REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE YAHIA FARES DE MEDEA



Faculté de **T**echnologie

Mémoire de fin d'études de Master

Filière : Génie Civil

Spécialité : **Matériaux en génie civil**

L'effet combiné des alcalins et du choc thermique sur l'activation de la poudre de briques cuites

---

Présenté par

HIRECHE Djamel

SENNAINIA Karim

Proposé et Dirigé par

Dr. IRKI Ilyes

Co-Encadré par :

Mr. Korteby abdelkarim

Promotion Juin 2019

DEDICACES

DEDICACES

Je dédié ce travail aux personnes les plus chères au monde:

A mes chers parents que dieu les gardes et préserve ;

A mes frères et mes sœurs;

A toute les chères personnes dans ma vie ;

À mon très cher binôme **SENNAINIA**;

À tous mes professeurs surtout Dr.**IRKI Ilyes**;

A tous mes collègues de promotion de« juin 2019».

HIRECHE Djamel

DEDICACES

Je dédié ce travail aux personnes les plus chères au monde:

A mes chers parents que dieu les gardes et préserve ;

A mes frères, mes sœurs et toute ma famille ;

A toute les chères personnes dans ma vie ;

À mon très cher binôme **Djamel** ;

À tous mes professeurs surtout Dr : **IRKI Ilyes**;

A tous mes collègues de promotion de « juin 2019» ;

SENNAINIA Karim

REMERCIEMENT

REMERCIEMENTS

Ce Travail a été effectué au sein du HALL de Technologie de l'université de Médéa.

Nous tenons à remercier notre dieu qui nous a donné la force et la volonté pour arriver au maximum de notre travail ;

Nous remercions particulièrement notre promoteur **Dr.IRKI Ilyes** pour tout ce qu'ils nous ont apporté comme aides et conseils.

Nous remercions également les membres du jury d'avoir accepté d'examiner ce modeste travail.

Nous remercions nos collègues de la promotion juin 2019.

Et tous les ingénieurs du laboratoire universitaire de génie civil ; AISSOU Nadir, Bilal.

Tous ceux qui ont participé à la réalisation de ce mémoire de près ou de loin.

RESUMES

ملخص

الهدف من هذه الدراسة هو إعادة تنشيط القرميد المدعوم على الملاط العادي المصنوع في مدينة بوغزول ولاية المدية و الذي استخدم كمسحوق مضاف الى الاسمنت بنسب مختلفة (5,10,15,20 و 25%). يتم معالجة القرميد المستخدم بواسطة التكليس بدون صدمة و بالصدمة الحرارية عند 200 و 400 و 800 درجة مئوية، يليه بروتوكول طحن ميكانيكي للحصول على نقاوة بلين تبلغ 5200 سم^2/غ تقريبًا ، و أحسن خليط نتحصل عليه نضيف اليه هيدروكسيد الصوديوم (NaOH) بنسب مختلفة (2،4,6 و 8٪) باعتباره منشط كيميائي.

أظهرت النتائج التجريبية أنه يمكن إعادة تنشيط القرميد بواسطة طحنه بين نسبة 5% الى 15% من مسحوق القرميد. الطريقة المثالية للحصول على أعلى مقاومة هي تكليس مسحوق القرميد في درجة حرارة 400 درجة مئوية مع الصدمة الحرارية بنسبة 10% و بدون إضافة هيدروكسيد الصوديوم.

المفاتيح

مسحوق القرميد ، تنشيط كيميائي، ، تنشيط حراري , طحن، تكليس.

Résumé

L’intérêt de ce travail de recherche est la valorisation des déchets de la brique cuite dans le mortier normalisé. Les déchets de la brique proviennent de la briqueterie de boughazoul (MEDEA) et sont utilisées dans le mortier sous forme de poudre (PBR) par substitution avec le ciment (5, 10, 15, 20 et 25%). la poudre de brique utilisé est traité par calcination sans choc, calcination avec choc thermique, broyé jusqu’une finesse de 5200 cm²/g. le meilleur mélange obtenu est traité en suite par l'ajout d'un activateur alcalin (NaOH) de 2 à 8% avec un pas de 2%.

Les résultats expérimentaux ont montrés l’effet positif des déchets de la brique sur le comportement des mortiers pour un pourcentage de substitution de 5% à 15% en PBR (avec un optimum de 10%). le procédé le plus bénéfique en terme de résistance est de calciner la poudre à 400°C suivi par un choc thermique, avec un dosage de substitution de 10%; sans l'utilisation de l'activateur alcalin. dont il est recommandé au secteur du BTP de le prendre en considération.

Mots clés

Poudre de brique, Activation chimique, Activation thermique, Broyage, Calcination.

Abstract

The object of this research is to valorization of brick powder on the normal mortar. The brick waste used in this study is from the brickyard of boughazoul (MEDEA). Which are used on the mortar as powder by substitution with cement by (5, 10, 15, 20 and 25%). The brick powder used is treated by calcination with and without thermal shock, grinded until SSB value of 5200 cm²/g. The best mixture obtained was treated following by adding an activator alkaline with a step of 2% to 8%.

The experimental result showed the positive effect of brick waste on behavior of the mortar for a percentage of substitution of 5% to 15% in RBP (with an optimum of 10%), the beneficial method in terms of resistance is to calcine the powder at 400°C followed by a thermal shock, with a substitution dosage of 10%, without using an alkaline activator, it’s recommended that the BTP sector to take it into consideration.

Keys words

Brick Powder, Chemical Activation, Thermal Activation, Grinding, Calcination.

SOMMAIRE

Sommaire

Dédicaces

Remerciements

Résumé

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

INTRODUCTION GENERALE

Chapitre I : Synthèse bibliographique

I.Introduction…….....……..3

I.1. Mortier normal.....3

I.1.1. Formulations de mortier normal.....3

I.2. Argile 3

I.3. Origines géologiques 4

I.3.1. Héritage.....4

I.3.2. Transformation.....4

I.3.3. Néoformation 4

I.4. Formation des argiles.....4

I.5. Structure minéralogique des agriles.....4

I.5.1. Minéraux argileux 4

I.6. Classification des minéraux argileux.....4

I.7. Groupe des argiles 5

I.7.1. Kaolinite 5

I.7.2. Composition chimique de kaolinite.....6

I.7.3. Propriétés et rôle des minéraux argileux 6

I.8. Calcination de kaolin 7

I.8.1. Calcination flash.....7

I.8.2. Calcination traditionnelle.....8

I.9. Transformation des argiles pendant un traitement thermique 8

I.9.1. Transformation thermique de Kaolin en Métakaolin par calcination.....9

I.9.2. Métakaolin 10

I.10. Utilisation du métakaolin 11

I.11. Effet de la présence du métakaolin dans la matrice cimentaire.....11

I.11.1. Chaleur d'hydratation.....11

I.11.2. Etat frais : 12
I.11.3. Etat durci 13
I.12. Influence des métakaolins sur les propriétés de transfert 17
I.12.1. Absorption d'eau 17
I.12.2. Réactivité ciment – métakaolin 18
I.13. Métakaolins et la durabilité des bétons 19
I.14. Activation des argiles 20
I.14.1. Introduction 20
I.14.2. Activation mécanique 20
I.14.3. Activation mécanique en présence d'additions 20
I.15. Effet de la finesse des déchets de briques sur un mortier 22
I.15.1. Etat frais 22
I.15.2. Etat durci 23
I.16. Activation thermique 28
I.16.1. Activation des argiles par calcination 28
I.16.2. Réactivité pouzzolanique du kaolin 30
I.16.3. Activation calcique du laitier de haut fourneau 30
I.17. Activation chimique 30
I.17.1. Activateurs alcalins 30
I.17.2. Hydroxyde de sodium 31
I.17.3. Influence de la concentration d'hydroxyde de sodium 31
I.17.4. Carbonate de sodium 34
I.17.5. Silicate de sodium 34
I.17.6. Matériaux précurseurs solides 35
I.17.7. Métakaolin 35
I.17.8. Influence de la teneur en silice 36
I.17.9. Influence de la température de maturation 36
I.17.10. Influence du rapport molaire silicium/aluminium (Si/Al) 37
I.17.11. Effet des activateurs alcalins 37
I.17.12. Cendres volantes 37
I.17.13. Effet de la nature et de la concentration de l'activateur 38

Chapitre II : Étude expérimentale

II.Introduction 43
II.1. Caractérisation des matériaux utilisés 43
II.1.1. Ciment 43

II.1.2. Sable 45
II.1.3. Eau de gâchage 46
II.1.4. Hydroxyde de sodium (NaOH) 46
II.2. Déchets de brique cuite 47
II.2.1. Recyclage des déchets de brique cuite 47
II.2.2. Caractérisation des déchets de brique cuite 47
II.3. Activation de la brique cuite 48
II.4. Caractérisation physique des pâtes de ciments 50
II.4.1. Consistance normale (EN 196-3) 50
II.5. Caractérisation physique de la poudre de brique 51
II.5.1. Composition chimique des ciments par infrarouge (FTIR) 51
II.6. Formulation de mortier normal 52
II.6.1. Formulation des mortiers a base des déchets de briques 52
II.6.2. Séquence de malaxage du mortier EN 196-1 53
II.6.3. Méthode de malaxage du mortier à base des déchets de briques EN 196-1 54
II.6.4. Optimisation du pourcentage du NaOH 54
II.6.5. Préparation et Conservation des Eprouvettes 55
II.7. Les essais sur les mortiers 55
II.7.1. État frais 55
II.7.2. État durci 56
II.8. Variables étudiées 60
II.9. Conclusion 62

Chapitre III : Résultats et interprétations

III.Introduction 64
III.1. Essais sur mortier à base de déchets 64
III.1.1. État frais 64
III.1.2. État durci 67

LISTE DES TABLEAUX

LISTE DES TABLEAUX

Tableau.I.1. Propriétés cristallines et variétés cristallographiques des kaolins. 5
Tableau.I.2. Propriétés physico-chimiques de kaolinite. 5
Tableau.I.3. Composition chimique de kaolinite. 6
Tableau.I.4. Les métakaolins et la durabilité des bétons 19
Tableau.I.5. Résistances en compression (Rc) et en traction (Rt) mesurées à 7 et 28 jours sur les différents échantillons et l'indice d'activité associé (Ic) et (It) respectivement. 29
Tableau.I.6. Maniabilité de mortiers avec et sans NaOH 33

Tableau.II.1. Les différents mortiers réalisés. 43
Tableau.II.2. L'analyse chimique du ciment et composition du clinker. 44
Tableau.II.3. Les caractéristiques du sable d'oued souf. 45
Tableau.II.4. Propriété chimiques. 46
Tableau.II.5. Propriétés physiques. 46
Tableau.II.6. Analyse chimique de la poudre de brique. 47
Tableau.II.8. Séquence de malaxage du mortier normal. 54
Tableau.II.9. Les différentes compositions de mortier avec NaOH 54

Tableau.III.1. Maniabilités des mortiers testés. 64

LISTE DES FIGURES

LISTE DES FIGURES

Figur.I.1. Représentation d'un four flash pour la production du métakaolin 7
Figure.I.2. Courbe thermique différentielle pour la kaolinite 9
Figure.I.3. Modification structurelle visible en XRD (X Ray diffraction) C'est ce caractère amorphe qui intéresse les Géopolymères 11
Figure.I.4. Proportions relatives de l'ultrafin ne dans le béton, exprimées par rapport aux masses et aux surfaces développées en fonction de la surface spécifique de l'ultrafine.....12
Figure.I.5. Evolution de la maniabilité d'un mortier en fonction du taux de substitution en ultrafine par rapport au sable. 13
Figure.I.6. Résistance mécanique en compression de mortiers incorporant différents taux de métakaolin en fonction de la durée de cure 14
Figure.I.7. Evolution de la résistance mécanique à la compression pour différentes teneurs en métakaolin. 15
Figure.I.8. Evolution de la résistance mécanique à la compression en fonction du taux de substitution en métakaolin 15
Figure.I.9. Le retrait en fonction de la durée. 16
Figure.I.10. Absorption d'eau par capillarite de bétons contenant différents taux de métakaolins, à 28 jours et 14 mois 17
Figure.I.11. Absorption d'eau par immersion totale de bétons contenant différents taux de métakaolins à 14 mois 18
Figure.I.12. Effet du pourcentage de laitier sur la résistance à la compression. 21
Figure.I.13. Effet de la finesse de Blaine sur la fluidité de PBR-SCM. 22
Figure.I.14. Variation du temps d'écoulement de l'entonnoir en V funnel PBR-SCM 22
Figure.I.15. Variation de la résistance à la compression avec le contenu en poudre 23
Figure.I.16. Variation de la résistance à la compression avec le contenu en poudre 23
Figure.I.17. Variation de la résistance à la compression avec le contenu en poudre 24
Figure.I.18. Variation de la force de compression avec la finesse de Blaine 24
Figure.I.19. La variation de résistance à la compression en fonction de la finesse de poudre de brique de 5% 25
Figure.I.20. Variation de la résistance à la rupture en traction avec la teneur en poudre.....26
Figure.I.21. Variation de la résistance à la rupture par traction avec la teneur en poudre (F2 = 4300 cm² / g) 26
Figure.I.22. Variation de la résistance à la rupture par traction avec la teneur en poudre (F3 = 5200 cm² / g) 27
Figure.I.23. Variation de résistance à la traction en fonction de la finesse de poudre de brique de 5% 27
Figure.I.24. Variation de résistance à la traction en fonction de la finesse de poudre de brique de 10% 28
Figure.I.25. Étapes du cycle de vie considérées pour la production de NaOH. 31
Figure.I.26. Résistance à la compression (24h) et le temps d'écoulement de mortiers contenant des activants soit dissous dans l'eau de gâchage, ou utilisés comme poudre mélangée avec le liant. 32
Figure.I.27. Résistance relative à 24h par rapport à la résistance de référence (100% ciment) de mortiers contenant différentes concentrations en NaOH et en superplastifiant. Comparaison aux mortiers sans activants. 33

Figure.I.28. Étapes du cycle de vie considérées pour la production de silicate de NaOH 35
Figure.I.29. Résistance mécanique à compression en fonction du processus de durcissement et de la composition de la matrice 36
Figure.I.30. Effet du dosage de NaOH sur le temps de prise d'un mélange contenant 50% ciment et 50% laitier.....40

Figure.II.1. Le ciment utilisé.....44
Figure.II.2. La courbe granulométrique du sable. 45
Figure.II.3. Hydroxyde de sodium 46
Figure.II.4. Protocole de concassage des déchets de brique cuite.....47
Figure.II.5. Courbe granulométrie de poudre de brique. 48
Figure.II.6. Calcination de briques. 48
Figure.II.7. Choc thermique. 49
Figure.II.8. Un protocole de broyage. 50
Figure.II.9. Consistance Vicat.....50
Figure.II.11. Schéma de principe de l'analyse par spectroscopie d'absorption infrarouge.....51
Figure.II.12. Protocole de malaxage.....55
Figure.II.13. Principe de fonctionnement du maniabilimètre LCL. 56
Figure.II.14. Essai de traction par flexion sur mortier.....56
Figure.II.15. Essai de compression sur mortier.....57
Figure.II.16. Essai d'absorption d'eau par capillarité sur mortier. 58
Figure.III.1. Représente le temps d'écoulement en fonction de pourcentage de PBR sans choc thermique.....65
Figure.III.2. Représente le temps d'écoulement en fonction de pourcentage de PBR avec choc thermique..... 66
Figure.III.3. Représente le temps d'écoulement en fonction de pourcentage du NaOH. 67
Figure.III.4. La résistance à la compression en fonction de la substitution en poudre de brique sans choc thermique à 7 jours. 68
Figure.III.5. La résistance à la compression en fonction de la substitution en poudre de brique sans choc thermique à 28 jours. 68
Figure.III.6. La résistance à la compression en fonction de la substitution en poudre de brique avec choc thermique à 7 jours.....69
Figure.III.7. La résistance à la compression en fonction de la substitution en poudre de brique avec choc thermique à 28 jours.....70
Figure.III.8. Évaluation de la résistance à la compression de M-400A-10% en fonction du NaOH. 72
Figure.III.9. La résistance à la traction en fonction de la substitution en poudre de brique sans choc thermique à 7 jours.....73
Figure.III.10. La résistance à la traction en fonction de la substitution en poudre de brique sans choc thermique à 28 jours. 73
Figure.III.11. La résistance à la traction en fonction de la substitution en poudre de brique avec choc thermique à 7 jours.....74
Figure.III.12. La résistance à la traction en fonction de la substitution en poudre de brique avec choc thermique à 28 jours.....74

Figure.III.13. Évaluation de la résistance à la traction de M-400A-10% en fonction du NaOH. 75
Figure.III.14. Absorption d'eau par capillarité de M-NC-X%. 76
Figure.III.15. Absorption d'eau par capillarité de M-200S-X%. 76
Figure.III.16. Absorption d'eau par capillarité de M-200A-X%. 77
Figure.III.17. Absorption d'eau par capillarité de M-400S-X%. 77
Figure.III.18. Absorption d'eau par capillarité de M-400A-X%. 78
Figure.III.19. Absorption d'eau par capillarité de M-800S-X%. 78
Figure.III.20. Absorption d'eau par capillarité de M-800A-X%. 79
Figure.III.21. Absorption d'eau par capillarité de M-400A-10% + NaOH. 79
Figure.III.22. Porosité des mortiers de brique sans choc thermique. 80
Figure.III.23. Porosité des mortiers de brique avec choc thermique. 80
Figure.III.24. Porosité de M-400A-10%.....81
Figure.III.1. Relation entre l'absorption d'eau et de la porosité.....82
Figure.III.2. Relation entre l'absorption d'eau et de la porosité.....83
Figure.III.27. Corrélation entre la résistance et la porosité.....83
Figure.III.28. Corrélation entre la résistance et la porosité.....84

LISTE DES ABREVIATIONS

LISTE DES ABREVIATIONS

Al_2O_3	Oxyde d'aluminium ou alumine
DRX	Diffraction des rayons X
Ca	Calcium
Cl	Chlore
CaO	Oxyde de calcium
CO_2	Dioxyde de carbone
C_2S	Silicate bicalcique
C_3S	Silicate tricalcique
C_3A	Aluminate tricalcique
C_4AF	Alumino –ferrite de calcium
C-S-H	Silicate de calcium hydraté
C/S	Ciment/Sable
Ca(OH)2	Hydroxyde de calcium
CEM I	Ciment Portland
CEM II/A, CEM II/B	Ciment Portland Composé
E/C	Eau/ Ciment
Fe_2O_3	Oxyde de fer
H_2O	Eau
Ic	Indice d'activité en compression
It	Indice d'activité en traction
K	Potassium
K_2O	Oxyde de potassium
KOH	Hydroxyde de potassium
MgO	Magnésium
MK	Métakaolin
MT	Mortier témoin
M-NC-X%	Mortier à base de poudre de brique non calciné
M-200S-X%	Mortier à base de PBR calciné à 200°C sans choc

M-200A-X%	Mortier à base de PBR calciné à 200°C avec choc
M-400S-X%	Mortier à base de PBR calciné à 400°C sans choc
M-400A-X%	Mortier à base de PBR calciné à 400°C avec choc
M-400A-10-Y%	Mortier à base de PBR calciné à 400°C avec choc+ NaOH
M-800S-X%	Mortier à base de PBR calciné à 800°C sans choc
M-800A-X%	Mortier à base de PBR calciné à 800°C avec choc
Na	Sodium
NA	Norme algérienne
NE	Norme européenne
NaOH	Hydroxyde de sodium
Na_2O	Oxyde de Sodium
Na2CO3	Carbonate de sodium
Na2SO4	Sulfate de sodium
N-A-S-H	Gel (Na2O-Al2O3-SiO2-H2O)
Na2CO3·10H2O	Carbonate de sodium déshydrate
Na2CO3·7H2O	Carbonate de sodium heptahydrate
Na2CO3·H2O	Carbonate de sodium monohydrate
OH	Hydroxydes
PAL	Phosphatases alcalines
pKa	Constante d'acidité
PBR	Poudre de brique recyclé
Rc	Résistance en compression
Rt	Résistance on traction
Si	Silicium
SSB	Surface Spécifique de Blaine
SO3	Oxyde du soufre
SiO_2	Oxyde de sodium ou silice
X%	Pourcentage de poudre de brique
Y%	Pourcentage de NaOH
ε%	Porosité

INTRODUCTION GENERALE

1. Contexte

Les ciments sont des produits normalisés de fabrication industrielle faisant partie des matériaux de construction courants. Ils sont destinés principalement à la confection des bétons dans lequel ils jouent le rôle de liant. Les déchets de briques sont des sous-produits de l'industrie des produits rouges. Ils se trouvent en grande quantité au niveau national à cause du nombre élevé de briqueteries et des taux de rejets (briques non conformes où cassées) qu'elles génèrent et qui représentent 10 à 15% de leurs productions.

2. Objectif et intérêt scientifique du sujet

L'objectif de notre étude se focalise sur l'effet de la température de calcination des briques cuites à basse température (200°C, 400°C, 800°C) sans et avec choc thermique, ainsi qu'une procédure de broyage pour avoir une finesse de Blaine d'environ 5200 g/cm². Le produit obtenu est ensuite utilisé pour la préparation des mortiers normaux. Une autre procédure est aussi utilisée pour améliorer les propriétés des mortiers avec l'ajout d'un activateur alcalin NaOH avec différentes pourcentage (2%, 4%, 6%, 8%).

Les mortiers confectionnés sont testés à l'état frais et durci, pour avoir une combinaison d'activation adéquate, vis-à-vis de la maniabilité, et résistances mécaniques des mortiers activés.

3. Subdivisons du travail

Ce mémoire contient trois chapitres :

Le premier chapitre présente une étude bibliographique sur l'effet de calcination du kaolin, l'activation d'argile (mécanique, thermique, chimique), l'effet de la finesse de poudre de brique et l'effet des alcalins sur le mortier à base des déchets de briques.

Le deuxième chapitre consiste à étudier les différentes caractéristiques des matériaux utilisé dans cette étude, le protocole des essais, ainsi que les procédés de réactivation de la brique.

Dans le troisième chapitre on a commenté et interpréter les résultats obtenus, afin de comprendre l'effet de la réactivation mécanique, thermique et chimique sur les propriétés physico-mécaniques des mortiers à base briques cuites.

Finalement, à travers les résultats importants de cette étude, on a présenté à la fin de cette mémoire des conclusions générales et des recommandations.

CHAPITRE I

Synthèse bibliographique

I. Introduction

L'intérêt accordé ces dernières années à l'étude des argiles par de nombreux laboratoires dans le monde se justifie par leur abondance dans la nature, l'importance des surfaces qu'elles développent, la présence des charges électriques sur cette surface et surtout l'échangeabilité des cations inter-foliaires. Ces derniers, appelés aussi cations compensateurs, sont les principaux éléments responsables de l'hydratation, du gonflement, de la plasticité et de la thixotropie. Ils confèrent ainsi aux argiles des propriétés hydrophiles [1].

I.1. Mortier normal

Le mortier normal est un mortier qui sert à définir certaines caractéristiques des ciments et notamment la résistance à la compression. Ce mortier est réalisé conformément à la norme EN 196-1.
Le mortier normal est le mélange d'éléments secs 1:3 avec un rapport E/C = 0,5[2].

I.1.1. Formulations de mortier normal

Mélanger le sable normalisé avec le ciment à tester et l'eau dans les proportions suivantes : 450 ± 2 g de ciment, 1350 ± 5 g de sable normalisé et 225 ± 1 g d'eau.

Avant d'être utilisé pour l'identification de caractéristiques physique et/ou mécanique, ce mortier est malaxé pendant 4 minutes conformément aux prescriptions de la norme :

Introduire l'eau en premier dans la cuve du malaxeur ; y verser ensuite le ciment ; aussitôt après, mettre le malaxeur en marche à vitesse lente.

Après 30 s de malaxage introduire régulièrement les able pendant les 30s suivantes. Mettre alors le malaxeur à sa vitesse rapide et continuer le malaxage pendant 30s supplémentaires.

Arrêter le malaxeur pendant 1 min 30 s. Pendant les 15 premières secondes enlever au moyen d'une raclette tout le mortier adhérent aux parois et au fond du récipient en le repoussant vers le milieu de celui-ci.

Reprendre ensuite le malaxage à grande vitesse pendant 60 s[2].

I.1. Argile

Le terme argile trouve son origine dans le mot grec « **argilos »** dérivé d'argos qui signifie blanc, puis sa traduction en latin : argilla. Cette nomination par les anciens est semble-t-il due à la couleur du matériau utilisé en céramique[3].

L'argile brute contient généralement des particules élémentaires dont le diamètre des grains est inférieur à 2 micromètre (<2μm) qui représente les individus cristallins (phase minérale pure) appelés minéraux argileux responsable de ses propriétés tel que le gonflement, la plasticité et les propriétés d'adsorption. Mais dans les sols, ces particules élémentaires sont en général liées entre elles par des ciments de nature très diverse (carbonates, composés organiques, composés minéraux amorphes ou oxydes et hydroxyde de fer et d'aluminium) au sein d'agrégat de tailles beaucoup plus grandes [4].

Cette Roches composées principalement de silicates en feuillets d'Aluminium, plus ou moins hydratés.
Les plus abondants des roches sédimentaires: 50% des sédiments (69 % des sédiments continentaux). Constituants principaux des sols[5].

I.2. Origines géologiques

I.3.1. Héritage

Le minéral argileux est directement issu de la roche mère sans modification de ses caractéristiques cristallochimiques. C'est un minéral argileux primaire (micas et illite de plusieurs dizaines de microns ; chlorite trioctaédrique…)[6].

I.3.2. Transformation

Les conditions de surface entrainent une modification des caractéristiques cristallochimiques du minéral argileux, néanmoins sa structure de base originelle reste conservée [6].

Ex.: Kaolinite -----> Chlorite ; Smectite ------> Illite

I.3.3. Néoformation

Les conditions de surface entraînent la dissolution des minéraux primaires contenus dans la roche mère (argileux et/ou non argileux). Les cations et anions issus de cette dissolution passent dans la solution du sol. Si les conditions de nucléation et de croissance d'un minéral argileux sont réunies, un nouveau minéral argileux est formé dans le sol. Le minéral argileux est dans ce cas un minéral argileux secondaire néoformé[6]**.**

I.3. Formation des argiles

Les argiles proviennent de l'altération et de la dégradation des roches : altération physique sous l'effet des variations de température, et surtout altération chimique au contact de l'eau qui permet la dégradation en particules très fine. Les conditions dans lesquelles cette dégradation a eu lieu, ainsi que l'état d'avancement de cette dégradation peuvent expliquer la grande diversité des argiles [7]**.**

I.4. Structure minéralogique des agriles

I.5.1. Minéraux argileux

Les minéraux argileux sont des silicates hydratés (il s'agit généralement de silicates d'aluminium mais parfois de silicates de magnésium) dont la structure feuilletée permet de les ranger dans la famille de phyllosilicate [8]**.**

Les phyllosilicates sont pour les plupart des aluminosilicates (oxydes de silicium et d'aluminium).Comme le sont également les zéolites et sont classés en fonction de leur structure microscopique obtenue par diffraction de rayon X [9]**.**

I.5. Classification des minéraux argileux

La classification des argiles et leur nomenclature dépendent de leur composition chimiques et de l'ordre structural. La classification adoptée par le comité de nomenclature de l'Association Internationale pour l'Etude des Argiles varie avec les données structurales. Suivant le mode d'agencement des tétraèdres et des octaèdres on distingue 2 grandes familles de minéraux :

- Les minéraux fibreux qui sont des espèces à pseudo feuillets, par exemples les palygorskites et les sépiolites.
- Les minéraux phylliteux à structures lamellaires. Ces derniers sont les plus répandus et les plus étudiés. Leur classification est basée sur le mode d'association des couches structurales et le degré d'occupation des sites de la couche octaédrique (di ou tri

octaédrique). Selon la séquence d'empilement des couches tétraédriques et octaédriques on distingue des minéraux de type 1/1 (T-O), 2/1 (T-O-T) et 2/1/1(T-O-T-O) [10]**.**

- Les minéraux argileux peuvent se classer en trois principaux types [11]:
  - Les minéraux de type 1 : 1 ou (ou T-O) à une couche d'octaèdre (O) et une couche de tétraèdre (T).
  - Les minéraux de type 2 :1 (ou T-O-T) à une couche d'octaèdre (O) encadrée par deux couches tétraédriques.
  - Les minéraux de types 2 :1 :1 (ou T-O-T-O) à une couche d'octaèdres encadrée par deux couches tétraédriques, et un inter feuillet constitué par une couche d'octaèdres.

I.6. Groupe des argiles

I.7.1. Kaolinite

Les kaolins sont des argiles blanches, friables et réfractaires, composées principalement de kaolinite, soit des silicates d'aluminium. Découverts à l'origine en Chine, ils sont à la base de la fabrication de la porcelaine[12]**.**

A. Propriétés cristallines

Tableau.I.1. Propriétés cristallines et variétés cristallographiques des kaolins[3].

variété cristallographiques des kaolins	a (A°)	b (A°)	c (A°)	**α**(°)	B(°)	**γ**(°)
Kaolinite triclinique	5.16	8.94	7.38	91° 8	104°5	90°
Dickite moniclinique	5.15	8.96	14.45	96 °		
Nacrite moniclinique	5.15	8.96	43	90° 20		

B. Propriétés physico-chimiques [13]

La kaolinite se caractérise par plusieurs propriétés physico-chimiques que sont la différenciés des autre groupes des kaolins .le tableau 3 représente quelques propriétés physico-chimiques de kaolinite :

Tableau.I.2. Propriétés physico-chimiques de kaolinite.

Densité	Durté	Masse molaire (g/mol)	Surface spécifique **(**m^2/g)
2.4 - 2.65	2 - 2.5	258	10 – 22

I.7.2. Composition chimique de kaolinite

La composition chimique de kaolinite est regroupée dans le Tableau.I.3 [13] :

Tableau.I.3. Composition chimique de kaolinite.

Groupe	**SiO_2**	**Al_2O_3**	**Fe_2O_3**	**MgO**	**K_2O**	**MnO**	**PAF**
Kaolinite	45.48-46.8	37.3 - 40.46	0.06 - 0.77	Trace 0.17	Trace 0.42	Trace 0.05	13-14.16

A. Halloysite

L'halloysite étant une argile minérale dioctahedral de type TO de la famille des kaolinites. La structure et la composition chimique de l'halloysite est similaire à celle de la kaolinite, dickite ou nacrite cependant les feuillets les constituant sont séparées par une couche de molécule d'eau si bien que l'équidistance 001 est 10.1 A°. La présence de molécules d'eau entre feuillets entraîne une certaine indépendance des feuillets qui permet leur enroulement en tubes. On explique cet enroulement par le fait que les feuillets seraient soumis à des tensions, la couche octaédrique ayant un réseau légèrement inférieur à celui de la couche tétraédrique [3].

B. Montmorillonite

La montmorillonite, appelée aussi smectite, est un minéral argileux de type TOT dont le feuillet élémentaire est composé d'une couche d'alumine comprise entre deux couches de silice. Une substitution partielle de l'aluminium Al par le magnésium Mg est fréquente .les forces de Van der Waals sont faibles par rapport aux autres forces de liaison. Cela se traduit par une déficience en charge négative nette dans les feuillets en octaédre .Pour cette raison les ions échangeables peuvent pénétrer dans la structure et séparer les couches. La montmorillonite est donc caractérisée par une structure instable qui est affectée par la présence d'eau. Les plaquettes de montmorillonite ont une forme quelconque est de taille très petite [10].

C. Illite

Le feuillet élémentaire est composé d'une couche d'alumine entre deux couches de silice .Dans les couches de silice, un ion Si4+ sur quatre est remplacé par un ion Al3+.Le déficit de charge qui en résulte est compensé par les ions K+ qui assurent des liaisons assez fortes entre les feuillets. On peut aussi rencontrer dans le feuillet de silice certain substitutions isomorphes partielles de Al3 +par Mg2+ et F2 + ainsi que de silicium par l'aluminium. Les particules des illtes sont plates de forme moins régulière que celle des particules de kaolinite [10].

I.7.3. Propriétés et rôle des minéraux argileux

Les propriétés bien particulières des minéraux argileux sont dues à la petite taille, la structure en feuillets et la charge négative des particules. Elles forment avec l'eau des solutions colloïdales qui floculent lorsque les charges de surfaces des particules sont

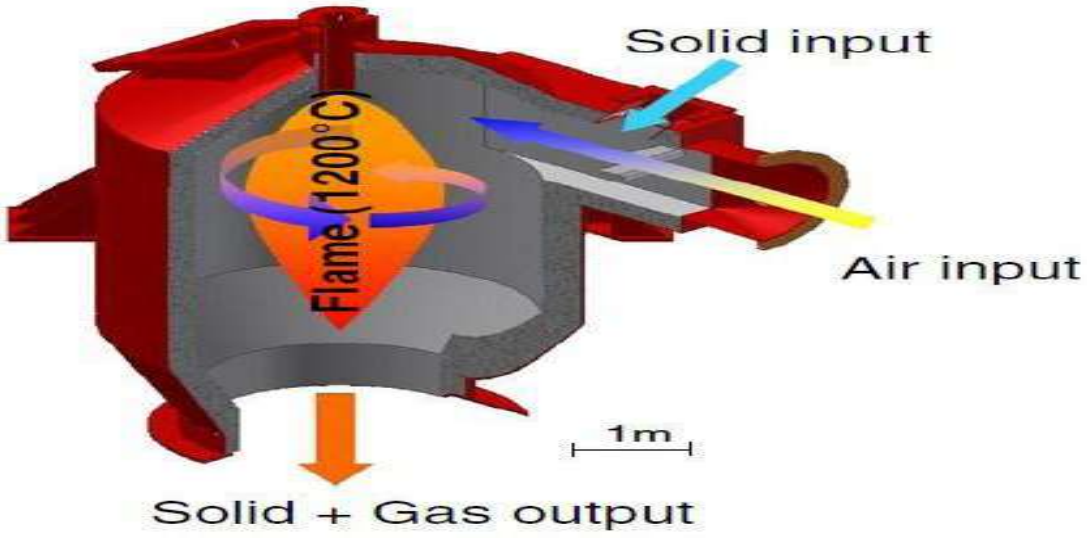
neutralisées par des ions. Ce phénomène est réversible : les particules retrouvent à l'état dispersé lorsque les ions sont éliminés par rinçage. Les argiles fixent l'eau par adsorption à leur surface et augmentent de volume par gonflement. Elles constituent ainsi une réserve d'eau. L'argile sèche développe une tension de succion importante pour l'eau qui peut s'opposer à celle des racines des plantes. Avec adjonction croissante d'eau, la tension de succion diminue, l'ensemble eau- argile devient plastique, puis visqueux et finalement les particules d'argiles se dispersent dans l'eau en formant une solution colloïdale. L'argile imprégnée d'eau qui se dessèche se rétracte et se casse par des fentes de retrait. Les minéraux argileux sont donc susceptibles de capter d'importantes quantités de cations présents dans une phase aqueuse mise en leur contact. Ce phénomène de rétention est appelé phénomène d'échange cationique [1].

I.7. Calcination de kaolin

La calcination est une technique de préparation d'échantillon effectuée en présence d'air sur une matière. Elle est utilisée en métallurgie pour la transformation des métaux en toutes sortes de dérivés, ou pour la transformation du calcaire en chaux et kaolin en métakaolin. Cette technique provoque des réactions physiques et/ou chimiques et met ainsi l'échantillon dans un état de référence.

I.8.1. Calcination flash

La calcination flash, est une calcination très rapide de quelques dixièmes de secondes à deux secondes environ. Le four flash présente une chambre où un grand volume d'air circule. Le flux tourne à grande vitesse et maintient les particules en suspension, dans la partie du four où la transformation thermique est souhaitée. A la fin les particules retombent et refroidissent très rapidement. Dans leur travail San Nicolas et al**.,** expliquent le fonctionnement d'un four flash d'un producteur de Métakaolin. Au cours de la première étape, un courant d'air chaud ascendant prend l'argile séchée sur un tamis de 200 µm, d'où il est introduit dans le four de calcination (Figure.I.1) [11]. Les particules d'argile tournent autour de la flamme (qui a une température comprise entre 1000 et 1200 ° C), quelques dixièmes de seconde, assez de temps pour atteindre 700 °C, avant d'être envoyé aux cyclones de refroidissement rapide à 100 °C.



Figur.I.1. Représentation d'un four flash pour la production du métakaolin [11].

Bien que la cinétique de nombreuses transformations physiques et chimiques à l'intérieur d'un solide à haute température sont assez rapides, les conditions flash peuvent engendrées des transformations peuvent être incomplète, à cause du refroidissement brusque et la gelée de la cinétique de changement [13]. La forme de la matière introduite et généralement pulvérulente en suspension dans un gaz, alors que les fours rotatifs, la matière ou le solide est sous forme de boulet.

I.8.2. Calcination traditionnelle

Dans la calcination lente industrielle, la déshydroxylation est complète après avoir mené lentement l'échantillon à une température suffisamment haute (entre 1400° C et 1500° C) pendant un degré suffisamment long (une voir plusieurs heures).

En cimenterie, le four est un tube en acier (avec revêtement intérieur de briques réfractaires) de 4 à 5 m de diamètre et de 50 à 90 m de long dans le procédé par voie sèche (150 m pour la voie humide), en appui sur des roulements allant jusqu'à huit. Il est légèrement incliné (3.5% par rapport à l'horizontale). Le four tourne à des vitesses de rotation comprises entre 1 et 4 tr/min.

La matière solide pénètre à l'amont du four où s'achève la décarbonatation et progresse jusqu'à la zone de clinkérisation (environ 1450 °C). Le temps de parcours est de l'ordre d'une heure. Le cycle de traitement est comme suit [14]:

- ✓ La décomposition des argiles qui s'effectuent au-dessus de 500 °C.
- ✓ La décarbonatation du calcaire qui se situe à 950 °C.
- ✓ La clinkérisation à 1450 °C qui se produit en partie aval du four.

I.8. Transformation des argiles pendant un traitement thermique

En 1887, Le Chatelier, lors de ses recherches sur les argiles, montra qu'on pouvait se baser sur les anomalies thermiques qui se présentent en cours d'échauffement pour établir une classification des minéraux. Il supposait une série de transformations qui dépendaient de la structure d'origine, variant de 150 à 770 °C. Selon les gammes de déshydratation, Le Chatelier a tenté une classification de l'argile comme exemple les minéraux hydratés, en distinguant cinq catégories. Mais cette procédure reposait sur des preuves très minces.

En 1910, H.E. Ashley a noté que la perte d'eau colloïdale peut se poursuivre jusqu'à 300 °C. Entre 500 et 575 °C, l'eau combinée est expulsée. Dans la même année J.W. Mellor et A.D. Holdcroft ont constatés que la déshydratation de l'argile n'a pas de température fixe, mais que la décomposition est appréciable à 500 °C [15].

En 1927 à Paris, J. Orcel appliquait la procédure thermique différentielle dans sa forme moderne à l'étude des minéraux argileux. Depuis ce temps cette procédure a été utilisée dans l'étude des argiles par de nombreux chercheurs dans de nombreux pays différents. En 1945 S. Spiel et al. Ont tracés une courbe thermique différentielle pour la kaolinite (Figure I.2). La réaction endothermique entre environ 500 °C et 700 °C correspond évidemment à la déshydratation de la matière minérale [16].

