

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur de la Recherche Scientifique
Université Abderrahmane. Mira de Bejaïa



Faculté de Technologie
Département Génie Civil

Mémoire
EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE
Master

Domaine : Sciences et Technologies Filière : Génie Civil

Spécialité : Structures

Présenté par

SADAOUI Naouel

SLIMANI Yasmine

Thème

**Optimisation des propriétés physico-mécaniques et thermiques
des géopolymères à base de déchets de briques par la méthodologie
des Plans d'expérience.**

Soutenu le : 23/06/2025

Devant le Jury composé de :

Nom et prénom	Grade	Qualité
BOUKELLOUDA ABDELHAFID	MCB	Président
SLIMANOU HOUSSAM	MCB	Rapporteur
SOUIDI FATIHA	MCB	Examinatrice

Année Universitaire : 2024/2025

Remerciements

Au terme de ce travail, nous remercions Dieu le Tout-Puissant de nous avoir accordé la force et la persévérance nécessaires pour mener à bien cette étude.

Nous tenons à exprimer notre profonde gratitude à Monsieur **SLIMANOU Houssam** pour son encadrement exceptionnel. Sa disponibilité, ses conseils éclairés et sa patience ont été précieux tout au long de la préparation de ce mémoire.

Nous remercions également les membres du jury, qui nous font l'honneur d'évaluer ce travail.

Nos remerciements chaleureux vont à nos parents, frères, sœurs, ainsi qu'à toute notre famille, pour leur soutien inconditionnel et leurs encouragements constants.

Enfin, nous exprimons notre reconnaissance à nos collègues et amis, qui, de près ou de loin, ont contribué à la réalisation de ce mémoire.

Dédicace

À celle qui m'illumine le jour, à la personne la plus précieuse à mes yeux, **YEMMA**,
ma mère Merci pour tes sacrifices, ton amour inconditionnel et ta foi en moi. Ce travail
modeste est spécialement conçu pour toi.

À mon bras droit, mon cher **BABA**, mon père, ta présence est remarquable et ton
soutien me donne de la force et de l'énergie pour atteindre mes objectifs.

À mon frère YACINE et ma sœur WEZNA, mes complices de toujours. Votre amour,
vos rires, vos encouragements sont ma plus belle richesse. Je vous aime.

À Yasmine, plus qu'une amie, une sœur . Merci pour ta générosité, ton aide précieuse
et ta patience dans chaque étape de ce travail.

À mes chers oncles, merci pour vos conseils, votre soutien et votre bienveillance.

Et à mes amis, de près comme de loin, merci d'avoir écouté, ou simplement été là.

Avec toute ma gratitude et mon amour.

Sadaoui Naouel

Dédicace

Je dédie ce mémoire à ma famille, en particulier à mes parents, pour leur amour inconditionnel et leur soutien indéfectible, ainsi qu'à ma grande sœur et à mes deux petits frères, qui ont toujours cru en moi.

À mon binôme, pour la complicité, l'entraide et les moments partagés tout au long de ce parcours.

À mes copines et amis, dont la présence chaleureuse a rendu cette aventure plus douce.

À tous mes professeurs, pour la richesse de leur enseignement et la qualité de leur accompagnement.

Et enfin, à une personne spéciale, qui se reconnaîtra...

Slimani Yasmine

Table des matières

Chapitre I : Généralités sur Les géopolymères et déchet de brique.....	3
I.1 Introduction	3
I.2 Les géopolymères	3
I.2.1 Historique des géopolymères	3
I.2.2 Définition	4
I.2.3 Types des géopolymères	4
I.2.4 L'importance des géopolymères dans l'industrie moderne	5
I.2.5 Elaboration des Géopolymères	6
I.2.6 Solutions d'activation alcalins :	7
I.2.7 La chimie des géopolymères :	8
I.2.8 Facteurs influençant les propriétés des matériaux géopolymère	9
I.2.9 Applications des géopolymères	10
I.3 La brique	12
I.3.1 Définition	12
I.3.2 Principaux constituants de la brique :	12
I.3.3 Types de briques terre cuite	14
I.3.4 Processus de fabrication des briques	16
I.3.5 Les déchets de brique	19
I.3.6 Valorisation des déchets de la brique	21
I.4 Conclusion	22
Chapitre II : Caractérisation des matières premières et techniques expérimentales.	23
II.1 Introduction	23
II.2 Présentation des matières premières utilisés	23
II.2.1 Le kaolin	23
II.2.2 Déchets de brique	24
II.2.3 Les activateurs	25

II.3	Méthodes de caractérisation physico-chimiques et minéralogiques	27
II.3.1	Caractérisation des matières premières	27
II.3.2	Caractérisation du matériau géopolymère	34
II.4	Le plan expérimental	37
II.5	Logiciel JMP et méthodologie des surfaces de réponse	37
II.6	Conclusion	37
Chapitre III: Résultats de caractérisation des matières premières et formulation des géopolymères		38
III.1	Les résultats sur les méthodes de caractérisations physico-chimiques et minéralogiques	38
III.1.1	Analyse granulométrique par sédimentation (NF EN ISO 17892-4)	38
III.1.2	Détermination des masses volumiques (NF EN 1097-6)	42
III.1.3	Bleu méthylène (NF EN 933-9)	44
III.1.4	Diffraction des Rayons X (DRX)	45
III.1.5	Fluorescence des Rayons X (FRX)	47
III.1.6	Analyse thermique	49
III.2	La formulation des géopolymères	50
III.2.1	Préparation la solution d'activation :	50
III.3	Conclusion	51
Chapitre IV : Résultats et discussion.		52
IV.1	Introduction	52
IV.2	Élaboration des pâtes géopolymères et confection des éprouvettes	52
IV.3	Synthèse des géopolymères : Obstacles rencontres et solution proposées .	54
IV.4	Essai sur les géopolymères	56
IV.4.1	Propriétés physiques	56
IV.4.2	Propriétés mécaniques	59
IV.4.3	Propriétés thermiques	60
IV.5	Conclusion	62
Conclusion générale		64

Listes des figures :

Figure I- 1: Formulation de géopolymère.	4
Figure I- 2: Fabrication de fonte et récupération de laitier de haut fourneau. [21]	7
Figure I- 3 : Tétraèdres SiO_4 et AlO_4 [24].	8
Figure I- 4 : Classes de différents géopolymères en fonction du rapport molaires Si/Al propose par Davidovits. [2]	9
Figure I- 5 : Première structure en béton géopolymère a été construite en 1994 à Lipetsk, en Russie.	10
Figure I- 6 : Aéroport de « Brisbane West Wellcamp » en Australie réalisé avec un béton géopolymère.	11
Figure I- 8 : Brique creuse avec perforations verticales.	14
Figure I- 9 : Brique creuse avec perforations horizontale.	15
Figure I- 10: brique pleine.	15
Figure I- 11: Brique perforé.	16
Figure I- 12 : Les étapes principale pour la fabrication de brique.	16
Figure I- 13 : Fabrication de brique terre cuite.	17
Figure I- 14: Extraction de l'argile.	17
Figure I- 15: Répartition des quantités de déchets de chantiers ou de démolitions.[35]	20
Figure I- 16: Déchets de briques.	20
Figure II- 1: Kaolin brute.	23
Figure II- 2: Les étapes de calcination de kaolinite.	24
Figure II- 3: Briques.	24
Figure II- 4: Les étapes de production des déchets de brique (Poudre fine).	25
Figure II- 5: L'hydroxyde de sodium.	26
Figure II- 6 : Silicate de sodium.	26
Figure II- 7: Agitateur mécanique.	27
Figure II- 8: Détermination de la masse volumique apparente d'un matériau.	29
Figure II- 9: Principe de la détermination de la masse volumique absolue.	30
Figure II- 10: Appareillage de l'essai au bleu méthylène.	31
Figure II- 11 : Essai au bleu de méthylène.	31
Figure II- 12: Machine de diffraction des Rayons X (DRX).	32
Figure II- 13: Machine de fluorescence des rayons X (FRX).	33
Figure II- 14: Disposition de l'essai de résistance à la compression.	36
Figure II- 15: Appareille de mesure la conductivité thermique.	36

Figure III- 1: Mesures de l'essai granulométrique par sédimentation.	38
Figure III-2: Courbe de distribution granulométrique du kaolin obtenue par sédimentation.	39
Figure III- 3: Courbe de distribution granulométrique du métakaolin obtenue par sédimentation.	40
Figure III- 4: Courbe de distribution granulométrique du déchet de brique obtenue par sédimentation.	41
Figure III- 5: Mesure de la masse volumique apparente du déchet de brique.	43
Figure III- 6: Mesure de la masse volumique absolue.	44
Figure III- 7: Résultats de l'essai de bleu méthylène.	44
Figure III- 8: Diagramme de rayons X du kaolin.	46
Figure III- 9: Diagramme de rayons X du Métakaolin.	46
Figure III- 10: Diagramme de rayons X du déchet de brique.	47
Figure III- 11: Courbes d'analyse thermique ATG/ATD du kaolin.	49
Figure III- 12 : Préparation de solution NaOH.	51
Figure III- 13: Les différents activateurs utilisés.	51
Figure IV- 1: Les étapes de préparations des géopolymères.	54
Figure IV- 2: Fissures observées à la surface des géopolymères.	55
Figure IV- 3: Echantillon de géopolymère exposer à l'air libre.	55
Figure IV- 4: Les graphes de surface de réponse pour la masse volumique absolue des brique cuites.	57
Figure IV- 5: Les graphes de surface de réponse pour l'absorption d'eau des brique cuites.	58
Figure IV- 6: Les graphes de surface de réponse pour la porosité des brique cuites. ...	59
Figure IV- 7: Les graphes de surface de réponse pour la compression des brique cuites.	60
Figure IV- 8: Les graphes de surface de réponse pour la conductivité thermique des brique cuites.	62

Listes des tableaux :

Tableau I- 1:Classification des géopolymères.	5
Tableau I- 2:Les composants chimiques de brique terre cuit. [27]	13
Tableau III- 1: Résultats de l'analyse granulométrique par sédimentation du kaolin..	38
Tableau III- 2: Résultats de l'analyse granulométrique par sédimentation du métakaolin	40
Tableau III- 3: Résultats de l'analyse granulométrique par sédimentation du déchet de brique.	41
Tableau III- 4: Résultats des masses volumiques apparente.	43
Tableau III- 5: Résultats des masses volumiques absolue.	43
Tableau III- 6: Résultats de l'essai au bleu méthylène (Valeurs de VB).	45
Tableau III- 7: Résultats d'analyse chimique par fluorescence X sur les échantillons utilisées (Déchet de brique, kaolin et Métakaolin).	48
Tableau IV- 2: Caractéristiques des formulations expérimentales de géopolymères...	53

Listes des abréviations :

ρ_s : La masse volumique absolue.

ρ_{app} : La masse volumique apparente.

VBS : Bleu de méthylène.

ABS (%) : L'absorption d'eau.

P (%) : La porosité ouverte.

σ : Contrainte normal de flexion

σ_{max} : Contrainte maximal de rupture à la compression

Introduction générale

Introduction générale

Le domaine de la construction joue un rôle essentiel dans notre vie quotidienne. Il est à la base de la création d'infrastructures indispensables telles que les maisons, les routes, les écoles, les hôpitaux et bien d'autres bâtiments publics ou privés. Pour cela, on utilise plusieurs matériaux, comme le ciment, les briques, le béton ou encore la céramique.

Parmi ces matériaux, le ciment est l'un des plus utilisés. Il entre principalement dans la composition du béton, qui est la base de nombreuses constructions. Toutefois, la fabrication du ciment est très coûteuse et polluante. Elle nécessite des températures très élevées (jusqu'à 1450 °C), ce qui consomme beaucoup d'énergie et rejette une grande quantité de dioxyde de carbone (CO₂) dans l'atmosphère. À cause de cela, ce matériau a un effet impact sur l'environnement.

En parallèle, le secteur du bâtiment produit chaque année une grande quantité de déchets, notamment des morceaux de briques, des fragments de céramique et des résidus de béton. Ces déchets proviennent principalement des travaux de démolition et de rénovation. Malheureusement, une grande partie de ces matériaux est encore jetée dans des décharges, ce qui augmente la pollution et gaspille des ressources qui pourraient être réutilisées. Face à cette situation, plusieurs solutions de valorisation des déchets de construction ont été développées. Par exemple, les briques, céramiques et bétons cassés peuvent être broyés puis réutilisés comme granulats dans la fabrication de nouveaux bétons ou comme matériaux de remblai. Cela permet de réduire l'extraction de matières premières, de limiter les déchets et de diminuer l'empreinte carbone du secteur de la construction.

Dans ce contexte, une alternative innovante aux matériaux traditionnels est l'utilisation des géopolymères. Ce sont des liants fabriqués à partir de déchets riches en aluminosilicates, activés chimiquement par des solutions alcalines. Contrairement au ciment, leur fabrication ne nécessite pas de cuisson à haute température et génère peu de CO₂. Les géopolymères offrent ainsi une résistance mécanique acceptable, une bonne durabilité et surtout, une solution durable pour recycler certains déchets de construction.

Dans notre étude, nous développons un matériau (géopolymère) innovants, durables et performants, dotés de propriétés mécaniques et thermiques avancées. Ces matériaux sont élaborés à partir de deux matières premières issues de la construction des déchets de briques et du métakaolin soumises à diverses conditions expérimentales afin d'identifier les formulations optimales. L'objectif est de révéler la combinaison idéale garantissant maximisation de la résistance mécanique, réduction de la conductivité thermique et durabilité. Pour répondre à ce problème, ce travail se compose en quatre chapitres.

Le premier chapitre examine le processus de prise des géopolymères intégrant des déchets de briques. Il débute par un aperçu historique des géopolymères, puis aborde leur composition et leurs usages. Enfin, il analyse les caractéristiques des déchets de briques, leur origine, leurs types et les méthodes de fabrication associées.

Le deuxième chapitre présente la caractérisation des matières premières utilisées notamment le déchet de brique, le kaolin, le métakaolin et les activateurs à travers des analyse physico-chimiques et minéralogiques (La masse volumique, VBS, DRX, FRX, ATG et ATD...)

Le troisième chapitre est structuré en deux parties : la première expose les résultats des analyses physico-chimiques et minéralogiques du kaolin, métakaolin et déchet de brique ; la seconde traite de la formulation des géopolymères, en présentant les différentes compositions, conditions de synthèse et premières observations. Ce chapitre établit le lien entre les caractéristiques des matières premières et leur réactivité géopolymérique.

Le dernier chapitre présente la préparation de la pâte géopolymère, les obstacles rencontrés et les solutions apportées, puis les résultats sur le matériau final notamment ses propriétés physiques, mécanique (Compression) et thermique.

Une conclusion générale clôt ce mémoire de faisant ressortir les principaux résultats obtenus.

Chapitre I : Généralités sur Les géopolymères et déchet de brique.

Chapitre I : Généralités sur Les géopolymères et déchet de brique.

I.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous allons examiner à la compréhension générale des mécanismes de prise d'un système géopolymère incorporant des déchets de briques. Tout d'abord, un aperçu historique des géopolymères sera présenté, suivi d'une discussion approfondie sur leur composition et leurs applications. Par la suite, une analyse des déchets de briques sera effectuée, en mettant en avant leur origine, leurs types ainsi que les procédés de fabrication impliqués.

I.2 Les géopolymères

Face aux défis environnementaux croissants, l'industrie de la construction cherche à développer des matériaux alternatifs durables et à faible impact carbone. Parmi ces alternatives, les géopolymères suscitent un intérêt grandissant en raison de leurs performances mécanique élevées et de leur faible empreinte écologique.

I.2.1 Historique des géopolymères

Les matériaux géopolymères ont été développés comme alternatives aux polymères organiques. Leurs premières applications concernaient la construction navale, Les résines, la protection dans structures en bois, les adhésifs haute température, les matériaux réfractaires et divers autres domaines. Le terme géopolymérisation désigne l'ensemble des réactions impliquent un solide composé d'aluminosilicate amorphe ou de silicate, réagissant avec une solution alcaline, avec ou sans silicate soluble, pour former un gel d'aluminosilicate sous des condition expérimentales variées.

Dans une démarche visant à limiter les risques liés aux incendies, Joseph Davidovits oriente ses recherches vers le développement de nouveaux matériaux. Il observe alors une analogie entre les conditions de synthèse de certains polymères organiques et celles des minéraux feldspathoïdes et zéolites résistes au feu. Ces deux processus se produisent en milieu alcalin concentré, à pression atmosphérique et à une température inférieure à 150°C.

Dans les années 1970, le scientifique français Joseph Davidovits met en évidence que, sous des conditions optimales, ces composants interagissent pleinement pour former un réseau polymérique étendu, notamment dans la liaison des aluminosilicates (Al-O-Si) il introduit alors le terme géopolymère pour désigner cette nouvelle classe de matériaux. [1].

Le géopolymère possède une grande performance mécanique et durcit rapidement à une température ambiante. Une résistance en compression a été observée par Davidovits de 20

MPa après seulement 24 heures à une température de 20°C et des résistances d'environ 70 et 100 MPa après 28 jours [2]. D'autre part, le géopolymère est capable de résister au feu, à la chaleur et aux attaques agressives (acides ou atmosphériques) pendant plusieurs années [3].

I.2.2 Définition

Les géopolymères sont des écomatériaux de type polymères inorganiques aluminosilicates obtenus par activation à température ambiante, d'une source aluminosilicate à faible teneur en calcium par une solution d'hydroxyde alcalin [4]. Ce type de matériaux à l'avantage de pouvoir être formulé à partir d'une large gamme de minéraux d'aluminosilicate autre que le kaolin et le Métakaolin, comme les cendres volantes [5 ,6], les laitiers de hauts fourneaux ou de minéraux naturels comme les argiles [7,8].

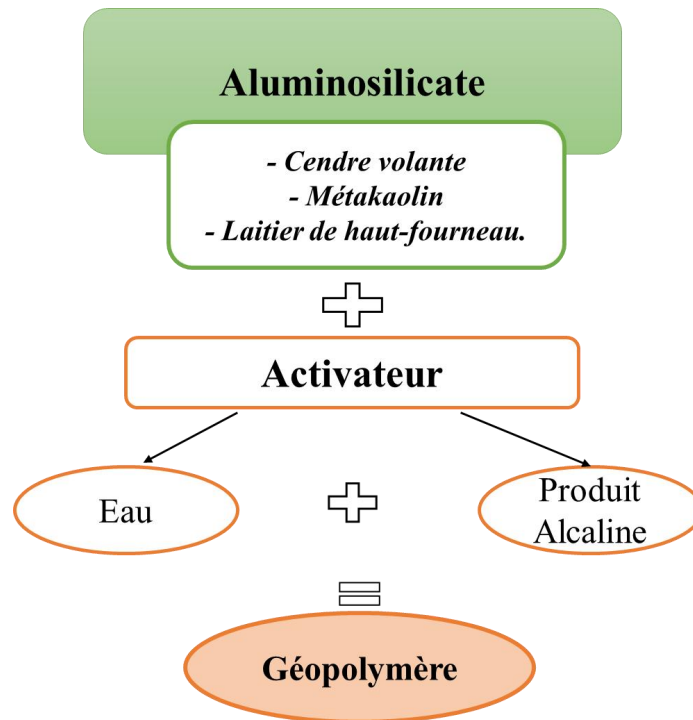


Figure I- 1: Formulation de géopolymère.

I.2.3 Types des géopolymères

Les géopolymères sont classés en plusieurs types en fonction de leur composition chimique et de leurs applications, voici les principaux types de géopolymères :

- Géopolymères à base de polysialates [9].
- Géopolymères à base d'aluminosilicates [10].
- Géopolymères riches en calcium (hybrides) [8].
- Géopolymères à base de phosphates [11].
- Géopolymères à base de ferro-sialates [12].

Voici un tableau récapitulatif des types de géopolymères :

Tableau I- 1:Classification des géopolymères.

Type de géopolymère	Composition principale	Propriétés	Applications
À base de Polysialates	Si-O-Al	-Structure tridimensionnelle. - Bonne résistance chimique et thermique.	Matériaux de construction et les Composites réfractaires.
À base d'aluminosilicates	Métakaolin Cendre volantes	-Haute résistance mécanique. -Stabilité thermique.	Béton géopolymérique, Revêtements réfractaires.
Riches en calcium (hybrides)	Aluminosilicates + CaO	-Durcissement rapide. -Bonne tenue aux cycles gel/dégel.	Bétons à prise rapide, Stabilisation des sols.
À base de phosphates	Phosphates au lieu de silicates	-Bonne adhérence. -Resistance aux acides.	Revêtements anticorrosion, Biomatériaux.
À base de ferro-sialates	Aluminosilicates + Fe ₂ O ₃	-Resistance mécanique et thermique. -Propriétés magnétiques.	Matériaux réfractaires, Stockage d'énergie thermique.

I.2.4 L'importance des géopolymères dans l'industrie moderne

Les géopolymères occupent une place clé dans l'industrie moderne grâce à leur grande durabilité, leur faible impact environnemental et leurs excellentes propriétés mécaniques. Contrairement aux ciments classiques, leur fabrication réduit jusqu'à 80 % des émissions de CO₂, ce qui en fait une solution écologique pour le secteur de la construction [13]. Leur forte résistance aux températures élevées et aux produits chimiques les rend particulièrement adaptés à des domaines exigeants tels que le stockage des déchets nucléaires et l'industrie automobile [14]. De plus, leur capacité à valoriser des déchets industriels, comme les cendres volantes et les laitiers de haut fourneau, favorise une gestion plus durable [15]. Ainsi, les géopolymères représentent une alternative innovante et performante aux matériaux conventionnels, contribuant à une construction plus respectueuse de l'environnement.

I.2.5 Elaboration des Géopolymères

Les géopolymères sont obtenus par activation alcaline d'un solide inorganique aluminosilicate.

I.2.5.1 Matériaux aluminosilicates

Ces matériaux proviennent soit de sources naturelles, soit de sous-produits industriels. Ils sont principalement composés de silice (SiO_2) et d'alumine (Al_2O_3), d'où leur appellation d'aluminosilicates. Des recherches récentes ont révélé que certains matériaux riches en alumine (Al_2O_3) et en oxyde de fer (Fe_2O_3), ainsi qu'en silice (SiO_2) et en oxyde de fer (Fe_2O_3), peuvent également être utilisés comme précurseurs dans le processus de géopolymérisation. Ces matériaux sont souvent employés comme ajouts dans la fabrication du ciment Portland. Parmi eux, on peut citer :

a) Cendres volantes :

Les cendres volantes (FA) sont issues de la précipitation électrostatique ou mécanique des particules de poussière présentes dans les gaz de combustion du charbon au sein des chaudières industrielles. Leur composition chimique est principalement constituée de silice (SiO_2), d'alumine (Al_2O_3), d'oxyde de calcium (CaO) et d'oxyde de fer (Fe_2O_3) [16].

Selon la norme ASTM C618[17], les cendres volantes sont classées en deux catégories : classe F et classe C, différenciées par leur composition chimique. Les cendres volantes de classe C sont riches en calcium, tandis que celles de classe F, à faible teneur en calcium, sont considérées comme une source pouzzolanique. Ces dernières sont particulièrement riches en silice (SiO_2) et en alumine (Al_2O_3) [18].

