

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET
DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE AKLI MOHAND OULHADJ DE BOUIRA
FACULTEDES SCIENCES ET DES SCIENCES APPLIQUEES
DEPARTEMENT DE GENIE CIVIL



*Mémoire de Master en Génie Civil
Spécialité : Matériaux en Génie Civil*

THEME

**Étude sur les ciments écologiques à base
de laitier activé**

Présenté par :

Mr. MARDJI Slimane
Mr. BERKANE Farid

Devant le jury composé de :

HAMI Brahim
KENNOUCHE Salim
ARIBI Chouaib

MCB
MCB
MCB

UAMOB
UAMOB
UAMOB

Président
Encadreur
Examineur

Année Universitaire 2020-2021

Dédicaces

Je dédié ce travail

A Allah tout puissant qui m'a inspirèrent qui m'a guidé dans le bon chemin

A mon père et ma mère mères qui m'ont toujours soutenu et m'ont

Permis d'arriver là où je suis aujourd'hui. Aucun mot

N'est assez fort pour vous témoigner toute ma

Reconnaissance, alors simplement MERCI POUR

TOUS, mais je suis sûr qu'au fond de vos cœurs vous

Savez combien je vous aime.

A mes beaux parents, votre soutien et vos encouragements ont été pour moi d'un grand
réconfort

A ma petite famille, ma femme et ma fille tasnime que vous m'aviez accordé et en
reconnaissance des encouragements durant toutes ces années

A mes frères, Omar, Azzedine

merci beaucoup

A mes sœurs

A mes nouveaux amis, salah eddeine, iyad, youcef, maoume

A mes nièces wissam,, nour el yakin,

A mes amis

Merci pour votre amitié précieuse.

A tous mes proches, qui m'ont

Toujours soutenue et encouragée au cours de la réalisation de ce mémoire

Slimane



Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à :

mes chers parents qui ont tout sacrifié pour eu être la aujourd'hui

A mes beaux parents

A mes petite famille ma chère épouse et ma filles LYNA , qui sont ma source
inépuisable de motivation et qui m'ont tout le temps épaulé

A mes chers frères et sœurs

A tous mes amis et proches plus particulièrement la promotion matériaux en génie
civil 2020/2021

Farid

Remerciements

Le présent travail a été réalisé au sein du laboratoire de Génie civil de la faculté FSSA de l'université Akli Mouhand Oulhadj de Bouira.

Avant tout, je remercie Dieu le tout puissant de m'avoir donné l'envie, le courage et la force pour mener à terme ce travail

Notre reconnaissance et gratitude s'adressent particulièrement à :

Notre promoteur Mr KENNOUCHE Salim, Pour sa présence, son soutien et son professionnalisme, pour ses conseils précieux et pour toutes les commodités et l'assistance qu'il nous a apportées durant la réalisation de ce travail.

Nous remercions aussi les membres de jury, président et examinateurs, d'avoir accepté de juger et d'évaluer notre travail.

Nous exprimons également notre gratitude à tous les enseignants de génie civil qui ont contribué de près ou de loin à notre formation depuis notre premier cycle d'études jusqu'à la fin de notre cycle universitaire.

Table des matières

Dédicaces	I
Remerciements.....	II
Table des matières.....	III
Liste des figures.....	IV
Liste des tableaux.....	V
Liste des abréviations	VII
Résumé.....	1
Abstract.....	2
الملخص.....	3
Introduction générale.....	4

CHAPITRE I : Synthèse bibliographique

I. Géo-polymères	5
I.1 Les Définition et Historique	6
I.2 Les géo-polymères	7
I.3 Terminologie et structure chimique des géo-polymères	7
I.4 La Chimie des géo-polymères	9
I.4.1 La dissolution du matériau aluminosilicate par action des ions hydroxyle	11
I.4.2 Le transport, l'orientation la condensation des ions précurseurs en monomères	11
I.4.3 La polymérisation /polycondensation des monomères en structure polymérique.	11
I.5 Elaboration de ciments géo-polymères	12
I.5.1 Matériaux aluminosilicates	12
I.5.1.1 Les cendres volantes.....	12
I.5.1.2 Le laitier granulé de haut fourneau	12
I.5.1.3 Les scories volcaniques	13
A. L'agriculture.....	13
B. Applications routières	13
C. Fabrication des ciments.....	13
I.5.2 Le méta-kaolin	14
A. La cristallinité	14
B. La température de calcination.....	14
C. La granularité.....	14
I.5.3 Solutions alcalines.....	14
I.6 Propriétés des matériaux géo-polymères.....	15

