

République Algérienne Démocratique et Populaire

*Ministère de l'Enseignement Supérieur Et de la Recherche
Scientifique*

Université Abderrahmane MIRA-Bejaïa

Faculté de Technologie

Département de Génie Civil



جامعة بجاية
Tasdawit n Bgayet
Université de Béjaïa

Mémoire de fin d'études

En vue d'obtention du diplôme Master en Génie civil

Option : Structures

Thème

Formulation de géopolymère à base de la zéolite naturelle

Réalisé par :

HASSANI Lyes

MOUSSI Yanis Messaoud

Encadré par :

M^{me} M. MEZIANI

Soutenu le :28/09/2022

Devant le jury : M^r : TAHAKOURT.A

M^r : SLIMANOU.H

2021/2022

Remerciements

Tout d'abord, je remercie Dieu le tout-puissant de m'avoir donné la volonté de réaliser ce travail.

J'adresse mes sincères remerciements à mon encadrante M^{me} MEZIANI Meriem d'avoir accepté de diriger ce travail. Elle a su me faire partager son enthousiasme et ses connaissances. Son soutien et conseils m'ont permis de bien réaliser ce travail.

Je tiens à remercier le professeur Nasser CHELOUAH pour son soutien et ses conseils tout au long de la période réalisation de ce travail.

Je remercie vivement les membres du jury pour m'avoir honoré en acceptant de juger mon travail.

Un grand merci au technicien du laboratoire M^r ZOUBIRI Djamel pour sa disponibilité et sa compréhension au niveau de laboratoire.

Dédicace

Avant toute chose, je remercie ALLAH tout puissant de m'avoir donnée la force, la santé, la volonté et la patience pour réaliser ce modeste travail.

Je dédie ce modeste travail à :

Mes chères parents, qui m'ont soutenu et supporté pendant toutes mes études, en témoignage d'affection et de profondes reconnaissances envers eux.

A ma très chère Myassa, mon soutien moral et ma source de joie, merci pour la patience et le soutien dont tu as fait preuve pendant toute la durée de ce travail.

A mes chères frères et sœurs (Kahina , Hayet , Sabrina , Idir)
A mes chères nièces et neveux (Éliane , Sylas , Yodas , Syphaxe et Maksan)

A mes chères amis sans exception

Et à mon camarade celui que j'ai partagé ce projet avec lui Lyes

YANIS

Dédicace

Je dédie ce modeste travail :

A mes très chers parents qui m'ont guidé durant les plus pénibles de ce long chemin, ma mère qui a été à mes côtés et ma soutenu durant tout ma vie, et mon père qui a sacrifié toute sa vie afin de me voir devenir

ce que je suis, merci mes parents

➤ A mes frères : Kader et Khellaf et son fils

Abdeslam

➤ A mes sœur :ouiza , souhila et chafia

➤ A mes amis : Salim, Atmane, Yanis, Kamel et

Nabil

Et a tous mes enseignants qui m'ont servi du primaire a l'université.

Hassani

Table des matières

Introduction générale :	2
Chapitre I synthèse bibliographiques	3
I.1 Introduction:	3
I.2 Historique de la technologie des géopolymères:	3
I.3 Les géopolymères :	3
I.3.1 Définition :	3
I.4 Chimie de géopolymères :	6
I.5 Matières premières pour l'élaboration de géopolymère :	7
I.6 Formulation des géopolymères :	8
I.7 Utilisations des géopolymères :	10
I.8 Facteurs influant sur les propriétés des géopolymères :	10
I.8.1 Effet de la température de vieillissement:	10
I.8.2 Influence des rapports Si/Al et $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	11
I.9 Différences entre le ciment portland et les ciments géopolymères :	11
I.10 Conclusion :	12
Chapitre II : matérielles et méthodes	13
II.1. Introduction :	13
II.2. Matières premières :	13
II.2.1. Zéolite :	13
II.2.2. Sable :	17
II.2.3. La chaux éteinte :	17
II.3. Solutions alcalines	18
II.3.1. Hydroxyde de sodium:	18
II.3.2. Silicates de sodium:	18
II.4. Caractérisation des matériaux utilisés	19
II.4.1. Analyse granulométrique (NFP 94 -056)	19
II.4.2. Module de finesse :	19
II.5. Masse volumique absolue des fines (NF P18-558) :	20
II.5.1. Masse volumique absolue du sable (NF P18-555) :	21
II.6. Quantité d'eau nécessaire pour une consistance normalisée	22

II.7. Préparation et conservation des mortiers:.....	23
II.7.1. mortier géopolymère sans la chaux éteinte	23
II.7.2. mortier géopolymère contenant la chaux éteinte.....	24
II.8. Conservation des mortiers :.....	24
II.9. <i>Méthodes expérimentales</i> :.....	25
II.9.1 Détermination de la stabilité (le chatellier)	25
II.9.2. Prédiction de la réaction pouzzolanique par l'essai Chapelle :.....	26
II.9.2.1 Préparation de la solution :.....	26
II.10.La diffraction des rayons X (DRX):	28
II.10.1. Préparation de la pastille :.....	29
II.11. Analyse par spectrométrie infrarouge (IRTF) :.....	29
II.11.1 Matériel :.....	30
II.11.2. Méthode d'analyse	30
II.12. Résistance à la compression :	31
Chapitre III : résultats et discussion.....	33
III.1 .Introduction :	33
III.2. Détermination de la stabilité :.....	33
III.3 Essai de Chapelle :.....	34
III.3.1 Mesures de PH :.....	34
III.3.3. Quantité de chaux réagie et non-réagie :.....	35
III.3.4 Interprétation des résultats :.....	36
III.4. Analyse du géopolymère synthétisé par la technique Infrarouge FTIR :.....	36
III.5 Analyse minéralogique par Diffractométrie des Rayons X (DRX) :.....	40
III.6 Résistance à la compression.....	41
III.6.1 Mortier à base de zeolite : (100%zeolite).....	41
III.6.2 Mortier à base de la zéolite chaux :(50%zeolite +50% chaux)	42
III.7. Conclusion :.....	45
Conclusion générale :.....	46
References bibliographiques:.....	47

Liste des symboles

- ❖ **Z** : Rapport molaire
- ❖ **M+** : Cation monovalent
- ❖ **N** : Degré de polymérisation
- ❖ **w** : Quantité d'eau
- ❖ **Al** : Aluminium
- ❖ **Si** : Silicium
- ❖ **K** : Potassium
- ❖ **Ca** : Calcium
- ❖ **Mg** : Magnésium
- ❖ **Na** : Sodium
- ❖ **MPa** : Migapascal
- ❖ ρ_z : Masse volumique de la zéolite
- ❖ ρ_{ch} : Masse volumique de la chaux
- ❖ ρ_a : Masse volumique de sable
- ❖ **MF** : Module de finesse
- ❖ **D** : Densité
- ❖ **gr** : Gramme
- ❖ **W** : Teneur en eau
- ❖ **E** : Eau
- ❖ **M** : Masse
- ❖ **n** : Nombre de moles
- ❖ **C** : Concentration molaire
- ❖ **V** : Volume
- ❖ **mm** : Millimètre
- ❖ **FTIR** : Analyse par Spectrométrie infrarouge.
- ❖ **DRX** : Analyse par diffraction des rayons X
- ❖ **KBr** : Bromure de potassium
- ❖ **Rc** : Résistance à la compression
- ❖ **Fc** : Charge de rupture
- ❖ **b** : Longueur des éprouvettes
- ❖ **NH** : Hydroxyde de sodium
- ❖ **NS** : Silicate de sodium

Listes des figures :

Figure I.1 : Tétraèdre SiO_4 et AlO_4 [1]

Figure I.2 : Géopolymère poly(sialate-siloxi) résultant d'une géosynthèse

Figure I.3: Structure des géopolymères proposée par Barbosa et al (2005)

Figure I.4 : Nomenclature des géopolymères en fonction du rapport Si /Al

Figure I.5 : Comparaison des processus de synthèse et des produits obtenus après activation des ciments portland et géopolymères

Figure II.2: Diffractogrammes de la zéolite

Figure II.3 : Localisation du gisement de tuf de Tinebdhar via Google Earth

Figure II.4 : Concassage manuel des roches de zéolite

Figure II.5: Etuve utilisée pour sécher la pouzzolane

Figure II.6 : Broyeur électrique

Figure II.7 : Tamis 63 micro et la méthode de tamisage

Figure II.8 : Diffractogramme de la chaux éteinte

Figure II.9 : Activateurs alcalins

Figure II.10 : Courbe granulométrie de sable

Figure II.11. Principe de détermination de la masse volumique absolue ;

Figure II.12 : Mesure de la consistance normalisée par l'appareil Vicat

Figure II.13 : Moules couverts avec du papier transparent.

Figure II.14 : Moule utilisé pour mesurer le gonflement.

Figure II.15: Bouteille en polyéthylène contenant l'échantillon dans un bain marie.

Figure II.16 : Le diffractomètre utilisé pour la DRX

Figure II.17 : Appareil d'IRTF de l'université de Bejaia

Figure II.18 : KBr + poudre à tester peser avec une balance de précision 0.0001 gr

Figure II.19 : Système moule + presse pour former une pastille

Figure III.1 : Les résultats de l'essai de stabilité des échantillons de zéolite +chaux.

Figure III.2 : Les résultats de l'essai de stabilité pour les échantillons de zéolite sans et avec chaux

Figure III.3 : Spectre infrarouge des mortiers contenant 8% de NH et (0.5 ,1.5 ,2.5) NS à 28 jours

Figure III.4 : Spectre infrarouge des mortiers contenant 10% de NH et (0.5 ,1.5 ,2.5) NS à 28 jours

Figure III.5 : Spectre infrarouge des mortiers contenant 12% de NH et (0.5 ,1.5 ,2.5) NS à 28 jours

Figure III.6 : Spectre infrarouge combiné.

Figure III.7 : Diffractogrammes des rayons X .

Figure III.8 : Résultats de la résistance à la compression des mortiers de zéolite seule

Figure III.9: Résultats de la résistance à la compression des mortiers de zéolite +chaux à 7 jours.

Figure III.10: Résultats de la résistance à la compression des mortiers de zéolite +chaux à 28 jours

Figure III.11: Résultats de la résistance à la compression des mortiers de zéolite

seule et zéolite +chaux

Liste des tableaux :

Tableau 1 : La composition chimique de la zéolite

Tableau2 : Résultat de la masse volumique des fines.

Tableau 3 : Résultats de la masse volumique de sable

Tableau 4 : Procédure de malaxage

Tableau 5 : Mesures de PH.

Tableau 6 : Résultats du titrage.

Tableau 7 : Pourcentage de la chaux réagie et non réagie

Résumé

Les conditions obligatoires imposées par la communauté mondiale pour réduire les émissions de gaz à effet de serre ont poussé la recherche à s'orienter vers la production d'autres matériaux afin de remplacer le ciment Portland ordinaire. Dans cette vision, de nombreuses études ont été menées pour étudier la possibilité d'utiliser des précurseurs aluminosilicates naturels en tant que matières premières dans la production des matériaux activés par des alcalis. La pouzzolane naturelle est l'un de ces matériaux présentant une composition chimique souhaitable qui lui permet d'être utilisée dans la production de ce type de matériau. Ce travail consiste à préparer des mortiers géopolymères, les échantillons sont préparés à base de la zéolite naturelle (tuf de Tinabdher). Le produit préparé a été analysé pour avoir sa composition chimique, en plus de l'essai mécanique.

Afin d'améliorer l'activité chimique dans la pouzzolane on utilise des activateurs chimique ainsi qu'un traitement thermique à une température de 40°C, les résultats des diverses propriétés étudiées, illustrent un effet positif de l'utilisation des activants chimiques en particulier le Na_2SiO_3 et le NaOH combine.

Enfin, les résultats obtenus montrent un potentiel de la zéolite naturelle de Tinabdher pour produire un nouveau matériau économique et écologique qui peut être substitué aux ciments dans plusieurs applications concrètes.

ABSTRACT

Mandatory conditions imposed by the global community to reduce greenhouse gas emissions have prompted research to focus on producing the materials to replace ordinary Portland cement. In this vision, many studies have been conducted to investigate the possibility of using natural aluminosilicate precursors as raw materials in the production of alkali-activated materials. Natural pozzolan is one such material with a desirable chemical composition that allows it to be used in the production of this type of material.

This work consists of preparing geopolymer mortars, the samples are prepared based on natural zeolite (Tinabdher tuff). The prepared product was analyzed for its chemical composition, in addition to the mechanical test.

In order to improve the chemical activity in pozzolan, chemical activators are used as well as a heat treatment at a temperature of 40 °C, the results of the various properties studied illustrate a positive effect of the use of chemical activators in particular. Na_2SiO_3 and NaOH combine.

Finally, the results obtained show a potential of the natural zeolite of Tinabdher to produce a new economical and ecological material which can be substituted for cements in several concrete applications.

Introduction générale :

Ces dernières années, la recherche scientifique dans le domaine des nouveaux matériaux de construction s'est consacrée au développement de nouveaux matériaux économiques et écologiques qui utilisent des matières premières locales et des sous-produits industriels pour réduire les matériaux polluants.

Le ciment est le matériau principal dans le génie civil et les travaux publics, c'est un liant important pour la fabrication de différents types de mortier et de béton, sa production dans les usines nécessite une énorme énergie et une énorme infrastructure industrielle qui affecte l'environnement, cette industrie est la plus importante dans le monde des utilisateurs de ressources naturelles [1].

Globalement, plus de 14 milliards de tonnes de béton sont utilisées chaque année dans divers projets de construction, ce qui représente 2,8 milliards de tonnes de ciment Portland produites [2].

Une augmentation significative de la production de ciment a été observée et devrait augmenter en raison du développement massif des infrastructures et de l'industrialisation dans le monde entier, et la production de clinker est largement considérée comme coûteuse et nocive pour l'environnement [3], car les émissions de la production de ciment Portland sont l'un des principaux contributeurs à l'effet de serre.

Des estimations récentes des émissions de la production de ciment indiquent que 377 millions de tonnes de carbone sont générées ; cela suggère que les émissions ont plus que doublé au cours de la dernière décennie en raison de la production de ciment [4] ; tandis que des mesures peuvent être prises pour réduire les émissions de dioxyde de carbone des fours à ciment. Cependant, les émissions de CO₂ sont toujours de l'ordre de 600 kg de CO₂ par tonne de ciment, et les émissions de CO₂ de la calcination du calcaire sont de 400 kg par tonne [5].

Contrairement à la composition du béton et du mortier, les matériaux polymères inorganiques appelés géopolymères ne contiennent pas de ciment Portland, c'est

Introduction générale

un produit synthétisé à partir de matériaux de base avec l'ajout de sous-produits tels que les cendres volantes, la zéolite naturelle.

Face à cette problématique, l'objectif de cette recherche est de mettre au point un procédé de fabrication de produits innovants appelés "géopolymères" principalement à partir de ressources naturelles et de matériaux locaux, disponible en Algérie ; la synthèse du produit recherché est à base de zéolithes naturelles, ce qui permettra la première production de matériaux géopolymères à base des matériaux locaux en Algérie dans le futur et sera utilisé en grande quantité dans les projets de génie civil et travaux publics.