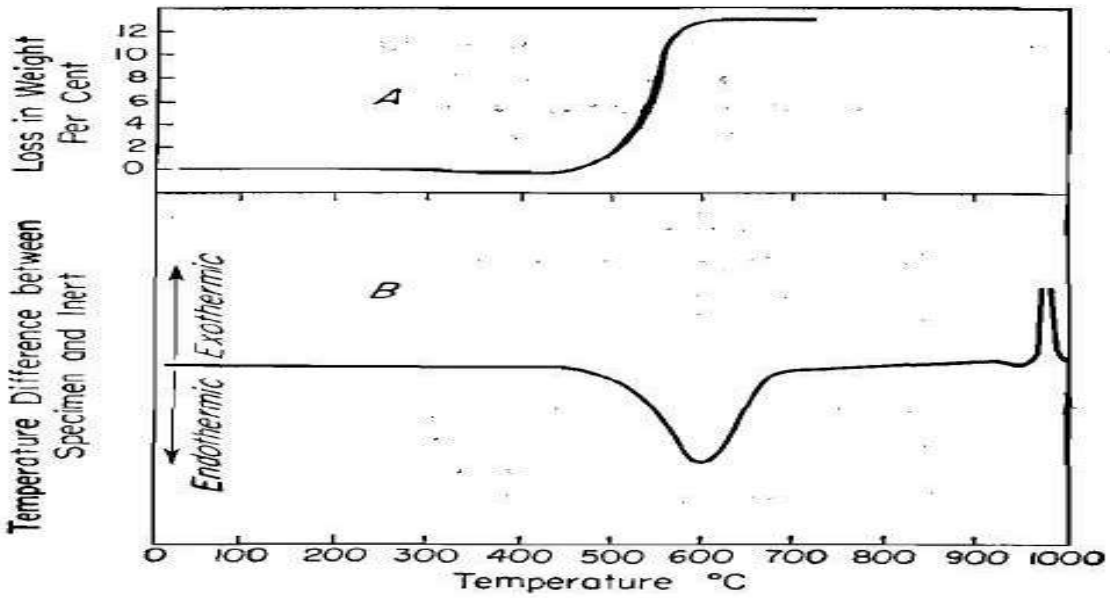


Figure.I.2. Courbe thermique différentielle pour la kaolinite [16].

Les minéraux argileux renferment différents types de molécules d'eau ou de groupe OH dans leur structure. L'analyse thermique peut détecter les transformations thermiques dans les argiles. Dans la majorité des cas, les courbes d'analyse thermique comportent différents niveaux de perte d'eau, ce qui engendre des réorganisations structurales.

Le premier niveau, se situe entre 80 et 200°C. On observe le dégagement de ; (1) l'eau libre circulant dans la roche surtout dans les macropores sous l'effet de la pression atmosphérique et la température. (2) L'eau liée aux forces de Van der Waals, car en surface, les minéraux attirent les molécules d'eau en formant une couche d'eau d'environ 1nm d'épaisseur. (3) l'eau interfoliaire entre les feuillets des minéraux argileux dans le cas d'une argile gonflante.

Le deuxième niveau qui commence de 500°C. Cette perte d'eau structurale ou des groupements d'OH engendre une déshydroxylation où le réseau des minéraux argileux connaît un réarrangement aux niveaux de la structure.

I.9.1. Transformation thermique de Kaolin en Métakaolin par calcination

A. Procédés de calcination

En préambule aux méthodes de calcination, il est important de noter que [17]

- la qualité du métakaolin dépend du kaolin de départ et de sa sélection en carrières
- le taux de kaolinite, donc la chimie influence fortement la réactivité et le mode de réaction du produit
- la préparation du kaolin avant calcination est également un paramètre à prendre en compte :

- Mise en boulets pour un four rotatif.
- Broyage – sélection pour obtenir une poudre fine pour le four flash.

- Il faut un contrôle strict de la calcination (température, temps de résidence)
- Il faut un contrôle adapté du produit fini : test de réactivité, test de la qualité de calcination qui doivent garantir la fiabilité et la régularité du produit.

Il existe divers procédés que l'on peut essentiellement regrouper en deux catégories :

- En fours rotatifs ou à lit circulant :
- Four à plateau (type Herreshoff)
- Four rotatif
- En fours dit Flash :
- Four type Torbedcalciner
- Four type FCB

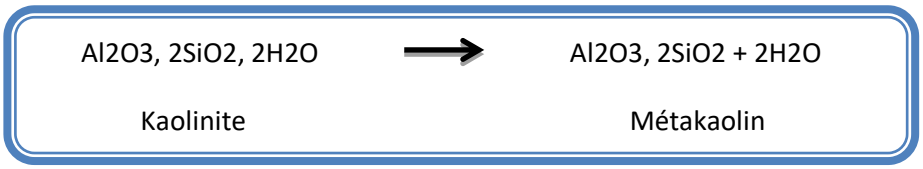
I.9.2. Métakaolin

Poudre de grande surface spécifique obtenue par calcination broyage ou broyage calcination d'une argile composée majoritairement de kaolinite. Le métakaolin est constitué principalement de particules de silicate d'alumine amorphes ayant des propriétés pouzzolaniques ; il est composé essentiellement de 'SiO2' et de 'Al2O3' réactifs.

Les températures de calcination sont comprises entre 600 °C et 850 °C suivant le degré d'ordre de la kaolinite. Il se produit une réaction de déshydroxylation du matériau avec une destruction de la structure cristalline initiale conduisant à une amorphisation du matériau. Le métakaolin se présente sous forme pulvérulente ou sous forme de suspension.

La présente définition du métakaolin ne couvre pas les produits provenant de la calcination d'argiles autres que la kaolinite ou de l'incinération de boues de papèteries et d'autres déchets industriels [18].

La réaction de déshydroxylation de la Kaolinite en métakaolin est une réaction endothermique[18]:



Le métakaolin peut appartenir à la famille des ultrafines, particules minérales de dimension inférieure à 10 µm, utilisées dans les bétons pour améliorer les propriétés mécaniques et la durabilité.

Les bétons contenant du métakaolin peuvent dans certains cas présenter des comportements similaires à ceux contenant de la fumée de silice.

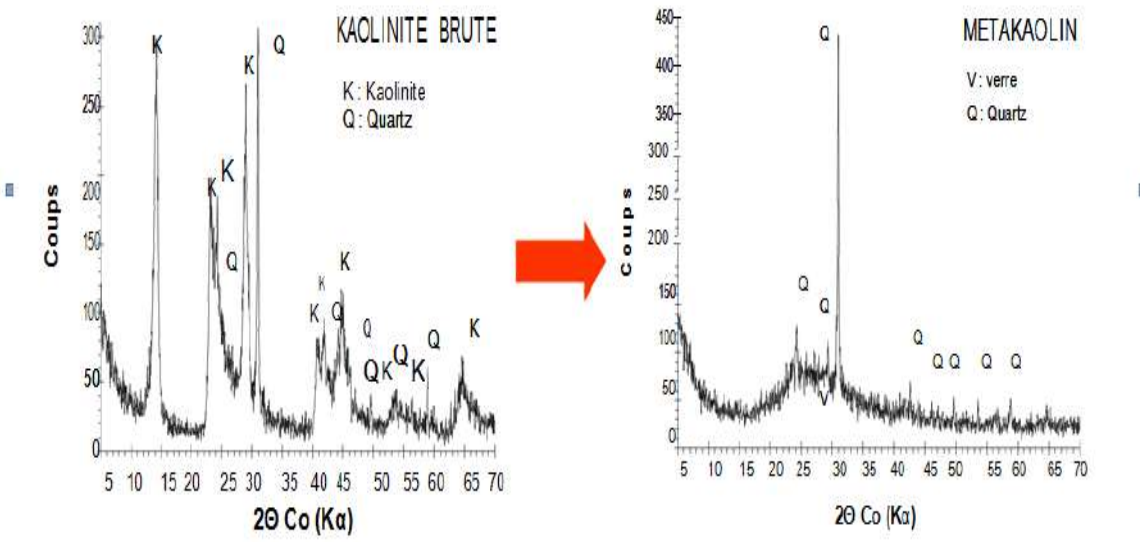


Figure.I.3. Modification structurelle visible en XRD (X Ray diffraction) C'est ce caractère amorphe qui intéresse les Géopolymères [18].

I.9. Utilisation du métakaolin

Le métakaolin est une pouzzolane de synthèse et sa première utilisation, antérieure à 1962, concerne le béton de barrage de Jupia Dam au Brésil **[**19**].**L'introduction de matériaux à propriétés pouzzolaniques comme le métakaolin, en remplacement d'un pourcentage du ciment Portland dans les mortiers et bétons peut être envisagée car ces pouzzolanes sont utilisées pour réagir avec la Portlandite pour produire des hydrates de nature proche de ceux du ciment. La réglementation ASTM 618-71 sur le ciment indique qu'une pouzzolane est un matériau siliceux ou silico-alumineux[20], ne possédant pas ou peu de propriétés liantes en lui-même, mais qui, lorsqu'il est finement broyé et en présence d'eau, peut réagir chimiquement avec l'hydroxyde de calcium (Ca(OH)2) à température et pression ordinaires pour former un liant [19].

Les pouzzolanes sont classées en deux groupes : naturelles et artificielles. Les pouzzolanes naturelles proviennent surtout des roches volcaniques dans lesquelles le constituant amorphe est le verre produit lors du refroidissement suivant la fusion. Les pouzzolanes artificielles les plus couramment utilisées sont les cendres volantes de centrales thermiques, les fumées de silice, la bauxite calcinée, les cendres de balles de riz et des latérites calcinées,. Des travaux ont montré que les argiles calcinées étaient des pouzzolanes de synthèse réactives.[21-25].

I.10. Effet de la présence du métakaolin dans la matrice cimentaire

I.11.1. Chaleur d'hydratation

Selon Wu et Young**,** l'effet accélérateur est dû à la finesse du métakaolin (surface spécifique importante), celle-ci constituant un grand nombre de sites de nucléation favorables au développement des hydrates lors de l'hydratation du ciment **[**26**].**

L'augmentation de la vitesse de réaction d'hydratation de la pâte « ciment plus métakaolin » s'accompagne d'une augmentation de la chaleur dégagée [27], [28]. Les auteurs cités ont constaté que pour un taux d'incorporation de 10 % en métakaolin, le pic de chaleur

dégagée est à son maximum dans les deux premiers jours. Il en est de même pour le même taux en fumée de silice [29]. Au-delà de ce taux de substitution, le dégagement de chaleur est limité par l'effet de dilution.

I.11.2. Etat frais :

A. Rhéologie :

Les caractéristiques rhéologiques des bétons déterminent leur aptitude à l'écoulement et au remplissage des moules. La rhéologie des bétons est évaluée par des tests comme l'essai d'affaissement, de maniabilité ou d'étalement et boîte en L (ces deux derniers étant spécifiques aux BAP). Les caractéristiques rhéologiques conditionnent la pompabilité ou l'aptitude des bétons à être moulés.

Malgré une proportion massique relativement faible sur l'ensemble du béton, les métakaolins en tant qu'ultrafines jouent un rôle déterminant sur les caractéristiques rhéologiques du béton. Ceci est principalement lié à l'importante surface spécifique développée par les ultrafines.

Pour mieux percevoir l'impact des ultrafines sur les caractéristiques du béton frais et durci, on peut exprimer leur proportion par rapport aux autres constituants en considérant les rapports de surfaces développées plutôt que les rapports massiques (Figure.I.4) [30].

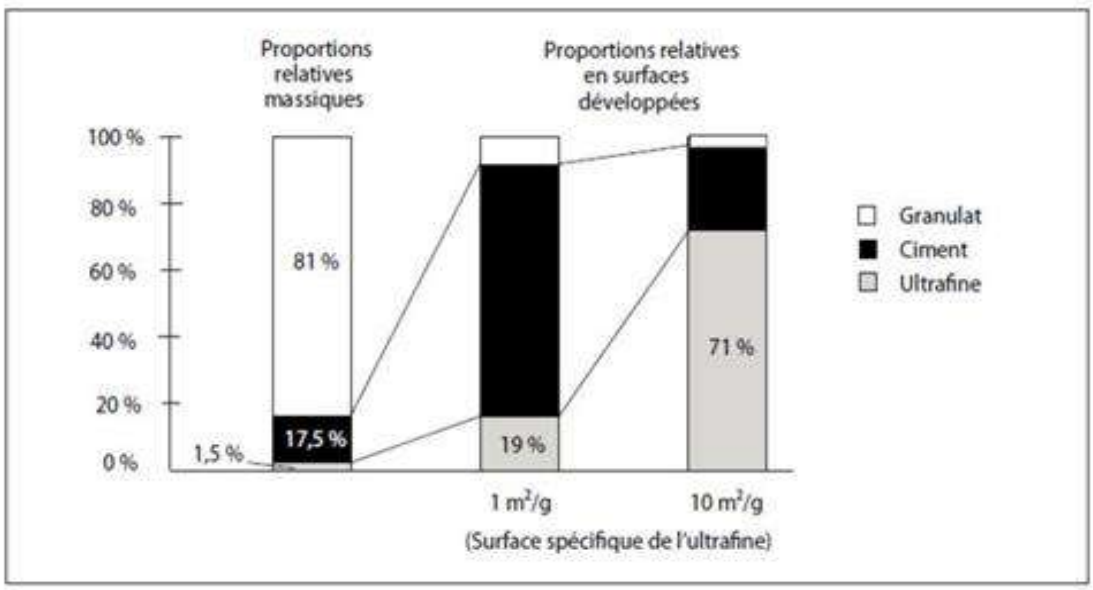


Figure.I.4. Proportions relatives de l'ultrafin ne dans le béton, exprimées par rapport aux masses et aux surfaces développées en fonction de la surface spécifique de l'ultrafine[30].

La figure montre que pour un béton contenant 30 kg/m^3 d'une ultrafine (soit 1,5% en masse) dont la surface spécifique est de 10 m^2/g, la surface développée par cette ultrafine représente 71 % de la surface développée par l'ensemble des constituants. Or, comme nous l'avons vu précédemment, les métakaolins ont une surface spécifique supérieure à 10 m^2/g. Donc, même si on substitue un faible taux de ciment par du métakaolin, il y aura un impact sur la rhéologie du béton. Rougeau a ainsi observé une nette diminution de la maniabilité LCL sur les mortiers avec du métakaolin (Figure.I.5)[30].

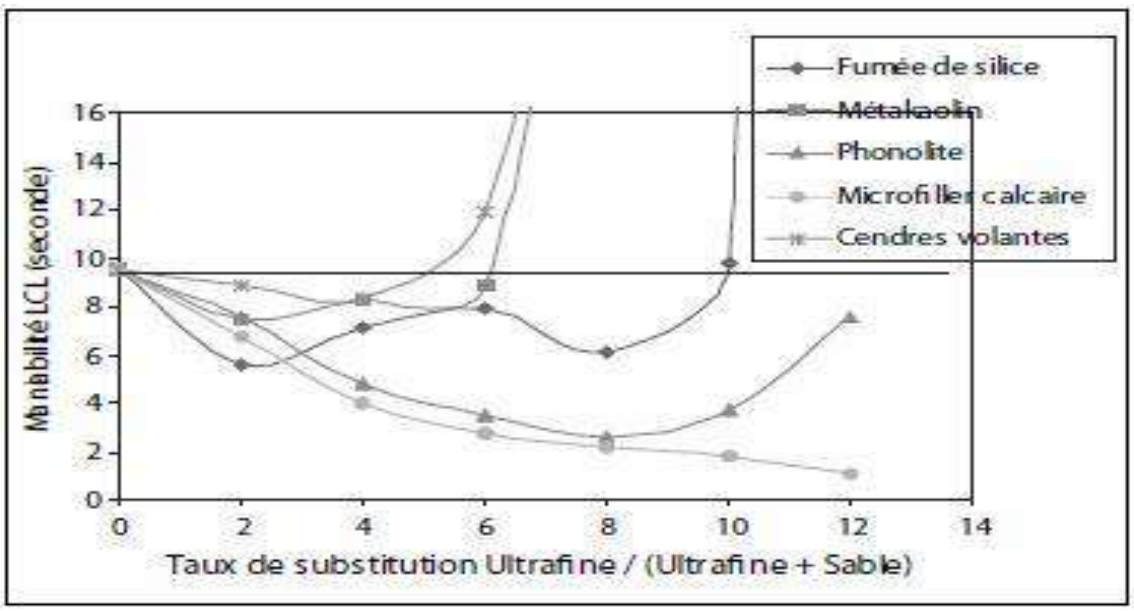


Figure.I.5. Evolution de la maniabilité d'un mortier en fonction du taux de substitution en ultrafine par rapport au sable[30].

Cette diminution de la maniabilité est due à la demande en eau plus grande du métakaolin. Plusieurs auteurs [31, 32] ont travaillé sur la demande en eau des métakaolins dans des pâtes, mortiers et bétons en concluant toujours que la demande en eau augmentait avec la quantité de métakaolin introduite. Pour maintenir une fluidité constante, deux solutions sont envisagées :

- Soit on augmente la quantité l'eau [33] ce qui entraine une diminution des performances à l'état durci (résistance et durabilité).
- Soit le mélange est adjuvante avec un superplastifiant haut réducteur d'eau ce qui permet de maintenir de bonnes performances [34]. C'est ce qui est préconisé en général.

De plus, Moulin [35] affirme que le métakaolin augmente significativement la thixotropie du mélange entre 5 et 90 minutes, comparativement à un mélange contenant uniquement du ciment. Ce dernier point pourrait s'avérer avantageux pour faciliter le démoulage immédiat. Cependant cette influence n'a pas été confirmée par d'autres chercheurs.

I.11.3. Etat durci

A. Résistance mécanique

La littérature est unanime sur le fait que les matériaux cimentaires incorporant du métakaolin (MK) présentent des résistances mécaniques à la compression qui sont, par comparaison à celles des matériaux de référence (0% de MK) :

- inférieures aux jeunes âges (jusqu'à 24 heures, voire 48 heures) ;
- égales ou supérieures à moyen et long terme (dès 48 heures, voire 7 jours).

Néanmoins, la variété de la nature des ciments et des MK fait que les études divergent en ce qui concerne les taux optimums de substitution de MK au ciment.

Khatib et al ont mesuré la résistance mécanique en compression de deux mortiers avec l'incorporation de différents taux de métakaolin (0, 5, 11 et 15 %) [36].

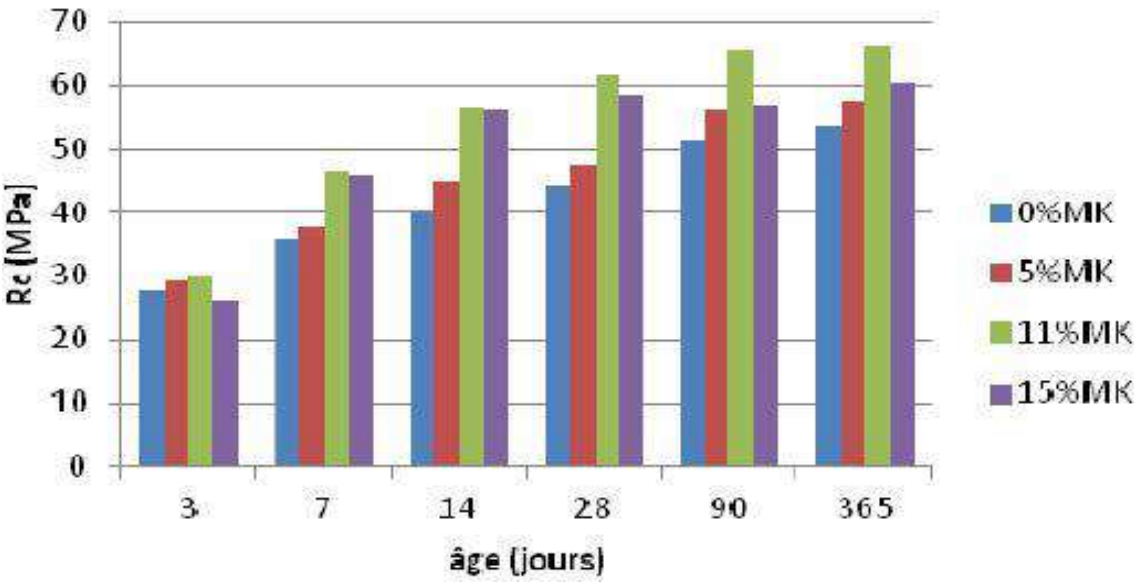


Figure.I.6. Résistance mécanique en compression de mortiers incorporant différents taux de métakaolin en fonction de la durée de cure[36].

Ils ont constaté que la résistance mécanique augmente en incorporant du métakaolin. Pour ces mortiers, le taux de 11 % de substitution semble être un taux optimal car la résistance est la plus importante dans les différentes échéances de cure.

Les histogrammes de la Figure.I.6 montrent que, dès 7 jours, le gain en résistance avec l'incorporation de métakaolin est plus important par rapport au témoin sans métakaolin. Ce dernier contribue à l'accroissement de la résistance mécanique entre 3 et 7 jours, ce qui correspond vraisemblablement à une période où la cinétique de la réaction pouzzolanique est la plus élevée. Ces conclusions sont confirmées par Poon et al. Lorsqu'ils ont mesuré les résistances à la compression sur des pâtes cimentaires incorporant du métakaolin[37].

Différents auteurs ont conclu que l'augmentation la plus importante de la résistance mécanique est observée pour un taux de métakaolin autour de 10 %[38-40],[18].

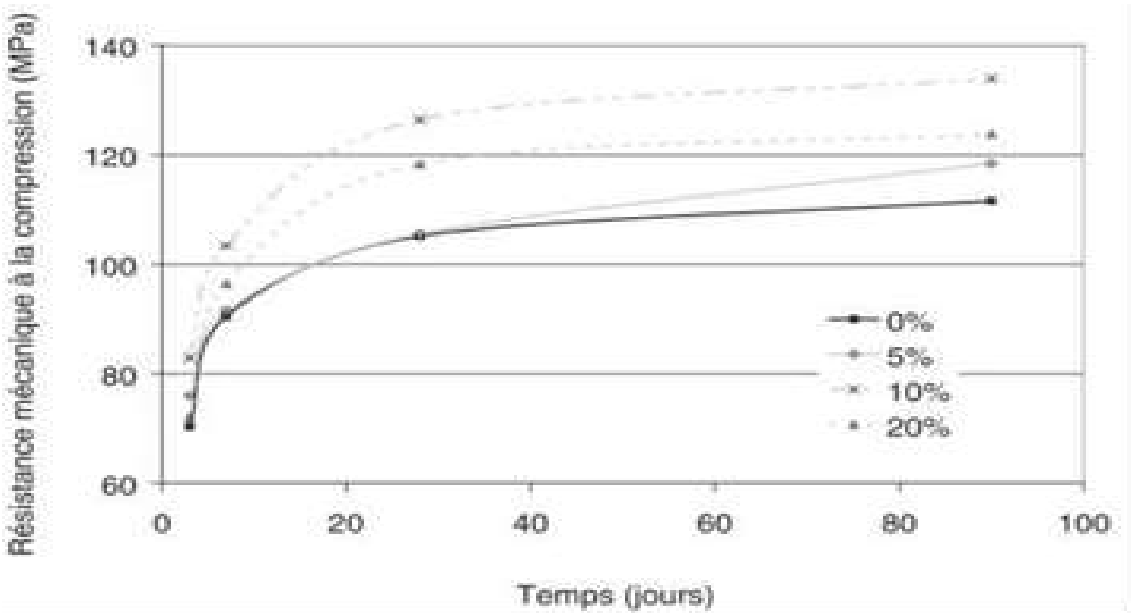


Figure.I.7. Evolution de la résistance mécanique à la compression pour différentes teneurs en métakaolin [37].

Wild et al. ont trouvé un pourcentage optimale de 20% [41] , alors que d'autres chercheurs ont trouvé un pourcentage de 25% (Figure.I.8) [18, 42]**.**

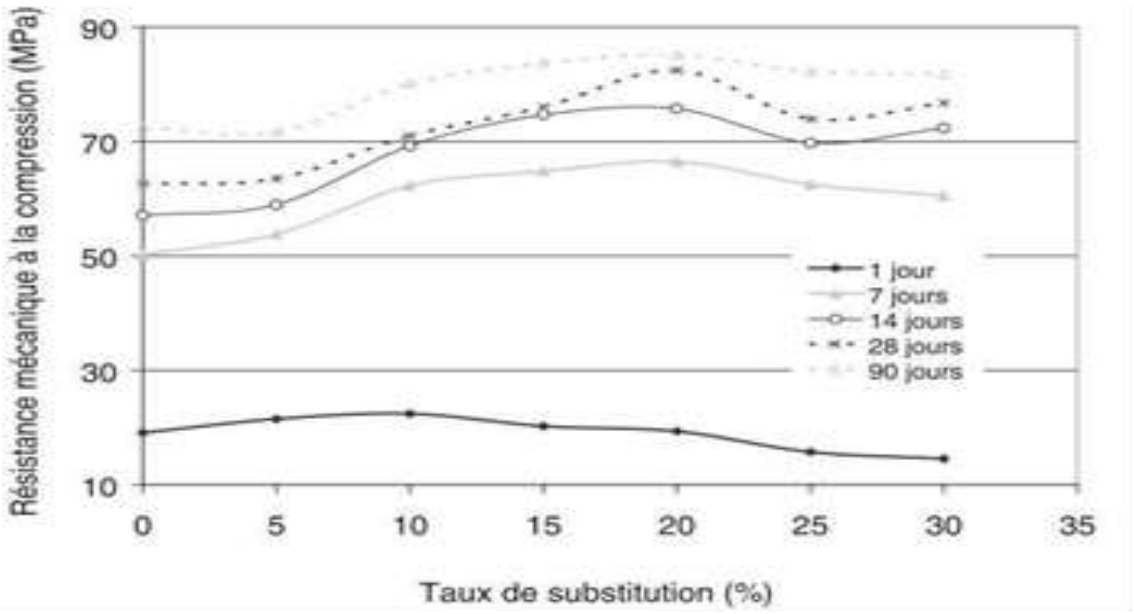


Figure.I.8. Evolution de la résistance mécanique à la compression en fonction du taux de substitution en métakaolin [41].

B. Retrait

Des résultats contradictoires apparaissent également dans la littérature en ce qui concerne les variations dimensionnelle s des matériaux cimentaires à base de MK, ici encore en raison de la variété des produits utilisés.

Lorsque la mesure débute à partir de 24 heures après le malaxage :

- ✓ soit un retrait endogène est observé sur béton et il augmente avec le taux de substitution de MK au ciment jusqu'à 15% (Figure.I.9) [43].
- ✓ soit, sur pâtes, un gonflement est mesuré jusqu'à 14 jours entre 0% et 25% de substitution, excepté au taux de 10%, puis un retrait (endogène) est visible et augmente jusqu'à un maximum de 10% de substitution, puis devient comparable au mélange de contrôle au-delà de 15% **[38].**
- ✓ soit, sur pâtes, le retrait endogène augmente jusqu'au taux de 10% alors qu'il diminue pour les taux de 15% et 20% [39]**.**

  Gleyze et al, ont montré que le retrait endogène diminue dans les pâtes cimentaires avec l'augmentation du taux de substitution au ciment jusqu'à 20%. L'efficacité de MK à réduire le retrait est plus prononcée lorsque le rapport eau/liant augmente. En s'affranchissant de l'effet de dilution, ces auteurs montrent qu'une grande part de la réduction du retrait est due à l'activité pouzzolanique de MK [40].

  En mesurant également le retrait total, les chercheurs ont conclues que la structure poreuse plus fine dans les bétons incorporant du MK favorise le retrait par perte d'eau due à l'auto-dessiccation plutôt qu'à la diffusion vers l'environnement extérieur[43], ce qui conforte les résultats de [40].

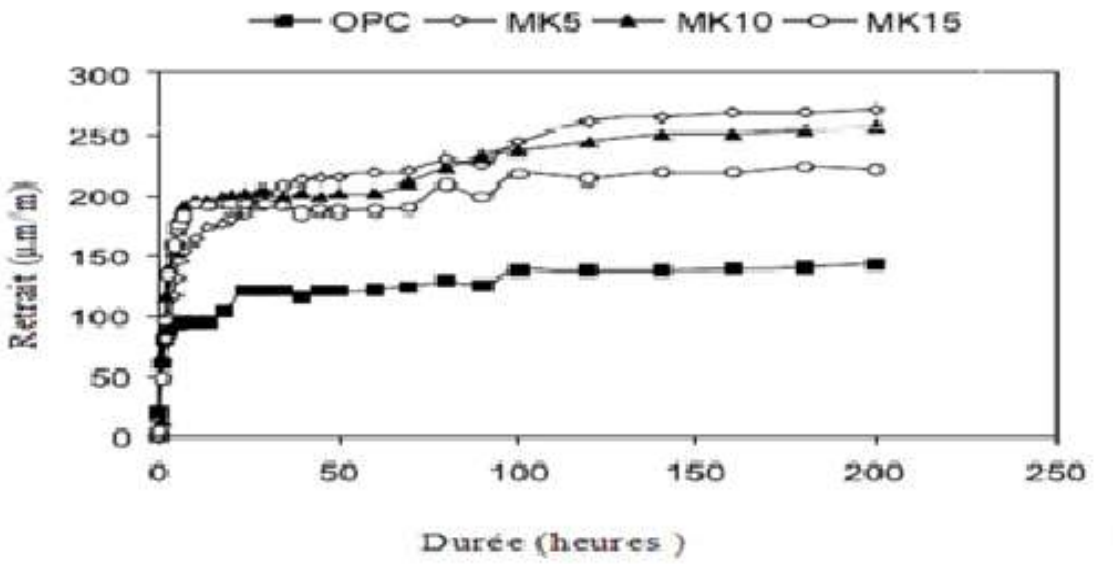


Figure.I.9. Le retrait en fonction de la durée.

C. Apports des métakaolins

Les réactions pouzzolaniques des métakaolins consomment la portlandite et produisent des C-S-H et des C,A-S-H secondaires très denses. Les matériaux dans lesquels sont introduits les métakaolins sont donc moins vulnérables aux agressions qui déclenchent la dissolution de la portlandite et par voie de conséquence, une perte de cohésion du matériau (attaques acides, composés organiques, eau pure).

L'apport en silice que constituent les métakaolins joue également un rôle d'accélérateur sur l'hydratation du C3S, par l'effet de nucléation due à l'addition d'une fine dans une matrice cimentaire).

Enfin, l'intensité de la réactivité des métakaolins conduit à une réduction de l'auréole de transition et à une interface pâte/granulat dont l'adhérence est meilleure, ce qui influe sur les caractéristiques mécaniques du béton (résistance à la compression et module d'élasticité). L'ensemble de ces effets entraîne une densification de la matrice cimentaire qui réduit sa perméabilité et sa diffusivité.

En tant que fillers, si les métakaolins permettent l'optimisation de la compacité du squelette granulaire et l'homogénéité de la pâte, leur demande en eau étant, pour certains d'entre eux, importante, le recours au superplastifiant peut être une nécessité qu'il convient de maîtriser précisément[19].

I.11. Influence des métakaolins sur les propriétés de transfert

I.12.1. Absorption d'eau

L'absorption d'eau dans un milieu poreux tel que le béton résulte du transfert d'eau à travers la porosité dite « capillaire ». D'après les résultats de Courard et al, il apparait que les métakaolins diminuent l'absorption d'eau des bétons (Figure.I.10). Dans cette étude, le taux de substitution optimal est de 20 % [33].

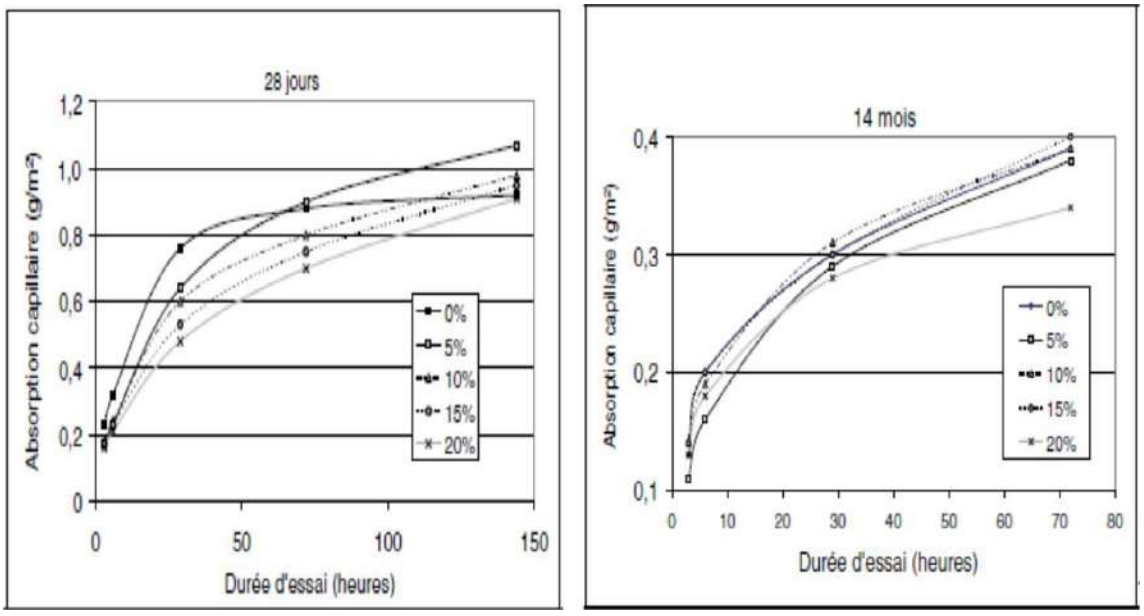


Figure.I.10. Absorption d'eau par capillarite de bétons contenant différents taux de métakaolins, à 28 jours et 14 mois[33].

Ce résultat découle de la densification de la matrice cimentaire par les produits des réactions pouzzolaniques. Les hydrates formés segmentent la porosité capillaire, réduisant ainsi les capacités d'absorption d'eau du béton. Courard et al ont étudié également le comportement des bétons avec métakaolins lors d'une immersion totale dans l'eau. À 28 jours, l'absorption d'eau tend à augmenter légèrement avec le taux de métakaolins (Figure.I.11) [33].

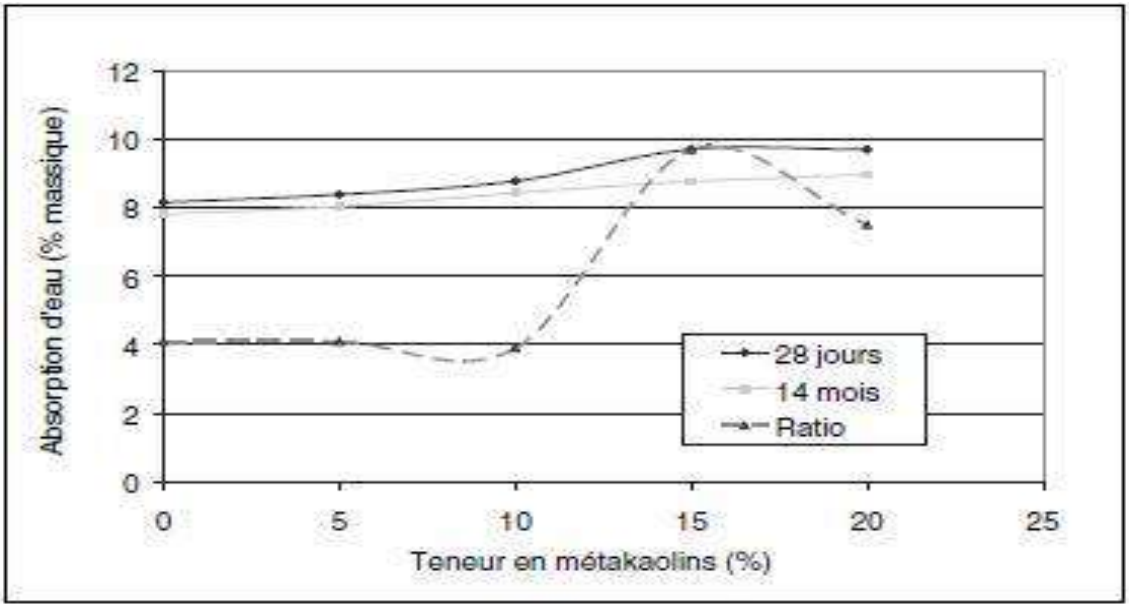


Figure.I.11. Absorption d'eau par immersion totale de bétons contenant différents taux de métakaolins à 14 mois **[**33**]**.

I.12.2. Réactivité ciment – métakaolin

Les mortiers contenant du ciment et du métakaolin sont plus visqueux que des mortiers contenant uniquement du ciment lorsqu'ils sont formulés avec un ratio eau/liant identique. Afin d'obtenir des consistances identiques, il est alors indispensable d'augmenter le dosage en superplastifiant [44],[45]. L'incorporation de métakaolin dans les ciments permet une meilleure hydratation des anhydres du ciment. Elle provoque l'apparition d'une porosité fermée favorable à la résistance mécanique et à la durabilité des matrices cimentaires, due à la formation d'une plus grande quantité de C-S-H et à l'absence de connexions des pores. A ce titre, le métakaolin, utilisé en substitution partielle du ciment Portland, permet d'améliorer, les performances mécaniques des bétons et mortiers. En effet, les chercheurs obtiennent de bonnes résistances mécaniques à 28 jours sur des mortiers mixtes formulés avec un ciment Portland substitué à 10% ou à 20% avec du métakaolin : elles sont supérieures (107 MPa à 28 jours) à celles obtenues avec un mortier contenant 100% de ciment Portland (100 MPa) [27]. Ils observent également que la distribution des diamètres des pores d'un mortier mixte de ciment Portland et de métakaolin est déplacée vers de plus petites valeurs (0,01 µm pour les mortiers mixtes 80/20 contre 0,05 µm pour le mortier normalisé). Comme la porosité d'un mortier formulé en partie avec du métakaolin diminue, celui-ci permet d'augmenter la résistance des bétons et des mortiers aux agressions chimiques et continues d'un milieu saturé en chlorures et des milieux sulfaté en diminuant le coefficient de pénétration des ions chlorures et sulfates dans la matrice cimentaire. La consommation de l'hydroxyde de calcium contenu dans le ciment Portland par les métakaolins permet également de supprimer le phénomène des efflorescences qui rendent très délicate la coloration des bétons [46],[47]**.**

I.12. Métakaolins et la durabilité des bétons

Tableau.I.4. Les métakaolins et la durabilité des bétons **[**46**]**.

Carbonatation	Si les métakaolins sont utilisés en addition ou en substitution du ciment dans une formulation de béton avec E/C bas ils limitent le phénomène de carbonatation car ils limitent la porosité du béton et, ainsi la pénétration et la diffusion du CO_2 responsable du phénomène de carbonatation.
Corrosion des armatures par les chlorures	Les études montrent que la diminution de la diffusion des ions chlorures dans la matrice est proportionnelle à sa teneur en métakaolins.
Attaque sulfatique interne	L'ensemble des matériaux pouzzolaniques restreignent l'expansion liée à la formation d'ettringite différée. Parmi ces matériaux les métakaolins sont les plus efficaces au regard de la maîtrise de l'expansion.
Attaque sulfatique externe	Densifiant la matrice cimentaire, les métakaolins limitent la migration des ions sulfate en son sein. La résistance du béton à l'attaque sulfatique externe est également fonction de sa teneur en chaux libre. Le caractère pouzzolanique des métakaolins qui réagissent avec la portlandite minimisent la quantité de chaux libre en solution et donc la vulnérabilité du béton à l'attaque sulfatique.
Attaque chimique	La densité de la matrice cimentaire dans laquelle sont incorporés des métakaolins, en limitant la diffusivité, limite la dissolution et la lixiviation des composés hydratés. La partie aluminate du métakaolin a des propriétés d'absoption des alcalins ce qui améliore aussi la résistance de ses bétons aux attaques chimiques.
Réaction alcali-silice	Rôle inhibiteur vis-à-vis de l'alcali réaction. Cette réaction dépend de l'alcalinité de la solution interstitielle. En effet, la solubilité de la silice réactive augmente de façon exponentielle avec l'alcalinité de la solution pour des milieux basiques, la réduction de concentration en hydroxyles par les métakaolins est donc à la base de la résistance des bétons vis-à-vis de l'alcali réaction.