I.7	Facteurs affectant les propriétés des matériaux géo-polymères	15
I.7.1	Température	15
I.7.2	Nature et concentration des solutions alcalines	16
I.7.3	Rapport molaire SiO ₂ /Al ₂ O ₃ , Na ₂ O /SiO ₂ , H ₂ O /Na ₂ O, Na ₂ O/Al ₂ O ₃	16
I.7.4	Rapport masse solide/ liquide	17
I.8	Utilisations des matériaux géo-polymères.....	17

CHAPITRE II : Notions sur le laitier

II.1	Introduction.....	21
II.2	Le laitier de haut fourneau	21
II.3	Production du laitier	21
II.4	Traitement du laitier au complexe sidérurgique d'EL HADJAR	22
II.5	Types de laitier de haut fourneau	22
II.5.1	Le laitier de haut fourneau est cristallisé (lent).....	22
II.5.2	Le laitier de haut fourneau est dit vitrifié, ou granulé (rapide)	23
II.6	Composition chimique de laitier	24
II.7	Composition minéralogique du laitier granulé	25
II.8	Activite du laitier.....	26
II.9	Valorisation des laitiers de haut Fournaux	28

CHAPITRE III : Matériels et méthodes expérimentales

III	Introduction.....	30
III.1	Matériaux utilisés	30
III.2	Préparation et traitement mécanique de la matière première :.....	30
III.3	. Caractérisation de la poudre de laitier	31
	Figure III. 3 Analyse granulométrique par laser	31
III.3.1.	. Caractérisation physique de la poudre de laitier	31
III.3.1.1.	La masse volumique	31
III.3.1.2.	La masse volumique apparente :.....	32
III.3.1.3.	La masse volumique absolue :.....	32
III.3.1.4.	La finesse de mouture de Laitier	33
III.3.1.5.	Débit et la fin de prise	35

III.4	Activation alcaline de laitier par voie chimique	36
III.4.1.	Le précurseur et les activateurs.....	36
➤	La solution d'hydroxyde de sodium NaOH.....	36
Figure III. 10	préparation Les deux solutions de NaOH	37
➤	La solution du silicate de sodium Na ₂ SiO ₃	37
III.5	Formulation des matériaux alcali-activés à base de LHF.....	37
III.5.1	Préparation du pâte géo-polymère à base de LHF	37
III.5.2	Modes de conservation	39
III.6	Résistance à la compression	40

CHAPITRE IV : Résultats et discussion

VI.1	Résultats et discussion	42
VI.2	Discussion des résultats	54
	Conclusion générale	55
	Annexe	56
	Références	60