Ce travail est organisé comme suit :

Le premier chapitre est consacré à une synthèse bibliographique qui comprend des généralités sur les géopolymères et leur mécanisme de formation.

Le deuxième chapitre consiste à expliquer la partie pratique du travail, tel que la préparation des matériaux et mortiers et les différents essais réalisés.

Les résultats et leurs interprétations sont portés dans le troisième chapitre ; consacré à l'étude expérimentale.

CHAPITRE I Synthèse bibliographiques

I.1 Introduction :

Ce chapitre est consacré à la présentation des géopolymères. Il regroupe leur historique, leur terminologie et structure, les différentes classes des géopolymères ainsi que leur processus de formation englobant les différentes réactions chimiques.

I.2 Historique de la technologie des géopolymères:

Le premier à étudier les géopolymères fut le chimiste français Joseph Davidovits en 1979. Les géopolymères tirent leur nom de l'analogie de Davidovits entre ce matériau inorganique et les polymères organiques. Davidovits les présente comme résistants au feu, à la chaleur, aux acides et à la compression. Le premier géopolymère a été synthétisé par la réaction hydrothermale d'aluminosilicates avec des solutions concentrées de silicates de métaux alcalins appelées solutions alcalines activées. La solution est constituée de cations basiques et d'anions silicate [6].

Le travail de pionnier vise à trouver un nouveau matériau de construction ayant le potentiel d'être un véritable remplaçant du ciment Portland. La chimie des géopolymères est assez différente de celle du ciment qui est un liant hydraulique en raison de ses propriétés de durcissement après l'hydratation avec l'eau [7].

La géopolymérisation se rapproche de l'hydratation des liants hydraulique. En raison de leurs propriétés de résistance mécanique, les géopolymères peuvent jouer le rôle de liants alcalins [8].

I.3 Les géopolymères :

I.3.1 Définition :

Aujourd'hui, les géopolymères sont intégrés comme un «matériau» écologique dans les différents ouvrages de construction et des travaux publics en raison de ses avantages environnementaux et des performances par rapport au béton de ciment Portland.

Chapitre I synthèse bibliographiques

Le terme "géopolymère" a été introduit pour la première fois en 1972 pour désigner une nouvelle classe de matériaux [6]

Les matériaux géopolymères sont des aluminosilicates appelés poly (acide sialique) Sialate est l'abréviation de silicoaluminates, et le réseau de géopolymères [4], également connu sous le nom de réseau sialate, est composé de tétraèdres SiO_4 et AlO_4 avec des atomes d'oxygène liés ensemble en alternance. Leur structure amorphe est une série de tétraèdres SiO_4 et AlO_4 (**Figure I.1**) qui peut être apparentée aux structures observées dans certains silicium se traduit par un déficit de charge compensé par des cations Na^+ ou K^+ dont la présence est indispensable au maintien de la neutralité matricielle (**Figure I.2**)

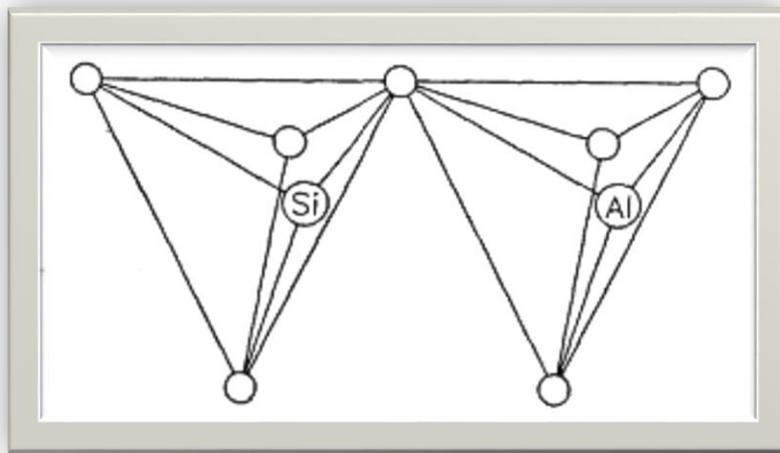
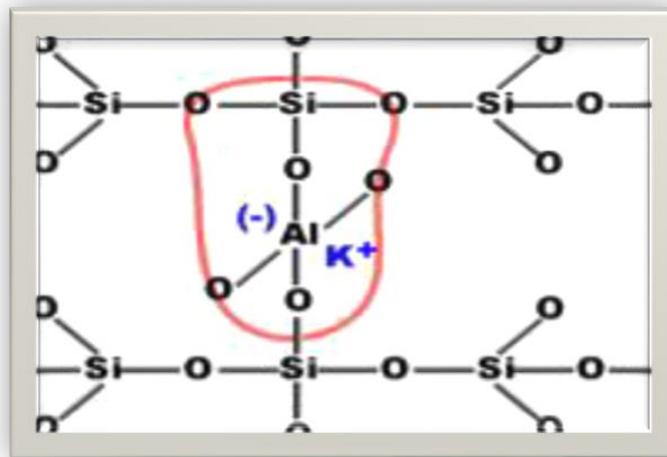


Figure I.1 : Tétraèdre SiO_4 et AlO_4 [1]



Chapitre I synthèse bibliographiques

Figure I .2 : Géopolymère poly(sialate-siloxi) résultant d'une géosynthèse

Les géopolymères ont une structure amorphe ou cristalline selon la température de condensation du matériau. Ainsi, les matériaux amorphes sont obtenus aux températures variant de 20 à 90 °C alors que les polymères cristallins s'obtiennent pour les températures variant de 150 à 200°C. Ces derniers ont une structure semblable à celle des zéolites A (Cioffiet al. ,2003). Un modèle de structure proposé par Barbosa et al. (2005) est donné par la **figure 1.3** .

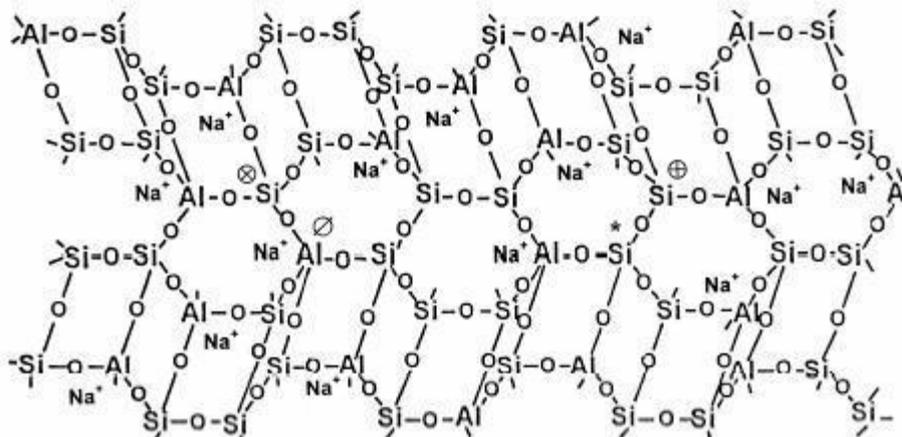


Figure I.3: structure des géopolymères propose par barbosa et al (2005)

Les géopolymères ont la formule générale $Mn^+ \{(SiO_2)_z, AlO_2\}_n, w H_2O$ où z est le rapport molaire Si/Al, M^+ le cation monovalent, n le degré de polymérisation et w la quantité d'eau. Les géopolymères se différencient par le rapport molaire Si/Al. Ce rapport est l'origine de leur nomenclature. La **figure I-4** présente quelques exemples de composés de la famille des géopolymères :

- (i) Si/ Al = 1 nommé le Poly Sialate (PS)
- (ii) Si/ Al = 2 nommé le Poly Sialate Siloxo (PSS)
- (iii) Si/ Al = 3 nommé le Poly Sialate DiSiloxo (PSDS)
- (iv) Si/ Al = 21 nommé GPS (géopolymère avec une haute teneur en silicate)
Caractérisé par sa faible quantité d'aluminium.

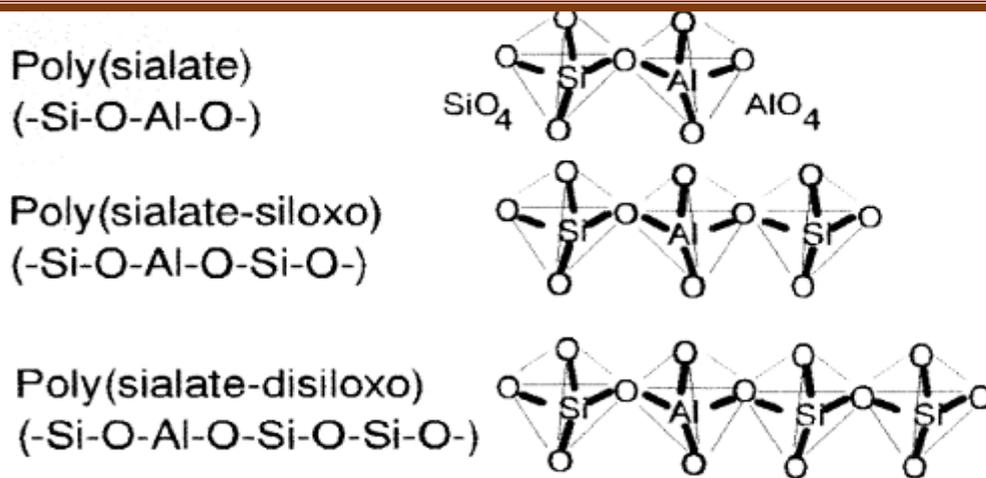
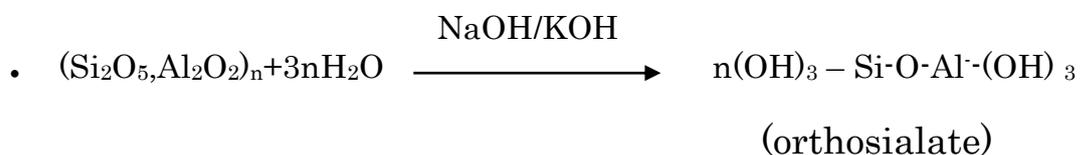


Figure I.4 : nomenclature des géopolymères en fonction du rapport Si /Al
I.4 Chimie de géopolymères :

La recherche sur les matières plastiques incombustibles a conduit au développement d'un nouveau matériau appelé géopolymères. Selon la composition chimique, les polymères sont la réciproque des géopolymères. Quand on parle de polymères, en général, c'est pour fabriquer du plastique, néanmoins dans le domaine des géopolymères, on fabrique des pierres avec utilisation des matières minérales comme la silice provenant du sable ou l'alumine (oxyde d'aluminium), ainsi on fabrique par des procédés chimiques des matériaux artificiels et des pierres très solides, résistants et durables appelés géopolymères [5].

Les géopolymères font partie de la famille des polymères inorganiques. La composition chimique du matériau géopolymère est similaire à celle des matériaux zéolitiques naturels [9], mais la microstructure est amorphe. Le processus de polymérisation implique une réaction chimique rapide dans des conditions alcalines sur les minéraux Si-Al, qui se traduit par une chaîne polymère tridimensionnelle une structure cyclique constituée de liaisons Si-O-Al [9].

Le processus de formation des géopolymères proposé respectivement par Davidovits (1994) puis Xu et van Deventer (2000) peut être résumé selon les réactions suivantes :

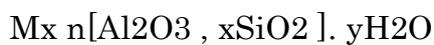


Chapitre I synthèse bibliographiques

contrepartie, Buchwald et al ont prouvé qu'une argile illitosmectite est une matière première adéquate pour l'élaboration des géopolymères [11].

Le tuf a fait l'objet de plusieurs travaux ces dernières années, des recherches concernant le tuf d'origine volcanique qui sont souvent utilisés dans l'industrie du ciment. Parmi le minéral valorisable contenu dans les tufs volcaniques, il faut citer les zéolites, minéraux hydratés, qui peuvent parfois constituer des gisements exploitables.

Il existe plusieurs types de zéolites et se distingue selon leurs structures et propriétés, mais en général ont la même formule générale [12] :



M : Cation alcalin ou alcalinoterreux, (Na, K, Ca, Mg) ;

n : Valence du cation ;

x : Nombre entre 0 et 10 ;

y : Nombre entre 2 et 8.

Les zéolithes naturelles sont largement utilisées au Canada, dans le nord des États-Unis, au Japon et en Allemagne depuis plus de 20 ans. Par conséquent, nous avons une journée sérieuse et largement rétrospective pour apprécier ce minéral déjà utilisés en construction pour améliorer la durabilité des bétons, leur capacité d'isolation thermique et acoustique et sa réduction. Il y a de très riches ressources en zéolithe se trouvent partout dans le monde, mais se révèlent riches en mordénite est un type particulier de zéolithe très recherché pour ses diverses propriétés physico-chimiques [12].

La mordénite, qui appartient à la famille des zéolites naturelles, possède des fonctionnalités particulièrement intéressantes dans de nombreux domaines d'activité. Elles sont utilisées pour leur capacité d'absorption, d'échange ionique, de filtration molécules, de purification et de séparation des gaz [12, 13].

I.6 Formulation des géopolymères :

Le mécanisme exact de la géopolymérisation reste inconnu, notamment en raison de la vitesse de réaction. Cependant, la plupart des auteurs s'accordent à dire qu'il est le mécanisme de dissolution du composé initial utilisé (par exemple

Chapitre I synthèse bibliographiques

le métakaolin), suivi de réaction de polycondensation sous forme de gel. En 1956, Glukhovsky [13] a proposé un mécanisme généralement utilisé pour les matériaux d'activation alcalins, y compris la silice et l'alumine activée, il a divisé le processus de géopolymérisation en trois étapes : destruction/coagulation, coagulation/polycondensation et condensation/cristallisation. Des études récentes basées sur un mécanisme de Davidovits et d'autres auteurs (Xu et van Deventer) divisent la réaction en trois étapes : dissolution/hydrolyse, restructuration et polycondensation/gélification [14]. Ces trois phases sont concomitantes et partiellement réversible. En effet, la cinétique de chaque étape dépend de plusieurs types de minéraux aluminosilicates, rapport solide-liquide, concentration et autres facteurs silicates et alcalins, les trois étapes est les suivantes :

(i) L'étape de dissolution/hydrolyse commence avec l'hydrolyse des protons H^+ par les cations monovalents (Na^+ , K^+) de la solution alcaline sur la surface du minéral d'aluminosilicate. Puis l'étape de dissolution, c'est-à-dire la rupture des liaisons Si-O-Si et Si-O-Al du minéral pour former des précurseurs réactifs $Si(OH)_4$ et $Al(OH)_4^-$ dans la solution.

(ii) L'étape de restructuration intervient dans la solution, lorsque de réarrangement vers un état plus stable, avant d'être gélifiés.

(iii) L'étape de polycondensation est immédiate lorsque la concentration en précurseurs atteint la saturation.

Les matériaux géopolymères présentent une résistance adéquate aux attaques acides.

Les propriétés mécaniques intéressantes dépendent du cation utilisé et du ratio Si/Al comme l'ont souligné Duxson et al. [15]. En effet, la structure moléculaire des géopolymères est affectée par les cations alcalins, en particulier à de faibles rapports Si/Al [15,16].