Dans la formulation des géopolymères, les cendres volantes de classe F sont privilégiées en raison de leur forte concentration en silice (SiO_2) et en alumine (Al_2O_3), qui favorise leur réactivité en milieu alcalin.

b) Métakaolin :

Le Métakaolin est une poudre à grande surface spécifique obtenue par calcination suivie de broyage, ou par broyage préalable avant calcination, d'une argile majoritairement composée de kaolinite. Il est constitué principalement de particules amorphes de silicate d'alumine, possédant des propriétés pouzzolaniques. Sa composition chimique est essentiellement constituée de silice (SiO_2) et d'alumine (Al_2O_3) réactives. La calcination s'effectue à des températures comprises entre 500°C et 800°C , en fonction du degré d'ordre de la kaolinite. Ce processus entraîne une déshydroxylation du matériau, provoquant la destruction de sa structure cristalline initiale et conduisant à son amorphisation. [19].

c) Laitier de haut fourneau :

Le laitier granulé de haut fourneau est un sous-produit métallurgique dérivé de la fabrication de l'acier. Il est obtenu par un refroidissement rapide (trempe) d'une partie des scories fondues issues de la fusion du minerai de fer dans le haut fourneau (voir figure I-2). Ses principaux composants incluent la silice (SiO_2), l'alumine (Al_2O_3) et l'oxyde de calcium (CaO). Les réactions du laitier de haut fourneau activé sont comparables à celles du ciment Portland [20].

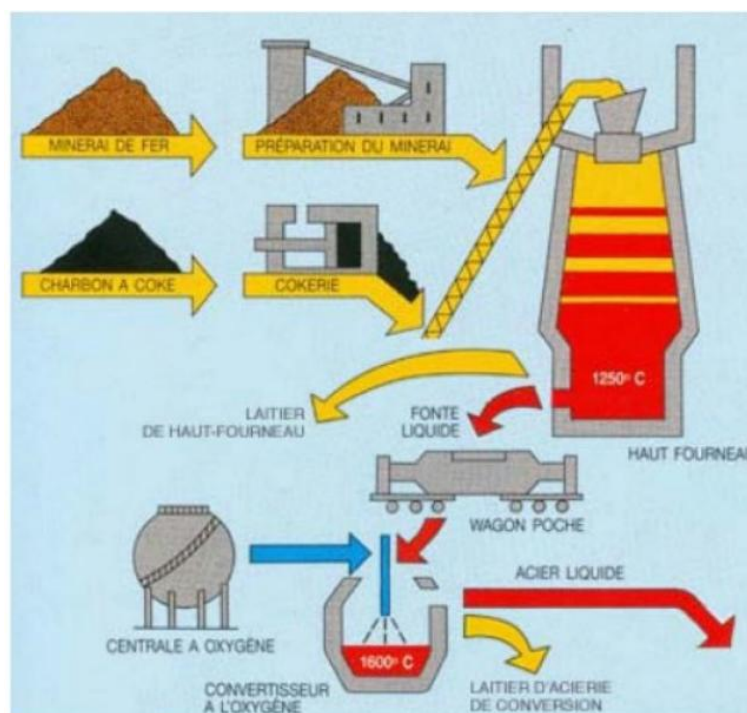


Figure I-2: Fabrication de fonte et récupération de laitier de haut fourneau. [21]

Il existe plusieurs types de laitier, notamment le laitier de haut fourneau cristallisé, le laitier expansé et le laitier granulé, dont la production varie selon la méthode employée [22].

I.2.6 Solutions d'activation alcalins :

Les solutions alcalines, également appelées solutions activatrices, utilisées pour la synthèse des géopolymères, sont composées d'un mélange d'hydroxydes alcalins (NaOH ou KOH) et de silicate de sodium ou de potassium (Na_2SiO_3 , K_2SiO_3). Des études ont démontré que la réaction de géopolymérisation s'accélère lorsque la solution alcaline contient du silicate de sodium ou de potassium, comparativement à une solution ne contenant que de l'hydroxyde alcalin [23]. Par ailleurs, l'utilisation de l'hydroxyde de sodium plutôt que de l'hydroxyde de potassium favorise la géopolymérisation et améliore la résistance à la compression des géopolymères [8].

I.2.7 La chimie des géopolymères :

Le géopolymère est un polymère inorganique qui présente des comportements analogues aux matériaux minéraux naturels tels que les zéolites, hormis sa microstructure amorphe qui se distingue de la structure cristalline des zéolites. La réaction chimique du géopolymère est une exothermique qui se produit entre des composés aluminosilicates et des activateurs alcalins (KOH, NaOH... dans leur forme aqueuse) dans le but de créer des liaisons polymères Si-O-Al. Les géopolymères, également appelés poly(sialate), sont une forme abrégée de solico-oxo-aluminate. Ils sont constitués de tétraèdres SiO_4 et AlO_4 . Des atomes d'oxygène font le lien entre ces tétraèdres. [2,24]

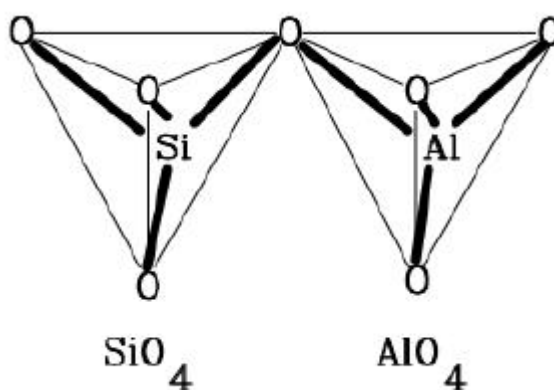


Figure I-3 : Tétraèdres SiO_4 et AlO_4 [24].

La formule empirique générale des géopolymères est présentée ci-après :

$$\text{Mn}^{+} + [(\text{SiO}_2)_z, \text{AlO}_2]_n, w \text{H}_2\text{O} \quad (1)$$

z : rapport molaire Si / Al

n : degré de polymérisation

w : la quantité de l'eau dans le matériau

Mn^{+} : cation métallique [2]

La classification des géopolymères repose sur leur rapport molaire Si/Al, qui constitue le principal facteur de distinction, ce rapport influence directement la structure des géopolymères ainsi que leurs propriétés physico-chimiques. Davidovits établit trois catégories de structures polymériques de Si-O-Al, définies en fonction du rapport molaire z .

Si :

- Si/Al = 1 nommé Poly sialate (PS)
- Si/Al = 2 nommé Poly sialate-siloxo (PSS)
- Si/Al = 3 nommé Poly sialate-disiloxo (PSD)

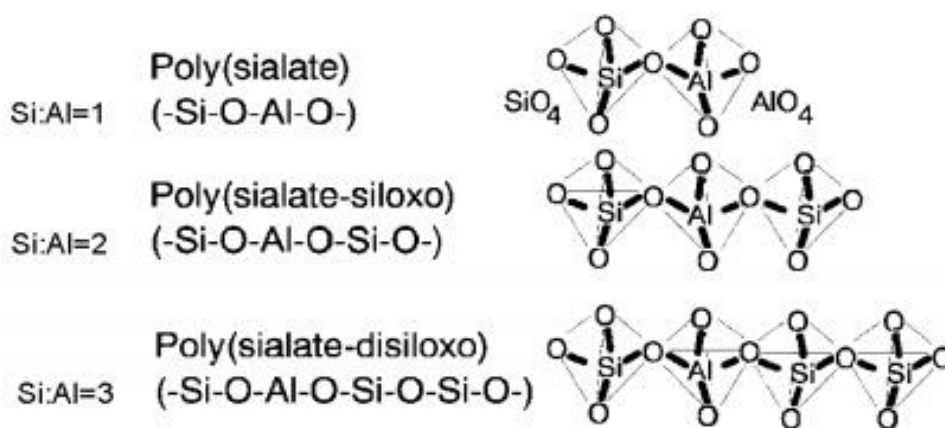


Figure I-4 : Classes de différents géopolymères en fonction du rapport molaire Si/Al propose par Davidovits. [2]

I.2.8 Facteurs influençant les propriétés des matériaux géopolymère

La formation des géopolymères dépend de plusieurs facteurs essentiels, tels que la température de synthèse, la concentration des alcalins, le rapport liquide/solide et la durée de cure. Voici un résumé de l'influence de ces paramètres :

a) Température de synthèse :

La température joue un rôle déterminant dans la vitesse de la réaction et dans la structure du géopolymère. Des températures élevées accélèrent la réaction entre les précurseurs et les solutions alcalines, ce qui améliore la cristallisation et la durabilité du matériau. Toutefois, des températures trop élevées peuvent engendrer un changement des certaines propriétés du géopolymère. [25]

b) Concentration des alcalins :

La concentration en ions alcalins (souvent l'hydroxyde de sodium ou de potassium) est cruciale pour activer les matériaux de base. Une concentration plus forte favorise la dissolution des silicates et aluminates, améliorant ainsi la formation du réseau géopolymère. Cependant, un excès d'alcalins peut entraîner une réaction trop rapide et nuire à la stabilité du matériau.

c) Rapport liquide/solide :

Ce rapport détermine la quantité de liquide (eau ou solution alcaline) par rapport aux matériaux solides. Un rapport trop faible peut rendre le mélange trop sec et difficile à manipuler, tandis qu'un rapport trop élevé dilue la solution alcaline et réduit l'efficacité de la réaction. L'optimisation de ce rapport est donc cruciale pour obtenir des géopolymères présentant de bonnes propriétés mécaniques et durables.

d) Durée de cure :

La durée de cure permet au géopolymère de durcir et de développer ses propriétés finales. Un temps de cure plus long favorise une meilleure cristallisation et une résistance accrue. Cependant, une durée excessive de cure peut ne pas apporter d'amélioration significative, et dans certains cas, une cure plus courte peut suffire, en fonction de la température et de la concentration des alcalins.

Ces différents paramètres sont interconnectés et doivent être soigneusement ajustés en fonction des matériaux utilisés et des propriétés spécifiques recherchées pour le géopolymère.

I.2.9 Applications des géopolymères

Depuis sa découverte des géopolymères par le Professeur Joseph Davidovits, ces matériaux, qu'ils soient utilisés dans leur forme pure ou renforcés avec des charges, ont trouvé des applications dans une multitude de secteurs industriels. Ils sont employés dans des domaines variés tels que l'automobile, l'aérospatiale, les fonderies non-ferreuses, la métallurgie, le génie civil, l'industrie du plastique, ainsi que dans la gestion des déchets ultimes. En outre, ces matériaux sont également utilisés dans l'art, la décoration, la restauration de bâtiments.

Entre 1986 et 1994, l'entreprise russe Tsentrmetallurgremonta réussit à réaliser une série de bâtiments en utilisant des bétons géopolymères à base de Laitier.



Figure I- 5 : Première structure en béton géopolymère a été construite en 1994 à Lipetsk, en Russie.

Le Brisbane West Wellcamp Airport (BWWA) à Toowoomba, dans le Queensland, est le premier aéroport australien construit depuis plus de 48 ans. Ce projet marque une étape majeure en génie civil, étant le plus grand chantier à utiliser du ciment géopolymère et du béton géopolymère. L'aéroport BWWA contient environ 40 000 m³ de béton géopolymère, ce qui en fait le plus important chantier de travaux publics au monde à utiliser cette nouvelle classe de matériaux, développée par la société australienne Wagners sous le nom de Earth Friendly Concrete ? (EFC). Le béton géopolymère EFC présente des caractéristiques idéales pour cette application, notamment une résistance à la flexion élevée, un faible retrait et une excellente capacité de mise en œuvre. Les tarmacs, pistes et taxiways, d'une épaisseur de 435 mm, sont parfaitement adaptés au trafic lourd.



Figure I- 6 : Aéroport de « Brisbane West Wellcamp » en Australie réalisé avec un béton géopolymère.

En 2013, un centre de recherche et d'innovation, le GCI (The Global Change Institute), a été construit à l'Université de Queensland, en Australie, en utilisant du béton géopolymère à base de laitier et de cendres volantes (Figure I- 7). Les dalles du bâtiment ont été réalisées à partir de 33 planchers préfabriqués.



Figure I- 7 : L'institut GCI (The Global Change Institute) à l'Université du Queensland, Australie, 2013

I.3 La brique

Les briques, depuis longtemps sont considérées parmi les éléments importants dans le domaine de la construction, sont principalement composées d'argile cuite. Leur fabrication et leur démolition engendrent des déchets, et une gestion optimale de ces derniers est essentielle pour réduire l'impact environnemental et favoriser une construction plus durable.

I.3.1 Définition

La brique est un matériau de construction obtenu en chauffant petite quantité d'argile, préalablement mise en forme, à une température spécifique appelée température de frittage. Sous l'effet de la chaleur, les particules d'argile commencent à fondre et à s'agglomérer, donnant une structure solide l'aspect pierreux. Après la cuisson, la brique conserve une certaine porosité, ce qui confère des propriétés spécifiques et la différencie des autres matériaux de construction [26].

I.3.2 Principaux constituants de la brique :

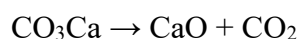
Les argiles utilisées dans cette industrie présentent une grande diversité sur le plan chimique et minéralogique. Voici les limites dans lesquelles varient les différents éléments mesurés par analyse chimique :

Tableau I- 2:Les composants chimiques de brique terre cuit. [27]

Natures des éléments	Formulations	(%)
Silice	SiO ₂	35 à 80
Alumine	Al ₂ O ₃	8 à 25
Oxyde de titane	TiO ₂	0,3 à 2
Oxyde de fer	Fe ₂ O ₃	2 à 8
Chaux	CaO	0,5 à 15
Magnésie	Mg O	0 à 3
Soude	Na ₂ O	0,1 à 1
Potasse	K ₂ O	0,5 à 4
Anhydride carbonique	CO ₂	0 à 15

I.3.2.1 Rôles des constituants de la brique [27]

- **Silice** : La silice peut être présente sous forme combinée avec des silicates d'alumine (comme l'argile et les micas) ou sous forme libre (quartz). Dans ce dernier cas, elle agit comme un dégraissant et forme la structure des produits.
- **Alumine** : L'alumine est principalement responsable de la plasticité de l'argile, cette plasticité étant plus prononcée lorsque la teneur en alumine est élevée. Ainsi, pour la fabrication de produits pressés avec des reliefs marqués, comme les tuiles, il est préférable d'utiliser des argiles riches en alumine.
- **Oxyde de fer** : L'oxyde de fer sert d'élément fondant lors de la cuisson et donne aux produits leur couleur rouge.
- **Chaux** : La chaux est un ingrédient courant dans les produits de terre cuite, souvent présente sous forme de carbonate de chaux finement divisé dans les argiles. Lors de la cuisson, ce carbonate se décompose, libérant du dioxyde de carbone et formant de la chaux, qui réagit avec les autres composants de l'argile pour créer des silicates d'alumine complexes. Cette réaction donne aux produits une couleur rose ou jaunâtre, plutôt que la couleur rouge habituelle des produits fabriqués avec des argiles sans chaux. Plus la cuisson est élevée, plus la couleur est pâle, ce qui peut induire en erreur certains utilisateurs qui associent une couleur pâle à une cuisson insuffisante.



De plus, la décomposition du carbonate de chaux laisse des vides dans les produits, augmentant leur porosité. Parfois, le calcaire dans les argiles se trouve sous forme de gros grains, qui se transforment en chaux vive lors de la cuisson. Cela peut provoquer des

éclatements locaux (appelés "éclatements de chaux") lorsque la chaux vive absorbe l'humidité et s'expand. Pour éviter ce phénomène, il est nécessaire de broyer finement les matières premières ou de tremper les produits cuits dans l'eau froide pendant quelques minutes après la cuisson.

- **Soude et Potasse** : Les oxydes alcalins (soude et potasse) agissent comme fondants, en combinaison avec d'autres éléments comme l'oxyde de fer, déclenchent des réactions de grésage lors de la cuisson. Ces réactions sont responsables des qualités finales des produits, notamment de leur résistance mécanique.

I.3.3 Types de briques terre cuite

Les matériaux en terre cuite sont utilisés depuis plusieurs siècles et ont su s'adapter aux évolutions de la construction et à ses exigences. Qu'ils soient produits dans un cadre traditionnel ou industriel, ces matériaux sont généralement fabriqués à partir d'argile qui prend souvent une teinte rouge après la cuisson.

I.3.3.1 Briques creuses

La brique creuse est une brique ayant des perforations verticales ou plus couramment horizontales, elles sont isolantes et légères, comparées aux briques pleines. Elle se divise en deux types :

✓ Brique creuse avec perforations verticales (bloc perforé) :

Les blocs perforés comportent des perforations perpendiculaires à la face de pose, avec une largeur d'au moins 14 cm ou la somme des perforations est égale ou inférieure à 60% de la section totale du bloc, ces blocs peuvent être classés en deux types selon leurs caractéristiques thermiques :

- Des blocs de types G : sont des blocs creux standards (La lettre G signifie général).
- Des blocs normaux [28].

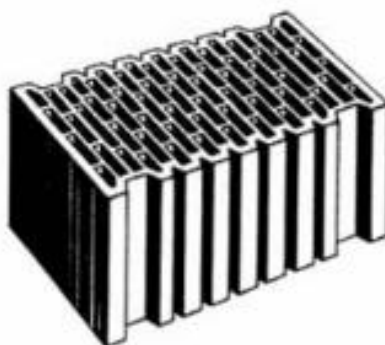


Figure I- 8 : Brique creuse avec perforations verticales.

✓ **Brique creuse avec perforations horizontale :**

Elle comporte des perforations parallèles au plan de pose, et dont la section totale dépasse 40% de la section totale de la brique. Les briques avec perforations horizontales sont classées selon deux critères : forme et résistance.

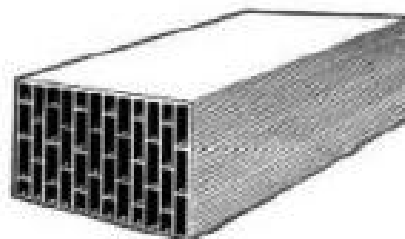


Figure I- 9 : Brique creuse avec perforations horizontale.

I.3.3.2 Pleines

Elles possèdent des faces planes sans reliefs et comprennent aucune perforation, leurs dimensions les plus courants sont : (22*11*6) cm ou (25*12*5.5) cm.



Figure I- 10: brique pleine.

I.3.3.3 Perforés

Ce sont des briques comportant des alvéoles perpendiculaires au plan de pose, ces alvéoles doivent représenter moins de 40% de la surface totale de la brique. Les briques perforées qui comportent au moins quatre conduits non débouchant sont fabriqués par voie demi-sèche (25*12*5.5-8.8) cm. Les trous de la perforation sont faits soit verticalement dans la proportion de 60% de la section totale, soit horizontalement avec alvéoles parallèles au lit de pose dans la proportion de 40% de la section totale. Selon la fabrication des briques traditionnelles il est difficile d'obtenir des briques ayant des dimensions précises, cette difficulté est due au retrait à l'air et à la cuisson. Selon la Norme, les tolérances peuvent être

calibrées comme suit : ± 6 mm sur la longueur ; ± 4 mm sur la largeur et ± 3 mm sur l'épaisseur.

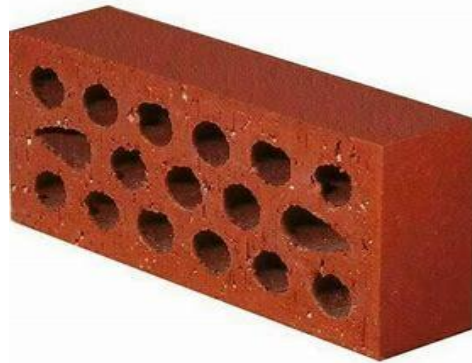


Figure I- 11: Brique perforé.

I.3.4 Processus de fabrication des briques

La fabrication des briques souligne l'importance essentielle des premières étapes, notamment l'extraction de l'argile et sa préparation, afin d'assurer un produit de qualité. L'argile, matière première des briqueteries, est extraite d'une carrière située à proximité. Cette argile doit être de taille suffisante et posséder des caractéristiques idéales : elle ne doit ni être trop maigre ni trop grasse, et doit sécher facilement avec un retrait minimal. De plus, elle doit cuire correctement sans poser de problèmes, et ne doit pas contenir de polluants tels que le soufre, le fluor ou le chlore. En général, la fabrication des briques se décompose sur des étapes principales, comme le montre le schéma ci-dessous.

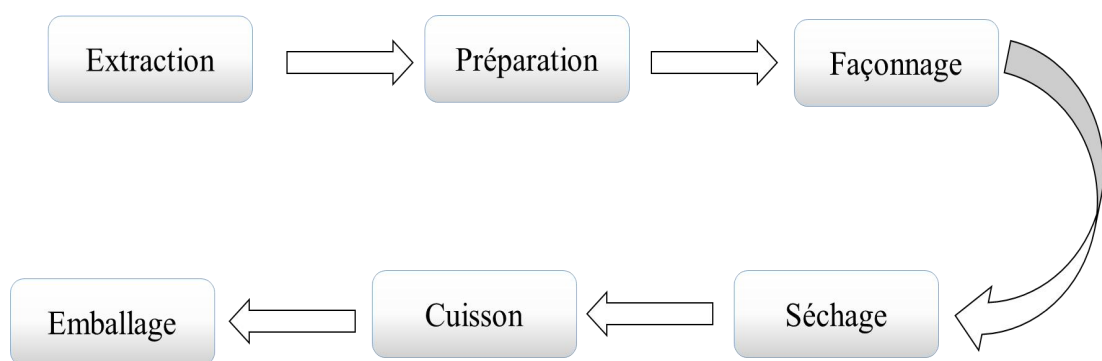


Figure I- 12 : Les étapes principale pour la fabrication de brique.

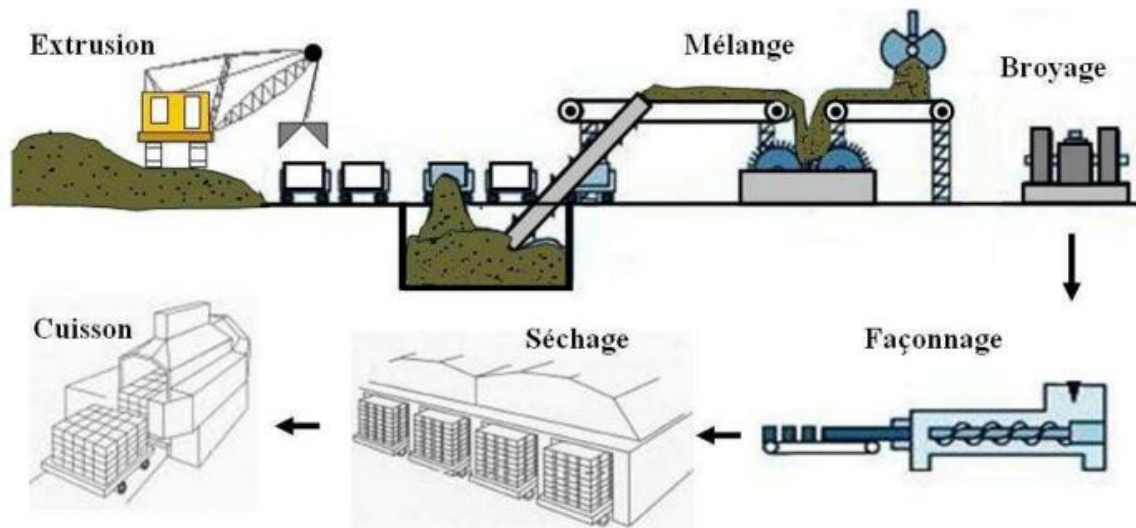


Figure I- 13 : Fabrication de brique terre cuite.

a) Extraction de matière premières

La matière première de la brique est l'argile, qui est extraite des argilières situées dans des zones spécifiques d'extraction. L'argile se trouve principalement dans le sous-sol, et ses propriétés varient en fonction de son origine géologique. En général, les briqueteries sont situées à proximité des argilières. Certaines briqueteries ajoutent également de l'argile provenant d'autres argilières pour diversifier et enrichir leur gamme de produits. [29]



Figure I- 14: Extraction de l'argile.

b) Préparation de l'argile

La préparation de l'argile repose sur deux opérations fondamentales : d'une part, le broyage et le malaxage, et d'autre part, le dosage et le mélange des matières premières. L'objectif principal est d'obtenir une masse argileuse homogène et suffisamment plastique pour faciliter sa transformation en produit fini.