Liste des figures

Figure I. 1: Tétraèdres AlO_4 et SiO_4 .	7
Figure I. 2: Géo-polymère poly (sialate-siloxo) résultant d'une géo-synthèse.	8
Figure I. 3 : Classes des différents géopolymères en fonction du rapport molaire Si/Al.	8
Figure I. 4 : Structure des géo-polymères proposée par Barbosa et al (2000).	9
Figure I. 5 : Application des géo-polymères dans l'élaboration du ciment Pyrament.	18
Figure I. 6 : Application des géo-polymères dans l'industrie du fusible et dans la décoration (Davidovits, 2002b).	18
Figure I. 7 : Poutres en béton géo-polymère préfabriqué	18
Figure I. 8 : E-Crete TM dans un port à Melbourne, Australie: a) 25MPa trottoir à travers de WestgateFreeway extension. b) 55MPa panneaux préfabriqués à travers du pont Salmon Street. (J. S. J. Van Deventer et al, 2012)	19
Figure II. 1 : schématique le procédé d'obtention du laitier.	21
Figure II. 2 : Complexe sidérurgique d'El-Hadjar.	22
Figure II. 3 : Diagramme de Keil système $CaO-SiO_2-Al_2O_3$.	25
Figure II. 4: Les particules vitreuses de laitier en blanc. (Aïtcin, 2001)	25
Figure II. 5: Les grains du laitier. (Aïtcin, 1966)	26
Figure III. 1 : broyeur à bille.	30
Figure III. 2: tamis 100 Mic et le laitier tamisé	31
Figure III. 3 Analyse granulométrique par laser	31
Figure III. 4 masse volumique apparente	32
Figure III. 5 masse volumique absolue.	33
Figure III. 6 perméabilité de blaine SSB	33
Figure III. 7 Balance analytique. perméabilité de blaine SSB. liquide (Manometre)	34
Figure III. 8 Appareil de Vicat.	35
Figure III. 9 mesuré débit et fin de prise	36
Figure III. 10 préparation Les deux solutions de NaOH	37
Figure III. 11 essais préliminaires	38
Figure III. 12 formulation du pate géo-polymère.	38
Figure III. 13 coulage et vibration des éprouvettes.	39
Figure III. 14 mesurer les dimensionnement	39
Figure III. 15 Milieux de conservation des éprouvettes.	39
Figure III. 16 fissures des éprouvettes et phénomène de retrait.	40
Figure III. 17 presse électro-hydraulique de marque CYBER-TRONIC	40
Figure IV. 1 : Résultats moyens des résistances en compression en fonction de l'âge.	43
Figure IV. 2 : Résultats moyens des résistances en flexion en fonction de l'âge.	43

Figure IV. 3 : Les résultats moyens des masses volumiques en fonction de l'âge.	44
Figure IV. 4 : Evolution de la résistance en compression en fonction de l'âge.....	45
Figure IV. 5 : Evolution de la résistance en flexion en fonction de l'âge.	46
Figure IV. 6 : Evolution de la masses volumique en fonction de l'âge.....	46
Figure IV. 7 : Evolution de la résistance en compression en fonction de l'âge.....	48
Figure IV. 8 : Résultats moyens des résistances en flexion en fonction de l'âge.	48
Figure IV. 9 : Les résultats moyens des masses volumiques en fonction de l'âge.	48
Figure IV. 10 : Résultats moyens des résistances en compression en fonction de l'âge.....	50
Figure IV. 11 : Résultats moyens des résistances en flexion en fonction de l'âge.	50
Figure IV. 12 : Les résultats moyens des masses volumiques en fonction de l'âge.	51
Figure IV. 13 : Effet de la concentration de NaOH sur la résistance en compression.	52
Figure IV. 14 : Effet des conditions de conservation sur les résistances à la compression.	52

Liste des tableaux

Tableau II .1 : Composition chimique élémentaire du laitier de haut-fourneau (Alexandre et Sebileau [09]).....	24
Tableau III. 1 : composition chimique et analyse physique de la solution de silicate de sodium (Na_2SiO_3).....	37
Tableau IV 1 : Résultats des essais physicomécaniques (variantes Na_2SiO_3 à 60 C°).	42
Tableau IV 2 : Résultats des essais physicomécaniques (variantes Na_2SiO_3 à air libre).	45
Tableau IV 3 : Résultats des essais physicomécaniques (variantes à NaOH 9M).....	47
Tableau IV 4 suivant présente les résultats moyens obtenus lors des essais physico-mécaniques de la variante activée avec la solution NaOH 7M.....	49

Liste des abréviations

LHF : laitier de haut fourneau

M : mole

MPa : méga Pascal

NaOH : d'hydroxyde de sodium

Na₂SiO₃ : silicate de sodium

S/L : solution/ laitier

Résumé

La production de ciment génère des quantités importantes de gaz carbonique, faisant ainsi un débat butant sur une réflexion sur la recherche de nouveaux liants plus respectueux de l'environnement, parmi les solutions avancées à ce problème, les liants géo-polymères font l'objet d'un grand intérêt notamment avec son faible impact environnemental, ceci est réalisé par l'activation des sous produits industriel comme les laitiers de haut fourneaux avec des solutions alcalines, c'est dans cette optique que cette étude est basée sur l'activation alcaline de la poudre de Laitier de haut Fourneaux (LHF) provenant du complexe sidérurgique d'el hadjar (Annaba). L'hydroxyde de sodium et le silicate de sodium sont utilisés comme activant, les résultats des essais physicomécaniques sont intéressants suite à l'obtention des résistances mécaniques élevées lors des essais mécaniques en compression des différentes variantes étudiées. En effet ; l'augmentation de la concentration de NaOH conduit à l'augmentation de la résistance mécanique à 28 jours. Cependant ; le silicate de sodium a montré que l'augmentation de sa concentration comme activant est limitée à 6 % et conduit à une résistance mécanique de 105 MPa à 28 jours. De plus cette étude a montré que le mode de conservation des échantillons, a une influence significative sur les propriétés physico-mécaniques des matériaux élaborés.