La résistance réduite à la compression du matériau pour un rapport Si/Al élevé (2,15) est associé à une augmentation des espèces n'ayant pas réagi [16].

Les travaux faits par Davidovits en 1989 ont montré que les ciments géopolymères possèdent de grandes résistances mécaniques et se solidifient rapidement à la température ambiante ou peu élevée. Dans ce contexte, il a trouvé qu'une résistance à la compression de l'ordre de 20 MPa peut être obtenue après 4

Chapitre I synthèse bibliographiques

heures de séchage à 20 °C et de l'ordre de 70 à 100 MPa après 28 jours [17].

I.7 Utilisations des géopolymères :

Vu les propriétés physiques et chimiques des géopolymères, des progrès technologiques ont été faits dans le sens du développement de leurs applications. Parmi les domaines de son utilisation, on trouve le génie civil, l'automobile, l'aérospatiale, la métallurgie, la fonderie non-ferreuse, en plastiques, dans la gestion des déchets, en architecture et dans la restauration des bâtiments [18].

Dans le génie civil, on peut citer le développement de nouveaux ciments géopolymères, comme le ciment américain ultrarapide et performant PYRAMENT© commercialisé aux USA depuis 1988. C'est un produit idéal pour la réparation et la construction de pistes d'atterrissage en béton.[19]

Dans l'industrie aérospatiale, nous avons remarqué l'utilisation de moules et d'outils en géopolymère réfractaire pour couler en toute sécurité des alliages aluminium/lithium liquides hautement corrosifs.

La protection thermique des voitures de course par des composites carbone/géopolymère est un sujet brûlant dans le domaine du traitement des déchets, ainsi que de l'encapsulation des déchets toxiques et radioactifs [20].

I.8 Facteurs influant sur les propriétés des géopolymères :

Ces dernières années, dans le souci de comprendre le mécanisme de la géopolymérisation, plusieurs études ont été menées sur les facteurs influençant les propriétés des géopolymères comme décrit ci-dessous :

I.8.1 Effet de la température de vieillissement :

La température est un accélérateur des réactions de géopolymérisation. Il a été démontré que des températures de traitement élevées et une bonne conduite de confection donnent des matériaux géopolymères à haute résistance à la compression. La teneur en humidité et les conditions de calcination du matériau aluminosilicaté affectent également les propriétés des géopolymères [21].

Rovnanik et al ont étudié l'effet de la température sur les propriétés des géopolymères à base de métakaolinite [22]. Comme on peut le voir dans ses travaux, l'augmentation de la température de synthèse des géopolymères peut améliorer leurs propriétés mécaniques et augmenter la taille et le volume global

des pores.

Une étude similaire de Muniz-Villareal et al ont montré que les géopolymères présentaient de meilleures propriétés mécaniques et physiques à la température de traitement optimale (60 °C [23]).

I.8.2 Influence des rapports Si/Al et SiO₂/Al₂O₃

Daxon et al ont étudié l'effet de rapports Si/Al compris entre 1,15 et 2,15 sur les propriétés mécaniques et la microstructure de géopolymères à base de métakaolinite. Lorsque le rapport Si/Al est égal à 1,90, il atteint une meilleure résistance à la compression ; l'analyse microstructurale montre que le matériau a une porosité élevée et une structure médiocre lorsque $\text{Si/Al} \leq 1,40$, [24].

De Silva et al ont étudié le rôle de la silice et de l'alumine dans la cinétique de géopolymérisation. Ils ont remarqué que le temps de solidification augmentait avec le rapport SiO₂/Al₂O₃ [25].

I.9 Différences entre le ciment portland et les ciments géopolymères :

D'une manière générale les différences entre le ciment Portland et le ciment géopolymère sont :

- Le ciment portland est qualifié de liant hydraulique (il fait prise et durcit en présence de l'eau) tandis que le ciment géopolymère est un liant alcalin (il fait prise et durcit en présence d'une solution alcaline).
- Le principal produit qui résulte de l'hydratation du ciment portland est le gel C-S-H tandis que dans la réaction de géopolymérisation, le produit obtenu est un gel N-A-S-H de structure tridimensionnelle.
- Les matières premières utilisées pour la fabrication du ciment portland sont principalement le mélange calcaire + argile tandis que les géopolymères requièrent pour leur synthèse tous matériaux aluminosilicate semi-cristallin.
- La **figure I.5** compare les processus de fabrication du ciment Portland (OPC) et les géopolymères (GPC).

Chapitre I synthèse bibliographiques

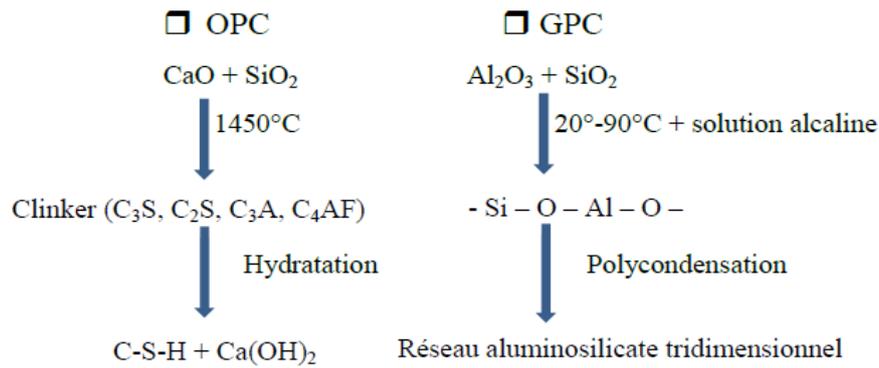


Figure I.5 : comparaison des processus de synthèse et des produits obtenus après activation des ciments portland et géopolymères

I.10 Conclusion :

Actuellement, les matériaux innovants de type géopolymères peuvent remplacer les bétons et les ciments portland, les matériaux de base sont largement disponibles et ils diffèrent d'une région à une autre. En plus, à des propriétés communes à la famille des zéolites (adsorption, échange cationique et catalyse), la mordenite possède des propriétés spécifiques de résistance thermique, mécanique et chimique qu'il nous semble intéressant de tester dans le cadre d'une expérimentation de remplacement de ciment. Et pour cela il est indispensable de caractériser physiquement et chimiquement le tuf mis en œuvre. Cette caractérisation a été faite selon la méthodologie présentée dans le chapitre suivant, avec tout d'abord le contexte géologique du tuf ensuite méthodes et outils de caractérisation physico-chimiques.

CHAPITRE II : Matériaux et méthodes expérimentales

II.1. Introduction :

La partie expérimentale de notre projet a porté essentiellement sur l'étude du tuf de la commune de Tinabdher daïra de Sidi Aïch wilaya de BEJAIA.

Cette phase consiste à préparer des mortiers géopolymères. Les échantillons sont préparés à base de la zéolite naturelle (tuf de Tinabdher). Le produit préparé a été analysé pour avoir sa composition chimique, en plus de l'essai mécanique.

II.2. Matières premières :

II.2.1. Zéolite :

La zéolite étudiée est une mordénite dont on cherche à connaître les caractéristiques physico-chimiques en vue d'optimiser ses applications. En particulier, voir comment évoluent les résistances mécaniques des ciments et mortiers ainsi obtenus **Figure II.1.**



Figure II.1 : la zéolite à l'état naturelle

La composition chimique de la zéolite et sa composition minéralogique sont données dans le **Tableau 1** et la **figure II.2** respectivement.

Tableau 1 : La composition chimique de la zéolite

Elément	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	Argile
%	64.81	15.58	2.68	2.85	0.51	0.18	3.00	3.72	7.03

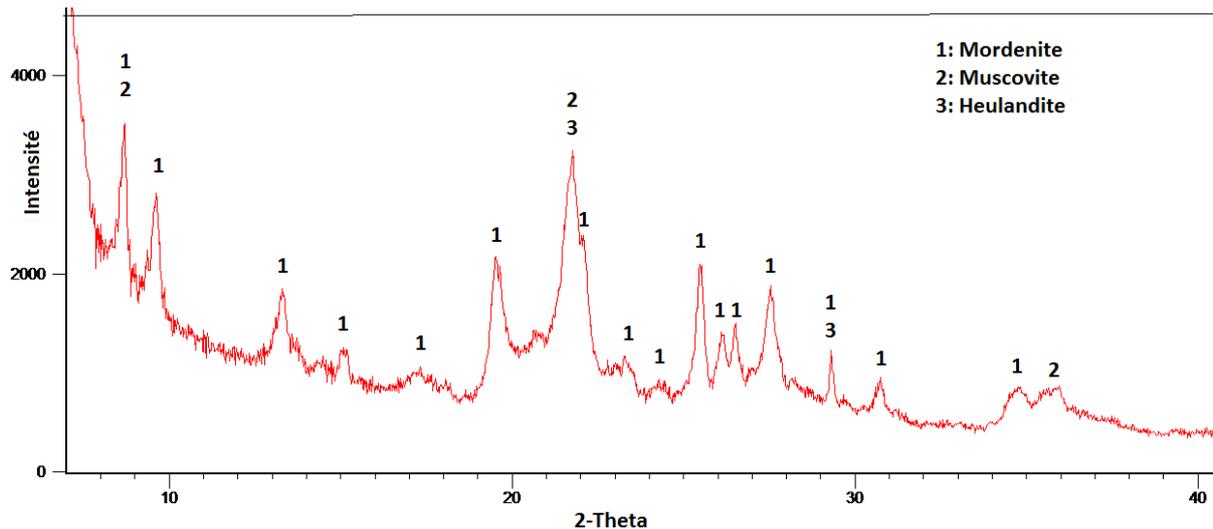


Figure II.2: diffractogrammes de la zéolite

II.2. 1.1. Situation géographique et administrative du gisement de zéolite :

Comme mentionné précédemment, notre matériau provient du gisement de tuf situé sur le territoire de la commune de Tinebdhar, Daïra de Sidi Aïch dans wilaya de Bejaia. Il est situé sur la rive gauche (ouest) de l'oued Remila, à 1700 m de la piste au nord de la route nationale RN 26 reliant El Kseur et Sidi Aïch (voir **figure II.3**). Le gisement est adjacent à une carrière d'argile en exploitation dans la région. Une piste mène à cette carrière d'argile en passant par l'Oued Remila. Le gisement de tuf est accessible par la même piste courant vers le nord le long de la rive droite de l'oued remila.



Figure II.3 : localisation du gisement de tuf de tinebdhar via google earth

II.2.1.2. Préparation de la zéolite :

La finesse de la zéolithe joue un rôle très important dans l'optimisation de son activité pouzzolanique et de développement de la résistance mécanique. Afin de répondre à cette caractéristique, nous avons procédé à la réduction de la granulométrie du matériau reçus en vrac sous forme de blocs par les procédés suivants : concassage, broyage et tamisage.

II.2.1.3. Concassage :

Le concassage est l'opération qui permet la réduction granulométrique des matériaux, autrement dit, la diminution de la taille des éléments qui constituent les matériaux en cours d'élaboration, avec un outil (marteau, pilon).



Figure II.4 : Concassage manuel des roches de zéolite

II.2.1.4. Etuvage:

Pour éliminer toute humidité dans le matériau qui pourrait fausser l'expérience et ses résultats, nous avons placé le matériau concassé dans un four à 105°C pendant 24 heures, comme le montre l'image ci-dessous :



Figure II.5 : Etuvage du matériau utilisé

II.2.1.5. Broyage :

Le broyage est le processus de réduction de la taille des particules d'un matériau pour augmenter sa finesse. Cette procédure permettra à la zéolite étudiée dans ce travail de réagir plus rapidement ou plus efficacement, ce qui affectera favorablement leur réactivité pouzzolanique. Le processus de broyage est effectué avec un broyeur électrique, comme illustré à la figure II.6 :



Figure II.6 : broyeur électrique

II.2.1.6. Tamisage :

Afin d'obtenir un matériau à particules très fines et homogènes, qui a également un effet sur la structure chimique du matériau, nous tamisons le matériau obtenu après broyage. Cette opération est réalisée manuellement avec un tamis de diamètre $63\mu\text{m}$. après cette procédure on peut utiliser notre zéolite dans les différents essais.



Figure II.7 : tamis 63 um et la méthode de tamisage

II.2.2. Sable :

Dans le présent travail on a utilisé un sable siliceux du sud d'Algérie, plus exactement de la wilaya de Tamanrasset. On a choisi ce type de sable pour sa composition proche du sable normalisé utilisé dans les laboratoires de recherches.

II.2.2.1. Préparation du sable :

- a) Le sable a été lavé à fin d'éliminer les particules argileuses et tous déchets qui se trouve sur sa surface ;
- b) Le sable lavé a été mis dans une étuve réglée à 105 °C pendant 24 heures pour éliminer toute trace d'humidité dans le matériau ;
- c) Le sable sec a été passé dans une série de tamis qui varie de 2, 1.6, 1 , 0.5, 0.16 à 0.08 mm ;
- d) Prendre une quantité de chaque fraction de sable proche de celle qu'on trouve dans un sac de sable normalisé de 1350 gr. Ce n'est qu'après cette procédure qu'on peut qualifier notre matériau de prêt à être utiliser.

II.2.3. La chaux éteinte :

Les chaux éteintes en poudre résultent d'une extinction en usine. Sur la chaux vive on pulvérise l'eau juste nécessaire à la réaction chimique d'extinction. Cette base peu corrosif, très peu soluble dans l'eau est constituée d'hydroxyde de calcium ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) nommée (portlandite) à plus de 98%.

La composition minéralogique de la chaux est donnée dans la figure II.8 suivante.

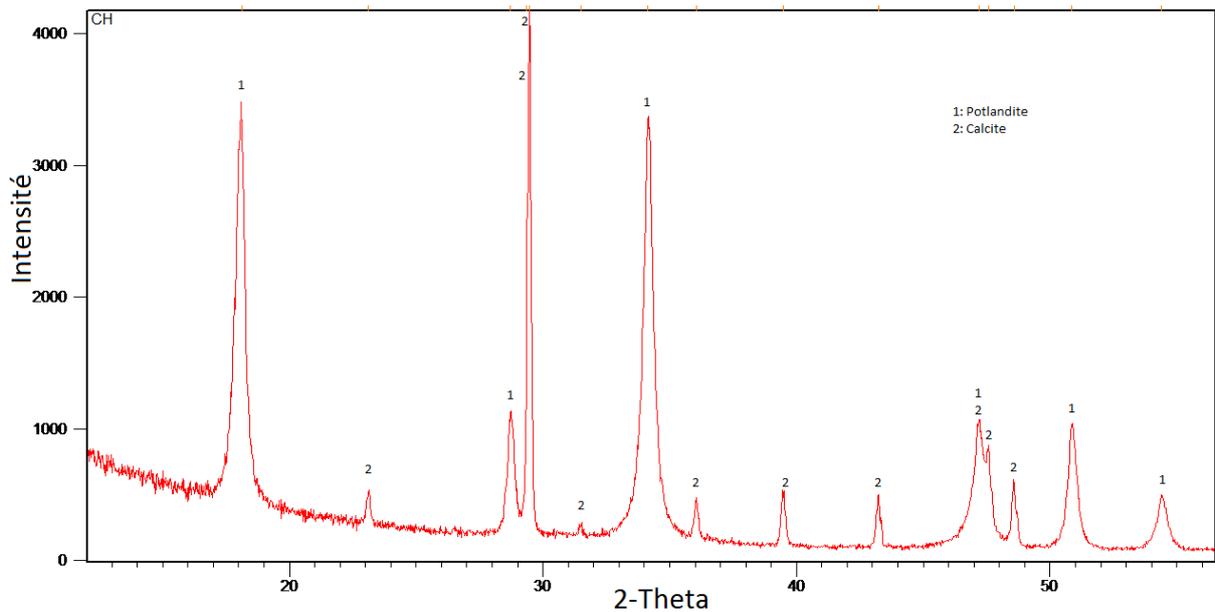


Figure II.8 : diffractogramme de la chaux éteinte

II.3. Solutions alcalines

II.3.1. Hydroxyde de sodium:

Les solutions alcalines de NaOH de concentration 8, 10 et 12 % servant d'activateurs ont été préparées par dissolution de pastilles de NaOH dans l'eau. Le NaOH utilisé pour les pâtes et les mortiers présente une composition chimique de 99% en NaOH (figure II.9).