- Broyage et Malaxage

Ces opérations ont pour but de rendre la masse d'argile homogène et de lui conférer la plasticité nécessaire au moulage des briques. Cette étape très importante s'effectue dans des broyeurs mécaniques à meules verticales ou à cylindres horizontaux. Dans le broyeur horizontal, l'argile est laminée entre deux cylindres. Enfin, l'argile contient également des débris organiques nuisibles à la qualité du produit fini, et qui ne peuvent être éliminés que par l'action bactériologique. A cette fin, l'argile est stockée quelque temps dans un lieu humide et sombre propice au développement de ces bactéries. [30][31]

- **Dosage et Mélange**

Aujourd'hui, on ne fabrique plus les briques uniquement à partir des argiles locales, comme c'était le cas auparavant. Pour obtenir une qualité optimale de la matière première, divers types d'argile sont mélangés, toujours sous un contrôle permanent. Les adjuvants peuvent influencer les propriétés des produits finis. Ainsi, l'ajout de pigments peut en modifier la couleur ; l'ajout de sciure de bois a une influence sur la porosité. L'ajout d'eau permet de garantir une mise en forme facile de l'argile, tandis que la vapeur augmente la plasticité de l'argile. [30] [31]

c) Façonnage

Le façonnage permet d'assurer une cohésion suffisante de la pâte, grâce à l'élimination de l'air emprisonné dans l'argile (désaération) et à l'amélioration de sa plasticité, soit par ajout d'eau, soit par injection de vapeur d'eau. Deux procédés principaux sont utilisés dans l'industrie de la terre cuite : le filage (moulage ou extrusion) et le pressage. [32]

d) Séchage

Avant la cuisson, les briques crues doivent encore évacuer une grande partie de leur humidité, du moins pour la plupart des argiles. Le séchage se poursuit jusqu'à ce que leur teneur en eau ne dépasse pas 2 %, afin d'éviter les risques de fissuration ou d'éclatement dus à la dilatation de la vapeur. De plus, la stabilité dimensionnelle du produit n'est atteinte qu'une fois le retrait lié à la dessiccation terminé.

e) Cuisson

La cuisson est la dernière étape que doit subir le bloc d'argile façonné et séché avant de devenir une brique de terre cuite. Il s'agit donc d'une phase essentielle qui doit être réalisée de manière progressive. Pour cela, la fournée est soumise à une montée en température régulière jusqu'à atteindre la température de cuisson, située entre 850°C et 1200°C selon le type d'argile utilisé. Par la suite, le refroidissement doit également se faire graduellement.

Lors de la cuisson, la chaleur induit divers changements dans les matières premières, modifiant leur masse volumique, porosité, dureté et dimensions. Elle entraîne également des

réactions telles que la déshydratation, la décomposition et la recombinaison des éléments, influençant ainsi les propriétés du matériau. Ces transformations se déroulent en plusieurs étapes :

- Jusqu'à environ 200°C : évacuation de l'eau résiduelle du séchage.
- Entre 200 et 450°C : décomposition de la matière organique.
- De 450 à 650°C : décomposition des minéraux argileux avec libération de l'eau de constitution.
- Entre 650 et 750°C : décomposition du carbonate de chaux dans le cas des argiles calcaires [33][34].

f) Emballage

L'emballage des briques est une étape essentielle pour assurer leur protection pendant le transport et le stockage. Après la cuisson, les briques sont prêtes pour transporter et livrer sur les chantiers. Pour faciliter leur manipulation et assurer la sécurité, elles sont d'abord empilées sur des palettes ; puis emballées de manière à réduire au minimum la quantité de matériau d'emballage utilisé.

I.3.5 Les déchets de brique

Les activités humaines et industrielles génèrent inévitablement des déchets, constituant un enjeu écologique crucial. Une gestion inefficace de ces derniers peut provoquer une pollution affectant l'air, l'eau et les sols, menaçant ainsi la santé et l'environnement (Figure I- 15). Le déchet de brique est appelé aussi « Briquaillons », « Chamotte » ou « Brique concassé ». Il y'a pas beaucoup de données sur l'emploi de déchet de brique, leur consommation universelle de matière première (Brique), leur utilisation comme granulats du béton, en conséquence leur génération en quantités énormes.

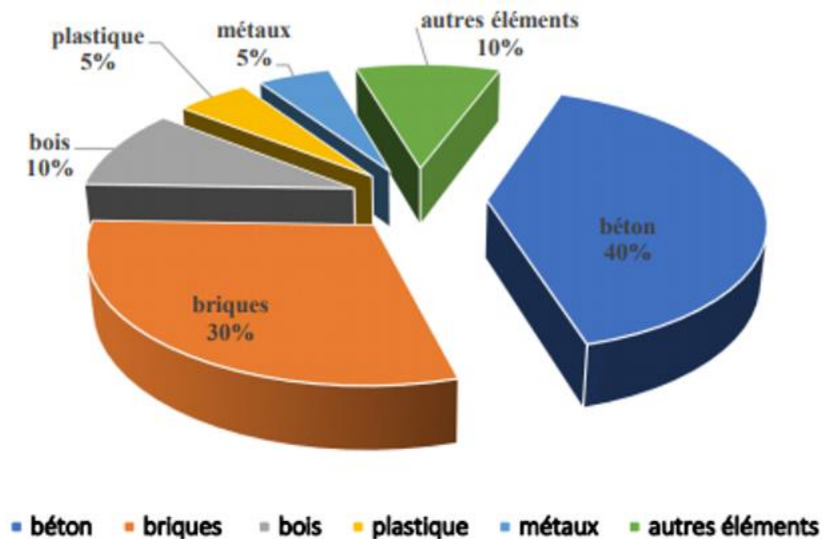


Figure I- 15: Répartition des quantités de déchets de chantiers ou de démolitions.[35]

Les recherches en Algérie sur les matériaux est presque rare. Lorsqu'on dit « Briquaillons » on réfère aux briques morcelées provenant à cause de la démolition ou d'une mauvaise cuisson de brique. « Chamotte » est la brique cuite broyée ou concassée. (BarkatAbderezak, 2006). (Harbi. R, 2009) montre que les déchets de briques sont des sous-produits de l'industrie des produits rouges. Ils se trouvent en grande quantité au niveau national à cause du nombre élevé de briqueteries et des taux de rejets (briques non conformes ou cassées) qu'elles génèrent et qui représentent 10 à 15 % de leurs productions.



Figure I- 16: Déchets de briques.

I.3.5.1 Technique de gestion et valorisation des déchets de brique

Les déchets de briques représentent une part importante des déchets issus de la démolition et des décombres. D'un côté, ces déchets peuvent être techniquement recyclés pour être utilisés comme composant dans des matériaux de type maçonnerie. De l'autre, il existe

une quasi-absence de réglementations concernant la fabrication et l'utilisation des déchets de briques.

I.3.6 Valorisation des déchets de la brique

Il existe peu d'informations concernant le traitement des déchets de briques, qui représentent une part importante des déchets issus de la démolition et des décombres. D'une part, d'un point de vue technique, ces déchets sont principalement recyclés en tant que composant de matériaux de type maçonnerie. D'autre part, l'absence quasi-totale de réglementation encadrant la fabrication et l'utilisation des briques recyclées.

La valorisation des déchets est un processus visant à exploiter les matériaux afin de les réintégrer dans le circuit économique. Elle englobe le réemploi, la réutilisation, la régénération et le recyclage des matières.

I.3.6.1 Le déchet de brique dans le béton [36]

Les déchets de briques, en particulier ceux présents en grande quantité dans les tas de décombres urbains, ainsi que les briques incuites et surcuits provenant des briqueteries, peuvent être concassés pour produire des granulats destinés à la fabrication de béton léger :

1. *Structures pour semelles de fondation, parois de cave, et éléments en béton armé* : Ces matériaux ont une densité comprise entre 1600 et 2100 kg/m³, avec une résistance à l'écrasement variant de 50 à 320 kg/cm². Ils présentent une grande élasticité sous pression et flexion, un faible coefficient de retrait, ainsi qu'une conductivité thermique et une dilatation réduite.
2. *Isolants poreux pour les parois* : Les parpaings et les carrelages ont une densité entre 1000 à 1600 kg/m³, une résistance à l'écrasement de 20 à 50 kg/cm², et une résistance à la traction de 5 à 10 kg/cm². Leur coefficient de retrait est compris entre 0,20 et 0,30 mm, et ils possèdent une faible conductivité thermique.
3. *Mono granulométrique du groupe 1/3mm* : Dont on peut produire des bétons poreux de déchet de brique rouge présentant une isolation thermique poussée.

Les bétons réfractaires sont conçus pour résister à des températures élevées ainsi qu'à certaines corrosions chimiques. Ils sont utilisés dans la fabrication d'ouvrages exposés à des températures extrêmes, tels que les cheminées, les revêtements de chaudières, les sols d'usines et les carnaux de cheminées.

I.3.6.2 Le déchet de brique dans le mortier

Le mortier à base de déchet de brique suscite un intérêt croissant en raison des propriétés spécifiques des fragments de brique broyée, riches en silice et alumine, qui

améliorent l'adhérence de la matrice cimentaire et favorisent les réactions pouzzolaniques. Ce type de mortier, fabriqué avec des granulats recyclés, présente également de bonnes qualités de maniabilité, de durabilité et de résistance au gel-dégel [37]. La résistance à la compression augmente avec le temps, quel que soit le dosage en poudre de brique, grâce à la réaction pouzzolanique, à la densification de la matrice et à l'effet de remplissage des particules fines. La teneur en eau joue un rôle clé dans l'hydratation du liant et le développement des résistances mécaniques. En outre, la poudre de brique améliore le coefficient d'absorption capillaire et la résistance aux attaques sulfatées, contribuant ainsi à la durabilité globale du mortier [38].

I.3.6.3 Le déchet de brique dans le géopolymère

Dans une perspective de transition écologique et d'économie circulaire, la valorisation des déchets de brique pour la fabrication de géopolymères constitue une solution durable. Riches en aluminosilicates, ces déchets peuvent être transformés, après broyage et calcination, en liants géopolymères par activation alcaline, réduisant ainsi l'impact environnemental des matériaux de construction. En tant qu'alternatives aux ciments Portland, les géopolymères offrent de bonnes performances mécaniques, une durabilité accrue et une réduction notable des émissions de CO₂. L'industrialisation et la robotisation du secteur facilitent leur mise en œuvre, améliorant productivité, qualité, sécurité et réduisant les coûts et les gaspillages. Cette synergie entre matériaux durables et technologies avancées ouvre la voie à une construction plus intelligente et responsable [39].

I.4 Conclusion

Ce chapitre a introduit les géopolymères comme des matériaux écologiques et performants, capables de remplacer les liants traditionnels. Il a également mis en évidence le potentiel des déchets de brique, riches en silice et alumine, comme matière première dans leur fabrication. L'intégration de ces déchets permet à la fois de valoriser des résidus de construction et de produire des matériaux durables. Cette base théorique prépare l'étude expérimentale présentée dans les chapitres suivants.

Chapitre II : Caractérisation des matières

Premières et techniques expérimentales.

Chapitre II : Caractérisation des matières premières et techniques expérimentales.

Ce chapitre examine les propriétés physiques et chimiques des matières premières à savoir la brique, le kaolin et le Métakaolin utilisées dans la formulation du géopolymère, à travers des techniques expérimentales réalisées conformément aux normes françaises, afin de mieux comprendre leur comportement thermique.

II.1 Introduction

L'analyse approfondie des propriétés physique, thermique, chimiques et minéralogiques des matières premières est cruciale pour comprendre leur rôle dans la géopolymérisation et évaluer leur impact sur les propriétés du matériau obtenu.

II.2 Présentation des matières premières utilisés

II.2.1 Le kaolin

Le kaolin exploré dans cette étude, proviennent d'usine Tiziri ceramica à El Asnam wilaya de Bouira. Ce dernier proviennent de gisement de Tamazart kaolin (wilaya de Jijle).



Figure II- 1: Kaolin brute.

II.2.1.1 *Calcination de la kaolinite*

Tout d'abord, la kaolinite est placée dans une étuve afin d'éliminer toute trace d'humidité résiduelle. Ensuite, elle est broyée afin d'être réduite en particules plus fines.

Une fois parfaitement sèche, elle est calcinée à une température élevée de 750°C dans un four pendant 3 heures avec un rompe de 5°C, favorisant ainsi sa transformation en Métakaolin par déshydroxylation (Une structure amorphe et réactive).

Enfin, le produit obtenu est finement broyé et tamisé à travers un maillage de 80 μm (0,08 mm), afin d'assurer une granulométrie homogène et un matériau prêt à l'emploi. La figure suivante (Figure II-2) regroupe les principales étapes de la transformation.

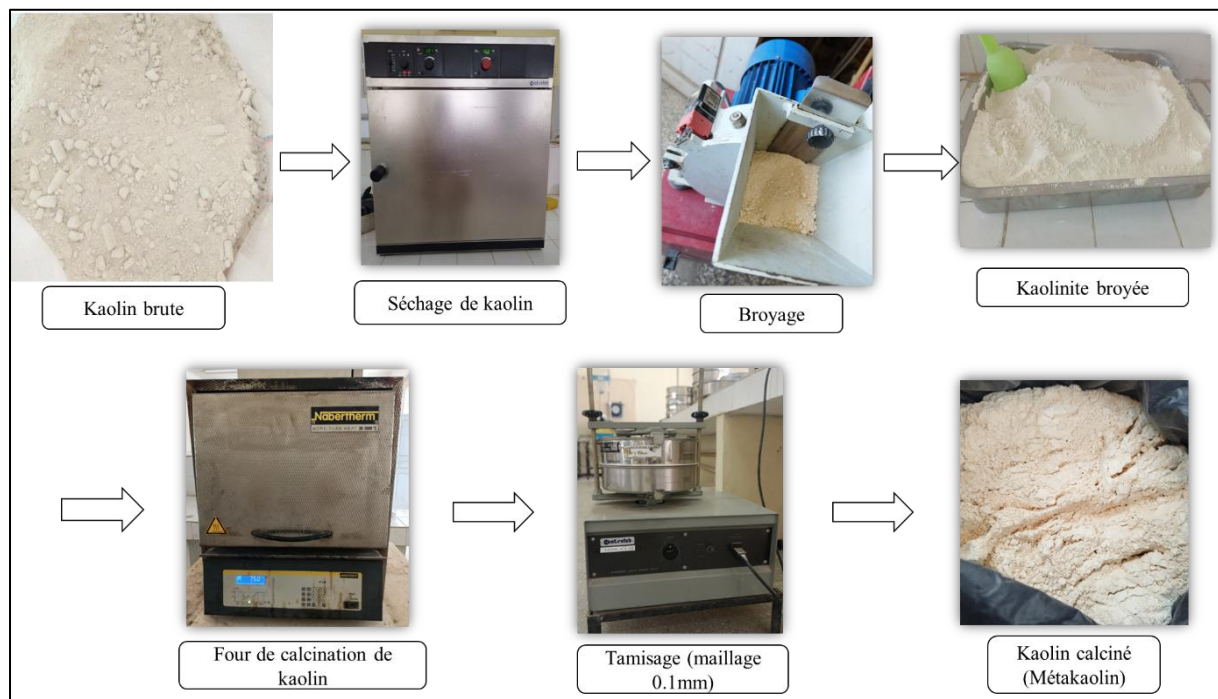


Figure II-2: Les étapes de calcination de kaolinite.

II.2.2 Déchets de brique

Les déchets de brique utilisé dans cette étude, proviennent dans la briqueterie situé le long de la route nationale n26 à Remila, dans la commune de Sidi Aich wilaya de Béjaïa.



Figure II-3: Briques.

II.2.2.1 Préparation de déchet de brique

Tout d'abord, les briques usagées sont concassées à l'aide d'un marteau, afin d'être réduites en fragments. Ces débris sont ensuite broyés plus finement à l'aide d'un concasseur. Une fois cette étape terminée, le matériau est placé dans une étuve à température constante pendant 24 heures afin d'éliminer toute trace d'humidité et d'améliorer la qualité des particules avant d'être transféré dans un broyeur.

Enfin, pour obtenir une granulométrie précise et homogène, les particules de brique sont tamisées à travers un maillage de 80 μm (0,08 mm), garantissant ainsi un matériau raffiné et prêt à l'emploi. Ces différentes étapes du procédé sont représentées dans la figure ci-dessous (Figure II-4)

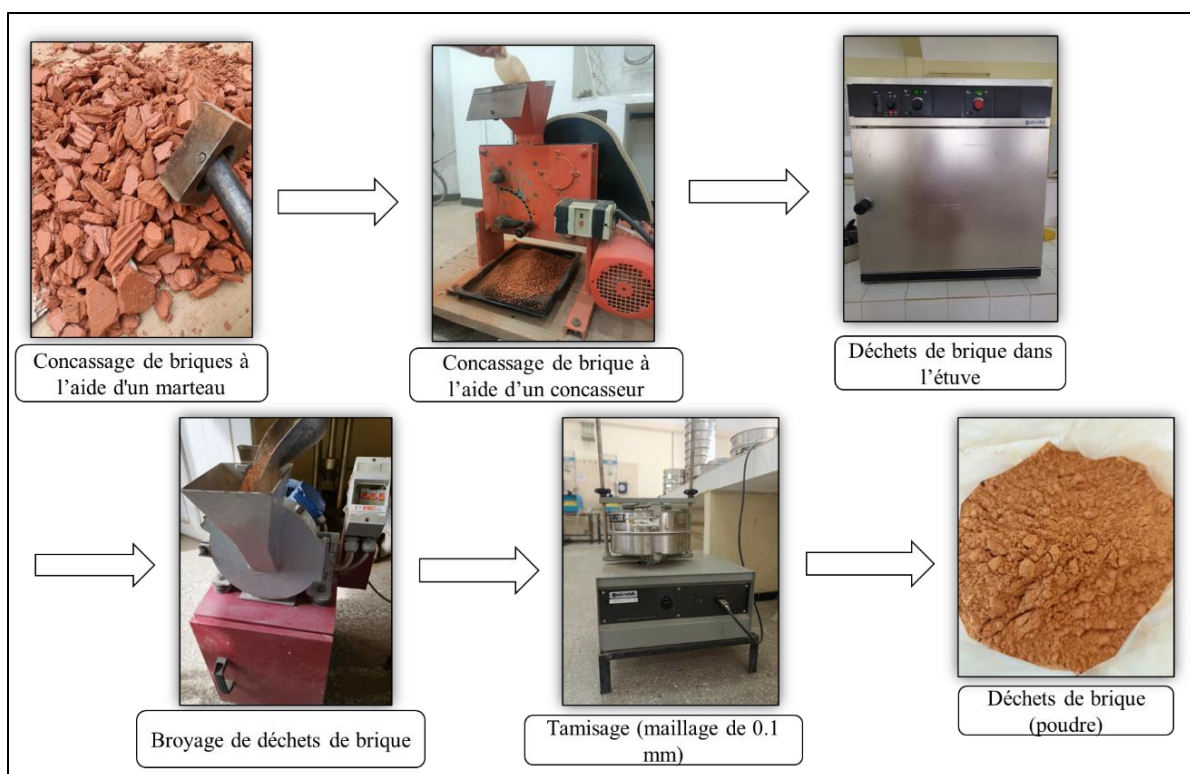


Figure II-4: Les étapes de production des déchets de brique (Poudre fine).

II.2.3 Les activateurs

En complément des aluminosilicates, qui constituent la source solide de réactifs, un activateur chimique est indispensable pour initier le processus de géopolymérisation. Ce rôle est généralement assuré par des solutions alcalines, principalement à base d'hydroxydes ou de silicates. Parmi les activateurs les plus couramment utilisés, on retrouve les hydroxydes alcalins, notamment l'hydroxyde de potassium (KOH) et l'hydroxyde de sodium (NaOH).

Dans notre étude, nous avons utilisé deux activateurs essentiels pour l'activation alcaline : l'hydroxyde de sodium (NaOH) et le silicate de sodium (Na_2SiO_3).

II.3 Méthodes de caractérisation physico-chimiques et minéralogiques

II.3.1 Caractérisation des matières premières

II.3.1.1 Analyse granulométrique par sédimentation (NF EN ISO 17892-4)

L'analyse granulométrique par sédimentation est une méthode fondée sur la loi de Stokes, qui permet d'évaluer la répartition des particules fines en fonction de leur vitesse de décantation. Elle est appliquée aux poudres telles que le Métakaolin, kaolin et les déchets de brique calcinés.

➤ **But :**

L'analyse granulométrique par sédimentation est une méthode permettant de déterminer la répartition pondérale des particules fines (de diamètre inférieur à 80 μm) d'un matériau en fonction de leur taille. Elle constitue un complément à l'analyse granulométrique par tamisage, qu'elle s'applique aux particules plus grossières. Cette technique repose sur le principe de la décantation, consistant à évaluer le diamètre équivalent des particules assimilées à des sphères, à partir de leur vitesse de chute dans un fluide visqueux. L'objectif est d'établir la courbe granulométrique caractérisant la fraction fine (inférieure à 0,08 mm) du matériau étudié.

➤ **Appareillage :**

Passoir, agitateur mécanique, densimètre gradué, chronomètre, des flocculants, eau distillée et thermomètre.



Figure II- 7: Agitateur mécanique.

➤ **Mode opératoire :**

L'expérience a pour objectif de suivre l'évolution de la densité d'une suspension au cours du temps. Deux éprouvettes contenant chacune 2000 cm^3 d'eau distillée sont utilisées : l'une comme témoin (pour mesurer la température et la densité initiale), l'autre pour la

préparation de la suspension. Après homogénéisation, le chronomètre est lancé dès l'arrêt de l'agitation. Un densimètre est plongé dans la suspension pour effectuer des mesures aux temps suivants : 0,5 ; 1 ; 2 ; 5 ; 10 ; 20 ; 40 ; 80 ; 240 et 1440 minutes. Lors des trois premières mesures (0,5 ; 1 ; 2 min), le densimètre reste immergé en continu. À partir de la 4e mesure (5 min), il doit être retiré, nettoyé soigneusement, puis conservé dans l'eau distillée entre chaque utilisation.

II.3.1.2 Déterminations des masses volumiques

Les aspects physiques sont particulièrement étudiés, en raison de leur impact sur la performance des matériaux. Les essais réalisés incluent la mesure de la densité, de la porosité, du taux d'humidité et surtout de la masse volumique. Cette dernière est un paramètre clé en génie civil, souvent considéré comme l'un des tests les plus importants pour évaluer la qualité et la résistance des matériaux.

a) Masse volumique apparente (NF EN 1097-6).

La masse volumique apparente d'un matériau est représentée la masse d'un mètre cube du matériau pris en vrac, en intégrant à la fois les vides internes, qu'ils soient perméables ou imperméables, ainsi que les vides entre particules. Cette mesure permet ainsi d'évaluer la densité réelle du matériau tel qu'il se présente naturellement. La détermination de cette propriété se fait conformément à la norme NF EN 1097-6.

