



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
People's Democratic Republic of Algeria
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي
Ministry of Higher Education and Scientific Research
جامعة عبد الحميد ابن باديس مستغانم
Abdelhamid Ibn Badis University of Mostaganem
كلية العلوم و التكنولوجيا
Faculty of Sciences and Technology
قسم الهندسة المدنية
Department of Civil Engineering



N° d'ordre : M/GC /2023

Memoire de Master Académique

Filière : Génie Civil

Spécialité : Voies et Ouvrages d'Art

Élaboration d'un ciment géopolymère à base d'aluminosilicate pour une application en génie civil

Présenté par :

BELARBI SAFIA et AISSA MANSOURIA

Présidente	: BELBACHIR Nesrine	M.C.A	UMAB Mostaganem
Examineur	: MEBROUKI Abdelkader	Professeur	UMAB Mostaganem
Encadrant	: MOSTEFA Fouzia	M.C.B	UMAB Mostaganem
Co-Encadrant	: CHOUAIIH Abdelkader	Professeur	UMAB Mostaganem
Invité	: ZALAMT Yassine	M.C.B	UMAB Mostaganem

Remerciements

Nos vifs remerciements aux membres du Jury de nous avoir accordé l'honneur de juger ce travail :

À MEBROUKI Abdelkader professeur à l'université de Mostagnem pour l'honneur qu'il nous a fait en acceptant d'examiner ce travail,

Mes vifs remerciements s'adressent aussi au docteur BELBACHIR Nesrine

D'avoir accepté de présider le jury .

Nos meilleurs remerciements vont au professeur CHOUAÏH Abdelkader co-encadrant pour sa collaboration à ce travail par ces conseils et orientations

Nous remercions vivement notre encadrante docteur MOSTEFA . F pour ces orientations, conseils encouragements.

Nous tenons aussi à remercier les directeurs des laboratoires de recherche (1) « LCTPE » pour nous avoir permis de réaliser les essais et (2) laboratoire de la technologie et propriétés des solides (LTPS) pour la réalisation des analyses minéralogiques.

À nos Amies pour leur précieuse aide, amitié et encouragement.

Dédicaces

Ce projet de fin d'études est dédié à nos chers parents, qui nous ont toujours poussée et motivés dans nos études. Ce projet de fin d'études est donc l'aboutissement du soutien et des encouragements qu'ils nous ont apportés tout au long de nos études. Qu'ils soient remerciés pour cette très humble adoration.

C'est un moment qu'il me fait plaisir de dédier ce travail à nos chers et merveilleux frères et sœurs en signe d'amour. Nous vous souhaitons une vie pleine de bonheur et de réussite, et que Dieu tout-puissant vous protégé.

ملخص

الغرض من هذا العمل هو تصنيع الأسمنت الجيوبوليمر بناءً على المواد المحلية مثل المعادن الطينية و البوزولانا الطبيعي، لتقييم إمكانيات البناء بشكل خاص في مجال الهندسة المدنية بسبب تركيبها المعدنية الغنية بالألمنيوم و سيليكات ويحتمل استخدامها في صناعة الأسمنت الخاص، ولاسيما تلك المقاومة للحريق.

يركز نهج البحث أولاً على التفعيل الحراري لطين "الكاولين" ، ثم إجراء دراسة (paramétrique) لإنتاج الأسمنت الجيوبوليمر مع تغير عوامل التجريبية ضمن التركيبة ، وهي: محلول قاعدي / هيدروكسيد الصوديوم (SSN / SN) ، نسبة المحلول / المادة (L / M) والنسبة المئوية لاستبدال الكاولين بالبوزولان. سيسمح لنا هذا الاختلاف بتحديد الآليات التي تؤثر على (Maniabilité) والقوة الميكانيكية وعلى أساسها سيتم اختيار المزيج المناسب

يبدو من هذه النتائج الأولية أن المقاومة تتناقص مع زيادة نسبة L / M ، ونسبة الاستبدال. ومع ذلك تتوافق القيم المقاسة مع المقاومة الموصى بها للملاط المستخدم في الطلاء الحراري.

الكلمات المفتاحية : الكاولين، بني ساف بوزولان ،التكليس، الأسمنت الجيوبوليمر، القوة الميكانيكية

Abstract

The purpose of this work is to manufacture geopolymer cement based on local materials such as clay minerals and natural pozzolan, to evaluate the possibilities of construction, especially in the field of civil engineering, due to their mineral composition rich in aluminum and silicate, they are likely to be used in the manufacture of special cements, in particular those which resist fire. The research approach first focuses on the thermal activation of "kaolin" clay, then on the realization of a parametric study for the production of geopolymer cement with the change of empirical factors entering the composition, such as the ratio between the alkaline solution and the sodium hydroxide (SSN/SN), the solution compared to the matter (L/M) as will allow us to define the mechanisms involved in the behavior in the workability and mechanical strength and to optimize right mix.

It appears from these preliminary results that the resistance decreases with the increase of the L/M ratio, and the substitution ratio.

Key words: kaolin, Beni-Saf, pozzolan, calcination, geopolymer cement, workability, mechanical strength

Résumé

Le but de ce travail est de fabriquer du ciment géopolymère à base de matériaux locaux tels que les minéraux argileux et la pouzzolane naturelle, d'évaluer les possibilités de construction, notamment dans le domaine du génie civil, en raison de leur composition minérale riche en aluminium et en silicate, elles sont susceptibles d'être utilisées dans la fabrication de ciments spéciaux, notamment ceux qui résistent au feu.

La démarche de recherche porte d'abord sur l'activation thermique de l'argile « kaolin », puis sur la réalisation d'une étude paramétrique pour la production de ciment géopolymère avec le changement de facteurs empiriques entrants dans la composition, tel que le rapport entre la solution alcaline et l'hydroxyde de sodium(SSN/SN), la solution par rapport à la matière (L/M) ainsi que le pourcentage de substitution du kaolin par la pouzzolane.

Cette variation nous permettra de définir les mécanismes impliqués dans le comportement à l'état frais(maniabilité) et durci(résistance mécanique) et d'optimiser le bon mélange.

Il ressort de ces résultats préliminaires que la résistance diminue avec l'augmentation du rapport L/M, et du rapport de substitution.

Mots clés: Kaolin ,pouzzolane de Béni-Saf, calcination ,ciment géopolymère, maniabilité, résistance mécanique

Sommaire

ملخص	III
Abstract	IV
Résumé	V
Liste de Figure	VIII
Liste de tableaux	IX
Liste des Symboles	X
Introduction générale	1
Chapitre I : généralités et historique sur le ciment géopolymère	
I.1 Introduction	3
I. 2 Historique de la technologie des géopolymères	3
I.3 Nomenclature et structure des géopolymères dans la chimie	4
I.4 Mécanisme de la géopolymérisation	6
I.5 Intérêt des géopolymère dans le génie civil	7
I.6 Application des géopolymères	9
I.7 Conclusion	11
Chapitre II : Influence des paramètres de composition sur les propriétés des ciments géopolymères	
II.1 Introduction	13
II.2 Paramètres de la géopolymérisation	13
II.2.1 Les différentes nature des aluminosilicates	13
II.2.2 Solution alcaline d'activation	16
II.3 Solution de silicate	16
II.3 Concentration des Alcalins	18
II.4 Influence des ratios molaires des composants	20
II.5 Influence du rapport liquide /solide (L/S, E/liant)	21
II.6 Température et temps de cure	24

I.7 Conclusion	26
----------------	----

Chapitre III : Matériaux utilisés et protocole d'essais

III.1 Introduction	28
III.2 Essais de caractérisations physiques des matériaux	28
III.2.1 Mesure de la masse volumique apparente et absolue	28
III.2.2 Mesure des surfaces Blaine du pouzzolane et Métakaolin	29
III.3 Matières premières utilisées	29
III.3.1 La pouzzolane	29
III.3.2 Le Métakaolin	31
III.3.2.1 Processus de transformation du kaolin en métakaolin	31
III.3.2.2 Phases du traitement thermique (calcination)	32
III.4 Préparation d'un sable normalisé	34
III.4.1 Masses volumique absolue et apparente du sable	34
III.4.2 Essai d'équivalente de sable [NFP18-598]	34
III.4.3 Essai de module de finesse [NFP 18-540]	35
III.5 Solution d'activation	36
III.6 Procédure de Préparation des mortiers normalisé [NF EN 196-1]	37
III.7 Essai maniabilité	38
III.8 Essais mécaniques	39
III.9. Conclusion	40

Chapitre IV : Résultats et analyse

IV.1 Introduction	42
IV.2. La préparation des échantillons	42
IV.2.1. Le processus de préparation des composés de mortier géopolymère	42
IV.3 Résultats et analyse	43
IV.3.1 Maniabilité des mortiers géopolymères	43
IV.3.2 Evolution des résistance mécaniques des mortiers	47

IV.3.2.1 Évolution des résistances de compression	47
IV.3.2.2 Evolution des résistances mécaniques à la traction	52
IV.3 Conclusion	54
Conclusion générale et perspectives	56
Références bibliographiques	58

Liste des figures

Chapitre I : généralités et historique sur le ciment géopolymère

- Figure(I.1)** : Structure de base du réseau sialate (tétraèdres SiO_4 et AlO_4)(Davidovits.,1991) **5**
- Figure(I.2)** :Géopolymère poly (sialate-siloxo) résultant d'une géosynthèse. **5**
- Figure(I.3)** : classes des différents géopolymères en fonction du rapport molaire Si/Al(Davidovits.,1994). **6**
- Figure(I.4)**: Schématisation du processus géo-synthèse (Duxson et al.,2007). **7**
- Figure(I.5)**: Alkali-réaction des agrégats, expansion d'un ciment géopolymère (K-Ca)-poly(sialate-silixo) et ciment portland **8**
- Figure (I.6)** : Rénovation d'une route **9**
- Figure(I.7)** : Cour d'école en Australie faite avec pyrament **9**
- Figure(I.8)** : premier immeuble en béton géopolymère à Lipetsk, Russie, 1994 **10**
- Figure(I.9)** : Réalisation d'un institut à l'université du Queensland, Australie (2013). **10**

Chapitre II : Influence des paramètres de composition sur les propriétés des ciments géopolymères

- Figure (II.1)** : Résistance à la compression des pates géopolymères préparés avec trois différentes argiles de Cameron calcinés à différentes températures (Elimbi., 2011). **14**
- Figure (II.2)** : Variation de la résistance à la compression à 7jours (BennyetGeorge.,2012). **17**
- Figure(II.3)** : Effet de la molarité du NaOH sur la résistance à la compression de pate géopolymère (Missoum., 2021) **19**
- Figure (II.4)** : Effet du type de solution d'activateur alcalin sur la résistance à la compression (Alireza et al., 2020) **19**
- Figure (II.5)** : Effet de variation du $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ sur les résistances à la compression d'un mortier géopolymère à base de cendres volantes (A.Arham., 2009). **21**
- Figure (II.6)** : Comparaison entre influence du rapport liquide /solide sur la résistance en compression d'un géopolymère (MK) et ciment portland **22**
- Figure (II.7)** : Comparaison entre influence du rapport liquide/solide sur la porosité à accessible à l'eau d'un géopolymère (MK) et ciment portland **22**
- Figure (II.8)**: évolution de la résistance en fonction des rapport L/S Et pourcentage de sodium(Tzong-Ruey et al.,2012) **23**
- Figure (II.9)**:Effet du ratio eau/liant sur l'écoulement d'un béton géopolymère (Subhash et al., 2013) **24**

Figure (II.10): Effet du ratio eau/liant sur la résistance à la compression d'un béton géopolymère (Subhash et al., 2013) **24**

Figure (II.11) : Effet de température de cure sur la résistance à la compression (Hardjito.,2005) **25**

Figure (II.12): Variation des résistances à la compression (7jours) en fonction température de cure et liquide sur solide (Benny et George.,2012) **26**

Chapitre III : Matériaux utilisés et protocole d'essais

Figure (III.1) : Mesure de la masse volumique absolue (a) pouzzolane (b) kaolin **28**

Figure(III.2) : pierre de pouzzolane **29**

Figure(III.3) : pouzzolane broyée et tamisée **29**

Figure (III.4): Diffraction des rayons (DRX) de la pouzzolane **30**

Figure(III.5) : Courbe granulométrique de pouzzolane **30**

Figure(III.6): kaolin **31**

Figure(III.7): kaolin tamis **31**

Figure(III.8) : four de calcination **32**

Figure(III.9): kaolin calciné **32**

Figure(III.10): Diffraction des rayons (DRX) de kaolin et métakaoline **33**

Figure(III.11) : Essai d'équivalent de sable **34**

Figure (III.12) : appareillage pour essai granulométrie de sable **35**

Figure (III.13): Courbe granulométrique de sable **35**

Figure(III.14) : NaOH solide **36**

Figure(III.15):préparation de solution NaOH **36**

Figure (III.16) : Solution silicatée de sodium **37**

Figure(III.17): mélange de mortier géopolymère **38**

Figure (III.18) : malaxeur à mortier **38**

Figure(III.19) : moulage du mortier géopolymère **38**

Figure(III.20): l'appareil de Maniabilité à mortier. **39**

Figure(III.21) : principe de l'essai Maniabilité à mortier **39**

Figure(III.22) : Dispositifs d'écrasement des mortiers 40

Chapitre IV : Résultats et analyse

Figure (IV.1) : Maniabilité des mortiers en fonction du L/M, avec SSN/SN=2 44

Figure (IV.2) : Maniabilité des mortiers en fonction du L/M, avec SSN/SN=2,5 44

Figure (IV.3) : Maniabilité des mortiers en fonction SSN/SN, avec L/M=1 45

Figure (IV.4) : Maniabilité des mortiers en fonction SSN/SN, avec L/M=1,1 45

Figure (IV.5): Maniabilité des mortiers en fonction SSN/SN ,avec L/M=1,2 45

Figure (IV.6) : Maniabilité des mortiers en fonction de variation des paramètres 46

Figure (IV.7) : Histogramme de résistance des mortiers en fonction de L/M et 100 MK 47

Figure (IV.8) :Histogramme de résistance des mortiers en fonction de L/M et75MK-25PZ 48

Figure (IV.9) : Histogramme de résistance des mortiers en fonction de L/M et75MK-25PZ48

Figure (IV.10): Histogramme de résistance des mortiers en fonction de L/M et50MK-50PZ48

Figure (IV.11): Histogramme de résistance des mortiers en fonction de L/M et 50MK50PZ49

Figure (IV.12) : Évolution des résistances à la compression pour le rapport L/M =1 49

Figure (IV.13): Évolution des résistances à la compression pour le rapport L/M =1,1 50

Figure (IV.14) : Évolution des résistances à la compression pour le rapport L/M =1,2 50

Figure (IV.15) : Histogramme des résistances en fonction ratio molaire. 51

Figure(IV.16) :Histogramme des résistances à la traction pour le différent rapport L/B pour SSN/SN =2 52

Figure(IV.17) : Histogramme des résistances à la traction pour le différent rapport L/B pour SSN/SN =2,5 53

Liste des tableaux

Chapitre II : Influence des paramètres de composition sur les propriétés des ciments géopolymères

Tableau (II.1) : Ratios molaires (Davidovits.,2008) 20

Chapitre III : Matériaux utilisés et protocole d'essais

Tableau (III.1): Caractéristiques physiques de pouzzolane 29

Tableau (III.2) : Composition chimique de la pouzzolane 29

Tableau (III.3) : caractéristiques chimiques de Métakaolin 32

Tableau(III.5) :Propriétés physiques du sable préparé 36

Tableau(III.6): caractéristique chimique de silicate de sodium 37

Chapitre IV : Résultats et analyse

Tableau (IV.1) : Différentes formulations des mortiers 43

Liste des Symboles

SSN : Solution de silicate de sodium

SN : : Hydroxyde de sodium

MK : Métakaolin

MPa : Méga pascal

PZ : Pouzzolane

L/M :Liquide/ matériaux

L/S : Liquide /solide

SSp :Surface Spécifique m^2/g

DRX :Diffraction des rayons X

Introduction générale

Introduction générale

Le ciment est le matériau le plus utilisé au monde, sa fabrication requiert une grande quantité d'énergie et des températures élevées, ce qui entraîne d'importantes émissions de dioxyde de carbone. L'industrie du ciment représente 5 à 6 % des émissions mondiales de gaz à effet de serre (ONU, 2018). En effet, près d'une tonne de dioxyde de carbone est produite pour chaque tonne de ciment fabriquée.

En Algérie, la production de ciment connaît une augmentation significative en raison des activités de construction qui stimulent la consommation d'énergie et génèrent des émissions de gaz à effet de serre. Pour remédier à ces problèmes, une alternative appelée ciment géopolymère a été proposée. Ce type de ciment présente un faible impact environnemental, une haute résistance mécanique, et une bonne résistance aux produits chimiques. De plus, il nécessite moins d'énergie, offre une meilleure résistance au feu, une faible conductivité thermique et une bonne isolation acoustique. En raison de ces caractéristiques, le ciment géopolymère est de plus en plus utilisé dans la construction de structures civiles telles que les routes ,ponts ,les bâtiments industriels et résidentiels.

Les ciments géopolymères sont fabriqués en activant des matières premières aluminosilicates telles que les déchets industriels (laitier de haut fourneau, cendres volantes...etc) , ou d'autres types d'argile (kaolin, illite, bentonite..)(Davidovits,1991). Leur utilisation contribue également à réduire les émissions de gaz à effet de serre, car ils ne nécessitent pas l'utilisation du clinker, qui est le principale responsable des émissions de dioxyde de carbone lors de la production de ciment portland. Cependant, malgré les avantages potentiels des ciments géopolymères, il est important de comprendre leurs propriétés et leur comportement en détail pour assurer leurs performances et leur durabilité à long terme. L'un des avantages important des ciments géopolymères, est sa capacité de résister au feu.

Ces dernières décennies l'industrie cimentaire s'est intéressée à la production des ciments spéciaux utilisables pour des applications précises : ciment pour utilisation dans les milieux marins, centrales nucléaires, revêtement contre les incendies notamment ceux qui se déclenchent dans les tunnels et qui causent de graves dégâts dans le béton (écaillages, perte de résistance, corrosion des armatures.)

Dans ce contexte, nous nous sommes intéressés à la confection d'un ciment géopolymère qui pourra être utilisé comme mortier de revêtement de protection contre les incendies. Dans ce cas il était très intéressant de le confectionner avec des matériaux locaux.

L'Algérie est l'un des pays le plus riche en sols argileux et pouzzolanes naturelle, pour ceux dans cette étude nous avons choisi le kaolin en provenance du Djbel Tamazer (wilaya de Jijel) et la pouzzolane de Béni-Saf comme matières premières pour la confection du ciment géopolymère.

Ce travail entre dans le cadre d'une collaboration entre le département de génie civil et génie des procédés de la faculté des sciences et de la technologie de l'université de Mostaganem.

Pour les besoins de cette étude, nous aborderons quatre chapitres :

Le premier chapitre est consacré à l'étude bibliographique sur les géopolymères, visant à connaître l'historique , définition des géopolymères, leur mécanisme de formation, le processus de géopolymérisation, et leurs applications notamment dans le domaine du génie civil.

Le deuxième chapitre présentera les caractéristiques qui influent sur la géopolymérisation, l'interaction entre les composants soit : les aluminosilicates , solution alcalines, leur concentration et condition de traitement.

Le troisième chapitre concerne la présentation des protocoles d'indentification physico-chimique des matériaux ainsi que la caractérisation à l'état frais et durci des mortiers confectionnés à savoir la maniabilité et résistances mécaniques.

Le quatrième chapitre nous avons présenté et analysé les résultats obtenus sur mortier géopolymère.

Le travail se terminera comme de coutume par une conclusion

Chapitre I
généralités et historique sur le ciment
géopolymère

Chapitre I : généralités et historique des ciments géopolymères

I.1 Introduction

Le ciment géopolymère est un matériau innovant et une véritable alternative au ciment Portland classique pour les applications de génie civil dans la construction et l'offshore. Elle nécessite certains matériaux naturels ou sous-produits industriels avec réduction significativement de leur empreinte carbone. Il résiste également à la plupart des attaques chimiques qui affligent le béton traditionnel.

I. 2 Historique de la technologie des géopolymères

Joseph Davidovits, étant le premier ayant mené des études sur ces nouveaux matériaux, ce chimiste français leur donna le nom de géopolymère qui provient de l'analogie faite entre ce matériau inorganique et les polymères organiques. Le géopolymère est identifié comme un matériau amorphe d'aluminosilicate (silicium et aluminium) activé par des solutions alcalines telles que l'hydroxyde de sodium ou le potassium. Il représente une large gamme de matériaux caractérisés par des réseaux de molécules inorganiques.

Le géopolymère a été inventé en 1979 par le chimiste Davidovits en réponse à un incendie survenu en France entre 1970 et 1973 au collège Edward Pailleron à Paris. Cet incendie avait été causé par des matériaux polyester inflammables. L'idée initiale de l'inventaire était de trouver un matériau résistant au feu ne brûlant pas à basse température et ayant comme composition des éléments minéraux ; telle la silice. Il a découvert qu'il existe des réactions minérales tout à fait similaires à certaines réactions en chimie organique appelées polymères minéraux (Delatte et Facy.,1995). Pour sa première invention, il confectionna des matériaux, formés de résine minérale ayant des propriétés liantes et pouvant résister aux températures allant de 1000 à 2000 °C (Van Deventer et al.,2007). C'est ainsi, qu'il utilise le terme géopolymère pour qualifier ces polymères minéraux (Delatte et Facy.,1995).