II.3.2. Silicates de sodium :

Le silicate de sodium est une substance chimique de formule Na_2SiO_3 , inodore, de couleur blanche et très soluble dans l'eau. C'est une base forte formant des solutions très alcaline, corrosives pour la peau et les muqueuses (figure II.9).

Les solutions alcalines de Na_2SiO_3 de concentration 0.5, 1.5 et 2.5 mol servant d'activateurs ont été préparées par dissolution des cristaux de Na_2SiO_3 dans l'eau.

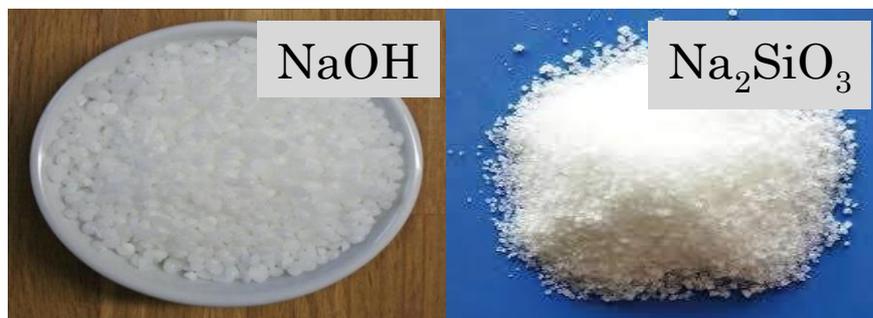


Figure II.9 : activateurs alcalins

II.4. Caractérisation des matériaux utilisés

II.4.1. Analyse granulométrique (NF P 94 -056)

L'analyse granulométrique permet de déterminer la grosseur des grains d'un matériau et le pourcentage des grains de chaque grosseur. L'essai consiste à fractionner au moyen d'une série de tamis un matériau en plusieurs classes granulaires de tailles décroissantes. Les dimensions de mailles et le nombre de tamis sont choisis en fonction de la nature de l'échantillon et de la précision attendue. Les masses des différents refus ou celles des différents tamisât rapportées à la masse initiale du matériau, les pourcentages ainsi obtenus sont exploités, soit sous leur forme numérique, soit sous une forme graphique (courbe granulométrique)[27]

Le but d'essai détermine la grosseur, forme de granulats constituant les échantillons.

On appelle :

- refus** sur un tamis : la quantité de matériau qui est retenue sur le tamis.
- **tamisât** (ou passant) : la quantité de matériau qui passe à travers le tamis.

Le sable a subi un tamisage sous une série de tamis qui varie de 2 mm, 1.6 mm, 1 mm, 0.5 mm, 0.16 mm à 0.08 mm. La distribution granulométrique du sable est donnée dans la **figure II.10** suivante.

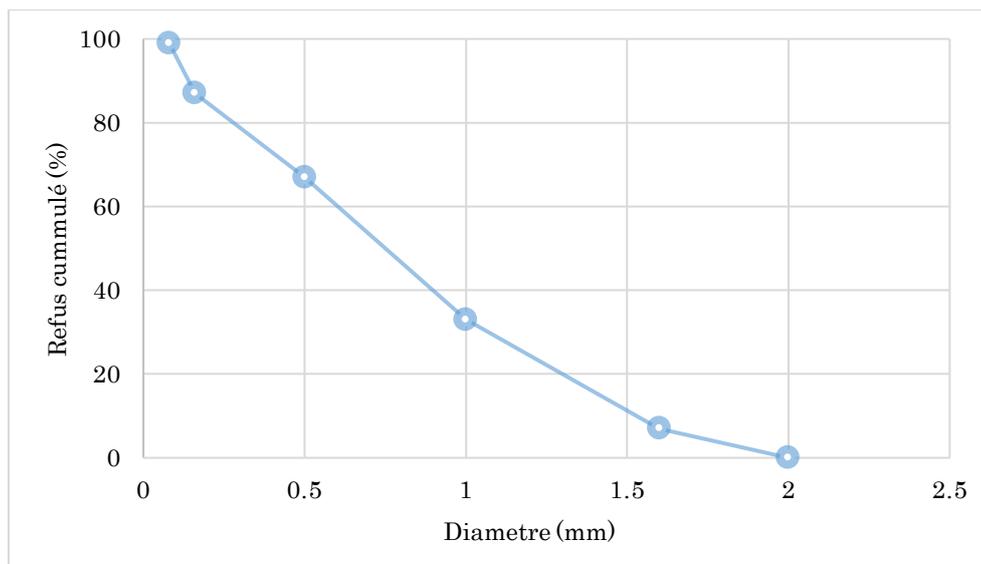


Figure II.10 : Courbe granulométrique du sable.

II.4.2. Module de finesse :

$$MF = \frac{1}{100} \sum \text{refus cumulés en \% des tamis}$$

MF = 2.011 donc le sable est à majorité de grains fins.

II.5. Masse volumique absolue des fines (NF P18-558) :

La masse volumique absolue ρ_s est la masse par unité de volume de la matière qui constitue le granulat, sans tenir compte des vides pouvant exister dans ou entre les grains. Il ne faut pas confondre ρ_s avec la masse volumique ρ qui est la masse de matériau par unité de volume, celui-ci intégrant à la fois les grains et les vides. L'essai de la masse volumique absolue doit être réalisé selon la norme P18-558[25]. Les masses volumiques s'expriment en t/m^3 , en kg/m^3 , ou en g/cm^3 .

Cet essai a pour but de permettre de connaître la masse d'une fraction granulaire lorsque par exemple on élabore une compression de béton. Ce paramètre permet, en particulier, de déterminer la masse ou le volume des différentes classes granulaire malaxées pour l'obtention d'un béton dont les caractéristiques sont imposées.

L'essai consiste à:

- Peser le pycnomètre, muni de son bouchon soit M_p sa masse.
- Introduire la prise d'essai dans le pycnomètre, peser à nouveau, soit M' cette masse.
- La masse de la prise d'essai et la suivant : $M = M' - M_p$.
- Ajouter dans le pycnomètre de l'eau distillée 2/3 de sa hauteur. Agiter pendant 1h.
- Mettre le pycnomètre sous vide, tout en l'agitant pendant 1h.
- Laisser reposer quelques heures pour que le liquide surnageant ne présente qu'un léger trouble.
- Compléter lentement le remplissage du pycnomètre, poser le bouchon et éliminer le liquide en trop.
- Peser le pycnomètre soit M'_1 cette masse
- Vider le pycnomètre, le nettoyer, le sécher, le remplir avec de l'eau distillée. Peser cette masse soit M'_2 .

La masse volumique absolue se détermine par la formule suivante :

$$\rho = \frac{M}{M + M_2 - M_1} \rho_{eau}$$

Les résultats obtenus sur la poudre de zéolite sont donnés dans le tableau

suisant :

Tableau 2 : Résultat de la masse volumique absolue des fines.

	zéolite		chaux	
masse				
	Teste1	Teste2	Teste1	Teste2
M (gr)	10.01	10	10.02	10.04
M1 (gr)	158.83	158.76	158.90	158.86
M2 (gr)	153.09	153.17	153.17	153.17
$\rho(\text{gr/cm}^3)$	2.329355		2.317205	
D	2.335		2.325	

II.5.1. Masse volumique absolue du sable (NF P18-555) :

La masse volumique de sable a été calculée selon la norme 18-555[26]. L'essai consiste à :

La masse volumique absolue se détermine par la formule suivante : $\rho_a = \frac{Ma}{Ma - Ma'}$

Avec : Ma : la masse du matériau sec

Ma' : la masse du matériau humide

Après l'expérience on a trouvé les résultats suivants :

Tableau 3 : résultats de la masse volumique absolue de sable

Masse en gr	sable	
Test	Test 1	Test 2
Ma	71.17	71.17
Ma'	43.36	43.83
ρ_{a2} gr/cm ³	2.56	2.60
ρ_{moy}	2.58	

- La teneur en eau: $W = 100 \frac{M - Ms}{Ms}$

Chapitre II : Matériaux et méthodes

M : la masse initiale de sable

Ms : la masse de sable sèche

$$W = 100 \frac{163.37 - 162.95}{162.95} = 25 \%$$

II.6. Quantité d'eau nécessaire pour une consistance normalisée

Conformément à la norme NF EN 196-3[28], la consistance de la pâte détermine sa plus ou moins grande fluidité. Le but est de définir une telle consistance dite normalisée qui donnera une pâte ayant une quantité d'eau adéquate pour l'hydratation des liants.

La consistance est évaluée en mesurant l'enfoncement dans la pâte, d'une tige cylindrique sous l'effet d'une charge constante. L'enfoncement est d'autant plus important que la consistance est plus fluide. La consistance évaluée de cette manière sera appelée « CONSISTANCE VICAT».

Nous avons préparé une pâte en mélangeant 450 g de zéolite avec 225 g d'eau, le rapport E/L étant de 0.5 (comme rapport de départ). On verse l'eau dans la cuve du malaxeur contenant la zéolite sur un intervalle de temps bien précis, comme l'indique le tableau ci-après :

Tableau 4 : procédure de malaxage

Opération	Introduction du mélange	Introduction de l'eau	Mettre en marche	Raclage de la cuve	Mettre en Marche
Durée des opérations		5 à 10 s	90 s	15 s	90 s
Etat du malaxeur	Arrêt		Vitesse lente	Arrêt	Vitesse lente

Quatre minutes après le début du malaxage, la sonde est amenée à la surface supérieure de l'échantillon (moule tronconique) et on relâche sans élan. La sonde alors s'enfonce dans la pâte. Lorsqu'elle est immobilisée (ou après 30 s d'attente),

On mesure la distance d séparant l'extrémité de la sonde et de la plaque de base.

Cette distance (d) caractérise la consistance de la pâte étudiée et doit être comprise entre 5 et 7 mm (figure II.12).

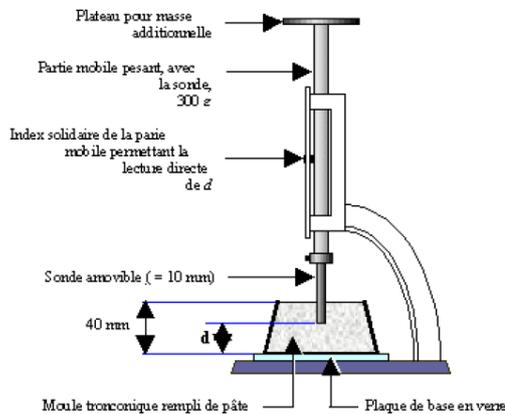


Figure II.12 : mesure de la consistance normalisée par l'appareil Vicat
Après plusieurs mesures de d sur les pâtes zéolite+eau, on a opté pour un rapport $E/Z=1$ qui répond à l'exigence de la norme EN196-3.

II.7. Préparation et conservation des mortiers:

II.7.1. Mortier géopolymère sans la chaux éteinte

Le ciment habituellement utilisé dans la formulation des mortiers standards est entièrement substitué par la zéolite dans la préparation des mortiers géopolymères, le rapport eau/ciment de 0,5 dans les mortiers standard est remplacé par un rapport eau/zéolite qui est pris égale à 1. Ce rapport a été obtenu par la recherche de la quantité d'eau nécessaire pour une pâte de consistance normalisée.

Les paramètres variables dans cette formulation sont les taux des activateurs alcalin. Les quantités d'activateurs alcalin relatives à chaque pourcentage de NaOH et à chaque concentration molaire de Na_2SO_3 pour un moule à trois prismes de $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ sont les suivantes :

- Le pourcentage de NaOH : 8% (36g), 10% (45g), 12% (54g).
 - La quantité d'eau : 414g d'eau pour 8% d'activateur chimique, 405g d'eau pour 10% et 396g d'eau pour 12%.
- LeNa_2SO_3 :

Chapitre II : Matériaux et méthodes

- La quantité utilisée : 0,5 mol, 1,5mol, 2,5mol
- Les masses nécessaires pour les trois valeurs : 7,47 g pour 0,5mol de Na_2SO_3 , 22,4 g pour 1,5 mol, 37,38 pour 2,5 mol .

Les formules utilisées pour le calcul des masses de Na_2SiO_3 :

Le nombre de moles : $C = n / V$ donc $n = C * V$ (mol)(1)

Calcul de la masse : $n = m / M$ donc $m = M * n$ (2)

On remplace (1) dans 2 formule on trouve $m = M * C * V$

Dans notre cas on a : $M = 126,06$ g/mol ; $C = 0,5$ mol ; $V = 0,12236$ l

II.7.2. Mortier géopolymère contenant la chaux éteinte

Nous avons fixé la quantité de la zéolite égale à celle de la chaux, soit 225 g de zéolite et 225 g de chaux dans chaque moule.

Le pourcentage de NaOH et la concentration molaire de Na_2SO_3 , sont pris identiques aux mortiers géopolymère sans l'emploi de la chaux.

II.8. Conservation des mortiers :

- Après préparation et malaxage des mortiers, nous avons pris des moules prismatiques $4 \times 4 \times 4$ cm³ bien nettoyés et huilés.
- Nous avons ensuite rempli les moules en 3 couches en exerçant un compactage pour éviter les vides, avoir un échantillon homogène et bien mis en place.
- Après avoir rempli les moules, nous avons arasé à l'aide d'une règle la partie supérieur de moule, ensuite nous avons divisé chaque un en 4 cubes de $4 \times 4 \times 4$ cm³ (figure II.1311).



Figure II.13 : moules couverts avec du papier transparent

II.9. Méthodes expérimentales :

II.9.1 Détermination de la stabilité (le chatellier)

On a réalisé cet essai selon la norme NF EN 196-3 P15-473 [28] en suivant les étapes ci-dessous :

- Préparer une pâte de zéolite de consistance normalisée avec un rapport $E/Z=1$;
- Placer un moule Le Chatelier légèrement huilé sur la plaque inférieure légèrement huilée et le remplir sans tassement;



Figure II.14 : moule utilisé pour mesurer le gonflement.