I.13. Activation des argiles

I.14.1. Introduction

Les kaolinites calcinées se distinguent de la plupart des pouzzolanes actuellement employées, par une vitesse de réaction plus rapide et par une réactivité plus élevée avec l'hydroxyde de calcium libéré par l'hydratation du ciment Portland. Les composés ainsi formés, par exemple, les C-S-H et les hydrates aluminosilicates ont pour effet de diminuer la porosité des mortiers et des bétons, ce qui favorise la durabilité des ouvrages. La consommation de l'hydroxyde de calcium par le métakaolin permet également de supprimer le phénomène des efflorescences. Nous avons, dans un premier temps, choisi de rappeler la définition et les méthodes de mesure de l'activité pouzzolanique[22].

I.14.2. Activation mécanique

L'activation mécanique consiste à augmenter la surface spécifique du ciment ou d'une addition Pouzzolanique par broyage. Ce dernier a pour but de réduire les éléments en une poudre suffisamment fine afin de rendre la matière plus réactive [48],[49].

Les ciments traités mécaniquement par broyage, montrent une augmentation de la résistance à la compression après 28 jours, développant un processus plus rapide d'hydratation et un temps de prise plus court. Une réduction de la taille moyenne des particules entraîne généralement une augmentation du taux d'hydratation [50].

D'autre part, les propriétés physico-chimiques et les propriétés mécaniques des échantillons contenant du ciment activé ont été amélioré en raison de traitement mécanique, le broyage du ciment Portland avec les ajouts cimentaires dans un broyeur jusqu'une surface spécifique de 300 à 500 m^2/ kg. Améliore la taille des particules et de la surface spécifique pour tous les ciments influent directement sur le comportement d'hydratation[49].Généralement, le broyage se fait en présences des adition minérales, pour cela plusieurs chercheurs étudiait l'effet combinée du broyage et des additions minérales ;

Augmenter la surface spécifique d'un liant (ciment ou ciment plus addition) conduit à accélérer le temps de prise et améliorer la résistance mécanique à la compression [49], [51],[52].Ont montré l'influence positive de la finesse de broyage d'un liant composé de ciment et de laitier sur la résistance en compression de mortiers, entre 7 et 90 jours.

Bougara et al ont montré que l'augmentation de la surface spécifique du laitier étudié n'a pas d'effet à court terme sur les résistances de mortiers ; l'a accentuation de la finesse devient en revanche positive à long terme et d'autant plus tôt que le taux des substitution au ciment est plus bas (14 jours à 30% de substitution, 28 jours à 50%) [53].

I.14.3. Activation mécanique en présence d'additions

Le broyage des ciments en présence des additions minérales été l'objet de plusieurs recherches antérieurs, parmi ces additions, les chercheurs étudie l'effet du laitier activé sur les propriétés physiques et mécaniques du ciment. Naceri et al utilisait un ciment, du laitier avec un broyage à jusqu'à l'obtention de la finesse de (3500 cm2/g et 4200 cm2/g) pour des différents dosages choisis de 0 à 45% avec in pas de 15% par rapport au poids de ciment [54].Il a étudié mortier normal avec C/S = 1/3 et E/C = 0,5. Les propriétés physiques étudiées sont : la consistance normale et le temps de début et de fin de prise déterminées par l'essai de Vicat des pâtes pures des ciments préparés (clinker + laitier +

gypse + Eau) à deux finesses de mouture différentes (3500 cm2/g et 4200 cm2/g). Les propriétés mécaniques étudiées des mortiers préparés sont la résistance à la compression et à la flexion sur des éprouvettes normalisées 40x40x160 mm3. Les résultats obtenus, montrent que l'augmentation du pourcentage du laitier permit de :

- L'augmentation de la quantité d'eau nécessaire pour avoir une consistance normale de la pâte du liant.
- L'augmentation proportionnelle des temps de début et de fin de prise.
- L'obtention d'un mortier de résistance acceptable de la quantité de 45% du laitier.

Il a aussi conclu que l'augmentation de la finesse de mouture du liant contribue à une augmentation de la consistante de la pâte de ciment avec ou sans ajout et améliore nettement les résistances mécaniques pour le mortier contenant jusqu'à 30 % de laitier (résistances comparables à celles d'un mortier témoin) [54]**.** Boubekeur et al à étudier aussi l'effet de l'incorporation de différentes quantités de laitier sur les résistances mécaniques des ciments à base du calcaire, l'utilisation du laitier broyé à une finesse d'environ 3400 cm2/g avec le laitier broyé à 3900 cm2/g de finesse. Les résultats obtenus montrent que la substitution du ciment par du laitier a donné des faibles résistances à la compression à jeune âge (2 à 7 jours). Cependant, la résistance des ciments au laitier se rapproche à celle du CEM I à 90 jours, particulièrement pour les ciments avec 20 % et 30 % de laitier [55]**.**

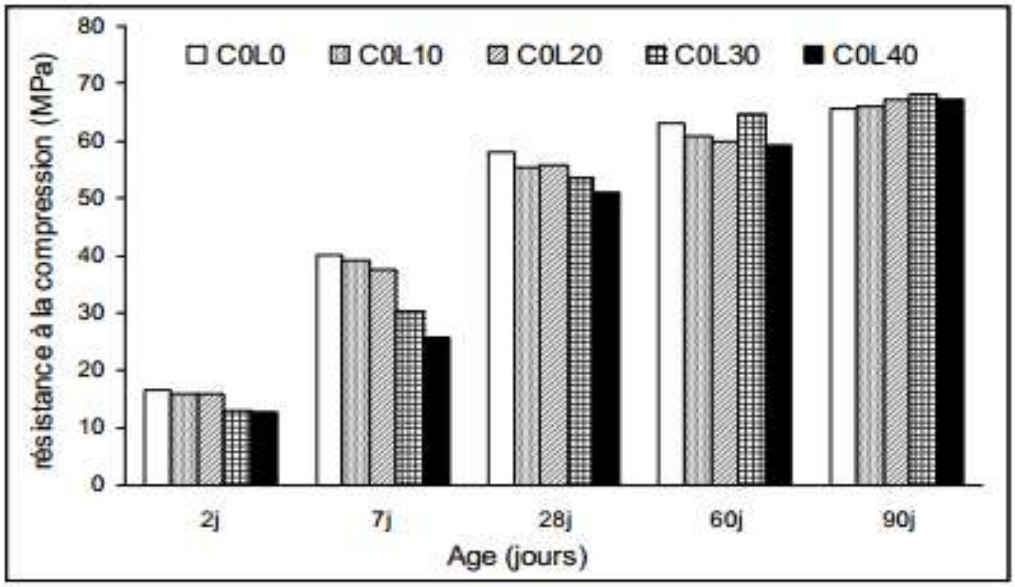


Figure.I.12. Effet du pourcentage de laitier sur la résistance à la compression.

I.14. Effet de la finesse des déchets de briques sur un mortier

I.15.1. Etat frais

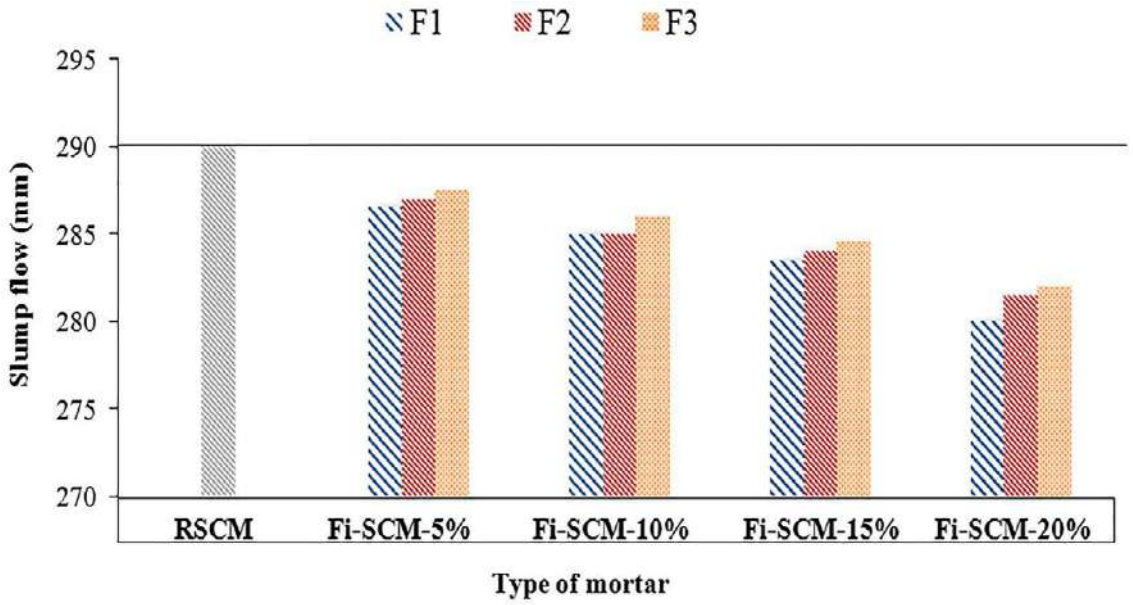


Figure.I.13. Effet de la finesse de Blaine sur la fluidité de PBR-SCM **[56].**

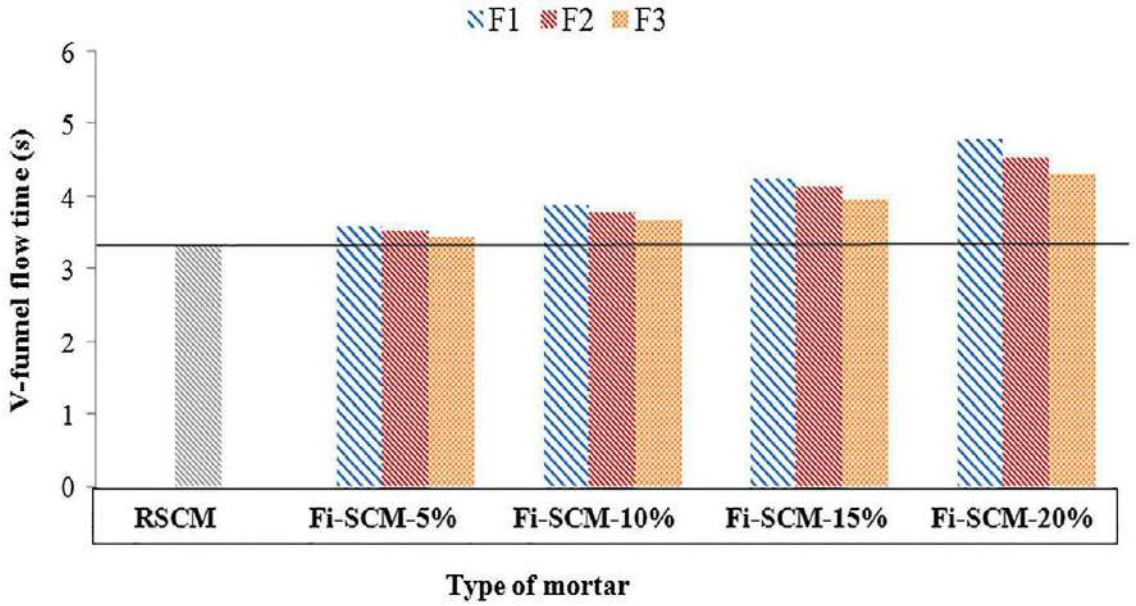


Figure.I.14. Variation du temps d'écoulement de l'entonnoir en V funnel PBR-SCM [56].

La finesse Blaine. Lorsque la finesse de la poudre de brique recyclée est maintenue constante, la fluidité décroît à mesure que le taux de remplacement du PBR augmente. Par rapport aux échantillons contenant du PBR, les mélanges contenant 20% de poudre de brique présentaient un débit inférieur. La réduction moyenne est d'environ 3%. Cela indique que les mélanges contenant plus de 20% de poudre de brique recyclée auront une faible capacité d'écoulement. Ce résultat est cohérent avec une étude récente, Ramin et Renjuan ont indiqué que la brique avait une capacité d'absorption de l'eau élevée[35]**.** La poudre de brique recyclée utilisée dans cette étude était une poudre sèche, qui absorberait l'eau de mélange et par conséquent réduirait la capacité d'écoulement. De l'autre côté,

lorsque le contenu de poudre de brique recyclée est resté constant, la capacité d'écoulement a augmenté à mesure que la finesse de la PBR augmentait. Des résultats similaires ont été rapportés par d'autres chercheurs [57].

I.15.2. Etat durci

A. Résistance à la compression

IRKI et al ont utilisé la poudre de brique cuite, ils ont trouvé que l'augmentation de finesse de la brique cuite induit une augmentation de la résistance à la compression de 12%[56].

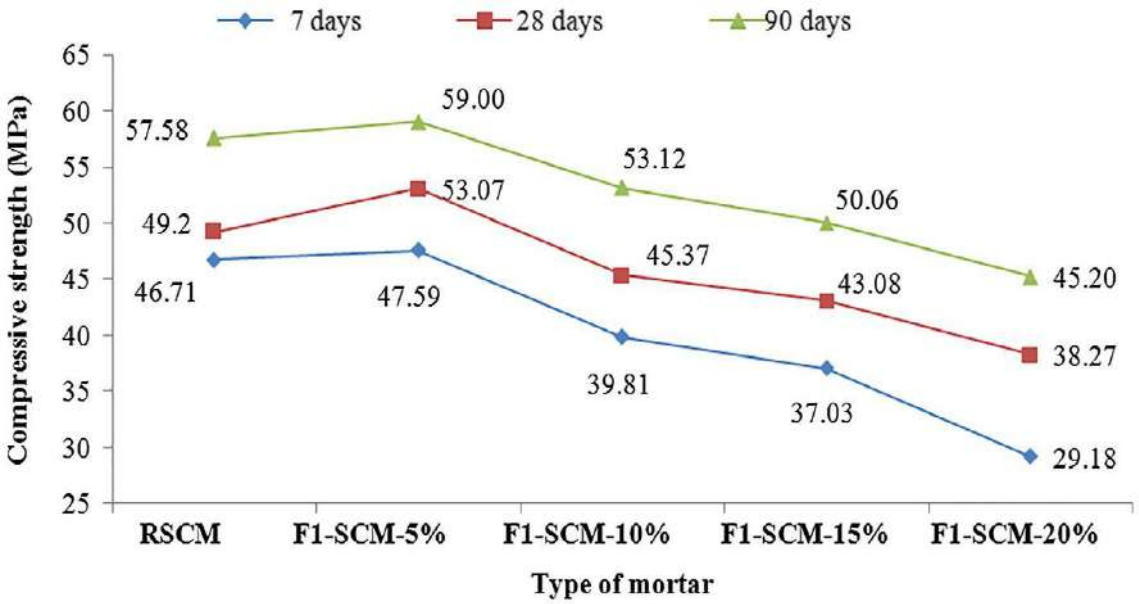


Figure.I.15. Variation de la résistance à la compression avec le contenu en poudre (F1 = 3900 cm² / g) **[**56**].**

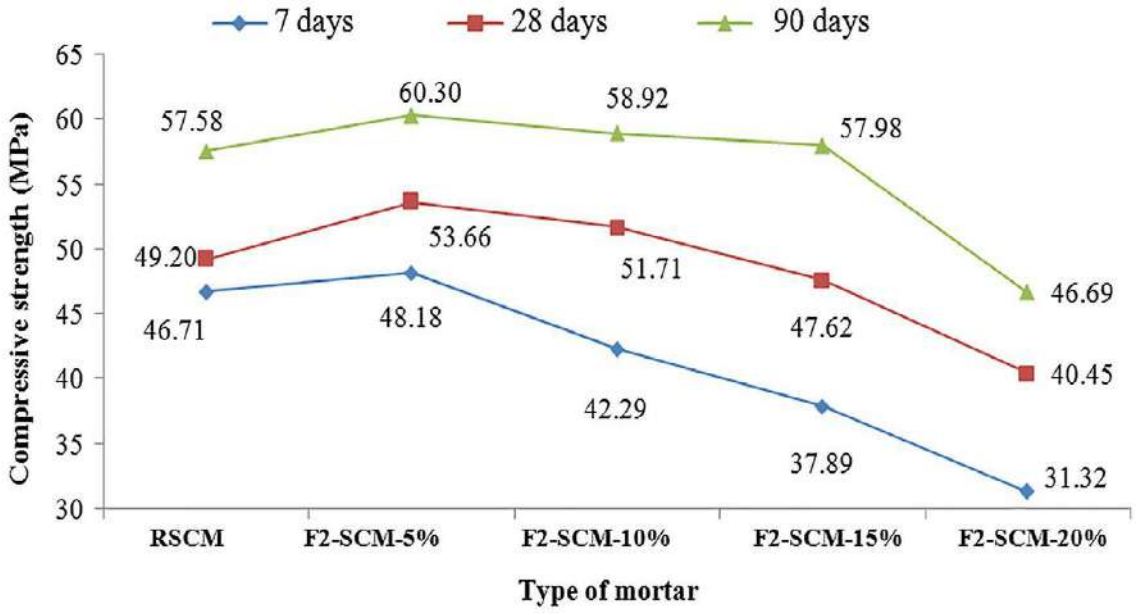


Figure.I.16. Variation de la résistance à la compression avec le contenu en poudre (F2 = 4300 cm² / g) [56].

Plus le contenu du flux PBR converge vers le seuil (augmentation de 30%) de l'autre côté, plus nous augmentons la finesse de Blaine, plus le temps d'écoulement du V- funnel est

amélioré. Ceci s'explique par des perturbations sur l'ouvrabilité du mortier et par conséquent sur l'augmentation de la viscosité, les poudres utilisées ont une surface spécifique élevée, ce qui nécessite un excès d'eau [57],[58].

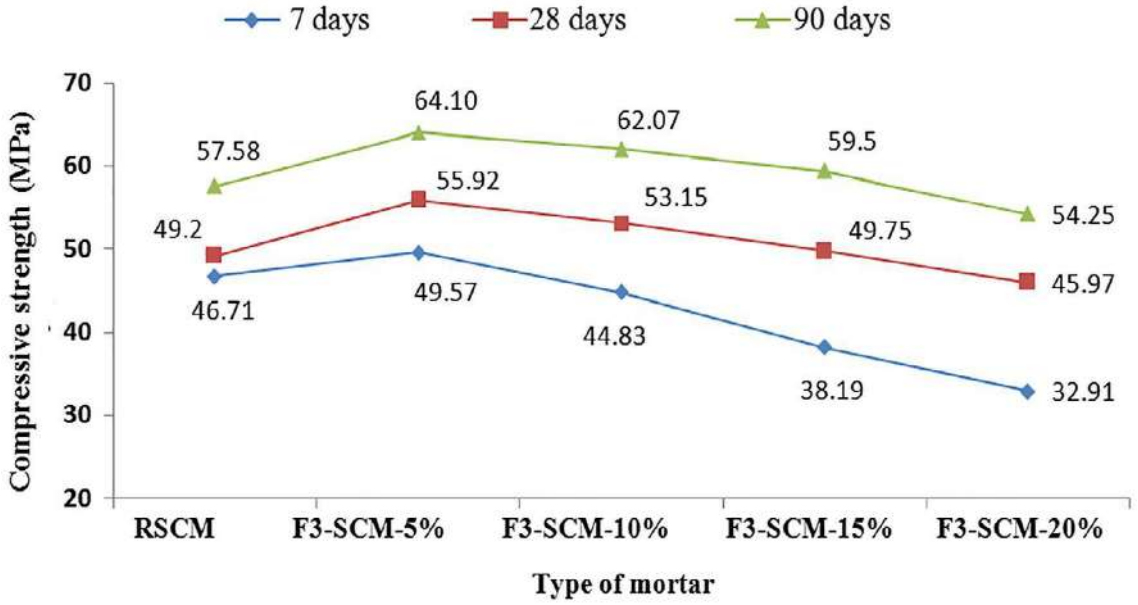


Figure.I.17. Variation de la résistance à la compression avec le contenu en poudre (F3 = 5200 cm² / g) [56].

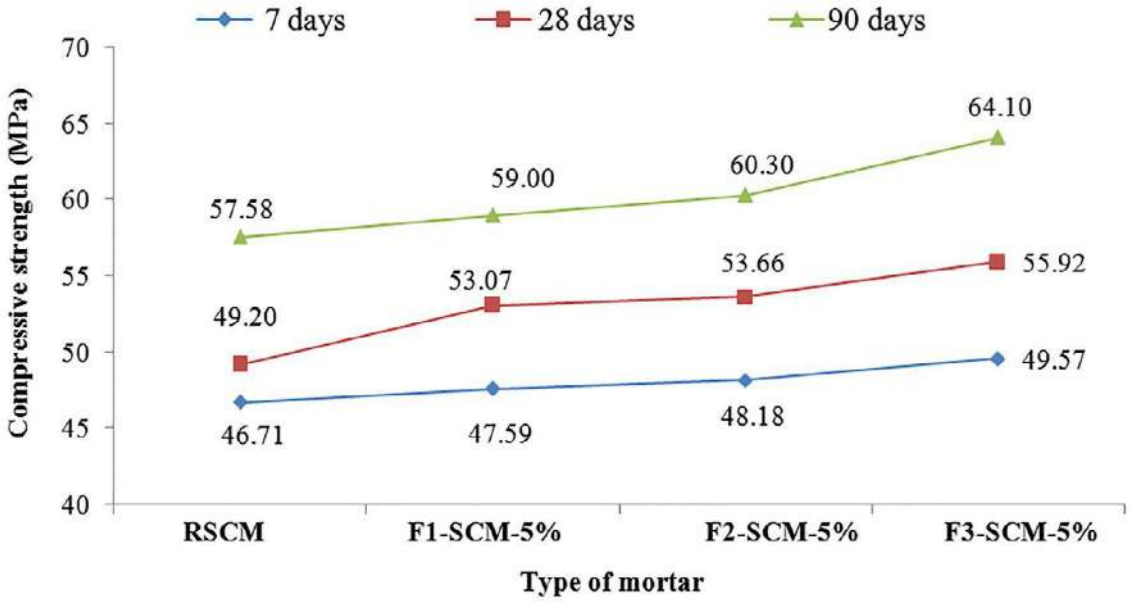


Figure.I.18. Variation de la force de compression avec la finesse de Blaine [56].

Les résultats du test de résistance à la compression sont présentés à la Figure.I.18 Il était remarquable que la résistance à la compression soit augmentée de 5% de substitution en PBR pour toute la finesse de Blaine de 15%. Après cette valeur, la résistance à la compression diminuait en augmentant le volume de substitution, il est à noter que les résistances à la compression des mortiers avaient 10 et 15% de PBR était supérieur au mortier de contrôle pour la finesse Blaine de 4300 et 5200 cm² / g à long terme[56]. Il convient également de noter que cette légère réduction de résistance est comparée au

mortier de contrôle [59], [60]. Aux premiers âges, la résistance à la compression des éprouvettes contenant de la PBR est inférieure à celle du mortier ordinaire. La PBR ne peut pas participer à l'hydratation qui pourrait être due à leur faible activité pouzzolanique. Progressivement à l'âge de 90 jours, l'activité pouzzolanique a entraîné une augmentation significative de la résistance à la compression des mortiers notamment après 28 jours [61]**.** La figure.I.19 montre que plus la finesse de Blaine augmente plus la résistance à la compression augmente. L'importante résistance à la compression de la PBR-SCM peut certainement être liée à la réactivité pouzzolanique de la PBR dans le cas d'une grande finesse de Blaine [56].

(4300, 5200 cm² / g) respectivement, il peut favoriser la réaction pouzzolanique des particules de cette addition avec l'hydroxyde de calcium Ca (OH) 2 libéré par l'hydratation du ciment, ce qui conduit à des processus d'affinage des pores et des grains permettant de renforcer la microstructure et de réduire les microfissuration[62]**,** la résistance à la compression des éprouvettes contenant de la PBR est relativement améliorée, ce qui indique que la pouzzolane artificielle a compensé son retard dans la production de gel de CSH [63].

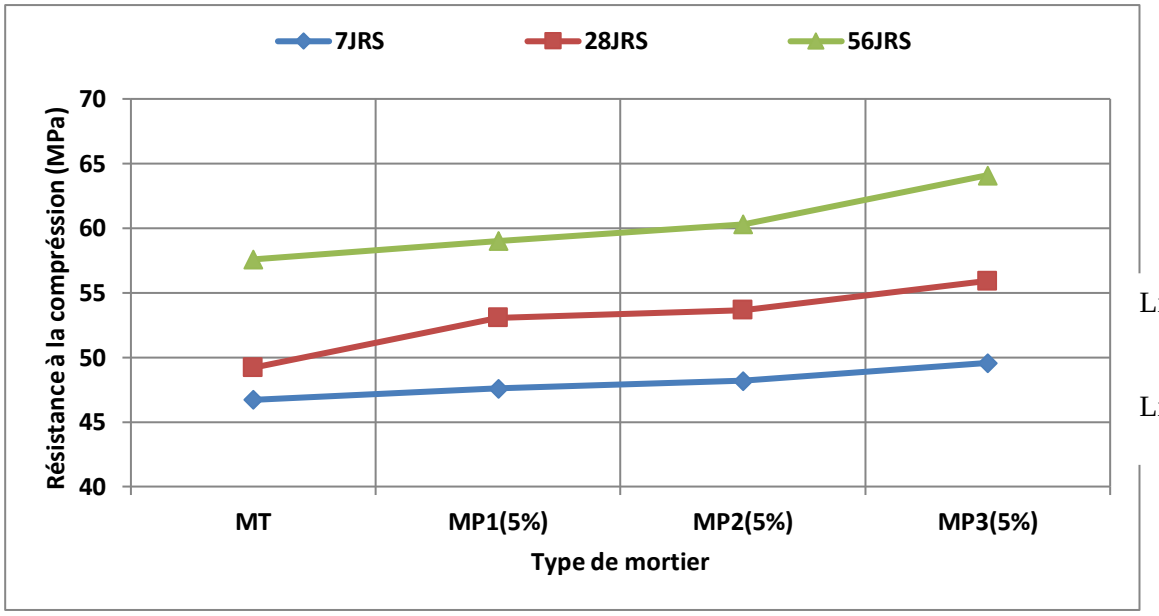


Figure.I.19. La variation de résistance à la compression en fonction de la finesse de poudre de brique de 5% [64].

A partir de la figure.I.19 la résistance augmente en fonction de l'augmentation de finesse et présente la même cinétique au cours du temps. Sur la base, plus on augmente en finesse en gagne en résistance à la compression [64].

B. Résistance à la traction

IRKI et al ont utilisé la poudre de brique cuite, ils ont trouvé que l'augmentation de finesse de la brique cuite induit une augmentation de 95% de la résistance à la traction, pour un dosage de substitution de 5% de ciment**[**[56]**].**

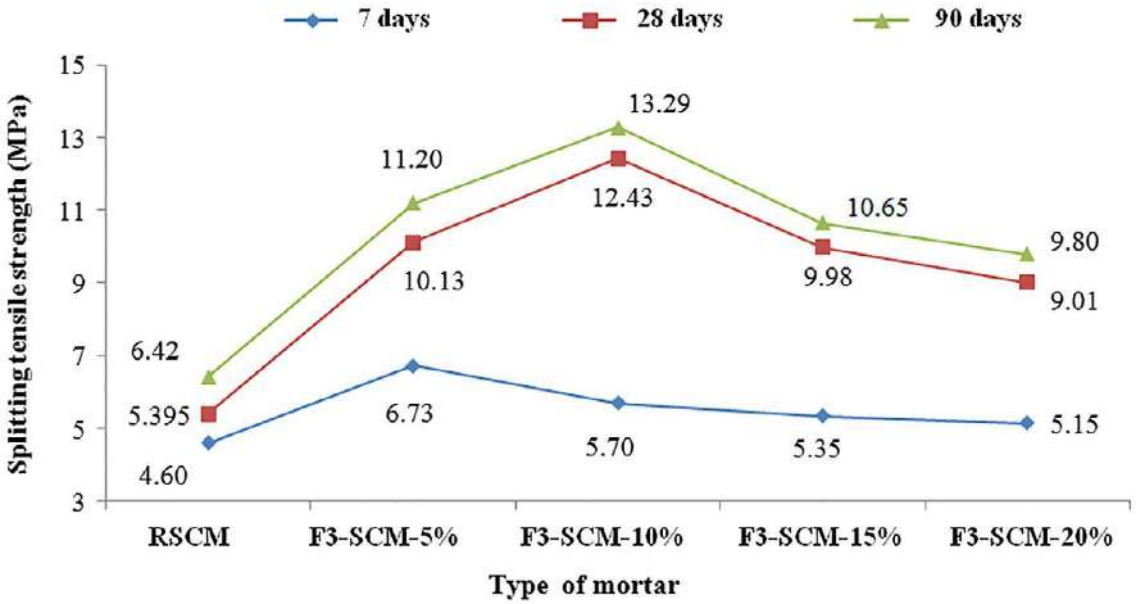


Figure.I.20. Variation de la résistance à la rupture en traction avec la teneur en poudre (F1 = 3900 cm² / g) [56].

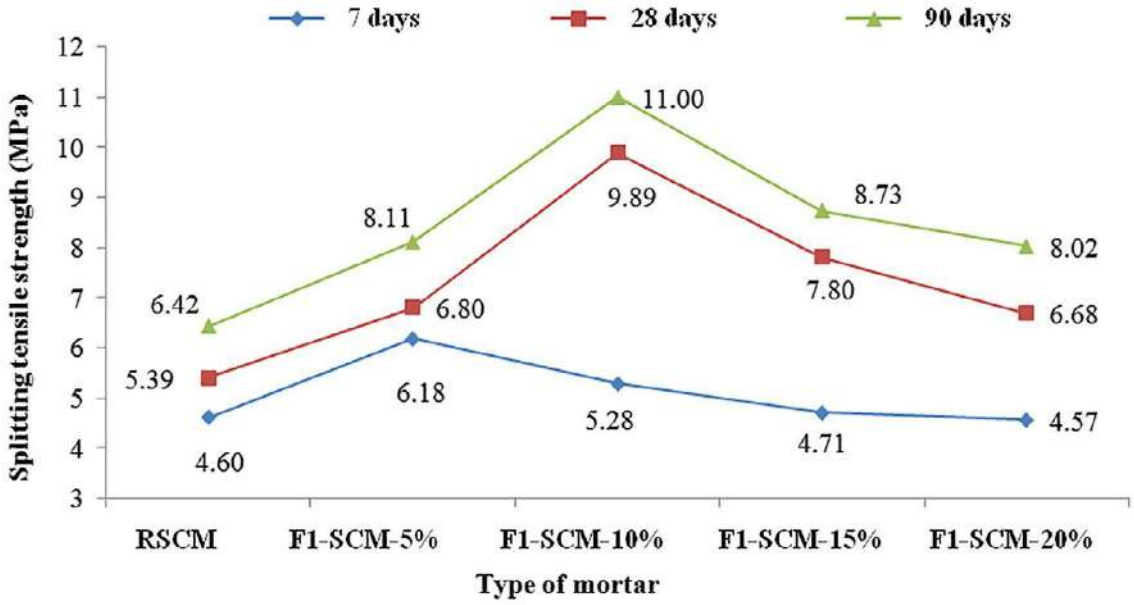


Figure.I.21. Variation de la résistance à la rupture par traction avec la teneur en poudre (F2 = 4300 cm² / g) [56].

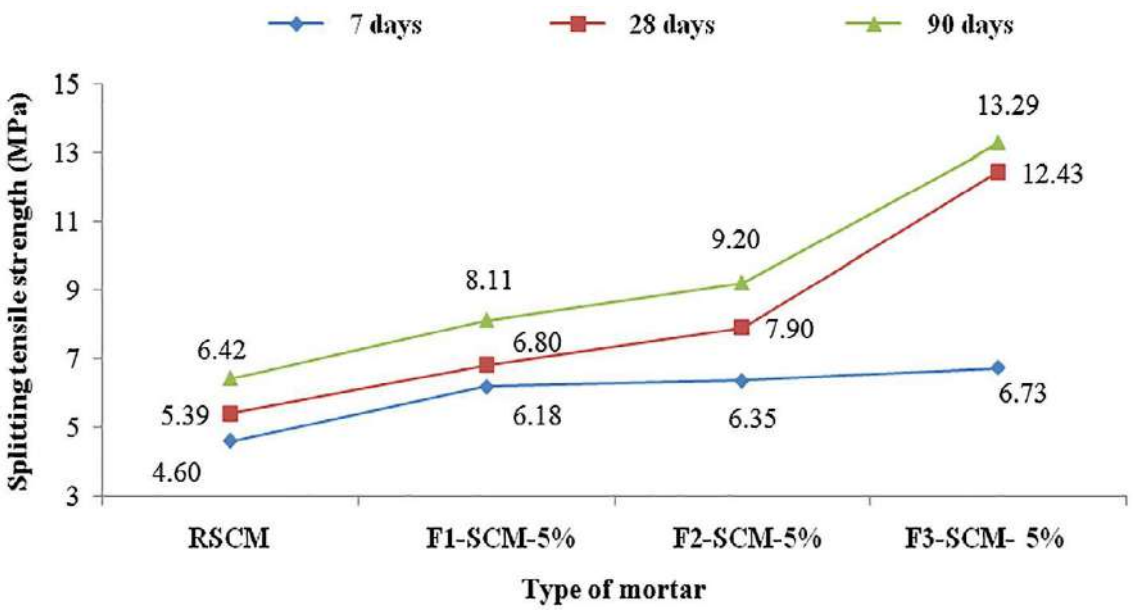


Figure.I.22. Variation de la résistance à la rupture par traction avec la teneur en poudre (F3 = 5200 cm² / g) [56].

La valeur optimale pour cet essai a été enregistrée pour la troisième finesse de Blaine (F3 = 5200 cm² / g) avec une résistance croissante de 105%. Il convient de noter que les résistances à la traction des mortiers avaient 10, 15 et 20% de PBR étaient supérieures au mortier témoin pour la finesse Blaine de 4300 et 5200 cm² / g à long terme [56].

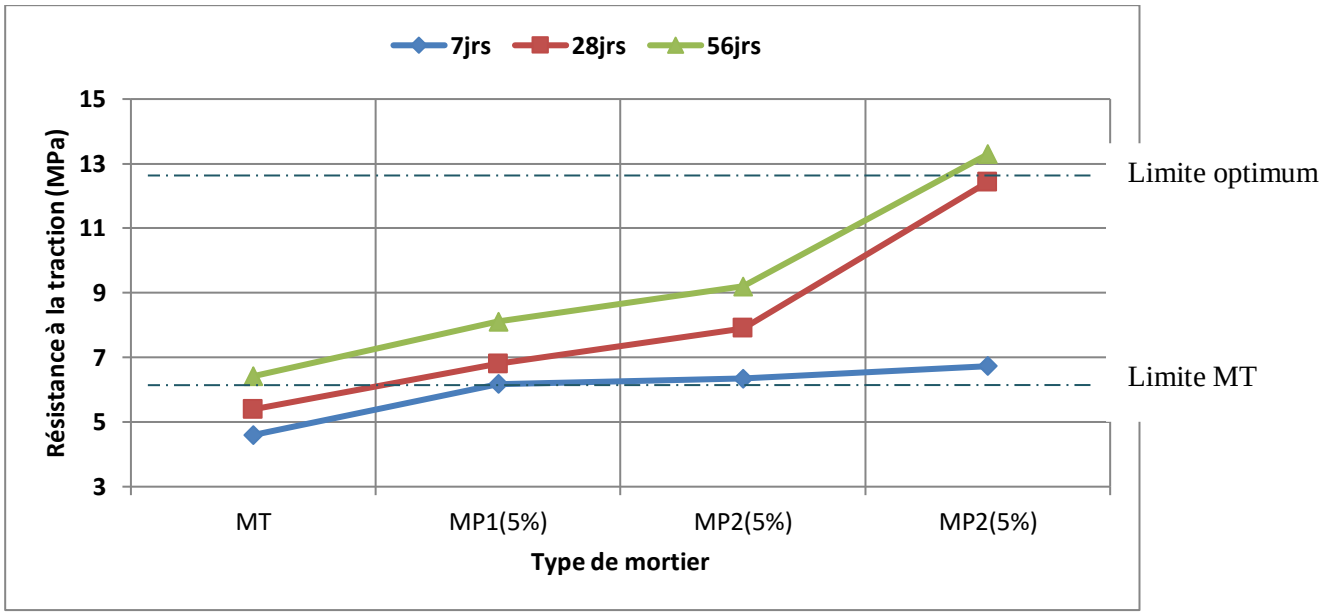


Figure.I.23. Variation de résistance à la traction en fonction de la finesse de poudre de brique de 5% [64].

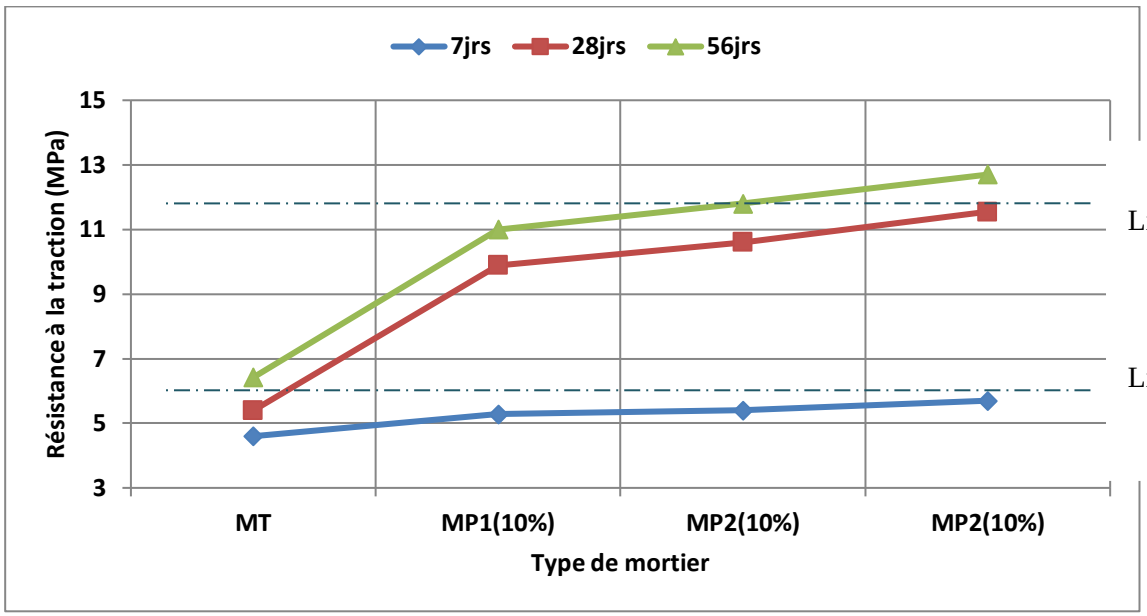


Figure.I.24. Variation de résistance à la traction en fonction de la finesse de poudre de brique de 10% [64].