La période allant de 1973 à 1976, a connu l'élaboration des premiers géopolymères désignés pour l'application dans le domaine des matériaux de construction (Davidovits.,2011). Ce sont des panneaux géopolymères agglomérés résistants au feu, sorte de matériau composite constitué d'une matrice de copeaux de bois recouverte par un géopolymère.

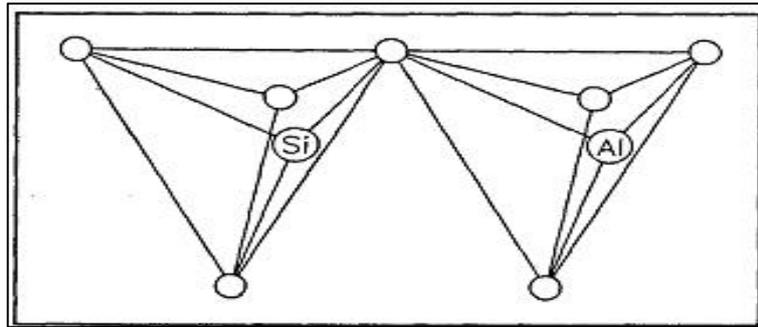
Ce géopolymère était synthétisé à partir d'un mélange de kaolinite, de quarte et d'une solution d'hydroxyde de sodium, et traité à une température variant de 130 à 200°C (Davidovits, 2002). Cependant, des études (Barsoum et al.,2006) ont montré que l'activation alcaline était utilisée en Egypte dans la construction des pyramides. Bien qu'encore une théorie controversée, ces études ont démontré que les blocs de pyramides de Gizeh n'étaient pas taillés mais étaient en fait des pierres réagglomérées.

D'après Davidovits, elles seraient fabriquées à partir de calcaire local contenant 5 à 10 % d'argiles kaoliniques, de natron (carbonate de sodium) et de chaux. En présence d'eau, l'argile, le natron et la chaux forment une colle dite « géopolymérique » (Davidovits.,19898)

La stabilité thermique des géopolymères a amené l'équipe de recherche de Davidovits à orienter ces travaux dans le domaine de l'aéronautique et de la transformation des thermoplastiques (Delatte et Facy .,1995). Dans les années 70, le professeur Davidovits élabore un cadre général pour la compréhension du mécanisme chimique et dépose le terme géopolymère ainsi que de nombreux brevets entre 1972 et 1996. (Davidovits.,1991 ; Davidovits.,1996). Cela a permis de développer l'intérêt pour des applications industrielles du géopolymère. Dans ces recherches, il a exploré d'autres domaines, pour élargir le champ d'application de sa découverte, le domaine de construction étant le plus exploré. Le but ces travaux pionnier était de trouver un nouveau matériau de construction susceptible de devenir une réelle alternative au ciment portland.

I.3 Nomenclature et structure des géopolymères dans la chimie

Le géopolymère est un polymère inorganique qui se comporte de manière similaire aux matériaux minéraux naturels comme les zéolites, à l'exception de sa microstructure, qui est amorphe alors que la microstructure des zéolites est cristalline. (Davidovits,1991) a décrit la nomenclature de la structure des géopolymères, elle se présente sous forme d'un réseau tridimensionnel de tétrades SiO_4 et M-AlO_4 , (où M est un cation monovalent, typiquement alcalin (Na^+ ; K^+ ; Ca^+)) (figure I.1), faisant une analogie avec la structure des polymères organiques.



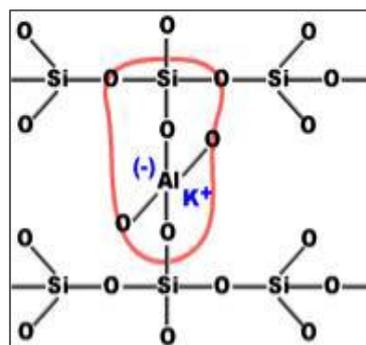
Figure(I.1) : Structure de base du réseau sialate (tétraèdres SiO_4 et AlO_4), (Davidovits.,1991).

Cette nomenclature est basée sur deux observations : le caractère amorphe des géopolymères observé aux rayons X, et la coordination de tétraèdres de silicium et d'aluminium déterminée par l'essai du RMN. La nomenclature utilise des oligomères linéaires appelés poly (sialates) (Davidovits.,1991) comme unité de base, les sialates sont une abréviation de silico-oxo-aluminate, et ont pour formule empirique :



où p est le degré de polycondensation (polymérisation) , z est le rapport molaire Si/Al et peut être 1, 2 ou 3 et w décrivant l'hydratation du composé/ la quantité d'eau dans le matériau.

Il est important de signaler que juste le Al^{iv} et non pas le Al^{v} et Al^{vi} peut remplacer le Si^{iv} dans l'arrangement tétraédrique. La structure sialate (figure I.2) porte une charge négative due à la substitution de Si^{4+} avec Al^{3+} . Ces charges négatives sont équilibrées par un cation de métal alcalin (Na^+ , K^+ ou Ca^+).



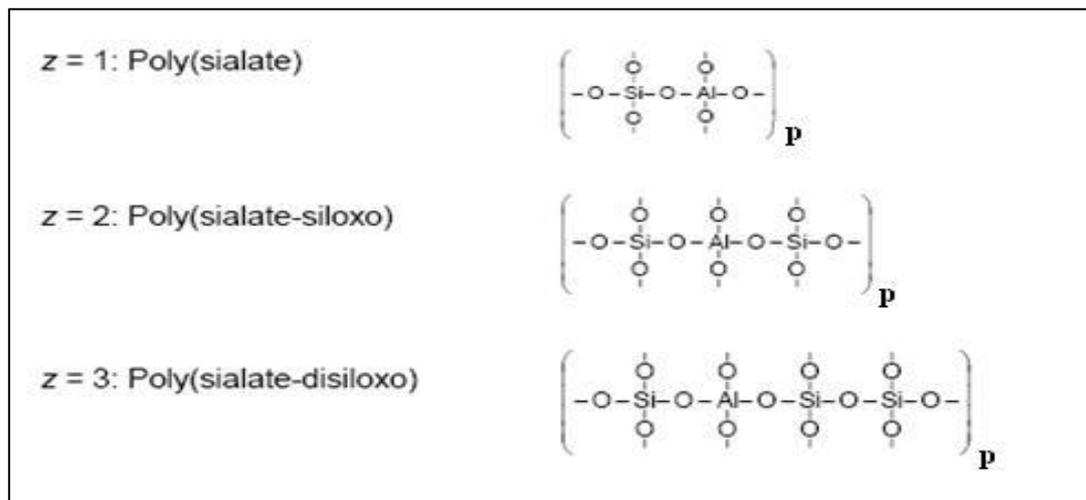
Figure(I.2) :Géopolymère poly (sialate-siloxo) résultant d'une géosynthèse.

La nomenclature classe les géopolymères en trois classes dépendantes essentiellement du rapport molaire Si/Al qui représente le nombre de silicium remplacé par aluminium (Davidovits.,1994b). La valeur de ce rapport influence à la fois la structure des géopolymères, leurs propriétés physico-chimiques et le champ d'application, un ratio égalant : 1, 2,3 génère un réseau tridimensionnel (3D) très rigide (figure I.3), alors qu'un ratio très élevé plus que 15 cause une grande polymérisation.

Si /Al =1 nommé le Poly Sialate (PS)

Si /Al =2 nommé le Poly Sialate Siloxo (PPS)

Si /Al =3 nommé le Poly Sialate Disiloxo (PSDS)

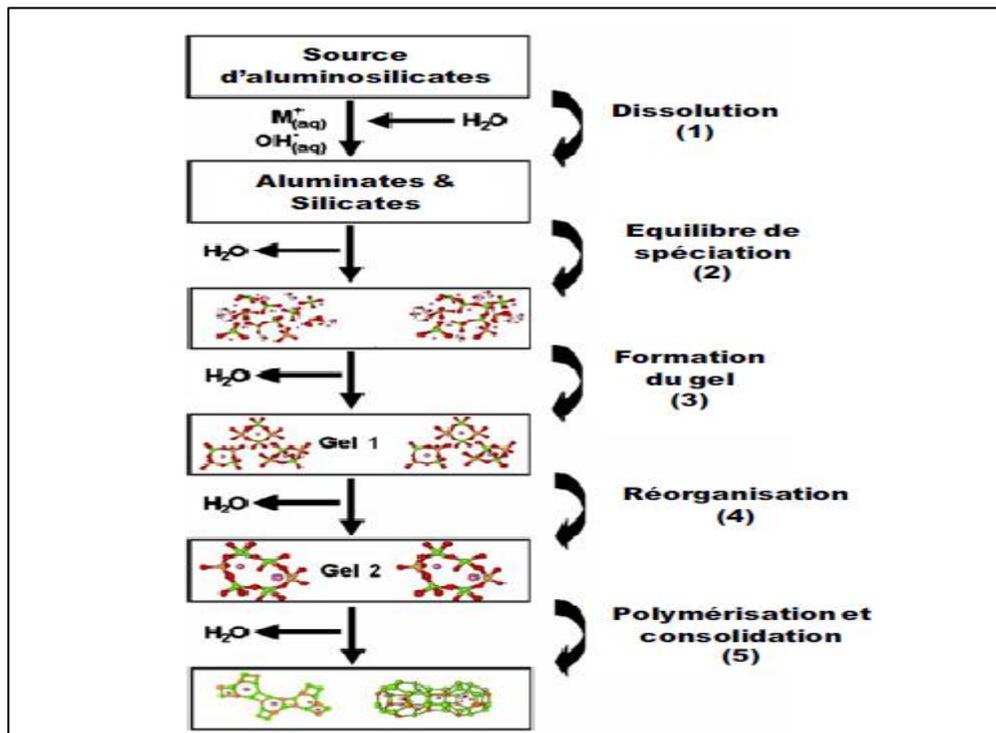


Figure(I.3) : classes des différents géopolymères en fonction du rapport molaire Si/Al (Davidovits.,1994).

I.4 Mécanisme de la géopolymérisation

Du fait de la rapidité des réactions chimiques, le mécanisme de géopolymérisation reste complexe et difficile à étudier la plupart des mécanismes initialement proposés impliquaient deux étapes : la dissolution des minéraux aluminosilicates dans une solution alcaline activée suivie de multiples condensations (Xu et Deventer.,2000). Des études ultérieures basées sur les connaissances acquises dans synthèse de zéolithe, (Fernandez et al.,2005,2006 ; Provis et al.,2005 ;Van Deventer et al.,2006) ont identifié une réaction de géopolymérisation intégrée en trois phases : Dissolution /hydrolyse, recombinaison et polycondensation/cristallisation.

La cinétique de chaque étape dépend de plusieurs facteurs : le type de minéral aluminosilicate, le rapport solide/liquide et les concentrations de silicate et d'alcali. La géopolymérisation passe par plusieurs stades, tel que rapporté par certains auteurs, l'ajout d'une solution alcaline à la poudre d'aluminosilicate aide à rompre les liaisons existantes entre les atomes qui forment cette poudre. La précipitation des oligomères se densifie en produisant un gel qui se transforme en géopolymère après durcissement (figure I.4).



Figure(I.4): Schématisation du processus géo-synthèse (Duxson et al.,2007).

I.5 Intérêt des géopolymère dans le génie civil

Depuis toujours les différentes recherches, tentent de limiter l'utilisation du ciment en le substituant par des minerais (argiles, fillers calcaire et déchets industriels) donnant des liants de qualités . Cependant les géopolymères se sont révélés d'un grand intérêt pour les propriétés essentielles suivantes :

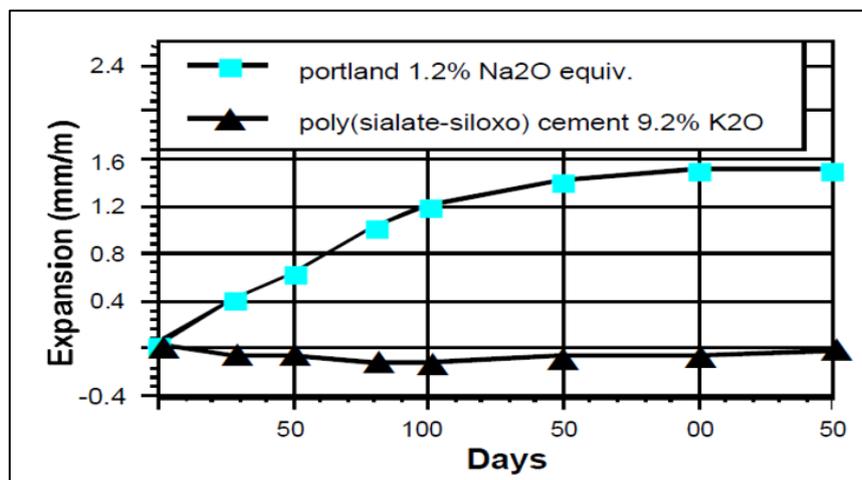
a. Ecologique

Des études ont confirmé que l'utilisation de ciment à un faible pourcentage contribue à réduire les émissions de gaz à effet de serre, car ces études ont indiqué que la poussière émise par les usines cause de grands dommages environnementaux aux terres, aux cultures, aux plantes et aux mers. Dans le cas du ciment géopolymères, il sera possible d'utiliser ces minéraux

à leur état naturel. Aujourd'hui le ciment géopolymères peut être une véritable alternative au ciment traditionnel d'un point de vue technologique, économique et surtout environnemental.

b. Durabilité

- **Résistance aux attaques acides** : comparé au liant cimentaire, les géopolymères sont plus résistants quand ils sont exposés dans un environnement acide (Davidovits, 2008).
- **Résistance à la compression** : il a été montré que les bétons géopolymères développent des résistances similaires à celles développées par les bétons ordinaires (Hardjito et Rangan 2005).
- **Alcali-réaction des granulats** : Les alcalins présents dans le ciment peuvent réagir avec la silice se trouvant dans les granulats causant ainsi le phénomène d'alcali-réaction et par conséquent conduit à l'expansion qui peut endommager la structure des bétons, certaines additions pouzzolanique sont utilisées en substitution partielle du ciment pour réduire l'alcalinité et de réagir avec la chaux libérée. Bien que ce phénomène puisse être observé dans les bétons géopolymères mais son importance est insignifiante, (figure I.5), vu que les alcalins réagissent avec la source aluminosilicate.



Figure(I.5): Alcali-réaction des agrégats, expansion d'un ciment géopolymère (K-Ca)-poly(sialate-silixo) et ciment portland (Davidovits,2008)

- **Résistance au feu** : le béton géopolymère peut support et une température maximale de 1200°C. Contrairement au ciment ordinaire, il est très résistant aux chocs thermiques.

I.6 Application des géopolymères

Compte tenu des propriétés physiques et chimiques des géopolymères, les technologues ont désigné leurs application : génie civil, automobile, aéronautique, métallurgie, fonderie de métaux non ferreux, plasturgie, gestion des déchets, construction, restauration de bâtiments. Des centaines d'articles ont été publiés dans cet axe ; et le premier ciment inventé se nomme « Pyrament » ciment possédant des propriétés mécaniques intéressantes et résistant aux acides, c'est le fruit de collaboration entre la centre de recherches de L'one star industrie cimentaire américaine et l'inventeur Davidovits (Davidovits et al.,1985). C'est un produit idéal pour l'entretien et la construction de plates-formes d'atterrissage en béton (figure I.6 et I.7).



Figure (I.6) : Rénovation d'une route

Figure(I.7) : Cour d'école en Australie faite
Avec ciment pyrament

On retrouve aussi durant les années 2000, l'apparition des produits commerciaux à base de géopolymère comme les joints de la société BASF. La société Zeobond a industrialisé un ciment Ecrête à base de sous-produits industriels comme les cendres volantes et les laitiers.

Dans l'industrie aéronautique, on remarque l'utilisation de moules et d'outils en géopolymère réfractaires pour fabriquer en toute sécurité d'alliages aluminium/lithium liquides hautement corrosifs. Dans le secteur automobile, on trouve des composites carbone/géopolymère pour la protection thermique des voitures de course.

Concernant le domaine de génie civil, l'utilisation de matériaux géopolymères à une échelle pratique peut être divisée en trois catégories : Construction de bâtiments, d'éléments

préfabriqués pour un ouvrages d'art et production d'élément de maçonnerie (blocs, pavés, corps creux, etc..) construction de routes et de canalisations dans les travaux publics.



Figure(I.8) : premier immeuble en béton géopolymère à Lipetsk, Russie, 1994

Par exemple en (2013), la société australienne Wagner a utilisé le béton géopolymère à base de laitier et de cendres volantes comme moyen de réaliser un institut (Global change Institute) à l'université du Queensland, Australie.



Figure(I.9) : Réalisation d'un institut à l'université du Queensland, Australie (2013).

I.7 Conclusion

Les géopolymères sont des matériaux amorphes d'aluminosilicate activés par des solutions alcalines. Ils ont été utilisés en premier lieu comme alternative aux matériaux inflammables dans la construction et depuis, ils ont trouvé diverses applications, dans d'autres domaines. Les géopolymères sont appréciés pour leur caractère écologique, leur durabilité, leur résistance au feu et propriétés mécaniques. Ils sont utilisés dans l'industrie du génie civil, ainsi que dans d'autres secteurs tels que l'aéronautique et la gestion des déchets. Leur utilisation offre des avantages technologiques, économiques et environnementaux par rapport aux matériaux traditionnels comme le ciment. Avec les progrès de la recherche et le développement continu, les géopolymères ont le potentiel de devenir une alternative prometteuse aux matériaux de construction existants.

Chapitre II

Influence des paramètres de composition

Sur les propriétés des ciments

géopolymères

Chapitre II : Influence des paramètres de composition sur les propriétés des ciments géopolymères

II.1 Introduction

Dans le chapitre précédent, les liant géopolymères et contrairement aux liants hydrauliques sont synthétisés à partir d'un mélange de minerai aluminosilicate et solution activatrice. Néanmoins la sélection des matières premières et des conditions de traitement, peuvent présenter des géopolymères de propriétés et caractéristique différentes : haute résistance à la compression, un faible retrait, résistance à l'acide, au feu et à faible conductivité thermique. Notons que ces propriétés sont obtenues à partir de formulations géopolymérique bien étudiées, adaptées aux besoins d'application voulue. Dans ce chapitre, nous explorons certains aspects de la structure et les propriétés des géopolymères qui peuvent être apporté par le choix des composants appropriés et une bonne formulation.

II.2 Paramètres de la géopolymérisation

II.2.1 Les différentes nature des aluminosilicates

Il est donc d'une importance majeure de caractériser la source d'aluminosilicate et de déterminer leur réactivité, afin d'être en mesure d'estimer la quantité des silicates et des aluminates qui réagissent. Les travaux de Xu et al.,(2000) ont montré qu'un grand nombre de matériaux aluminosilicates naturels peut être utilisé pour préparer des géopolymères riches en silice (SiO_2) et en alumine (oxyde d'aluminium). Leur choix dépend de plusieurs facteurs, dont la disponibilité, le coût et le type d'application. Il peut s'agir de matières naturelles telles que le kaolin, l'illite (Xu et van Deventre., 2000) ou matériaux synthétiques comme les cendres volantes (Francesco et al., 2015), Les laitiers hauts fourneaux (Ismail et al., 2013), pouzzolanes naturelles (Van Jaarsveld et al., 2002 ; Lemouagna et al., 2011 ; Cheng et Chiu, 2003 ; Sabir et al., 2001). L'utilisation de matières amorphes génère une résistance à la compression plus élevée par rapport aux matières non amorphes (De Siliva et al., 2007).

Bien que de nombreuses caractéristique macroscopiques des géopolymères préparés à partir de différentes sources d'aluminosilicate apparaissent similaires, leur microstructure et propriétés thermique physiques, mécaniques, chimiques varient en fonction principalement de la matière première à partir de laquelle ils sont dérivés (Duxson et al.,2007). Il convient de noter que la distribution de la taille des particules ou finesse sont d'une importance en ce que concerne la réactivité de la source d'aluminosilicate. En effet, un broyage très fin des matières premières favorise la géopolymérisation et a une action très positive sur la microstructure, alors le taux de dissolution des espèces aluminosilicates est élevé chose ;qui a pour conséquence l'amplification la polymérisation. Dans ces conditions le produit géopolymère peut être optimisé en ajustant le type et la quantité de la solution d'activation. Raphaëlle et Cyr (2016) ont rapporté que les matériaux contenant de la silice et l'alumine se dissolvent facilement dans des solutions alcalines.

Pour les argiles calcinées tel que la kaolinite, leur réactivité dépend de leur composition et la température de calcination (Elimbi., 2011). Ceci est illustré sur la figure (II.1).Il convient de noter que la plupart des argiles sont eux même un mélange de différents types d'argiles et peuvent contenir des additifs inertes telles que le quartz cristallin. l'inconvénient des argiles calcinées c'est leur surface spécifique très élevée et le forme irrégulière des particules, qui conduisent à une forte demande en eau (Provis et al.,2009). Cet état peut provoquer à son tour des problèmes concernant le retrait au séchage et par conséquent la fissuration.