Mot clés : laitier de haut fourneau, solution activatrice, résistances mécaniques, essais de compression.

Abstract

The production of cement generates significant quantities of carbon dioxide, thus giving rise to a debate stumbling over a reflection on the search for new binders that are more respectful of the environment, among the solutions put forward to this problem, geopolymeric binders are the subject of a great interest in particular with its low environmental impact, this is achieved by the activation of industrial by-products such as blast furnace slag with alkaline solutions, it is with this in mind that this study is based on the alkaline activation of the Dairy powder from Haut Fournaux (LHF) from the iron and steel complex of el hadjar (Annaba). Sodium hydroxide and sodium silicate are used as activator, the results of the physicommechanical tests are interesting following the obtaining of high mechanical strengths during the mechanical compression tests of the various varaints studied. Indeed ; increasing the concentration of NaOH leads to an increase in strength at 28 days. However; sodium silicate has shown that the increase in its concentration as activator is limited to 6% and leads to a mechanical strength of 105 MPa at 28 days. In addition, this study has shown that the method of preservation of the samples has a significant influence on the physico-mechanical properties of the materials produced.

Keywords: blast furnace slag, activator solution, mechanical strengths, compression tests

المخلص

ينتج عن إنتاج الأسمت كميات كبيرة من ثاني أكسيد الكربون ، مما يؤدي إلى نقاش حول التفكير في البحث عن مواد رابطة جديدة أكثر احترامًا للبيئة ، من بين الحلول المطروحة لهذه المشكلة ، تعتبر المادة الرابطة الجيوبليميرية موضوعًا اهتمام كبير على وجه الخصوص بتأثيرها البيئي المنخفض ، ويتحقق ذلك من خلال تنشيط المنتجات الثانوية الصناعية مثل خبث الفرن العالي مع المحاليل القلوية ، مع وضع هذا في الاعتبار أن هذه الدراسة تعتمد على التنشيط القلوي لمسحوق من مجمع الحديد والصلب بالحجار (عنابة). يتم استخدام هيدروكسيد الصوديوم وسيليكات الصوديوم كمنشط ، ونتائج الاختبارات الفيزيائية الميكانيكية مثيرة للاهتمام بعد الحصول على القوة الميكانيكية العالية أثناء اختبارات الضغط الميكانيكي لمختلف الأصناف المدروسة. في الواقع ؛ تؤدي زيادة تركيز هيدروكسيد الصوديوم إلى زيادة القوة عند 28 يومًا. ومع ذلك؛ أظهرت سيليكات الصوديوم أن الزيادة في تركيزها كمنشط تقتصر على 6%. وتؤدي إلى قوة ميكانيكية تبلغ 105 ميجا باسكال في 28 يومًا. بالإضافة إلى ذلك، أوضحت هذه الدراسة أن طريقة حفظ العينات لها تأثير كبير على الخواص الفيزيائية الميكانيكية للمنتج.

الكلمات المفتاحية: خبث أفران الصهر ، محلول منشط ، قوى ميكانيكية ، اختبارات ضغط.

Introduction général

La fabrication des liants hydrauliques ordinaires (ciment Portland) est consommatrice de quantités importantes d'énergie. En effet, pour produire une tonne de clinker, il faut environ 4200 KJ du fait des températures élevées pour la clinkérisation (1450-1500 °C). D'autre part, cette fabrication s'accompagne d'importantes émissions de CO₂, gaz à effet de serre [21]

Depuis quelques décennies, des études sont entreprises dans le but de développer des liants moins consommateurs d'énergie et plus adapté à l'environnement [21] Dans ce cadre, des recherches sur de nouveaux liants pouvant être utilisés pour la construction et les travaux de génie civil sont à l'ordre du jour. Parmi ces nouveaux liants, des composés connus sous l'appellation de géo-polymères ont vus le jour.