D'après la figure.I.24 une augmentation de la résistance à la traction en fonction de l'augmentation en finesse de la poudre de brique recyclée quantifiée par 83% ,96% et 114% respectivement pour les finesses F1, F2 et F3[64].

I.15. Activation thermique

L'activation thermique est une accélération des réactions chimiques par l'élévation de la température [65]. Elle consiste à conserver le matériau dans un four à moufle à différentes températures jusqu'à l'échéance souhaitée.

La température élevée provoque une modification des propriétés intrinsèques, de la morphologie et de l'agencement des hydrates formés ; elle a pour effet d'encapsuler les grains anhydres dans des couches d'hydrate de faible porosité qui limiteraient ainsi leur hydratation en ralentissant considérablement la diffusion de l'eau vers les grains de ciment anhydres[66, 67].L'hétérogénéité dans la répartition des hydrates engendre la formation de larges pores entre les grains[66]. L'augmentation du diamètre des pores pour des températures élevées se traduit par une diminution de la résistance à long terme par rapport au matériau curé à température faible ou modérée, même à degré d'hydratation comparable. [68-70] .

I.16.1. Activation des argiles par calcination [Procédé d'activation des sols argileux]

Trois températures de calcinations différentes ont été réalisés pour le kaolin raffiné (700, 736 et 751° C) génèrent les produits de cuisson AF700, AF736 et AF751 respectivement.

Des mortiers normaux sont réalisés par le ciment Portland (CEMI 52.5 R – Lafarge, Le Teil) avec des argiles non calcinées (avec un taux de substitution du ciment de 15 %, conformément à la norme NF P 18-513[71]. Les mortiers sont confectionnés et caractérisés selon la norme NF EN 196-1 [2]. Les contraintes à la rupture en traction par flexion et en compression sont mesurées à 7 et 28 jours sur 3 éprouvettes par formulation. L'indice d'activité, Ic, des produits est déterminé selon la norme NF P 18-513[71]. IC est défini comme le rapport des résistances en compression à 28 jours de deux mortiers normaux,

l'un réalisé avec une substitution de 15% du ciment par du métakaolin et l'autre réalisé uniquement avec le ciment. Les résultats trouvés sont dans le tableau suivant.

Tableau.I.5. Résistances en compression (Rc) et en traction (Rt) mesurées à 7 et 28 jours sur les différents échantillons et l'indice d'activité associé (Ic) et (It) respectivement.

	7 jours				28 jours			
	Rt(MPa)	It_7	Rc(MPa)	Ic_7	Rt(MPa)	It_7	Rc(MPa)	Ic_7
Référence	7.38	1.000	49.22	1.000	8.36	1.000	62.91	1.000
A	6.45	0.873	41 .06	0.834	7.78	0.931	49.02	0.779
AF700	6.76	0.916	40.28	0.818	7.52	0.899	55.20	0.877
AF 763	7.13	0.967	41.96	0.852	7.73	0.924	56.63	0.900
AF751	6.82	0.924	43.51	0.884	8.32	0.955	54.28	0.863

Les mortiers réalisés avec une substitution du ciment par l'argile A non calcinée présentent des résistances honorables par rapport à celles du mortier de référence. Ceci est certainement lié à l'effet de filler que l'argile induit pour ce taux de substitution qui reste limité.

À 7 jours, les mortiers réalisés avec les produits de cuisson présentent des performances mécaniques en compression pratiquement équivalentes à celles obtenues avec l'argile A non calcinée. L'effet de fillers est donc également constaté au jeune âge pour ces produits. Par contre, ce constat n'est plus valable à 28 jours. La réaction pouzzolanique du métakaolin avec la portlandite du ciment est déclenchée entre 7 et 28 jours ce qui se traduit par une sensible augmentation des performances en compression mais pas en traction.

Les indices d'activité en traction restent élevés dès 7 jours. L'effet de la température de calcination sur ce paramètre reste difficile à interpréter. Les indices d'activité en compression, Ic, restent systématiquement inférieurs aux indices d'activité en traction, It.

Les résultats obtenus à 28 jours permettent de constater que le produit AF736 est caractérisé par un indice d'activité Ic égal à 0,9. Il peut donc être classé selon la norme NF P18-513 comme étant un métakaolin de type B[71]. L'argile naturelle est aussi calcinée dans les conditions optimales déterminées pour la série A, soit une température moyenne de colonne de calcination est 736° C .L'analyse par diffraction des rayons X confirme la présence de métakaolin dans le produit KF73 et indices d'activité forts.

L'effet de la calcination de la marne entraîne un gain de résistance, qui dépasse à 7 jours d'hydratation celle des ciments témoins, le développement de cette résistance est très lent dans le temps, ce qui a été confirmé par Husson **[**72**].**

Les traitements thermiques à 700 et 800° C améliore la pouzzolanicité de l'argile et augmente la consommation de la chaux. La pouzzolanicité de l'argile a été également suivie par la DRX. Une réduction des intensités des pics de la silice et de la portlandite a été distinguée entre le 7ème et le 28ème jour de durcissement. Cette diminution est due probablement à la réaction Pouzzolanique entre ces minéraux la calcination de l'argile permet d'améliorer la résistance à la compression du ciment qui la renferme, notamment à 7 jours, dont la valeur enregistrée est similaire à celle des ciments témoins [73].

I.16.2. Réactivité pouzzolanique du kaolin

Le kaolin calciné à 700° C, montre une importante consommation de la portlandite après 24 heures, suivi d'une chute au 3ème jour, avant qu'elle augmente au-delà de cette échéance pour atteindre des valeurs importantes, cette baisse de la consommation est probablement due à la décalcification des C-S-H ; influencée par la présence d'eau, le pH de la solution et le rapport C/S des C-S-H [74].Les résultats de l'indice d'activité de résistance IAR, qui est le rapport entre la résistance mécanique à la compression du ciment témoin et du matériau qui doit être supérieur ou égale à 0,75 ; ont montré que le kaolin brut n'est pouzzolanique qu'à 7 jours ; après calcination à 800° C il devient pouzzolanique quel que soit l'échéance. La calcination à 900° C joue un effet défavorable sur l'activité pouzzolanique du kaolin.

I.16.3. Activation calcique du laitier de haut fourneau

L'activation calcique est l'activation par la chaux. En présence d'eau, cette dernière se transforme rapidement en portlandite (Ca(OH)2) conduisant à un dégagement de chaleur qui peut aussi activer thermiquement les réactions chimiques, le rôle de la chaux en tant qu'activateur est double :

- Elle augmente le pH de la solution interstitielle à une valeur supérieure à 12, ce qui permet d'accélérer la dissolution du laitier ;
- Elle contribue à la formation d'hydrates en apportant du calcium, son rôle ne se limite alors pas à un rôle catalytique.

La cinétique de durcissement du laitier activé par 5% de chaux est relativement lente avec environ 2 MPa après 24 heures mais 35 MPa sont obtenus à 28 jours sur mortiers [75]. Les travaux sur l'activation par 7,5 % de Ca(OH)2 confirment la cinétique de durcissement assez lente par l'activation calcique[76].

I.16. Activation chimique

L'activation chimique consiste à incorporer des produits spécifiques dans le mélange cimentaire à l'état frais afin de favoriser la dissolution de l'addition minérale.

Dans le cas d'une addition pouzzolanique, il s'agit de la rendre la plus réactive possible pour que l'hydroxyde de calcium, formé lors de l'hydratation du ciment, soit le plus rapidement consommé. Les silicates/silico-aluminates de calcium produits contribueront alors au gain de résistance au jeune âge [48, 77].

I.17.1. Activateurs alcalins

La présence d'activateurs fortement alcalins est indispensable pour que la réaction de géopolymérisation ait lieu. Les activateurs alcalins ont pour fonction d'accélérer la dissolution de la source d'aluminosilicate favorisant la formation d'hydrates stables à faible solubilité et la formation d'une structure compact avec ces hydrates. Les propriétés physiques et chimiques des activateurs jouent un rôle important dans le comportement du matériau activé[78].

Les activateurs généralement utilisés sont des hydroxydes ou des sels alcalins, dont les plus utilisés, et économiquement avantageux sont le NaOH, le Na2CO3, Na2OnSiO2 et le Na2SO4. Certains composants du potassium (KOH, K2OnSiO2,…) ont été utilisés dans certaines études de laboratoire. Cependant, leur application au niveau industriel est très limitée, en raison de la disponibilité et des coûts[78].

I.17.2. Hydroxyde de sodium

L'hydroxyde de sodium ou soude caustique, est l'un des composés les plus utilisés dans l'industrie chimique avec l'acide sulfurique et la soude commerciale. Il y a difficilement un composé chimique simple qui ne nécessite pas un ou plusieurs de ces trois composés chimiques pour sa production [79]**.** La soude caustique est produite par l'électrolyse d'une saumure (eau saturée en sel). Ce procédé est responsable du dégagement de la majeure partie de l'énergie (95%) nécessaire pour la production de la soude. Cette base forte est communément utilisée pour activer les matériaux qui permettent de former les géopolymères [78].

Du point de vue environnemental, la production de NaOH contribue aussi au réchauffement climatique. Selon P.Duxson et al**,** une tonne de NaOH produite, émet environ une tonne de CO2**[**80**]**. Turner et Collins**,** ils estiment à 1,9 tonne la quantité de CO2 émis par une tonne de NaOH produite[81]. Cependant, en raison de la très faible quantité de NaOH nécessaire pour activer les matériaux, son impact environnemental est négligeable par rapport à la quantité de ciment nécessaire pour élaborer des bétons à base de ciment Portland ordinaire. Dans la figure 1.51 on montre les étapes du cycle de vie pour la production de NaOH[80].



Figure.I.25. Étapes du cycle de vie considérées pour la production de NaOH[82].

I.17.3. Influence de la concentration d'hydroxyde de sodium

Des études réalisées par Torgal et al**,** ont montré que l'augmentation de la concentration d'hydroxyde de sodium permet une augmentation de la résistance à la compression [83], mais cela se produit seulement au-delà de 7 jours de durcissement et la maniabilité du mortier diminue avec l'augmentation de la concentration d'hydroxyde de sodium[84]**.**Des concentrations élevées de la solution alcaline augmentent le pH, ce qui entraine une augmentation de la dissolution et de la solubilité des résidus minéraux d'aluminosilicate.

Une quantité suffisante d'ions positifs (tels Na^{+}) sont donc disponibles pour équilibrer la charge négative des groupements aluminates. Par contre, un excès en sodium (en raison de l'augmentation de la concentration de l'activateur) peut conduire à la cristallisation de sodalite, ou faujasite, qui a un effet négatif sur le développement de la résistance [85].

L'hydroxyde de sodium anhydre a une densité de 2,13 g/cm à 20° C et un point de fusion de 318° C. Il est très soluble dans l'eau avec une solubilité de 1090 g/l à 20° C.

La dissolution de NaOH dégage une grande quantité de chaleur avec une augmentation de la température jusqu'à atteindre une température proche de celle du point d'ébullition de l'eau, soit 100° C, risquant ainsi de provoquer des éclaboussures dangereuses. C'est un produit qui doit donc être manipulé avec beaucoup de précautions (gants, lunettes de protection, blouse, etc.).L'hydroxyde de sodium est largement utilisé dans l'industrie comme base pour la fabrication de papier, de savon et détergents, de produits chimiques [82].

Il y a deux méthodes d'introduction des activant dans les mortiers sont testé. La première méthode consiste à l'ajout directement dans le liant (ciment seul ou ciment plus métakaolin) de l'activant(s), la seconde méthode consiste à la dilution de l'activant dans l'eau pour avoir une solution activant(e).

- Préparation d'un mortier contient 75% de ciment avec 25% de métakaolin (4% de poids de liant) d'hydroxyde de sodium NaOH.

Selon les résultats présentés, l'utilisation de la solution activante préparée d'après la dissolution d'un activant dans l'eau a un effet néfaste sur la résistance au jeune âge pour la plupart des activants utilisés. L'hydroxyde de potassium (KH) ne se mélange pas correctement dans le solide (liant) à cause de sa forme non poudreuse, mais il est dissout dans l'eau pour former la solution de KOH qui correspond à la concentration visée dans le mortier. Cet activant n'a aucun effet sur la réactivité du métakaolin. Cet effet néfaste apparait aussi lors de l'utilisation des autres activants (Na2SO4, K2SO4, K2CO3, Na2CO3…) dans l'eau, d'après les résultats des tests de maniabilité (temps d'écoulement du mortier) et de résistance mécanique à la compression des mortiers étudiés[18, 48].

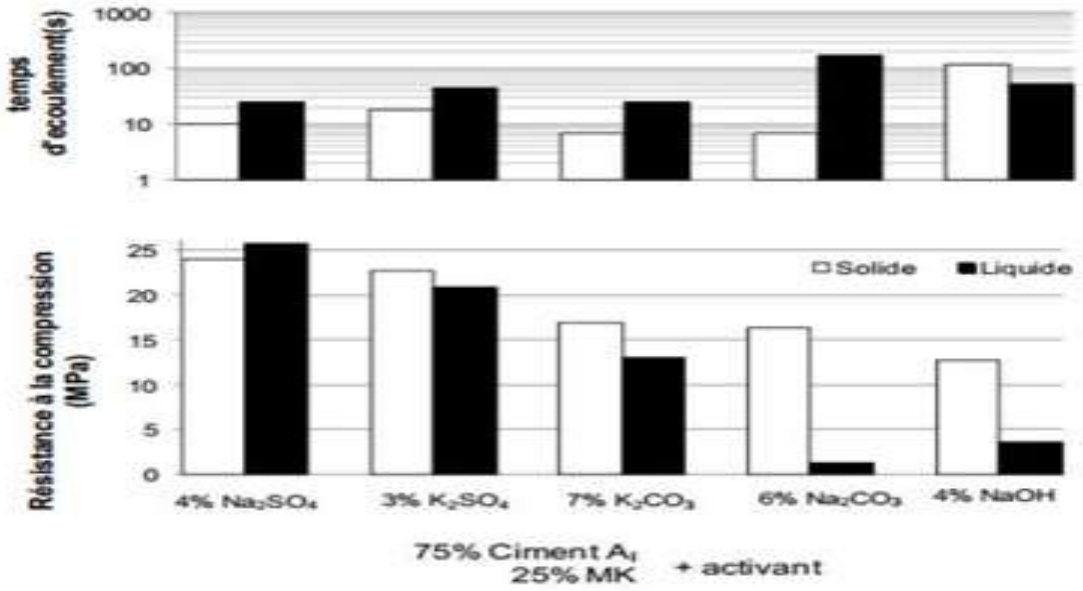


Figure.I.26. Résistance à la compression (24h) et le temps d'écoulement de mortiers contenant des activants soit dissous dans l'eau de gâchage, ou utilisés comme poudre mélangée avec le liant.

Les résultats de la figure.1.26, montrent que l'introduction de l'activant dans l'eau sous forme d'une solution entraine soit une chute de la résistance à la compression et une chute de la maniabilité soit un effet semblable à l'introduction dans le solide comme pour le cas des sulfates de sodium NS et de potassium KS. On constate qu'il est préférable d'ajouter l'activant directement dans le solide, qui est plus pratique aussi pour l'industrie. L'utilisation de la solution activante n'apporte aucun avantage, en plus il faut dissoudre l'activant avant de l'utiliser.

L'amélioration de la maniabilité des mortiers à l'aide de superplastifiant pour faciliter la mise en place et ainsi pour éviter la création d'une porosité néfaste au développement des

résistances. En effet, le temps d'écoulement au maniabilimètre LCL est fortement affecté par l'ajout d'hydroxydes alcalins NaOH.

Tableau.I.6. Maniabilité de mortiers avec et sans NaOH

Mélange	Temps d'écoulement	Mélange	Temps d'écoulement
100% A_l	2 s	100% A_l+4% NaOH	100 s
75% A_l	7 s	74% A_l+25% MK+4% NaOH	125 s

Sur la base des résultats obtenus du tableau .I.6, la concentration en NaOH influence peu les résultats même s'il y a une amélioration (légère) avec la baisse de concentration ; L'ajout d'un superplastifiant, même s'il améliore grandement la rhéologie des mortiers, ne permet pas de mettre en évidence une quelconque action d'activation du NaOH, puisqu'aucun gain de résistance n'est obtenu à 24h.

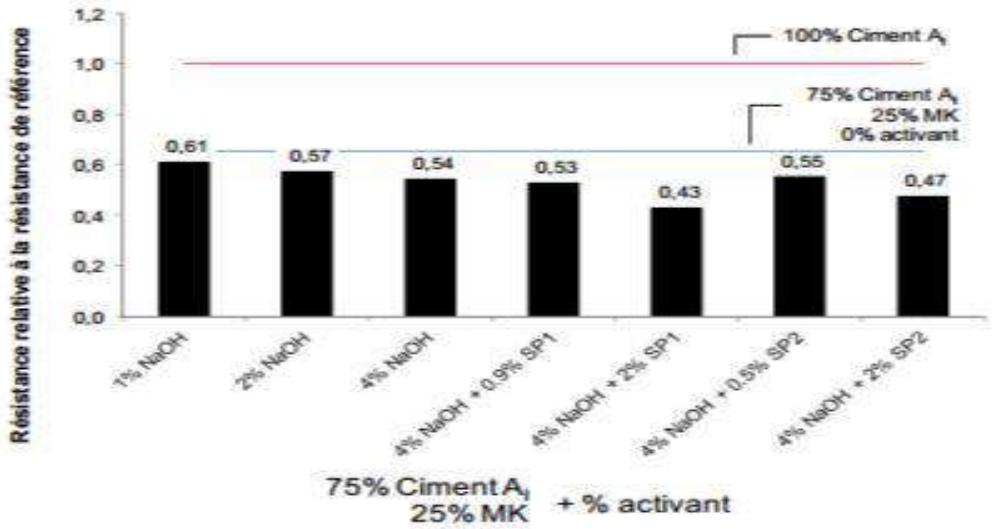


Figure.I.27. Résistance relative à 24h par rapport à la résistance de référence (100% ciment) de mortiers contenant différentes concentrations en NaOH et en superplastifiant. Comparaison aux mortiers sans activants.

De Silva et Glasser rapportent que le système MK/chaux activé avec de la soude ou du sulfate de calcium présente par rapport au mélange non activé, des résistances plus élevées jusqu'à 28 jours et plus faibles à 90 jours et à 180 jours[86]. Les mélanges activés présentent néanmoins une augmentation de résistance jusqu'à 180 jours. Ces résultats sont confirmés par Jiang à l'échéance de 28 jours : la soude et le sulfate de calcium augmentent la résistance, en particulier NaOH [87, 88]. Le même auteur montre que le carbonate de calcium n'a pas d'effet sur la résistance à 28 jours. Shi et Day Shi et Day, 1993a, 1993b, rapporté par Shi, 2001 montrent aussi une augmentation des résistances à tous les âges dès lors que le système pouzzolane (80%) /chaux (20%) est activé avec 4% de sulfate de sodium [77, 78], [89].

Marciano et Bettagin montrent que, sur mortier incorporant des ciments au laitier avec activant, les performances sont systématiquement plus élevées à un jour, plus faibles dès 7

jours, par rapport aux performances du mélange de référence [90]. Il apparaît que les sulfates alcalins sont les activants les plus efficaces, à savoir qu'ils permettent les meilleures résistances à 1 jour, et qu'ils limitent la baisse ou conservent le niveau de résistance à 28 jours. Au contraire, Singh et al Singh et al**,** rapportent une amélioration des résistances lorsque 4% de sulfate de sodium sont ajoutés à un mélange contenant 50% de laitier et 50% de clinker [90],[91]**.**

I.17.4. Carbonate de sodium

Le carbonate de sodium est un composé chimique ayant pour formule Na2CO3. Il s'agit d'un sel de sodium de l'acide carbonique. Il peut être sous forme de poudre blanche anhydride avec environ 99% de carbonate de sodium (Na2CO3). Le carbonate de sodium peut être obtenu à partir de sources naturelles ou selon le procédé industriel Solvay (pour environ 74% de la production mondiale) à partir de chlorure de sodium et de craie (calcaire). Il peut, en effet, être obtenu à partir de gisements de natron ou dans les cendres d'algues ou de plantes et peut également être synthétisé en chauffant du bicarbonate de sodium à une température de 100° C. Il a une densité de 2,5 g/cm et sa solubilité dans l'eau est de 300 g/l à 20° C. Le carbonate de sodium peut aussi être sous forme hydraté : (1) le carbonate de sodium monohydrate (Na2CO3·H2O), (2) le carbonate de sodium heptahydrate (Na2CO3·7H2O) et le (3) carbonate de sodium déshydrate (Na2CO3·10H2O). La formation de chaque hydrate dépend de la concentration de la solution du carbonate de sodium et de la température. La solubilité augmente lorsque la température augmente jusqu'à 35,4 °C, puis diminue graduellement.

Lorsque les carbonates de sodium anhydride et hydraté sont dissouts dans l'eau, ils ont des propriétés thermiques différentes. Le carbonate de sodium anhydride et le carbonate de sodium monohydrate dégagent de la chaleur tandis que le carbonate de sodium heptahydrate et le déshydrate absorbe de la chaleur [82].

Le carbonate de sodium est utilisé dans plusieurs domaines d'application, notamment dans la fabrication du verre, d'émail pour la céramique, pour la fabrication de détergents…

En raison de ses propriétés basiques, il est aussi utilisé pour l'activation alcaline du laitier [92, 93]**.**Cependant, son utilisation comme activateur de cendres volantes est moins efficace [94].

I.17.5. Silicate de sodium

Le silicate de sodium se présente sous une forme solide ou liquide. La forme la plus utilisée pour l'activation alcaline est la forme liquide (solution de silicate de sodium). Elle est obtenue par dissolution sous pression à des températures de 140-160° C de silicates de sodium cristallins fabriqués à haute température (≈1400° C) à partir de carbonate ou de sulfate de sodium et de sable de silice. Elle peut être aussi préparée par attaque à chaud de produits siliceux par de la soude concentrée. Les étapes du cycle de vie considérée pour la production de silicate de sodium sont montrées dans la figure.I.28.



Figure.I.28. Étapes du cycle de vie considérées pour la production de silicate de NaOH [82].

Les solutions de silicate de sodium sont caractérisées par le rapport molaire SiO2/Na2O souvent noté n. Leur domaine d'application dépend fortement de la valeur de n qui peut varier de 0,25 à 2,5 pour les solutions commerciales [94].La viscosité de la solution est d'autant plus élevée que le rapport molaire SiO2/Na2O augmente. C'est un composé qui intervient dans divers domaines, notamment dans l'industrie du ciment, dans les réfractaires, dans l'industrie textile, etc.

Les différentes études menées jusqu'à présent sur l'activation alcaline des matériaux ont montré que les solutions de silicate alcalin de faible rapport SiO2/Na2O sont les activateurs les plus efficaces pour l'obtention de géopolymères de meilleures performances mécaniques. Cela n'est possible qu'en ajoutant du NaOH à la solution commerciale afin d'augmenter le pH de la solution et rendre plus réactive les espèces silicatées qui jouent un rôle important dans la formation du gel géopolymérique. Comme tout composé basique et en raison de son caractère corrosif, la manipulation de la solution de silicate de sodium doit se faire en prenant des précautions.

I.17.6. Matériaux précurseurs solides

En général, tout matériau aluminosilicate possédant une phase réactive peut être activé entrant une large gamme de matériaux susceptibles d'être activés, dont les sous-produits industriels et les cendres volcaniques (pouzzolanes artificielles), les argiles calcinées ou non calcinées et les pouzzolanes naturelles [94].

I.17.7. Métakaolin

Le métakaolin, matériau naturel riche en silice et en alumine, est obtenu à partir de la calcination (autour de 700° C) du kaolin brut qui contient de la kaolinite comme minéral principal. C'est un matériau amorphe métastable avec une grande réactivité. Sa réaction avec des solutions alcalines entraine la formation d'un géopolymère avec des performances mécaniques élevées.

L'activation alcaline du métakaolin est basée sur la rupture des liaisons covalentes Si-O-Si, SiO-Alet Al-O-Al due à la concentration élevée d'ions OH^- dans le milieu conduisant au passage en solution des ions aluminates et des silicates formant des groupements Si-OH et Al-OH. La condensation de ces espèces chimiques entraine la formation d'un gel d'aluminosilicate amorphe aux DRX couramment nommé NASH (Na2O-Al2O3-SiO2-H2O).

De nombreuses études portant sur l'activation alcaline du métakaolin avec différents activateurs ont été réalisées [95].Selon Alonzo et al**,** les caractéristiques physico-chimiques des géopolymères à base de métakaolin dépendent de plusieurs facteurs dont les plus importants sont la teneur en silice dissoute, la température de maturation, la nature et la concentration de l'activateur, la composition chimique et minéralogique du métakaolin.

I.17.8. Influence de la teneur en silice

Monzó et al ont déterminé l'effet de la quantité de silice soluble dans la solution d'activation (rapport molaire SiO2/Na2O égal à 0,19 et 0,69, MK-DNW1 et MK-DNW2) à différentes températures de maturation (85°C (C1), 150°C (C2) et 200°C (C3)) sur les caractéristiques physico-mécaniques et minéralogiques et sur la microstructure des produits formés par activation alcaline du métakaolin[96].Le métakaolin a été activé avec NaOH (MKDN) et avec silicate de sodium MK-DNW1 et MK-DNW2. La Figure 1.29 Montre les résultats de la résistance mécanique à la compression du matériau géopolymères (à 24 heures).Dans tous les cas, il est à note que, quelle que soit la température de durcissement, la matrice avec un teneur plus élevée en silice soluble (MKDNW2 soit SiO2/Na2O=0,69) est celle qui a la résistance à la compression la plus élevée.

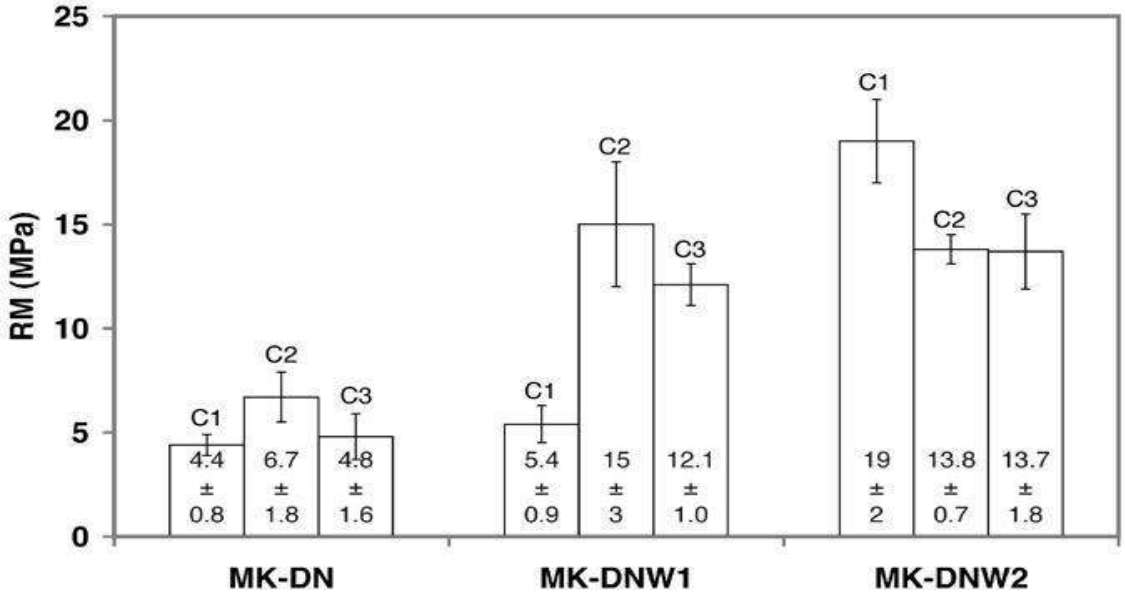


Figure.I.29. Résistance mécanique à compression en fonction du processus de durcissement et de la composition de la matrice [96].

I.17.9. Influence de la température de maturation

Selon Alonso et Palomo, 2001 et Monzó et al**.** la température accélère l'activation alcaline d'un mélange solide de métakaolin et d'hydroxyde de sodium entrainant une formation plus rapide (accélération du processus de polymérisation) du produit final [97].

Alonso et Palomo ont étudié l'activation alcaline de métakaolin avec du $Ca(OH)_2$ à différentes températures par conduction calorimétrique[95].Ils ont attribué l'allure des courbes calorimétriques à la dissolution, la précipitation des phases aluminosilicates amorphes, et la formation de phases de zéolithe. Ils ont aussi observé que la cinétique de la réaction est d'autant plus rapide que la température est élevée. Par contre, une température trop élevée peut fragiliser la structure et diminuer les performances mécaniques du

géopolymères. Ceci serait sans doute lié à la perte d'une partie de l'eau de cohésion, ce qui suggère la nécessité de maintenir de petites quantités d'eau structurelle pour réduire l'apparition de fissures et maintenir l'intégrité structurelle du matériau. En outre, une température excessivement élevée accélère la cinétique de réaction en favorisant la cristallisation de zéolithes au détriment de la quantité de gel NASH [96].

I.17.10. Influence du rapport molaire silicium/aluminium (Si/Al)

Le mécanisme de durcissement d'un liant aluminosilicate obtenu par activation alcaline implique la dissolution de la silice et de l'alumine, en présence d'hydroxyde de sodium suivie par la précipitation du silicate de calcium hydraté ou de gel silicoaluminate alcalin selon le matériau activé [98]**.**La résistance d'un matériau géopolymérique est fortement dépendante des rapports molaires Si/Al et Na/Al du matériau. La présence de silice soluble dans la solution d'activation conduit à la formation de gels de rapport Si/Al plus élevé et par conséquent, à la diminution de la vitesse de la formation de zéolite, facteurs qui ont un effet positif sur la résistance mécanique[85, 99]**.**

I.17.11. Effet des activateurs alcalins

Escalante-García et al ont étudié les produits d'hydratation et la réactivité des laitiers de haut fourneau avec différents activateurs. Les activateurs utilisés sont NaOH, une solution de silicate de sodium (ou water glass, WG) et un mélange des trois composés Na2CO3, Na2SO4 et Ca(OH)2[100].D'après ces auteurs, le NaOH semble plus efficace que les autres activateurs, Carson utilisation donne les meilleures propriétés mécaniques à jeune âge et à long-terme. Le silicate de sodium est de loin l'activateur qui donne des résultats moins intéressants ce qui est en contradiction avec les résultats obtenus par d'autres auteurs tels [101].Cette différence serait liée au rapport molaire SiO2/Na2O qui serait trop élevé et du pH plus faible dans le cas étudié par Escalante-García et al**,** qui a utilisé la solution de silicate sans ajout de NaOH rendant ainsi les espèces silicates moins réactives**[**100**]**. En effet, l'efficacité de la solution de silicate de sodium réside dans la réactivité des espèces en solution et du pH qui ne sont possibles que par ajout supplémentaire d'un hydroxyde alcalin pour diminuer le rapport SiO2/Na2O et augmenter le pH de la solution[100].Ce qui a pour conséquence, la formation de petites espèces silicatées (monomères) plus réactives chargées négativement par rupture des liaisons Si-O-Si des oligomères (polymères).Un autre paramètre important dans le cas de l'activation du laitier est le rapport molaire Si/Al [100]**.**

I.17.12. Cendres volantes

Les cendres volantes sont des sous-produits qui proviennent des centrales thermiques au charbon. Les centrales au charbon sont connues pour générer d'importantes quantités de CO2, un des principaux gaz à effet de serre. Selon le type de charbon, le type de brûleur et les conditions d'opération, la combustion produira également diverses quantités d'oxyde d'azote et de soufre, de même que des résidus minéraux dont la majeure partie s'échappe avec les gaz de combustion : la cendre volante.

Les particules minérales entraînées avec les gaz de combustion sont issues de la fusion des minéraux cueillis avec le charbon lors de l'extraction minière de ce dernier : mort terrain, gangue, inclusions minérales dans le charbon. La fusion de matières minérales effectuée à haute température génère des particules très fines et de forme sphérique obtenues par un processus de refroidissement rapide. Les cendres volantes se composent pour l'essentiel de

silicium, d'aluminium et d'oxyde de fer, les principales composantes de l'écorce terrestre. Parleur composition chimique et leur réactivité, ces particules s'apparentent à des particules de ciment Portland, celui utilisé dans la construction d'ouvrages ou d'infrastructures en béton. Dans l'activation alcaline des cendres volantes le principal produit de réaction obtenu est un gel aluminosilicate amorphe avec une structure tridimensionnelle similaire au gel obtenu dans le cas du métakaolin. Le type et la concentration de l'activateur utilisé, ainsi que les conditions de maturation des matériaux et l'origine des matières premières sont des variables qui affectent le développement microstructural des géopolymères.

I.17.13. Effet de la nature et de la concentration de l'activateur

Somna et al. Ont étudié la formation de géopolymères par l'activation à température ambiante des cendres volantes avec NaOH. Selon ces auteurs, l'augmentation de la concentration de NaOH entraine une augmentation des résistances mécaniques de la pâte. Une nette augmentation de 7 à 23 MPa de la compression à 60 jours, peut être observée lorsque la concentration de NaOH augmente de 4,5 à 9,5 M [102]. Une résistance maximale de 25,5 MPa à 60 jours a été obtenue avec une concentration de NaOH de 14 M. Cependant, une forte augmentation de la concentration au-delà de cette valeur a tendance à décroitre les performances mécaniques des géopolymères. Lorsque la concentration en OH^- est suffisamment élevée, la dissolution de la cendre volante est accélérée, mais est entravée par des réactions de polycondensation [103]. Une augmentation de la concentration en alcali augmente la résistance des géopolymères, toutefois, un excès en ions hydroxydes cause la précipitation prématurée de gel d'aluminosilicate à jeune âge, conduisant à la formation de géopolymères moins résistants.

Dans une autre étude Palomo et al, portant sur l'activation des cendres volantes avec différents activateurs (KOH, NaOH et solution de silicate de sodium), il a été montré que l'activation avec l'hydroxyde de potassium donne des résultats moins intéressants que l'hydroxyde de sodium, liés sans doute à la grande taille et à la réactivité plus faible du potassium [104, 105]. Selon ces auteurs, l'ajout d'une petite quantité de silicate de sodium à la solution d'activation conduit à l'obtention d'une microstructure dense et plus compacte. Ces résultats sont en accord avec ceux observés par Palomo et Fernández-Jiménez, 2011 qui ont montré que les activateurs contenant une certaine quantité de silice soluble sont capables d'améliorer la réactivité des cendres ou même stimuler une plus grande polymérisation (riche en silice)conduisant à l'obtention d'un produit final plus compact et mécaniquement plus résistant.

Par ailleurs, plusieurs travaux de recherche montrent que les cendres volantes ont un énorme potentiel pour élaborer des bétons géopolymères. [Hardjito et al, 2004;Raijiwala et Patil, 2012; Kong et Sanjayan, 2010 ; Wongpa et al, 2010] ont montré que les bétons à base de cendre volante présentent une meilleure durabilité contre des milieux agressifs tels que les acides, les sulfates et l'eau de mer, par rapport aux matériaux traditionnels à base de ciment Portland [106, 107].

L'augmentation de la réactivité chimique de (laitiers de haut fourneau, cendres volantes) passe par 3 étapes [48, 85, 99].

1. La dissolution des espèces solubles dans la phase alcaline
2. Une réorganisation et une diffusion des ions dissous avec la formation de petites structures coagulées.
3. La croissance et la condensation de ces structures pour former les produits hydratés.

L'incorporation d'alcalins contribue à augmenter le pH de la solution interstitielle. D'après l'étape N°01, il est donc compréhensible qu'une activation alcaline puisse accentuer la dissolution des phases siliceuses dans les laitiers (système Si-Ca), siliceuses et alumineuses dans les cendres volantes et les métakaolins (système Si-Al) puisque cette dissolution est largement accentuée avec l'augmentation du pH au-dessus de 12,5 [89].

Des études ont montré l'efficacité d'activateurs alcalins sur l'accentuation de la pouzzolanicité des laitiers et des cendres et l'amélioration de la résistance au jeune âge de la matrice cimentaire résultante[108, 109].

D'après Shi et al, 2006, les propriétés des activants qui contiennent du sodium et du potassium sont très similaires, mais contrairement aux produits à base de potassium[93], les activants NaOH, Na2CO3, Na2O.SiO2 et Na2SO4,… sont les plus largement disponibles et commercialisés. Les activants ne sont pas de simples catalyseurs permettant le déroulement des réactions mais également des réactifs entrant dans les réactions de la formation des hydrates[110].

L'utilisation d'eau alcalinisée à la place de l'eau pure permet d'augmenter la solubilité du laitier et donc d'accélérer l'hydratation de ce dernier. En effet, la précipitation des hydrates à partir des ions passés en solution sera plus rapide avec des concentrations plus fortes en solution. [111].

L'évolution dans le temps de l'hydratation de laitier activé par Na2CO3 est présentée :

- 20 minutes : précipitation de CaCO3 cristallisé à la surface des grains de laitier.
- 2 heures : précipitation plus importante de CaCO3 et C-S-H. L'attaque par OH^- est encore possible[109].
- 1 jour : les grains sont presque entièrement recouverts par C-S-H ayant la morphologie courante.
- 3 jours : la structure est encore plus dense avec présence de C-S-H et C3A.CaCO3.12H2O mis en évidence par DRX.

De récentes recherches Redden et Neithalath, ont confirmé la formation d'un gel de silicate de sodium lorsque la poudre de verre est activée avec NaOH à la différence du gel NASH formé lorsque 50% de poudre de verre est remplacé par la cendre volante[112]. Ceci est dû à l'absence d'aluminium dans la poudre de verre. Les gels de silicate de sodium présentent des problèmes de lixiviation des alcalis lorsqu'ils sont exposés à des conditions de murissement humide qui introduisent une faiblesse dans la structure du gel. Ces résultats sont en accord avec ceux observés par Cyr et al, 2012 qui ont corroboré que la durabilité des géopolymères à base de poudre de verre sont affectées par la cure humide, probablement par le manque d'aluminium[78, 113].

Le temps de prise de pâtes de laitier activé par Na2CO3, NaOH et du silicate de sodium (de module n = 3,35 et n = 0,9) ne semble pas être affecté jusqu'à une finesse Blaine du laitier de 530 m^2/kg. L'activation par Na2CO3 permet d'obtenir un temps de prise

d'environ 100 minutes, soit plus que l'activation par NaOH et le silicate de sodium de module n = 0,9.

Dans le système MK/chaux,[87, 114] montre que la soude et le carbonate de sodium entraînent plus rapidement la période de prise et raccourcissent cette dernière significativement, par comparaison au sulfate de sodium.

Dans un système pouzzolane naturelle-chaux, le sulfate de calcium accélère très peu la prise en comparant avec le mélange de référence[115].
L'accélération de la prise est observée dans des mortiers de laitier (mortier contenant du laitier) lorsqu'ils incorporent de la soude ou du carbonate de sodium, par comparaison avec le mortier de ciment seul montre des augmentations significatives de la consistance des mélanges frais lorsque du silicate de soude est utilisé et dans ce cas, l'accélération de la prise est la plus importante ; il attribue le changement de rhéologie à la présence des anions $SiO3^{2-}$ introduits en solution et qui viennent s'ajouter aux silicates du laitier [62].