- Mettre l'appareil sur la paillasse du laboratoire à température ambiante pendant 24h;
- Au bout de 24h, mesurer à 0,5 mm près l'écartement e_1 entre les pointes des aiguilles;
- Mettre l'échantillon dans un bain d'eau muni d'un moyen de chauffage jusqu'à ébullition et maintenir le bain d'eau à la température d'ébullition pendant $3h \pm 5min$;

- Au bout de 3h, laisser le moule refroidir jusqu'à 20°C.
- Mesurer à 0,5 mm près la distance e_2 entre les pointes des aiguilles.
- Calculer à 0,5 mm près la moyenne de deux valeurs de $e_2 - e_1$.

II.9.2. Prédiction de la réaction pouzzolanique par l'essai Chapelle :

L'essai de chapelle fait l'objet d'un contrôle de la réaction pouzzolanique. Le but de l'essai consiste essentiellement à contrôler la réaction pouzzolanique en déduisant la quantité de la chaux ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) non-réagie avec la pouzzolane.

II.9.2.1 Préparation de la solution :

Pour parvenir à la réalisation de l'essai Chapelle, nous avons procédé à la préparation des solutions avec lesquelles nous allons remplir les bouteilles en polyéthylène qui résiste à des températures allant jusqu'à 120°C.

Nous avons rempli les bouteilles avec 100 g de l'eau distillée. Nous avons pesé en parallèle 0.5g de zéolite, 0.5g de chaux, aussi l'ensemble des activateurs chimiques selon les concentrations suivantes : 8%, 10% et 12% de la quantité d'eau utilisée, ce qui donne respectivement 8g, 10g et 12g de NaOH à l'aide d'une balance de haute précision. Pour le Na_2SiO_3 on a choisi les concentrations suivantes : 0.5mol, 1.5mol, 2.5mol, ce qui donne respectivement : 6.1 g, 18.3g et 30.52 g.

Une fois que nous avons accommodé les quantités nécessaires pour cet essai, nous avons procédé à l'introduction de la chaux dans les bouteilles remplies d'eau. Après agitation jusqu'à la dissolution totale de la chaux nous avons rajouté la zéolite, suivie de l'activateur alcalin, puis nous avons repris l'agitation jusqu'à l'obtention d'une solution homogène. Il est aussi important de noter que lors de l'agitation des solutions nous avons remarqué un gonflement des bouteilles contenant de la soude (NaOH), avec surélévation de leurs températures suivie d'une forte effervescence, choses aussi qui était constaté sur les bouteilles contenant les deux réactifs alcalin ($\text{Na}_2\text{SiO}_3 + \text{NaOH}$).

A la fin, nous avons mis les bouteilles dans un bain marie en les laissant bouillir pendant 16 heures (**Figure II.15**). Tenant compte de rajouter de l'eau bouillante au récipient à chaque fois que son niveau diminue à cause de la vaporisation de l'eau et il est aussi impératif de faire attention à ce que les bouteilles ne touchent pas la surface intérieure du bain.



Figure II.15: bouteille en polyéthylène contenant l'échantillon dans un bain marie.

Titrage par EDTA :

Après ébullition pendant 16h, les solutions sont filtrées, puis récupérées pour être titrée ultérieurement à l'EDTA (Acide Ethylène Diamine Tétracétique).

Pour déterminer la concentration en ions calcium dans la solution filtrée on utilise une réaction de complexation avec l'ion EDTA. Le dosage s'effectue à partir du sel disodique de l'EDTA en milieu tamponné à pH 10, le pH auquel on observe de bons résultats expérimentaux.

Les complexes de l'EDTA avec les ions Ca^{+2} ne sont pas colorés. Afin de détecter l'équivalence, on complexe les ions Ca^{2+} contenus dans la solution filtrée par le noir d'ériochrome (NET), donnant des complexes colorés mais moins stables qu'avec l'EDTA. Lors de l'ajout de la solution titrante d'EDTA, le NET est progressivement libéré jusqu'à l'équivalence où il est libre en solution.

Le NET joue le rôle d'indicateur de fin de réaction. Il est violet en présence d'ions Ca^{2+} et bleu dans l'eau distillée ou déminéralisée.

Il est impératif lors de l'essai d'introduire les composés dans l'ordre suivant :

- Introduire un volume de la solution à tester dans un bécher
- Ajouter quelques gouttes de la solution tampon (tampon ammoniacal pH= 10) qui maintien le pH de la solution proche de 10.
- Ajouter quelques gouttes de NET.
- Puis doser cette prise d'essai à l'aide de la solution d'EDTA (0,1mol/l) placée dans la burette jusqu'au virage de la solution du rouge au bleu.

Chapitre II : Matériaux et méthodes

- Répéter l'essai au moins deux fois pour avoir une bonne précision

La concentration en chaux de la solution titrée est ensuite déduite de la formule

$$C_1 V_1 = C_2 V_2. \quad C_1 = \frac{C_2 \cdot V_2}{V_1}$$

La masse de Ca(OH)_2 présente dans la solution est déduite des expressions suivantes:

$$C_1 = \frac{\text{masse de Ca(OH)}_2}{\text{Masse molaire de Ca(OH)}_2} \times \frac{1}{\text{Volume de solution}}$$

Donc :

$$m = C_1 \times M \times V_1$$

Avec : C_1 : concentration de Ca(OH)_2 dans la solution.

C_2 : concentration de la solution de l'EDTA (0,1 mol/l)

V_1 : volume de la solution titrée.

V_2 : volume de l'EDTA versé dans la solution.

m : masse de Ca(OH)_2 non réagi dans la solution.

M : masse molaire de Ca(OH)_2 égale à 74.093g/mol.

II.10. La diffraction des rayons X (DRX):

Complément indispensable de l'analyse chimique élémentaire dans le cadre de l'identification de composés, la diffraction X permet la caractérisation fine des matériaux cristallisés massifs ou sous forme de poudre : métaux, minéraux, céramiques, matériaux métallo-organiques...etc.

Les rayons X sont diffusés sans perte d'énergie par des particules de la matière chargée électriquement et principalement par les électrons. Dans les solides cristallins. Où les particules sont disposées de façons périodique, la quantité de rayonnement diffusé n'est importante que dans les directions pour les rayons diffusés sont en phase. On dit alors qu'il y a diffraction.

L'observation d'un rayonnement diffracté est donc soumise à des conditions relatives à l'existence d'interférence constructives ou cohérence. La loi de Bragg établit la condition essentielle à la diffraction à savoir : deux rayons diffusés par un cristal sont en égale à n fois (n =nombre entier) leur longueur d'onde :

$$2 d \sin \theta = n \lambda \dots\dots\dots(I)$$

Avec :

- λ : longueur d'onde de rayonnement utilisé ;

- θ : l'angle de réflexion ;
- d : distance réticulaire entre deux plans atomique adjacents d'une même famille.
- n : l'ordre de réflexion.
- Cette relation à partir des valeurs de l'angle d'incidence de déterminer les équidistances des différentes familles de plans caractéristique du matériau analysé.

II.10.1. Préparation de la pastille :

Une fois la poudre est broyée, et à l'aide d'une pastilleuse nous avons réalisées une pastille de 13 mm de diamètre et 1 mm d'épaisseur environ, pour l'analyse on a utilisé Le diffractomètre de la compagnie PANalytical, es données sont traitées à l'aide du logiciel X'Pert HighScore pour l'identification des pics.



Figure II.16 : le diffractomètre utilisé pour la DRX

II.11. Analyse par spectrométrie infrarouge (IRTF) :

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier est une technique utilisée pour obtenir le spectre d'absorption, d'émission, la photoconductivité ou la diffusion Raman dans l'infrarouge d'un échantillon solide, liquide ou gazeux [29].

Chapitre II : Matériaux et méthodes

Un spectromètre IRTF permet de collecter simultanément les données spectrales sur un spectre large. Ceci lui confère un avantage significatif sur les spectromètres à dispersion qui ne peuvent mesurer l'intensité que dans une gamme réduite de longueurs d'onde à un instant donné.

Un faisceau est produit à partir d'une source de lumière à large bande, contenant l'ensemble du spectre des longueurs d'onde à mesurer, chaque longueur d'onde se trouve périodiquement bloquée ou transmise par l'interféromètre, par interférences. Différentes longueurs d'onde sont ainsi modulées à des vitesses différentes, de sorte que, à chaque instant, le faisceau sortant de l'interféromètre possède un spectre différent.

Un traitement par ordinateur est nécessaire pour convertir les données brutes en données directement exploitables (lumière absorbée en fonction de la longueur d'onde).

II.11.1 Matériel :

Les échantillons sont analysés par spectrométrie infra-rouge à transformée de Fourier (IRTF) en mode transmission avec un spectromètre de marque IRAffinity-1 shimadzu (**Figure II.17**).



Figure II.16 : appareil d'IRTF de l'université de Bejaia

II.11.2. Méthode d'analyse

Les matériaux et les échantillons récupérés après l'écrasement sont broyés à une granulométrie de 80µm.

Les poudres sont mélangées avec du KBr (bromure de potassium) et analysées en pastilles préparées comme suit :

On pèse 80mg de KBr mélangé avec 2mg de la poudre qu'on souhaite testé (**Figure**

II.18) ensuite on broie les deux ensemble, puis on forme des pastilles avec des moules spéciales sous une pression exercé par une presse manuelle et une pompe aspiratoire qui dégage l'air de ces moules (**figure II.19**).



Figure II.18 : KBr + poudre à tester pesés sur une balance de précision 0.0001 gr



Figure II.19 : système moule +presse pour former une pastille

II.12. Résistance à la compression :

La résistance à la compression (R_c) est mesurée suivant la norme EN 196 1 et effectuée sur des cubes de mortiers de $4 \times 4 \times 4 \text{ cm}^3$ âgées de 7 jours et 28 jours et maintenues dans une étuve réglée à $40 \text{ }^\circ\text{C}$. L'essai consiste à placer l'éprouvette sur le plateau d'une presse électrohydraulique puis soumettre une charge continue et progressive jusqu'à l'écrasement. La résistance à la compression est le quotient de la charge maximale supportée par l'éprouvette au cours de l'essai par sa section

initiale. Pour chaque formulation, la résistance obtenue est la moyenne des essais effectués sur trois éprouvettes. En désignant par **b** l'arrête (mesuré avec le pied à coulisse) de l'éprouvette cubique de 4x4x4 cm³.

Les échantillons sont rompus en compression où F_c est la charge de rupture. La contrainte de rupture est donnée par l'expression : $R_c = F_c / b^2$ (N/mm²).

La résistance de liant à l'âge considéré est la moyenne de trois résultats obtenus pour chaque échantillon.

II.12. Conclusion :

Ce chapitre est une introduction à notre partie pratique sur les géopolymères et leurs techniques de caractérisation. En effet, les matières premières ainsi que les géopolymères synthétisés ont subi différentes caractérisations à savoir, la granulométrie, diffractométrie des rayons X, la spectroscopie infrarouge (FTIR), l'analyse ainsi que les essais physiques et mécaniques.

Chapitre III : Résultats et discussion

III.1 .Introduction :

Dans ce chapitre on présente les résultats des essais exposés dans le chapitre précédent, ainsi que leurs discussions afin d'atteindre notre objectif dans cette recherche et donner des propositions pour améliorer ces résultats.

III.2. Détermination de la stabilité :

Le but principal de cet essai est de vérifier la possibilité de gonflement tardif dû à l'hydratation des oxydes de calcium ou de magnésium, on a vérifié le gonflement de tous les échantillons de pâtes contenant la zéolite combinée ou non avec la chaux.

Les résultats de l'essai sur les pâtes de zéolite/chaux sont donnés dans la figure III.1:

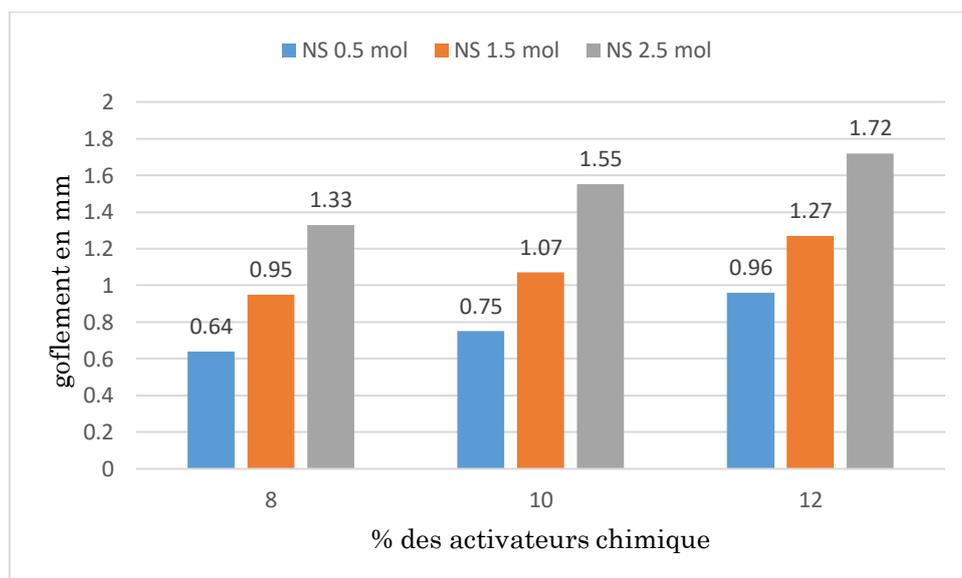


Figure III.1 : Les résultats de l'essai de stabilité des échantillons de zéolite+chaux.

D'après la figure III1 nous constatons que :

- L'expansion d'un même échantillon dépend et varie selon la variation des pourcentages des réactifs utilisés lors de la préparation de la pâte.
- le gonflement de tous les échantillons ne dépasse pas 10 mm. Cette valeur limite (10 mm) représente l'expansion maximale autorisée par la norme NF EN 197-1 [30].

Chapitre III : Résultats et discussions

- L'augmentation des concentrations des réactifs alcalins NaOH (NH) et Na_2SiO_3 (NS) engendre des augmentations de volume des échantillons tel que le montre la **Figure III.1**.

Les résultats de l'essai de stabilité pour les échantillons de zéolite seule sont représentés graphiquement dans la **figure III.2** :

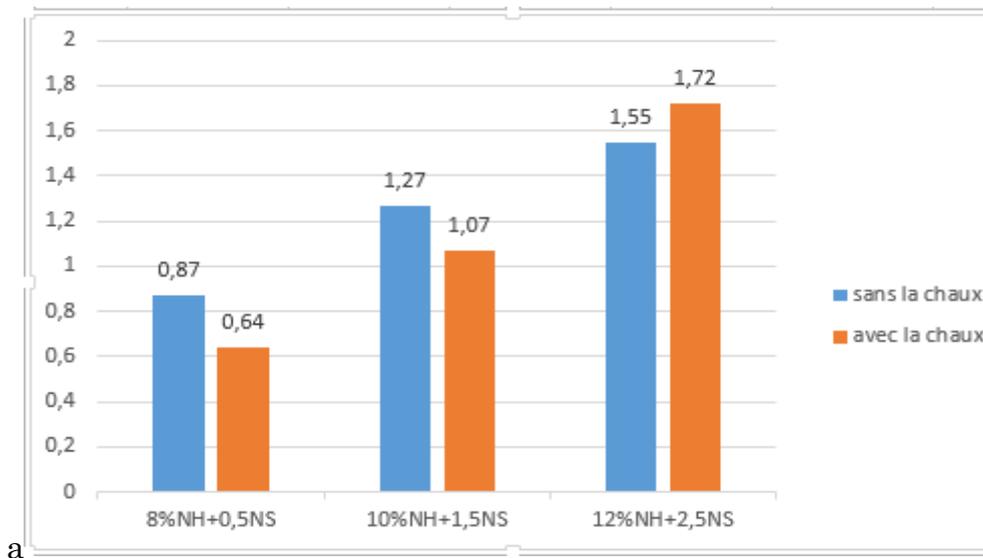


Figure III.2 : les résultats de l'essai de stabilité pour les échantillons de zéolite sans et avec chaux

Après comparaison des deux graphes on remarque que la chaux favorise le gonflement des pâtes dans pourcentage 12% NH +2.5 NS par contre dans les deux autres échantillons on voit que le gonflement est plus important pour les échantillons sans la chaux.