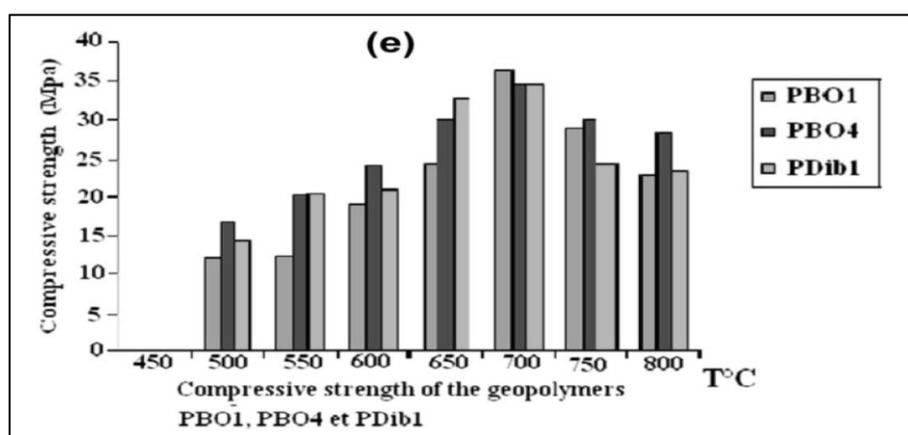


Figure (II.1) : Résistance à la compression des pâtes géopolymères préparés avec trois différentes argiles de Cameron calcinés à différentes températures (Elimbi., 2011).

Lors de l'étude des propriétés mécaniques, des caractéristiques minéralogiques et microstructurales de géopolymères à base de métakaolin et d'un mélange cendres volantes-métakaolin. Fernandez et al.,(2008) ont découvert que l'activation alcaline conduit à la formation de deux produits ; des gels aluminosilicates semblables mais non identique , comme principal produit de la réaction, et des zéolithes comme produit secondaires. Ce qui est remarquable , les géopolymères à base de métakaolin présentent un avancement en solubilité plus important que ceux à base de mélange cendres volantes-métakaolin. D'autres utilisations de combinaisons entre deux matériaux ont été expérimentées comme, les laitiers de hauts fourneaux et les cendres volantes (Goretta et al., 2004 ;Sofi et al., 2007), métakaolin et cendre volante de classe C (Fernandez-Jimenez et al., 2008).

Cheng et Chiu (2003) ont atteint des résistances à la compression de 79 MPa avec des géopolymères à base de laitier de haut fourneau, ce résultat a été obtenu suite à une bonne combinaison entre les paramètres de composition : la concentration d'hydroxyde de potassium, métakaolinite et l'addition de silicate de sodium ainsi que la température de cure.

(Yunsheng et al., 2007) ont testé la résistance mécanique de géopolymère à base d'un composé entre du laitier de haut fourneau-métakaolin, ils ont montré qu'un mortier contenant 50% laitier mis en cure de vapeur sous une température de 80°C pendant 8 heures présente une grande résistance à la flexion et à la compression (10,1 et 75,2 MPa, respectivement) .

L'activation alcaline des mélanges métakaolin-laitier donne un liant engendrerait deux phases : phase des hydrates de silicate de calcium (CSH) et la phase des géopolymère, il en résulte une bonne performance mécanique.

Le liant à base de laitier seul a atteint des valeurs de haute résistance tandis que le liant à base de métakaolin seul exhibe de faibles résistances, probablement en raison de la faible concentration en alcali (Buchwald et al., 2007).

II.2.2 Solution alcaline d'activation

En général, la synthèse des géopolymères nécessite deux types de solution activatrice soit une solution d'hydroxyde alcaline seule, ou un mélange avec une solution de silicate, (Davidovits., 2008). En général tous les géopolymères qui sont fait à partir de ces différents solution peuvent être différents dans leur structure et propriétés (L.Weng., 2007). Parmi les activateurs alcalins les plus couramment utilisés dans la production de géopolymères, on trouve la soude NaOH, la potasse (KOH).

Avant d'exposer tous les effets et impacts de la solution activation sur le produit des géopolymères, il faut mentionner une condition des plus importantes qui impose au formulateur la prudence dans le choix des concentrations. En effet : Les liants géopolymères se classent en deux catégories :les produits corrosifs et produits irritants(Davidovits., 2008).

Pour le domaine de la construction, la synthétisation des ciments géopolymères prend un caractère très particulier. Ces derniers sont fabriqués à partir des produits alcalins, cette particularité les classe dans la catégorie des substances « corrosives » en se référant aux directives européennes 67/548/EEC (substances dangereuses) et 91/155/EEC (préparations dangereuses) (centre Européen d'étude,2003), et ce à cause du rapport molaire de silicates alcalins $M_2O : SiO_2$ de la solution d'activation qui est supérieur à 0,625 (M étant en général un métal alcalin tel que les sodium (Na),potassium (K). En revanche les ciments hydrauliques sont considérés comme produits irritants puisque le rapport est inférieur à 0,625 (Hieu Thao.,2011) .

Dans son brevet Davidovits présenté la description des ciments géopolymériques à base de cendres volantes, favorisant leur utilisation dans les application communes du bâtiment et des travaux publics . Il a trouvé que les meilleurs ratios M_2O/SiO_2 et SiO_2/M_2O devient varier entre 0,5 à 0,69 et 1,45 à 2 respectivement.

II.3 Solution de silicate

Les travaux de Davidovits ont montré que la réaction de géopolymérisation est plus rapide lorsque la solution activatrice contient le silicate de sodium ou de potassium comparée à celle ne contenant que de l'hydroxyde alcalin (Davidovits.,1991). Les solutions alcalines d'activation les plus utilisées pour la synthèse des géopolymères, sont des mélanges combinés entre l'hydroxyde alcalin (NaOH ou KOH) avec le silicate de sodium ou de potassium (Na_2SiO_3 , K_2SiO_3) (Pacheco-Torgal et al., 2008)

Davidovits (1991) ; Palomo et Glasser (1992) ; Palomo et al.,(1999) ont rapporté que les propriétés physiques des géopolymères à base de métakaolin se sont améliorées avec l'ajout de silicates, même effet a été observé pour les géopolymères à base de cendres volantes (Palomo et al.,1999b) quand la solution de silicate est dispersée de manière homogène avant l'ajout de la matière solide.

Benny et George (2012) ont trouvé que la résistance à la compression d'un béton géopolymère à base de cendre volante augment avec le ratio solution de silicates (SSN) /la concentration d'hydroxyde de sodium (NaOH), jusqu'à une valeur optimum de 2,5 après quoi la résistance diminue, même constat fait pour optimum de L/S(cendre volante) de 0,55 (figure II.2).

L'augmentation de la résistance est principalement due au changement de la microstructure du géopolymère qu'est influencée par la solution de silicate, d'un autre côté , la diminution est causée par un ratio élevé SSN/NaOH, ce qui explique que la quantité de NaOH est insuffisante pour l'achèvement du processus de dissolution durant la formation du produit géopolymère (L.Weng.,2007) .

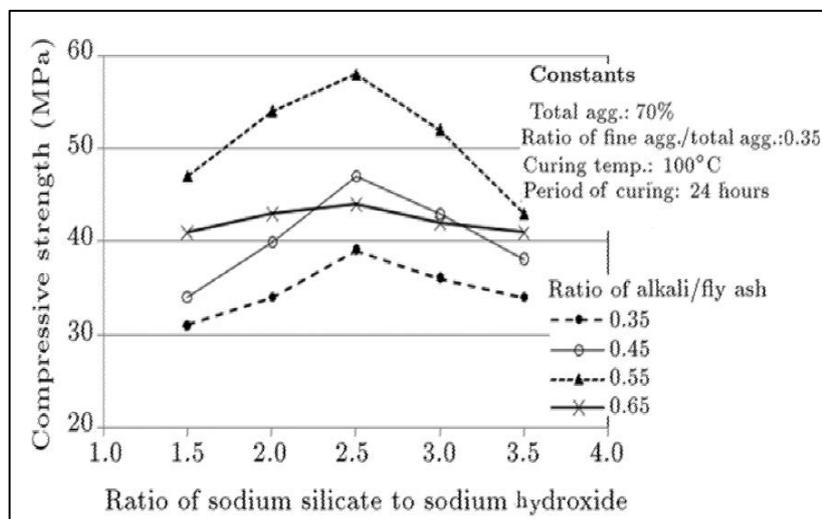


Figure (II.2) : Variation de la résistance à la compression à 7 jours (Benny et George., 2012).

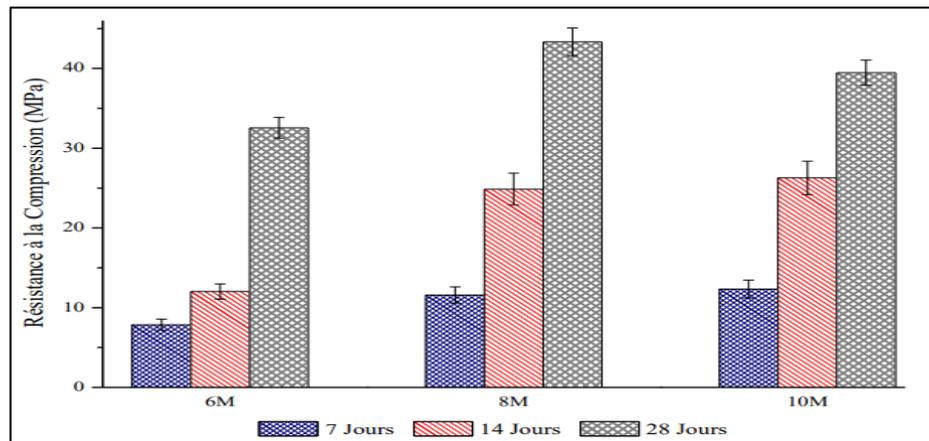
II.3 Concentration des Alcalins

Théoriquement tous les cations alcalins peuvent être utilisés comme élément alcalin « M » dans la réaction de géopolymérisation, cependant dans la littérature, les recherches se sont focalisées sur le sodium (Na^+) et potassium (K^+) (Van Jaarsveld et Van Deventer., 1999 ; Xu et Van Deventer.,2000), cependant il faut noter que le choix de l'un ou l'autre dépend nombreux facteurs, pour pouvoir obtenir le produit géopolymère voulu.

En chimie des solution d'aluminosilicates, les cations Na^+ dans un milieu basique sont connus pour accroître la dissolution, de la phase amorphe par association avec des monomères de silicate, et les cations K^+ sont connus pour augmenter la croissance du gel par association avec de plus gros anions aluminosilicates (Bourlon,2010). La dissolution des précurseurs d'aluminium et de silicium est plus importante en présence de cations Na^+ qu'en présence de cations K^+ . par contre, le degré de formation de gel dans les géopolymères à base de potassium est plus important que dans ceux obtenus à partir de sodium.

L'augmentation de la concentration molaire de NaOH augmentera considérablement la résistance mécanique des échantillons de géopolymères. Somna et al.,(2011) ; Budh et Warhade (2014) . Wang et al.,(2005) ont étudié les propriétés des géopolymères en utilisant la solution de NaOH comme activatrice. Ils ont aussi reporté que les propriétés des géopolymère dépendant de la concentration de NaOH et les résistances à la compression, à la flexion et la densité apparente des géopolymères augmentent avec la concentration de la solution de NaOH de 4-14M.

Ces résultats sont attribués à l'augmentation du degré de géopolymérisation dans le milieu réactionnel. Selon Ryu et al.,(2013) cela est dû à l'activation par réaction chimique des composant de silicate et d'aluminate lorsque l'alcalinité du milieu augment. Néanmoins, les résultats de (Komnitsas et al.,2009),ont trouvé qu'un excès conduit à des chutes en résistances finales, en particulier pour le durcissement à long terme . La figure (III.3) montre l'effet de la molarité du NaOH sur la résistance à la compression de pate géopolymère (Missoum.,2021) .



Figure(II.3) : Effet de la molarité du NaOH sur la résistance à la compression de pate géopolymère (Missoum, 2021)

Aussi, Alireza et al (2020) ont rapporté que l'utilisation de NaOH offrait de plus grandes résistances à la compression à 3 et 7 jours ainsi qu'un durcissement plus rapide. À l'inverse, l'utilisation de KOH qui a entraîné une résistance à la compression à 28 jours plus élevée. De plus, l'inclusion simultanée de 50% de NaOH et de 50% de KOH a causé une diminution de la résistance à la compression. De plus, les résultats obtenus ont indiqué que l'augmentation de la concentration de KOH jusqu'à 14 M provoquant l'augmentation de la résistance à la compression, tandis que le rapport pondéral de 1,5 pour $\text{Na}_2\text{SiO}_3/\text{KOH}$ était la valeur optimale pour obtenir les résistances à la plus élevée à 7 et 28 jours (figure II.4).

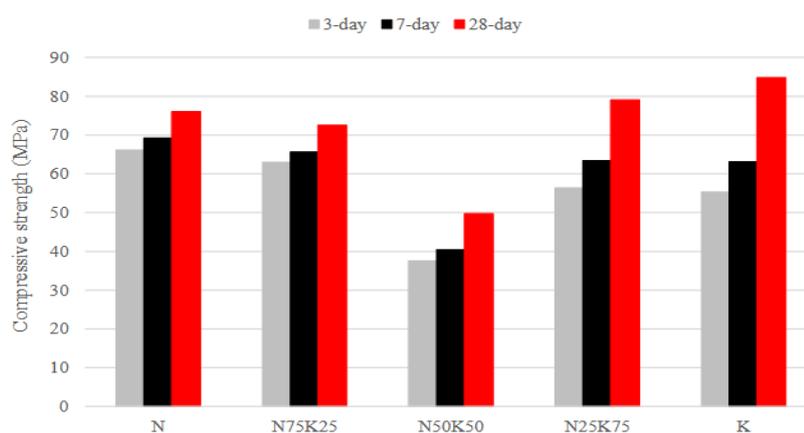


Figure (II.4) : Effet du type de solution d'activateur alcalin sur la résistance à la compression (Alireza et al., 2020)

II.4 Influence des ratios molaires des composants

En effet, les propriétés de l'étude géopolymères dépendent de la composition chimique et quantité de la source d'aluminosilicate ainsi que la solution d'activation. Il est à noter que, le pourcentage de Na_2O et le rapport $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ de la combinaison affecte considérablement la maniabilité et le durcissement des géopolymères. L'ouvrabilité du mélange dépend de la viscosité du gel qui augmente avec le temps à cause du processus de géopolymérisation.

Kushal et Partha (2012) ont rapporté qu'un pourcentage élevé en SiO_2 , provoque l'inhibition du processus de géopolymérisation conduisant ainsi à une prise lente d'une pâte géopolymère à base de cendres volantes. Aussi une teneur élevée de Na_2O ou SiO_2 augmente la viscosité du gel polymérique. Néanmoins, l'augmentation de la teneur géopolymères (De Silva.,2007) et (Dutta D.,2010).

Le temps de prise est généralement contrôlé par l'alumine Al_2O_3 , il augmente avec l'élévation du ratio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, une teneur élevée d'alumine provoque des diminution dans les résistances mécaniques (De Silva et al., 2007). Dans son livre Davidovits (2008) a montré que pour avoir des ciments géopolymères, les ratios molaires sont limités aux valeurs protégées au tableau(II.1)

Tableau (II.1) : Ratios molaires (Davidovits,2008)

Ratio molaire	Valeur
$\text{Na}_2\text{O} ; \text{KO}_2/\text{SiO}_2$	0,2 à 0,28
$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	3,5 à 4,5
$\text{Na}_2\text{O} ; \text{KO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	0,8 à 1,2
$\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O} ; \text{KO}_2$	15 à 17,5

A.Arham (2009) à étudié l'effet du dosage du Na_2O (%) (par rapport à la masse de la source aluminosilicate) et le module activateur (le ratio massique entre $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ dans la solution activatrice) sur la résistance à la compression. Il en déduit que les mortiers avec un dosage de 15% Na_2O développent une résistance supérieure à ceux formulé avec 10% Na_2O , en effet son augmentation implique une augmentation du rapport molaire $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ dans le mélange des géopolymères (figure II.5), les alcalins ont pour rôle d'activer et intensifier la dissolution des aluminosilicates, cela implique plus d'espèces alumine et silicate prêtent à entre en réaction de géopolymérisation

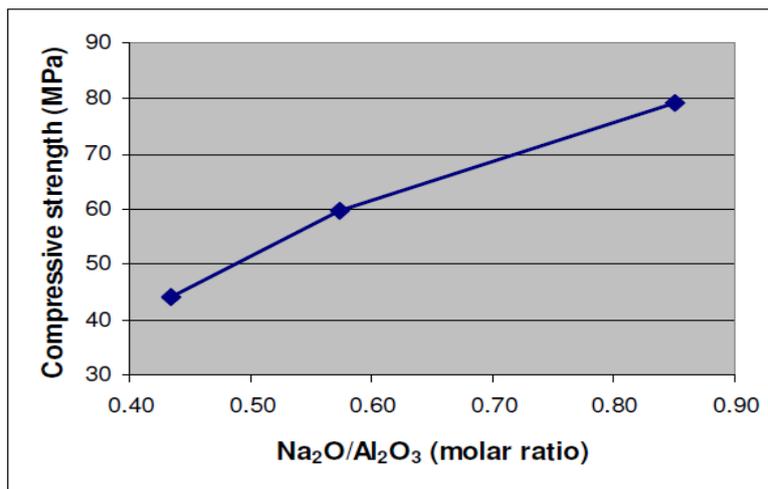


Figure (II.5) : Effet de variation du $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ sur les résistances à la compression d'un mortier géopolymère à base de cendres volantes (A.Arham., 2009).

II.5 Influence du rapport liquide /solide (L/S, E/liant)

L'eau joue un rôle important dans l'ouvrabilité, mais une quantité élevée a un effet inverse sur les résistances et durabilité. Contrairement au ciment hydraulique, où elle est très importante et primordiale pour l'hydratation du ciment, pour le processus de géopolymérisation elle ne joue pas de rôle dans la réaction chimique, elle est expulsée vers l'extérieur lors de la période de séchage et durcissement. Alors que l'eau utilisée dans la composition/formulation, est simplement ajoutée pour assurer la maniabilité et l'ouvrabilité lors des manipulations et mise en œuvre (Ragan et Hardjito et al., 2010). C'est pourquoi, l'eau utilisée doit avoir la teneur la plus moins élevée possible. un excès d'eau cause une chute considérablement des performances (figure II.6 et II.7) ; dû à la grande porosité des géopolymères

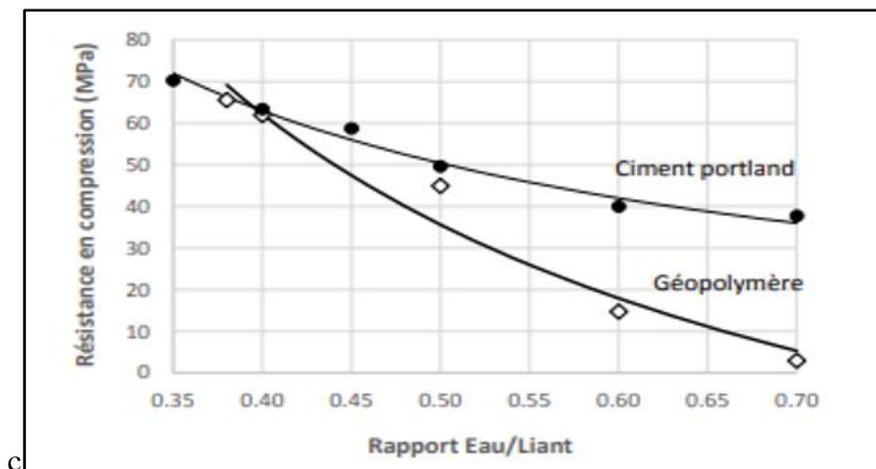


Figure (II.6) : Comparaison entre influence du rapport liquide /solide sur la résistance en compression d'un géopolymère (MK) et ciment portland

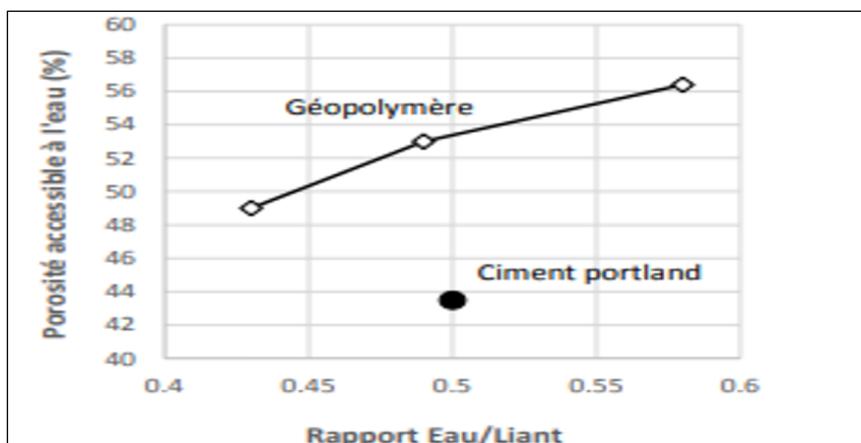


Figure (II.7) : Comparaison entre influence du rapport liquide/solide sur la porosité à accessible à l'eau d'un géopolymère (MK) et ciment portland

Tzong-Ruey et al (2012) ont expérimenté la variation des concentrations du NaOH (N) et liquide/solide sur la rhéologie d'une pâte géopolymère à base de laitier de hauts fourneaux. Ils ont trouvé que les valeurs d'écoulement augmentent avec l'augmentation à la fois de la quantité d'oxyde de sodium et le rapport L/S, les temps de début et fin de prise augmentent aussi avec L/S du fait de dilution, et inversement diminuent sensiblement avec les concentration du NaOH, ce qui contribue à l'accélération des réactions chimiques provoquant une prise rapide. Ce rapport L/S influe de la même manière que E/C sur les résistance, les (figure II.8) montre que les meilleures résistances sont obtenues pour Na :1,5 et L/S=0,50, En final, il préconise qu'une concentration N variant de 0,5 et 1% et L/S = 0,5 sont les valeurs optimales pour avoir un étalement, temps de prise et résistance adéquats.