Pour mesurer la masse volumique apparente d'un matériau, tout d'abord on commence de peser notre récipient vide (Noté M1) puis, on prélève un échantillon, soit à l'aide des deux mains en formant un entonnoir, soit en utilisant directement un entonnoir. Celui-ci est maintenu à environ 10 cm au-dessus d'un récipient. L'échantillon est ensuite laissé tomber de manière régulière, à un débit ni trop rapide ni trop lent, de façon à remplir le récipient au centre jusqu'à débordement, formant ainsi un cône uniforme. Une fois le récipient rempli, la surface est nivelée à l'aide d'une règle pour garantir une mesure précise. Le récipient contenant l'échantillon est ensuite pesé (Noté M2). Cette opération est répétée trois fois afin d'assurer la fiabilité des résultats, puis on calcule la moyenne des masses obtenues. Cette masse volumique est donnée par la formule suivante :

$$\rho_{app} = \frac{M2-M1}{V}$$

Où :

ρ_{app} : La masse volumique apparente (exprimée en kg/m³ ou g/cm³).

M1 : La masse de récipient vide (en kg ou g).

M2 : La masse après de remplissage (en kg ou g).

V : Le volume total de l'échantillon (en m³ ou cm³).

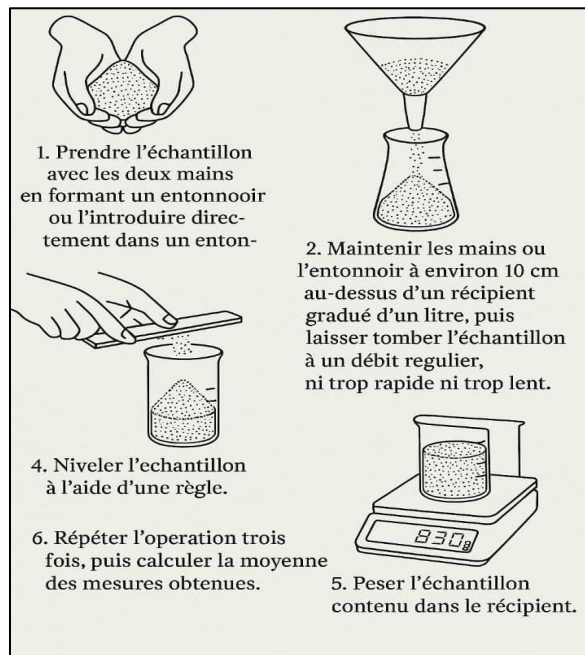


Figure II-8: Détermination de la masse volumique apparente d'un matériau.

b) **Masse volumique absolue (NF EN 1097-6).**

La masse volumique absolue (ρ_s) est déterminée conformément à la norme (NF EN 1097-6). Elle représente la masse par unité de volume de la matière qui constitue le granulat, le but de la mesure est de déterminer la densité réelle d'un matériau en excluant l'effet des vides.

L'essai commence par le remplissage partiel de l'éprouvette avec de l'eau, dont le volume initial est noté V1, on ajoute l'échantillon de masse M, le mélange est agité à l'aide d'une tige afin de chasser l'air emprisonné entre les particules. Une fois les bulles d'air évacuées, on relève le nouveau volume V2. L'ensemble de l'opération est répété trois fois afin d'assurer la fiabilité des résultats obtenus. La formule pour calculer cette masse volumique (ρ_s) est la suivante :

$$\rho_s = \frac{M}{V_2 - V_1}$$

ρ_s : Masse volumique absolue (en g/cm³ ou kg/m³).

M: Masse de l'échantillon (en g ou kg).

V1: Volume initial de l'eau avant immersion de l'échantillon (en cm³ ou m³).

V2 : Volume total de l'échantillon et de l'eau déplacée (en cm³ ou m³).

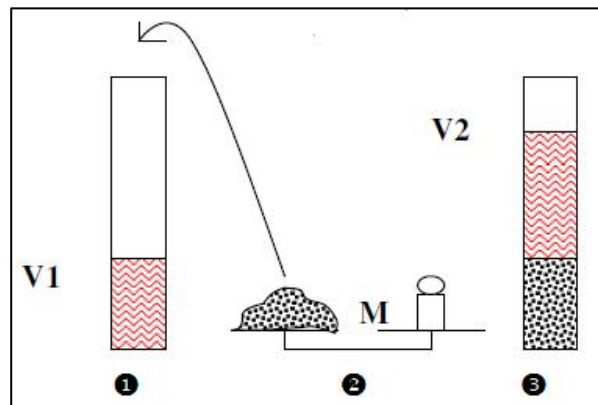


Figure II- 9: Principe de la détermination de la masse volumique absolue.

II.3.1.3 Bleu de méthylène (VB) (NF EN 933-9)

L'essai au bleu de méthylène est une méthode couramment utilisée pour évaluer l'argilosité d'un sable, d'un granulat ou d'un sol en quantifiant la présence de particules argileuses. Il repose sur l'adsorption préférentielle du bleu de méthylène par les argiles, permettant ainsi d'estimer leur activité. En mesurant la surface interne et externe des grains argileux, cet essai permet d'évaluer la quantité de bleu de méthylène fixée, par conséquent, d'analyser l'influence des argiles sur les propriétés du matériau testé.

➤ Le principe de l'essai :

Un échantillon de granulats est mis en suspension dans de l'eau, puis des solutions de bleu de méthylène sont ajoutées progressivement. Après chaque addition, un test à la tache sur papier filtre permet de vérifier l'adsorption du colorant par l'échantillon. L'essai prend fin lorsque la présence de colorant libre est détectée de manière répétée. La valeur du bleu de méthylène noté (VB) est calculée comme suit :

$$VB = \frac{V}{M} \times 10$$

Avec ;

V : Volume de bleu de méthylène en cm³

M : Masse de la prise d'essai en g.

Cet essai a pour objectif de déterminer la proportion de particules argileuses présentes dans un sable, un granulat ou un sol en général. Les résultats se lisent selon les valeurs de l'indice VB :

- VB < 0,5 : présence très faible de fines argileuses.
- 0,5 ≤ VB < 1,0 : faible présence de fines argileuses.

- $1,0 \leq VB < 2,0$: présence modérée de fines argileuses.
- $2,0 \leq VB < 3,0$: forte présence de fines argileuses.
- $VB > 3,0$: très forte présence de fines argileuses.



Figure II- 10: Appareillage de l'essai au bleu méthylène.

- Le test est positif lorsqu'une auréole bleu clair persistante se forme autour du dépôt central dans la zone humide (figure II- 11).
- Il est négatif si l'auréole reste incolore, nécessitant alors l'ajout de 5 ml de solution de bleu de méthylène (figure II- 11).
- En cas de test positif, laisser le bleu s'adsorber progressivement et réaliser des contrôles chaque minute, sans ajout supplémentaire de solution.
- Si l'auréole disparaît au bout de cinq minutes, ajouter à nouveau 2 ml de solution de bleu de méthylène.

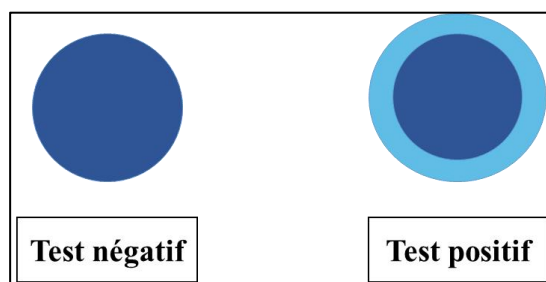


Figure II- 11 : Essai au bleu de méthylène.

II.3.1.4 Diffraction des Rayons X (DRX)

La diffractométrie de rayons X (DRX) est une technique d'analyse physico-chimique permettant d'identifier les phases cristallines d'un matériau et d'étudier sa structure atomique. Elle repose sur la mesure de la diffraction d'un faisceau de rayons X par un échantillon en poudre. Couramment utilisée pour caractériser des matériaux comme les ciments, les argiles ou les céramiques, la DRX est essentielle pour comprendre les transformations minéralogiques et les réactions chimiques des matériaux.



Figure II- 12: Machine de diffraction des Rayons X (DRX).

II.3.1.5 Fluorescence des Rayons X (FRX)

La spectrométrie de fluorescence X est une méthode d'analyse élémentaire globale utilisée pour identifier et quantifier la majorité des éléments chimiques présents dans un échantillon.

➤ Principe :

La spectrométrie de fluorescence X est une technique d'analyse élémentaire permettant d'identifier et de quantifier les éléments chimiques présents dans un échantillon. Elle repose sur l'excitation des atomes par un faisceau de rayons X, entraînant l'émission de rayons caractéristiques propres à chaque élément. L'analyse de cette émission permet de déterminer la composition chimique de l'échantillon de manière précise et non destructive [41].



Figure II- 13: Machine de fluorescence des rayons X (FRX).

II.3.1.6 Analyse thermique

a) Analyse thermogravimétrique (ATG)

L'analyse thermogravimétrique (ATG) mesure les variations de masse d'un échantillon en fonction du temps et de la température, sous une atmosphère contrôlée. Cette technique permet de suivre des phénomènes thermiques tels que l'élimination des matières organiques, la décomposition des minéraux, ainsi que la perte d'eau physiquement et chimiquement liée (déshydratation et déshydroxylation). Pour les argiles, chaque type de phyllosilicate présente une plage spécifique de déshydroxylation, ce qui permet d'analyser leur comportement thermique. En plus de l'évaluation des pertes de masse, l'ATG contribue à l'analyse qualitative des matériaux et est utilisée pour étudier des réactions chimiques complexes comme l'oxydation, la corrosion et l'absorption. [42]

b) Analyse thermique différentielle (ATD)

L'analyse thermique différentielle (ATD) est une méthode utilisée pour identifier les températures auxquelles un matériau subit des transformations lors d'un traitement thermique. Elle repose sur la mesure de la différence de température (ΔT) entre l'échantillon (T_e) et une substance de référence (T_r), soumises toutes deux à un même programme de chauffage ou de refroidissement, sous une atmosphère contrôlée. C'est-à-dire ne présentant aucune transition ou réaction thermique dans l'intervalle de température étudié. Cette approche permet de détecter et de caractériser les phénomènes thermiques associés à l'échantillon, tels que les transitions de phase ou les réactions chimiques, en mesurant les écarts de comportement thermique entre les deux systèmes soumis à un programme de chauffage identique.

II.3.2 Caractérisation du matériau géopolymère

Pour caractériser un géopolymère, plusieurs essais sont couramment utilisés afin d'évaluer ses propriétés physiques, mécaniques et thermiques.

Ils sont essentiels pour comprendre le comportement global du géopolymère et optimiser sa formulation. Les principaux essais utilisés à cette fin sont présentés ci-après :

II.3.2.1 Propriétés physiques

a) La masse volumique absolue (ASTM C373-94)

La masse volumique réelle (absolue) est généralement déterminée selon la méthode d'Archimède, en se basant sur la poussée du liquide déplacé. Cette méthode est normalisée par la norme ASTM C373-94.

$$\rho = \frac{M_{sec}}{M_{sec} - M_{imm}} \times \rho_{eau}$$

Où :

- ρ : masse volumique réelle du matériau (g/cm³ ou kg/m³).
- M_{sec} : masse de l'échantillon sec à l'air (g).
- M_{imm} : masse de l'échantillon immergé dans le liquide (g).
- ρ_{eau} : masse volumique du liquide utilisé (g/cm³), (en général $\rho_{eau}=1000$ g/cm³).

b) L'absorption d'eau (NF EN 1097-6)

L'essai d'absorption d'eau permet d'évaluer la capacité d'un matériau à retenir l'eau à travers ses pores ouverts, influençant ainsi directement sa durabilité. Il est réalisé conformément à la norme NF EN 1097-6. L'absorption d'eau est exprimée en pourcentage par rapport à la masse sèche du matériau, selon la formule suivante :

$$ABS(\%) = \frac{M_{sat} - M_{sec}}{M_{sec}} \times 100$$

Où :

- M_{sat} : masse de l'échantillon saturé après immersion (g).
- M_{sec} : masse de l'échantillon sec (g).
- ABS : taux d'absorption d'eau, exprimé en pourcentage (%).

c) La porosité ouverte (ASTM C373-94)

La porosité ouverte est le pourcentage de vides connectés dans un matériau, accessibles aux fluides. Elle indique la capacité d'absorption d'eau et est calculée par rapport au volume total du matériau. Cet essai, réalisé selon la norme ASTM C373-94.

La formule utilisée pour calculer la porosité ouverte c'est :

$$P(\%) = \frac{M_{sat} - M_{sec}}{M_{sat} - M_{imm}} \times 100$$

Où :

- M_{sat} : masse de l'échantillon saturé après immersion (g).
- M_{sec} : masse de l'échantillon sec (g).
- M_{imm} : masse de l'échantillon immergé dans l'eau (g).
- P : porosité ouverte (%).

II.3.2.2 Propriétés mécaniques**a) La compression (NF EN 196-1)**

La résistance à la compression a été déterminée selon la norme NF EN 196-1 (édition 2016). Ces essais ont pour but d'évaluer les performances mécaniques des matériaux après 28 jours de durcissement. Les essais ont été réalisés à l'aide d'une presse de laboratoire de type Automatic Compression - Flexural Cement Machine (CONTROLS PILOT), qui applique une charge uniaxiale perpendiculaire à la surface de l'échantillon jusqu'à sa rupture permet de déterminer la résistance à la compression selon la formule suivante :

$$\sigma_{max} = \frac{F}{S}$$

σ_{max} : La contrainte maximale à la rupture (en MPA).

F : La force maximale appliquée lors de l'essai (en N).

S : La surface de la section transversale de l'échantillon (en mm²).

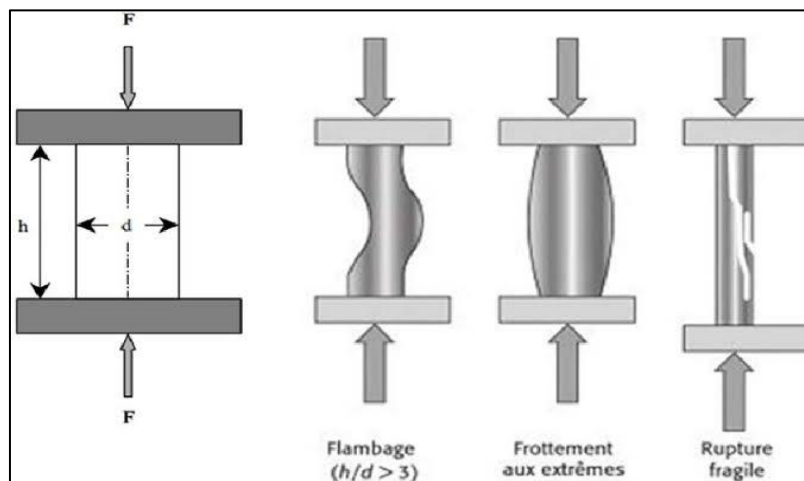


Figure II- 14: Disposition de l'essai de résistance à la compression.

II.3.2.3 Propriétés thermiques :

La caractérisation thermique des matériaux géopolymérique vise à évaluer leur stabilité, leur résistance au feu, leur conductivité thermique et leur capacité calorifique, afin de garantir leur performance dans des environnements exposés à de hautes températures. La conductivité thermique est une propriété physique qui décrit la capacité d'un matériau à transmettre la chaleur par conduction. Représentée par λ ou k , elle intervient notamment dans l'expression de la loi de Fourier. Elle quantifie la quantité de chaleur transférée à travers une surface donnée, par unité de temps, sous l'effet d'un gradient de température.



Figure II- 15: Appareille de mesure la conductivité thermique.

II.4 Le plan expérimental

Le plan expérimental a été conçu à partir de trois paramètres principaux : le taux d'ajout de déchets de briques (0 %, 15 %, 30 %), la température de cure (40 °C, 60 °C, 80 °C), et la concentration de silicate de sodium (activateur 01, activateur 02, activateur 03). Pour chaque expérience, l'un des paramètres est maintenu à son niveau moyen (par exemple, un taux d'ajout fixé à 15 %), tandis que les deux autres varient selon les combinaisons définies par le plan. Cette approche permet de générer 15 configurations expérimentales distinctes, traitées et analysées à l'aide du logiciel JMP, dans le but d'étudier les effets croisés des facteurs et d'identifier les conditions optimales de formulation qui repose sur l'application de la méthodologie des surfaces de réponse (RSM).

II.5 Logiciel JMP et méthodologie des surfaces de réponse

Dans le cadre de ce mémoire intitulé « Optimisation des propriétés physico-mécaniques et thermiques des géopolymères à base de déchets de briques », le logiciel JMP a été utilisé comme outil principal pour l'application de la méthodologie des surfaces de réponse (RSM). Cet outil statistique performant nous a permis de concevoir un plan d'expériences rigoureux, de modéliser l'influence des paramètres clés (tels que le taux d'ajout de déchets, la concentration de silicate sodium et la température de cure), et d'optimiser les formulations géopolymérique. Grâce à ses fonctionnalités avancées en régression, en visualisation graphique, JMP facilite la construction de modèles mathématiques précis (souvent des polynômes de second degré), permettant de prédire l'évolution des propriétés étudiées. L'interprétation des surfaces de réponse générées en 3D a joué un rôle essentiel dans la compréhension des interactions entre les facteurs et dans la détermination des combinaisons optimales pour améliorer les performances des matériaux, notamment en termes de résistance à la compression, de porosité et de conductivité thermique. Ainsi, l'intégration du logiciel JMP dans notre démarche expérimentale s'est révélée indispensable pour atteindre nos objectifs d'optimisation.[43]

II.6 Conclusion

La caractérisation des matières premières constitue une étape essentielle pour comprendre leur comportement physico-chimique et adapter leur utilisation dans la fabrication de géopolymères. Les analyses granulométriques, thermiques, chimiques et minéralogiques permettent d'évaluer les propriétés fondamentales des matériaux et de garantir leur aptitude à la synthèse géopolymérique. L'ensemble de ces caractérisations et protocoles expérimentaux offre ainsi une base solide pour optimiser les performances des géopolymères selon les exigences d'application visées.

***Chapitre III : Résultats de caractérisation des
matières premières et formulation des
géopolymères***

Chapitre III: Résultats de caractérisation des matières premières et formulation des géopolymères

Ce chapitre est divisé en deux parties. La première est consacrée à l'analyse des résultats des méthodes de caractérisation physico-chimiques et minéralogiques appliquées aux trois matières premières : kaolin, métakaolin et déchet de brique. La seconde partie traite de la formulation des géopolymères à partir de ces matériaux, en mettant l'accent sur l'optimisation des mélanges avec les activateurs alcalins pour obtenir un matériau aux propriétés adaptées.

III.1 Les résultats sur les méthodes de caractérisations physico-chimiques et minéralogiques

III.1.1 Analyse granulométrique par sédimentation (NF EN ISO 17892-4)

Dans le cadre de notre étude, nous avons réalisé un essai de granulométrie par sédimentation (figure III-1) sur les trois matériaux étudiés : Kaolin, métakaolin et déchet de briques, permettant d'obtenir leurs courbes granulométriques et d'analyser précisément la répartition de leurs particules fines.

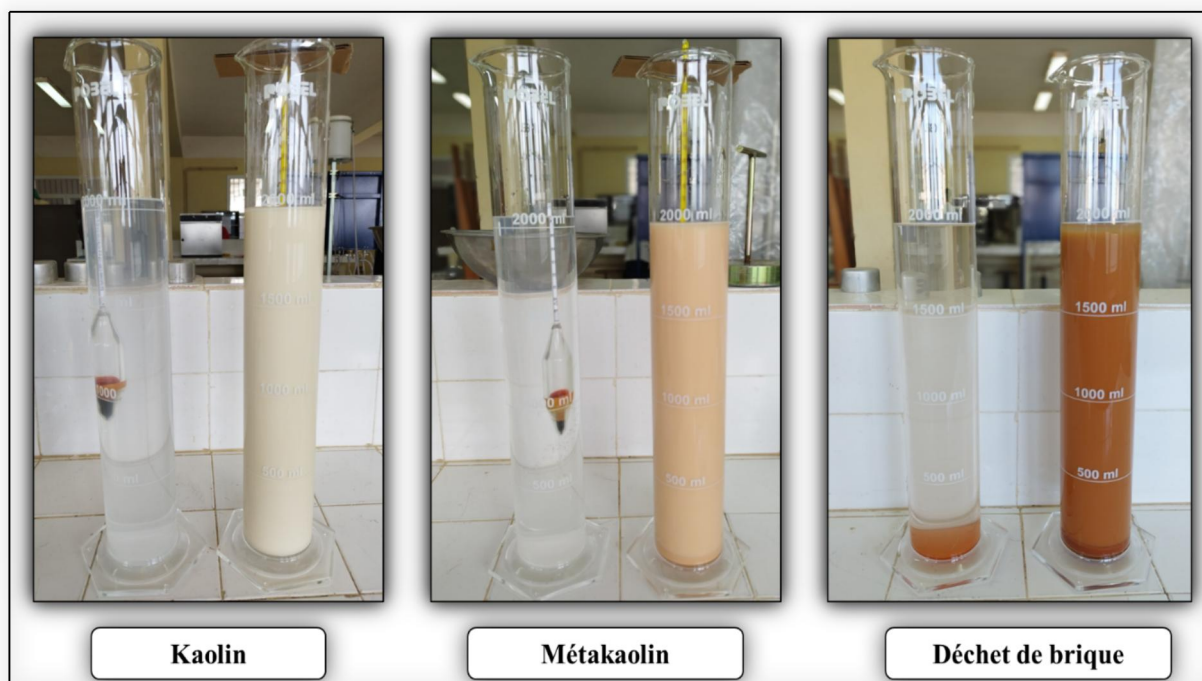


Figure III- 1: Mesures de l'essai granulométrique par sédimentation.

Tableau III- 1: Résultats de l'analyse granulométrique par sédimentation du kaolin.