D'après des travaux sur la stabilité des pâtes géopolymères ont confirmé que le pourcentage de NaOH joue un rôle dans le gonflement de ces pâtes [31].

III.3 Essai de Chapelle :

III.3.1 Mesures de PH :

Les résultats de mesure de pH sont récapitulés dans le tableau suivant :

Tableau 5: mesures de PH.

Echantillon	PH	Température de la solution
8% NH	9.97	29°C
8% NH+ 0.5 NS	9.97	29°C
8% NH+1.5 NS	9.97	29°C
8% NH+ 2.5 NS	9.97	29°C

Chapitre III : Résultats et discussions

12%NH	9.97	28.7
12% NH+ 0.5 NS	10.01	28.4
12% NH+ 1.5 NS	10.01	28.7
12% NH+ 2.5.5 NS	9.97	28.7

- après avoir mesuré le pH on a ajouté quelques gouttes de la solution tampon (tampon ammoniacal pH= 10) qui maintien le pH de la solution proche de 10.

III.3.2 Titrage par EDTA:

Les résultats de l'opération de titrage per l'EDTA sont donnés dans le tableau suivant :

Tableau 6 : résultats du titrage.

ECHANTILLON	C ₁ (mol.l ⁻¹)	V ₁ (ml)	C ₂ (mol.l ⁻¹)	V _{2Moy} (ml)	M(mg)
1) 8% NH	1.1475	1	0.05	22.95	85.022
2) 8% NH+0.5NS	1.155	1	0.05	23.1	85.577
3) 8% NH+1.5NS	1.475	1	0.05	29.5	109.287
4) 8% NH+2.5NS	1.6175	1	0.05	32.35	119.845
5) 12% NH	1	1	0.05	20	74.093
6)12% NH+0.5NS	2.0375	1	0.05	40.74	150.964
7)12% NH+1.5NS	1.3225	1	0.05	26.45	97.987
8)12% NH+2.5NS	1.975	1	0.05	39.5	146.334

Nous avons constaté dans ce tableau (**Tableau 5**) que le volume de la solution de l'EDTA ajouté aux différentes solutions pour atteindre le point d'inflexion varie d'une solution à une autre. Nous avons enregistré un volume important dans la solution contenant quantité importante d'activateur chimique (pour les solutions qui contient 12% de NH), cela peut être expliqué par le fait que ces solutions soit basique. Par contre le point d'inflexion est rapidement obtenu vu le volume minuscule de l'EDTA versé dans la solution contenant 8% NH.

III.3.3. Quantité de chaux réagie et non-réagie :

Après un calcul avec la méthode expliquée auparavant dans le chapitre II, nous avons obtenu les quantités de chaux exprimées en pourcentage (%) en fonction de différentes concentrations. Les résultats des calculs sont inscrits sur le tableau ci-dessous (**Tableau 7**).

Tableau 7 : Pourcentage de Ca(OH)_2 réagie et non réagie

ECHANTILLON	% de Ca(OH)_2 réagie	% de Ca(OH)_2 non réagie
1) 8% NH	91.498	8.502
2) 8% NH+0.5NS	91.442	8.558
3) 8% NH+1.5NS	89.771	10.929
4) 8% NH+2.5NS	88.015	11.985
5) 12% NH	92.591	7.409
6) 12% NH+0.5NS	84.904	15.096
7) 12% NH+1.5NS	90.201	9.799
8) 12% NH+2.5NS	85.367	14.633
9) Eau seule	85.367	14.633

III.3.4 Interprétation des résultats :

Nous constatons que le taux de chaux réagie dans les échantillons contenant uniquement le NH est très important estimé à plus de 90%. D'après le tableau 6 on voit bien que dans les solutions 1, 2, 5 et 7, le pourcentage de la chaux réagie dépasse celui de la solution 9 (sans activateur chimique) et franchie la barre de 90 %. De là, on peut dire que le NH accélère la réaction chimique entre la chaux avec la zéolite.

L'ajout du silicate de sodium à l'hydroxyde de sodium dans les solutions 3, 4, 6 et 8, a enregistré une diminution du taux de la chaux par rapport aux solutions ne contenant que l'hydroxyde de sodium seul, ce qui signifie que cet activateur a retardé la réaction de chaux avec la zéolite.

III.4. Analyse du géopolymère synthétisé par la technique Infrarouge

La technique Infrarouge (IRTF) a été utilisée pour analyser les mortiers du géopolymère à la base de zéolite+ chaux après 28 jours de durcissement à 40 °C. Les résultats de l'analyse de cet essai sont donnés dans les figures suivantes :

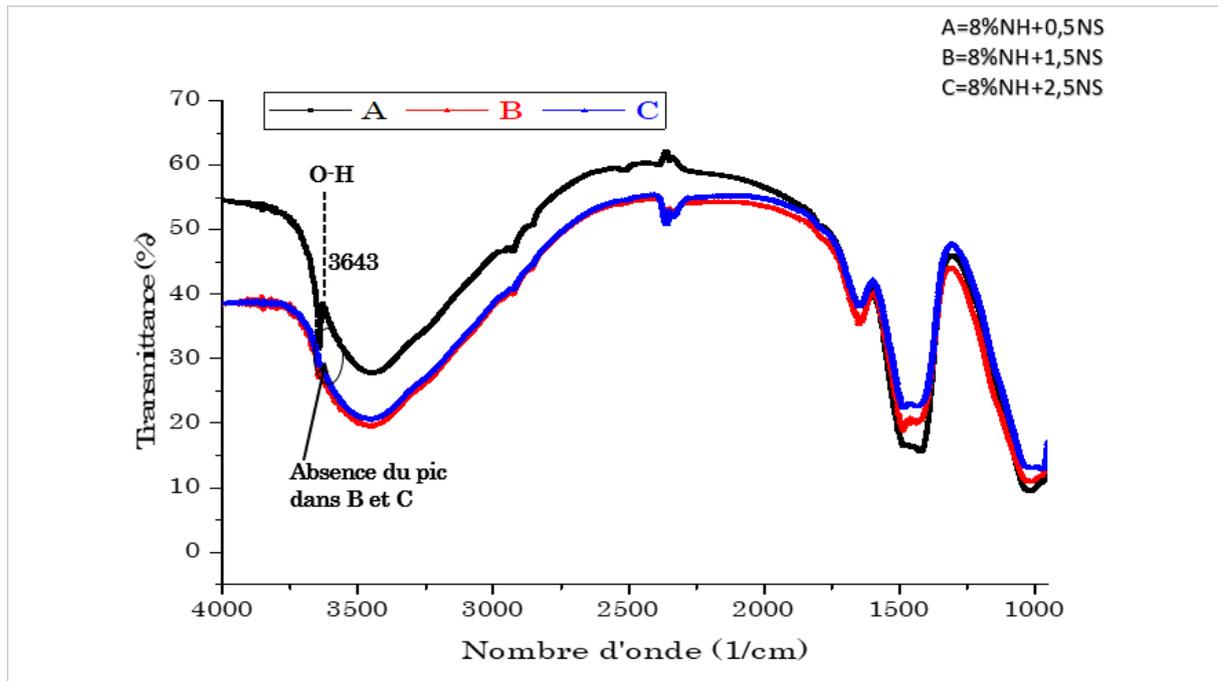


Figure III.3 : spectre infrarouge des mortiers contenant 8% de NH et (0.5, 1.5, 2.5) NS à 28 jours

En comparant le spectre IRTF des trois échantillons A, B et C, on a constaté que le comportement vibratoire des trois échantillons est presque identique. D'ailleurs, on a enregistré un pic de vibration de la liaison O-H dans le spectre A qui correspond à la présence d'hydroxyde de calcium (Ca(OH)_2) caractérisée par une bande fine à 3643 cm^{-1} [32]. Cependant, dans les spectres B et C on remarque une absence totale du pic de O-H. Ceci signifie que l'augmentation de la concentration de NS favorise la consommation de la chaux par la zéolite via la réaction pouzzolanique.

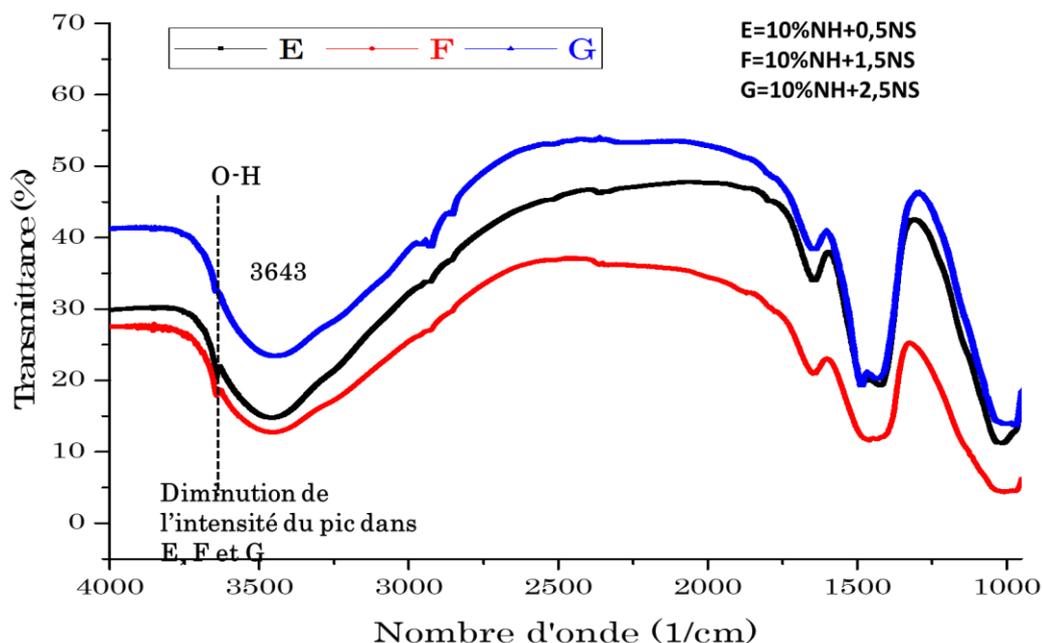


Figure III.4 : spectre infrarouge des mortiers contenant 10% de NH et (0.5 ,1.5 ,2.5) NS à 28 jours

Sur la figure III.4, on peut observer une grande ressemblance entre les trois spectres des échantillons E, F et G. En comparant ces spectres à ceux présentés dans la figure II.3, on remarque une nette diminution de l'intensité du pic de la liaison O-H à 3643 cm^{-1} . La consommation de l'hydroxyde de calcium a été favorisée par l'augmentation de la concentration de NaOH à 10%.

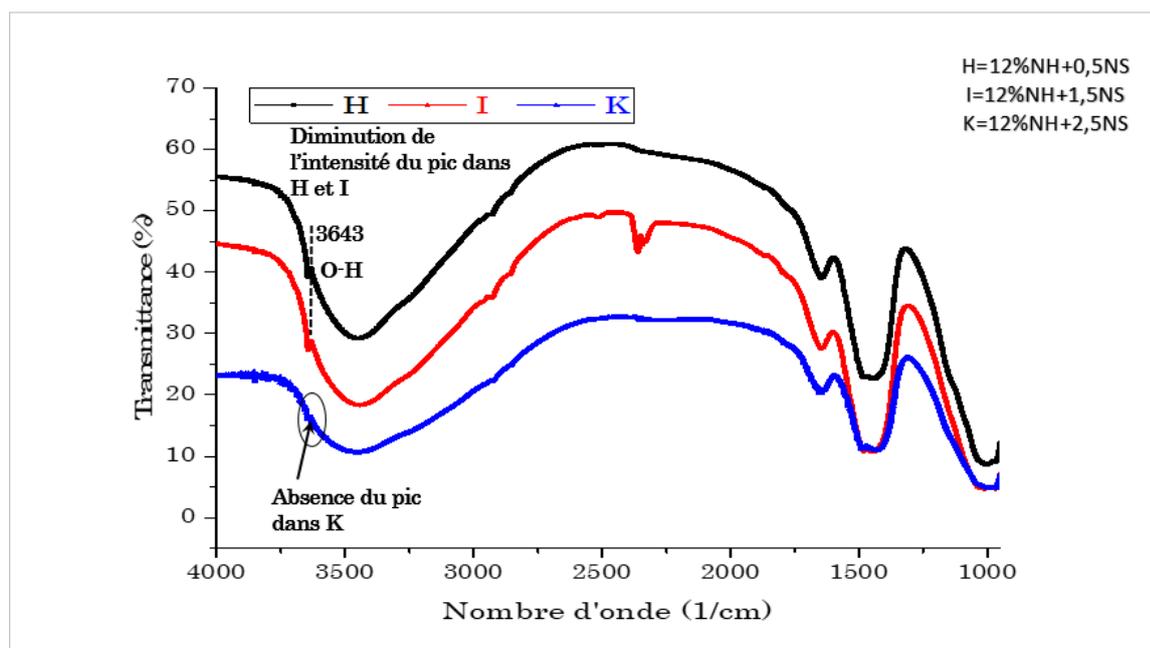


Figure III.5 : spectre infrarouge des mortiers contenant 12% de NH et (0.5 ,1.5 ,2.5) NS à 28 jours

D'après la figure III.5, on remarque une diminution de l'intensité du pic de la liaison O-H à 3643 cm^{-1} dans les spectres H et I et une absence totale dans le spectre K. La consommation de l'hydroxyde de calcium a été favorisée par l'augmentation de la concentration de NS.