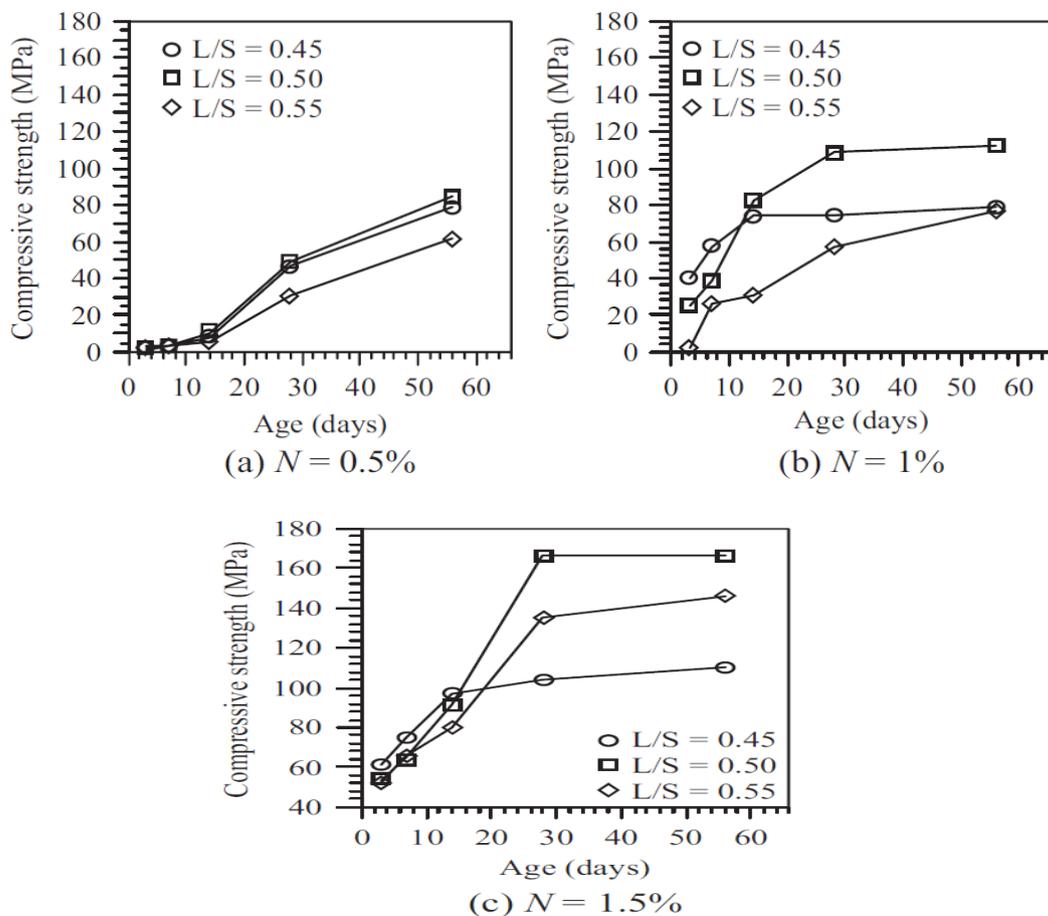


Figure (II.8): évolution de la résistance en fonction des rapport L/S
Et pourcentage de sodium(Tzong-Ruey et al.,2012)

L'étude menée par Subhash et al.,(2013) ont étudié l'influence du ratio eau/liant sur un béton géopolymère à base de cendres volantes, et ont trouvé que la meilleure teneur de E/L pour un bon écoulement et résistance élevés, varie entre 0,25 à 0,35 (figure II.9 et II.10)

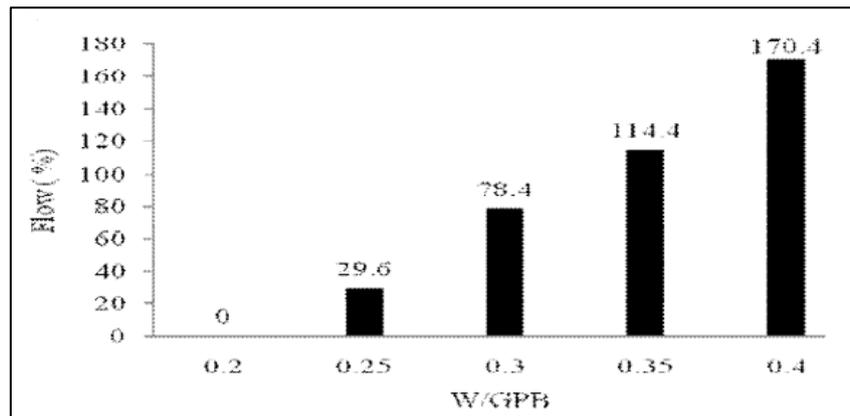


Figure (II.9): Effet du ratio eau/liant sur l'écoulement d'un béton géopolymère (Subhash et al., 2013)

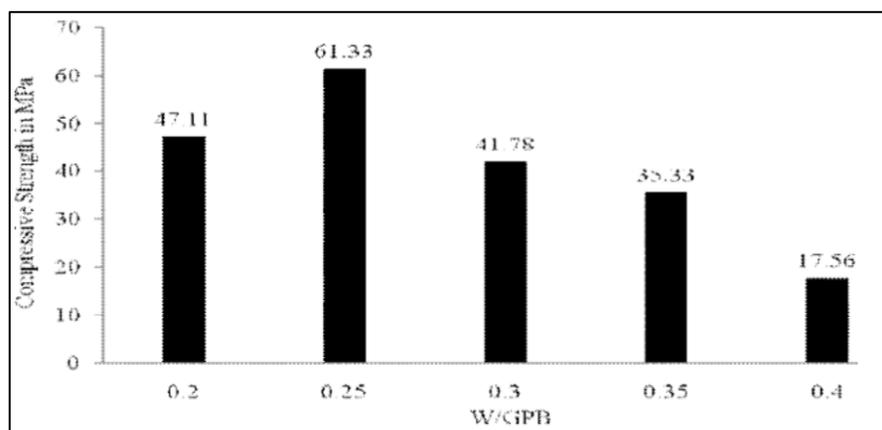


Figure (II.10): Effet du ratio eau/liant sur la résistance à la compression d'un béton géopolymère (Subhash et al., 2013)

II.6 Température et temps de cure

Pour les ciments géopolymère comme les ciments ordinaires, la température joue un rôle du plus importants par l'accélération des réactions. La synthèse des géopolymères à partir de diverses sources de matières premières aluminosilicates offre la possibilité d'obtenir des matériaux possédant des propriétés physiques et /ou chimiques variables. Cette dernière affecte significativement la résistance mécanique. Beaucoup se sont axées sur l'étude d'effet de la température de cure sur la géopolymérisation. Vijai et al.,(2010) a décrit l'effet de la cure sur les résistances à la compression d'un béton géopolymère à base de cendres volantes. Pour un traitement à une température élevée maintenue à 60°C pendant 24 heures dans un four à air

chaud, la résistance des béton générée et plus élevée que celle des bétons traités à température ambiante, aux jeunes âges.

Quant à Rovnanik (2010) il ressort de ces travaux effectués sur un géopolymères à base de métakaolin, que l'augmentation de la température de synthèse améliore leur propriété mécanique et augmente la taille et le volume total de pores. Une étude similaire réalisée par Muniz-V et al.,(2011) a montré qu'il existe une température optimale de traitement (60°C) à laquelle les géopolymères présentent de meilleures propriétés mécaniques et physiques.

Les géopolymères résistent assez au feu et aux attaques acides, présentent un faible retrait et une bonne résistance aux cycles gel-dégel (Liew et al.,2011) ; Hardjito et Rangan(2005) a trouver que la résistance dépend de la température et du temps cure, pour deux bétons identiques, la résistance optimum a été mesurée pour une température de cure de 60°C au-delà de cette valeur l'effet est sensiblement visible (Figure II.11).

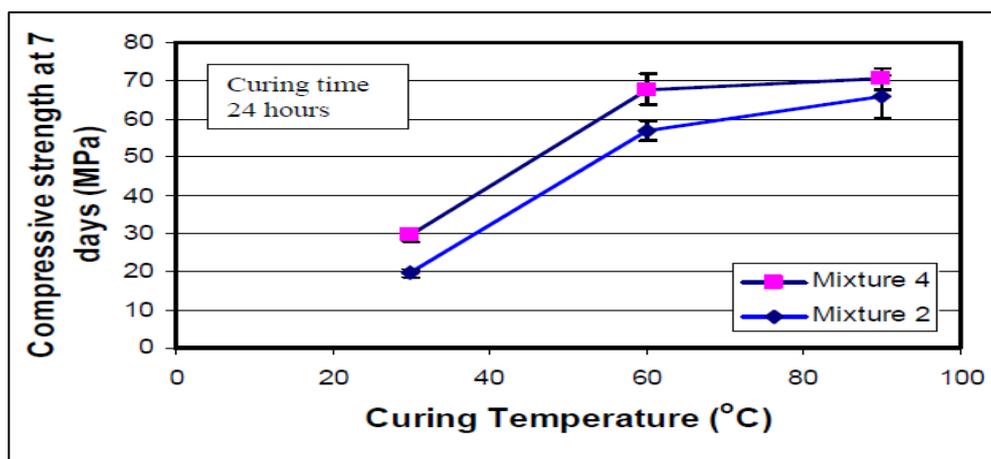


Figure (II.11) : Effet de température de cure sur la résistance à la compression (Hardjito et ranagan,2005)

Cependant Benny et George (2012), ont pu prouver qu'une bonne composition de béton la résistance à la compression atteint son maximum pour une température de cure d'environ 100°C. La valeur optimal varie aussi en fonction du ratio solution alcaline/liant (figure II.12), mêmes observation ont enregistrées par (Chindaprasirt et al.,2011).

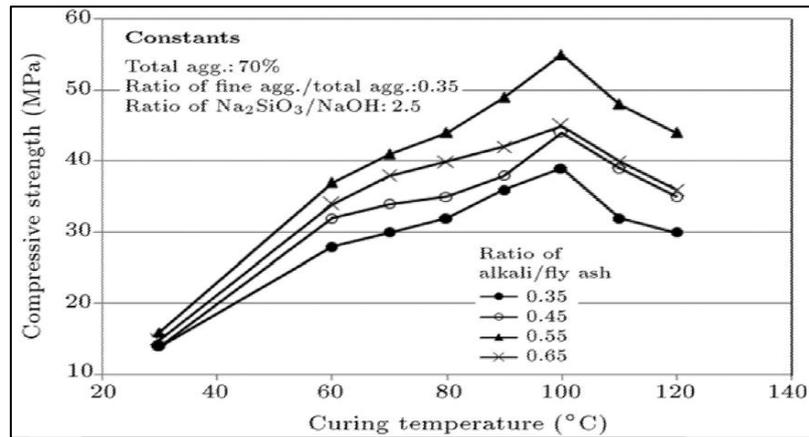


Figure (II.12): Variation des résistances à la compression (7jours) en fonction température de cure et liquide sur solide (Benny et George.,2012)

I.7 Conclusion

Ce chapitre a été consacré à l'étude des liants géopolymères et des matières premières intervenant dans leur synthèse, à savoir, les matériaux d'aluminosilicates et la solution alcaline. Les aluminosilicates les plus largement utilisés sont le laitier de haut fourneau, les cendres volantes et le métakaolin. La solution alcaline la plus couramment utilisée dans la synthèse des liants géopolymères est un mélange d'hydroxyde de sodium ou de potassium aqueux et de silicate de sodium ou de potassium. Le type de solution alcaline joue un rôle très important dans la synthèse des géopolymères. La température, la nature et la concentration de la solution alcaline et le rapport molaire et le rapport massique solide/liquide sont les facteurs qui affectent directement les performances du géopolymère,

Chapitre III

Matériaux utilisés et protocole d'essais

Chapitre III : Matériaux utilisés et protocole d'essais

III.1 Introduction

Ce chapitre est consacré à l'étude des matériaux utilisés et des protocoles expérimentaux pour la confection d'un ciment géopolymère. La caractérisation des propriétés physico-chimiques de ces derniers est importante, car elle affecte directement le comportement du produit fini « géopolymère » à l'état frais et durci.

L'identification des propriétés de ces matériaux et comprendre le processus de géopolymérisation, nécessite l'utilisation de nombreuses techniques d'analyse et de caractérisation présentées dans ce chapitre. Les techniques utilisées, en l'occurrence, la granulométrie laser, la fluorescence des rayons X (XRF), la Diffraction des Rayons X (DRX). Tous les essais d'identification physiques et mécaniques ont été effectués au laboratoire de recherche LCTPE.

III.2 Essais de caractérisations physiques des matériaux

III.2.1 Mesure de la masse volumique apparente et absolue

La masse volumique apparente est obtenue par la pesée d'un récipient d'un volume d'un litre rempli de ciment selon la norme [NF P 18-554], alors que la masse volumique absolue est déterminée par l'application de la norme [NF P 18-555] par l'utilisation d'un pycnomètre et du benzène avec un bain thermostatique de température de $20 \pm 0,2 \text{ C}^\circ$ (figure (III.1)).



Figure (III.1) : Mesure de la masse volumique absolue (a) pouzzolane (b) kaolin

III.2.2 Mesure des surfaces Blaine du pouzzolane

La finesse du broyage de la pouzzolane et du kaolin se caractérise par une surface spécifique des grains présents dans un gramme de matière. La surface spécifique de la pouzzolane a été mesurée par le laboratoire de la cimenterie à Lafarge (Sig) .

III.3 Matières premières utilisées

III.3.1 La pouzzolane

La pouzzolane utilisée dans ce travail est la pouzzolane naturelle Beni-Saf (Ain Témouchent). Cette pouzzolane se présente sous forme de roches magmatiques comme le montre la figure (figure III.2), elle a été broyée et tamisée sur un tamis de 80 microns pour obtenir des particules homogènes est fines.



Figura(III.2) : Roche de pouzzolane

Figure(III.3) : pouzzolane broyée et tamisée

- Les caractéristiques physiques et analyse chimique de la pouzzolane sont données respectivement dans les tableaux (III.1 et III.2).

Tableau (III.1): Caractéristiques physiques de pouzzolane

Masse volumique apparente (g/cm ³)	Masse volumique absolue (g/cm ³)	Surface spécifique (cm ² /g)
0,98	2,67	7023

Tableau (III.2) : Composition chimique de la pouzzolane

éléments chimiques	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	SO ₃	Perte au feu
teneur (%)	44,33	12,77	11,26	16,48	0,10	0,18	3,62	0,20	0,01

➤ L'analyse par diffraction des rayons (DRX) de Pouzzolane

L'analyse permet d'identifier les phases cristallisées au sein d'un échantillon. Les diffractogrammes des rayons X sur poudre ont été obtenus à l'aide d'un diffractomètre. Il est équipé d'un tube à anticathode de cuivre (Cu-K α ; $\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$). La fenêtre d'analyse est comprise entre 5° et 90° avec un pas de $0,010^\circ$. La normalisation des diffractogrammes s'est effectuée au pic du quartz ($26,7^\circ$) puis les phases cristallisées ont été indexées à l'aide de la base de données PDF (Powder diffraction files). L'analyse montre l'existence de l'alumine (Al_2O_3) ; la ferrite (Fe_2O_3), et la calcite (CaCO_3).

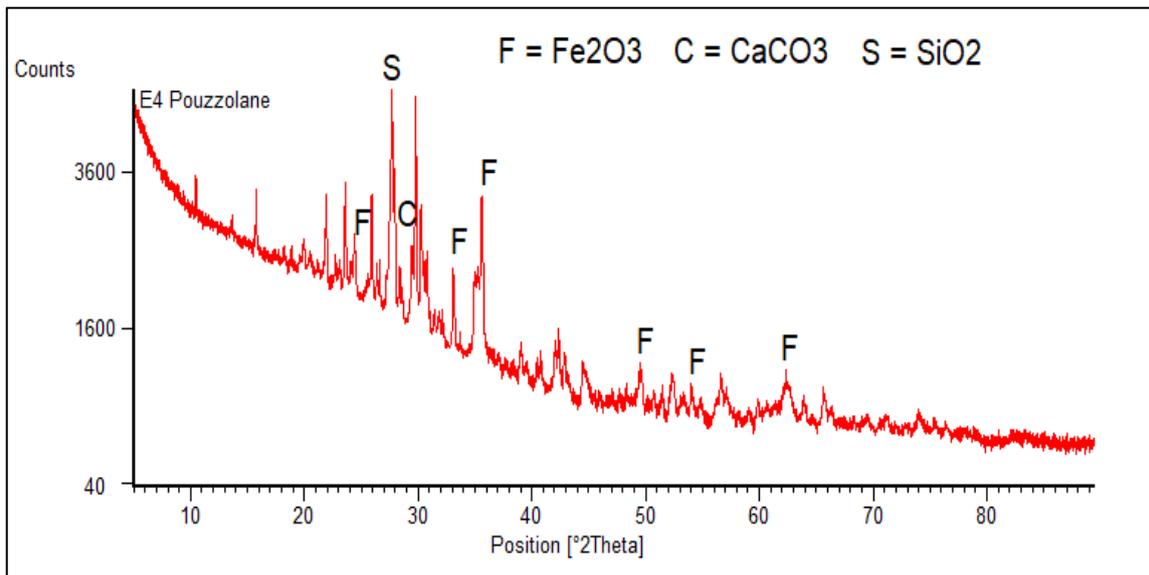
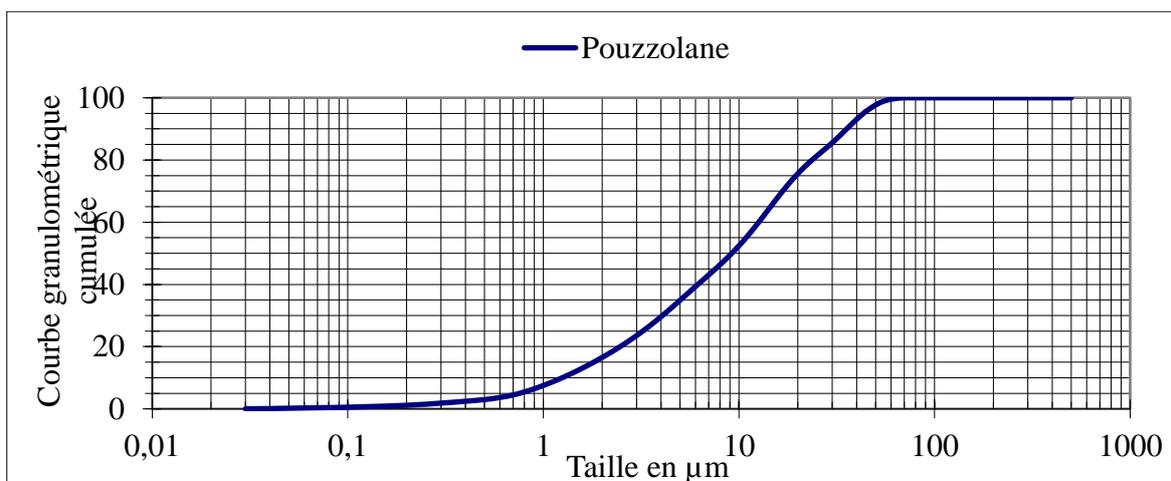


Figure (III.4): Diffraction des rayons (DRX) de la pouzzolane.



Figure(III.5) : Courbe granulométrique de pouzzolane

III.3.2 Le Métakaolin

La matière de base utilisée est une argile du type kaolin , qui est extraite du Djbel Tamazer (wilaya de Jijel), et transformée par l'entreprise SOALKA des Kaolins d'EL-Milia. Le kaolin traité est utilisé pour l'industrie céramique et papeterie.

III.3.2.1 Processus de transformation du kaolin en métakaolin

- **Étuvage**

Les échantillons sont séchés dans une étuve à 40 C° pendant 1 heures pour évaporer l'eau non liée.

- **Broyage**

L'échantillon est broyé à l'aide d'un broyeur électrique tout en respectant le temps et le régime du broyage.

- **Tamisage**

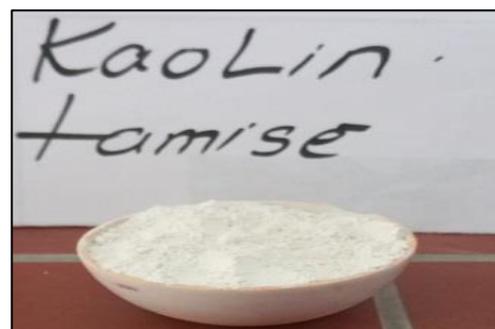
L'échantillon broyé sera tamisé à sec avec un tamis de 80 microns pour avoir un échantillon ayant une finesse élevée.