Temps	R Lecture	Température	C _t	P %	P %	Diamètre

de lecture (min)	densimètre	(°C)	Correction température	sur tamis à 80μ	sur tamis à 50μ	D (μm)
0.5	1,0225	24	C	90,49	90,49	68,41
1	1,022	24	0,0008	88,52	88,52	48,62
2	1,0215	24	0,0008	86,54	86,54	34,54
5	1,0215	24	0,0008	86,54	86,54	21,39
10	1,0213	24	0,0008	84,57	84,57	15,20
20	1,0205	24	0,0008	82,59	82,59	10,80
40	1,0195	24	0,0008	78,64	78,64	7,71
80	1,0175	24	0,0008	70,74	70,74	5,56
240	1,015	24	0,0008	60,86	60,86	3,28
1440	1,010	23	0,0006	40,37	40,37	1,41

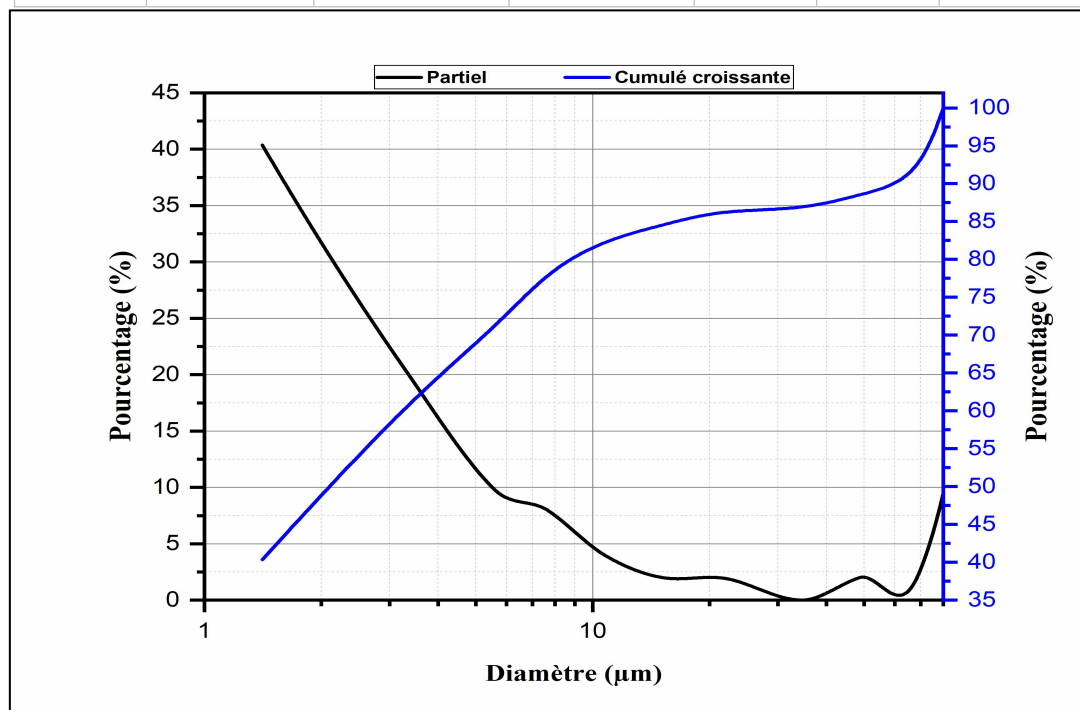


Figure III-2: Courbe de distribution granulométrique du kaolin obtenue par sédimentation.

Tableau III- 2: Résultats de l'analyse granulométrique par sédimentation du métakaolin

Temps de lecture (min)	R Lecture densimètre	Température (°C)	C _t Correction température	P % sur tamis à 80μ	P % sur tamis à 50μ	Diamètre (μm)
0.5	1.02	24	0.0008	80.61	80.61	70.09
1	1.0185	24	0.0008	74.69	74.69	50.26
2	1.0175	24	0.0008	70.74	70.74	35.87
5	1.016	24	0.0008	64.81	64.81	22.55
10	1.014	24	0.0008	56.90	56.90	16.24
20	1.013	24	0.0008	52.95	52.95	11.58
40	1.0105	24	0.0008	43.06	43.06	8.37
80	1.0085	24	0.0008	35.17	35.17	6.01
240	1.006	24	0.0008	25.29	25.29	3.54
1440	1.003	23	0.0006	12.67	12.67	1.50

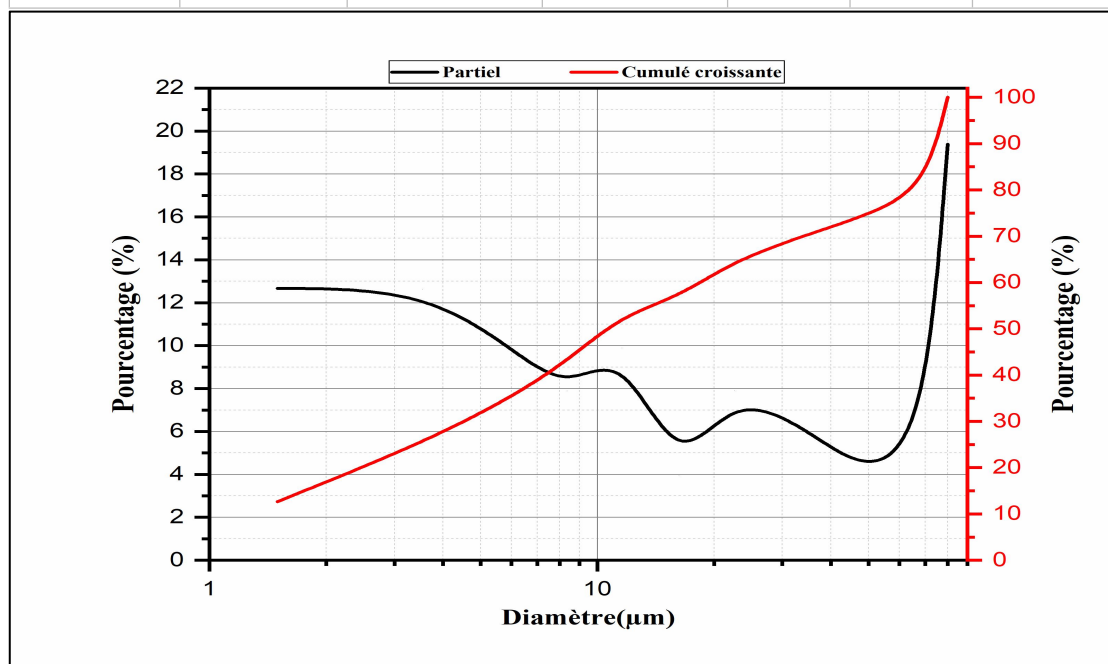
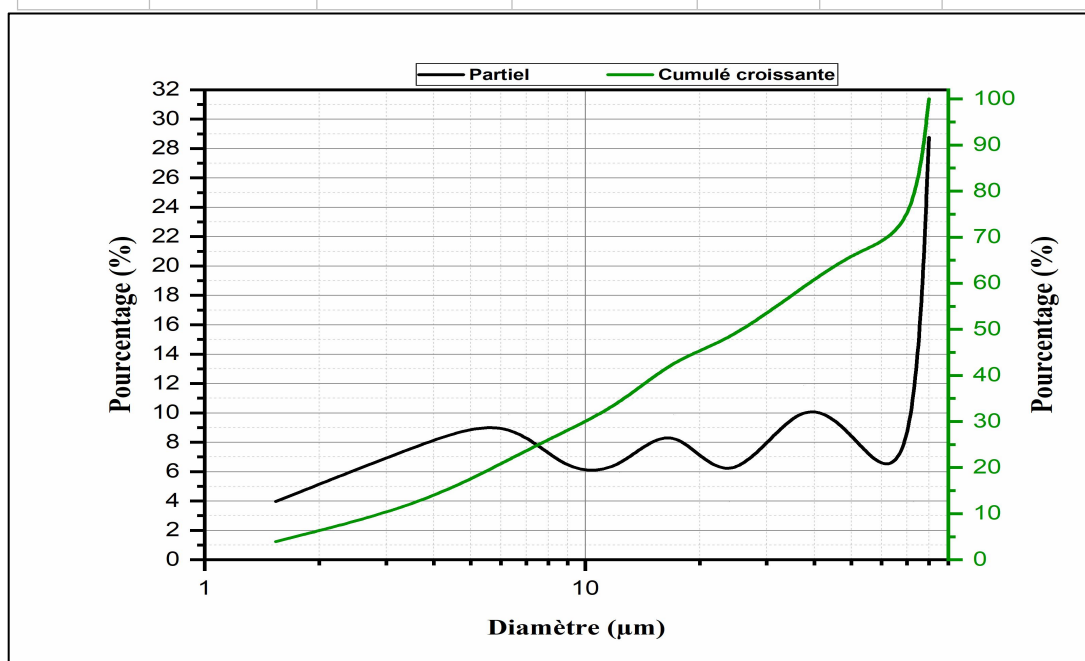

Figure III- 3: Courbe de distribution granulométrique du métakaolin obtenue par sédimentation.

Tableau III- 3: Résultats de l'analyse granulométrique par sédimentation du déchet de brique.

Temps de lecture (min)	R Lecture densimètre	Température (°C)	C _t Correction température	P % sur tamis à 80μ	P % sur tamis à 50μ	Diamètre (μm)
0.5	1.018	22	0.0004	71.24	71.24	73.10
1	1.017	22	0.0004	67.29	67.29	52.16
2	1.015	22	0.0004	59.37	59.37	37.54
5	1.012	22	0.0004	47.50	47.50	23.92
10	1.011	22	0.0004	43.54	43.54	17.06
20	1.0085	22	0.0004	33.64	33.64	12.31
40	1.007	22.2	0.0004	27.71	27.71	8.79
80	1.0055	22.2	0.0004	21.77	21.77	6.29
240	1.003	22	0.0004	11.87	11.87	3.71
1440	1.001	22	0.0004	3.96	3.96	1.54


Figure III- 4: Courbe de distribution granulométrique du déchet de brique obtenue par sédimentation.

D'après le tableau III- 1 et la figure III- 2, l'analyse par sédimentation montre que le kaolin est composé en majorité de particules très fines, avec plus de 50 % ayant un diamètre inférieur à 7 μm . Selon le tableau III- 1, la diminution progressive du diamètre au fil du temps confirme la finesse et la bonne répartition granulométrique du matériau.

D'après le tableau III-2 et la figure III-3, la courbe granulométrique du métakaolin révèle une quantité élevée plus de 80% de particules fines, notamment inférieures à 10 μm , bien que moins importante que dans le kaolin brut. Cette différence s'explique par la calcination, qui réduit les particules très fines et favorise une distribution plus homogène, comme le montre la continuité de la courbe cumulative.

D'après le tableau III- 3 et la figure III- 4, l'analyse montre que les déchets de briques ont une bonne répartition granulométrique, avec une présence équilibrée de particules fines et grossières. La courbe cumulée régulière et les variations de la courbe partielle confirment une distribution homogène et bien étalée des tailles de grains.

Les trois matériaux (déchet de brique, métakaolin et kaolin) montrent une diminution progressive du diamètre et du passage au tamis 80 μm , avec le kaolin présentant les particules les plus fines, suivi du métakaolin, tandis que le déchet de brique reste le plus grossier.

III.1.2 Détermination des masses volumiques (NF EN 1097-6)

III.1.2.1 Masse volumique apparente

Le tableau III- 4 présente les résultats des masses volumiques apparente du kaolin, du métakaolin et du déchet de brique. Le kaolin présente une masse volumique apparente de 0,5481 g/cm^3 , traduisant une structure très poreuse, probablement liée à sa morphologie lamellaire. Le métakaolin, plus réactif et amorphe, affiche une masse encore plus faible (0,3983 g/cm^3), ce qui accentue son caractère léger et microporeux. En revanche, le déchet de brique se distingue par une masse apparente plus élevée (0,8983 g/cm^3), suggérant une meilleure compacité, probablement liée à une répartition granulométrique plus homogène entre les fines et les granulats, favorisant un meilleur empilement des particules. Ces écarts de masse volumique apparente traduisent des différences dans le taux de vides, ce qui influence directement les performances des matériaux dans les formulations géopolymères.

Tableau III- 4: Résultats des masses volumiques apparente.

Echantillon	Kaolin	Métakaolin	Déchet de brique
Masse volumique apparente			
(g/cm³)	0.5481	0.3983	0.8983


Figure III- 5: Mesure de la masse volumique apparente du déchet de brique.

III.1.2.2 Masse volumique absolue

Le tableau III- 5 présente les résultats des masses volumiques absolues (réelles) du kaolin, du métakaolin et du déchet de brique. Ces valeurs permettent d'estimer la densité intrinsèque de chaque matériau. Le kaolin affiche une masse volumique absolue de 2,9443 g/cm³, ce qui est cohérent avec sa structure minérale dense. Le métakaolin, obtenu par calcination du kaolin, présente une masse volumique légèrement plus faible (2,8101 g/cm³), témoignant d'une légère perte de masse due à la déshydroxylation (processus de calcination). Le déchet de brique, quant à lui, possède une masse volumique absolue de 2,6623 g/cm³, indiquant une structure minérale globalement moins dense que celle du kaolin.

Tableau III- 5: Résultats des masses volumiques absolue.

Echantillon	Kaolin	Métakaolin	Déchet de brique
Masse volumique absolue			
(g/cm³)	2.9443	2.8101	2.6623

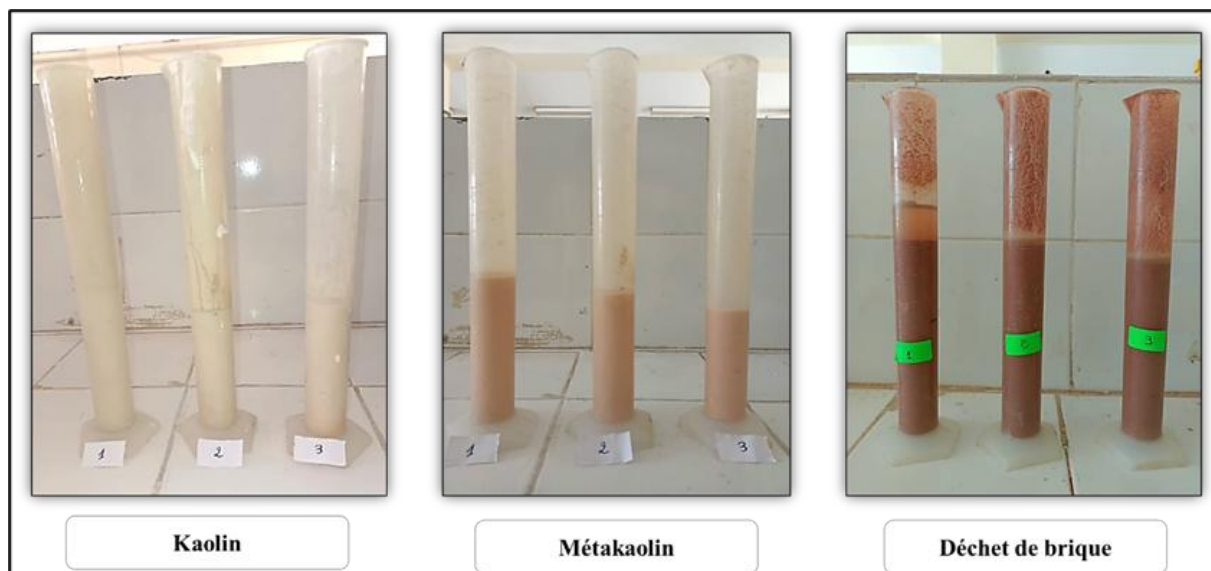


Figure III-6: Mesure de la masse volumique absolue.

III.1.3 Bleu méthylène (NF EN 933-9)

L'essai au bleu de méthylène évalue principalement la capacité d'adsorption des particules fines. La Figure III-7 présente les résultats obtenus pour cet essai appliqué aux trois matériaux étudiés : kaolin, métakaolin et déchet de briques.

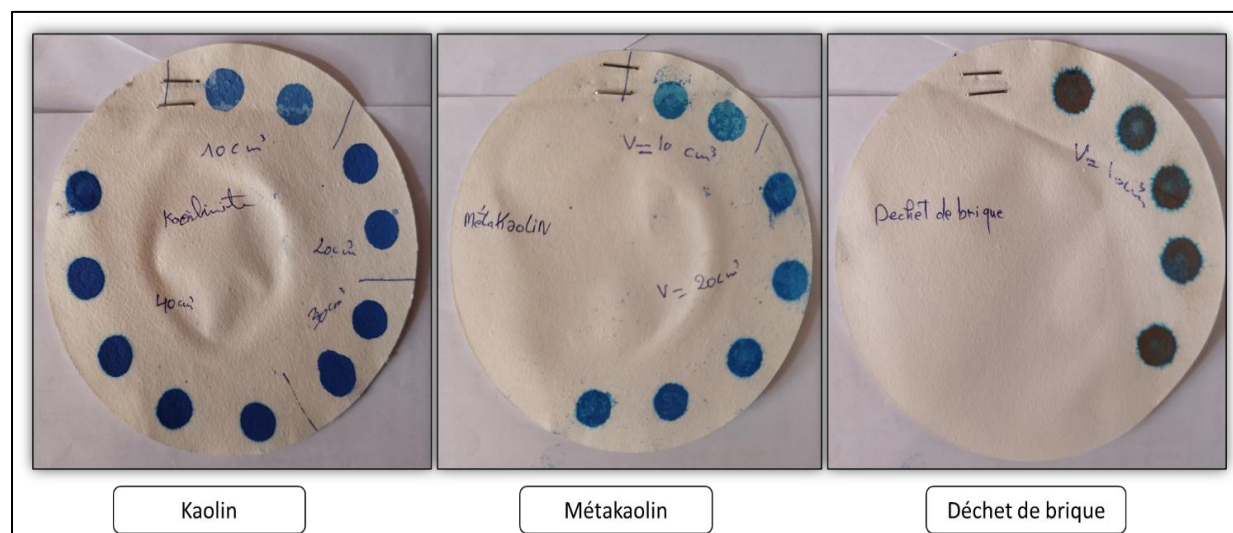


Figure III-7: Résultats de l'essai de bleu méthylène.

La valeur de bleu de méthylène a été déterminée conformément à la norme NF EN 933-9. Les résultats de l'essai VB sont regroupés dans le tableau III-6.

Tableau III- 6: Résultats de l'essai au bleu méthylène (Valeurs de VB).

Matériau	Kaolin	Métakaolin	Déchet de brique
Valeur de VB	13.33	6.67	3.33

Le kaolin présente la valeur la plus élevée, traduisant une surface spécifique importante et une forte activité d'adsorption, grâce à sa structure cristalline lamellaire composée de feuillets empilés. Après calcination, le métakaolin montre une capacité d'adsorption réduite, témoignant de la déstructuration partielle de sa structure cristalline (amorphe). Enfin, le déchet de brique, possède la plus faible capacité d'adsorption, ce qui s'explique par la nature minéralogique du matériau. En effet, les briques étant issues d'une cuisson à haut température, leurs composants argileux sont transformés en phase peu réactives et peu poreuses, indiquant une faible surface spécifique.

D'après nos résultats obtenus lors de l'essai au bleu de méthylène, les matériaux analysés : kaolin, métakaolin et déchet de briques, présentent une valeur VB supérieure à 3, traduisant une très forte présence de fines argileuses.

III.1.4 Diffraction des Rayons X (DRX)

Dans le cadre de cette étude, des essais de diffraction des rayons X (DRX) ont été réalisés sur trois matériaux : le kaolin, le métakaolin et le déchet de brique. Cette analyse a pour objectif de caractériser la composition minéralogique de ces matériaux et de mieux comprendre l'effet des traitements thermiques ou des procédés de fabrication sur leur structure cristalline. Les diagrammes obtenus servent de base à l'interprétation comparative entre les matériaux étudiés.

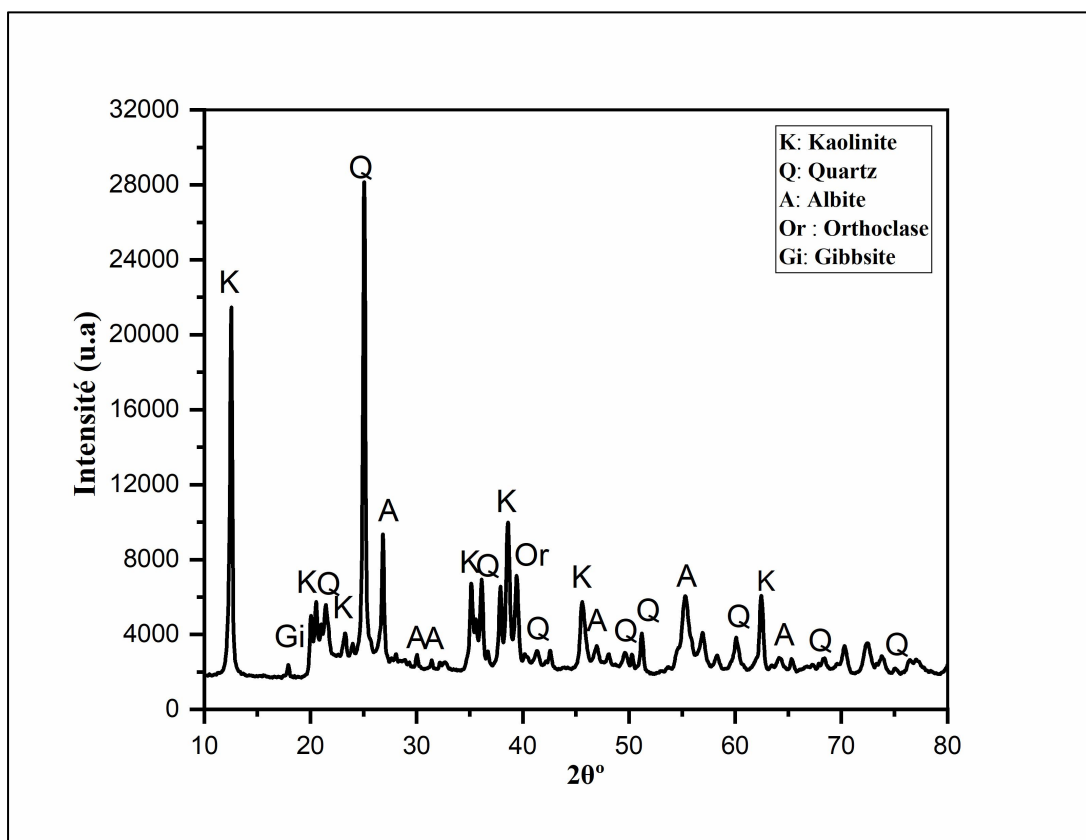


Figure III- 8: Diagramme de rayons X du kaolin.

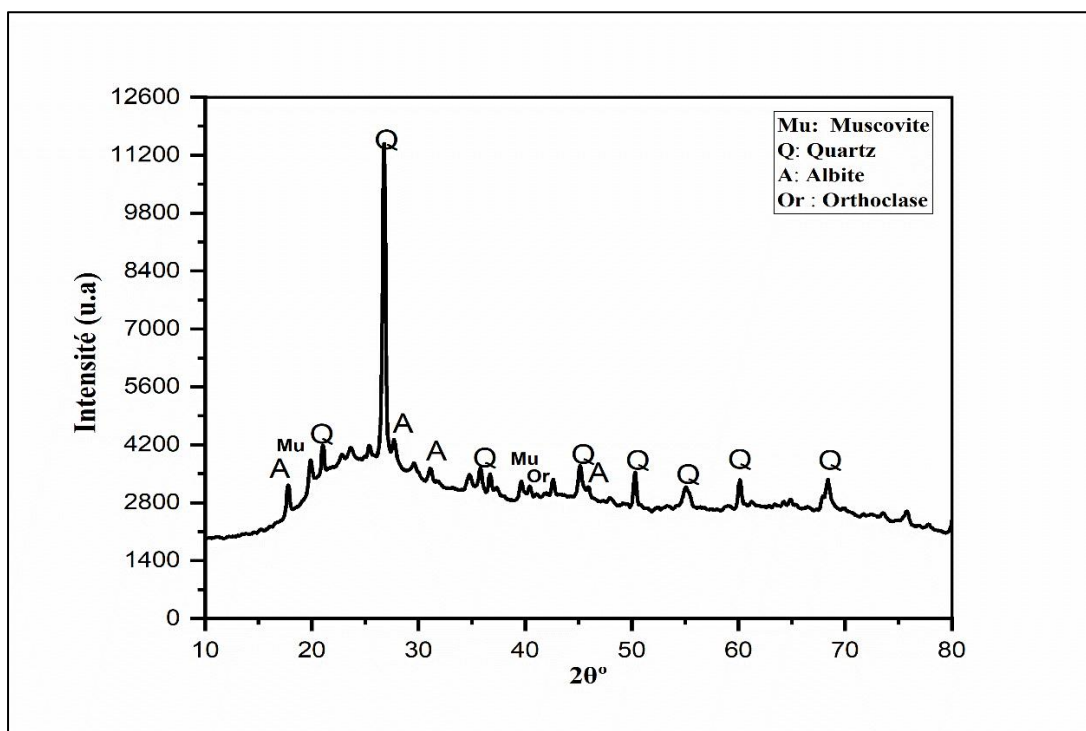


Figure III- 9: Diagramme de rayons X du Métakaolin.