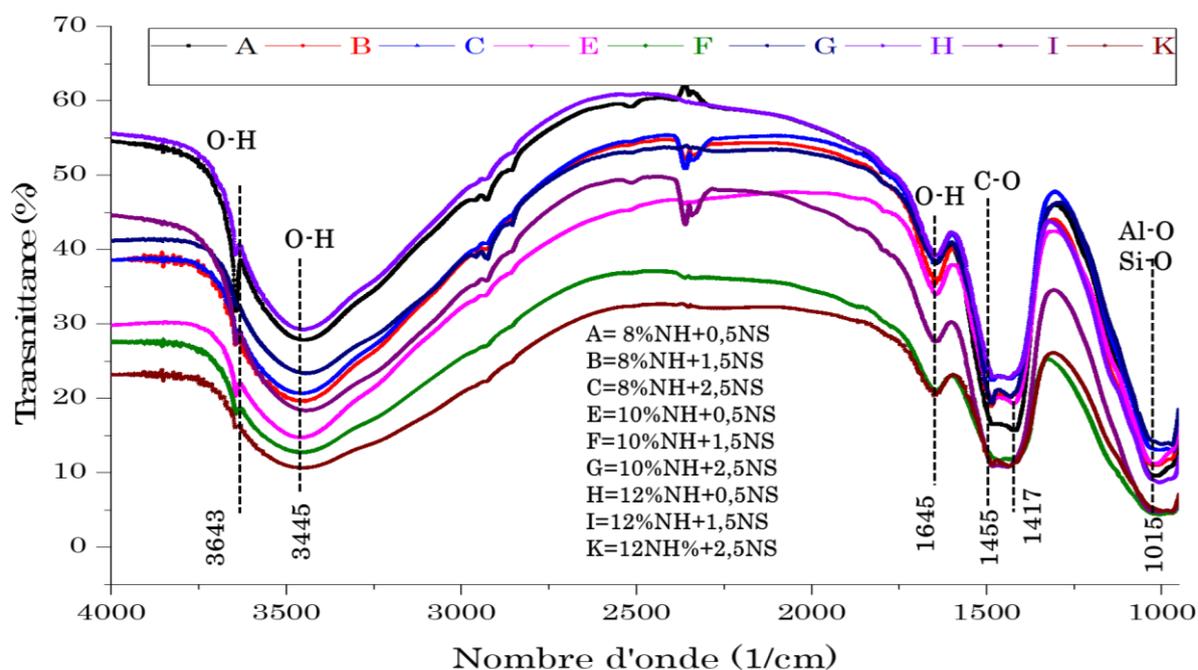


Figure III.6 : spectre infrarouge combiné.

De la figure III.6, on remarque que la totalité des spectres sont identiques. En effet, on remarque dans tous les échantillons, une présence de l'hydroxyde de calcium marquée par la vibration fine de la liaison O-H à 3643 cm^{-1} . Les bandes à 3445 cm^{-1} et 1417 cm^{-1} indiquent la formation de silicates de calcium hydratés (C-S-H) [32]. A 1455 cm^{-1} on a enregistré une vibration intense de la liaison C-O qui indique la présence du carbonate de calcium (CaCO_3), dû à la carbonatation de la portlandite lors du malaxage [33,34]. L'apparition d'une bande à 1645 cm^{-1} justifiée la formation des silicates de calcium hydratés (C-S-H) liée aux mouvements des groupes O-H dans les molécules d'eau. Le pic large et fort qui apparaît à environ 1015 cm^{-1} peut être attribué à l'étirement asymétrique des liaisons Al-O et Si-O provenant de tétraèdres individuels libres. Ce pic est la principale empreinte digitale des matériaux géopolymères [33, 35].

III.5 Analyse minéralogique par Diffractométrie des Rayons X (DRX) :

L'analyse par diffraction des rayons X effectuée sur les mortiers géopolymères formulés avec différents pourcentages d'activateurs chimique, donne les diffractogrammes présents dans la figure suivante, qui montre les intensités suivantes :

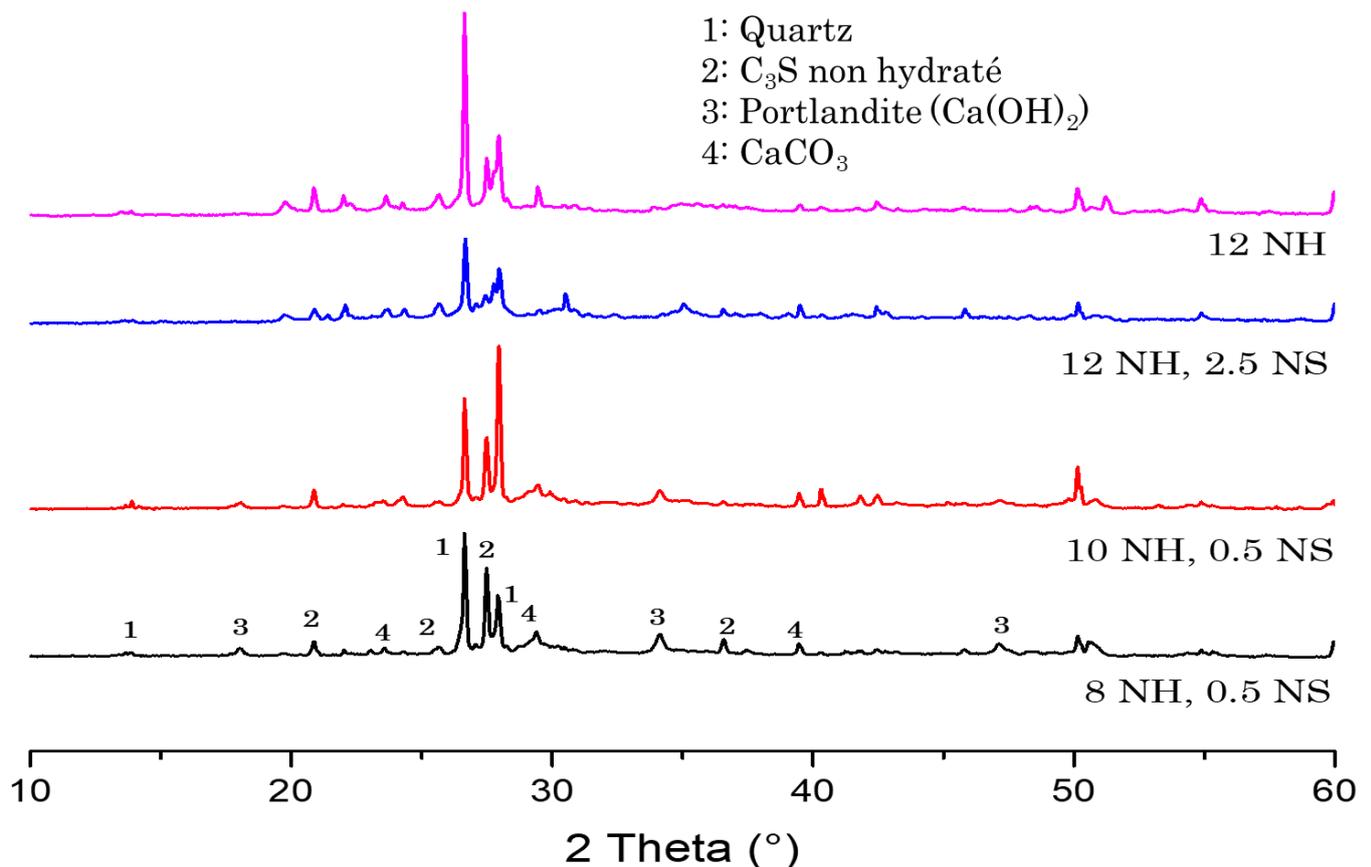


Figure III.7 : diffractogrammes des rayons X.

De la figure III.7 on remarque la présence de :

- la mordénite qui n'est pas totalement réagie ;
- silicate de calcium hydrates C-S-H est le produit de la réaction entre la zéolite et la chaux ;
- l'hydroxyde de calcium Ca(OH)₂ avec des faibles intensités signifie que la chaux n'est pas réagie totalement ;
- la calcite (CaCO₃) avec des intensités beaucoup plus faibles qui correspond à la carbonatation de la Portlandite lors du malaxage des mortiers.

III.6 Résistance à la compression :

Des éprouvettes, dimensionnées de 40*40*40 mm³ de mortiers géopolymères élaborés à partir de la zéolite seule ou combinée avec la chaux, ont subi des écrasements sous presse mécanique afin de déterminer leurs résistances à la compression après 7 et 28 jours de durcissement à 40 °C.

III.6.1 Mortier à base de la zéolite seule : (100%zeolite)

Les résultats de la résistance à la compression à 28 jours de ces mortiers formulés à base de la zéolite seule sont illustrés sur la figure suivante :

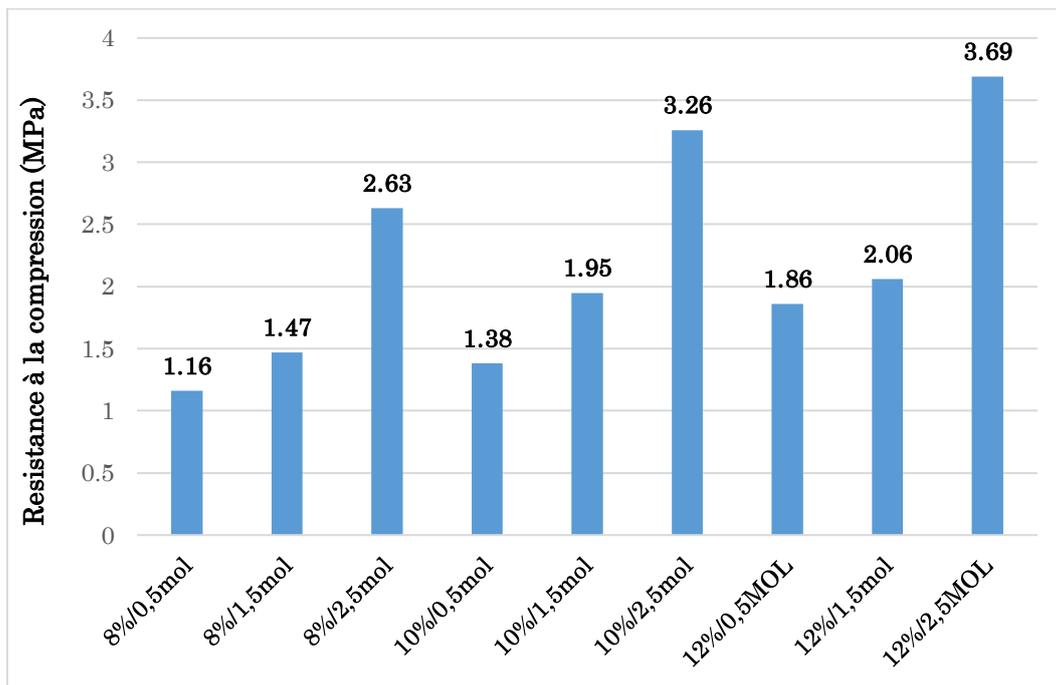


Figure III.8: Résultats de la résistance à la compression des mortiers de zéolite seule

Nous avons choisi de présenter les résultats sous forme d'histogramme afin de faciliter la comparaison entre les différents types de mortiers et déduire l'influence de la variation des activateurs chimique sur le comportement de la résistance à la compression des formulations de mortiers.

D'après les résultats obtenus, on a constaté que la résistance à la compression augmente avec l'augmentation des pourcentages d'activateurs chimique.

L'augmentation de NH et NS dans le mélange progresse la résistance à la compression pour atteindre une résistance maximale de 3.69 MPa à 12% de NH et 2.5 mol de NS.

III.6.2 Mortier à base de la zéolite chaux : (50% zéolite +50% chaux)

III.6.2.1. Mortier à 7 jours :

Les résultats de la résistance à la compression à 7 jours sont illustrés dans la figure suivante :

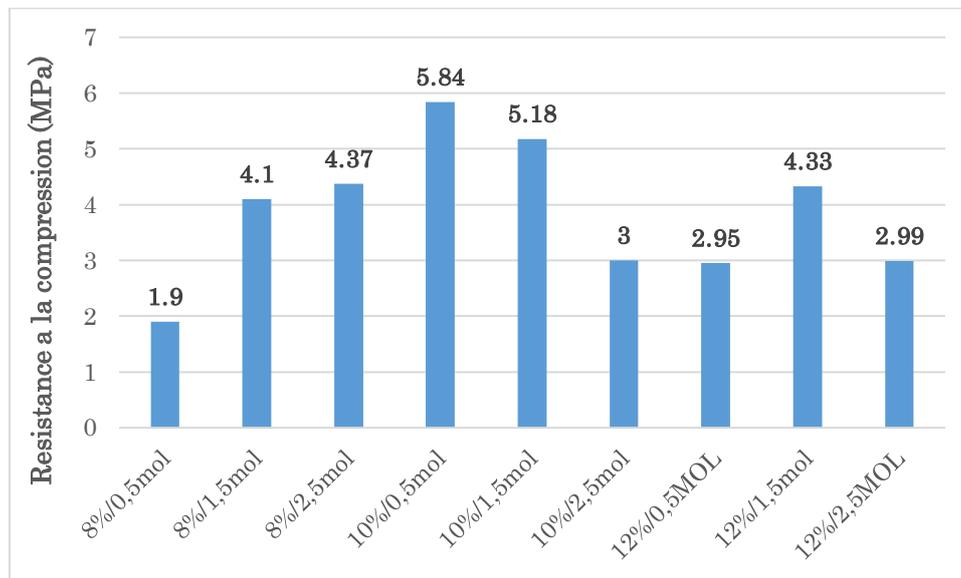


Figure III.9: Résultats de la résistance à la compression des mortiers de zéolite +chaux à 7 jours

L'ajout de la chaux dans le mortier favorise l'augmentation de la résistance à la compression par rapport au mortier ne contenant que la zéolite seule et pour cela:

- On remarque que dans les trois premières formulations, la résistance passe de 1.9 MPa à 4.37 MPa avec un pourcentage de NH fixé à 8% et le NS varie de 0.5 mol à 2.5 mol avec un pas de 1 mol.
- Dans la 4^{ème} formulation, le dosage de NH est pris égale à 10% et le NS à 0.5 mol, la résistance à la compression est la plus élevée, elle atteint 5.84 MPa. Dans les deux mélange contenant 10% NH+1.5mol NS et 10% NH+2.5mol NS, la résistance a chuté jusqu'à 3 MPa.
- Les trois dernières formulations ou le dosage de NH est de 12%, une concentration de NS égale à 1.5 mol semble offrir la meilleure résistance qui atteint 4.3 MPa

La résistance obtenue par l'ajout de la chaux dans toutes les formulations est favorable par rapport à celle obtenu dans l'essai avec la zéolite seule, pour cela on remarque une augmentation de la résistance de 1.28 MPa jusqu'à 5.84MPa dans

la 4^{ème} formulation.

III.6.2.2. Mortier à 28 jours :

Les résultats de la résistance à la compression à 28 jours sont illustrés dans la figure suivante :

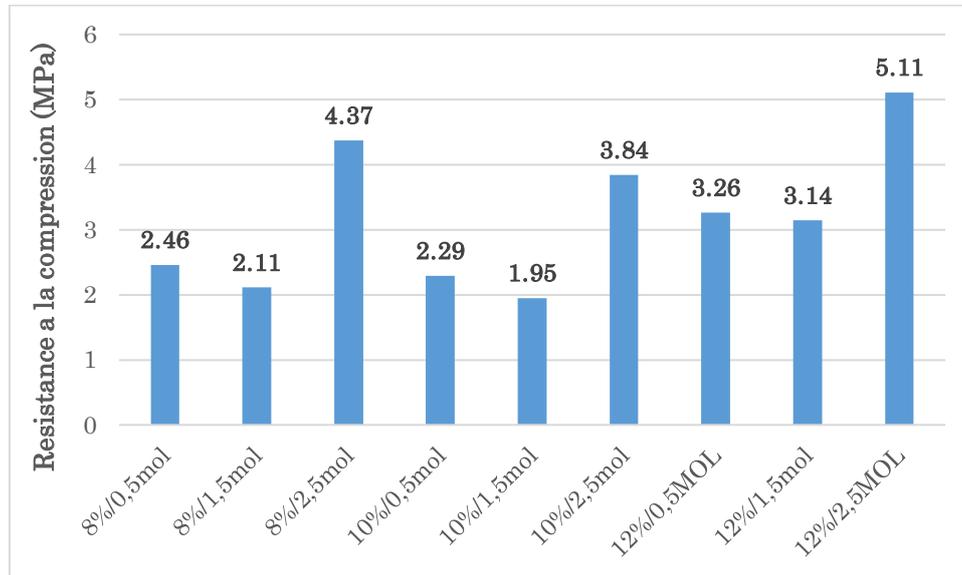


Figure III.10: Résultats de la résistance à la compression des mortiers de zéolite +chaux à 28 jours

II.6.2.3. Interprétation des résultats :

D'après les résultats on voit bien qu'une concentration en NS égale à 2.5 mol offre les meilleures résistances qui augmentent à mesure que le taux de NH augmente pour atteindre un maximum de 5.11 MPa dans le mortier de 12% NH + 2.5 mol NS, qu'est une résistance très faible par rapport à d'autres travaux similaires [36].