- **Calcination**

L'activation du kaolin se fait par calcination lente dans un four à moufle. Les échantillons sont mis dans des creusés en porcelaine résistant à des températures élevées et placés dans un four de cuisson pour une température de 600 C°, la vitesse de calcination est fixée à 10 °C/min pour une durée de 5 heures. Le produit ainsi obtenu (métakaolin) a été conservé à l'abri de l'air et de l'humidité.



Figure(III.6): kaolin



Figure(III.7): kaolin tamisé

III.3.2.2 Phases du traitement thermique (calcination)

- **La déshydrations**

Enregistrée à 100 C°, elle caractérise l'évaporation de l'eau physisorbée, aucun changement n'est observé sur la structure.

- **la déshydroxylassions (phase désorganisation)**

Vers 500C° et 600C° les hydroxyles (OH⁺) sont éliminés de la structure, c'est ainsi que se forme le métakaolin sous forme d'une structure métastable, amorphe cette propriété lui conféré son activité pouzzolanique.



Figure(III.8) : four de calcination



Figure(III.9): kaolin calciné

➤ **Caractéristiques physique du Métakaolin**

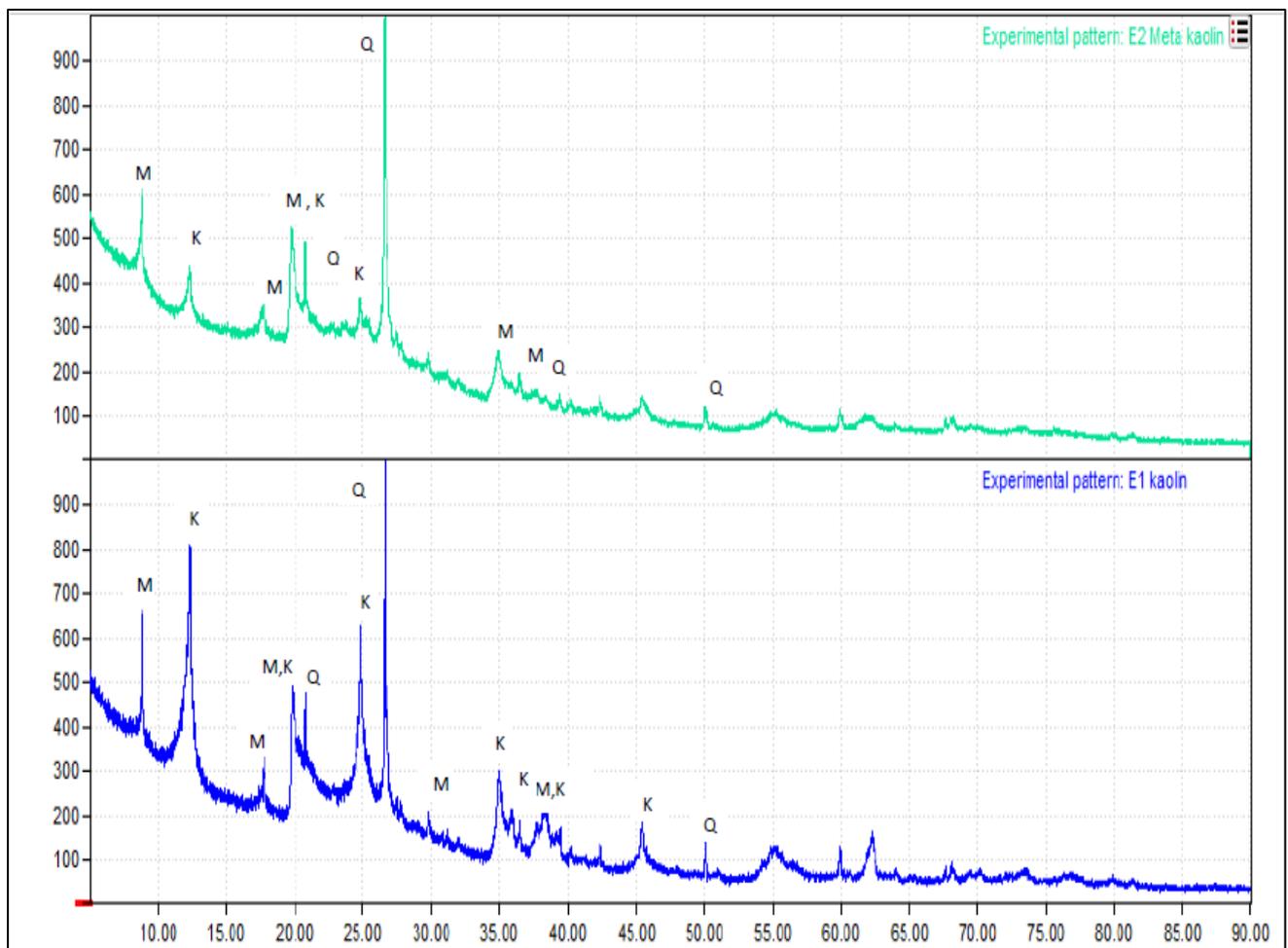
L'identification physique est présentée dans le tableau (III.4)

Tableau (III.4) : Composition minéralogique de métakaolin

Désignations	unité	métakaolin
masse volumique apparente	g/cm ³	1,2
masse volumique absolue	g/cm ³	2,47
Surface spécifique (non mesurée)	m ² /g	8 < Ss < 15

➤ Diffraction des rayons (DRX) du kaolin et Métakaolin

L'analyse DRX a permis l'identification des phases cristallines de chaque échantillon kaolin et métakaolin des figures(III.9) respectivement. Selon les résultats DRX, les principales phases cristallines contenues dans tous les échantillons sont : la kaolinite, le quartz et la muscovite. Le pic le plus intense dans tous les échantillons est celui qui représente le quartz. Il est à noter que les pics des échantillons du métakaolin ne sont pas aussi intenses que ceux des échantillons de kaolin après calcination, notamment les pics représentant la kaolinite ce qui prouve la d'hydroxylation de la kaolinite en métakaolinite amorphe après calcination. Le forte présence du quartz après calcination est due à la difficulté de sa décomposition à une température de 600 C°. Le degrés ou le taux amorphisation du métakaolin est 92 % .



Figure(III.10): Diffraction des rayons (DRX) de kaolin et métakaoline

III.4 Préparation d'un sable normalisé

Le sable utilisé est un sable naturel rapporté de la société d'ADWANE (Fornaka). Ce sable présente toutes les caractéristiques minéralogiques, granularité et physique avec lesquelles un sable normalisé est préparé. Le sable a été lavé avant son utilisation et tamisé à différentes fractions granulaire correspondantes à la norme du module de finesse.

III.4.1 Masses volumique absolue et apparente du sable

Leur détermination selon les normes (NFP 18-554) et (NFP18-555), permet de classer les granulats selon leur densité et sont d'une grande utilité dans les études relatives à la composition et la formulation des mortiers.

III.4.2 Essai d'équivalente de sable [NFP18-598]

L'essai d'équivalent de sable permet de mesurer la propreté d'un sable, il est effectué sur la fraction granulaire passant au tamis à mailles carrées de 5mm. Il rend compte globalement de la quantité et de la qualité des éléments fins en fonction de La formule suivante :

$$ESV= 100* h_2/h_1 \quad (III.1)$$

Es : Equivalente de sable.

h₁ : Hauteur de sable (propre + éléments argileux).

h₂ : Hauteur (sable propre seulement).



Figure(III.11) : Essai d'équivalent de sable

III.4.3 Essai de module de finesse [NFP 18-540]

Le module de finesse est défini comme étant la somme des cumulés (en pourcentage ramené à l'unité), de 0,16 - 0,315 - 0,63 - 1,25 - 5 et 5 mm, et il est souhaitable d'avoir des valeurs comprises entre 2,2 et 2,8 pour un sable moyen pouvant être utilisé dans la formulation des mortiers normalisés. Le sable a été tamisé à différentes fractions granulaire correspondantes puis mélangé à différentes proportions pour atteindre le bon mélange ayant donné un module de finesse pouvant s'insérer dans la partie des sables moyens (partie A), comme cela est indiqué par la figure (III.13).

$$MF = \frac{1}{100} \sum \{ \text{Refus cumulés en \% des tamis (0,16 - 0,315 - 0,63 - 1,25 - 2,50 - 5)} \} \quad (\text{III.2})$$



Figure (III.12) : appareillage pour essai granulométrie de sable

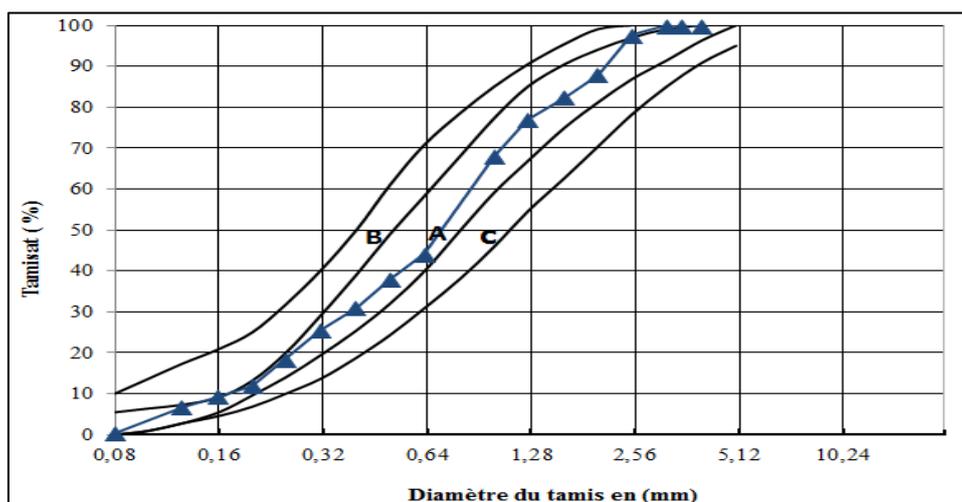


Figure (III.13): Courbe granulométrique de sable

➤ **les propriétés physiques du sable préparé**

Tableau(III.5) :Propriétés physiques du sable préparé.

Classe	0/2
Nature	Siliceux
Masse volumique absolue(g/cm^3)	2,66
Masse volumique apparente (g/cm^3)	1,65
Pourcentage en éléments fin %	0,58
Module de finesse M_f	2,41
Équivalente de sable – ES(%)	93,50

III.5 Solution d'activation

Dans cette étude, une solution de silicate (Na_2SiO_3) a été utilisée comme activateur chimique en plus d'une solution d'hydroxyde de sodium(NaOH) de 8 moles. Cette molarité a été choisie à partir des études bibliographiques. Pour produire une solution non corrosive, le rapport molaire $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ du silicate alcalin ne doit pas dépasser 0,625. Par conséquent, les deux solution sont mélangées avec des rapports $\text{Na}_2\text{SiO}_3/\text{NaOH}$ de 2 et 2,5.

➤ **Solution hydroxyde de sodium**

la solution est préparée avec des pastilles de NaOH de concentration de 99,5% pour une molarité de 8 moles en utilisant de l'eau distillée. La solution est préparée 24 heures avant son utilisation.



Figure(III.14) : NaOH solide



Figure(III.15):préparation de solution NaOH

➤ **Silicate de sodium (Na_2SiO_3)**

La solution de silicate de sodium (Na_2SiO_3) a été fournie par la société ADWAN (Fornaka) dont la composition chimique est présentée dans le tableau (III.6), sa masse volumique est égale à 1,491 g/cm³.

Tableau(III.6): caractéristique chimique de silicate de sodium

Éléments chimiques	Teneur (%)
SiO ₂	31,19
Na ₂ O	12,74
SiO ₂ / Na ₂ O	2,39
% Concentration du solides	42,93
Fe	< 40 ppm

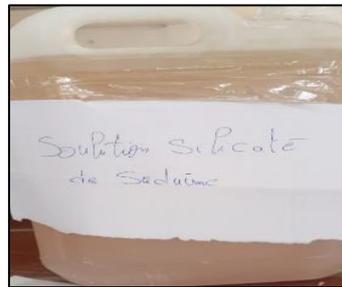


Figure (III.16) : Solution silicatée de sodium

III.6 Procédure de Préparation des mortiers normalisé [NF EN 196-1]

Les mélanges sont préparés en respectant la composition et étapes préconisées par la norme. Au début, la solution d'activation (NaOH et Na_2SiO_3) et la poudre (métakaolin/ pouzzolane) sont insérées dans la cuve en prenant soin d'éviter toute perte solution chimique et poudre. Dès que la solution chimique entre en contact avec la poudre, on met en marche immédiatement le malaxeur. A la fin du malaxage, le mortier est mis dans les moules (4*4*16) cm³ puis placé dans une pièce humide . Après 24 heures , les éprouvettes du mortier sont mises en cure à température ambiante jusqu'à la date d'essai.



Figure(III.17): mélange de mortier géopolymère



Figure (III.18) : malaxeur à mortier



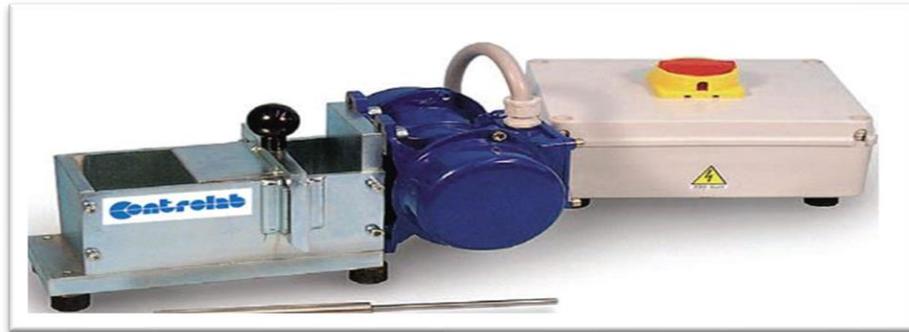
Figure(III.19) : moulage du mortier géopolymère

III.7 Essai maniabilité

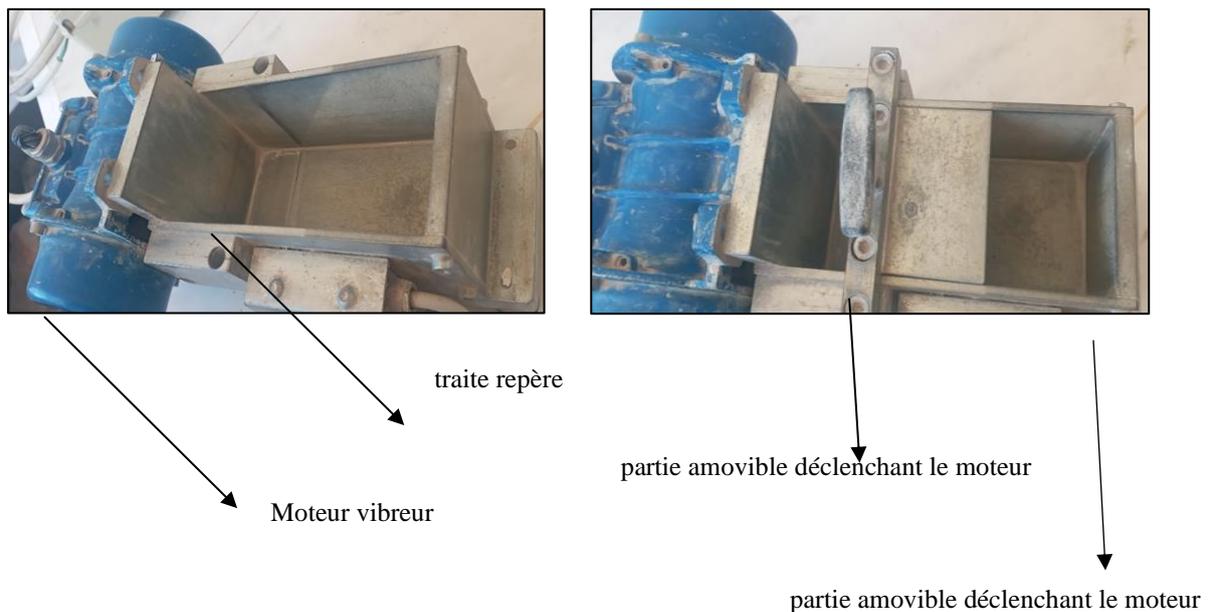
La maniabilité est une propriété physique spécifique du mortier frais qui détermine la facilité et la cohérence du mélange, de la mise en place, du durcissement et de la finition.

L'appareil utilisé pour le test est appelé maniabilité LCPC ; il est constitué d'un boîtier métallique parallélépipédique ($7,5*7,5*15$) cm^3 posé sur un support en caoutchouc, équipé d'un vibreur et d'une cloison amovible.

Le principe du teste de mesurer le temps mis par le mortier pour atteindre la ligne intérieure de l'appareil sous l'action des vibrations. Le mortier est introduit en deux couches , une fois rempli, la cloison est retirée permettant au vibreur de se mettre en marche. On arrête le chronomètre immédiatement lorsque le mortier atteint la ligne de référence sur la paroi opposée. Le temps de coulage du mortier caractérise sa consistance.



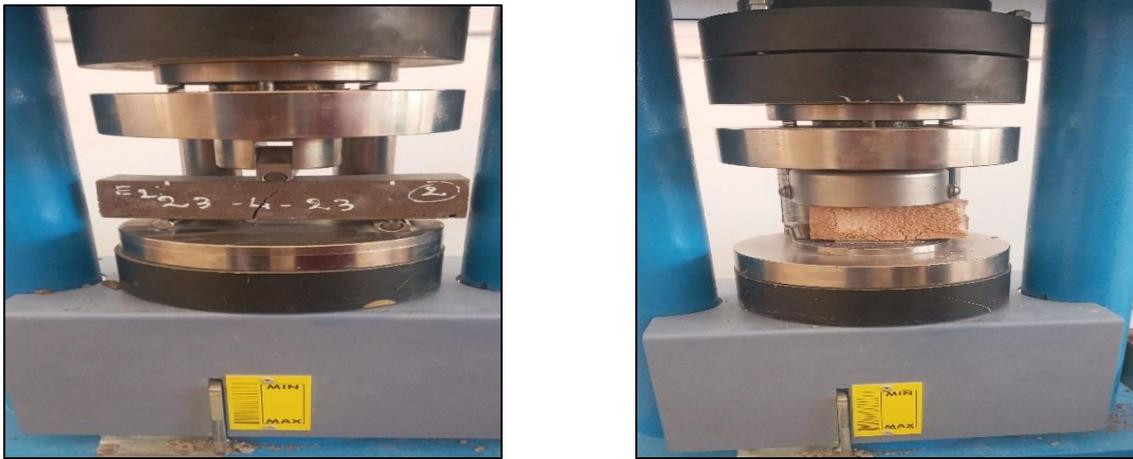
Figure(III.20): l'appareil de Maniabilité à mortier.



Figure(III.21) : principe de l'essai Maniabilité à mortier

III.8 Essais mécaniques

Les tests consistent à déterminer la résistance à la compression et la résistance à la traction par flexion pour chaque formulation de mortiers géopolymères conformément à la norme [NF EN 196-1]. Des éprouvettes de forme prismatique et de dimension $(4*4*16) \text{ cm}^3$ sont testées en compression et en flexion trois points avec une vitesse de chargement de 0,5 et 0,05 MPa par seconde pour les deux essais respectivement à 3, 7 et 28 jours.



Figure(III.22) : Dispositifs d'écrasement des mortiers

III.9. Conclusion

Dans ce chapitre , il a été présenté tous les protocoles utilisés pour la caractérisation des matériaux qui seront utiliser pour la confection du ciment géopolymère. Les techniques de caractérisation décrites sont la granulométrie Laser, la diffraction des rayons X (DRX), la fluorescence X (FRX), et les essais mécaniques. La procédure de préparation des matières premières, notamment le métakaolin et pouzzolane de Béni-Saf.

Chapitre IV

Résultats et analyse

Chapitre IV : Résultats et analyse

IV.1 Introduction

Afin de réaliser cette étude, un protocole de synthèse a été élaboré en mettant l'accent sur l'effet de certains paramètres expérimentaux, tels que la composition du mélange de départ, la nature et la molarité de la solution alcalines, et la durée de durcissement. Pour ceux, l'étude s'est concentrée sur l'impact de ces paramètres sur la maniabilité et la résistance à la compression des mortiers géopolymères confectionnés. La corrélation entre les diverses proportions de mélange et la résistance à la compression a été présentée.

IV.2. La préparation des échantillons

Les mortiers géopolymères ont été préparés en mélangeant mécaniquement la métakaolin, pouzzolane et la solution d'activateur à différentes proportions dans un malaxeur à mortier conformément à la norme NF EN 196-1, les mortiers préparés ont été moulés dans des moules (4 * 4 * 16) cm³, scellés et laissés séchés pendant 24 heures en laboratoire. Après 24 heures, les échantillons ont été démoulés et stockés à température ambiante jusqu'au jours des tests.

Le principe de formulation se base essentiellement sur la variation des rapports de solution d'activation par rapport aux matières utilisées (L/M) d'une part, les rapports de la solution de silicaté de sodium (Na₂SiO₃) notée SSN et la solution NaOH notée (SN) ainsi que le pourcentage de substitution du métakaolin par la pouzzolane naturelle de Béni-Saf.