D'après la figure III- 8, le diagramme de DRX du kaolin montre une forte cristallinité, marquée par des pics nets et intenses, en particulier ceux de la kaolinite. On y observe également une présence significative de quartz à 26,6°, dont l'intensité atteint 28000 unités, qui représente la forme cristalline de la silice, ainsi que des traces d'albite, d'orthoclase et

gibbsite. Cette composition minéralogique révèle une structure bien ordonnée et riche en silice cristalline.

Après calcination (Figure III-9), le diagramme DRX du métakaolin présente une forte diminution de la cristallinité : révèle une disparition des pics de kaolinite et une chute du quartz (silice) à 11 200 unités, soit une diminution de 60%, et la structure devient partiellement amorphe. Malgré la déstructuration, la silice reste présente, principalement sous forme de quartz, accompagnée de traces d'albite et de muscovite. Comparé au kaolin, le métakaolin est donc moins cristallin, avec une structure plus désordonnée, mais conserve une certaine teneur en silice, élément clé dans les propriétés pouzzolaniques du matériau.

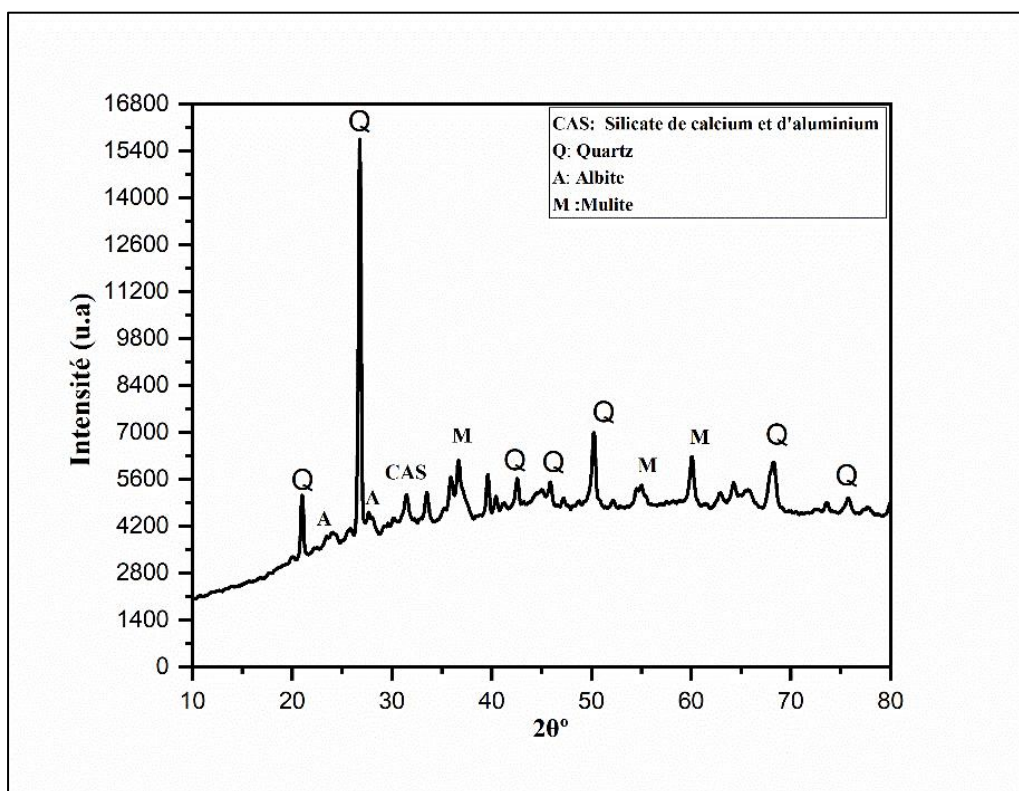


Figure III- 10: Diagramme de rayons X du déchet de brique.

D'après la figure III- 10, le diagramme de DRX du déchet de brique montre une forte présence de quartz, avec un pic principal à 26,6° atteignant environ 15 600 unités, indiquant une teneur élevée en silice cristalline. On identifie aussi de la mullite, de l'albite et des silicates de calcium et d'aluminium (CAS), témoignant d'une structure issue de la cuisson à haute température. Le matériau contient donc à la fois des phases cristallisées et des traces de désorganisation minérale.

III.1.5 Fluorescence des Rayons X (FRX)

La fluorescence des rayons X est une méthode essentielle pour déterminer la composition chimique des matériaux, notamment en géopolymérisation. Le tableau III-7

présente les teneurs en oxydes de trois matières premières : le déchet de brique, kaolin et métakaolin. Il en ressort que le métakaolin possède les teneurs les plus élevées en silice (54,51 %) et en alumine (36,49 %), éléments essentiels à la formation du réseau géopolymérique. Le kaolin, matière première du métakaolin, est également riche en Al_2O_3 (31,65 %) et SiO_2 (48,29 %), mais se distingue par une perte au feu élevée (17 %), liée à la déshydroxylation lors de la calcination. Le déchet de brique, quant à lui, présente une forte teneur en SiO_2 (53,44 %), mais également des quantités significatives de Fe_2O_3 (8,63 %), CaO (6,20 %) et K_2O (7,79 %), qui peuvent influencer la réactivité et la microstructure du géopolymère final. Ces résultats confirment l'intérêt de combiner ces matériaux pour élaborer un liant géopolymère performant.

Tableau III- 7: Résultats d'analyse chimique par fluorescence X sur les échantillons utilisées (Déchet de brique, kaolin et Métakaolin).

Oxydes	Déchet de brique (%)	Kaolin (%)	Métakaolin (%)
SiO₂	53.44	48.29	54.51
Al₂O₃	15.34	31.65	36.49
Fe₂O₃	8.63	1.48	1.69
CaO	6.20	0.09	0.01
MgO	2.96	0.27	0.30
SO₃	0.25	0.02	0.01
K₂O	7.79	4.00	4.53
Na₂O	0.02	0.00	0.00
P₂O₅	0.25	0.17	0.17
TiO₂	3.73	1.03	1.18
P.A.F.	1.39	17	1.1
Somme	99.99	100.00	99.99

III.1.6 Analyse thermique

La figure ci-dessous (Figure III-11) présente les courbes obtenues par analyse thermogravimétrique (ATG) et analyse thermodifférentielle (ATD) d'un échantillon de matière première (Kaolin).

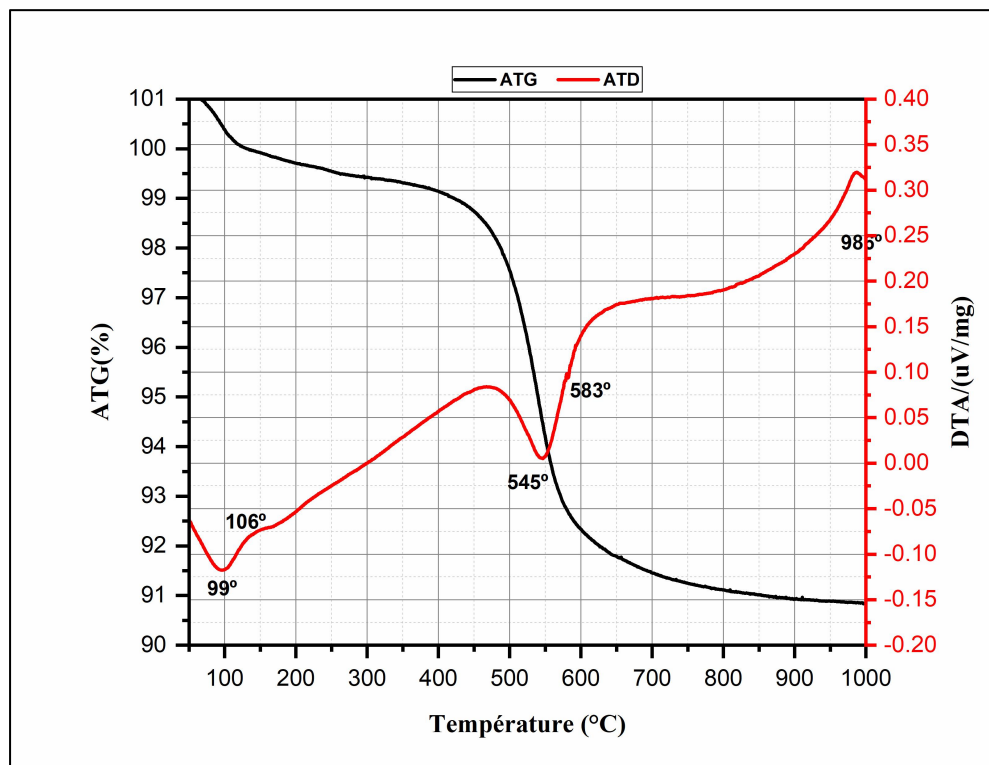


Figure III- 11: Courbes d'analyse thermique ATG/ATD du kaolin.

a) Analyse thermogravimétrique (ATG)

La figure III-11 montre l'évolution de la masse du kaolin lorsqu'il est chauffé. Lorsque la température dépasse 1000 °C, la masse continue de diminuer, ce qui signifie que certains composants, appelés groupements hydroxyles, poursuivent leur décomposition [44][45]. La majorité de la perte de masse, environ 7 %, survient entre 400 °C et 700 °C, en raison de la déshydroxylation de la kaolinite, un processus où l'eau liée au kaolin s'évapore. À 100 °C, une légère perte de 0,2 % de masse est observée, correspondant à l'élimination de l'eau absorbée et de l'eau zéolithique présente entre les couches du kaolin. À 220 °C, une perte supplémentaire d'environ 0,6 % est enregistrée, liée à la déshydroxylation de la gibbsite. Entre 250 °C et 400 °C, une autre perte de 0,39 % est notée, probablement due à la combustion des matières organiques. Enfin, à 800 °C, il est possible que la calcite contenue dans l'échantillon se décompose (environ 1 %), dans un processus appelé décarbonatation.

b) Analyse thermique différentielle (ATD)

L'échantillon de kaolin montre deux réactions où il absorbe de la chaleur (pics endothermiques) et une où il en libère (pic exothermique), comme illustré dans la figure III- 11 ci-dessus. Le premier pic endothermique, observé entre 40 °C et 106 °C, correspond à l'évaporation de l'eau qui est piégée entre les couches du kaolin. Le deuxième pic, autour de 545 °C, indique que la structure même du kaolin commence à se transformer : il perd de l'eau liée à sa composition interne, ce qui donne un matériau désorganisé qu'on appelle le métakaolin. Ce dernier ne retrouve une forme organisée qu'à des températures encore plus élevées.

On observe aussi un épaulement sur le graphique à 583 °C, qui correspond à une réaction chimique : le fer contenu dans le kaolin (sous forme de goethite) s'oxyde et se transforme en hématite (Fe_2O_3), un autre type d'oxyde de fer. Enfin, à environ 986 °C, un pic exothermique apparaît : cela signifie que le matériau amorphe (le métakaolin) commence à se réorganiser pour former des structures cristallisées plus stables, comme le spinelle et la mullite.

III.2 ²La formulation des géopolymères**III.2.1 Préparation la solution d'activation :**

La préparation des activateurs alcalins a été effectuée en combinant deux composés principaux : le silicate de sodium liquide et l'hydroxyde de sodium (NaOH) en poudre (Figure III- 12) avec une concentration de 10 mole et une pureté de 98% [46]. Le silicate de sodium contient deux éléments chimique (Na_2O , SiO_2) avec des quantités de H_2O [47]. Trois formulations d'activateurs ont été élaborées en faisant varier les proportions de ces deux constituants (Figure III- 13). Ces variations permettent d'étudier l'influence de la concentration en activateur sur le processus de géopolymérisation. Conformément au plan expérimental, la synthèse des géopolymères a été étudiée selon trois paramètres principaux : la teneur en déchet de brique (0%, 15% et 30%), le type d'activateur alcalin utilisé (activateurs :1, 2 et 3), et la température de cure (40 °C, 60 °C et 80 °C). Ces paramètres ont été sélectionnés afin d'évaluer leur impact combiné sur les propriétés finales des matériaux élaborés.

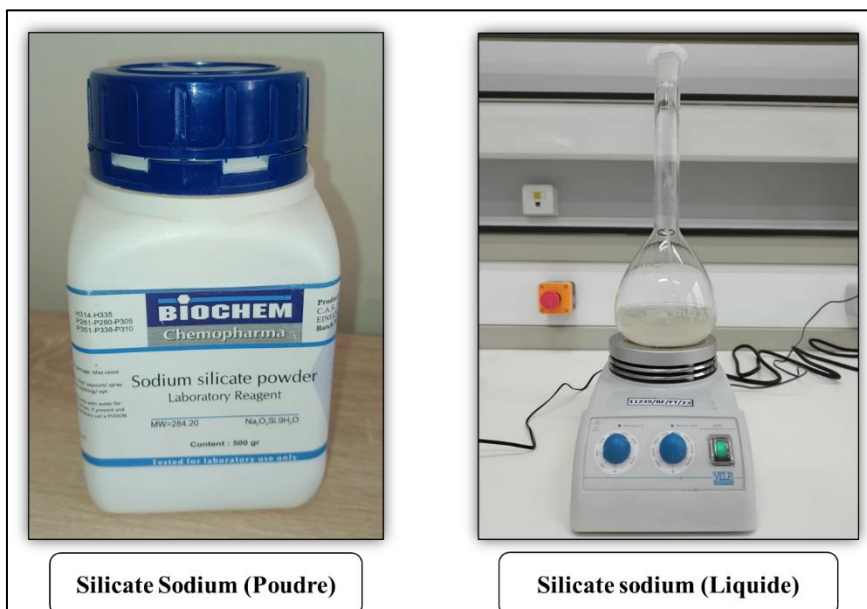


Figure III- 12 : Préparation de solution NaOH.

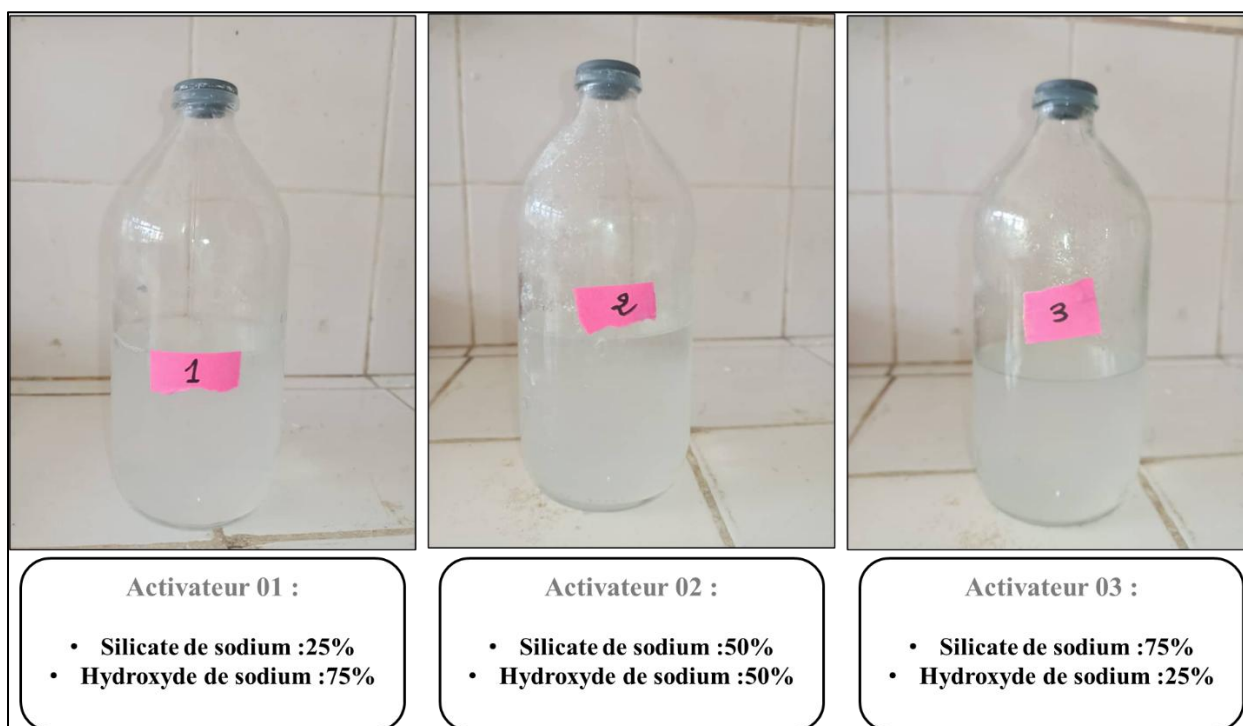


Figure III- 13: Les différents activateurs utilisés.

III.3 Conclusion

Les résultats de caractérisation ont démontré que les propriétés des géopolymères dépendent fortement de la qualité des matières premières et des conditions de synthèse. Les analyses ont mis en évidence une bonne réactivité du métakaolin et une valorisation possible des déchets de brique. La structure amorphe observée confirme la formation du réseau géopolymérique. Ces résultats ouvrent la voie à une utilisation efficace des déchets dans des matériaux durables.

Chapitre IV: Résultats et discussion

Chapitre IV : Résultats et discussion.

IV.1 Introduction

Ce chapitre présente les résultats relatifs à l'élaboration et à la caractérisation des géopolymères. Il détaille d'abord les étapes de formulation, puis expose les performances mécaniques ainsi que les propriétés physiques des matériaux obtenus. L'analyse de ces résultats permet de comprendre l'influence des paramètres de formulation sur le comportement des géopolymères.

IV.2 Élaboration des pâtes géopolymères et confection des éprouvettes

La préparation des pâtes géopolymères débute par la formulation du mélange selon les proportions définies dans le tableau expérimental (Tableau IV-1). L'échantillon solide, constitué de la matière première (métakaolin, déchet de brique) (Figure IV-1-1), est homogénéisé avec la solution activatrice, selon un rapport massique (solution alcaline / matériaux) de 0,9. Une fois le mélange bien homogène (Figure IV-1-2), la pâte obtenue est immédiatement versée dans un moule principal de dimensions 16 cm de largeur (Figure IV-1-3). Ce moule est préalablement divisé à l'aide de séparateurs internes afin d'obtenir des compartiments de dimensions $2 \times 8 \times 4$ cm, correspondant à la taille finale des 15 éprouvettes souhaitées. Après le remplissage, chaque compartiment est séparé soigneusement en son centre à l'aide d'un outil de découpe afin d'assurer des dimensions précises (Figure IV-1-5). L'ensemble est ensuite placé sur une table vibrante pour éliminer les bulles d'air emprisonnées dans la pâte (Figure IV-1-4). Une fois cette étape achevée, Enfin, les éprouvettes mises en cure dans un four à des températures contrôlées de 40 °C, 60 °C et 80 °C selon le protocole expérimental, pour permettre la polymérisation du liant géopolymère (Figure IV-1-7). Après cette étape, elles sont conservées pendant une durée de 28 jours avant de procéder aux différents essais, conformément aux exigences du protocole expérimental.

Tableau IV-2: Caractéristiques des formulations expérimentales de géopolymères.

Configuration	Ajout	Activateur	Température(°C)	Dosage d'ajout (%)	
				Métakaolin	Déchet de brique
1	2	3	80	85	15
2	2	1	80	85	15
3	2	2	60	85	15
4	2	2	60	85	15
5	1	1	60	100	0
6	1	2	80	100	0
7	1	3	60	100	0
8	2	3	40	85	15
9	2	1	40	85	15
10	1	2	40	100	0
11	3	1	60	70	30
12	3	2	80	70	30
13	3	2	40	70	30
14	2	2	60	85	15
15	3	3	60	70	30

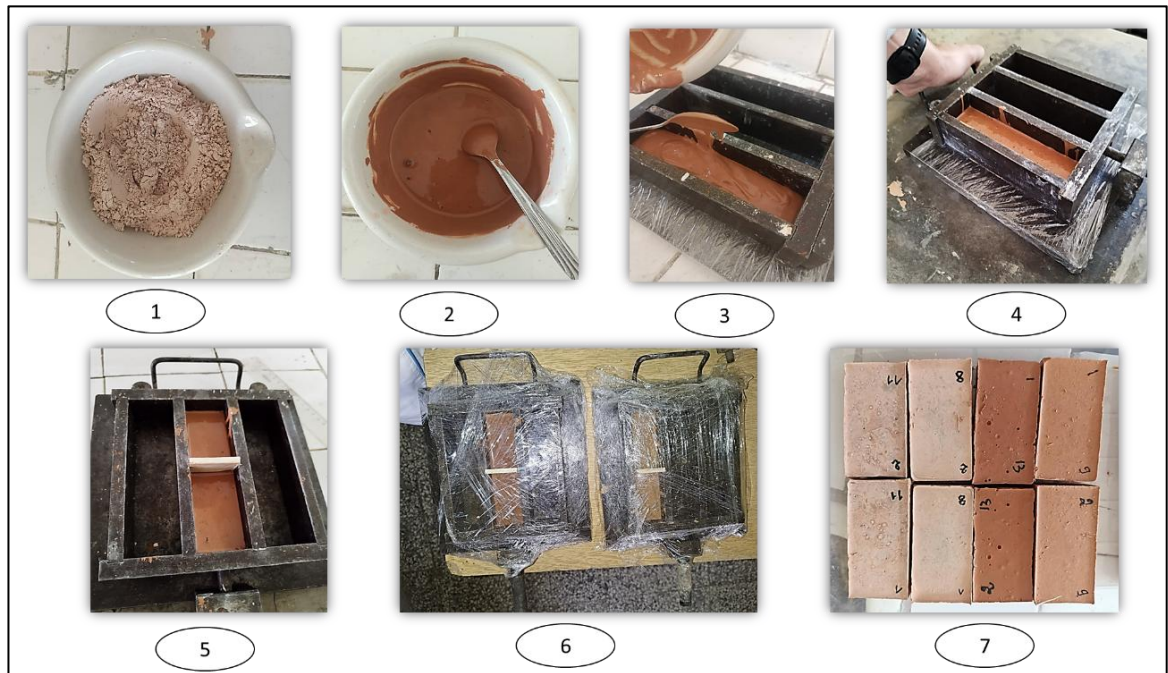


Figure IV- 1: Les étapes de préparations des géopolymères.

IV.3 Synthèse des géopolymères : Obstacles rencontres et solution proposées

Après 28 jours de maturation, des essais ont été réalisés sur les propriétés physiques d'éprouvettes de géopolymère ayant subi un traitement thermique en four pendant 24 heures. Après refroidissement, ces éprouvettes ont été immergées dans une cuvette d'eau. Ce choc thermique, suivi d'un contact brutal avec l'eau, a entraîné l'apparition de fissures importantes. Ce phénomène peut s'expliquer par la présence de sels solubles et de chaux libre (CaO) dans la matrice géopolymère. Lors de l'immersion, ces composants réagissent rapidement avec l'eau : les sels se dissolvent et migrent, induisant des gradients de pression osmotique, tandis que la chaux libre subit une hydratation exothermique ($\text{CaO} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Ca}(\text{OH})_2$), provoquant un gonflement interne. La combinaison de ces effets génère des contraintes internes susceptibles de dépasser la résistance mécanique locale du matériau, ce qui conduit à la fissuration observée. Ce comportement met en évidence une instabilité chimique résiduelle, probablement liée à la formulation initiale ou aux conditions de traitement thermique du géopolymère.