Pour une concentration de 1.5 mol de NS, on a enregistré une chute de la résistance avec tous les pourcentages de NH, à 10% NH, elle a chuté jusqu'à 1.95 MPa, à 8% NH jusqu'à 2.11 MPa et à 12% NH jusqu'à 3.14 MPa.

Afin de faciliter la comparaison entre les deux types de mortiers (avec et sans la chaux) en termes de la résistance à la compression, nous présentons leurs résultats de résistance à 7 jours sur un même graphique présenté sur la figure suivante :

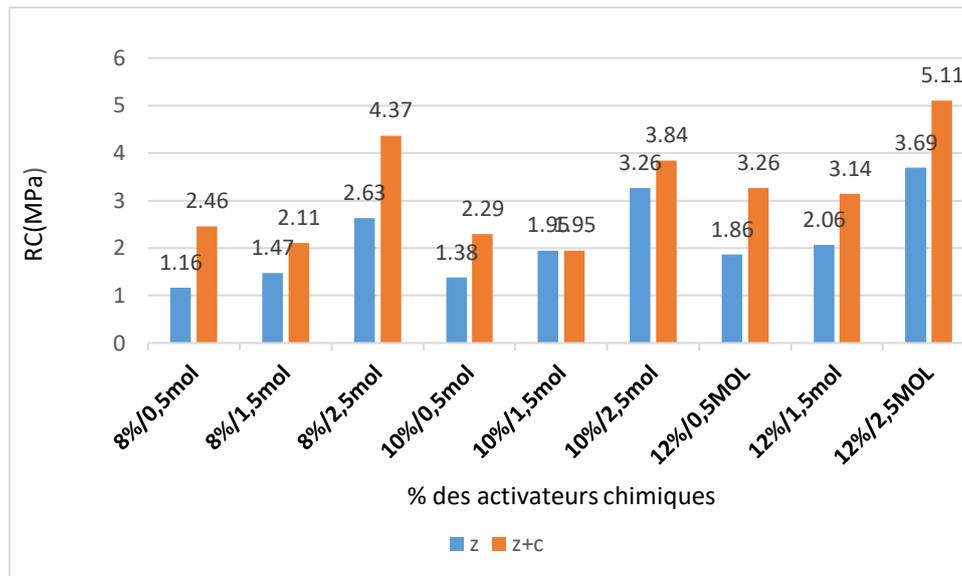


Figure III.11: résultats de la résistance à la compression des mortiers de zéolite seule et zéolite +chaux à 7 jours

D'après la figure précédente, on a constaté que la chaux a amélioré la résistance à la compression.

Les résultats de la variation des résistances à la compression des échantillons en fonction de la concentration en NaOH sont montrés les figures précédant, On observe une augmentation de la résistance à la compression avec la concentration en NaOH jusqu'à 5.11 MPa à 28 jours, ces résultats sont accords avec ceux déjà obtenu par d'autres auteurs [37, 38, 39, 40, 41], qui ont montré qu'une augmentation de la concentration de NaOH induisait une croissance de la résistance à la compression. La concentration de 12 % insuffisante pour activer le matériau puisque la résistance à la compression reste faible a 28 jours.

Selon plusieurs études, les résistances importantes observées avec l'utilisation de Na_2SiO_3 , sont attribuées à la présence de la silice soluble supplémentaire fournie par l'activant et qui participe de manière efficace au développement des résistances. Aussi, tel qu'il a déjà été rapporté, le silicate de sodium contribue à une meilleure interface entre le gel et les particules qui non pas réagies, ce qui permet d'obtenir une meilleure performance [42].

III.7. Conclusion :

Les résultats obtenus de la campagne expérimentale menée au laboratoire, nous ont permis de déduire que :

Les échantillons testés ne risquent pas la fissuration par expansion excessive et ce quel que soit le dosage des activateurs chimiques.

L'ajout de la chaux favorise l'augmentation de la résistance à la compression dans tous les échantillons.

L'augmentation des pourcentages des activateurs chimique aide à améliorer la résistance à la compression.

Conclusion générale

Le but de répondre à l'objectif de notre projet de fin d'étude qui consiste à l'étude des géopolymère à partir de la zéolite naturelle en lui subissant un traitement chimique, nous avons mené une étude expérimentale paramétrique afin d'évaluer l'influence du type et du dosage d'activateur chimique sur la résistance à la compression de ce matériau ,mais en terme de valeur la résistance à la compression est toujours faible .

D'une manière générale, nous pouvons dresser un bilan des principales conclusions dégagées après l'analyse des résultats obtenus :

- L'ajout de NaOH et Na_2SiO_3 avec des dosages importants favorise l'augmentation de la résistance à la compression pour des mortiers avec de la zéolite seulement.
- La chaux comme un remplaçant partiel de la zéolite améliore la résistance à la compression par rapport aux échantillons avec de la chaux seule.
- D'après l'analyse des résultats de l'essai le Chatelier on a conclu que les pourcentages activateurs chimiques utilise favorise le gonflement de la pâte.
- Les analyses IRTF et DRX nous donnent une indication sur la nature de la réaction entre la chaux et la zéolite :
 - La présence de zéolite et de chaux signifie que la réaction pouzzolanique n'est pas terminée et qu'elle peut continuer dans le temps s'il en reste toujours de l'eau de gâchage dans les interstices.
 - La formation du CSH est une preuve formelle de la réaction entre la zéolite et la chaux (réaction pouzzolanique).
 - La diminution des intensités de portlandite ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) signifie que la chaux a été consommée lors de la réaction pouzzolanique.

Notre travail s'est concentré sur l'activation chimique de notre matériau afin d'avoir une résistance à la compression optimal dans le but de réduire le taux d'utilisation de ciment dans la construction.

La perspective la plus intéressante c'est d'augmente le pourcentage des activateurs chimique en plus particulier le Na_2SiO_3 jusqu'à 14 mol pour avoir une résistance à la compression favorable.

References bibliographiques:

- [1] Chen, C. Habert, G. Bouzidi, Y. Jullien, A. (2010): Environmental impact of cement production: detail of the different processes and cement plant variability evaluation. *Journal of Cleaner Production*. 18(5), 478-485.
- [2] Boden, T.A. Marland, G and Andres, R.J. (2010) Global, Regional, and National Fossil-Fuel CO₂ Emissions. Carbon Dioxide Information Analysis Center, Oak Ridge National Laboratory, U.S. Department of Energy, Oak Ridge, Tenn., U.S.A. doi 10.3334/CDIAC/00001_V2010
- [3] Nimisha Thakur, M. Farooq Wahab, Durga D. Khanal, Daniel W. Armstrong. (2019): Synthetic aluminosilicate based geopolymers-Second generation geopolymer HPLC stationary phases. *Analytica Chimica Acta* 1081, 209-217
- [4] Zhang, Z.H. Zhu, H.J. Zhou, C.H. Wang, H. (2015): Geopolymer from kaolin in China: An overview. *Applied Clay Science*.
- [5] Assaedi, H. Shaikh, F.U.A. Low, I.M. (2017): Effect of nanoclay on durability and mechanical properties of flax fabric reinforced geopolymer composites. *Journal of Asian Ceramic Societies*. 5, 62–70
- [6] Davidovits J., Global warming impact on the cement and aggregates industries. *World Resources Review* 6 (1994a) 263-278.
- [7] Chen, C. Habert, G. Bouzidi, Y. Jullien, A. (2010): Environmental impact of cement production: detail of the different processes and cement plant variability evaluation. *Journal of Cleaner Production*. 18(5), 478-485.
- [8] Boden, T.A. Marland, G and Andres, R.J. (2010) Global, Regional, and National Fossil-Fuel CO₂ Emissions. Carbon Dioxide Information Analysis Center, Oak Ridge National Laboratory, U.S. Department of Energy, Oak Ridge, Tenn., U.S.A. doi 10.3334/CDIAC/00001_V2010
- [9] Davidovits, J. (2015) : *Geopolymer Chemistry & Applications*, 4th edition. Institut Géopolymère.
- [10] K. Traore, T.S. Kabre, P. Blanchart, Sintering of a clay from Brurkina Faso by dilatometry Influence of the applied load and the pre-sintering heating rate.

Références bibliographiques

- Ceramics International, 2001, vol. 27, p. 875-882.
- [11] A. Buchwald, M. Hohmann, K. Posern, E. Brendler, The suitability of thermally activated illite/smectite clay as raw material for geopolymer binders. *Applied Clay Science*, 2009, vol. 46, p. 300-304
- [12] KUHNS Philippe, « zéolithes et chimie organique : Elaboration de nouvelles voies de synthèses vertes », Thèse de doctorat université de Strasbourg. Juin 2011
- [13] Glukhovskiy, V.D.: Soil silicate articles and structures, in Russian, Budivel'nyk Publish., Kiev, 1967.
- [14]] H. Xu, J.S.J. Van Deventer, The geopolymerisation of alumino-silicate minerals. *International Journal of Mineral Processing*, 2000, vol. 59, p. 247-266.
- [15] G. Millot, *Géologie des argiles, Altérations, sédimentologie, géochimie*, édition Masson et Cie, 1964, p. 13-44.
- [16] P. Duxson, S.W. Mallicoat, G.C. Lukey, W.M. Kriven, J.S.J. Van Deventer, "The effect of alkali and Si/Al ratio on the development of mechanical properties of metakaolin-based geopolymers". *Colloids Surf., A*, 2007, vol. 292, p. 8-20.
- [17] Davidovits, J., *Geopolymers and geopolymeric materials*. *Journal of thermal analysis*, Vol. 35(2) 1989. p. 429-441.
- [18]. Davidovits, J. (2002a). 30 Years of Successes and Failures in Geopolymer Applications. Market Trends and Potential Breakthroughs. Dans *Geopolymer 2002 Conference*, October 28-29, 2002, Melbourne, Australia
- [19]. Institut géopolymère. 2012; Available from: <https://www.geopolymer.org/fr/>.
- [20]. E.Hermann, C.K., et al., Solidification de différents résidus radioactifs avec le géopolymère pour une stabilité à long-terme. 1999
- [21] Mo, B.-h., et al., Effect of curing temperature on geopolymerization of metakaolin-based geopolymers. *Applied Clay Science*, Vol. 99. 2014. p. 144-148
- [22]. 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.
- [23]. Muñoz-Villarreal, M.S., et al., The effect of temperature on the

Références bibliographiques

- geopolymerization process of a metakaolin-based geopolymer. *Materials Letters*, Vol. **65**(6) 2011. p. 995-998.
- [24]. 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.
- [25] NF.18-558. Granulats. Détermination de la masse volumique absolue des fines. Association française de normalization (AFNOR).1990.
- [26] NF.P18-555. Granulats. Mesure des masses volumiques, coefficient d'absorption et teneur en eau des sable. Association française de normalization (AFNOR). 1990.
- [27] NF P 18-560. Granulats. Analyse granulométrique par tamisage. Association française de normalization (AFNOR). 1990.
- [28] NF EN 196-3. Méthodes d'essais des ciments. Partie 3: détermination du temps de prise et de la stabilité. Association française de normalization (AFNOR).1995
- [29] F. Farcas, P. Touzé, La spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) Une méthode intéressante pour la caractérisation des ciments, *Bull. Des Lab. Des Ponts Chaussées*. 230 (2001) 77–88.
- [30] NF EN 197-1, Cement — Part 1: Composition, specifications and conformity criteria for common cements, european committee for standardization, Bruxelles, 2001.
- [31] M.Boundienne.Thèse doctora Thème étude des propriétés des matériaux géopolymères étuvés Université mohamed abaoudiaf_M'sila P.132.2022.
- [32] F. Farcas, P. Touzé, La spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) Une méthode intéressante pour la caractérisation des ciments, *Bull. Des Lab. Des Ponts Chaussées*. 230 (2001) 77–88
- [33] I. Lecomte, C. Henrist, M. Liégeois, F. Maseri, A. Rulmont, R. Cloots, (Micro)-structural comparison between geopolymers, alkali-activated slag cement and portland cement, *J. Eur. Ceram. Soc.* xxx (2006) xxx–xxx.
- [34] M. Horgnies, J.J. Chen, C. Bouillon, Overview about the use of Fourier Transform Infrared spectroscopy to study cementitious materials, *Mater.*

Références bibliographiques

- Character. VI. 77 (2013) 251–262. doi:10.2495/MC130221.
- [35] E. Najafi, K.Æ. Ali, Effects of curing time and temperature on strength development of inorganic polymeric binder based on natural pozzolan, *J. Mater. Sci.* 44 (2009) 3088–3097. doi:10.1007/s10853-009-3411-1.
- [36] Saloma, Hanafiah, Debby Orjina Elysandi, et al. AIP Conference Proceedings **1903**, 050013 (2017); <https://doi.org/10.1063/1.5011552>. Published Online: 14 November 2017
- [37] Pacheco-Torgal, F., Moura, D., Ding, Y. et Jalali, S. (2011). Composition, strength and workability of alkali-activated metakaolin based mortars. *Construction and Building Materials*, volume 25, numéro 9, p. 3732-3745.
- [38] Alonzo S., Palomo A., Calorimetric study of alkaline activation of calcium hydroxidemetakaolin solid mixtures. *Cement and Concrete Research* 31(2001) 25.30.
- [39] Somna, K., Jaturapitakkul, C., Kajitvichyanukul, P. et Chindapasirt, P. (2011). NaOHactivated ground fly ash geopolymer cured at ambient temperature. *Fuel*, volume 90, numéro 6, p. 2118-2124.
- [40] Monzó, M., Fernández-Jiménez, A., Vicent, M., Palomo, A. et Barba, A. (2008). Alkaline activation of metakaolin. Effect of the soluble silicate addition and curing temperature. *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, volume 47, numéro 1, p. 35-43.
- [41] Cyr M., Idir R., Poinot T., "Properties of inorganic polymer (geopolymer) mortars made of glass cullet", *Journal of Materials Science* 47: 2782–2797.
- [42] N. Goufi. Thèse doctora Thème intitulé :Activation chimique des peoduit pouzzolaniques pour l'élaboration d'un nouveau ciment Univirsité de oran 2019