IV.2.1. Le processus de préparation des composés de mortier géopolymère

Le processus de préparation des mortiers était le suivant

- Initialement, des pastilles de NaOH ont été dissoutes dans l'eau pour atteindre la concentration essentielle de 8 moles, cette molarité est choisie en fonction de la bibliographie.
- Ensuite, la solution alcaline a été préparée par le mélange de silicate de sodium et l'hydroxyde de sodium avec les rapports souhaités soit : 2 et 2,5 dans un mélangeur.
- Les différents liants (matières) ont été préparés par le mélange de métakaolin et pouzzolane avec les rapports souhaités suivants:
 - Liquide / matière (L/M) : 100 % métakaolin, (75/ 25) % et (50 /50) % métakaolin/ pouzzolane

Il faut noter que pour le choix des combinaisons entre les différents variants, nous avons utilisé le logiciel JMP 13 (2016) , pour minimiser le nombre d'essais.

Les différents mélanges sont présentés dans le tableau (IV.1)

Tableau (IV.1) : Différentes formulations des mortiers

	L/M =1		L/M=1,1			L/M=1,2		
Mk/PZ (%)	75/25	50/50	100	75/25	50/50	100	75/25	50/50
SSN/SN	2,5		2,5			2,5		
	2		/	2		/	2	

IV.3 Résultats et analyse

IV.3.1 Maniabilité des mortiers géopolymères

➤ Effet du rapport liquide/matières (L/M)

Les effets de différents rapports L/M sont illustrés aux figures (IV.1 et IV.2). On constate que les maniabilités des mélanges a augmenté avec l'augmentation du rapport alcalin liquide/matières (L/M). Quel que soit le rapport de la solution d'activation (SSN/SN) et le pourcentage de pouzzolane utilisés les temps d'écoulement sont inversement proportionnels au rapport L/M. Toutes les valeurs mesurées montrent une diminution du temps par rapport à son l'augmentation. La valeur la plus faible enregistrée est 0.8s pour L/M :1,2 , SSN/SN : 2,5 et 50PZ, par contre la plus élevée est 8,5 s ; pour L/M :1,1 , SSN/SN : 2,5 et 100MK.

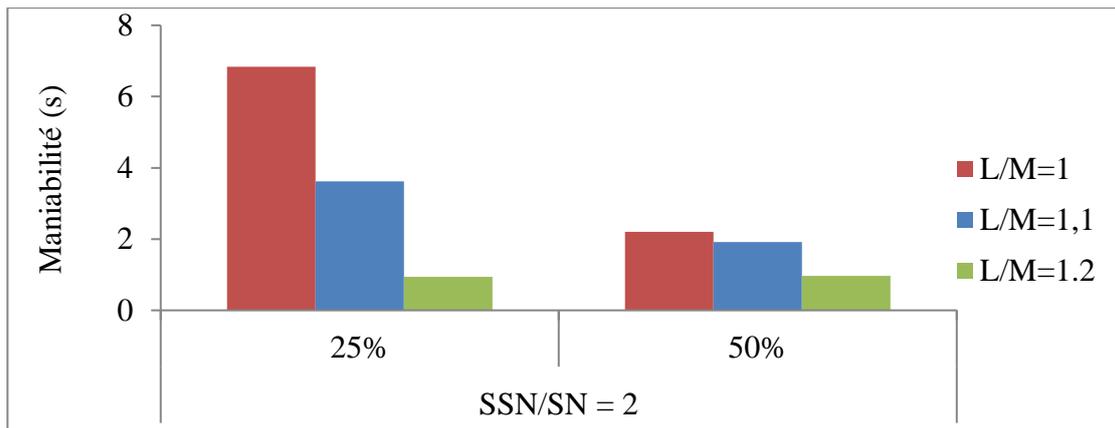


Figure (IV.1) : Maniabilité des mortiers en fonction du L/M, avec SSN/SN=2

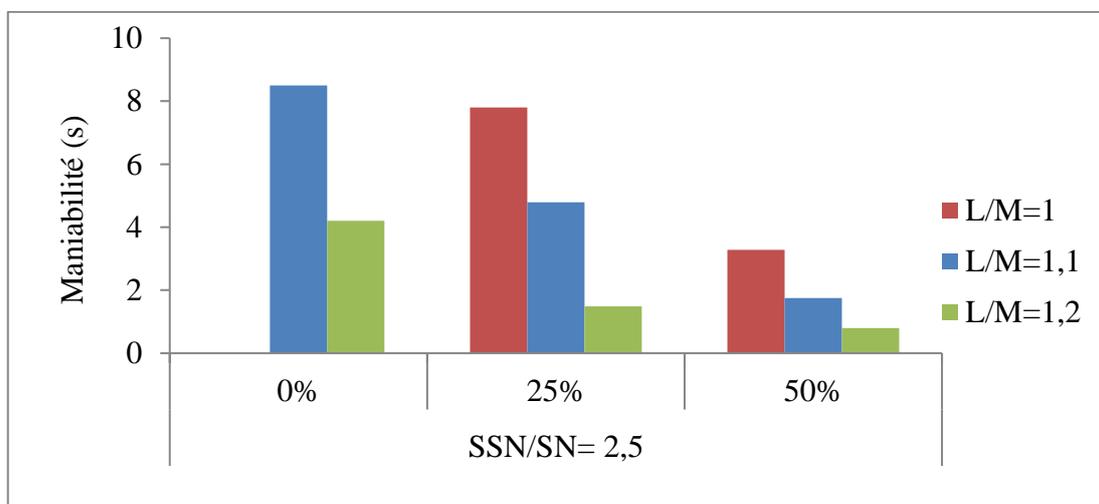


Figure (IV.2) : Maniabilité des mortiers en fonction du L/M, avec SSN/SN=2,5

➤ **Effet du rapport solution silicaté/ solution d'hydroxyde de sodium (SSN/SN)**

Les ratios SSN/SN semblent affecter la maniabilité de manière très sensible. En générale, les résultats mesurés ont montré que l'ouvrabilité du mélange diminue avec l'augmentation de la teneur en silicate de sodium ayant un rapport L/M constant. Ceci était à prévoir puisque le silicate de sodium est plus visqueux que l'hydroxyde de sodium.

Néanmoins, il faut noter que cette évolution a légèrement changé par rapport à 50% de pouzzolane pour les deux rapports SSN/SN, ce changement est peut-être due à la quantité élevée du liquide utilisé pour le L/M=1,2.

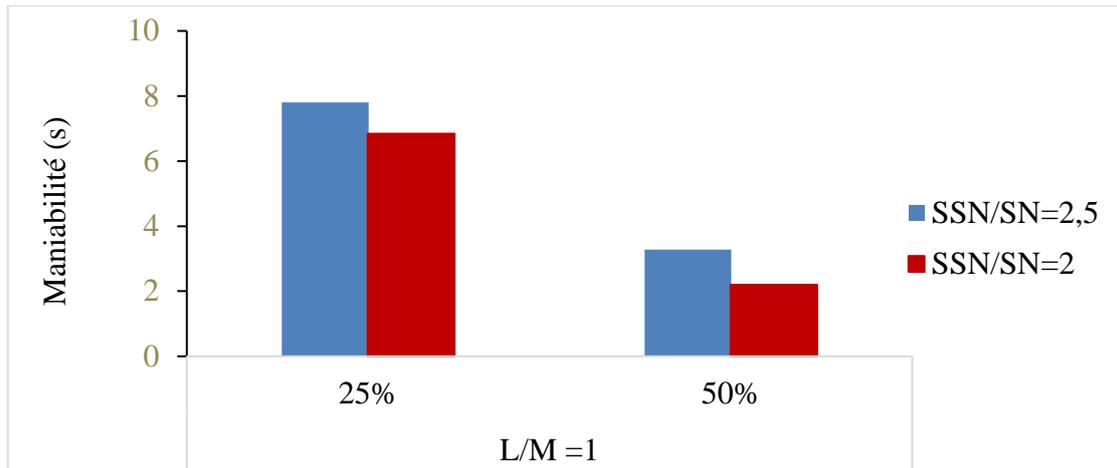


Figure (IV.3) : Maniabilité des mortiers en fonction SSN/SN, avec L/M=1

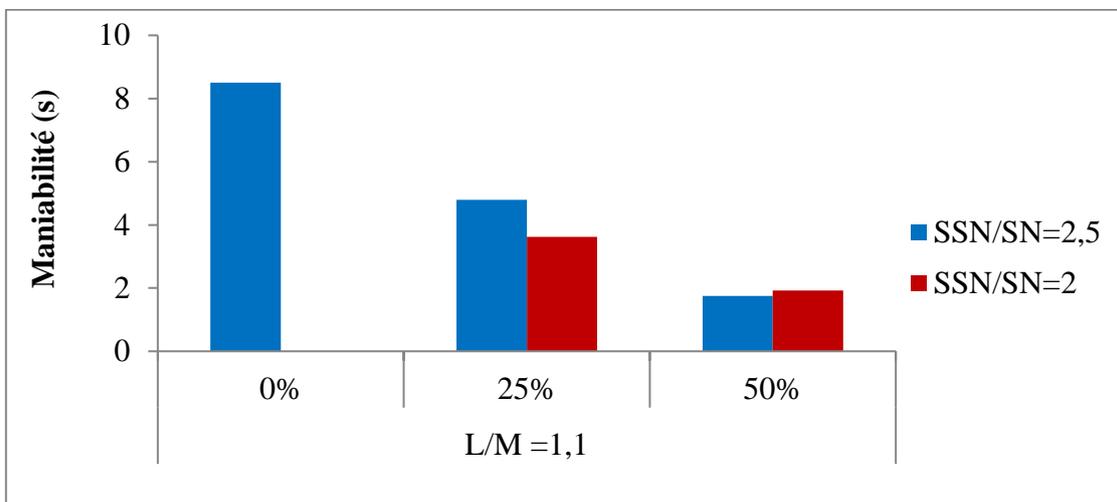


Figure (IV.4) : Maniabilité des mortiers en fonction SSN/SN, avec L/M=1,1

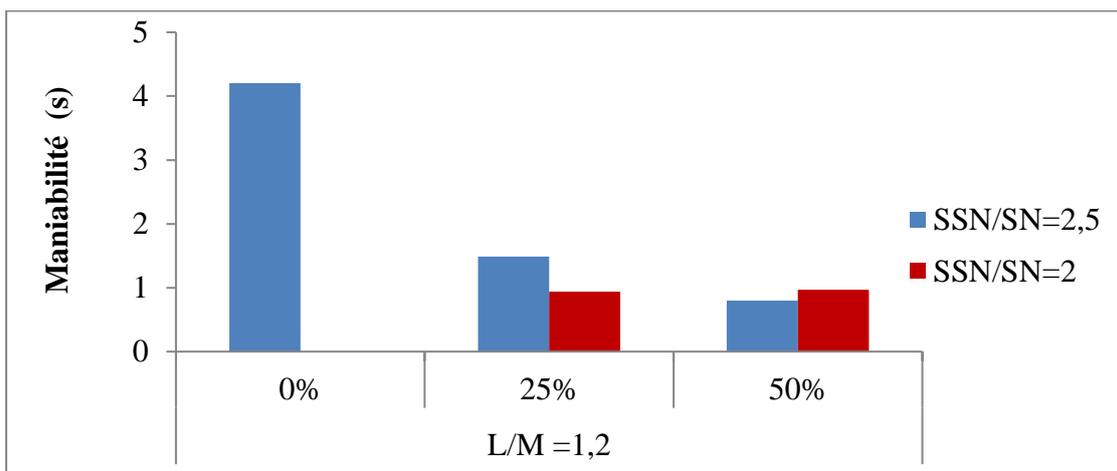


Figure (IV.5) : Maniabilité des mortiers en fonction SSN/SN ,avec L/M=1,2

➤ Effet du pourcentage de pouzzolane

La figure (IV.6) illustre l'effet du rapport MK/PZ sur l'évolution du temps d'écoulement des mortiers. On peut remarquer que le temps augmente considérablement avec 100 MK, parallèlement une substitution cause une diminution du temps d'écoulement. En effet, des mortiers à faible maniabilité ont été obtenus pour 100 MK suivi par 75MK-25PZ. Une maniabilité élevée a été obtenue pour les mélanges binaires 50MK-50 PZ. Ce changement peut être expliqué par la grande différence de surface spécifique des deux matières premières utilisées ; car le métakoalin présente une finesse élevée par rapport à la pouzzolane. En effet, la finesse des matières premières a un impact important sur le comportement rhéologique des mortiers qui affecte directement la maniabilité.

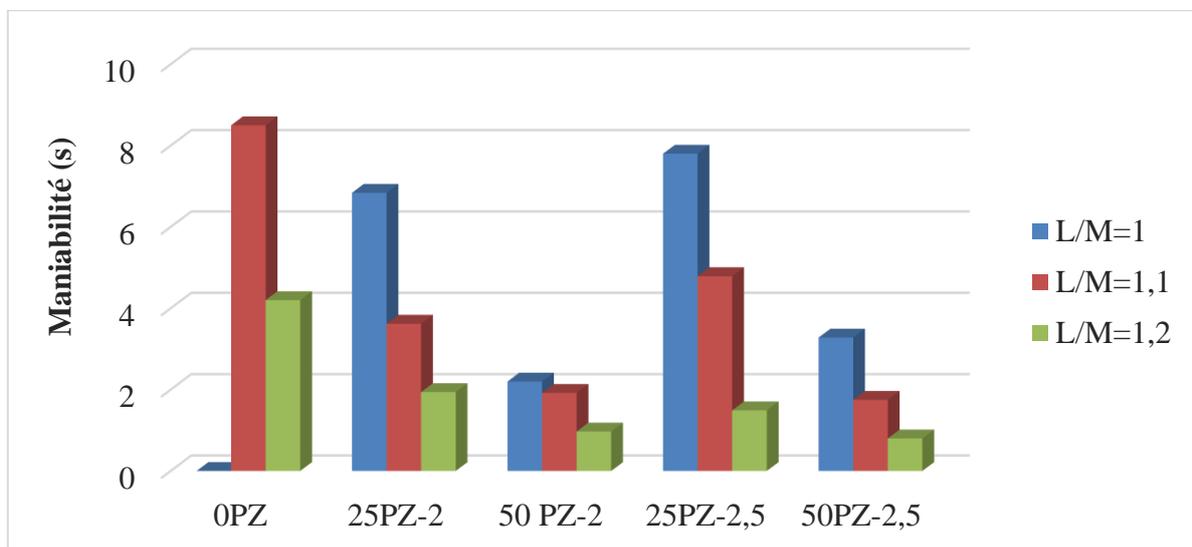


Figure (IV.6) : Maniabilité des mortiers en fonction de MK/PZ

IV.3.2 Evolution des résistance mécaniques des mortiers

IV.3.2.1 Évolution des résistances de compression

La résistance à la compression est la propriété la plus couramment utilisée pour décrire les propriétés mécaniques pour la conception des géopolymères. Les résultats avec différents paramètres de formulation sont représentés par les figures suscitées. Il faut signaler qu'il était impossible de procéder aux essais d'écrasement à 3 jours pour les éprouvettes préparées avec $L/M=1,2$; pour 100% MK. Ces dernières semblaient non durcies après 24 heures.

➤ Effet de pouzzolane

L'évolution des résistances mécaniques à la compression des divers mortiers est illustrée aux figures (IV.7 ;IV.8 ;IV.9 et IV.10). Dans l'ensemble, les mortiers à base de 100%MK affichent des résistances élevées pour tous les échéanciers par rapport aux mortiers préparés avec le mélange métakaolin/pouzzolane. Ces valeurs diminuent au fur et à mesure que la substitution augment. La valeur la plus élevée est enregistrée pour le $L/M=1,1$ dépassant les 32 MPa suivi de $L/M=1,2$ avec une valeur de 26,46 MPa pour 100%MK. Il est à signaler que les résistances à 7 jours ont atteint 85,4% et 98,5% de celles de 28 jours pour les deux rapports respectifs. Les mélanges avec 25% de substitutions affichent les valeurs les plus élevées comparées à 50% de substitution.

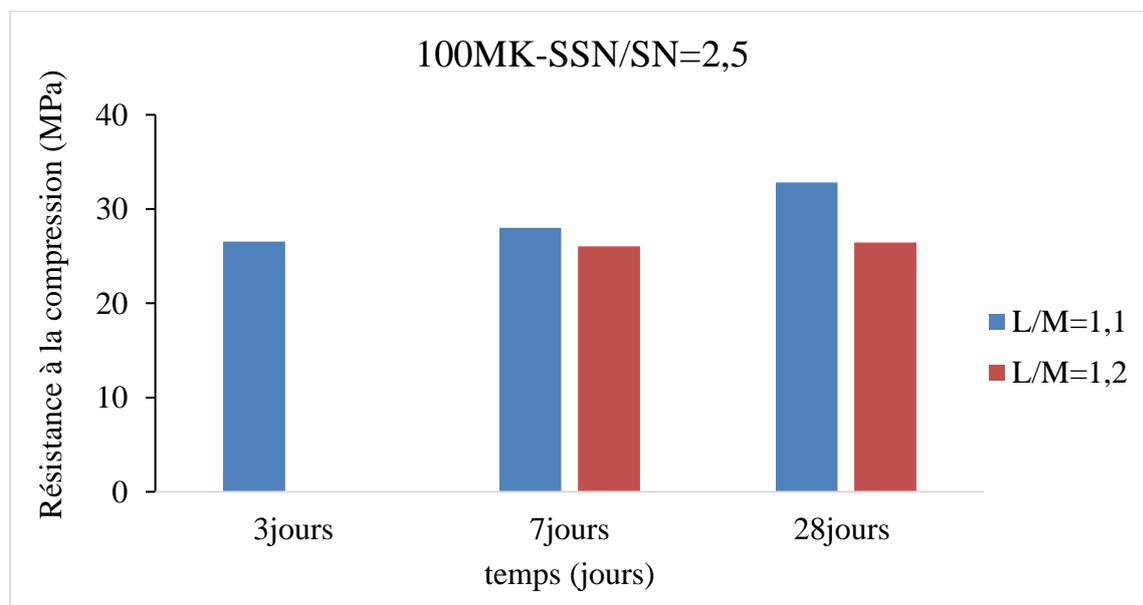


Figure (IV.7) : Histogramme de résistance des mortiers en fonction de L/M et 100 MK

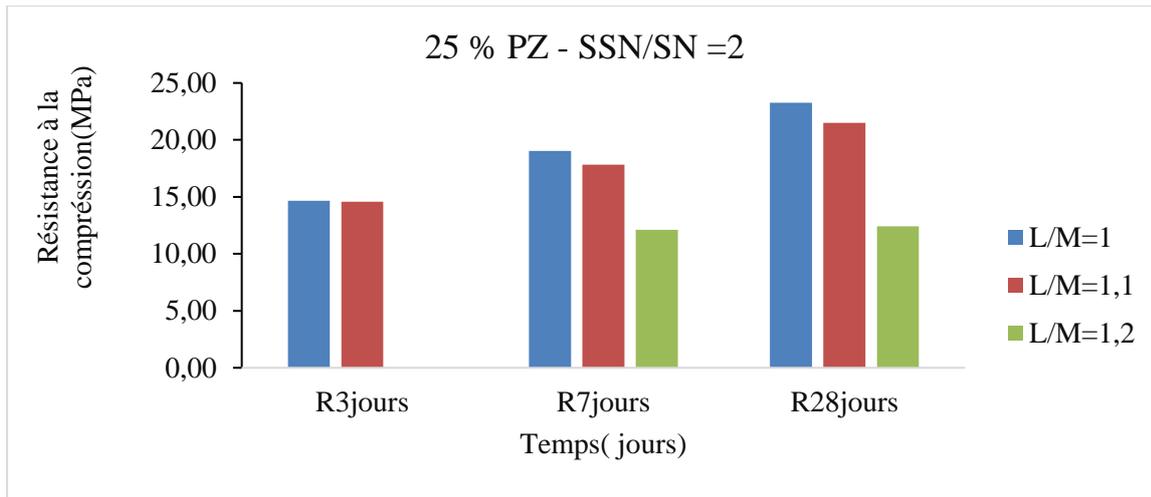


Figure (IV.8) : Histogramme de résistance des mortiers en fonction de L/M et 75MK-25PZ

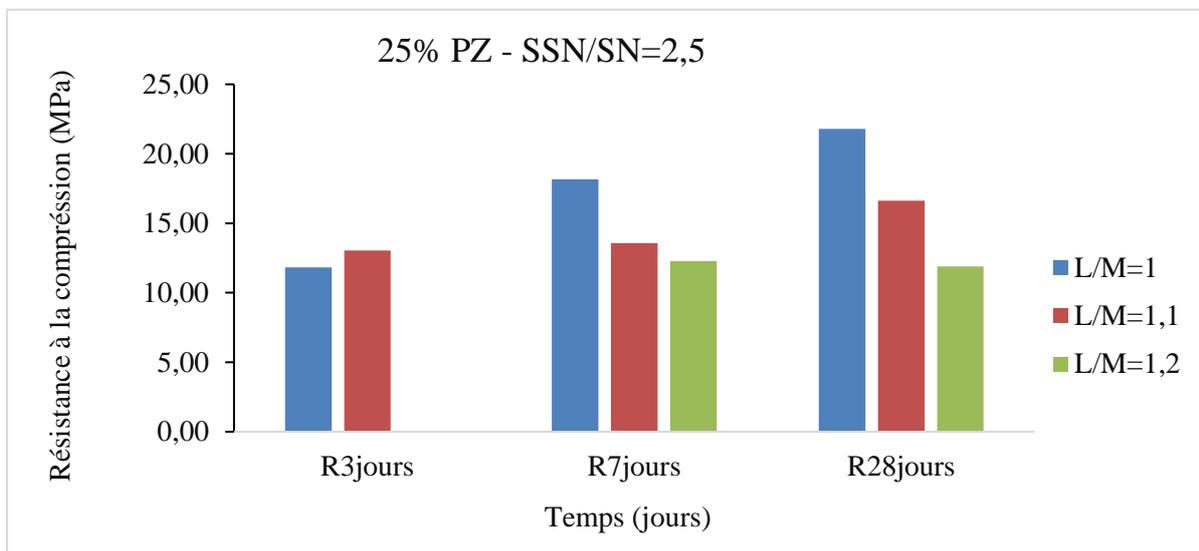


Figure (IV.9) : Histogramme de résistance des mortiers en fonction de L/M et 75MK-25PZ