Une accélération de la prise est pareillement constatée sur des combinaisons clinker/laitier en présence de sulfate de calcium[90]. Ces auteurs montrent que l'augmentation de la quantité de l'activant peut accentuer l'apparition précoce de la prise. Cela est confirmé par [87, 114] avec la soude.

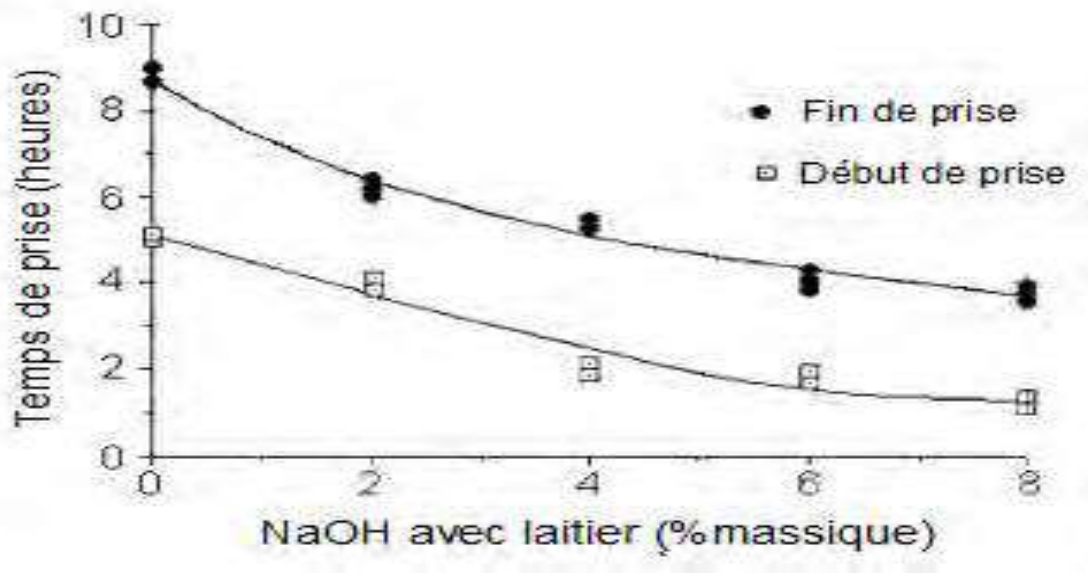


Figure.I.30. Effet du dosage de NaOH sur le temps de prise d'un mélange contenant 50% ciment et 50% laitier[87, 114].

La résistance en compression de mortiers activés avec 6 % (en masse de Na2O) de soude, de carbonate de sodium et de silicate de sodium a été étudiée par [114], la montée en résistance est donnée jusqu'à 180 jours, à court et long termes, le mortier le plus résistant est celui activé par le silicate de sodium. Ses résistances sont plus élevées que celles du mortier de ciment pris en référence. L'activation par le carbonate de sodium donne des performances du même ordre de grandeur que la référence à base de ciment Portland. Par contre, l'activation par la soude confère des performances relativement faibles à toutes les échéances de mesure. Des chercheurs ont élaboré des bétons à base de cendres volantes activés avec du NaOH et une solution de silicate de sodium à différentes températures et

temps de maturation[104]. Des matériaux présentant des propriétés spéciales (mono bloques, revêtements résistants au feu…) ont été obtenus. Ces matériaux développent des résistances mécaniques élevées dans une période de temps relativement court (30 MPa après 6 heures à 95° C et 40 MPa à 115° C).

Cyr et al. Ont élaboré des géopolymères à base de poudre de verre utilisant comme activateurs alcalins le NaOH et le KOH avec des concentrations de 1, 5 et 10 M. Ils ont montré qu'une activation thermique de 40-60° C était nécessaire pour développer des propriétés mécaniques et des résistances en compression allant jusqu'à 60 MPa ont pu être obtenues pour des géopolymères activés avec KOH 5 mol et une température d'activation thermique de 40° C[113]. D'autres auteurs comme [Lin et al., 2012] ont étudié aussi le potentiel de l'utilisation de la poudre de verre électronique comme remplacement jusqu'à 40% du métakaolin pour l'élaboration de géopolymères[116]. Leur étude est basée sur l'effet des rapports SiO2/Na2O et solide/liquide et du taux de remplacement de poudre de verre par métakaolin sur la résistance à la compression. Les résultats démontrent la possibilité de l'utilisation de la poudre de verre pour la fabrication de géopolymères. Puisque des géopolymères composés de 10% de poudre de verre et de 90% de métakaolin présentant des résistances à la compression de 46,9, 61,8 et 62 MPa à 1, 28 et 60 jours respectivement, ont pu être développés.

Sur la base de la synthèse bibliographique ; on v étudier l'effet combiné de température de calcination, l'activation thermique et l'activation chimique en utilisant le NaOH ; les températures qui on étudiés et les pourcentages du NaOH sont illustrée dans le 2ème chapitre (étude expérimentale).

CHAPITRE II
Etude expérimentale

II. Introduction

Dans ce chapitre, une description détaillée sur les essais expérimentaux, la préparation des mélanges et des variables d'études sont exposés. L'étude expérimentale a été réalisée au niveau du Hall de technologie; laboratoire matériaux de construction et béton de l'Université YAHIA FARES de MEDEA. Nous proposons une nouvelle démarche pour formuler un mortier à base des déchets de brique, nous étions obligés de réalisé un certain nombre d'essais pour la détermination des caractéristiques des matériaux utilisés et leurs propriétés.

Pour répondre aux différentes questions de cette étude, on a réalisé plusieurs mortiers. La nomenclature choisis est représentée dans le tableau suivant Tableau.II.1 :

Tableau.II.1. Les différents mortiers réalisés.

Notation	Désignation	Température de calcination
MT	Mortier témoin (sans poudre de brique cuite)	/
M-NC-X%	Mortier à base de poudre de brique non calciné	/
M-200S-X%	Mortier à base de poudre de brique sans choc	200°
M-200A-X%	Mortier à base de poudre de brique avec choc	200°
M-400S-X%	Mortier à base de poudre de brique sans choc	400°
M-400A-X%	Mortier à base de poudre de brique avec choc	400°
M-400A-10-Y%	Mortier à base de poudre de brique avec choc + NaOH	400°
M-800S-X%	Mortier à base de poudre de brique sans choc	800°
M-800A-X%	Mortier à base de poudre de brique avec choc	800°

II.1. Caractérisation des matériaux utilisés

II.1.1. Ciment

Le ciment utilisé est CPJ-CEM II/A (Mâtine)**(**Figure II.1**)**, est un ciment Portland artificiel dont la résistance minimale à la compression à 28 jours est de 42,5 MPa, produit par la cimenterie de LAFARGE dont l'ajout est le calcaire qui est conforme à la norme [NA 442] [117].



Figure.II.1. Le ciment utilisé.

Le tableau II.2 résume l'Analyse chimique du ciment et composition hypothétique du clinker, selon la fiche technique du ciment.

Tableau.II.2. L'analyse chimique du ciment et composition du clinker.

Analyse chimique Du ciment	Perte au feu (%) (NA 5042)	7.00-9.50
	Résidus insolubles (%) (NA 5042)	1.50-3.00
	Teneur en sulfates SO3 (%) (NA 5042)	2.00-2.50
	Teneur en oxyde de magnésium MgO (%)	1.90-2.30
	Teneur en chlorures (%) (NA 5042)	0.01-0.03
Composition hypothétique du clinker	Silicates tricalciques C_3S (%)	58.00-64.00
	Aluminates tricalciques C_3A (%)	6.00-8.00

II.1.2. Sable

Dans cette étude, on a utilisé un seul type de sable (0/3) naturel provenant de la carrière d'Oued souf, ses caractéristiques sont résumées dans le tableau II.3 suivant :

Tableau.II.3. Les caractéristiques du sable d'oued souf.

Caractéristique	Sable d'oued souf
Le module de finesse	2,35
La masse volumique absolue (g/cm^3)	2,61
La masse volumique apparente (g/cm^3)	1,64
Equivalent de sable a vue (%)	83,96
Equivalent de sable à piston (%)	70,37
Taux d'absorption (%)	1,40

L'analyse granulométrique de sable utilisés est présentée sur la figure II.2 suivante :

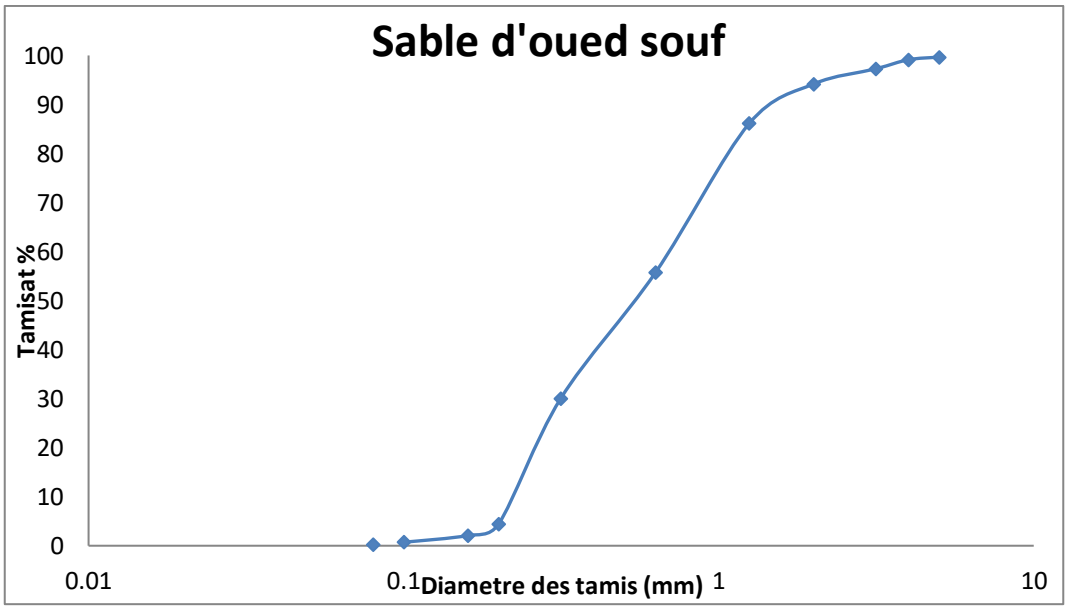


Figure.II.2. La courbe granulométrique du sable.

II.1.3. Eau de gâchage

L'eau de gâchage utilisée dans cette étude est l'eau du robinet, utilisé à une température comprise entre 10 et 22°C.

II.1.4. Hydroxyde de sodium (NaOH)

L'activateur alcalin utilisé dans cette étude, est un hydroxyde de sodium (NaOH) avec plusieurs concentrations de 4,6 et 8% par rapport au poids de ciment poids de ciment, l'hydroxyde de sodium est utilisé sous forme de solution aqueuse.





Figure.II.3. Hydroxyde de sodium

Il présente une composition chimique de 97% en NaOH, 1% en carbonate de sodium et le reste est un mélange de chlorures, de phosphates, de sulfates, etc…

Tableau.II.4. Propriété chimiques.

Formule brute	Masse molaire	pKa (constante d'acidité)
NaOH	39,9971 ± 0,0004 g/mol H 2,52 %, Na 57,48 %, O 40 %.	base forte

Tableau.II.5. Propriétés physiques.

T° fusion	T° ébullition	solubilité	Masse volumique	Pression de vapeur Saturante
318 °C	1 390 °C	Dans l'eau à 20 °C : 1 090 g·l^{-1}	2,1 g·cm^{-3}	0,13 kPa à 739°C 2,67 kPa à 953°C 13,3 kPa à 1 111 °C 53,3 kPa à 1 286 °C

II.2. Déchets de brique cuite

Les déchets de brique cuite utilisée dans ce travail de recherche proviennent de la briqueterie de boughazoul de la wilaya de Médéa, sous forme de poudre de brique.

II.2.1. Recyclage des déchets de brique cuite

Les déchets une fois réceptionnés, ils ont fait l'objet d'un concassage par un concasseur à mâchoires de laboratoire qui nous a permet d'obtenir un matériau dont les grains sont de dimensions 0-5 mm, puis on mettre le dans la machine Los Angeles. La figure II.4. montre les étapes précédentes.



Figure.II.4. Protocole de concassage des déchets de brique cuite**.**

II.2.2. Caractérisation des déchets de brique cuite

Les caractéristiques minéralogies et la courbe granulométrie sont présentés comme suit :

Tableau.II.6. Analyse chimique de la poudre de brique.

Oxydes (%)	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	CaO	MgO	K_2O	Loss on ignition
PBR	66.55	14.80	5.48	6.15	2.39	2.13	1.48

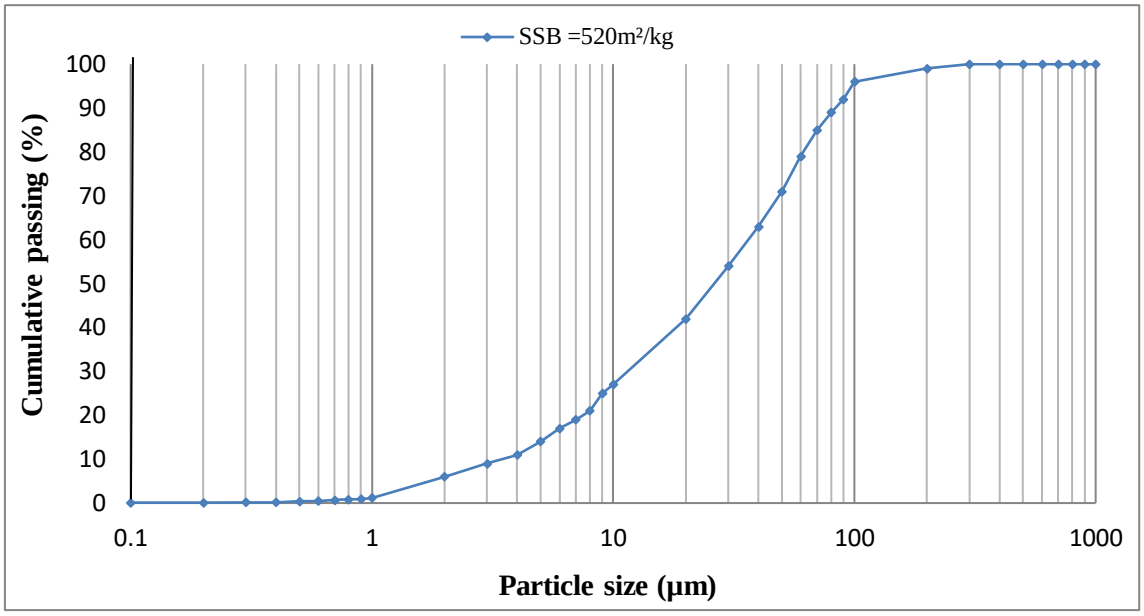


Figure.II.5. Courbe granulométrie de poudre de brique.

II.3. Activation de la brique cuite

Notre travail consiste à traiter la brique par deux procédés résumés comme suit :

A. Calcination

Une fois la brique est réceptionnée, il est disposée dans un four à moufle à dans différentes températures de calcination 200, 400 et 800.

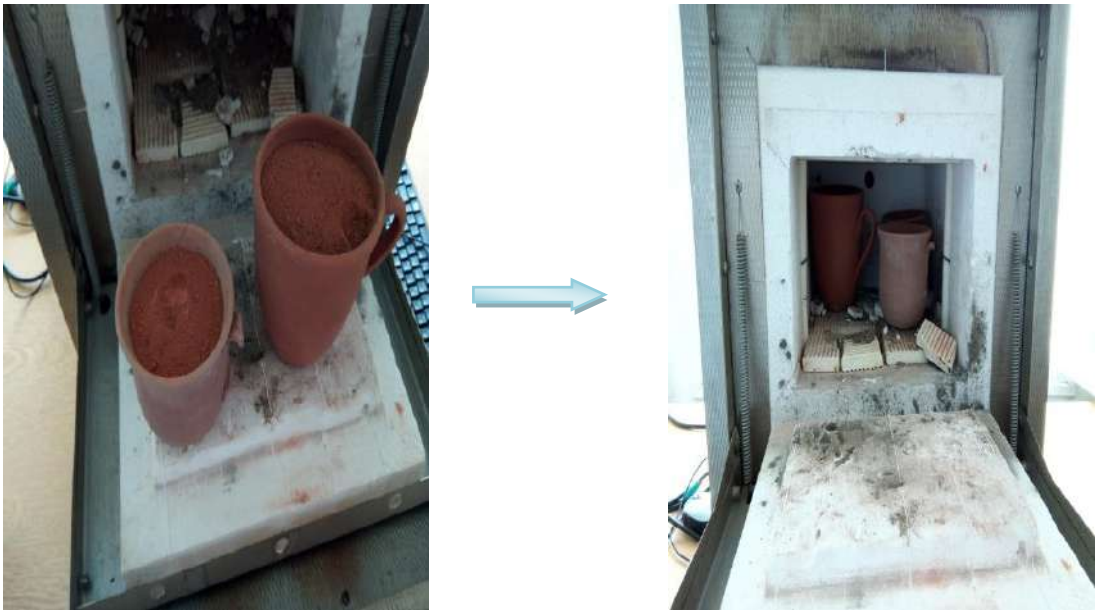


Figure.II.6. Calcination de briques.

B. Choc thermique

Après la calcination, on mettre la brique dans l'eau




Figure.II.7. Choc thermique.

C. Broyage de poudre de brique recyclé (PBR)

Nous avons utilisé une seul finesse suivant un protocole de broyage indiqué par la suite :

- **SSB=5200 (cm^2/g)** : Cette finesse est obtenue à travers un broyage des fines brutes avec une vitesse de 1000 tr/min entre 5 et 25 min. **(**Figure II.7**)**
  - ✓ **M-200S-X% :** La finesse est obtenue à travers un broyage avec une vitesse de 1000 tr/min entre 6 min.
  - ✓ **M-200A-X% :** La finesse est obtenue à travers un broyage avec une vitesse de 1000 tr/min entre 6 min.
  - ✓ **M-400S-X% :** La finesse est obtenue à travers un broyage avec une vitesse de 1000 tr/min entre 15 min.
  - ✓ **M-400A-X%:** La finesse est obtenue à travers un broyage avec une vitesse de 1000 tr/min entre 22 min.
  - ✓ **M-800S-X% :** La finesse est obtenue à travers un broyage avec une vitesse de 1000 tr/min entre 10 min.
  - ✓ **M-800A-X% :** La finesse est obtenue à travers un broyage avec une vitesse de 1000 tr/min entre 25 min.

La masse volumique absolue de ce matériau est déterminée suivant la norme NF P18-555 qui a donné une valeur de 2,66 g/cm^3[118].



Figure.II.8. Un protocole de broyage.

II.4. Caractérisation physique des pâtes de ciments

Les ciments utilisés dans cette étude, sont caractérisés conformément aux normes.

II.4.1. Consistance normale (EN 196-3)

La pâte de ciment est essentiellement constituée d'eau et de ciment, vis-à-vis de ces deux éléments sa composition est définie par le rapport E/C. Dans ce rapport E et C représentent les concentrations d'eau et de ciment exprimées en masse pour un volume unité de pâte. La consistance de la pâte caractérise sa plus ou moins grande fluidité. Un essai normalisé permet d'apprécier cette consistance.

L'essai de consistance est effectué avec l'appareil de Vicat conformément à la norme EN196-3, la consistance est évaluée en mesurant l'enfoncement dans la pâte d'une tige cylindrique sous l'effet d'une charge constante. L'enfoncement est d'autant plus important que la consistance est plus fluide. La consistance évaluée de cette manière sera appelée « consistance Vicat »[119].



Figure.II.9. Consistance Vicat.

La distance (d) caractérise l'aptitude de la consistance de la pâte étudiée.

- ✓ Si (d) = 6 mm ± 1 mm, on dit que la consistance de la pâte étudiée est normalisée, (Consistance normalisée).
- ✓ Si (d) n'atteint pas cette valeur c.à.d. (d > 7 mm ou d < 5 mm), il convient de refaire l'essai avec une valeur différente du rapport E/C jusqu'à atteindre la valeur recherchée de la consistance.

II.5. Caractérisation physique de la poudre de brique

II.5.1. Composition chimique des ciments par infrarouge (FTIR)

A. Protocole

- **La spectroscopie infrarouge**

La spectroscopie infrarouge est un moyen de diagnostic permettant de déterminer la nature des liaisons chimiques présentes dans une molécule [120]. En effet, l'expérience montre que certaines fréquences de vibration, dites « fréquences de groupe », sont caractéristiques de la présence d'un groupement chimique dans la molécule étudiée [121].

- **Appareillage et protocole**

L'appareillage utilisé est un spectroscope infrarouge à transformée de Fourier. Il est constitué de quatre éléments fondamentaux : la source infrarouge, un interféromètre, un détecteur et l'électronique de calcul.

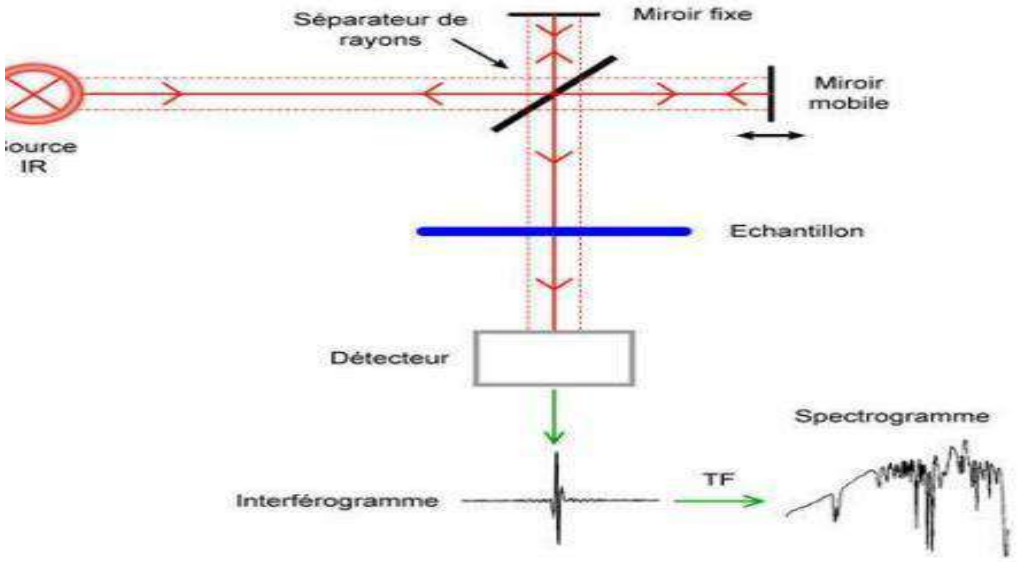


Figure.II.10. Schéma de principe de l'analyse par spectroscopie d'absorption infrarouge.

- **Préparation de l'échantillon en pastille de KBr**

L'échantillon est déposé dans un moule puis semis à une très forte pression dans une presse hydraulique .il est ensuite extrait du moule sous la forme d'une pastille.

- **Acquisition des spectres d'absorption FTIR**

Le porte d'échantillon contentent la pastille KBr est placé dans le compartiment de mesure du spectro sur le trajet de fiscaux incident. Le signale enregistré par le détecteur du spectro prend en compte, non seulement l'absorption du rayonnement l'IR par le produit à étudier, mais aussi par l'air présente dans le compartiment de mesure et éventuellement par le KBr s'il n'est pas complètement anhydre. Il faut donc enregistrer un spectre de bruit de fond de l'air éventuellement d'une pastille de KBr pure), qui sera ensuite soustrait du spectre obtenu avec la pastille contentent l'échantillon. Ce la permit de se débarrasser des absorptions parasites. Les spectres sont enregistrés en transmutantes. Les spectres de chaque type des poudres de brique seront présentés dans la partie ANNEXE.

II.6. Formulation de mortier normal

Les mortiers ont été préparés suivant la norme NF EN 196-1 avec une gâchée qui comporte : 450± 2 g de ciment, 1350 ± 5 g de sable et 225± 1 g d'eau. Le rapport E/C est égal à 0.5[2].

II.6.1. Formulation des mortiers a base des déchets de briques

L'objectif de la formulation est de déterminer la quantité nécessaire pour chaque matériaux du gâchis, afin d'obtenir un mortier avec des propriétés souhaitées.

Notre étude est focalisée sur l'influence de l'ajout des déchets de briques sous formes de poudre sur les caractéristiques à l'état frais et durci d'un mortier.

Afin de déterminer les quantités des matériaux : sable, ciment, eau, nous nous sommes basés sur la formulation à partir de la caractérisation des matériaux, en assurant un rapport E/C= 0.6 pour assurer une maniabilité constante (4 ±2 s), les différentes compositions sont présentées dans le tableau II.6 **:**

Tableau.II.7. Les différentes compositions des mortiers.

	Substitution (%)	**Ciment (g)**	**Sable 0/3 (g)**	**Eau (g)**	**Déchets de brique (g)**
MT	**0**	**450**	**1350**	**271**	**0**
M-NC-X%	**5%**	**427,0**	**1350**	**271**	**18,8**
	10%	**404,5**	**1350**	**271**	**37,7**
	15%	**382,0**	**1350**	**271**	**56,5**
	20%	**359,6**	**1350**	**271**	**75,4**
	25%	**337,1**	**1350**	**271**	**94,2**
M-200S-X%	**5%**	**427,0**	**1350**	**271**	**18,8**
	10%	**404,5**	**1350**	**271**	**37,7**
	15%	**382,0**	**1350**	**271**	**56,5**
	20%	**359,6**	**1350**	**271**	**75,4**
	25%	**337,1**	**1350**	**271**	**94,2**
M-200A-X%	**5%**	**427,02**	**1350**	**271**	**18,8**
	10%	**404,5**	**1350**	**271**	**37,7**
	15%	**382,0**	**1350**	**271**	**56,5**
	20%	**359,6**	**1350**	**271**	**75,4**
	25%	**337,1**	**1350**	**271**	**94,2**
M-400S-X%	**5%**	**427,02**	**1350**	**271**	**18,8**
	10%	**404,5**	**1350**	**271**	**37,7**
	15%	**382,0**	**1350**	**271**	**56,5**
	20%	**359,6**	**1350**	**271**	**75,4**
	25%	**337,1**	**1350**	**271**	**94,2**

M-400A-X%	**5%**	**427,0**	**1350**	**271**	**18,8**
	10%	**404,5**	**1350**	**271**	**37,7**
	15%	**382,0**	**1350**	**271**	**56,5**
	20%	**359,6**	**1350**	**271**	**75,4**
	25%	**337,1**	**1350**	**271**	**94,2**
M-800S-X%	**5%**	**427,0**	**1350**	**271**	**18,8**
	10%	**404,5**	**1350**	**271**	**37,7**
	15%	**382,0**	**1350**	**271**	**56,5**
	20%	**359,6**	**1350**	**271**	**75,4**
	25%	**337,1**	**1350**	**271**	**94,2**
M-800A-X%	**5%**	**427,02**	**1350**	**271**	**18,8**
	10%	**404,5**	**1350**	**271**	**37,7**
	15%	**382,0**	**1350**	**271**	**56,5**
	20%	**359,6**	**1350**	**271**	**75,4**
	25%	**337,1**	**1350**	**271**	**94,2**

II.6.2. Séquence de malaxage du mortier EN 196-1

Suit les étapes suivantes[2]:

- Avant d'être utilisé pour l'identification de caractéristique physique et/ou mécanique, ce mortier est malaxé pendant 4 minutes conformément aux prescriptions de la norme :
- Introduire l'eau en premier dans la cuve du malaxeur ; y verser ensuite le ciment; aussitôt après, mettre le malaxeur en marche à vitesse lente.
- Après 30 s de malaxage introduire régulièrement le sable pendant les 30 s suivantes. Mettre alors le malaxeur à sa vitesse rapide et continuer le malaxage pendant 30 s supplémentaires.
- Arrêter le malaxeur pendant 1 min 30 s. Pendant les 15 premières secondes enlever au moyen d'une raclette tout le mortier adhérent aux parois et au fond du récipient en le repoussant vers le milieu de celui-ci.
- Reprendre ensuite le malaxage à grande vitesse pendant 60 s.

Tableau.II.7. Séquence de malaxage du mortier normal.

Opération	Introduction de l'eu	Introduction du sable	Raclage de la cuve		
Durée		30 s 30 s	5 s	1 Min 5 s	60 s
Etat du malaxeur	Arrêt	Vitesse lente	Arrêt		Vitesse rapide

II.6.3. Méthode de malaxage du mortier à base des déchets de briques EN 196-1

La confection des ciments recyclés ce fait au début de malaxage, où on a mélangé le ciment avec le pourcentage volumique de la poudre de brique pendant 30 secondes jusqu'au homogénéisation du mélange; après cette étape on a respecté les recommandations de la norme EN 196-1[2].

II.6.4. Optimisation du pourcentage du NaOH

L'optimisation du pourcentage du NaOH consiste à développer les meilleures caractéristiques du mortier à l'état frais pour assurer des performances meilleures à l'état durci. On a varié le pourcentage du NaOH de 2% à 8 % avec un pas de 2%, en fixant le rapport E/C.

L'introduction de l'activant dans l'eau sous forme d'une solution entraine soit une chute de la résistance à la compression et une chute de la maniabilité. On constate qu'il est préférable d'ajouter l'activant directement dans le solide, qui est plus pratique aussi pour l'industrie. L'utilisation de la solution activante n'apporte aucun avantage, en plus il faut dissoudre l'activant avant de l'utiliser[77, 122].

Les étapes de malaxage sont les mêmes que le mortier a base des poudres de briques sauf que l'on a broyé le NaOH avec la poudre de brique, les étapes suivantes sont résumées dans la partie II.6.3 .Les différentes compositions sont présentées dans le tableau II.8**:**

Tableau.II.8. Les différentes compositions de mortier avec NaOH

	Addition %	**Ciment (g)**	**Sable 0/3 (g)**	**Eau (g)**	**Déchets de brique (g)**	**NaOH (g)**
M-400A-10-Y% + NaOH	2	404,5	1350	271	37,7	0,75
	4	404,5	1350	271	37,7	1,50
	6	404,5	1350	271	37,7	2,26
	8	404,5	1350	271	37,7	3,01



Figure.II.11. Protocole de malaxage.

II.6.5. Préparation et Conservation des Eprouvettes

Après cette séquence les mortiers obtenus, sont versées dans des moules prismatiques (40X40X160) mm^3 afin d'assurer une durée de cure de 28 jours conformément à la norme EN 196-1 et EN 196-2[2, 119].

II.7. Essais sur les mortiers

II.7.1. État frais

A. Maniabilité (NF P18- 452 et NF P18- 437)

La maniabilité du mortier frais est déterminée à l'aide d'appareil de maniabilimètre LCL, il consiste en un boitier parallélépipédique métallique a des dimension connus, posé sur des supports en caoutchouc, équipé d'un vibrateur et muni d'une cloison amovible. Le mortier est introduit dans la partie la plus grande délimitée par la cloison et mis en place 4 couche, chaque couche étant soumise à 6 coups au moyen de la tige de piquage, 4 minute après la fin du malaxage la cloison est retirée, provoquant la mise en route du vibrateur et le déclenchement d'un chronomètre, sous l'effet de la vibration le mortier S'écoule, le chronomètre est arrête quand le mortier atteint un trait repère sur la paroi opposée du boitier, le temps « t »mis par le mortier pour s'écouler caractérise sa consistance.

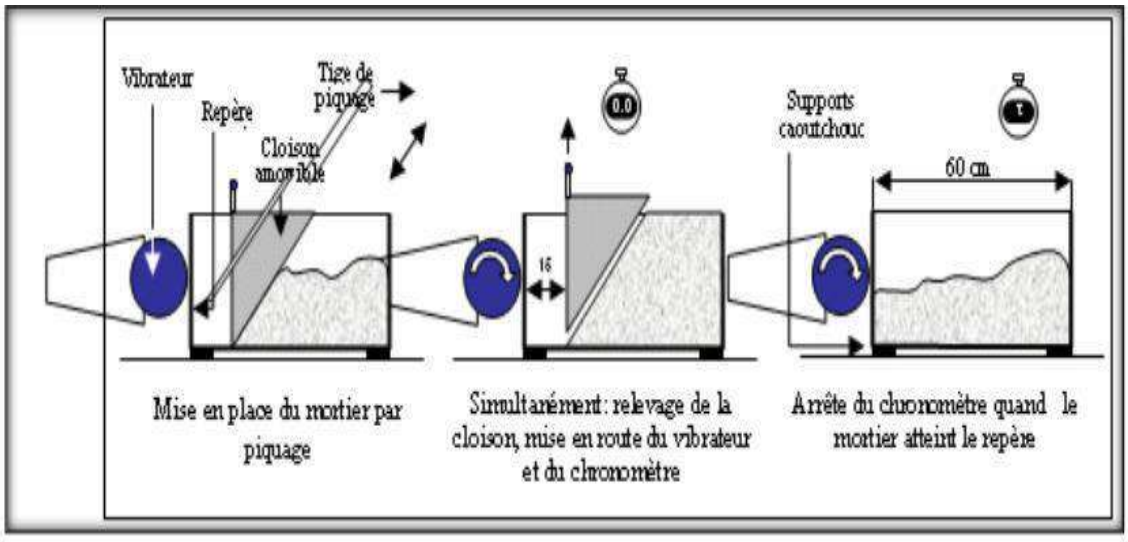


Figure.II.12. Principe de fonctionnement du maniabilimètre LCL.

II.7.2. État durci

A. Résistance à la traction par flexion

À l´âge requis, les éprouvettes sont brisées par flexion en deux moitiés selon la norme [EN 196-1] [2]. C'est l'essai le plus couramment utilisé. Il consiste à rompre en flexion (par deux points) (Figure II.11), une éprouvette prismatique de côté a et de longueur L.

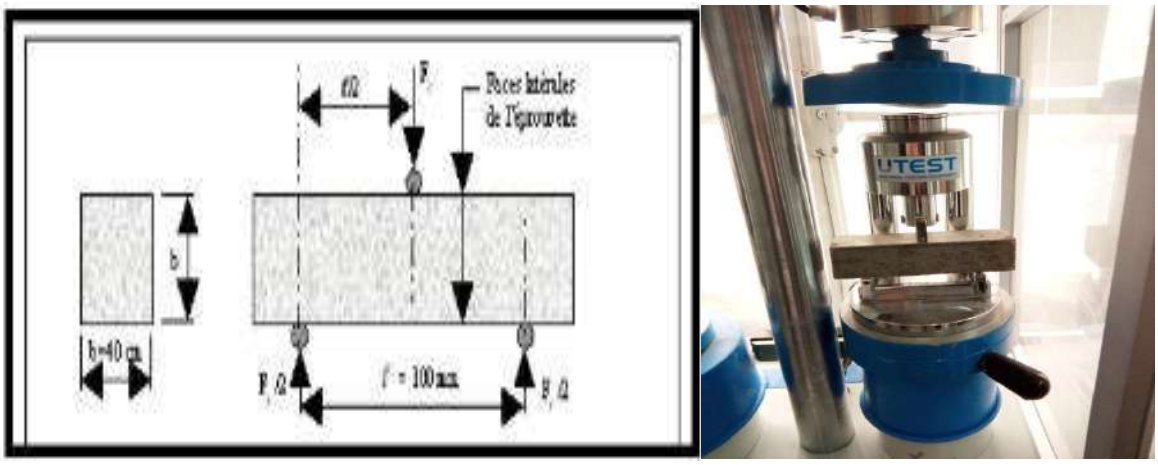


Figure.II.13. Essai de traction par flexion sur mortier.

La contrainte de flexion sur la fibre inférieure est donnée par la formule suivante :

$$\sigma_t = \frac{M}{I} v$$

Avec :

M : Moment de flexion entre les deux points d'application de la charge : $M = \frac{F_f L}{4}$

I : Moment d'inertie de la section transversale : $I = \frac{a^4}{12}$

v : La distance de la fibre inférieure la plus éloignée : $v = \frac{a}{2}$

La résistance à la traction par flexion est calculée donc par la formule suivante :

$$\sigma_t = \frac{1.5 F_f L}{a^3}$$

B. Résistance à la compression

La résistance à la compression a été mesurée selon la norme [EN 196-1] par compression axiale pour demi-prisme d'éprouvettes prismatiques après rompre en flexion à l'âge de 3, 7 et 28 jours, à l'aide d'une presse de capacité de 2000 KN (Figure II.12). La résistance à la compression correspond à la contrainte moyenne d'écrasement de trois (03) demi-prismes des trois éprouvettes[2].

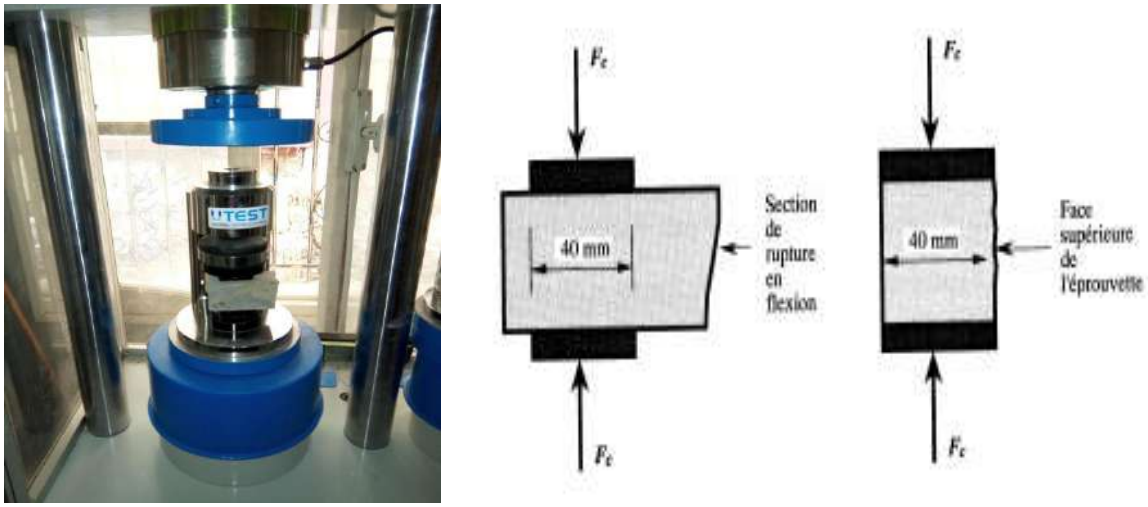


Figure.II.14. Essai de compression sur mortier.

Si F_c est la charge de rupture, la contrainte de rupture vaudra : $\sigma_c = \frac{F_c}{a^2}$

Cette contrainte est appelée résistance à la compression et, si F_c est exprimée en newtons, cette résistance exprimée en méga pascals vaut :

$$f_{c28}\,(\text{MPa}) = \frac{F_c\,(\text{N})}{1600}$$

C. Absorption d'eau par capillarité (NE-13057)

Dans cet essai, on prend un morceau d'éprouvette de béton déjà séché dans une étuve ventilée à 105 °C, jusqu'au masse constante, après cette étape, les quatre faces latérales des éprouvettes sont couvertes par un film protecteur afin d'assurer que l'absorbation soit uniquement capillaire. Après le séchage de ces derniers on le pèse (m_0), ces éprouvettes sont à la suite introduite dans un bac remplis de 0.5 cm d'eau, pendant 24 heures, l'essai consiste à peser les échantillons dans un intervalle de temps définie par la norme (15 min, 30 min ,1 h, 2 h ,4h ,24h). L'eau absorbée est exprimée par la différence (m_i- m_0).