En Algérie l'industrie sidérurgique génère des quantités importantes de laitier de haut fourneau, qui pose un grand problème d'ordre environnemental, ces laitier sont connus pour leurs composition riche en silice et alumine et qui font objet de valorisation de ses dernier dans le secteur de la construction.

L'activation des laitiers avec des solutions alcalines est parmi les axes de recherche pour élaborer des liants géo-polymères, c'est dans ce sens que notre travail est positionné.

Le laitier de haut fourneau récupéré de l'usine sidérurgique d'Annaba a subi un broyage fin, puis plusieurs variantes ont été élaborées avec différentes solutions activatrices à savoir Na₂SiO₄ et NaOH avec différentes molarités, des essais physicomécaniques ont été réalisés sur l'ensemble des variantes étudiées.

Ce manuscrit est organisé en deux parties distinctes :

Partie 1 : Consacrée à la synthèse bibliographique, divisée en deux chapitres.

- Le premier chapitre est consacré à une revue bibliographique sur les matériaux alcali-activés à savoir les types de précurseurs et les activateurs utilisés ainsi que le domaine d'application de ces matériaux.

➤ Le deuxième chapitre présente un rappel bibliographique sur l'origine de la formation du précurseur que nous avons utilisé «Laitier de Haut Fourneau», le mécanisme de son hydratation, le processus de dissolution ainsi que sa réactivité.

Partie 2 : Consacrée à la partie expérimentale. Elle est constituée de deux chapitres :

- Chapitre III : présente les matières premières et les méthodes expérimentales utilisées.
- Chapitre VI : Traitement et interprétation des résultats obtenus.

Enfin, ce manuscrit s'achève par une conclusion générale et des perspectives

CHAPITRE I

Synthèse bibliographique

I.Synthèse bibliographique

I.1 Définition et Historique

Le terme « Géo-polymère », désigne des polymères minéraux synthétiques à structure tridimensionnelle de la famille des aluminosilicates, cette expression a été introduite pour la première fois, en 1979 par Joseph [20]. Les géo-polymères sont une classe de matériaux aluminosilicates semi-cristallins, généralement synthétisés à la température ambiante ou légèrement élevée par une réaction chimique entre une poudre d'aluminosilicate amorphe et une solution alcaline très concentrée. En effet, suite aux multiples incendies catastrophiques survenus en France dans la période allant de 1970 à 1973 et dont la gravité est attribuée pour la plupart aux matériaux de décoration de type polyester utilisés, il est devenu impératif de produire sur le marché de nouveaux matériaux plastiques qui résistent au feu, des matériaux ininflammables et incombustibles. C'est dans ce contexte que [20].décide d'orienter ses travaux vers la conception de nouveaux matériaux. Dans cette quête, il remarque une similarité dans les conditions de synthèse de certains matériaux plastiques organiques d'une part, et de minéraux feldspathoïdes et zéolites résistants au feu d'autre part. Ces deux types de synthèse se déroulent en milieu alcalin concentré, à la pression atmosphérique et à une température inférieure à 150° C. Enfin, la revue de la littérature montre qu'à cette période, l'exploitation de la géochimie de ces minéraux pour l'élaboration de liants et des polymères minéraux n'est pas encore assez investiguée. Ceci a conduit à l'élaboration, dans la période allant de 1973 à 1976, aux premiers géo-polymères et leur application dans le domaine des matériaux de construction. Ce sont des panneaux géo-polymères agglomérés résistants au feu, sorte de matériau composite constitué d'une matrice de copeaux de bois recouverte par un géo-polymère. Ce géo-polymère était synthétisé à partir d'un mélange de kaolinite, de quartz et d'une solution d'hydroxyde de sodium, à une température variant de 130 à 200° C. La stabilité thermique des géo-polymères a amené l'équipe de recherche de [20] à orienter ses travaux dans le domaine de l'aéronautique et de la transformation des thermoplastiques. Par souci d'innovations, les recherches s'orientent vers l'élaboration d'une nouvelle gamme de ciment. En 1983 ceci a abouti à l'élaboration d'un ciment possédant des propriétés mécaniques intéressantes et résistant aux acides. Ce ciment présente notamment une résistance à la compression de 20 MPa, quatre heures après un maintien à 20° C. Les propriétés intéressantes des géo-polymères ont dès lors suscité de nombreux travaux scientifiques pour leur potentielle application industrielle. Ces matériaux sont actuellement considérés comme des alternatifs aux matériaux traditionnels (plastiques, céramiques, ciment portland) et des efforts croissants de recherche sont entrepris à travers le monde pour leur possible utilisation dans divers domaines [1].