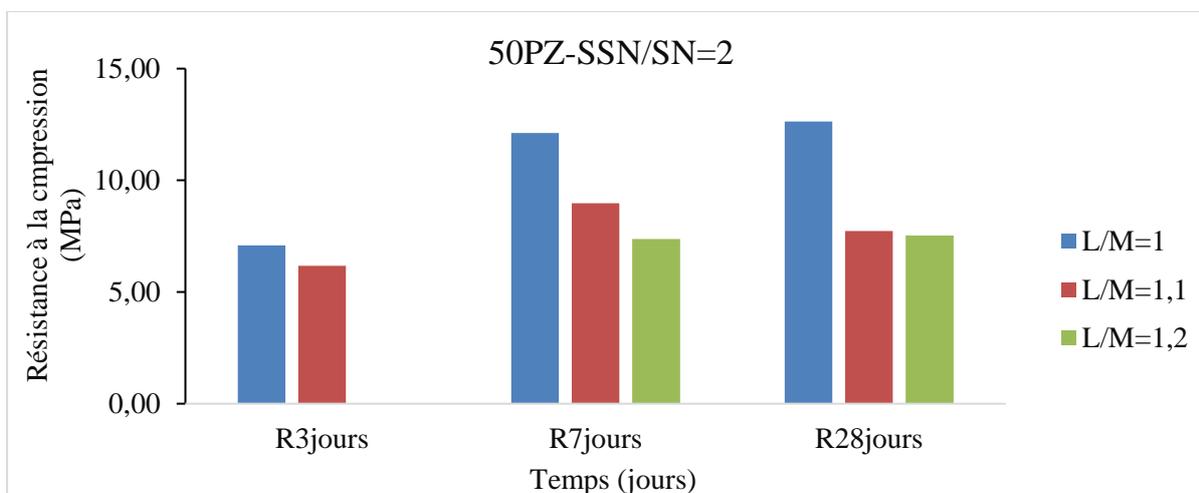


Figure (IV.10): Histogramme de résistance des mortiers en fonction de L/M et 50MK-50PZ

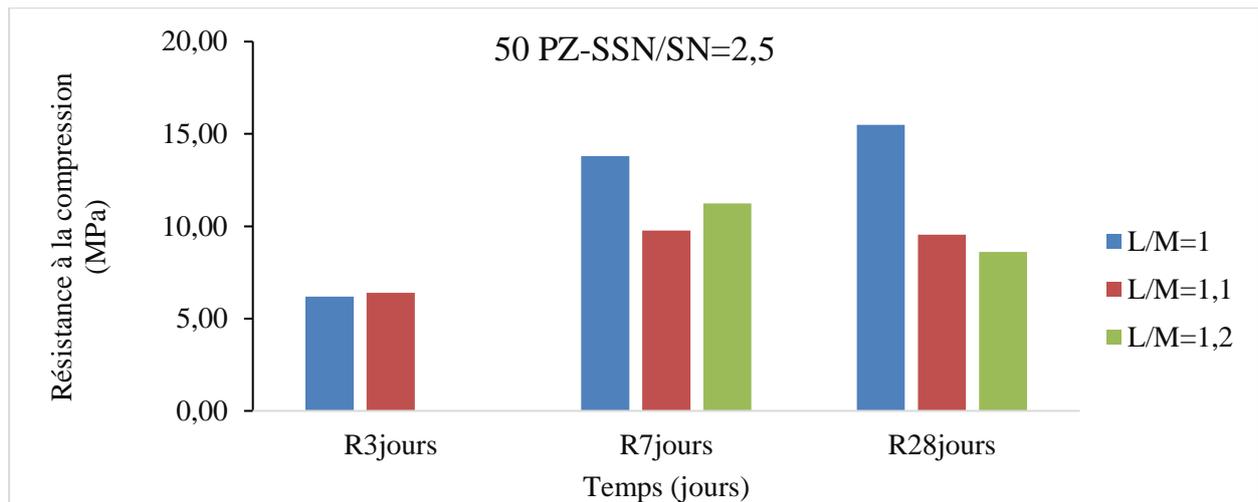


Figure (IV.11): Histogramme de résistance des mortiers en fonction de L/M et 50MK-50PZ

➤ **Effet du rapport liquide/matières (L/M)**

les résistances à la compression des mortiers obtenus avec différents rapports L/M sont représentées sur les figures (IV.12 ; IV.13 et IV.14). Il est clair que les valeurs évoluent nettement dans le temps pour 1 et 1,1 notamment entre 3 et 7 jours, contrairement pour 1,2 qui semble se stabiliser pour certains mélanges et diminuer pour d'autres.

Notons que les mortiers pour L/M = 1,1 ; 50PZ-SSN/SN=2 ; 2,5 se comportent différemment, les valeurs correspondantes semblent diminuer après 7 jours.

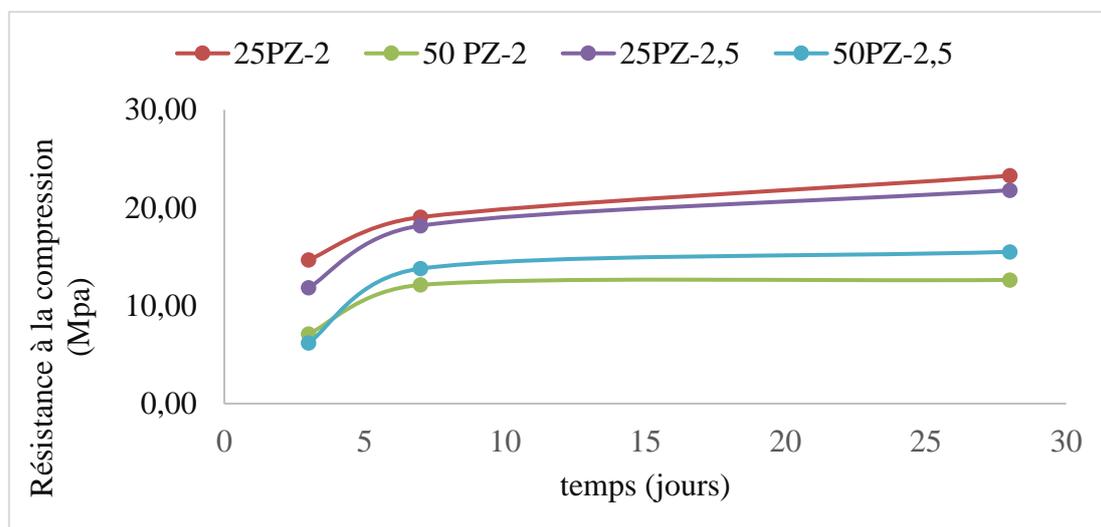


Figure (IV.12) : Évolution des résistances à la compression pour le rapport L/M = 1

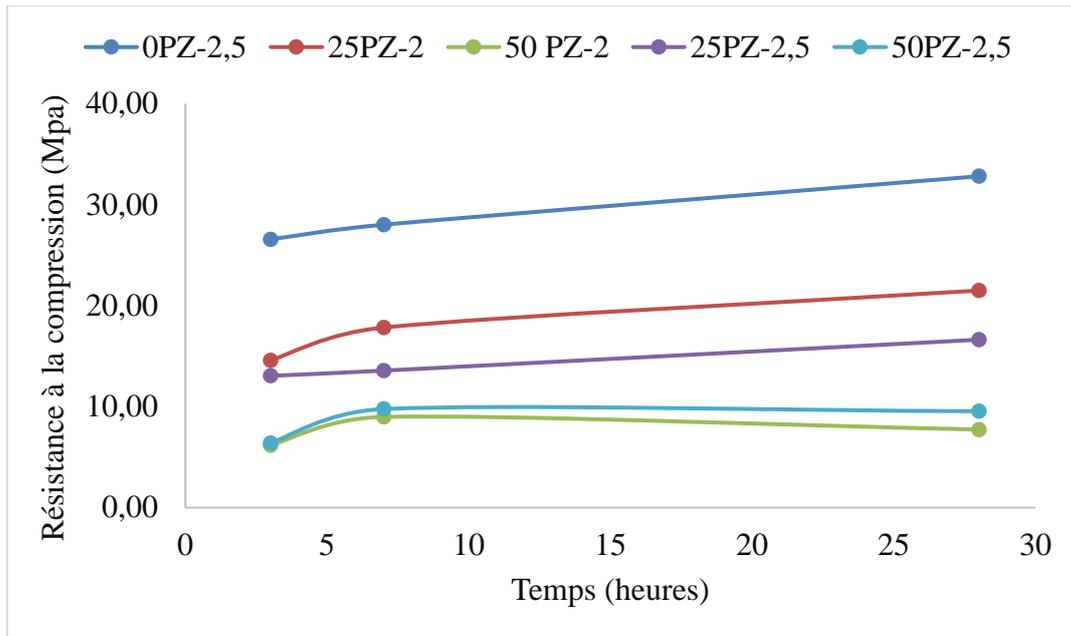


Figure (IV.13): Évolution des résistances à la compression pour le rapport L/M =1,1

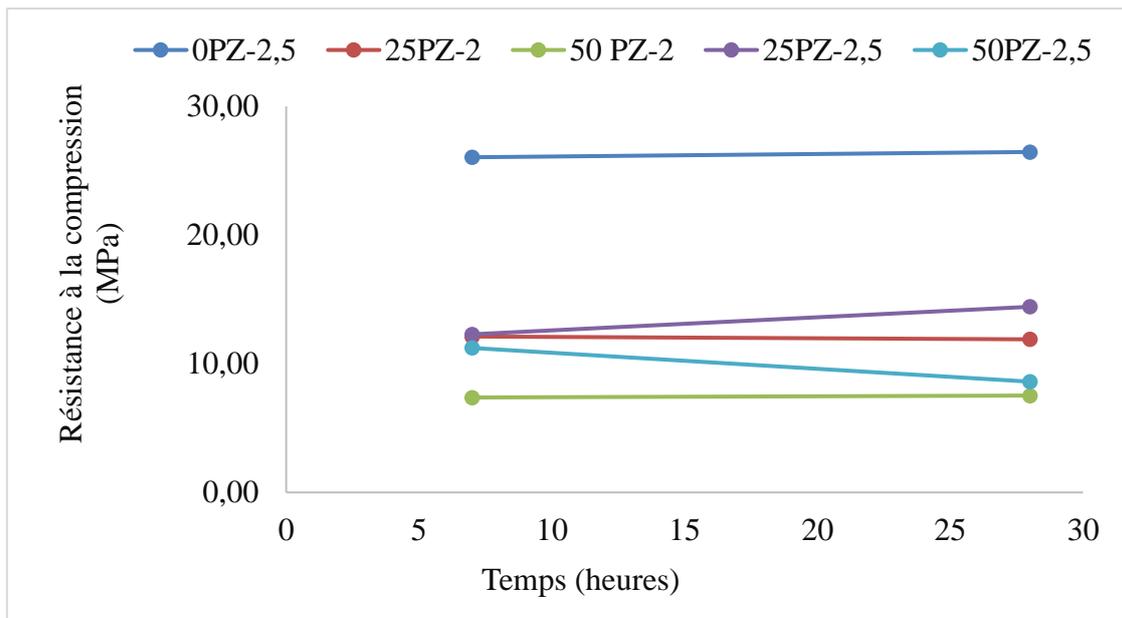


Figure (IV.14) : Évolution des résistances à la compression pour le rapport L/M =1,2

➤ Effet du rapport SSN/SN

La figure montre l'évolution des résistances à la compression pour 28 jours des mortiers obtenus avec différents rapport SSN/SN. On constate que la résistance augmente pour certains mélanges et diminue pour les autres en fonction de la variation de SSN/SN, ce qui affecte à son tour la variation du ratio molaire $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ (de la solution). Il est à noter que le meilleur mélange est celui préparé avec un ratio molaire égale à 0,546 pour 100 MK, suivi du 0,583 pour les mélanges binaires de 75MK-25PZ et L/M=1 ; 1,1.

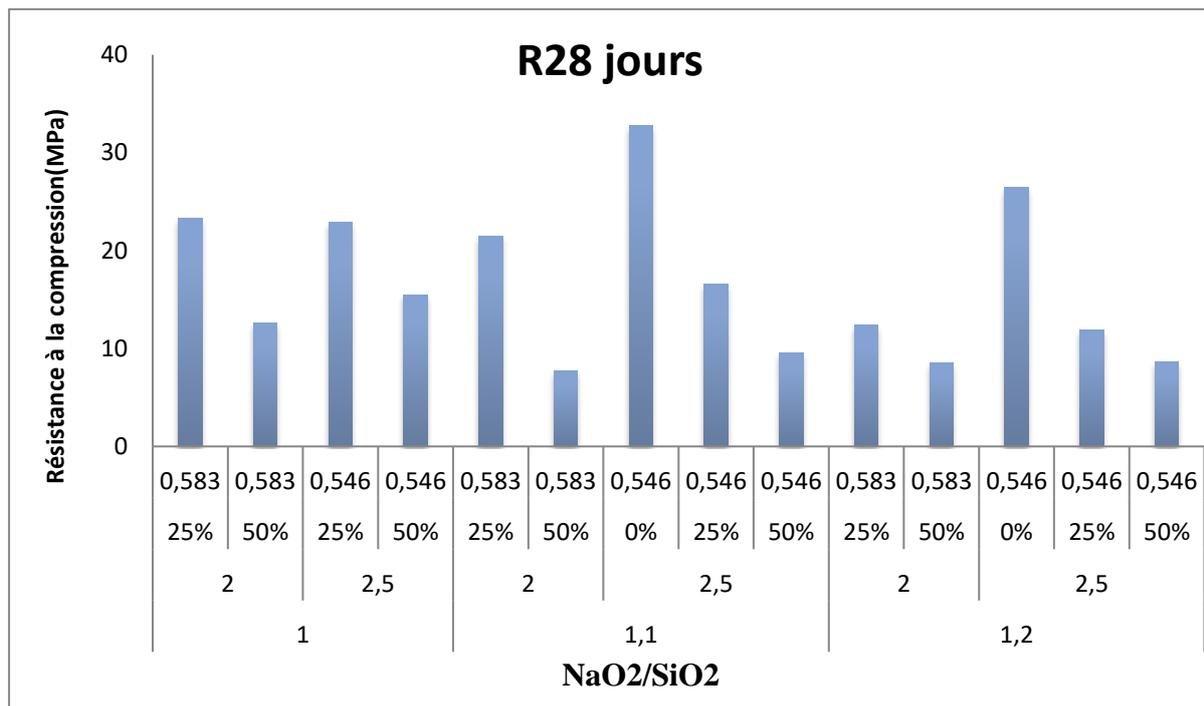


Figure (IV.15) : Histogramme des résistances en fonction ratio molaire.

La cinétique de réaction et la vitesse de cristallisation sont directement influencées par la présence de silice soluble. Cela favorise la formation d'un gel riche en Si, responsable du développement de la résistance du matériau (Mustafa et al.,2012). De plus, le potentiel de formation du gel d'aluminosilicate, qui contribue à la résistance mécanique du mortier géopolymère, est causé par la présence de silice hautement réactive dans le métakaolin que le mélange métakaolin/pouzzolane (Xu et Van Deventer,2000). Pour ces raisons, le mortier à 100% de métakaolin affiche la résistance à la compression la plus élevée.

Bien que la silice et l'alumine soient les principales entités qui assurent la formation des géopolymères, certaines caractéristiques des matières premières jouent un rôle significatif sur la résistance à la compression. La taille des particules a aussi un effet sur la réaction de synthèse du géopolymère. En effet, si la matière première contient une importante quantité de particules fines, il en résulte une grande surface spécifique et en conséquence une grande réactivité, ce qui conduit à des valeurs de résistance à la compression élevées (Diaz et al., 2010).

IV.2.2 Évolution des résistances mécaniques à la traction

Les figures (IV.16 et IV.17) représentent le changement de la résistance mécanique à la traction des mortiers obtenus avec différents rapports de L/M et SSN/SN et %pouzzolane. On remarque que cette dernière évolue de la même manière que la résistance à la compression. Cette évolution dépend principalement du mélange entre le métakaolin et la pouzzolane quel que soit les rapports de SSN/SN et L/M. En général, les mortiers à base de 100% MK développent les meilleurs résistances à 28 jours. La valeur la plus élevée a été enregistrée pour L/M=1,1 avec 12,84 MPa, suivi de L/M =1.2 avec 11,65MPa. A noter que les résistances à 7 jours ont atteint 66,82% et 80,60% de celles obtenues à 28 jours pour les deux rapports respectifs. Les mélanges avec 25% de substitution pour L/M(1) et SSN/SN(2 ;2,5) ont montré une progression assez importante, contrairement ceux avec 50% qui affichent des valeurs faibles.

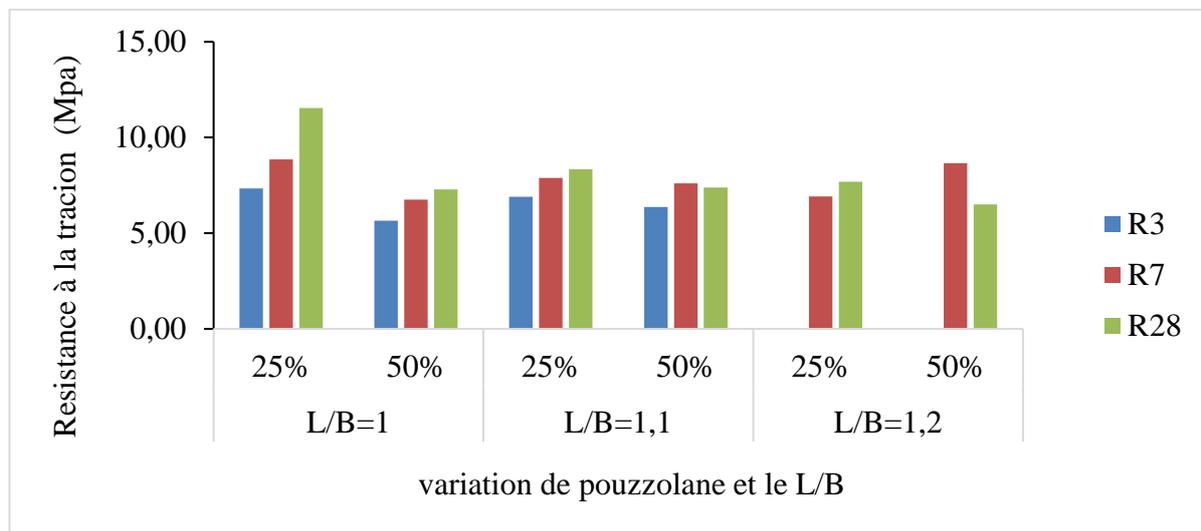


Figure (IV.16) : Histogramme des résistances à la traction pour le différent rapport L/B pour SSN/SN =2

La résistance à la traction a augmenté jusqu'à une certaine valeur avec le rapport SSN/SN. Les alcalis, qui sont responsables de la dissolution des particules solides ont régulé la réaction du géopolymère. Cependant, le degré de polymérisation du gel dissous était affecté par les silicates solubles.

Néanmoins, lorsque des silicates excessifs étaient utilisés, les caractéristiques de résistance étaient détériorées par les réactions retardées des géopolymères, et sont le résultat de la coagulation de la silice (Atis et al.,2015, Öz et al.,2021). Par conséquent, les valeurs de résistance à la flexion les plus élevées se sont avérées être de 12,84 ; 11,65 MPa pour 100 MK et 11,54 et 11,48 pour 75MK-25PZ en fonction des deux rapport SSN/SN :2 et 2,5 respectivement à 28 jours.