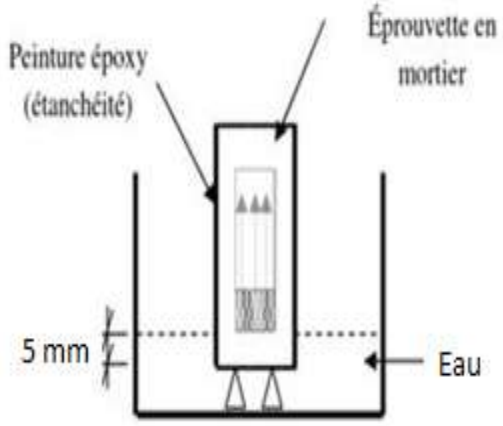


Figure.II.15. Essai d'absorption d'eau par capillarité sur mortier.

D. Porosité accessible à l'eau

- **Imbibition du corps d'épreuve :**

Placer le corps d'épreuve dans un récipient étanche .une fois le récipient fermé, faire le vide jusqu'à ce que l'on atteigne une pression constante de 25 Mbar ; maintenir ce vide pendant au moins 4h. Pour s'assurer que le dégazage des corps d'épreuve est terminé, déconnecter le récipient de la pompe à vide et vérifier à l'aide d'un manomètre que la pression ne remonte pas dans le corps d'épreuve.

Reconnecter le récipient à la lampe à vide et introduire progressivement l'eau d'immersion de façon qu'après 15 minutes, le corps d'épreuve soit recouvert d'environ 20 mm d'eau. Maintenir cette pression réduite pendant 20h 1h à 20 C°, puis déconnecter la pompe et ouvrir le récipient.

- **Détermination de la masse du corps d'épreuve sec**

Sécher le corps d'épreuve à 105 ± 5 C° jusqu'à masse constante, c'est-à-dire jusqu'à ce que deux pesées successives, avant et après un séjour de 24 h à l'étuve, ne différent pas de plus de 0,05 %.

Avant chaque pesées, placer l'éprouvette dans un dessiccateur jusqu'à ce qu'elle atteigne la température ambiante. Les pesées doivent être effectuées à 0,05 g prés.

La masse ainsi déterminée est la masse de l'éprouvette sèche (M_{sec})

- **Détermination de la masse du corps d'épreuve immergé**

Suspendre le corps d'épreuve à l'aide d'un fil à partir du système de suspension de la balance hydrostatique et le peser complètement immergé dans une certaine quantité d'eau d'immersion contenue dans un bêcher. Mettre le point s'il est utilisé. On obtient ainsi la masse M_{eau} du corps d'épreuve immergé. La pesée doit être effectuée à 0,01 g prés. Déterminer la température de l'eau d'immersion.

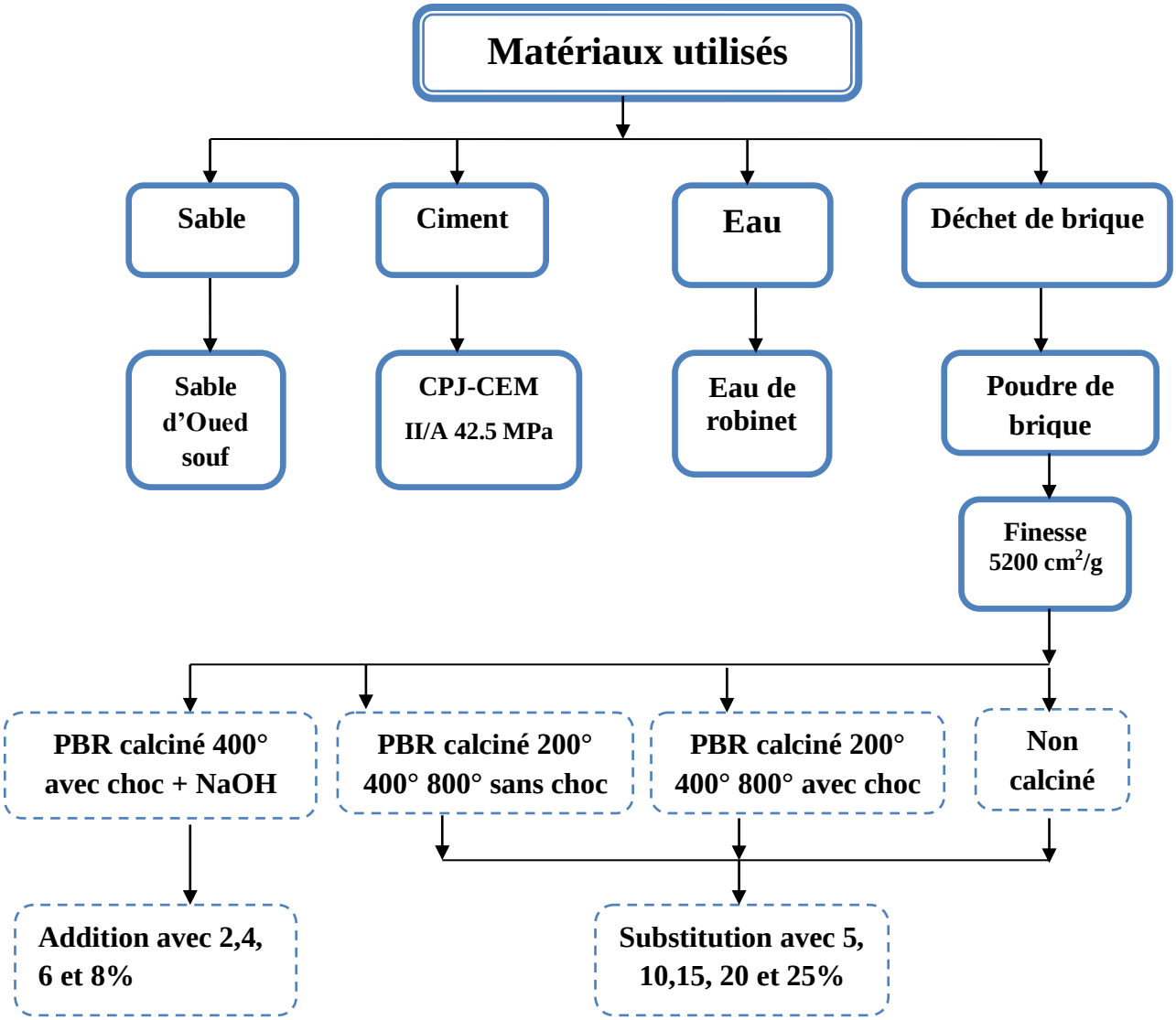
- **Détermination de la masse du corps d'épreuve imbibé pesé dans l'air**

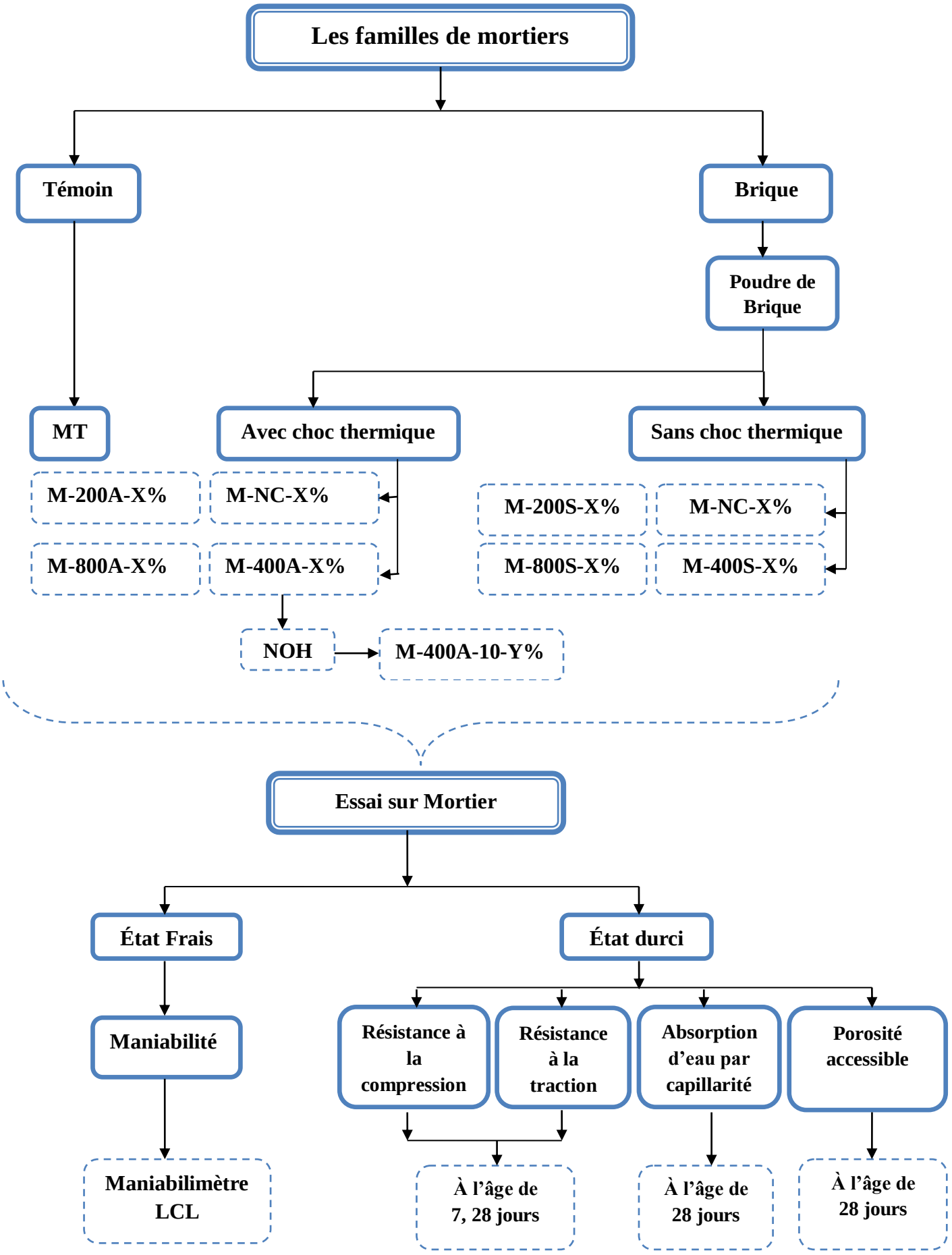
Extraire le corps d'épreuve de l'eau et l'essuyer rapidement et rapidement et soigneusement, à l'aide d'une éponge ou d'une ligne humide, afin de débarrasser des gouttelettes et du film superficiel d'eau, sans toutefois retirer l'eau des pores.

Peser immédiatement le corps d'épreuve dans l'air à 0,01 g prés. S'assurer que l'évaporation de l'eau d'imbibition ne provoque pas de perte de masse appréciable pendant les opérations de l'eau de pesées. On obtient, de cette manière, la masse M_{air} du corps d'épreuve imbibé.

La porosité accessible à l'eau, exprimée en pourcentage en volume, est donnée par l'équation : $\varepsilon\% = \frac{Mair-Msec}{Mair-Meau} \times 100$ **Livre GRAN Dubé 383-384,**[123].

II.8. Variables étudiées




Les familles de mortiers
Témoin
Brique
Poudre de Brique
MT
Avec choc thermique
Sans choc thermique
M-200A-X%
M-NC-X%
M-800A-X%
M-400A-X%
M-200S-X%
M-NC-X%
M-800S-X%
M-400S-X%
NOH
M-400A-10-Y%
Essai sur Mortier
État Frais
État durci
Maniabilité
Maniabilimètre LCL
Résistance à la compression
Résistance à la traction
Absorption d'eau par capillarité
Porosité accessible
À l'âge de 7, 28 jours
À l'âge de 28 jours
À l'âge de 28 jours

II.9. Conclusion

Dans notre travail plusieurs essais ont été réalisés pour déterminer les caractéristiques rhéologiques et mécaniques des mortiers recyclés. Cela pour évaluer l'effet des différents traitements des déchets de briques à savoir le type de calcination, la finesse et l'utilisation des activateurs alcalins ; les résultats obtenus sont résumés dans le troisième chapitre analyse et discutions des résultats.

CHAPITRE III
Résultats et Interprétations

III. Introduction

Dans ce chapitre nous présentons l'analyse et la discussion des résultats obtenus à partir des différents essais effectués dans le chapitre II. Ils permettent de donner des interprétations sur l'effet de calcination de poudre de brique à différentes températures (200 C°, 400 C°, 800 C°) sans et avec choc thermique, le broyage et l'ajout d'hydroxyde de sodium (NaOH) comme activateur alcalin sur les propriétés physiques et mécaniques des mortiers normalisés.

III.1. Essais sur mortier à base de déchets

III.1.1. État frais

A. Maniabilité des mortiers

Après avoir caractérisé les matériaux, on procède à tester le mortier normalisé confectionné à NF EN 196-1 correspondant à l'état frais pour fixer le temps d'écoulement entre 2 et 4s [2]. Le seul paramètre a étudié à l'état frais est la maniabilité, le tableau.III.1 présente cette propriété en fonction des différents pourcentages du PBR.

Tableau.III.1. Maniabilités des mortiers testés.

Notation	Temps d'écoulement (s)
MT	3
M-NC-5% M-NC-10% M-NC-15% M-NC-20% M-NC-25%	3.2 3.5 3.9 4 4
M-200S-5% M-200S-10% M-200S-15% M-200S-20% M-200S-25%	3 3.5 3.5 3.8 4
M-200A-5% M-200A-10% M-200A-15% M-200A-20% M-200A-25%	3.5 3.5 4 4 4
M-400S-5% M-400S-10% M-400S-15% M-400S-20% M-400S-25%	3 3.2 3.5 4 4

M-400A-5% M-400A-10% M-400A-15% M-400A-20% M-400A-25%	3.5 3.5 3.7 4 4
M-400A-10-2% M-400A-10-4% M-400A-10-6% M-400A-10-8%	3.5 3.9 4 4
M-800S-5% M-800S-10% M-800S-15% M-800S-20% M-800S-25%	3 3 3.5 3.5 4
M-800A-5% M-800A-10% M-800A-15% M-800A-20% M-800A-25%	3 3.2 3.5 3.9 4

Les résultats de tableau sont dans présenté par un histogramme dans la figure suivantes :

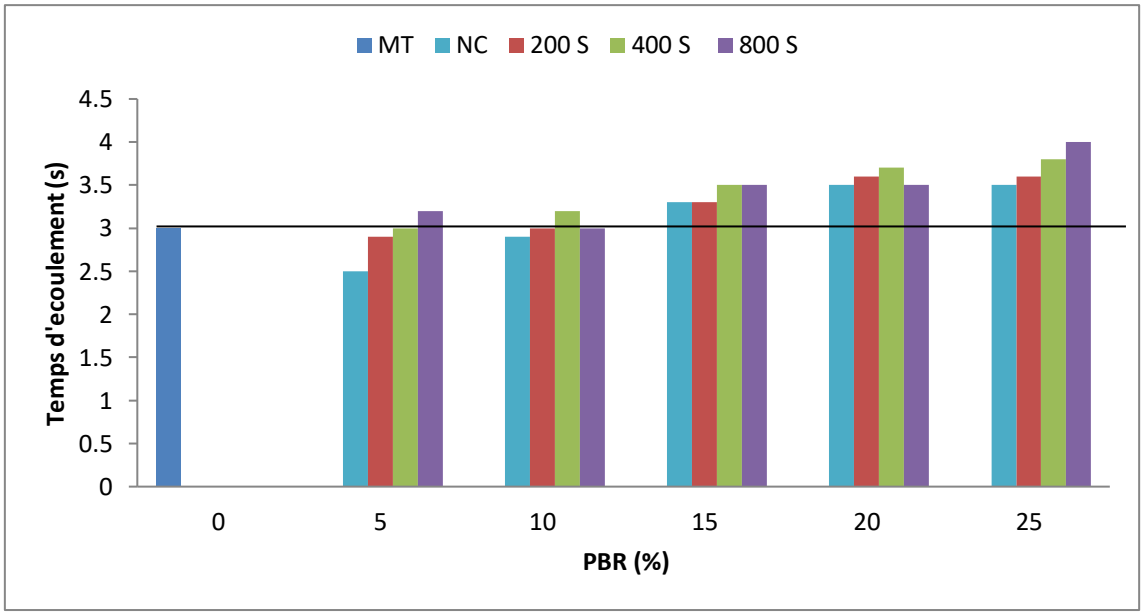


Figure.III.1. Représente le temps d'écoulement en fonction de pourcentage de PBR sans choc thermique.

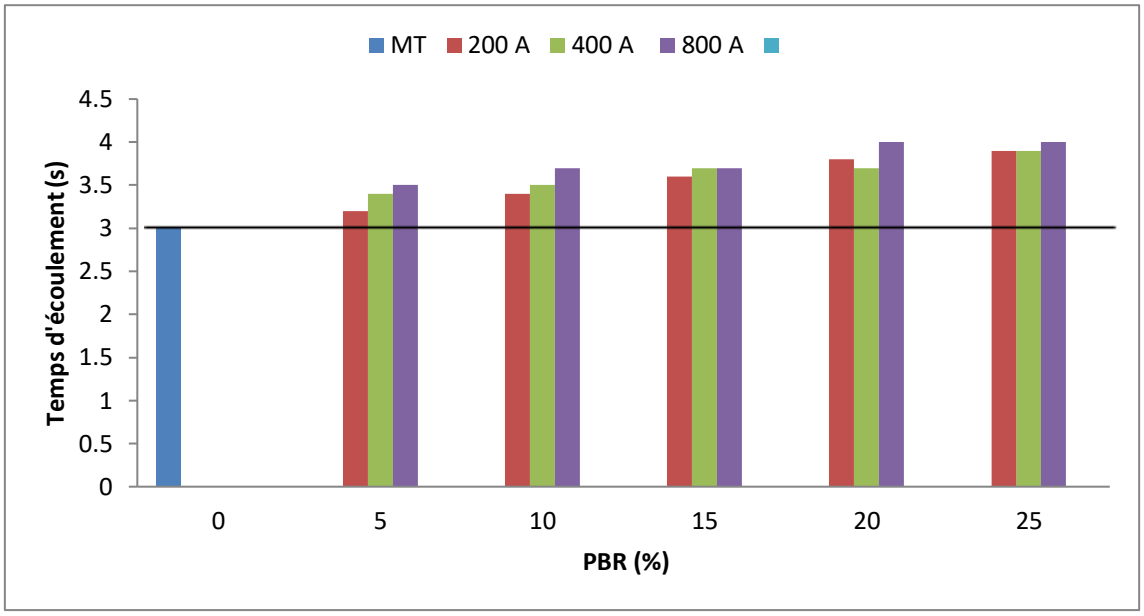


Figure.III.2. Représente le temps d'écoulement en fonction de pourcentage de PBR avec choc thermique.

A partir des deux figures précédentes, On constate qu'il y'a une augmentation de temps d'écoulement avec l'augmentation de pourcentage de PBR pour les deux types (sans choc et avec choc thermique).

Cette diminution de la maniabilité est due à la demande en eau plus grande du métakaolin. Plusieurs auteurs ont travaillé sur la demande en eau des métakaolins dans des pâtes, mortiers et bétons en concluant toujours que la demande en eau augmentait avec la quantité de métakaolin introduite[31, 32]. Pour maintenir une fluidité constante, deux solutions sont envisagées :

- Soit on augmente la quantité de l'eau [33] ce qui entraine une diminution des performances à l'état durci (résistance et durabilité).
- Soit le mélange est adjuvant avec un superplastifiant haut réducteur d'eau ce qui permet de maintenir de bonnes performances [34]. C'est ce qui est préconisé en général.

La maniabilité des mortiers diminue avec l'augmentation de la température de calcination, Ces résultats sont confirmés par celle obtenues par kharroub et Djenid [124].

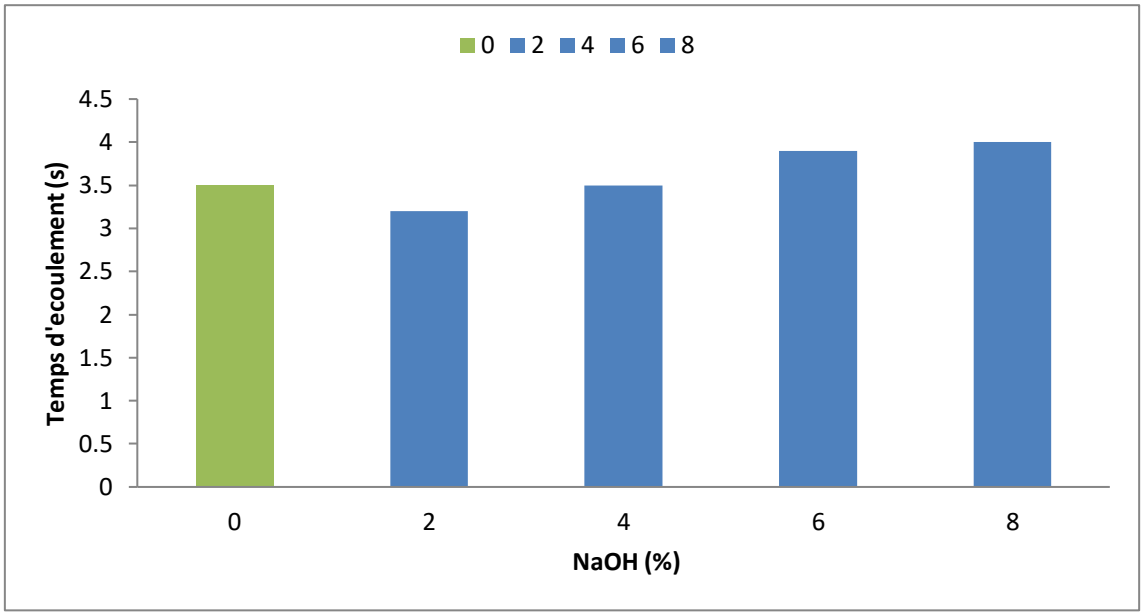


Figure.III.3. Représente le temps d'écoulement en fonction de pourcentage du NaOH.

On constate une augmentation importante en fonction de l'augmentation du pourcentage de NaOH.

La figure III.3. représente la relation entre le temps d'écoulement et le pourcentage du NaOH, on constate qu'il y'a une variation polynomiale et proportionnelle entre ces deux paramètres, ce qui confirme le rôle d'accélérateur de prise du NaOH[87, 124, 125].

III.1.2. État durci

A. Résistances mécaniques

Pour les différentes familles de mortier, les mesures ont été réalisées sur trois éprouvettes prismatiques de dimensions (40x40x160) mm^3, la moyenne des trois valeurs est retenue. Les résultats de l'essai de résistance effectué sur les différents mortiers à base de poudre de brique aux échéances 7 et 28 jours sont présentés dans cette partie.

A.1. Résistance à la compression

Pour mieux saisir le sens de l'évolution relative de la résistance à la compression des différents mortiers avec l'âge et fonction du taux de substitution de PBR, et permettre la comparaison avec les MT, les résultats sont présentés dans les figures suivantes :

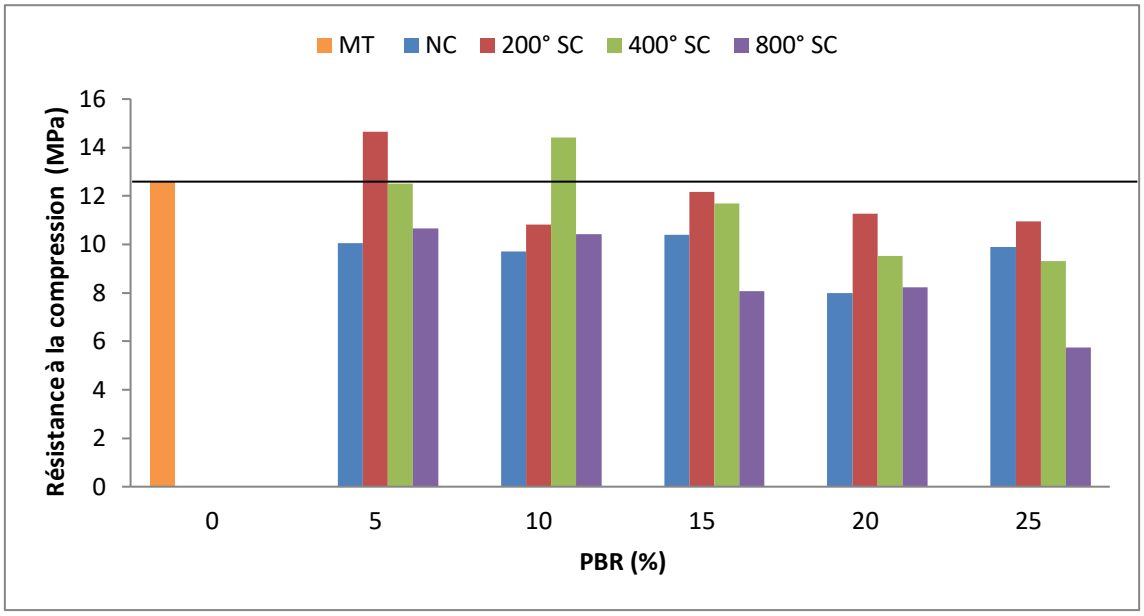


Figure.III.4. La résistance à la compression en fonction de la substitution en poudre de brique sans choc thermique à 7 jours.

Concernant les mortiers à base de PBR non calcinés sans choc thermique, la réduction de la résistance à la compression à 7 jours varie entre 18 et 37 %. Hors, pour le mortier M-200S-5% on a une amélioration de la résistance de 14 % par rapport au mortier témoin.

De même, pour le mortier M-400S-10% développe une augmentation de 13%. A partir de 10% de PBR la résistance diminue, et pour la famille M-800S la diminution de résistance est entre 16 et 55%.

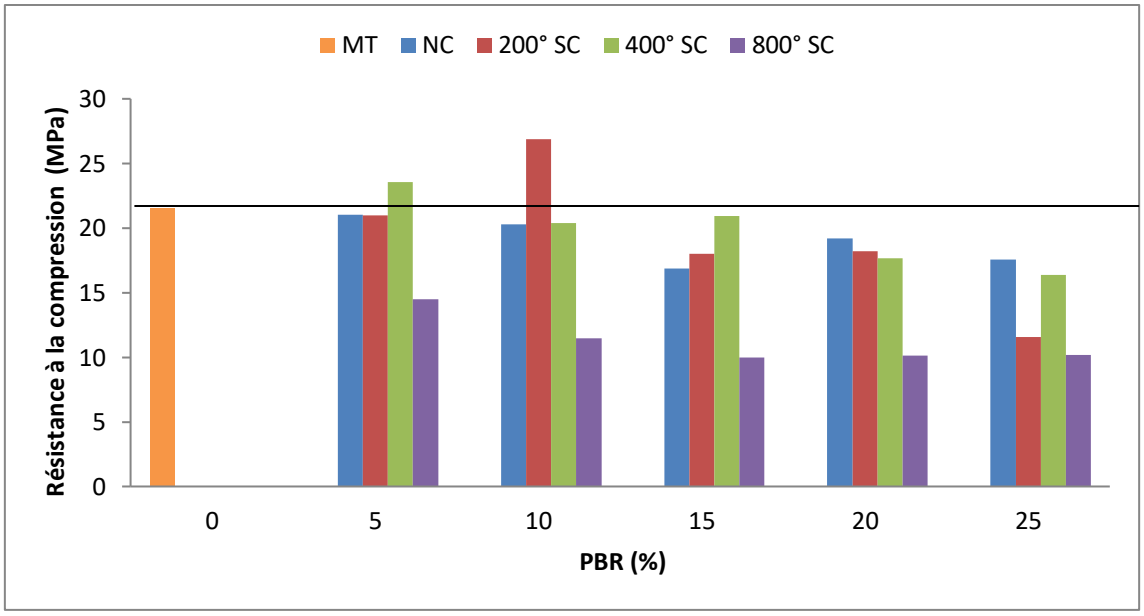


Figure.III.5. La résistance à la compression en fonction de la substitution en poudre de brique sans choc thermique à 28 jours.

A partir de la figure.III.5 …. On constate que la résistance à la compression à 28 jours des mortiers à base de PBR non calciné sans choc thermique est diminuée avec l'augmentation de substitution de PBR.

Les familles M-200S-10% et M-400S-5% on a une amélioration de la résistance de 17 % et 9% respectivement par rapport au mortier témoin, après ces deux pourcentage la résistance a diminué.

De même, pour le mortier M-800S-X% qui a une diminution de résistance entre 23 et 54%.

Sur la base des résultats obtenus, la poudre de brique qui développe des résistances similaires aux mortiers témoins sont les familles M-200S-10% et M-400S-5%, présentant une amélioration au mortier témoin à court et long terme.

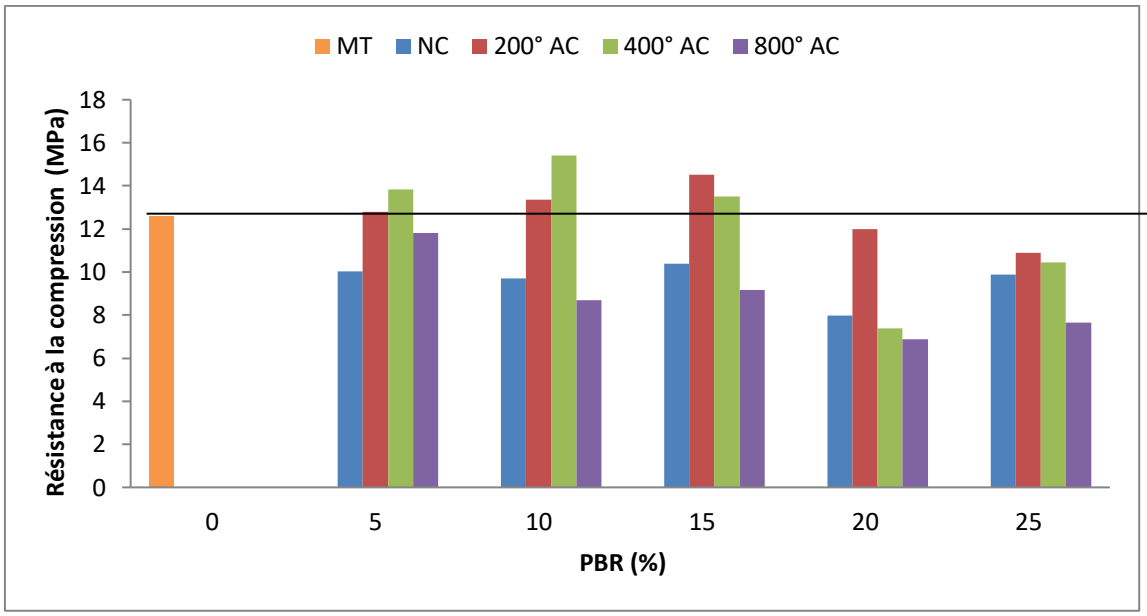


Figure.III.6. La résistance à la compression en fonction de la substitution en poudre de brique avec choc thermique à 7 jours.

Les mortiers à base de PBR non calcinés avec choc thermique à une diminution de la résistance à la compression à 7 jours varient entre 18 et 37 %. Hors, pour le mortier M-200A on a une amélioration de la résistance entre 2 et 14%, et pour le mortier M-400A a une augmentation entre 7 et 19% jusqu' à 15% de substitution de PBR respectivement par rapport au mortier témoin; De même, pour la famille M-800A-X% la résistance diminue entre 7 et 46%.

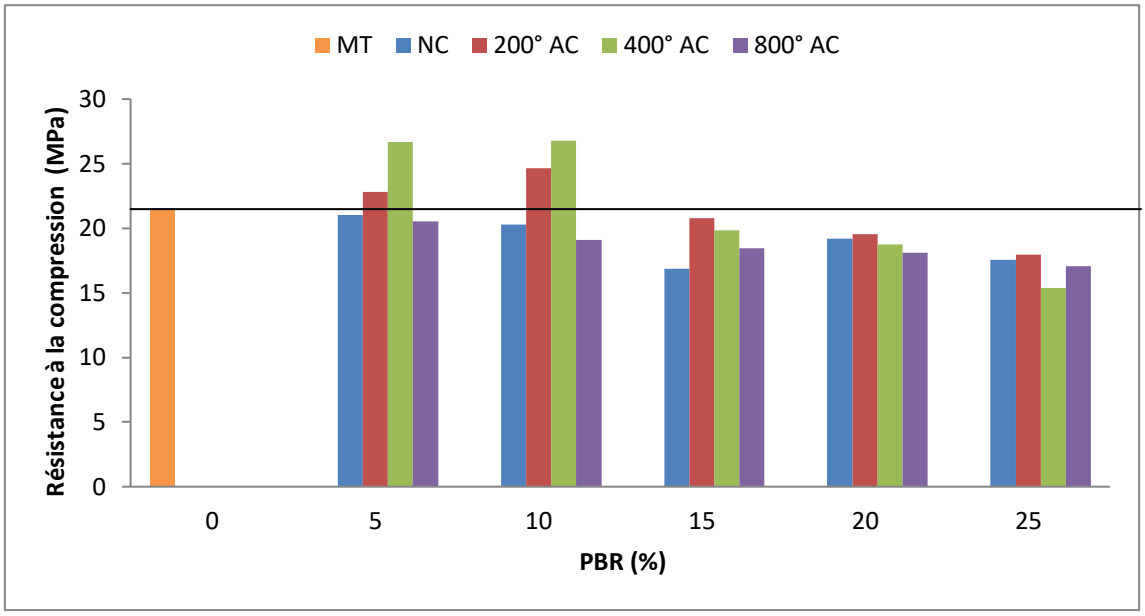


Figure.III.7. La résistance à la compression en fonction de substitution en poudre de brique avec choc thermique à 28 jours.

On constate que les mortiers à base de PBR non calcinés avec choc thermique a une diminution de la résistance à la compression à 28 jours variant entre 3 et 22 %, pour les mortiers M-200A et M-400A on a une amélioration de la résistance entre 6 et 13% et de 20% respectivement jusqu' à 10% de substitution de PBR par rapport au mortier témoin, après 10% de substitution de PBR la résistance est diminuée. De même, pour la famille M-800A la résistance diminue entre 5 et 22%.

Sur la base des résultats obtenus, la poudre de brique qui développe des résistances similaires aux mortiers témoins sont les familles M-200A et M-400A entre 5 et 10% de substitution, présentant une amélioration au mortier témoin à court et long terme.

On peut dire à partir de ces résultats que le déchet de brique de ces deux familles a une diminution de résistance à partir de 10% de substitution et avec l'augmentation de température pour les deux types.

Donc, à partir de ces deux types de brique (sans choc et avec choc thermique), la famille M-400A-10% est considérer comme optimum qui développe les meilleures résistances.

En comparaison avec le refroidissement du clinker, Les procédures de refroidissement après cuisson jouent un rôle important sur la forme et la réactivité des constituants du clinker. Le refroidissement s'effectue en deux étapes: quand la température de cuisson atteint 1450°C, le clinker est refroidi dans le four rotatif jusqu'à 1200 à 1300°C ; La deuxième étape se produit dans le refroidisseur à une très basse température afin de figer les différentes phases du produit obtenu et neutraliser leur décomposition, ainsi empêcher entre autres la cristallisation du MgO en périclase.

En cuisson du ciment, on s'efforce par un refroidissement rapide de maintenir autant que possible l'état du clinker à la température maximale pour garantir des teneurs élevées en C3S avec une structure cristalline correspondante à une meilleure activité pendant l'hydratation.

Le processus de cristallisation et de solidification, au cours de la fabrication industrielle du clinker, dépend essentiellement de la composition chimique du produit de cuisson et de la vitesse de refroidissement. La possibilité de former des germes et la vitesse de cristallisation diminuent pendant le refroidissement en parallèle avec l'augmentation de la viscosité, l'état amorphe peut donc se maintenir.

Les matières riches en silice se solidifient à l'état vitreux, ce qui est du à l'assemblage des éléments (SiO4-4) pendant le refroidissement, en formant un réseau avec des ponts d'oxygènes. Par conséquent la viscosité augmente fortement de sorte qu'un réseau cristallin peut plus s'ordonner. Par contre, les silicates fondus riches en chaux ne présentent pas cette augmentation progressive de la viscosité lors du refroidissement. Ils se cristallisent presque toujours parce que CaO, Na2O, K2O agissent comme de véritables formateurs du réseau. Ces phénomènes, devront être vérifiés avec l'essai de DRX.

IRKI et al, on était remarqués que la résistance à la compression soit augmentée de 5% de substitution en PBR pour toute la finesse de Blaine de 15%. Après cette valeur, la résistance à la compression diminuait en augmentant le volume de substitution, il est noté que les résistances à la compression des mortiers avaient 10 et 15% de PBR était supérieur au mortier de contrôle pour la finesse Blaine de 4300 et 5200 cm^2 / g à long terme[56].

Ces conclusions sont confirmées par Poon et al. lorsqu'ils ont mesuré les résistances à la compression sur des pâtes cimentaires incorporant du métakaolin[37].

Différents auteurs ont conclu que l'augmentation la plus importante de la résistance mécanique est observée pour un taux de métakaolin autour de 10 %[38-40],[18].

Ces résultats sont comparable à ceux d'autre chercheurs qui ont travaillées sur les différentes types de mortier et de béton à base de pouzzolane et qui ont remarqués une chute de la résistance mécanique à partir de 10 à 15% d'ajout de pouzzolane parmi eux BENKADDOUR et al. dans leur étude ont trouvé que la résistance en compression diminue considérablement avec l'augmentation du pourcentage de la pouzzolane naturelle de Béni-saf à jeune et à moyen terme (2, 7 et 28 jours)[126]. Il y'a aussi TARGAN et al. qui ont trouvé une diminution de 11% de la résistance à la compression à l'échéance de 90 jours[127], D'autre part, MANSOUR a montré qu'un taux de substitution de 30% de pouzzolane engendre une diminution de 15% de la résistance à la compression des bétons à long terme (90 jours). Il semble que la poudre de brique cuite joue le même rôle que la pouzzolane[128].

La PBR ne peut pas participer à l'hydratation qui pourrait être due à leur faible activité pouzzolanique. Progressivement à l'âge de 90 jours, l'activité pouzzolanique a entraîné une augmentation significative de la résistance à la compression des mortiers notamment après 28 jours [61].

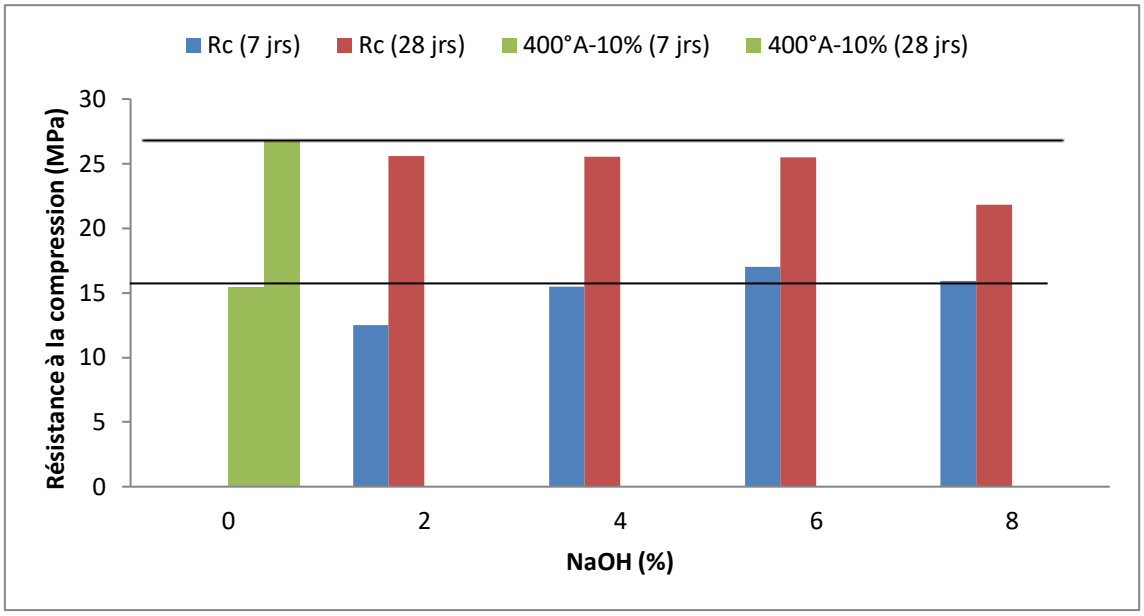


Figure.III.8. Évaluation de la résistance à la compression de M-400A-10% en fonction du NaOH.

