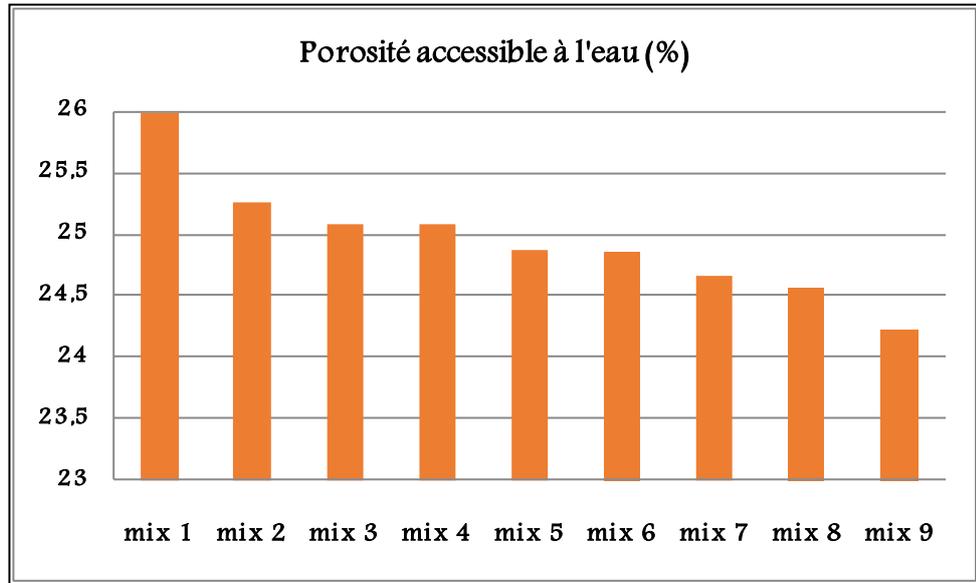


Figure III.5. La porosité accessible à l'eau.

III.7. la vitesse ultrasonique :

La vitesse ultrasonique de différent échantillons dans la Figure III.6 après 30 jours il fait noter que le comportement de la résistance à la compression est presque similaire que l'ultrason mais dans notre résultats les valeurs de vitesse sont presque les mêmes et les valeurs sont d'ordre 4,12 Km/s jusqu'a 4,88 Km/s.

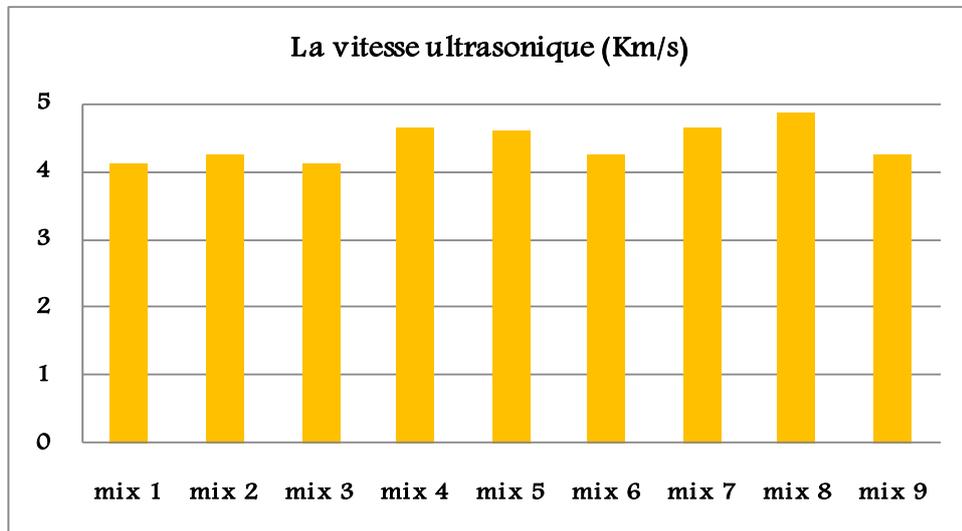


Figure III.6. Vitesse ultrasonique.

III.8. Conclusion :

Dans ce chapitre, on a présenté les résultats du travail expérimental sur le mortier géopolymère avec l'ajout de déchets de briques rouges et bentonite, oxyde de fer :

Caractéristiques mécaniques en compression et en traction par flexion.

Pour la résistance à la compression :

La meilleure et grande valeur de résistance à la compression 28KN

Plus la concentration d'hydroxyde de sodium est considérable, plus la résistance à la compression est importante.

Pour la résistance à la traction :

La meilleure et grande valeur de résistance à la traction 3.4 KN.

Les résultats de la vitesse ultrasonique sont presque similaires.

Les mélanges avec le ciment présentent Mix 7, 8, 9 de bons résultats alors qu'on peut dire que le ciment a un effet remarquable.

La bentonite ne montre aucun effet positif.



**CONCLUSION
GENERALE**

CONCLUSION GENERALE

Cette étude a fait l'objet de l'élaboration des matériaux géopolymères à faible impact environnemental en utilisant trois matériaux distincts, oxyde de fer et bentonite, ciment.

L'objectif de notre étude était de voir l'effet de ces poudres dans les mortiers géopolymères sur les plans : États frais et performances mécaniques

Pour cela, des poudres de brique ont été utilisées en remplacement partiellement du ciment avec un pourcentage. L'approche est essentiellement expérimentale ; on peut tirer les conclusions suivantes.

L'effet combiné de ces deux facteurs (ciment et oxyde de fer) améliore les propriétés mécaniques et physiques du mortier, ce qui est confirmé par les résultats obtenus.

L'argile cuite (déchet de briques) est un matériau à caractère pouzzolanique, car il n'entre en réaction avec les composants du ciment Portland qu'après l'hydratation et la formation Du portlandien $\text{Ca}(\text{OH})_2$.

Le traitement thermique augmente la résistance à la compression des géopolymères. De plus, la présence de ces déchets rend les matériaux géopolymères plus économiques et écologiques. Plus la durée de vie de l'échantillon est longue avec l'augmentation de la température, plus la résistance à la traction est élevée.

L'utilisation des déchets de différentes industries est une solution efficace, en raison de son importance environnementale, telle que les déchets de briques rouges, car l'offre en ajoutant ou en remplacement du ciment fonctionne pour améliorer les propriétés physiques et mécaniques, la possibilité d'utiliser des déchets de briques dans le domaine du génie civil pour améliorer le mortier ou le béton, d'une part et réduire les matériaux de ciment d'une part, est possible en fonction des résultats de ce travail.

Perspectives :

Il serait intéressant de poursuivre les recherches sur cet axe, notamment sur le développement de nouvelles méthodes de formulation des mortiers et bétons.

Il est également intéressant de travailler à l'amélioration de cette étude à travers :

- Étude sur la durabilité dans différents environnements agressifs.
- Étude de l'effet de l'oxyde de fer avec le ciment dans le mortier géopolymère
- Étudiez l'efficacité d'ajouter du silicate de sodium.