Figure IV-2: Fissures observées à la surface des géopolymères.

Et pour éviter ce problème, une solution simple mais efficace a été adoptée : exposer les éprouvettes de géopolymère à l'air libre ou directement au soleil pendant une certaine période. Cette exposition favorise l'évaporation progressive de l'humidité contenant les sels dissous vers l'extérieur, limitant ainsi leur accumulation interne. Grâce à ce séchage naturel, on réduit les risques de fissuration et de gonflement aussi on améliore la stabilité du matériau final sans avoir besoin des traitements chimiques ou thermiques complexes.



Figure IV-3: Echantillon de géopolymère exposé à l'air libre.

IV.4 Essai sur les géopolymères

Après un séchage naturel de 28 jours, les échantillons sont placés dans une étuve à 105 °C pendant 24 heures. Ils sont ensuite soumis à des essais physico-mécaniques et thermique.

IV.4.1 Propriétés physiques

a) La masse volumique absolue (ASTM C373-94)

La figure IV-4 illustre les graphes de surface de réponse pour la masse volumique absolue des briques cuites.

Le premier graphe montre la variation de cette masse volumique en fonction du taux d'ajout (de 0 à 30 %) et d'activateur (de 1 à 3). Lorsque l'activateur est fixé (activateur 1), on constate une diminution de la masse volumique, atteignant un minimum d'environ 2025,72 kg/m³ à 15 % d'ajout, puis connaît une nouvelle augmentation jusqu'à environ 2141,87 kg/m³ à 30 %. Cette baisse s'explique par une augmentation de la porosité due à l'ajout modéré de déchets peu réactifs, ce qui allège la structure. Par ailleurs, à taux d'ajout constant, on observe que la masse volumique est la plus faible avec l'activateur 2, tandis qu'elle est plus élevée avec les activateurs 3. Cela suggère que l'activateur 2 engendre une structure chimique moins compacte, alors que l'ajout de déchet de brique favorisent la formation d'un réseau plus dense et donc à une masse volumique absolue plus importante (la granulométrie différente entre le metakaolin et le déchet de brique).

Le deuxième graphe montre qu'à activateur constant (activateur 1), l'augmentation de la température de 40 à 80 °C provoque une diminution progressive de la masse volumique absolue d'environ 11,12 %, due à une réaction accélérée qui génère une structure plus poreuse et donc moins compacte. À 40 °C, une hausse (augmentation) de la concentration en silicate de sodium provoque une légère augmentation de la masse volumique, passant de 1980,99 kg/m³ à 2003,78 kg/m³. En revanche, à 80 °C, la masse volumique augmente fortement avec changement de l'activateur 1 à 3, de 1760,57 kg/m³ à 1895,79 kg/m³. Cette amélioration s'explique par une meilleure répartition granulométrique des particules (Déchets de brique et Métakaolin) en présence d'un activateur plus concentré en silicate de sodium. Cette structure compacte permet un meilleur agencement des grains, réduit les vides et améliore ainsi la densité du matériau.

Pour le troisième graphe, une température de 40 °C, on observe une augmentation de la masse volumique absolue du matériau environ de 5,76%, si le taux d'ajout augmente. En revanche, avec un taux d'ajout de 30 %, l'élévation de la température de 40 °C à 80 °C entraîne une diminution de la masse volumique absolue, atteignant environ 1895,74 kg/m³.

Cette baisse s'explique par l'accélération de la réaction géopolymérique sous l'effet de la chaleur, induisant un durcissement rapide et une évaporation importante de l'eau de mélange, ce qui favorise une porosité excessive.

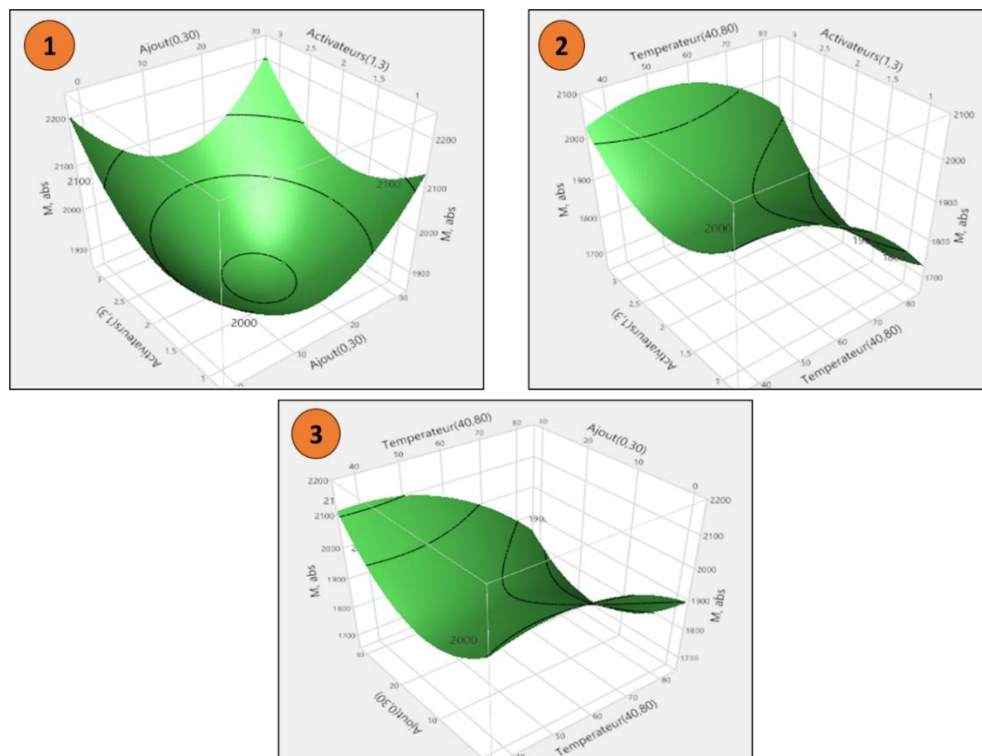


Figure IV-4: Les graphes de surface de réponse pour la masse volumique absolue des briques cuites.

b) L'absorption d'eau (NF EN 1097-6)

La figure IV-5 présente les graphes de surface de réponse pour l'absorption d'eau des briques cuites, combiné de trois paramètres : les activateurs, la température de cure, et le taux d'ajout de déchet de brique en fonction de taux d'absorption d'eau (ABS %) des géopolymères.

Les interactions entre la teneur en ajout (de 0 à 30 %), la concentration en activateurs (de 1 à 3) et l'absorption d'eau (en %) sont représentées dans le graphe 1, qui montre que l'absorption d'eau varie de 35 % à 60 %, cependant la valeur maximale d'absorption (environ 60 %) est atteinte pour une teneur élevée en ajout (30 %) avec l'activateur 3. En revanche, l'absorption minimale (environ 35 %) est enregistrée avec une teneur en ajout est faible (0 à 5 %). Une concentration élevée de silicate de sodium (activateur 3) augmente l'absorption d'eau (avec ajout et sans ajout).

Selon le graphe 2, l'augmentation de la température diminue l'absorption d'eau pour des géopolymère activé par activateur 1 (17.07%), par contre activateur 3 augmente l'absorption d'eau à environ 18.44% avec l'augmentation de la température. Cela s'explique

par une réaction géopolymérique (l'apparition de gel N-A-S-H) [48], plus complète et un frittage plus efficace, qui réduisent la porosité. D'après le graphe 3, l'absorption d'eau atteint un maximum d'environ 60 % pour un ajout de 30 % à basse d'une faible température (40 °C), indiquant une structure plus poreuse et moins réticulée. À l'inverse, l'absorption chute vers 40 % lorsque la température atteint 80 °C. Cela confirme que la montée en température favorise la condensation et la densification du réseau géopolymérique, réduisant les vides accessibles à l'eau. Toutefois, un ajout excessif peut atténuer cet effet, en introduisant plus de porosité dans la matrice finale.

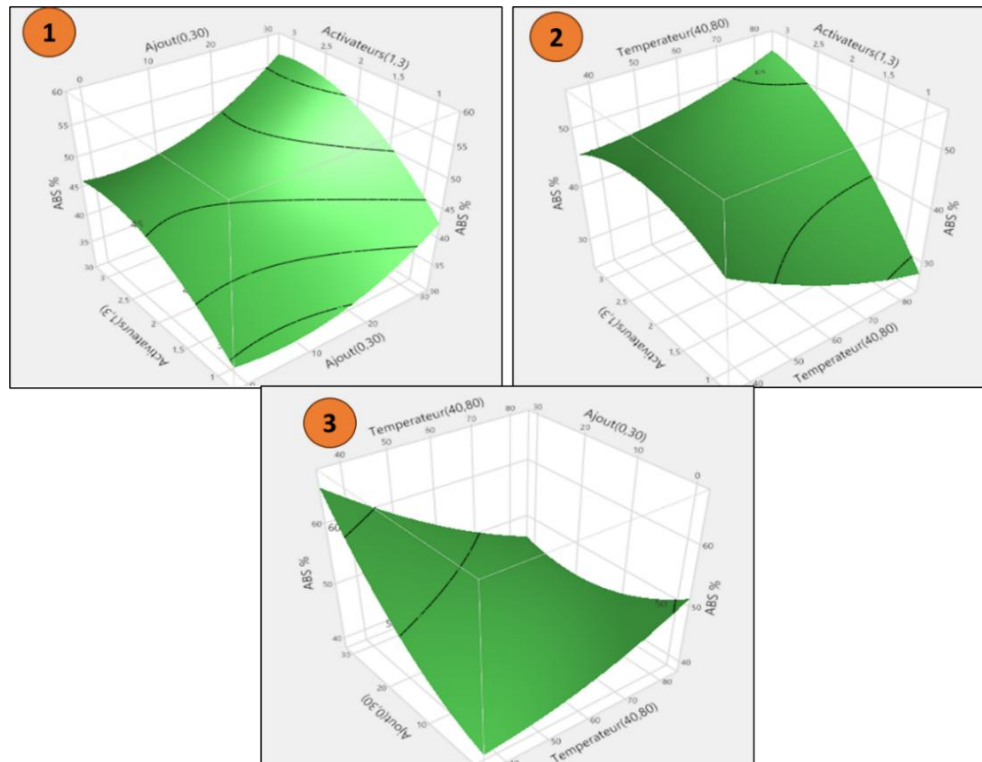


Figure IV- 5: Les graphes de surface de réponse pour l'absorption d'eau des briques cuites.

c) La porosité ouverte (ASTM C373-94)

La figure IV-6 présente les surfaces de réponse montrant l'évolution de la porosité ouverte des briques cuites.

On observe, à travers le premier graphe, que la porosité augmente avec l'élévation de la teneur en ajout et de la concentration en silicate de sodium. Les valeurs maximales (environ 53,14 %) sont atteintes pour un taux d'ajout de 30 % associé à l'activateur 3. Cette hausse de porosité peut s'expliquer par un excès d'activateur alcalin, qui perturbe la réaction de géopolymérisation, la rendant incomplète ou désorganisée, ce qui limite la formation d'une structure dense. De plus, la présence importante de déchets de briques introduit des particules peu réactives, laissant des vides dans la matrice, ce qui accentue davantage la porosité du

matériau. À l'inverse, la porosité minimale d'environ 43.84 %, est observée en l'absence de l'ajout (0%) et avec une faible de concentration de silicate de sodium (Activateur 1).

Le deuxième graphe montre une diminution progressive de la porosité avec l'élévation de la température (l'activateur 1). Le minimum est atteint à 80 °C, avec une faible concentration de silicate de sodium (activateur 1), où la porosité atteint 38,11 %. Cette baisse s'explique par un frittage plus efficace et une meilleure formation du réseau géopolymérique

Selon le dernier graphe, à 40 °C, l'augmentation des déchets de briques jusqu'à 30 % provoque une forte hausse de la porosité (49,5 %), cela s'explique par la faible réactivité des déchets de briques, qui limite la formation d'une matrice dense et homogène qui favorise la présence des espaces vides dans le matériau.

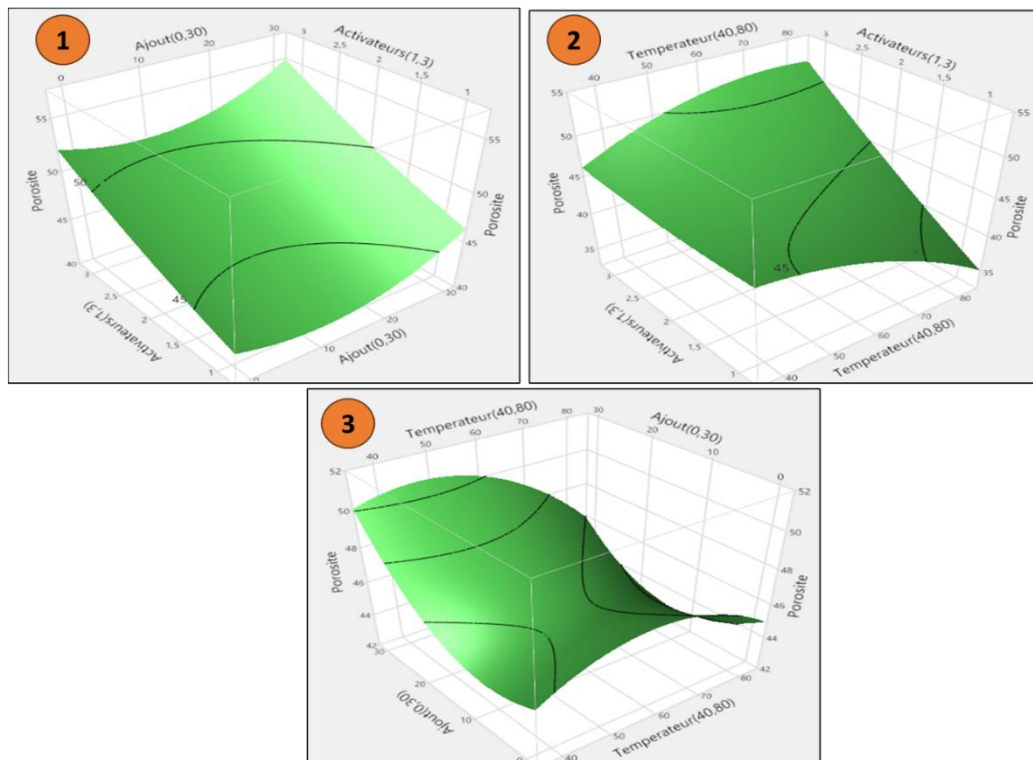


Figure IV- 6: Les graphes de surface de réponse pour la porosité des briques cuites.

IV.4.2 Propriétés mécaniques

a) La compression (NF EN 196-1)

La figure IV- 7 illustre une surface de réponse représentant l'évolution de la contrainte de compression en fonction des variables expérimentales appliquées aux briques cuites.

Le premier graphe montre que l'augmentation de la teneur en ajout (0% jusqu'à 30%) entraîne une diminution de la résistance à la compression (activateur 1). Cela s'explique par la formation d'une matrice moins dense (elle contient plus d'espaces vides), et moins homogène, ce qui affaiblit la structure du matériau. De plus, une concentration élevée de silicate de

sodium (activateur 3) dans la formulation des géopolymères peut améliorer la résistance à la compression, pour un taux d'ajout variant de 0 % à 30%. Cette amélioration est due à l'agencement optimisé des particules fines, favorisé par la forte teneur en silicate de sodium, ce qui réduit les vides, augmente la compacité de la matrice et renforce ainsi la structure du matériau.

Ce deuxième graphe montre que la résistance à la compression varie en fonction de la température de cure (de 40 à 80 °C) et d'activateur (1 à 3). Lorsqu'on utilise une solution faiblement concentrée en silicate de sodium (activateur 1), l'augmentation de la température de cure entraîne une amélioration notable de la résistance à la compression, atteignant environ 18,54 MPa. Cette élévation favorise la formation d'une structure plus compacte et moins poreuse, ce qui renforce la solidité du matériau.

Pour le troisième graphe, lorsque le taux d'ajout est faible (environ 0 %), la résistance à la compression atteint une valeur élevée d'environ 18,96 MPa à une température de 80 °C. Cependant, à 40 °C la quantité de déchets augmente, cette résistance diminue progressivement pour atteindre environ 5.63 MPa, soit une perte de 10.63%. Cette baisse s'explique par une cohésion réduite de la matrice, rendant le matériau plus fragile.

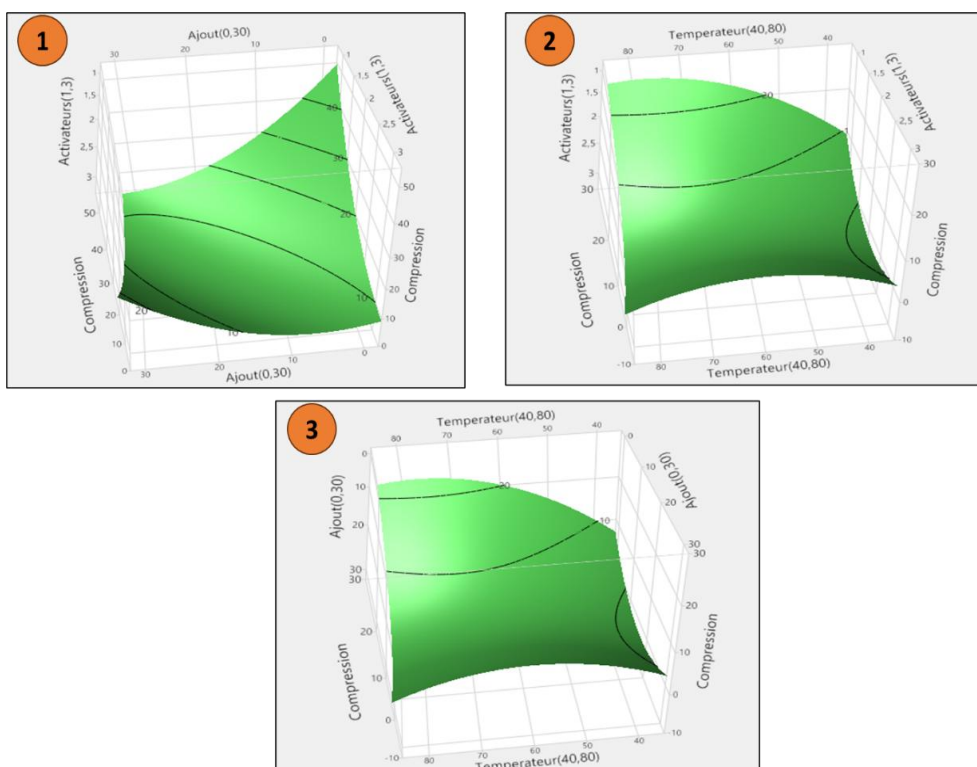


Figure IV- 7: Les graphes de surface de réponse pour la compression des briques cuites.

IV.4.3 Propriétés thermiques

La figure IV.8 montre comment la conductivité thermique des briques cuites évolue selon les variables expérimentales, à l'aide d'une surface de réponse.

Le graphe 01, montre une conductivité thermique de $0,2119 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ avec l'activateur 1 et un taux d'ajout de 30 %. Cette valeur diminue progressivement pour atteindre $0,1693 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ à mesure que la concentration en silicate de sodium augmente. Cette baisse s'explique par l'augmentation de la porosité, qui réduit la capacité du matériau à conduire la chaleur. On constate également une légère diminution de la conductivité thermique lorsque la concentration de silicate de sodium augmente, ce dernier diluent le système et génèrent plus d'espaces vides, ce qui réduit la transmission thermique.

Pour le deuxième graphe, on constate que la conductivité thermique diminue progressivement lorsque la température de cure augmente de 40°C à 80°C pour un taux élevé de silicate de sodium (activateur 3). Cette baisse est liée à une formation rapide de la structure, qui peut engendrer des microfissures ou des pores résiduels, limitant ainsi la transmission de la chaleur. Lorsque la température de cure est maintenue à 80°C et que la concentration en silicate de sodium varie, on observe une légère diminution de la conductivité thermique, passant d'environ $0,3124 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ avec l'activateur 1 à $0,1385 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ avec l'activateur 3, cette concentration élevée en silicate de sodium augmente la viscosité du mélange, ce qui peut entraîner la création de pores. Ces vides limitent le passage de la chaleur et réduisent ainsi la conductivité thermique.

Le dernier graphe montre que la conductivité thermique augmenté légèrement entre 40°C et 80°C , atteignant une valeur maximum d'environ $0,2022 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ pour un faible taux d'ajout, due à la réduction des micro-vides ce qui facilite le transfert de chaleur et augmente ainsi la conductivité thermique.

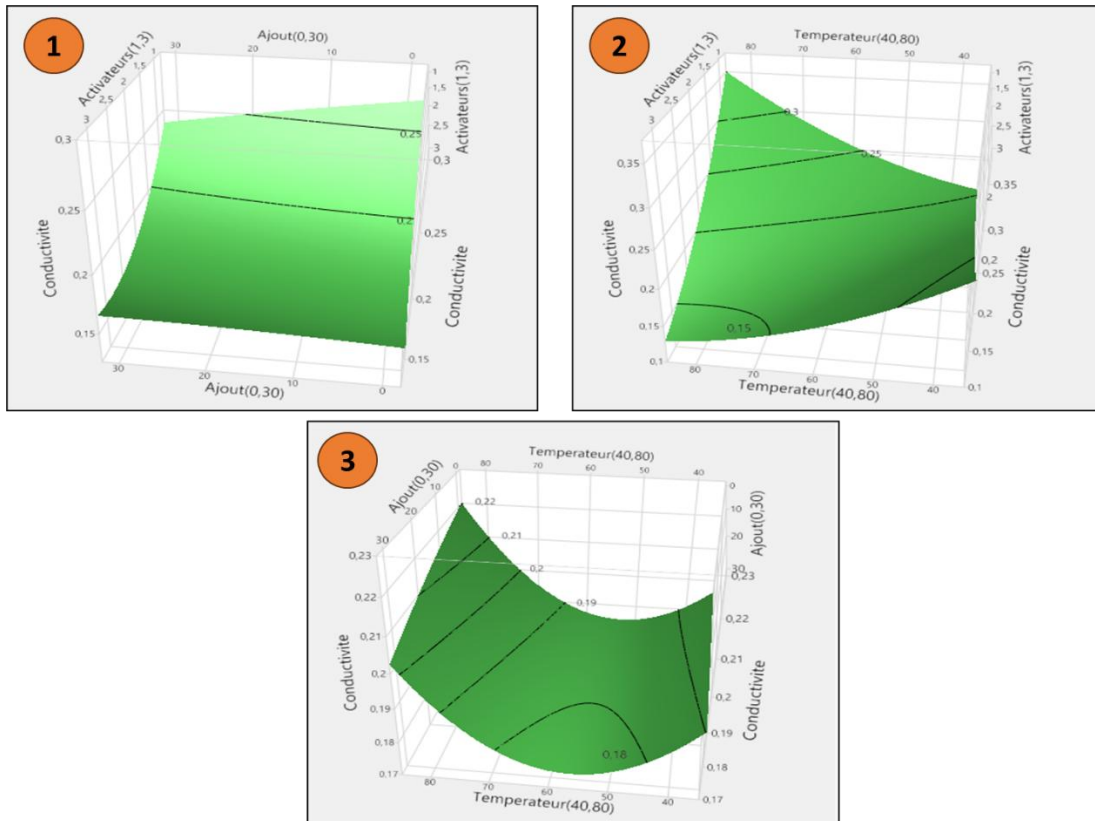


Figure IV-8: Les graphes de surface de réponse pour la conductivité thermique des briques cuites.