On remarque que la résistance à la compression augmente de 10% à court terme par rapport à sa famille mais il reste inferieur par rapport au mortier témoin.

De même, la résistance à la compression est stabilisée de 2 à 6%, puis elle a diminuée au-delà de 6% de taux du NaOH.

Selon Alonso et Palomo, 2001 et Monzó et al**.** la température accélère l'activation alcaline d'un mélange solide de métakaolin et d'hydroxyde de sodium entrainant une formation plus rapide (accélération du processus de polymérisation) du produit final [97].

Alonso et Palomo ont étudié l'activation alcaline de métakaolins avec du $Ca(OH)_2$ à différentes températures par conduction calorimétrique [95]**.**Ils ont attribué l'allure des courbes calorimétriques à la dissolution, la précipitation des phases aluminosilicates amorphes, et la formation de phases de zéolithe. Ils ont aussi observé que la cinétique de la réaction est d'autant plus rapide que la température est élevée. Par contre, une température trop élevée peut fragiliser la structure et diminuer les performances mécaniques du géopolymères. Ceci serait sans doute lié à la perte d'une partie de l'eau de cohésion, ce qui suggère la nécessité de maintenir de petites quantités d'eau structurelle pour réduire l'apparition de fissures et maintenir l'intégrité structurelle du matériau. En outre, une température excessivement élevée accélère la cinétique de réaction en favorisant la cristallisation de zéolithes au détriment de la quantité de gel NASH [96].

De Silva et Glasser rapportent que Les mélanges activés présentent néanmoins une augmentation de résistance jusqu'à 180 jours [86]. Ces résultats sont confirmés par Jiang. à l'échéance de 28 jours : la soude et le sulfate de calcium augmentent la résistance, en particulier NaOH à long terme [87, 125].

A.2. Résistance à la traction par flexion

La mesure de la résistance à la traction est importante surtout pour identifier l'adhérence Ciment-Granulats. Pour mieux saisir le sens de l'évolution relative de la résistance à la traction par flexion des différents mortiers en fonction du taux de substitution de PBR avec le MT, les résultats sont présentés dans les figures III.9. III.10, III.11, III.12, III.13.

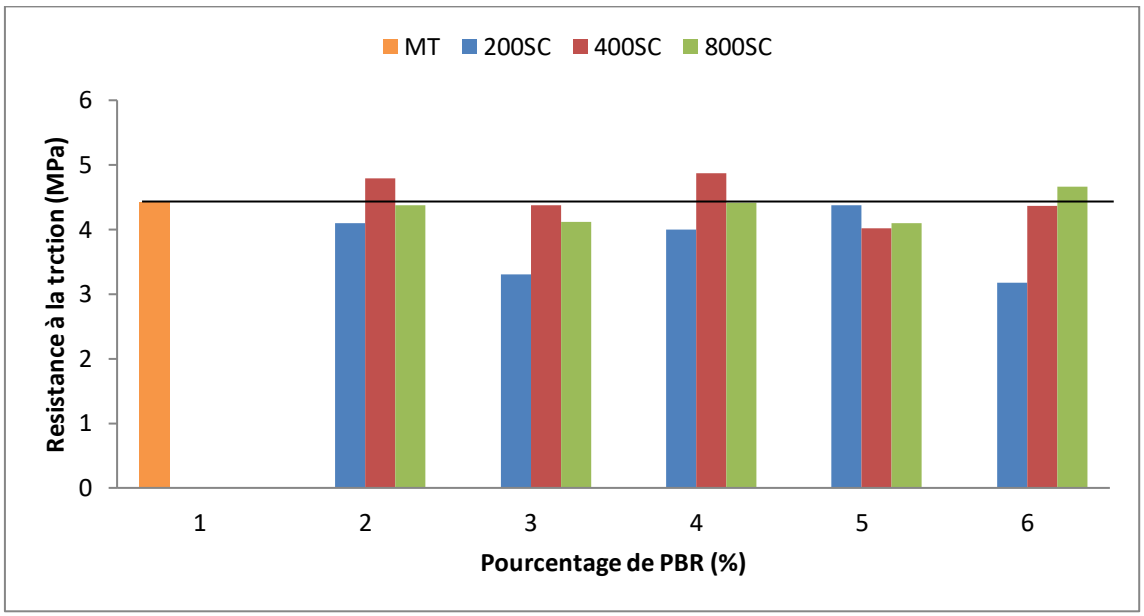


Figure.III.9. La résistance à la traction en fonction de la substitution en poudre de brique sans choc thermique à 7 jours.

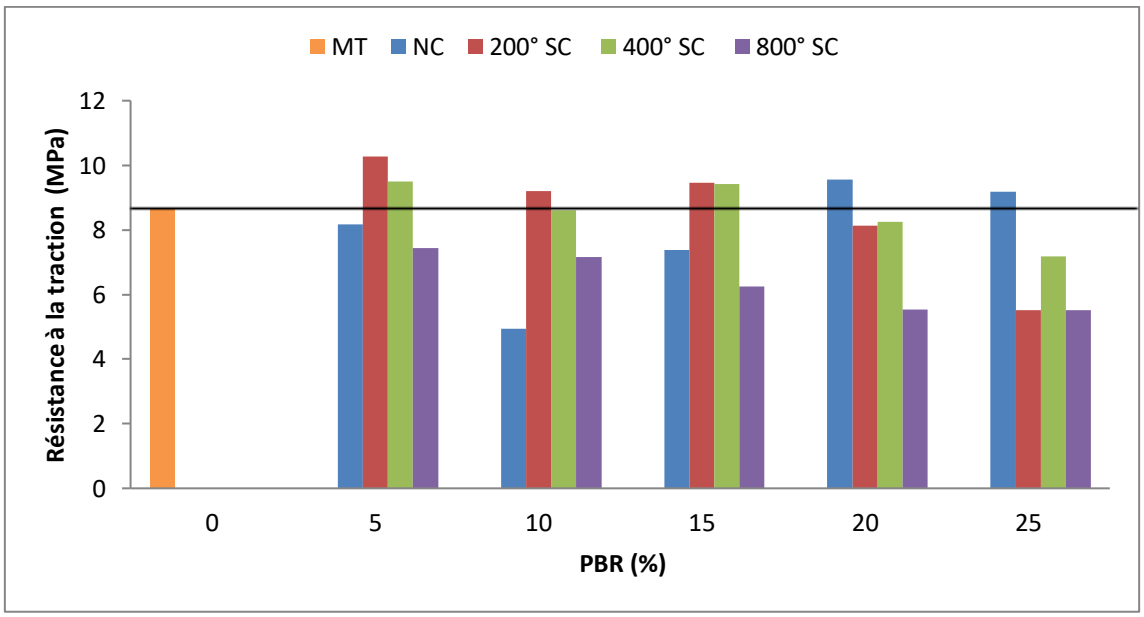


Figure.III.10. La résistance à la traction en fonction de la substitution en poudre de brique sans choc thermique à 28 jours.

A partir des figures III.9. III.10. On constate que la résistance à la traction des mortiers à base de PBR non calciné est diminuée, après elle a augmentée de 10% de résistance par rapport au mortier témoin à partir de 15% de substitution de PBR.

De même, les autre familles calcinées à 200°C et 400°C sans choc thermique est améliorée la résistance entre 5 à 18% par rapport au mortier témoin jusqu'au 15% de substitution de PBR, et pour le mortier M-800S à une diminution de résistance entre 15 et 37%.

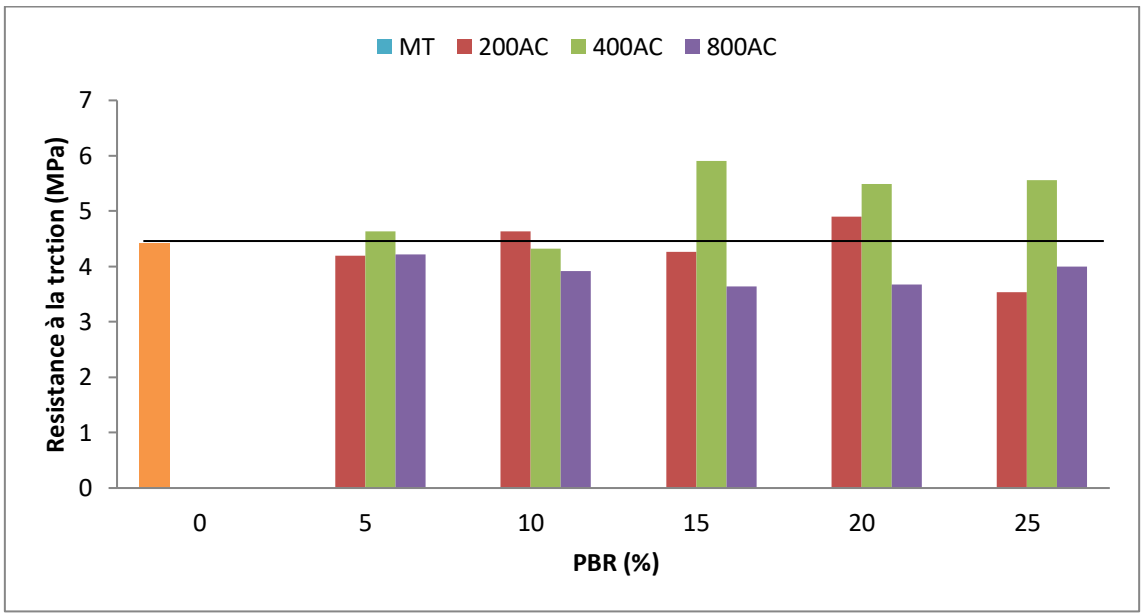


Figure.III.11. La résistance à la traction en fonction de la substitution en poudre de brique avec choc thermique à 7 jours.

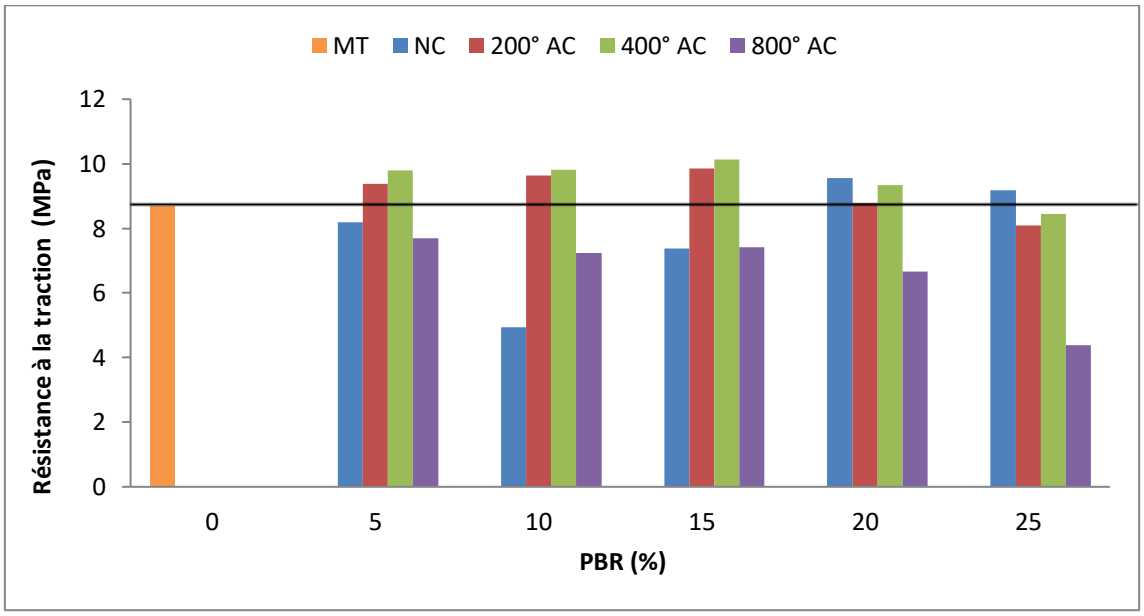


Figure.III.12. La résistance à la traction en fonction de la substitution en poudre de brique avec choc thermique à 28 jours.

D'autre part, on constate que la résistance à la traction des mortiers à base de PBR non calciné a augmenté sa résistance à 7 jours, alors qu'à 28 jours, la résistance a diminuée par rapport au mortier témoin. La résistance des mortiers à base de PBR calcinée à 200° et 400°C avec choc thermique est augmentée de 15% par rapport au mortier témoin à 28 jours.

Alors, à partir des résultats précédents. On constate que la substitution de PBR calcinée à 200°C et 400°C améliorent la résistance à la traction à court et long terme pour les deux types, et pour le mortier M-800A à une diminution de résistance entre 10 et 50%.

IRKI et autres, conviennent de noter que les résistances à la traction des mortiers autoplaçants avaient 10, 15 et 20% de PBR étaient supérieures au mortier témoin pour la finesse Blaine de 4300 et 5200 cm² / g à long terme [56].

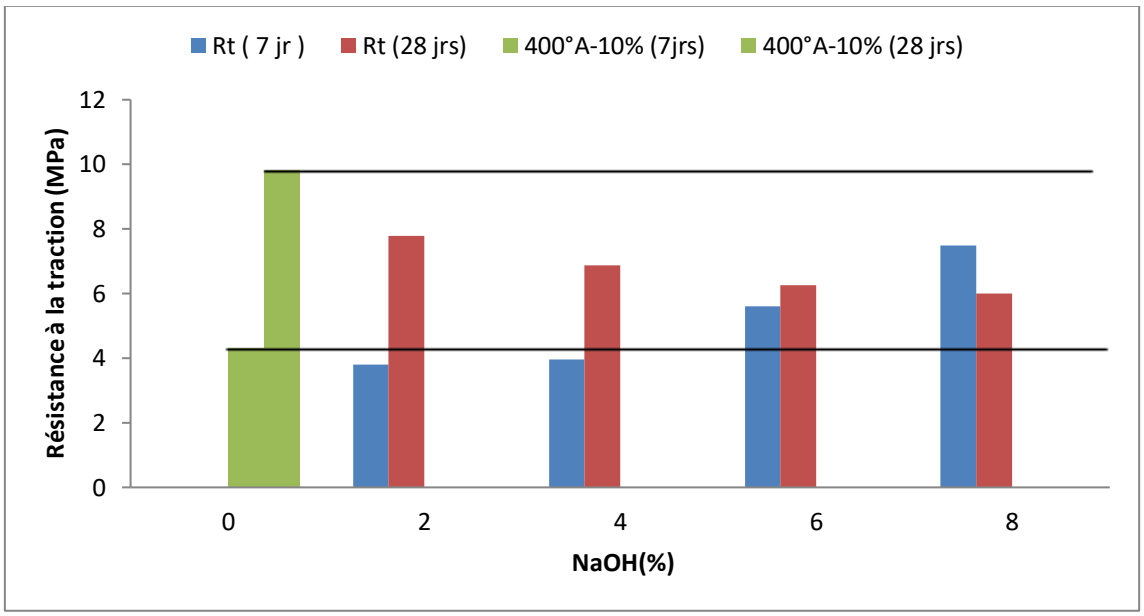


Figure.III.13. Évaluation de la résistance à la traction de M-400A-10% en fonction du NaOH.

On remarque que la résistance à la traction à 7 jours a augmentée par rapport à sa famille mais elle reste inferieure par rapport au mortier témoin. A 28 jours la résistance diminue avec l'augmentation de la teneur en NaOH par rapport au mortier témoin, à partir d'un M-400A-10% similaire au mortier témoin, la diminution est entre 11 et 31%.

B. Absorption d'eau par capillarité

Les résultats de l'essai d'absorption d'eau par capillarité des différents mortiers réalisés sont résumés dans les figures suivantes.

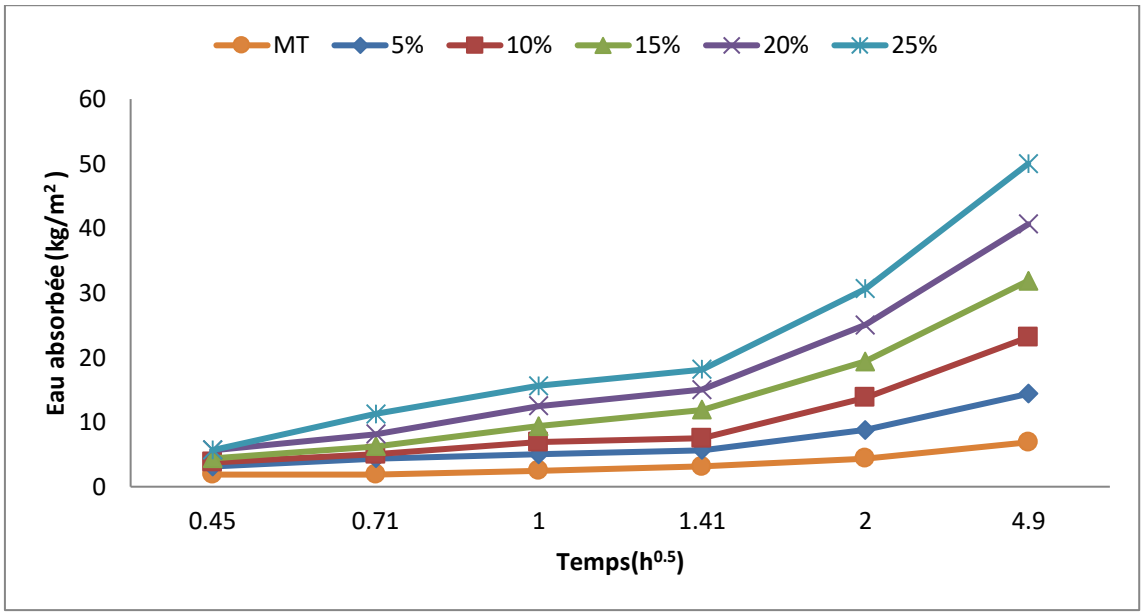


Figure.III.14. Absorption d'eau par capillarité de M-NC-X%.

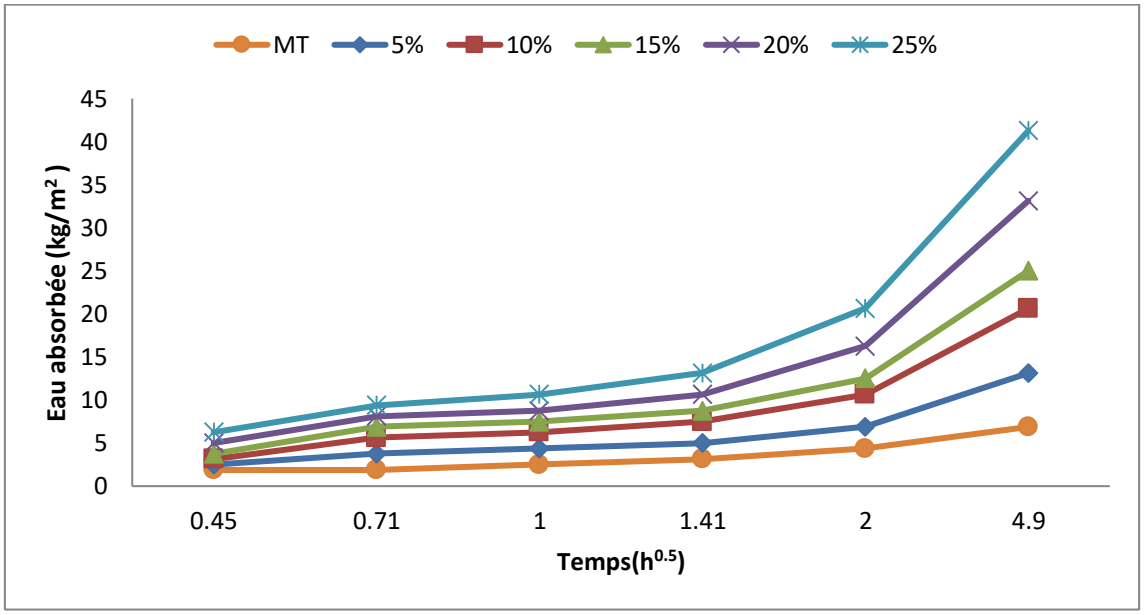


Figure.III.15. Absorption d'eau par capillarité de M-200S-X%.

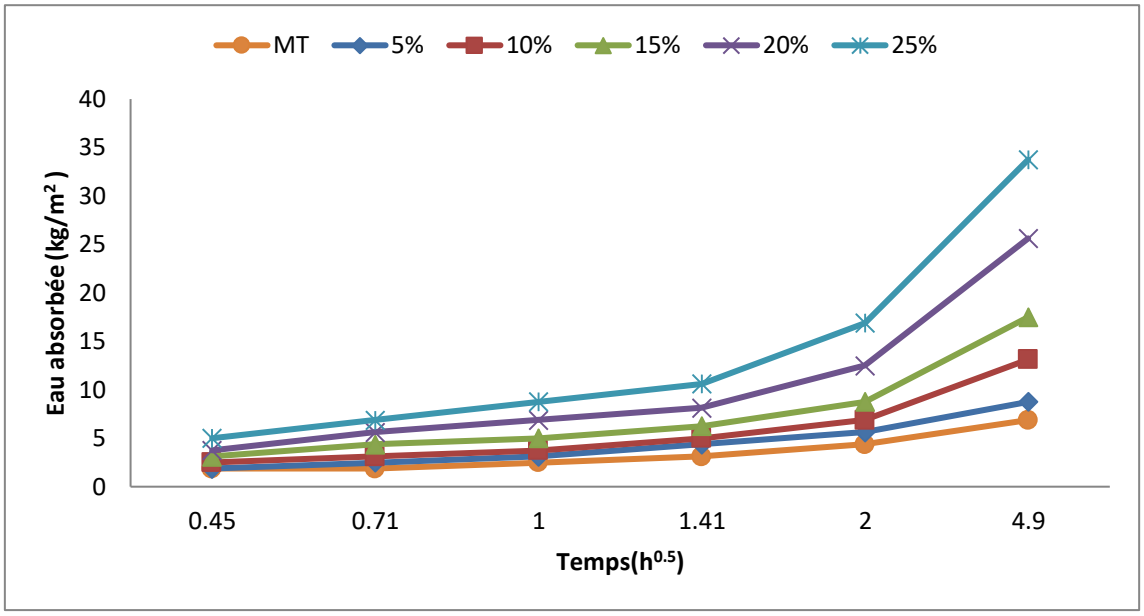


Figure.III.16. Absorption d'eau par capillarité de M-200A-X%.

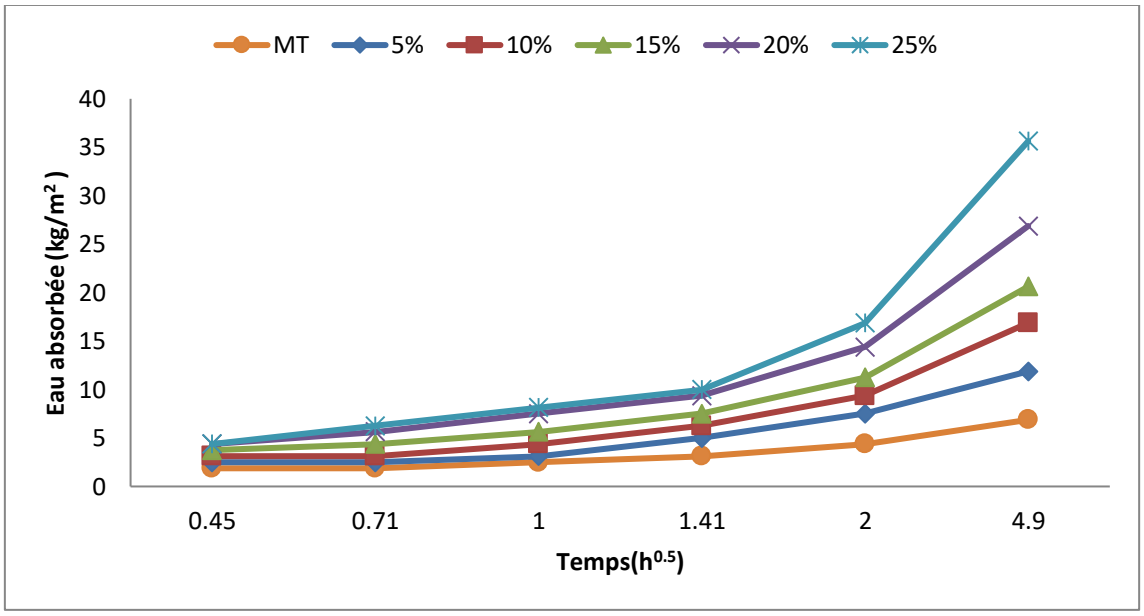


Figure.III.17. Absorption d'eau par capillarité de M-400S-X%.

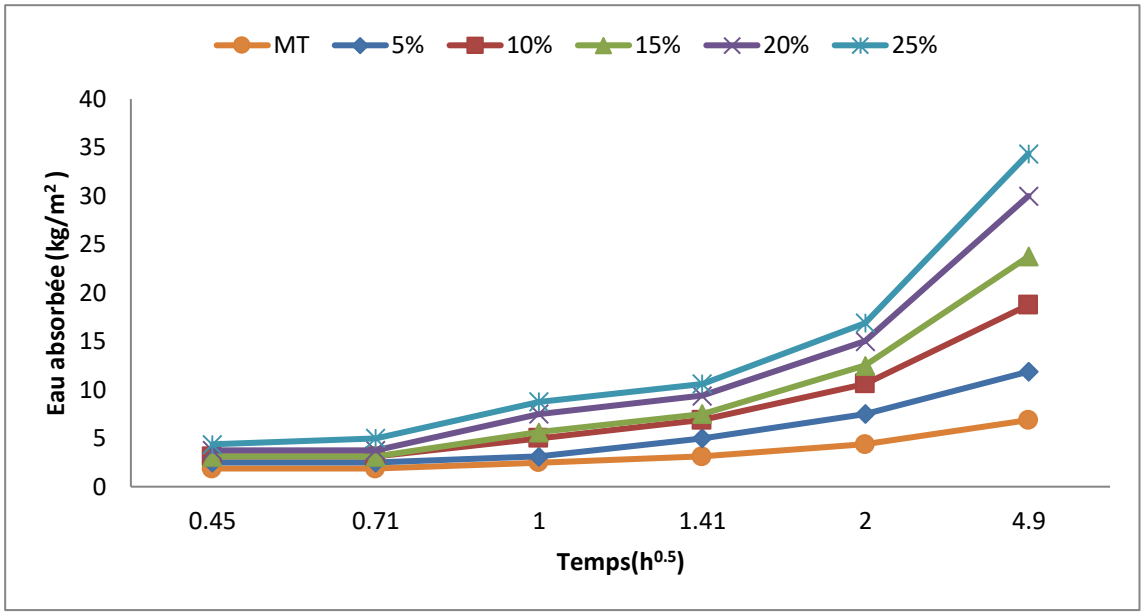


Figure.III.18. Absorption d'eau par capillarité de M-400A-X%.

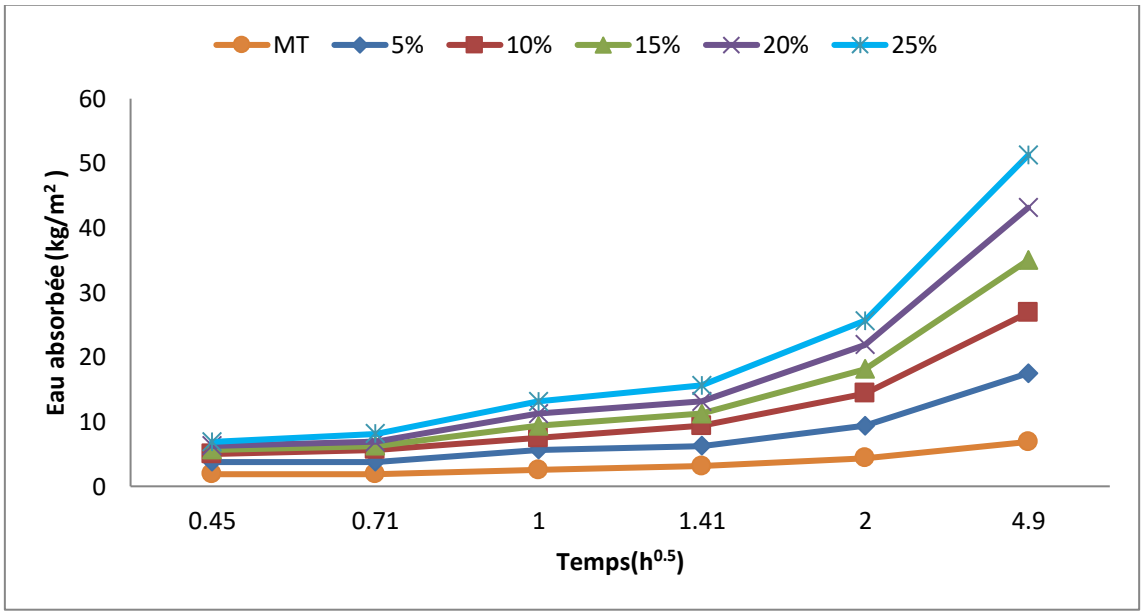


Figure.III.19. Absorption d'eau par capillarité de M-800S-X%.

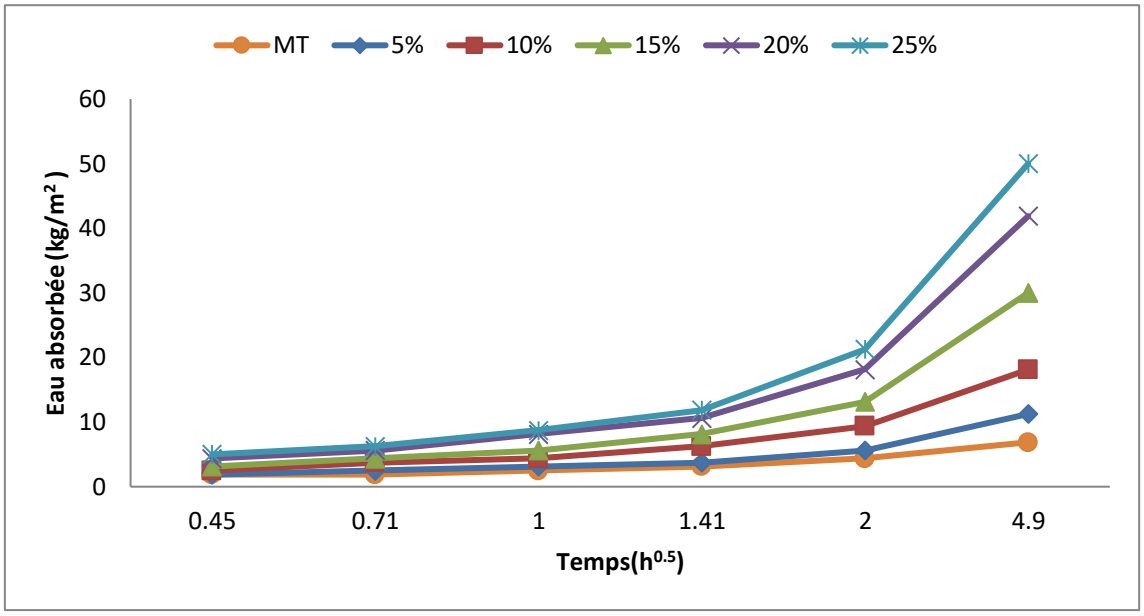


Figure.III.20. Absorption d'eau par capillarité de M-800A-X%.

D'après les figures précédentes, on constate que plus on augmente la substitution en PBR, plus l'absorption est augmentée pour toutes les familles.

Ce qui est confirmé par Courard et autres ont étudié également le comportement des bétons avec métakaolins lors d'une immersion totale dans l'eau. À 28 jours, l'absorption d'eau tend à augmenter légèrement avec le taux de métakaolins [33].

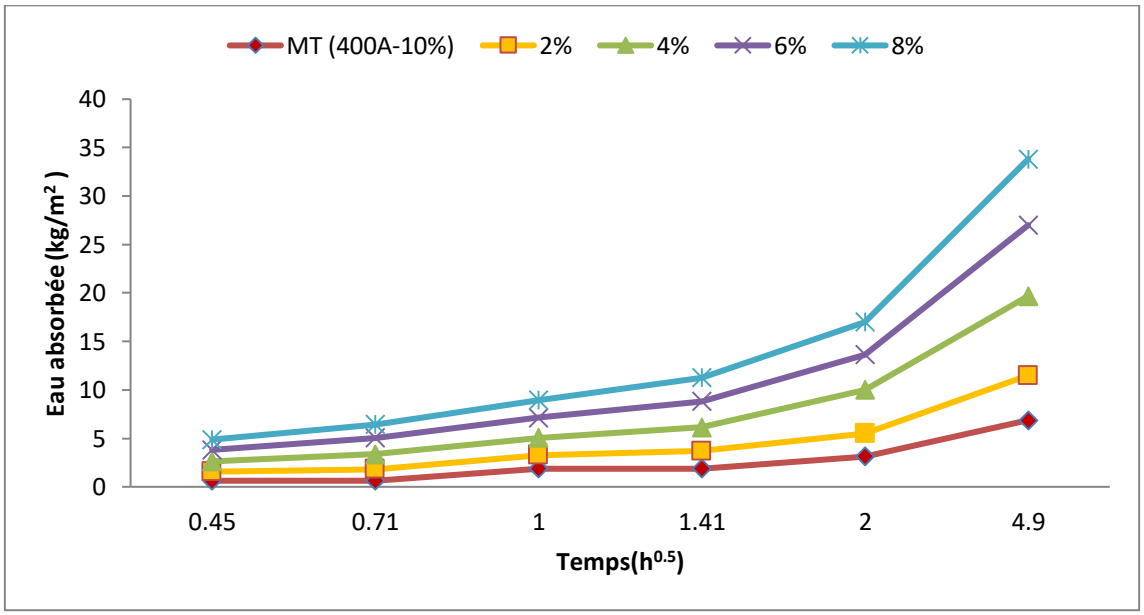


Figure.III.21. Absorption d'eau par capillarité de M-400A-10% + NaOH.

On a remarqué que pour cette famille de mortier confectionné, l'absorption d'eau par capillarité augmente avec l'augmentation du pourcentage du NaOH. Ces résultats sont confirmés par celle obtenues par kharroub et Djenid[124].

C. Porosité

L'étude de la porosité des mortiers confectionnés, est un paramètre très essentiel pour l'évaluation de la résistance et de la compacité des mélanges, dont il y'a une relation directe entre eux. Les résultats de la porosité sont calculés selon l'équation fournis dans la recommandation[123].

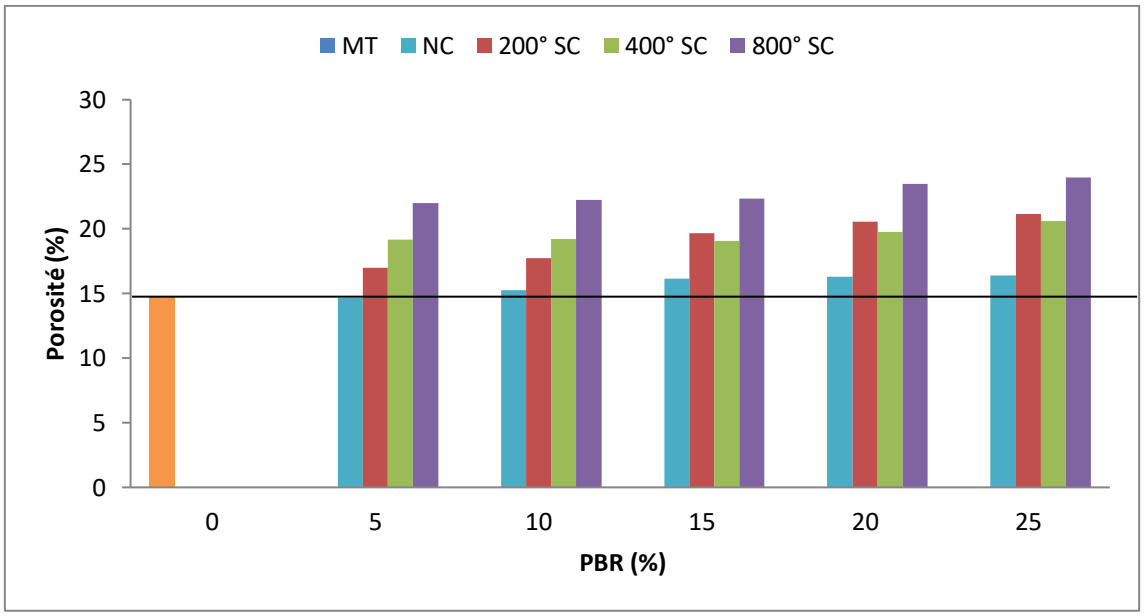


Figure.III.22. Porosité des mortiers de brique sans choc thermique.

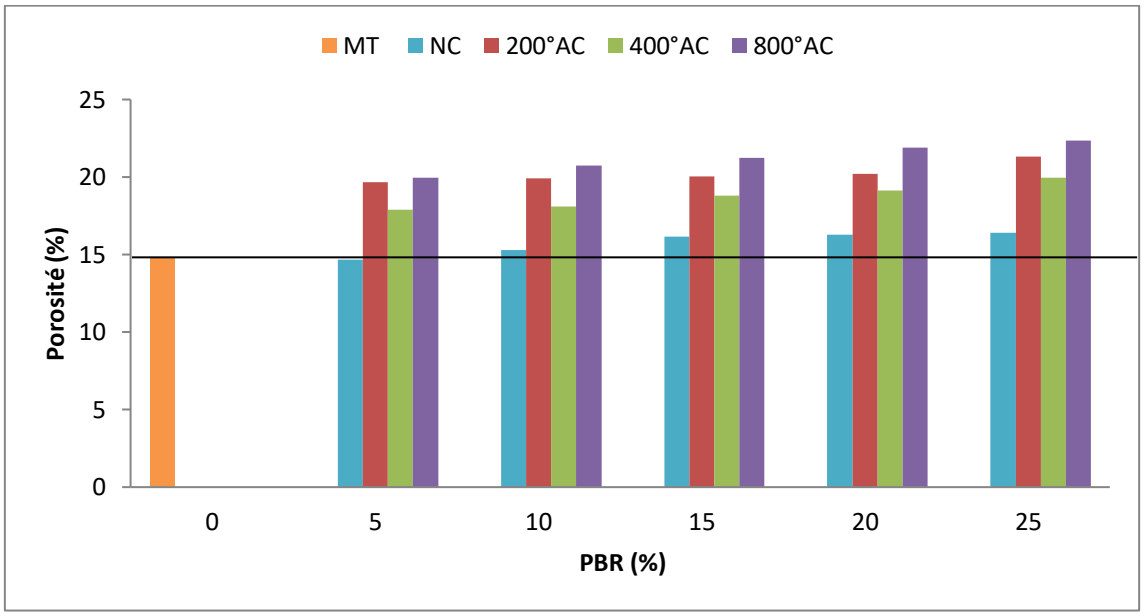


Figure.III.23. Porosité des mortiers de brique avec choc thermique.