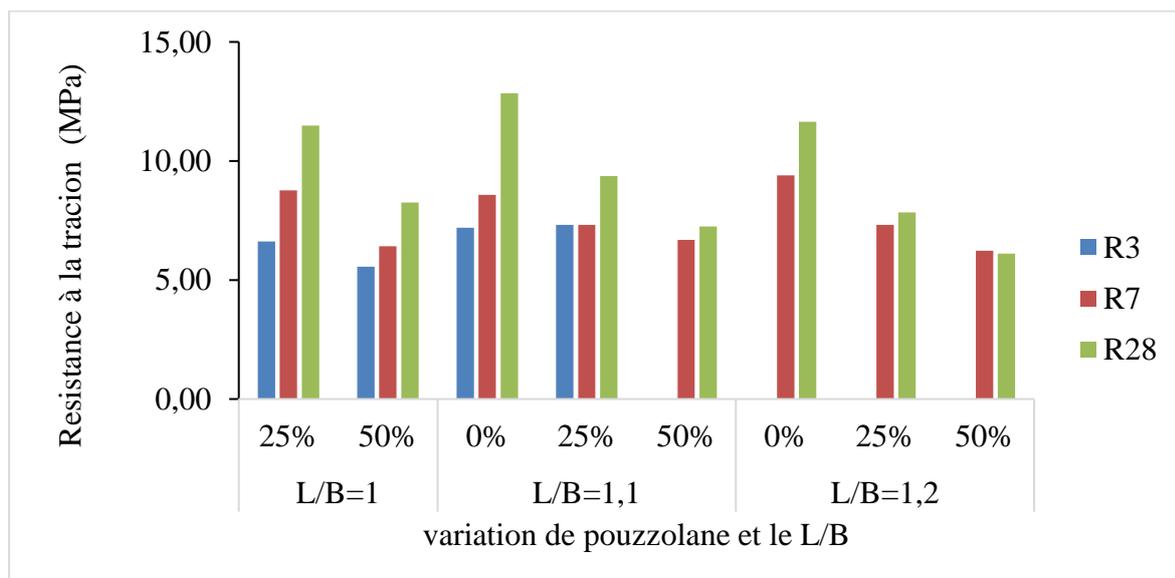


Figure (IV.17) ; Histogramme des résistances à la traction pour le différent rapport L/B pour SSN/SN =2

IV.3 Conclusion

L'analyse et l'interprétation des résultats d'essais à l'état frais, ont montré que l'augmentation du rapport L/M améliore l'ouvrabilité, tandis que l'augmentation du SSN/SN réduit la maniabilité en raison de la viscosité. Cependant, cet effet est atténué en présence d'un pourcentage élevé de pouzzolane qui réduit le temps d'écoulement et améliore la fluidité.

Quant à l'état durci, les essais ont montré que la résistance à la traction présente une évolution similaire à la résistance à la compression, car le mortier à base de 100% MK métakaolin affiche la résistance la plus élevée, tandis que le mortier contenant un mélange de métakaolin /pouzzolane affiche une résistance moins, et qui diminue avec l'augmentation du taux de substitution de la pouzzolane. Le rapport L/M ainsi que le rapport SSN/SN affectent également la résistance à la compression et à la traction, avec des différences notables en fonction de ces rapports.

Conclusion générale et perspectives

Conclusion générale et perspectives

Il est bien connu que la production de ciment portland consomme une énergie considérable et en même temps émet un grand volume de CO₂ dans l'atmosphère. Cependant, le ciment portland reste le principal liant dans la construction en béton, ce qui incite à rechercher des matériaux plus respectueux de l'environnement.

Une alternative possible est l'utilisation d'un liant activé par un alcali utilisant des sous-produits industriels ou naturels contenant des matériaux de silicate. Plusieurs sources d'aluminosilicates ont été utilisées dans la synthèse de ces nouveaux ciments nommés géopolymères tel que les argiles, cendres volantes, laitier hauts fourneaux Ces ciments offrent des avantages en les utilisant dans des applications variées notamment dans le domaine du génie civil, leurs atouts sont leurs résistances mécaniques, thermiques et durabilité.

Cependant, pour que les géopolymères atteignent leur plein potentiel, il est crucial de comprendre l'influence de divers paramètres (par exemple, la taille des particules, le traitement du précurseur, la composition chimique) sur l'évolution du durcissement et la résistance mécanique finale qui en résulte. Cette compréhension permettra de synthétiser et développer des ciments géopolymères bien spécifiques qui peuvent répondre à des problématiques rencontrées en utilisant des ciments traditionnels.

L'objectif de ce travail est d'évaluer la performance du géopolymère à base du kaolin de Tamazar (Jijel) . La nouveauté dans ce travail est l'utilisation de la pouzzolane naturelle de Béni-Saf en substitution du kaolin calciné, sachant que cette matière d'origine amorphe utilisée dans la confection des ciments traditionnels, pourra être très avantageuse.

Les objectifs comprendront :

- Optimisation de la conception du mélange pour le mortier par la variation des composants entrant dans la formulation suivants : les rapports entre la solution d'activation et la matière (L/M), la solution silicaté de sodium/ solution NaOH (SSN/SN) et le pourcentage de pouzzolane. Les
- Évaluation de l'évolution de la maniabilité et la résistance mécanique des mortiers

En effet la caractérisation structurale et physicochimique du métakaolin a montré que la calcination du kaolin à 600 °C a conduit à des changements structuraux, se manifestant essentiellement par la déhydroxylation de la kaolinite avec un degré d'amorphisation très élevé. Les mortiers confectionnés avec du kaolin calciné se caractérisent par une maniabilité réduite comparée aux mélanges binaires élaborés à partir métakaolin /pouzzolane, mais dans l'ensemble l'ouvrabilité est satisfaisantes.

Sur la base des résultats, la substitution de 100% de métakaolin a affiché la résistance la plus élevée. L'augmentation rapide de la résistance peut également être attribuée à la concentration croissante d'alcali utilisé pour activer les métakaolines, alors que la diminution significative de résistance est constatée à mesure que le rapport L/M augmente.

Les mortiers durcis avec un rapport liquide/matériaux(L/M) de 1,2 présentent une résistance plus faible par rapport aux rapport de L/M=1 ;1,1 pour les mortiers préparés avec un métakaolin/pouzzolane.

Les résultats des résistances à la traction ont montré une augmentation jusqu'à une certaine valeur avec le rapport $\text{Na}_2\text{SiO}_3/\text{NaOH}$. Cependant, le degré polymérisation du gel dissous est affecté par les silicates solubles.

D'une manière générale, la composition minéralogique, la teneur en phase amorphe, la distribution granulométrique, la surface spécifique ainsi que le rapport massique $\text{Na}_2\text{O} / \text{SiO}_2$ de la solution alcaline sont les paramètres essentiels pour l'obtention de ciments géopolymères aux caractéristiques intéressantes à la température ambiante.

Sur la base de l'étude de résistance, il est conclu que le liant géopolymère à base métakaolin pourrait avoir une résistance comparable à celle obtenue en générale avec les mortiers de élaborés avec du ciment traditionnel, néanmoins l'utilisation d'un pourcentage élevé de pouzzolane n'est pas recommandée.

Notons aussi que du fait du manque de moyen et appareil qui permettent de mesurer la résistance thermique des mélanges optimisés nous n'avons pas pu vérifier la capacité de ces mortiers à résister au feu.

Comme perspective, il sera très intéressant de réduire le rapport L/M et d'utiliser un plastifiant de manière à avoir une même ouvrabilité.

Références bibliographiques

- **A. Elimbi, H.K. Tchakoute, D. Njopwouo (2011)**, » Effects of calcination temperature of kaolinite clays on the properties of geopolymer cement” Construction and building materials. 25 (2001), 2505-2812
- **A. Fernández-Jiménez, A. Palomo, M. Criado, (2005)** « Microstructure development of alkali-activated fly ash cement: a descriptive model ». Cem. Conc. Res., , vol. 35 (6), p. 1204-1209.
- **Andi Arham Adam (2009)** «Strength and Durability Properties of Alkali
- **Atis, C.D.; Görür, E.B.; Karahan, O.; Bilim, C.; Ilkentapar, S.; Luga, E.,(2015)** “Very high strength (120 MPa) class F fly ash geopolymermortar activated at different NaOH amount, heat curing temperature and heat curing duration”. Constr. Build. Mater.2015,96,673–678.
- **B.Sabir, S.Wild, J. Bai ,2001)** “Metakaolin and calcined clays as pozzolans for concrete: a review”. Cem. Concr. Compos. 23 (6) 441-454.
- **Barsoum, M., Ganguly, A., & Hug, G,(2006)**. « Microstructural evidence of reconstituted limestone blocks in the Great Pyramids of Egypt ». Journal of the American Ceramic Society, 89(12), 3788-3796.
- **Benny Joseph a,George Mathewb, (2012)** « Influence of aggregate content on the behavior of fly ash based geopolymer concret” Scientia.Iranica A 19 (5), 1188–119 Sharif University of Technology ScientiaI Transactions A: Civil Engineering
- **Buchwald, A., Hilbig, H., Kaps,Ch., (2007)**. « Alkali-activated metakaolin slag blends performance and structure in dependence of their composition ». Journal of Materials Science 42, 3024–3032.
- **Budh C.D, Warhade N.R (2014)** Effect of Molarity on Compressive Strength of Geopolymer Mortar. International Journal of Civil Engineering Research 5, 83-86.
- **Centre Européen d’Etudes des Silicates (CEES),,(2003)**. « Solubles Silicates. Chemical, toxicological, ecological and legal aspects of production, transport, handling and application” . European Chemical Industry Council, Brussels, Belgium
- **Cheng, T.W., Chiu, J.P., (2003)**. « Fire-resistant geopolymer producedby granulated blast furnace slag ». Minerals Engineering 16, 205–210.

- **Chindaprasirt, P., Charreeat, T., Hatanaka, S. and Cao, T. (2011).** « High strength geopolymer using fine high calcium flyash », *J. Mater. Civ. Eng.*, 23(3), 264–270 .
- **D. Hardjito. and B. V, Rangan,(2005),** « Development and properties of low calcium fly ash based geopolymer », Research Report GC1, Faculty of Engineering, Curtin University of Technology, Perth, Australia, 2005, pp. 1-90
- **Davidovits, J. (1979)** « Synthesis of New High-Temperature Geo-Polymers for Reinforced Plastics/Composites. Annu ». *Pac. Tech. Conf. Tech. Disp* 4,151-154
- **Davidovits, J. and Sawyer, J.L., (1985),** Early high-strength mineral polymer, US Patent 4,509,985, 1985, filed February 22, 1984. The first commercial geopolymer cement was coined Pyrament 2000™ designed for repair and patching operation
- **Davidovits J, Orlinski J, editors,** In: *Proceedings of geopolymer (1988) “European conference on soft mineralurgy. Université de Technologie, Compiègne, France, vol. 1–2; 1988.*
- **Davidovits J.(1991).** « Geopolymers: Inorganic polymeric new materials ». *Journal of Thermal Analysis*, 37, 1633-1656.
- **Davidovits J., (1994).** First international conference of alkaline cements and concretes: Properties of geopolymer cements. Kiev (Ukraine), 131-146.
- **Davidovits J. (1994b)** « Properties of geopolymer cement. *Published in proceedings first international conference on alkaline cement and concretes, scientific research institute on binder and materials* » Kiev state technical university, Kiev, Ukraine 131-149
- **Davidovits, M. ,(1996)** Patent n° EP 0 815 064 B1, vol. 1.
- **Davidovits J.** Geopolymer Conference: 30 years of successes and failures in geopolymer applications. Market trends and potential breakthroughs. October 28-29, Melbourne (Australia) (2002) p 16.
- **Davidovits, J., (2008).** “Chemistry and Applications. Institut Géopolymère, Saint-Quentin”, France 41–44.« Geopolymer technology »: the current state of the art
- **Davidovits J.** Geopolymer Chemistry and Applications, 3e éd., Institut Géopolymère, France, (2011) p. 3-32.
- **De Silva, P., Sagoe-Crenstil, K., and Sirivivatnanon, V., (2007),** « Kinetics of geopolymerization: Role of Al₂O₃ and SiO₂ » *Cement and Concrete Research*, , 37, 512.
- **Delatte J. et Facy G., (1995).** « Des bétons antiques aux géopolymères ». *Arts et Métiers Magazine*, 180, 8-16

- **Diaz E.I., Allouche E.N., (2010)** “Eklund S. Factors affecting the suitability of fly ash as source material for geopolymers”, *Fuel* 89 992-996.
- **J.L. Provis, J.S.J. van Deventer (2009)** (Eds.) « Geopolymers - Structure, processing, properties and industrial applications Woodhead Publishing Limited » Oxford, Cambridge, New Delhi, pp. 343-375.
- **Dutta D, Thokchom S, Ghosh P, Ghosh S ,(2010)** *ARPN J Eng Appl Sci* 5:74
- **F. Pacheco-Torgal, S. Jalali, J.P. Castro-Gomes,(2009)** “Utilization of mining waste to produce geopolymer binders”, in: J.L. Provis J.S.J. van Deventer.,2009) (Eds.) Geopolymers - Structure, processing, properties and industrial applications Woodhead Publishing Limited, Oxford, Cambridge, New Delhi, pp. 267-293.
- **Fernández-Jiménez, A. Palomo, I. Sobrados et J. Sanz, 2006)** « The role played by the reactive alumina content in the alkaline activation of fly ashes ». *Micropor. Mesopor Mater.*, 91 (1-3), p. 111-119.
- **Fernandez-Jimenez,A., Monzo,M., Vicent,M., Barba,A. & Palomo,A.(2008)** « Alkaline activation of metakaolin-fly ash mixtures: Obtain of Zeoceramics and Zeocements ». *Microporous and Mesoporous Materials* **108**, 41-49
- **Francesco Messina , Claudio Ferone, Francesco Colangelo, Raffaele Cioffi 2015** “ Low temperature alkaline activation of weathered fly ash: Influence of mineral admixtures on early age performance” *Construction and Building Materials* 86 (2015) 169.
- **Ismail, Mohammad, Taliat Ola Yusuf, Ainul H Noruzman, and I. O. Hassan. (2013)** “Early Strength Characteristics of Palm Oil Fuel Ash and Metakaolin Blended Geopolymer Mortar.” *Advanced Materials Research. Trans Tech Publications, Ltd., May 2013.* <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/amr.690-693.1045>.
- **G. S. Ryu, Y. B. Lee, K. T. Koh and Y. S. Chung, et quot, (2013)** « The mechanical properties of fly ash-based geopolymer concrete with alkali activators » *Construction and Building Materials*, vol. 47, pp. 409-418.
- **Goretta, KC, Chen, N, Gutierrez-Mora, F, Routbort, JL, Lukey, GC & van Deventer, JSJ (2004)**, « Solid-particle erosion of a geopolymer containing fly ash and blastfurnace Slag », *Wear*, vol. 256, no. 7-8, pp. 714-9.
- **Hassan A, Arif M, Shariq M (2019)**” Use of geopolymer concrete for a cleaner and sustainable environment- A review of mechanical properties and microstructure”. *Journal of Cleaner Production* 223, 704-728.

- **Huynh, Hieu, Thao , (2011)** « ciment geopolymérique et son utilisation » Brevet , numéro de publication internationale :WO 2011/ 020975 A2 du 24/02/2011
- **J.L. Provis, G.C. Lukey, J.S.J. Van Deventer, ,(2005)**, « Do geopolymers actually contain nanocrystalline zeolites? A re-examination of existing results ». *Chem. Mater.*,vol. 17, p. 3075-3085.
- **L. Provis, J.S.J. van Deventer (2009)** « durability of geopolymers in Geopolymers - Structure, processing, properties and industrial applications Woodhead Publishing Limited »,
- **J.S.J. Van Deventer, J.L. Provis, P. Duxson et G.C. Lukey.,2006)** “Reaction mechanisms in the geopolymeric conversion of inorganic waste to useful products” (2006) *J. Hazard.Mater.*, 2006, vol. 139 (3), 506-513.
- **K. Komnitsas, D. Zaharaki (2009)**, « Utilisation of low-calcium slags to improve the strength and durability of geopolymers in: J.L. Provis, J.S.J. van Deventer (Eds.) Geopolymers - Structure, processing, properties and industrial applications Woodhead Publishing Limited »,
- **L. Weng, K. Sagoe-Crentsil,(2007)** « Dissolution processes, hydrolysis and condensation reactions during geopolymer synthesis: Part I - Low Si/Al ratio systems ». *J. Mater. Sci.*,vol. 42, p. 2997-3006.
- **Lemougna N. P., Mackenzie D. J. K. and Melo C. U. F., (2011)**. « Synthesis and thermal properties of inorganic polymers (geopolymer) for structural and refractory applications from volcanic ash ». *Ceramics International*, **37**, 3011-3018.
- **Liew Y. M., Kamarudin H., Mustafa Al Bakri A. M., Luqman M., Khairul Nizar I. and Heah C. Y., 2011)**. « Investigating the possibility of utilization of kaolin and the potential of metakaolin to produce green cement for construction purposes ». *Australian journal of Basic and Applied Sciences*, **5**, 441-449.
- **MISSOUM Sarah(2021)** “Transformation des débris de verre pharmaceutique en géopolymère à caractère liant » thèse de doctorat- université d’Oran.
- **Muniz-V. M. S., Manzano-R. A., Sampieri-B. S., Ramon G-T. J., Reyes-A. J. L., Perez-B. J. J., Apatiga L. M., Zaldivar-C. A. and Amigo-B. V., (2011)**. « The effect of temperature on the geopolymerization process of a metakaolin-based geopolymer ». *Materials Letters*, **65**, 995-998.

- **Mustafa Al Bakri, A.M.; Kamarudin, H.; Bnhussain, M.; Rafiza, A.R.; Zarina, Y.,(2012)** “Effect of Na₂SiO₃/NaOH Ratios and NaOH Molarities on Compressive Strength of Fly-Ash-Based Geopolymer” . *ACI Mater. J.* 2012, 109, 503–508
- **Öz, H.Ö.; Doğan-Sağlamtimur, N.; Bilgil, A.;Tamer, A.; Günaydin, K.,(2021)** “Process Development of Fly Ash-Based Geopolymer Mortars in View of the Mechanical Characteristics”. *Materials* 2021, 14, 2935. <https://doi.org/10.3390/ma14112935>
- **P. Duxson A. Fernández-Jiménez J.L. Provis, G.C. Lukey A. Palomo J.S.J et van Deventer .,(2007)** « Geopolymer technology: the current state of the art ». *J. Mater. Sci.*, vol. 42, p. 2917–2933.
- **Palomo, A. and Glasser, F. P., 1992).** « Chemically-bonded cementitious materials based on metakaolin », *British Ceramic Transactions Journal*, 91, 107-112,
- **Palomo, A., Grutzeck, M. W. and Blanco, M. T., 1999b).** « Alkali-activated fly ashes: a cement for the future », *Cement and Concrete Research*, 29, 8, 1323-1329,.
- **Palomo, A., Grutzeck, M. W., & Blanco, M. T., 1999).** “Alkali-activated fly ashes: A cement for the future”. *Cement and Concrete Research*, 29(8), 1323- 1329
- **Raphaëlle Pouhet, M. Cyr,(2016),** » Formulation and performance of flash metakaolin geopolymer concretes », *Constr. Build. Mater.* 120 150–160
- **Rovnanik Pavel .,(2010).** « Effect of curing temperature on the development of hard structure of metakaolin-based geopolymer ». *Construction and Building Materials*, **24**, 1176-1183.
- **Sofi, M, van Deventer, JSJ, Mendis, PA & Lukey, GC 2007),** « Engineering properties of inorganic polymer concretes (IPCs)', *Cement and Concrete Research*, vol.37, no. 2, pp. 251-7.
- **Somna K, Jaturapitakkul C, Kajitvichyanukul P, Chindaprasirt P (2011)** NaOH-activated ground fly ash geopolymer cured at ambient temperature. *Fuel* 90, 2118-2124.
- **Subhash V. Patankar, Sanjay S. Jamkar, Yuwaraj M. Ghugal , (2013)** “effect of water-to-geopolymer binder ratio on the production of fly ash based geopolymer concrete” *International Journal of Advanced Technology in Civil Engineering*, ISSN: 2231 –5721, Volume-2, Issue-1,
- **Tzong-Ruey Yang¹, Ta-Peng Chang, Bo-Tsun Chen, Jeng-Ywan Shih, and Wei-Lun Lin., (2012)** « effect of alkaline solutions on engineering properties of alkali-activated ggbfs paste » *Journal of Marine Science and Technology*, Vol. 20, No. 3, pp. 311-318
- **Van Jaarsveld, J.G.S. & van Deventer, J.S.J., 1999).** « Effect of the alkali metal activator on the properties of fly ash-based geopolymers ». *Industrial & Engineering*

- **Van Jaarsveld J. G. S., Van Deventer J. S. J. and Lukey G. C., (2002).** « The effect of composition and temperature on the properties of fly ash and kaolinite-based geopolymers ». *Chemical Engineering Journal*, **89**, 63-73.
- **Van Deventer J.S.J., Provis J.L., Duxson P& Lukey G.C, (2007)** « Reaction mechanisms in the geopolymeric conversion of inorganic waste to useful products ». *Journal of Hazardous Materials* 139 , 506-513.
- **Vijay, K, Kumutha ,R, and Vishnuram, B.G., Jan-(2010)** « Influence of curing types on strength of Geopolymer concrete », International Conference.
- **Wang H., Li H., Yan F. (2005)** “Synthesis and mechanical properties of metakaolin-based geopolymer”. *Colloid Surface A: Physico-chemistry Engineering Aspects* 268 (2005) 1-6.
- **Xu, H.; Van Deventer, J.S.J.,2000)** “The geopolymerisation of alumino-silicate minerals”. *Int. J. Miner. Process.* 2000, 59, 247–266.
- **Xu, H., Van Deventer, J.S.J., (2002).** « Geopolymerisation of multiple minerals ». *Miner. Eng.* 15,1131–1139.
- **Yunsheng, Z., Wei, S., Qianli, C., Lin, C., (2007).** « Synthesis and heavy metal immobilization behaviors of slag based geopolymers ». *Journal of Hazardous Materials* 143 (1–2), 206–21.