Par ailleurs, on observe qu'une augmentation du taux d'ajout entraîne une diminution de la conductivité thermique, passant d'environ $0.22 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ à $0.2022 \text{ W/m}\cdot\text{K}$, pour une température de 80°C . ce qui reflète une structure plus isolante et moins apte à transmettre la chaleur, principalement en raison de l'effet combiné de la porosité des déchets ajoutés et de leur distribution granulométrique.

IV.5 Conclusion

Les propriétés physiques des géopolymères élaborés à partir de déchets de briques dépendent fortement de la teneur en ajout, de la concentration en activateur et de la température de cure. Une formulation riche en déchet et en silicate de sodium favorise une structure plus poreuse, entraînant une augmentation de l'absorption d'eau et une diminution de la masse volumique. À l'inverse, une faible teneur en ajout, une température de cure élevée et un activateur modéré conduisent à une matrice plus compacte et avec une meilleure densité et une porosité réduite. Ainsi, l'optimisation de ces paramètres s'avère essentielle pour améliorer la qualité et la durabilité des matériaux.

Cette porosité accrue impacte également les propriétés thermiques du géopolymère. En effet, la conductivité thermique diminue avec l'augmentation du taux d'ajout, de la température de cure et de la concentration en silicate de sodium,

La résistance à la compression diminue avec l'augmentation du taux d'ajout de déchets, surtout à basse température, ce qui indique une faible performance mécanique. En revanche, elle augmente avec une concentration élevée en silicate de sodium et une température de cure plus importante, permettant d'obtenir une meilleure résistance. Une formulation bien ajustée favorise ainsi la formation d'une structure plus compacte et plus solide.

Conclusion générale

Conclusion générale

Les travaux de ce mémoire s'inscrivent dans une démarche d'optimisation des géopolymères à base de déchets de brique, en s'intéressant à l'amélioration de leurs propriétés physico-mécaniques. L'étude a porté sur plusieurs paramètres clés, notamment la porosité, l'absorption d'eau, la masse volumique apparente, la résistance à la compression, ainsi que la conductivité thermique.

Face aux enjeux environnementaux, le secteur de la construction cherche des alternatives durables aux matériaux classiques. La valorisation des déchets de briques pour produire des géopolymères permet de remplacer le bloc de ciment de façon durable. Ce matériau performant réduit les émissions de CO₂ et favorise l'économie circulaire, tout en offrant une solution efficace pour le secteur du bâtiment.

La caractérisation des matières premières est une étape clé pour évaluer leur compatibilité avec la synthèse géopolymérique. Les analyses granulométriques, thermiques, chimiques et minéralogiques permettent de déterminer leurs propriétés essentielles, fournissant ainsi une base fiable pour adapter et optimiser la formulation des géopolymères en fonction des performances recherchées.

Nos résultats montrent que le métakaolin et le déchet de brique présentent des caractéristiques intéressantes pour la formulation des géopolymères. Le métakaolin se distingue par des particules plus fines et une masse volumique absolue plus élevée, due à sa transformation thermique et à sa nature minéralogique. Le déchet de brique, quant à lui, présente une structure plus poreuse mais aussi plus compacte selon la masse volumique apparente. L'essai au bleu de méthylène révèle une plus grande capacité d'adsorption du métakaolin, liée à sa composition minéralogique. Les analyses DRX montrent une forte présence de quartz dans les deux matériaux, tandis que la FRX confirme la richesse en alumine et en silice, essentielles à la réactivité géopolymérique.

Après 28 jours de durcissement, les résultats des essais réalisés sur les géopolymères, obtenus à l'aide de la méthodologie des surfaces de réponse, permettant d'évaluer leurs propriétés physiques, mécaniques et thermiques. Les résultats montrent que l'ajout de déchets de briques et la concentration en activateur influencent fortement la porosité, la masse volumique et l'absorption d'eau des géopolymères. Une formulation bien équilibrée, avec un faible taux d'ajout, une température élevée et un activateur modéré, permet d'obtenir une

structure plus compacte et performante. La conductivité thermique diminue globalement avec l'augmentation de la porosité due aux déchets, traduisant une meilleure performance isolante.

La résistance à la compression diminue avec un taux d'ajout élevé, surtout à basse température, mais s'améliore avec un activateur concentré et une température de cure élevée. Une formulation bien équilibrée permet ainsi d'obtenir un matériau à la fois résistant mécaniquement et performant sur le plan thermique.

Enfin, l'optimisation des propriétés des géopolymères à base de déchets de briques par la méthode des surfaces de réponse permet de déterminer la formulation idéale pour un matériau performant et durable.

Références bibliographiques

Bibliographique

[1] MILLIKEN INFRASTRUCTURE. Qu'est-ce qu'un géopolymère. Disponible sur : www.aquafixrehab.com

[2] : J.Davidovits, "Properties of Geopolymer cements," in Proceedings First International Conference on Alkaline Cements and Concretes, Scientific Research Institute on Binders and Materials, Kiev, 1994.

[3] : P. Duxson, A. Fernández-Jiménez, J. L. Provis, G. C. Lukey, A. Palomo, et J. S. J. van Deventer, « Geopolymer technology : the current state of the art », J Mater Sci, vol. 42, no 9, p. 2917-2933, mai 2007, doi : 10.1007/s10853-006-0637-z.

[4] : T. Bakharev (2005), Resistance of geopolymer materials to acid attack, Cement & Concrete Research 35 658-670

[5] : J.W. Phair & J.S.J, Van Deventer (2002), Characterization of fly-ash-based geopolymeric binders activated with sodium aluminate, Industrial & Engineering Chemistry Research 41 4242-4251

[6] : J.G.S. Van Jaarsveld & J.S.J, Van Deventer (1999), Effect of the alkali metal activator on the properties of fly ash-based geopolymers, Industrial & Engineering Chemistry Research 38 3932-3941

[7] : L. Weng & K. Sagoe-Crentsil (2007). Dissolution processes, hydrolysis and condensation reactions during geopolymer synthesis : Part I – Low Si/Al ratio systems, Journal of Materials Science 42 2997-3006.

[8] : H. Xu, & J.S.J. Van Deventer. The geopolymerisation of alumino-silicate minerals, International Journal of Mineral Processing. 59 247-266

[9] : Davidovits, J. (2008). Geopolymer Chemistry and Applications. Institut Géopolymère.

[10] : Provis, J. L., & van Deventer, J. S. J. (2014). Alkali Activated Materials : State-of-the-Art Report, RILEM TC 224-AAM. Springer.

[11] : Wagh, A. S. (2016). Chemically Bonded Phosphate Ceramics : Twenty-First Century Materials with Diverse Applications. Elsevier.

[12] : Davidovits, J. (2015). Geopolymer Science and Technics. Institut Géopolymère.

[13] : Davidovits J., (2011). « Geopolymer Chemistry and Applications », 3e éd., Institut Géopolymère, France.

[14] : Provis, J. L., & van Deventer, J. S. J. (2009). Geopolymers : Structure, Processing, Properties and Industrial Applications. Woodhead Publishing

[15] : Duxson, P., Provis, J. L., Lukey, G. C., & van Deventer, J. S. J. (2007). "The role of inorganic polymer technology in the development of green concrete". Cement and Concrete Research, 37(12), 1590-1597

[16] : X. Querol et al., « Synthesis of zeolites from coal fly ash : an overview », International Journal of Coal Geology, vol. 50, no 1, p. 413-423, mai 2002, doi : 10.1016/S0166-5162(02)00124-6.

[17] : ASTM C 618. (2005). Standard specification for coal fly ash and raw or calcined natural pozzolan for use as a mineral admixture for concrete. Annual book of ASTM standards.

[18] : M. Ahmaruzzaman, « A review on the utilization of fly ash », Progress in Energy and Combustion Science, vol. 36, no 3, p. 327-363, juin 2010, doi : 10.1016/j.pecs.2009.11.003.

[19] : Siddique, R., & Klaus, J. (2009). Influence of metakaolin on the properties of mortar and concrete : A review. Applied Clay Science, 43(3-4), 392-400.

[20] : I. Yuksel, « 12 - Blast-furnace slag », in Waste and Supplementary Cementitious Materials in Concrete, R. Siddique et P. Cachim, Éd. Woodhead Publishing, 2018, p. 361-415. Doi : 10.1016/B978-0-08-102156-9.00012-2.

[21] : « VALORISATION DES LAITIERS D ACIERIES EN GENIE CIVIL - PDF Free Download ». <https://docplayer.fr/17589258-Valorisation-des-laitiers-d-acieries-en-genie-civil.html>.

[22] : A. Hasnaoui, « Optimisation d'un géopolymère à base de laitier et de metakaolin pour la réalisation d'un béton de structure », These de doctorat, Cergy-Pontoise, 2019.

[23] : Davidovits J., (1991). Geopolymers : Inorganic polymeric new materials. *Journal of Thermal Analysis*, 37, 1633-1656

[24] : J. Davidovits, "NAST award 1994 : GEOPOLYMERS : Inorganic polymeric new materials," J. Materials Education, vol. 16, no. 2&3, 1994.

[25] : Zeghichi, L., & Benalia, S. (2023). Les géopolymères : matières premières et influence des paramètres de composition : à review. The Journal of Engineering and Exact Sciences, 9(11), 18838-18838.

[26] : Giovanni piers la brique fabrication et traductions constructives Edition EYROLLES (édition EYROLLES) 2005.

[27] : Alviset, L. (1994). Matériaux de terre cuite. Editions TI.

[28] : REHOUDJA, Leila Sabrina., « Etude de l'effet de l'ajout de gypse sur les caractéristiques

[29] : Brique.be/media/1263/fabrication_brique.pdf

[30] : RHONE A. ; « Le pisé » www.ageden.org, Edition Décembre2010.

[31] : CRA Terre « Blocs de terre comprimée normes » Série Technologies,1998, France

[32] : Samara, M. (2007). Valorisation des sédiments fluviaux pollués après inertage dans la brique cuite (Doctoral dissertation, Ecole Centrale de Lille).

[33] : A. KOMAR, Matériaux et Elément de Construction, Edition MIR 1978.

[34] : L. ALVISET, Matériaux de Terre Cuite "Techniques de l'Ingénieur" 1994.

[35] : AZOUISSGH, Abdelkader Oussama et LABRI, Khaled. Performances d'un mortier autoplçant à base de sable recyclé de brique. Mémoire de Master. Blida : Université de Blida 1, juillet 2022. p. 12.

[36] : N. Bourmatte, "Granulats recyclés de substitution pour bétons hydrauliques, Thèse de Doctorat," Université Des Frères Mentouri Constantine, 2017.

[37] : BOURMATTE, Nadjoua et HOUARI, Hacène. Caractérisation expérimentale des bétons et mortiers à base de granulats recycles : Béton de démolition et déchets de briques. Sciences & technologie. B, Sciences de l'ingénieur, 2013, no 38, p. 25-31.

[38] : BENAMAR, Souhila, KAMECHE, Zine El Abidine, HOUMADI, Youcef, et al. Etude de comportement physique et mecanique des mortiers à base de dechet de brique. Communication science et technologie, 2022, vol. 20, no 2, p. 09-22.

[39] : YOUSSEF, Nicolas. Mise en place d'une brique géopolymère pour la construction durable : études géotechniques, environnementale et économique. 2019. Thèse de doctorat. Ecole centrale de Lille.

[40] : Yunsheng Z., Sun W., Li Z., Composition design and microstructural characterization of calcined kaolin-based geopolymer cement. *Applied Clay Science* 47 (2010) 271–275.

[41] : THIRION-MERLE, Valérie V. Spectrométrie de fluorescence X. Circulation et provenance des matériaux dans les sociétés anciennes, 2014.

[42] : SAILLARD, Jérôme, JACQUES, Élodie, URVOIS, Joffrey, et al. Caractérisation des matériaux explosifs par analyse thermique. *L'Actualité chimique*, 2009, no 334, p. 11.

[43] : MANNE, Ashish, TOUNKARA, Fode, MIN, Eric, *et al.* Risk Factors Predicting Outcomes in Advanced Upper Gastrointestinal Cancers Treated With Immune Checkpoint Inhibitors. *Gastroenterology Research*, 2024, vol. 17, no 5-6, p. 195.

[44] : J.M Amigo, M. Bastida, J. Sanz, A. Signes, M.J. Serrano, "Cristallinity of lower cretaceous kaolinites of Teruel (Spâin)". *Appl.clay Sc*, Vol 9 ; pp 51-69.1994.

[45] : A. Gualtieri, M. Bellote, G. Artioli, "Kenetic study of the Kaolinite-mullite reaction sequence. Part I : kaolinite deshydroxylation". *Phy chemical minerals*. Vol 22, pp 207-214. 1995.

[46] : GÓMEZ-CASERO, Miguel A., MORAL-MORAL, Francisco J., PÉREZ-VILLAREJO, Luis, *et al.* Synthesis of clay geopolymers using olive pomace fly ash as an alternative activator. Influence of the additional commercial alkaline activator used. *journal of materials research and technology*, 2021, vol. 12, p. 1762-1776.

[47] : ELICHE-QUESADA, Dolores, RUIZ-MOLINA, Sara, PÉREZ-VILLAREJO, Luis, *et al.* Dust filter of secondary aluminium industry as raw material of geopolymer foams. *Journal of Building Engineering*, 2020, vol. 32, p. 101656.

[48] : BONET-MARTÍNEZ, Eduardo, GARCÍA-COBO, Pedro, PÉREZ-VILLAREJO, Luis, *et al.* Effect of olive-pine bottom ash on properties of geopolymers based on metakaolin. *Materials*, 2020, vol. 13, no 4, p. 901.

Les normes :

NF EN ISO 17892-4 : Reconnaissance et essais géotechniques - Essais de laboratoire sur les sols - Partie 4 : Détermination de la distribution granulométrie des particules

NF EN 1097-6 : Essais pour déterminer les caractéristiques mécaniques et physiques des granulats - Partie 6 : détermination de la masse volumique et du coefficient d'absorption d'eau.

NF EN 933-9 : Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats - Partie 9 : qualification des fines - Essais au bleu de méthylène

ASTM C373-94 : Standard Test Methods for Determination of Water Absorption and Associated Properties by Vacuum Method for Pressed Ceramic Tiles and Glass Tiles and Boil Method for Extruded Ceramic Tiles and Non-tile Fired Ceramic Whiteware Products

ASTM C348 : Standard test method for flexural strength of hydraulic-cement mortars. American Society for Testing and Materials.

NF EN 196-1 : Méthodes d'essais des ciments - Partie 1 : détermination des résistances

ANNEXES

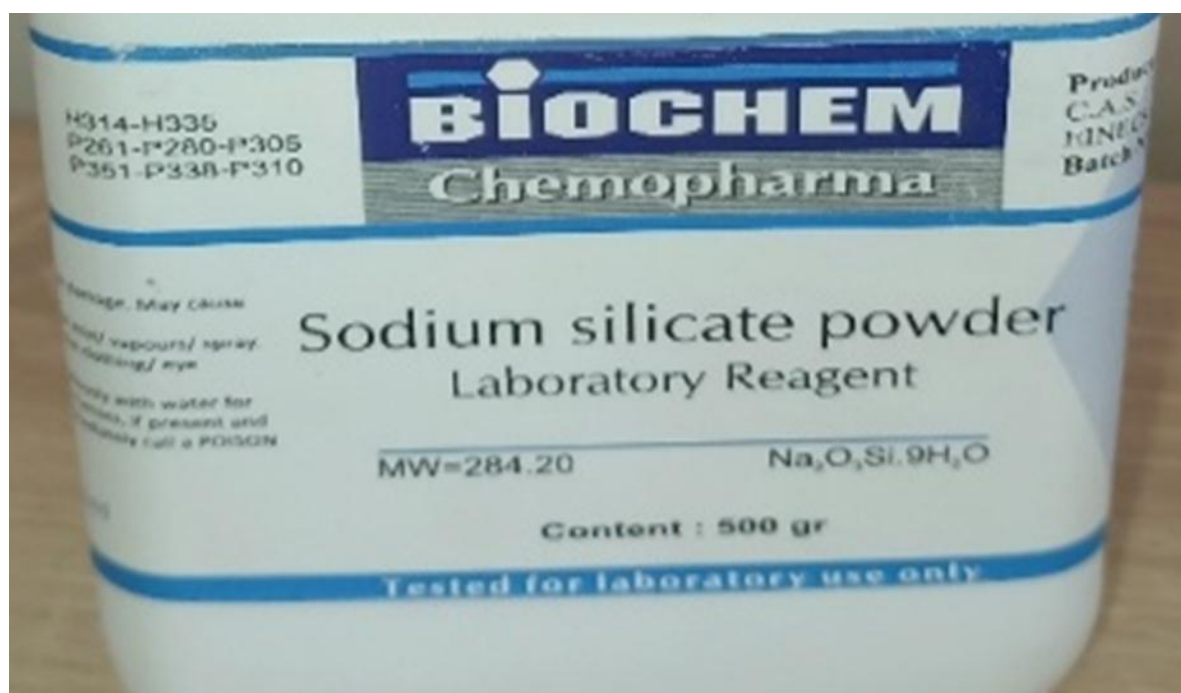
Liste des annexes :

#	A	B	C	D	E
27	Angle, TimePerStep, Intensity, ESD				
28	5.012930280, 27.540, 1409.0, 37.5366				
29	5.039190845, 27.540, 1413.0, 37.5899				
30	5.065451411, 27.540, 1372.0, 37.0405				
31	5.091711976, 27.540, 1398.0, 37.3898				
32	5.117972541, 27.540, 1409.0, 37.5366				
33	5.144233107, 27.540, 1387.0, 37.2424				
34	5.170493672, 27.540, 1438.0, 37.9210				
35	5.196754237, 27.540, 1420.0, 37.6829				
36	5.223014803, 27.540, 1331.0, 36.4829				
37	5.249275368, 27.540, 1405.0, 37.4833				
38	5.275535934, 27.540, 1480.0, 38.4708				
39	5.301796499, 27.540, 1384.0, 37.2022				
40	5.328057064, 27.540, 1368.0, 36.9865				
41	5.354317630, 27.540, 1383.0, 37.1887				
42	5.380578195, 27.540, 1354.0, 36.7967				
43	5.406838760, 27.540, 1395.0, 37.3497				
44	5.433099326, 27.540, 1410.0, 37.5500				
45	5.459359891, 27.540, 1406.0, 37.4967				
46	5.485620456, 27.540, 1445.0, 38.0132				
47	5.511881022, 27.540, 1453.0, 38.1182				
< < > > Sadaoui_MétaKaolin +					

#	A	B	C	D	E
27	Angle, TimePerStep, Intensity, ESD				
28	5.012930280, 27.540, 1323.0, 36.3731				
29	5.039190845, 27.540, 1375.0, 37.0810				
30	5.065451411, 27.540, 1398.0, 37.3898				
31	5.091711976, 27.540, 1364.0, 36.9324				
32	5.117972541, 27.540, 1459.0, 38.1969				
33	5.144233107, 27.540, 1347.0, 36.7015				
34	5.170493672, 27.540, 1304.0, 36.1109				
35	5.196754237, 27.540, 1427.0, 37.7757				
36	5.223014803, 27.540, 1351.0, 36.7560				
37	5.249275368, 27.540, 1410.0, 37.5500				
38	5.275535934, 27.540, 1406.0, 37.4967				
39	5.301796499, 27.540, 1385.0, 37.2156				
40	5.328057064, 27.540, 1439.0, 37.9342				
41	5.354317630, 27.540, 1404.0, 37.4700				
42	5.380578195, 27.540, 1355.0, 36.8103				
43	5.406838760, 27.540, 1354.0, 36.7967				
44	5.433099326, 27.540, 1377.0, 37.1080				
45	5.459359891, 27.540, 1401.0, 37.4299				
46	5.485620456, 27.540, 1430.0, 37.8153				
47	5.511881022, 27.540, 1481.0, 38.4838				
< < > > Sadaoui_Kaolin +					

#	A	B	C	D	E
27	Angle, TimePerStep, Intensity, ESD				
28	5.012930280, 27.540, 1221.0, 34.9428				
29	5.039190845, 27.540, 1193.0, 34.5398				
30	5.065451411, 27.540, 1202.0, 34.6699				
31	5.091711976, 27.540, 1175.0, 34.2783				
32	5.117972541, 27.540, 1214.0, 34.8425				
33	5.144233107, 27.540, 1159.0, 34.0441				
34	5.170493672, 27.540, 1220.0, 34.9285				
35	5.196754237, 27.540, 1209.0, 34.7707				
36	5.223014803, 27.540, 1165.0, 34.1321				
37	5.249275368, 27.540, 1207.0, 34.7419				
38	5.275535934, 27.540, 1223.0, 34.9714				
39	5.301796499, 27.540, 1179.0, 34.3366				
40	5.328057064, 27.540, 1180.0, 34.3511				
41	5.354317630, 27.540, 1151.0, 33.9264				
42	5.380578195, 27.540, 1242.0, 35.2420				
43	5.406838760, 27.540, 1264.0, 35.5528				
44	5.433099326, 27.540, 1244.0, 35.2704				
45	5.459359891, 27.540, 1201.0, 34.6554				
46	5.485620456, 27.540, 1265.0, 35.5668				
47	5.511881022, 27.540, 1278.0, 35.7491				
< < > > SadaouiDéchét- Argile +					

Annexe 01 : Les résultats de DRX pour la première matières (Métakaolin, kaolin et déchet de brique).



Annexe 02 : Composition chimique de silicate sodium.

Résumer :

Ce projet de fin d'études porte sur l'élaboration de géopolymères à base de kaolin, métakaolin et de déchets de briques comme alternative écologique au ciment. Face aux impacts environnementaux de la fabrication du ciment, cette étude explore la valorisation des déchets de construction pour produire un liant durable. Ces matières premières ont été caractérisées par des analyses physiques, chimiques et minéralogiques. Les résultats montrent que le métakaolin possède de bonnes propriétés réactives grâce à sa finesse et sa richesse en silice et alumine, tandis que les déchets de briques, bien que poreux, présentent aussi un bon potentiel géopolymérique. Les résultats confirment que les géopolymères possèdent des bonnes performances thermiques et mécanique, tout en réduisant les émissions de CO₂ et en limitant l'utilisation de ressources naturelles. Ce travail s'inscrit dans une approche de développement durable et d'économie circulaire pour le secteur de la construction.

Mots clés : géopolymère, métakaolin, kaolin, déchets de briques, ciment, silice, alumine, analyses physiques, chimique, minéralogiques.

Abstract :

This final year project focuses on the development of geopolymers based on kaolin, metakaolin, and brick waste as an ecological alternative to cement. Given the environmental impact of cement production, this study explores the reuse of construction waste to produce a more sustainable binder. The raw materials were characterized through physical, chemical, and mineralogical analyses. The results show that metakaolin has good reactivity due to its fineness and high content of silica and alumina, while brick waste, despite its porosity, also demonstrates promising geopolymeric potential. The results confirm that geopolymers have good thermal and mechanical performance, while reducing CO₂ emissions and limiting the use of natural resources. This work aligns with a sustainable development and circular economy approach for the construction sector.

Keywords : geopolymer, metakaolin, kaolin, brick waste, cement, silica, alumina, physical analysis, chemical analysis, mineralogical analysis.