Les deux figures représentent les résultats de la porosité des mortiers, on constate que pour toutes les familles de mortiers, la porosité augmente avec l'augmentation de pourcentage de PBR, après durcissement et séchage des éprouvettes la porosité des mortiers augmente. Cette réduction de la compacité est estimée de 25 à 39% pour les mortiers sans choc thermique et de 20 à 32% pour les mortiers avec choc thermique.

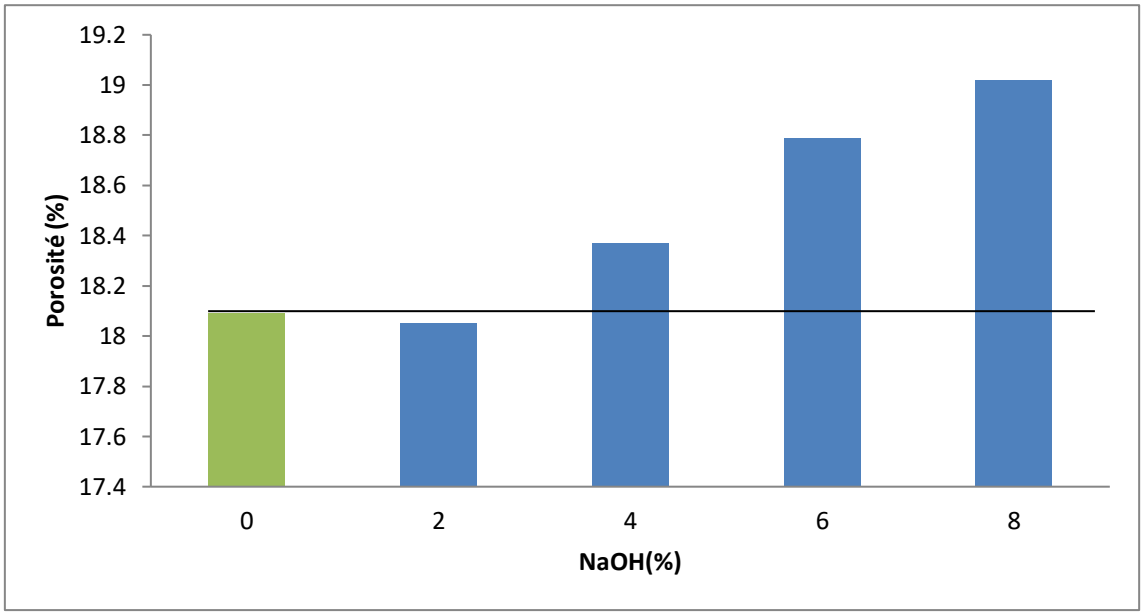


Figure.III.24. Porosité de M-400A-10%.

La figure.III.24 représente les résultats de la porosité de mortier M-400A-10%. On constate que pour cette famille de mortiers, la porosité augmente avec l'augmentation de la teneur en NaOH, en présence de l'eau il y'a formation d'un sel expansif inerte (Na-CH), permettant de laisser plus de vide à l'intérieur de la matrice cimentaire, après durcissement et séchage des éprouvettes la porosité des mortiers augmente. Cette réduction de la compacité est estimée de 6 à 16%.

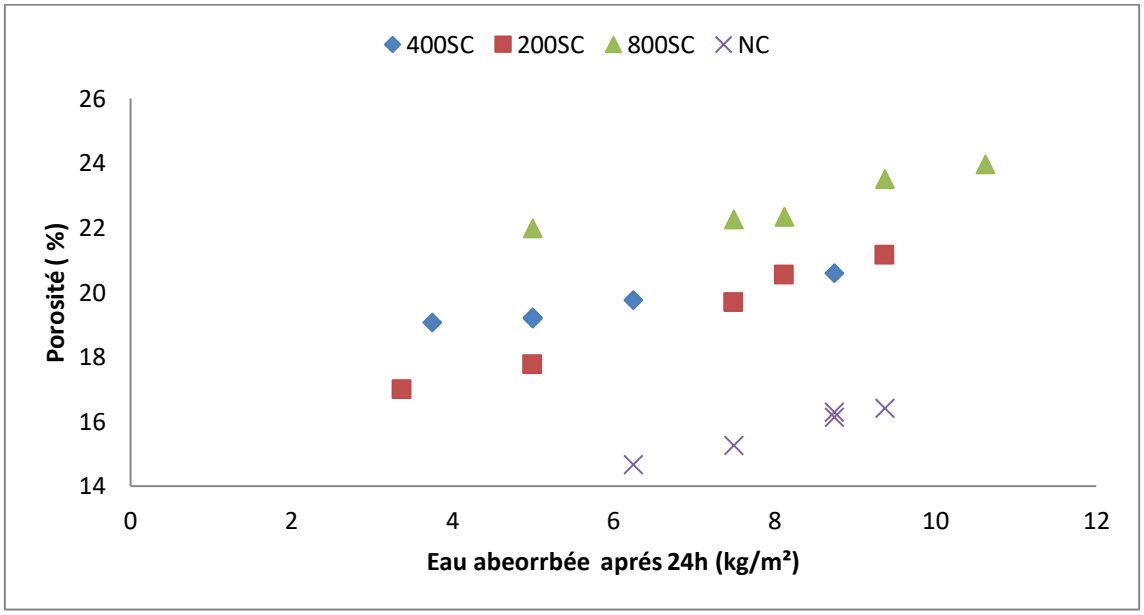


Figure.III.25. Relation entre l'absorption d'eau et de la porosité.

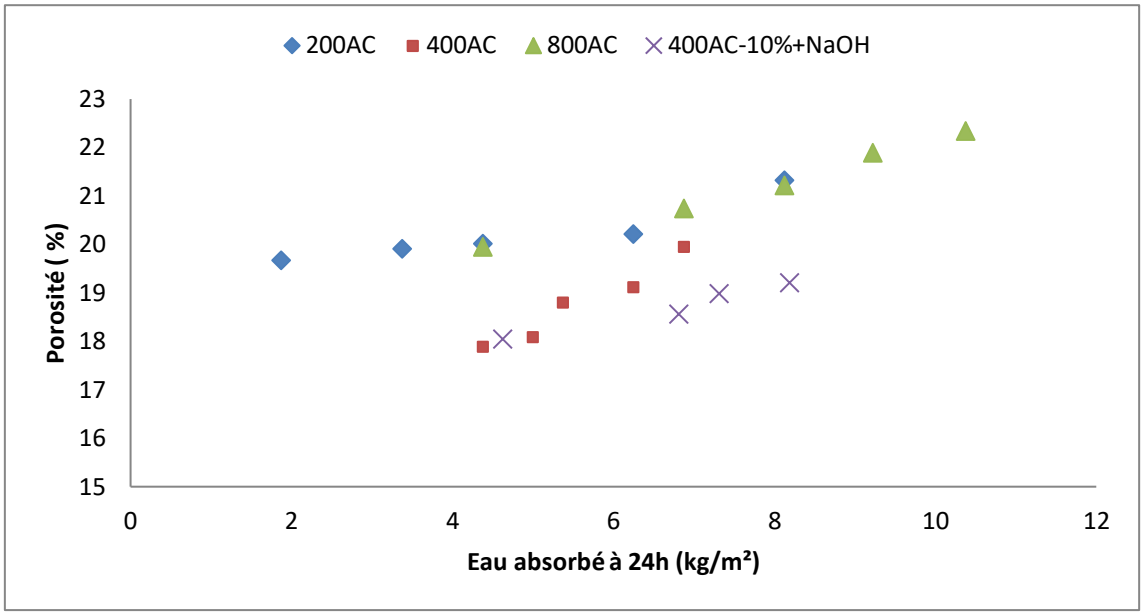


Figure.III.26. Relation entre l'absorption d'eau et de la porosité.

En corrélation de la porosité avec l'absorption capillaire, on remarque qu'il existe une variation proportionnelle entre les deux paramètres ce qui confirme une diminution de la compacité des mélanges et par conséquence l'augmentation de la porosité.

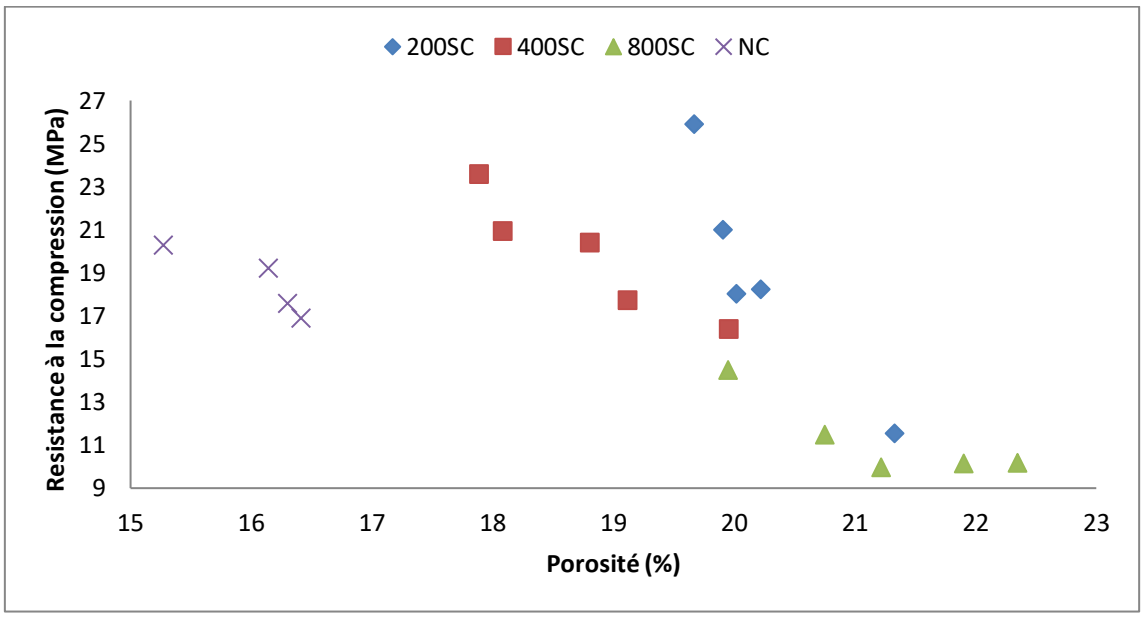


Figure.III.27. Corrélation entre la résistance et la porosité.

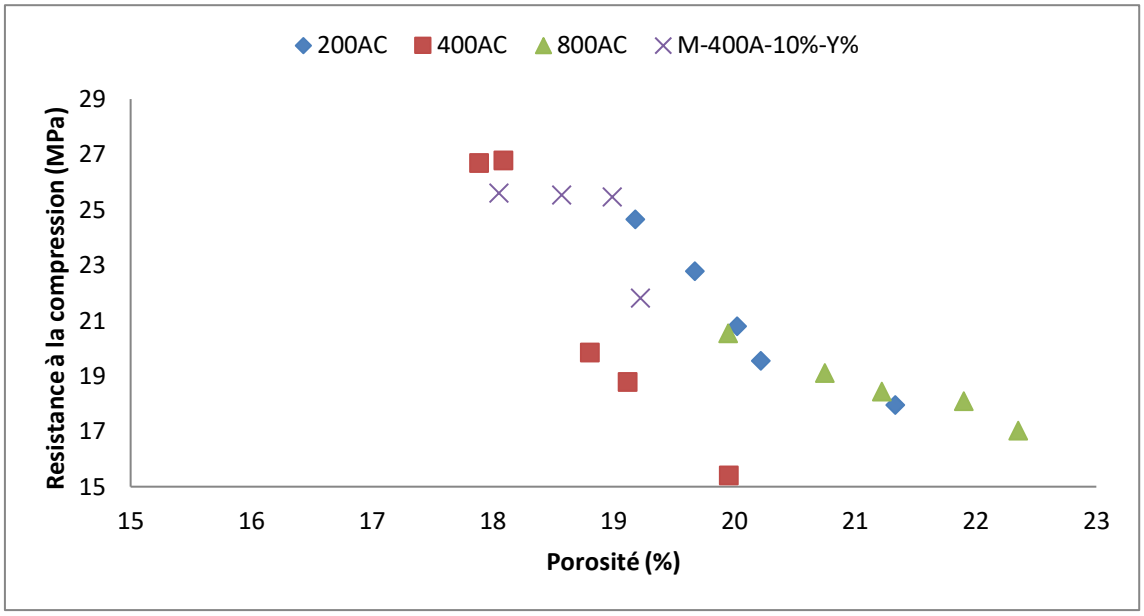


Figure.III.28. Corrélation entre la résistance et la porosité.

En corrélation de la résistance mécanique avec de la porosité, on remarque qu'il y'a une variation inversement proportionnelle entre ces deux paramètres. La diminution de la compacité mène à la réduction de la résistance à la compression.

Concernant le mélange M-400A-10 %; on a une résistance plus importante que le mortier témoin, cela peut être dû un développement de la réaction pouzzolanique des déchets de brique, avec une porosité similaire au mortier témoin, ce constat confirme que la poudre de brique à commencer de réagir à partir de 28 jours, peut être à 90 jours on obtient une résistance plus importante et une porosité plus faible.

CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS

L'objectif de ce travail était de déterminer l'influence de déférents pourcentages de PBR, températures de calcination, et de pourcentages du NaOH sur le comportement des mortiers.
Sur la base des résultats expérimentaux obtenus on peut tirer les conclusions suivantes :

Effet de la poudre de brique et NaOH

À l'état frais :

- La poudre de brique (PBR) et du NaOH influent négativement sur la maniabilité des mortiers en fonction de l'augmentation du taux de substitutions pour toutes les familles.

À l'état durci :

Sans choc thermique :

Plus on augmente le pourcentage de PBR non calciné :

- la résistance à la compression diminue avec une réduction de 21% par rapport au mortier témoin;
- la résistance à la traction augmente avec un optimum de 20% de PBR qui améliore la résistance de 10%;

Plus on augmente le pourcentage de PBR calciné à 200°C sans choc thermique :

- la résistance à la compression augmente avec un optimum de 10% de PBR qui améliore la résistance de 17%;
- la résistance à la traction augmente avec un optimum de 5% de PBR qui améliore la résistance de 16%;

Plus on augmente le pourcentage de PBR calciné à 400°C sans choc thermique :

- la résistance à la compression augmente avec un optimum de 5% de PBR qui améliore la résistance de 10%;
- la résistance à la traction augmente avec un optimum de 5% de PBR qui améliore la résistance de 10%;

Plus on augmente le pourcentage de PBR calciné à 800°C sans choc thermique :

- la résistance à la compression diminue avec une réduction de 54% par rapport au mortier témoin;
- la résistance à la traction diminue avec une réduction de 37% par rapport au mortier témoin;

Avec choc thermique :

Plus on augmente le pourcentage de PBR calciné à 200°C avec choc thermique :

- la résistance à la compression augmente avec un optimum de 10% de PBR qui améliore la résistance de 13%;
- la résistance à la traction augmente avec un optimum de 20% de PBR qui améliore la résistance de 10%;

Plus on augmente le pourcentage de PBR calciné à 400°C avec choc thermique :

- la résistance à la compression augmente avec un optimum de 10% de PBR qui améliore la résistance de 20%;

- la résistance à la traction augmente avec un optimum de 15% de PBR qui améliore la résistance de 15%;

Plus on augmente le pourcentage de PBR calciné à 800°C avec choc thermique :

- la résistance à la compression diminue avec une réduction de 50% par rapport au mortier témoin;
- la résistance à la traction diminue avec une réduction de 50% par rapport au mortier témoin;

Effet de la poudre de brique calcinée à 400°C avec choc thermique plus NaOH

Plus on augmente le pourcentage du NaOH :

- la résistance à la compression se stabilise avec un optimum de 2% de NaOH;
- la résistance à la traction diminue avec une réduction de 31% par rapport au mortier témoin;

- La porosité et l'absorption d'eau par capillarité des mortiers augmentent avec l'augmentation du pourcentage de la poudre de brique traitée par les deux procédés sans et avec choc thermique.
- L'utilisation du NaOH augmente l'absorption d'eau par capillarité et la porosité accessible à l'eau des mortiers recyclés.
- La variation de la porosité en fonction de l'absorption capillaire est une variation polynomiale croissante, plus l'absorption capillaire augmente la porosité augmente.
- La corrélation entre la porosité et la résistance est inversement proportionnelle, plus la porosité augmente, la résistance diminue.

D'après les résultats obtenus, on constate que le mélange optimum est le **M-400A-10%** présentent les meilleures caractéristiques à l'état frais et durci.
Alors, on recommande au secteur du BTP qui développe une politique de recyclage, d'utiliser les poudres de briques calcinées à 400°C avec choc thermique, utilisé sous une finesse de 5200 cm^2/g et un dosage de substitution de 10%, sans utilisation d'un activateur alcalin. Et par conséquence une diminution de l'émission du CO2 de 10% estimé de 0,0095 par tonne (95 Kg/1 tonne) de ciment.

D'après les résultats intéressants trouvés ci-dessus, on recommande quelques points pour les futurs projets de recherches :

- ✓ Etudier l'effet du temps de calcination à partir de 1 heure et 2 heures.
- ✓ Etudier l'effet de l'utilisation d'autres activants chimiques.
- ✓ Etudier la combinaison des additions contenant un taux élevé de SiO_2.
- ✓ Confirmer les résultats de résistances mécaniques par les essais approfondis.
- ✓ Utiliser plusieurs supports pour connaitre le comportement réel des déchets des briques, à savoir le béton autoplaçants et les bétons à haute performances.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

1. Bouziane, N., *Elimination du 2-mercaptobenzothiazole par voie photochimique et par adsorption sur la bentonite et le charbon actif en poudre.* 2007.
2. EN, N., *196-1, Méthodes d'essais des ciments-Partie 1: détermination des résistances mécaniques.* French Standard, 2006.
3. Boudchicha, M., *Etude de la cristallisation et des propriétés mécaniques et diélectriques de céramiques préparés apartir de kaolin-dolomite.* These de Doctorat, Université El-HadjLakhder–BATNA (Algérie), 2010.
4. Amirouche, L., *Etude du pouvoir de sorption du cuivre (II), du Zinc (II) et des polyphénols par les bentonites sous l'effet des irradiations micro-ondes.* 2011, UMMTO.
5. *Université de Picardie Jules Verne/Jacques Beauchamp.* 15 octobre 2005.
6. Hubert, F., *Modélisation des diffractogrammes de minéraux argileux en assemblages complexes dans deux sols de climat tempéré: implications minéralogique et pédologique*. 2008, Poitiers.
7. Gaombalet, J., *Le gonflement des argiles et ses effets sur les ouvrages souterrains de stockage*. 2004, Palaiseau, Ecole polytechnique.
8. Mrad, M., *Modélisation du comportement hydromécanique des sols gonflants non saturés*. 2005, Institut National Polytechnique de Lorraine-INPL.
9. Rotenberg, B., *Modélisation multi-échelles du comportement de l'eau et des ions dans les argiles*. 2007, Université Pierre et Marie Curie-Paris VI.
10. Charradi, K., et al., *Contribution des argiles ferrifères à l'élaboration de biocapteurs ampérométriques: Etude de l'interaction de l'Hémoglobine avec des Argiles et des Hydroxydes Doubles Lamellaires*. 2010, Université Joseph-Fourier-Grenoble I.
11. San Nicolas, R., M. Cyr, and G. Escadeillas, *Characteristics and applications of flash metakaolins.* Applied Clay Science, 2013. **83**: p. 253-262.
12. *https://fr.wikipedia.org/wiki/Kaolin*.
13. Bridson, D., T. Davies, and D. Harrison, *Properties of flash-calcined kaolinite.* Clays and Clay Minerals, 1985. **33**(3): p. 258-260.
14. Festa J, D.G., *Nouveau guide du béton et de ses constituants. 8ème édition. Paris ; Edition Eyrolles.* 1998: p. p27, 31.
15. Brown GH, M.E., *Deyhdration of clays. Washington government printing office.* 1913.: p. p1-23.
16. ., E.G.R.C.m., *USA ; Mcgrawhill book company 195.* p. p 200-202.
17. *Procédés de fabrication des métakaolins IMERYSRYS ,Séminaire Géopolymères.10 /, Nîmes.*

. 11 octobre 2012.

18. Badogiannis, E., et al. *The effect of metakaolin on concrete properties*. in *Challenges of Concrete Construction, Proceeding of an International Congress, Dunde*. 2002.
19. Szczudlik, A., et al., *Transient hyperglycemia in ischemic stroke patients.* Journal of the neurological sciences, 2001. **189**(1-2): p. 105-111.
20. Udoeyo, F.F., et al., *Potential of wood waste ash as an additive in concrete.* Journal of materials in civil engineering, 2006. **18**(4): p. 605-611.
21. Mielenz, R.C. and M.E. King, *Physical-chemical properties and engineering performance of clays.* Clays and Clay Minerals, 1952. **1**(1): p. 196-254.

22. Ambroise, J., M. Bellissent-Funel, and R. Bellissent, *Neutron scattering determination of local order in amorphous and liquid systems using a position sensitive detector.* Revue de Physique Appliquée, 1984. **19**(9): p. 731-734.
23. Williams, P.M. and E.R. Druffel, *Radiocarbon in dissolved organic matter in the central North Pacific Ocean.* Nature, 1987. **330**(6145): p. 246.
24. Messi, A., *Propriétés des ciments pouzzolaniques élaborés à partir de latérites activées thermiquement*. 1988, Lyon, INSA.
25. Christelle, B., *DU KAOLIN: ÉVOLUTION DE LA STRUCTURE CRISTALLOGRAPHIQUE*. 2005, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon.
26. Wu, Z.-Q. and J. Young, *The hydration of tricalcium silicate in the presence of colloidal silica.* Journal of materials science, 1984. **19**(11): p. 3477-3486.
27. Ambroise, J., S. Maximilien, and J. Pera, *Properties of metakaolin blended cements.* Advanced Cement Based Materials, 1994. **1**(4): p. 161-168.
28. Zhang, M. and V.M. Malhotra, *Characteristics of a thermally activated alumino-silicate pozzolanic material and its use in concrete.* Cement and concrete research, 1995. **25**(8): p. 1713-1725.
29. [Sanchez de Rojas et Frias, 1996.
30. Belmenaouar, S., *Recherche Bibliographique Sur La Valorisation De Métakaolin Dans Les Matériaux De Construction*. 2016, Université Mohamed Boudiaf-M'sila.
31. He, C., B. Osbaeck, and E. Makovicky, *Pozzolanic reactions of six principal clay minerals: activation, reactivity assessments and technological effects.* Cement and concrete research, 1995. **25**(8): p. 1691-1702.
32. Bai, J., et al., *Strength development in concrete incorporating PFA and metakaolin.* Magazine of concrete research, 2000. **52**(3): p. 153-162.
33. Courard, L., et al., *Durability of mortars modified with metakaolin.* Cement and Concrete Research, 2003. **33**(9): p. 1473-1479.
34. Vu, D., P. Stroeven, and V. Bui, *Strength and durability aspects of calcined kaolin-blended Portland cement mortar and concrete.* Cement and Concrete Composites, 2001. **23**(6): p. 471-478.
35. Moulin, E., P. Blanc, and D. Sorrentino, *Influence of key cement chemical parameters on the properties of metakaolin blended cements.* Cement and Concrete Composites, 2001. **23**(6): p. 463-469.
36. Khatib et al., 1996.
37. Poon et al., 2001.
38. Wild et al., 1998].
39. Kinuthia et al., 2000.
40. Gleyze, J.-F. and M. Reghezza, *La vulnérabilité structurelle comme outil de compréhension des mécanismes d'endommagement.* Géocarrefour, 2007. **82**(1-2).
41. Wild et al., 1996.
42. San Nicolas, R., *Approche performantielle des bétons avec métakaolins obtenus par calcination flash*. 2011, Université de Toulouse, Université Toulouse III-Paul Sabatier.
43. Brooks, J. and M.M. Johari, *Effect of metakaolin on creep and shrinkage of concrete.* Cement and concrete composites, 2001. **23**(6): p. 495-502.
44. LI, Z., et al. (], , 2003).
45. Bosc, J., K. Kouame, and J. Pera. *Improvement of concrete durability in tropical marine environment by adding metakaolin and superplasticisers*. in *Proceedings of the Sixth International Conference on Durability of Building Materials and Components*. 1993.

46. Gruber, K., et al., *Increasing concrete durability with high-reactivity metakaolin.* Cement and concrete composites, 2001. **23**(6): p. 479-484.
47. Khatib, J. and S. Wild, *Sulphate resistance of metakaolin mortar.* Cement and concrete research, 1998. **28**(1): p. 83-92.
48.] F. Saidat, *Activation chimique du métakaolin dans une matrice cimentaire, Université de Toulouse, Université Toulouse III-Paul Sabatier.* 2013.
49.] Z. Sekulic, M.P., D. Zivanovic,, *Mechanical activation of variouscements, International Journal of MineralProcessing 74.* (2004) p. S355-S363.
50. Frigione, G. and S. Marra, *Relationship between particle size distribution and compressive strength in Portland cement.* Cement and concrete research, 1976. **6**(1): p. 113-127.
51. A. Naceri, I.M., . *Effet de l'activation mécanique du laitier de haut fourneau sur le comportement mécanique du mortier, Lebanese Science Journal 7(2) 85.* p. (2006).
52.] B.M. Salah, *Effet de l'activation du ciment avec ajout minéral par la chaux fine sur le comportement mécanique du mortier Key-words: Activation method, slag, lime, cement, mortar, mechanicalbehavior, Université Mohamed Boudiaf de M'sila.*
53. Bougara, A., C. Lynsdale, and K. Ezziane, *Activation of Algerian slag in mortars.* Construction and Building Materials, 2009. **23**(1): p. 542-547.
54. Naceri, A. and I. Messaoudene, *Effet de l'activation mécanique du laitier de haut fourneau sur le comportement mécanique du mortier.* Lebanese Science Journal, 2006. **7**(2): p. 85-96.
55. Toufik, B., *Evaluation des Performances Des Ciments Portland au Calcaire-Exemple de la cimenterie de Chlef*. 2009, Université de Chlef-Hassiba Benbouali.
56. Irki, I., et al., *Effect of Blaine fineness of recycling brick powder replacing cementitious materials in self compacting mortar.* Journal of adhesion science and Technology, 2018. **32**(9): p. 963-975.
57. Zeghad, M., et al., *Reuse of refractory brick wastes (RBW) as a Supplementary cementitious material in a concrete.* Periodica Polytechnica Civil Engineering, 2017. **61**(1): p. 75-80.
58. Baronio, G. and L. Binda, *Study of the pozzolanicity of some bricks and clays.* Construction and Building Materials, 1997. **11**(1): p. 41-46.
59. Aliabdo, A.A., A.-E.M. Abd-Elmoaty, and H.H. Hassan, *Utilization of crushed clay brick in concrete industry.* Alexandria Engineering Journal, 2014. **53**(1): p. 151-168.
60. Torkittikul, P. and A. Chaipanich, *Utilization of ceramic waste as fine aggregate within Portland cement and fly ash concretes.* cement and concrete composites, 2010. **32**(6): p. 440-449.
61. Kaid, N., M. Cyr, and H. Khelafi, *Characterization of an Algerian natural pozzolan for its use in eco-efficient cement.* International Journal of Civil Engineering, 2015. **13**(4): p. 444-454.
62. V.r. Živica, *Effectiveness of new silica fume alkali activator, Cement and Concrete Composites 28(1).* (2006) p. 21-25.
63. Ghahari, S., A. Mohammadi, and A. Ramezanianpour, *Performance assessment of natural pozzolan roller compacted concrete pavements.* Case studies in construction materials, 2017. **7**: p. 82-90.
64. Ouzadid, H.L.D., *,« Etude de la propriétés physico-mécanique et la durabilité de mortier autoplaçant à base des granulats de brique cuite », juin.* 2018.
65. Fagerlund, G., *Predicting the service life of concrete structures.* Characterization and Performance Prediction of Cement and Concrete.(New York: Engineering Foundation, 1982), 1983: p. 187-198.

66.] M.L. Barnett, R.M.S., Beyond dichotomy, *: The curvilinearrelationshipbetween social responsibility and financial performance, Strategic Management Journal 27(11) 1101-1122.* (2006).
67. G. Verbeck, R.H., *. in, Proceedings of the Fifth International Symposium on the Chemistry of Cement, Tokyo,.* 1968.: p. pp. 1–32
68. Kjellsen, K.O., R.J. Detwiler, and O.E. Gjørv, *Development of microstructures in plain cement pastes hydrated at different temperatures.* Cement and concrete research, 1991. **21**(1): p. 179-189.
69. Eren, Ö., *Strength development of concretes with ordinary Portland cement, slag or fly ash cured at different temperatures.* Materials and Structures, 2002. **35**(9): p. 536-540.
70. Zou, J., et al., *Expression profiling soybean response to Pseudomonas syringae reveals new defense-related genes and rapid HR-specific downregulation of photosynthesis.* Molecular plant-microbe interactions, 2005. **18**(11): p. 1161-1174.
71. AFNOR, N., *P 18-513–Métakaolin, addition pouzzolanique pour bétons-Définitions, spécifications, critères de conformité.* Mars, 2010. **2**.
72. Husson, S., *Étude physicochimique et mécanique des interactions ciment-fillers. Application aux mortiers*. 1991, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne.
73. Geryville, D., et al., *Amélioration et étude de l'activité pouzzolanique de certains matériaux d'aluminosilicates naturels.* 2011.
74. Rahman, M.M., S. Nagasaki, and S. Tanaka, *A model for dissolution of CaO-SiO2-H2O gel at Ca/Si> 1.* Cement and concrete research, 1999. **29**(7): p. 1091-1097.
75. A.A.M. Neto, M.A.C., W. Repette,, *Mechanicalproperties, drying and autogenousshrinkage of blast furnaceslagactivatedwithhydrated lime and gypsum, Cement and concrete composites 32(4)* 2010: p. 312-318.
76. Veiga, K. and A. Gastaldini, *Sulfate attack on a white Portland cement with activated slag.* Construction and building materials, 2012. **34**: p. 494-503.
77. Saidat, F., *Activation chimique du métakaolin dans une matrice cimentaire*. 2013, Université de Toulouse, Université Toulouse III-Paul Sabatier.
78. Pascual, A.B., A. Yahia, and P.-C. Nkinamubanzi, *Élaboration de Nouveaux Liants Minéraux Pour la Formulation de Bétons Écologiques Et Durables*. 2014, Université de Sherbrooke.
79. Chakchouk, A., B. Samet, and T. Mnif, *Study on the potential use of Tunisian clays as pozzolanic material.* Applied clay science, 2006. **33**(2): p. 79-88.
80. Duxson, P., et al., *Geopolymer technology: the current state of the art.* Journal of materials science, 2007. **42**(9): p. 2917-2933.
81. Turner et Collins, 2013.
82.] B.C. McLellan, R.P.W., J. Lay, A. Van Riessen, G.D. Corder,, *Costs and carbonemissions for geopolymerpastes in comparison to ordinary portland cement, Journal of cleaner production 19(9-10) 1080-1090.* (2011).
83. Torgal et al 2011.
84. Pacheco-Torgal, F., et al., *Composition, strength and workability of alkali-activated metakaolin based mortars.* Construction and Building Materials, 2011. **25**(9): p. 3732-3745.
85. Granizo, M.L., M.T. Blanco-Varela, and S. Martínez-Ramírez, *Alkali activation of metakaolins: parameters affecting mechanical, structural and microstructural properties.* Journal of Materials Science, 2007. **42**(9): p. 2934-2943.
86. De Silva, P. and F. Glasser, *Pozzolanic activation of metakaolin.* Advances in Cement Research, 1992. **4**(16): p. 167-178.

87. Jiang, W., *Alkali-activated cementitious materials: mechanisms, microstructure and properties*. 1997.
88.] E. British Standard, *EN 12390-2: Testinghardenedconcrete, Making and curingspecimens for strength tests.* (2009).
89. Shi, C. and J. Qian, *High performance cementing materials from industrial slags—a review.* Resources, Conservation and Recycling, 2000. **29**(3): p. 195-207.
90. Marciano, E. and A. Battagin. *The influence of alkali activator on the early hydration and performance of Portland blast furnace slag cement*. in *Proceedings of the 10th International Congress on the Chemistry of Cement, Gothenburg*. 1997.
91. Singh et al., 2001.
92. Murgier, S., H. Zanni, and D. Gouvenot, *Blast furnace slag cement: a 29Si and 27Al NMR study.* Comptes Rendus Chimie, 2004. **7**(3-4): p. 389-394.
93.] C.-J. Chen, Y.S., A. Hearn, K. Fitzgerald, D. Golenbock, G. Reed, S. Akira, K.L. Rock,, *MyD88-dependent IL-1 receptorsignalingis essential for gouty inflammation stimulated by monosodium urate crystals, The Journal of clinical investigation 116(8))* (2006: p. 2262-2271.
94.] C. Shi, P.V.K., Della Roy," *Alkali-ActivatedCements and Concretes.* (2006) p. 6-29.
95. Alonso, S. and A. Palomo, *Alkaline activation of metakaolin and calcium hydroxide mixtures: influence of temperature, activator concentration and solids ratio.* Materials Letters, 2001. **47**(1-2): p. 55-62.
96. Monzo, M., et al., *Alkaline activation of metakaolin. Effect of the soluble silicate addition and curing temperature.* BOLETIN DE LA SOCIEDAD ESPANOLA DE CERAMICA Y VIDRIO, 2008. **47**(1): p. 35-43.
97.] Aouni M, *«valorisation de la poudre recyclée dans le mortier de ciment », Mémoire de master , Université de medea, .* 2014.
98. Khale, D. and R. Chaudhary, *Mechanism of geopolymerization and factors influencing its development: a review.* Journal of materials science, 2007. **42**(3): p. 729-746.
99. Granizo, M.L., et al., *Alkaline activation of metakaolin: effect of calcium hydroxide in the products of reaction.* Journal of the American Ceramic Society, 2002. **85**(1): p. 225-231.
100. Escalante-García, J.I., et al., *Hydration Products and Reactivity of Blast-Furnace Slag Activated by Various Alkalis.* Journal of the American Ceramic Society, 2003. **86**(12): p. 2148-2153.
101. Siham H, *« influence du laitier et de la pouzzolane sur le retrait des mortiers autoplaçant », Mémoire de magister, Université de blida,.* 2012.
102. Somna, K., et al., *NaOH-activated ground fly ash geopolymer cured at ambient temperature.* Fuel, 2011. **90**(6): p. 2118-2124.
103. Zuhua, Z., et al., *Role of water in the synthesis of calcined kaolin-based geopolymer.* Applied Clay Science, 2009. **43**(2): p. 218-223.
104. Palomo, A., et al., *Chemical stability of cementitious materials based on metakaolin.* Cement and Concrete Research, 1999. **29**(7): p. 997-1004.
105. A. Palomo, A.F.-J., *Alkaline activation, procedure for transforming fly ash into new materials. Part I: Applications, World of Coal Ash (WOCA) Conference,,.* 2011: p. pp. 1-14.
106.] D. Hardjito, S.E.W., D.M. Sumajouw, B.V. Rangan,, *On the development of fly ash-based geopolymer concrete, Materials Journal 101(6).* (2004): p. 467-472.

107. J. Wongpa, K.K., C. Jaturapitakkul, P. Chindaprasirt,, *Compressive strength, modulus of elasticity, and water permeability of inorganic polymer concrete, Materials & Design 31(10).* (2010): p. 4748-4754.
108. D. Raijiwala, H.P., *Geopolymer concrete: A concrete of the next decade, Concrete Solutions 2011*. (2011) p. 287.
109. C. Shi, *Early hydration and microstructure development of alkali-activated slag cement pastes, X Intern. Cong. Chem, Cem (Goteborg) Vol 3* (1997).
110. I. VOINOVITCH, R.D., *Action des différents activants sur l'hydratation du laitier granulé, SILIC IND 41(4/5).* (1976).
111. J. Alexandre, J.-L.S., *Le laitier de haut fourneau, Elaboration, Traitements, Propriétés, Emploi, CTPL, Paris, France* (1988).
112. R. Redden, N.N., *Microstructure, strength, and moisture stability of alkali activated glass powder-based binders, Cement and Concrete Composites.* (2014): p. 45 46-56.
113. Cyr, M., R. Idir, and T. Poinot, *Properties of inorganic polymer (geopolymer) mortars made of glass cullet.* Journal of Materials Science, 2012. **47**(6): p. 2782-2797.
114. Shi, C. and P.V. Krivenko, *Della Roy.* Alkali-Activated Cements and Concretes, 2006: p. 6-29.
115. A. Allahverdi, J.G., *Chemical activation and set acceleration of lime-natural pozzolan cement, Ceramics Silikaty 50(4).* (2006) p. 193.
116. Lin, K.-L., et al., *Effect of composition on characteristics of thin film transistor liquid crystal display (TFT-LCD) waste glass-metakaolin-based geopolymers.* Construction and Building Materials, 2012. **36**: p. 501-507.
117. EN, N., *933-1: Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats-Partie 1: détermination de la granularité.* Analyse granulométrique par tamisage. AFNOR, 1997.
118. 18–555, N.P., *Granulats: mesures des masses volumiques, coefficient d'absorption et teneur en eau des sables*. 1997, AFNOR– Paris.
119. EN, N., *196-3: Méthodes d'essais des ciments–Partie 3: Détermination du temps de prise et de la stabilité (March).* Comité Européen de Normalisation (CEN), AFNOR, Paris, France, 2006.
120. Harrat, M., *Contribution à l'amélioration du procédé de fabrication de la céramique Etude sur site: unité Maghreb céramique de Touggourt*. 2007, Université de Ouargla-Kasdi Merbah.
121. Ibn Ghazala, M., *Synthèse des complexes organo et inorgano-pyrophyllite et leur application dans le traitement des eaux chargées en métaux lourds.* 2009.
122. Monzo, M., et al., *Alkaline activation of metakaolin. Effect of the soluble silicate addition and curing temperature*. Vol. 47. 2008. 35-43.
123. Hornain, H., *GranDuBé: grandeurs associées à la durabilité des bétons*. 2007: Presses des Ponts.
124. kharroub fatma, d.h., *Réactivation physico-chimique des ciments hydratés à basse température,* in *GENIE CIVIL* 2018, Dr.Yahia fares,MEDEA.
125. Shi, C., *Strength, pore structure and permeability of alkali-activated slag mortars.* Cement and Concrete Research, 1996. **26**(12): p. 1789-1799.
126. Ezziane, K., et al., *Effect of mineral additives on the setting of blended cement by the maturity method.* Materials and structures, 2010. **43**(3): p. 393-401.
127. Benkaddour, M., F.K. Aoual, and A. Semcha, *Durabilité des mortiers à base de pouzzolane naturelle et de pouzzolane artificielle.* Nature & Technology, 2009(1): p. 63.

128. Targan, Ş., et al., *Influence of natural pozzolan, colemanite ore waste, bottom ash, and fly ash on the properties of Portland cement.* Cement and Concrete Research, 2003. **33**(8): p. 1175-1182.