I.2 Les géo-polymères

Les géo-polymères représentent une sous-catégorie des liants alcali-activés, pour laquelle le précurseur est essentiellement un aluminosilicate contenant très peu de calcium. Les aluminosilicates présentent une organisation de chaînes de silice, avec des ponts Si-O-Si et Si-O-Al pour former une réticulation et donc une structure tridimensionnelle (Barbosa et al, 2000). L'existence de chaînes d'atomes et de réticulation évoque celle des polymères organiques à base de carbone (d'où le nom de géo-polymères).

I.3 Terminologie et structure chimique des géo-polymères

Les matériaux géo-polymères sont des aluminosilicates désignés sous le terme poly(sialate) et sont la réciproque inorganique des polymères organiques. Sialate est une abréviation de silico-oxo-aluminate et le réseau des géo-polymères encore appelé réseau sialate est constitué par des tétraèdres SiO₄ et AlO₄ alternativement liés entre eux par des atomes d'oxygène. Leur structure amorphe est une succession de tétraèdres SiO₄ et AlO₄ (Fig.1) [20], pouvant être apparentée à celle observée dans certaines zéolites (van Jaarsveld et al, 1999). La position de l'aluminium en sites habituellement occupés par le silicium (Figs. 1 et 2), provoque un déficit de charge compensé par les cations M⁺ (Na⁺ ou K⁺) dont la présence est essentielle au maintien de la neutralité de la matrice (Fig. 2). La charge négative dans la structure sialate est due à la substitution de l'ion Si⁴⁺ par l'ion Al³⁺ [2].

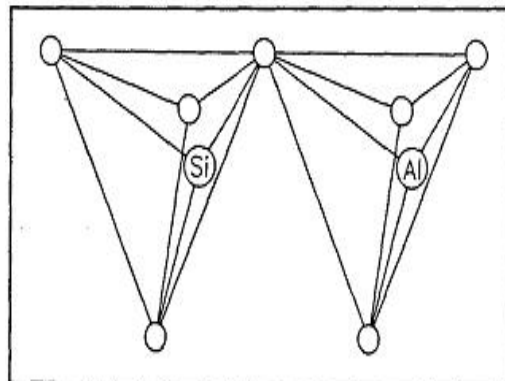


Figure I. 1: Tétraèdres AlO₄ et SiO₄.

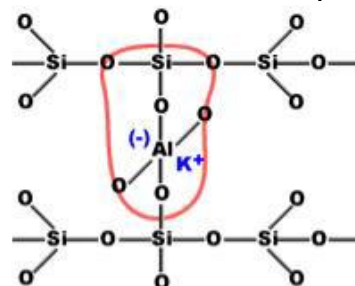


Figure I. 2: Géo-polymère poly (sialate-siloxo) résultant d'une géo-synthèse.

La formule empirique des poly (sialates) est la suivante : $MP [(SiO_2)_z AlO_2]_p w H_2O$ où p est le degré de polymérisation, z est le rapport molaire Si/Al et peut être 1, 2 ou 3, w désigne la quantité d'eau dans le matériau (Davidovits, 1991).

La figure I.3 présente quelques séquences d'occupation des sites tétraédriques et la nomenclature basée sur le rapport molaire Si/Al correspondant. La valeur de ce rapport influencé à la fois la structure des géo-polymères et leurs propriétés physico-chimiques. Selon certains auteurs (Phair, 2000), la consolidation résulterait soit de la formation d'un gel géo-polymérique homogène soit de l'existence d'un hydrogel (gel colloïdal dans un milieu aqueux) jouant le rôle de liant. Davidovits (1994b) classe la forme polymérique de Si-O-Al en trois classes qui varient en fonction de z . [2]

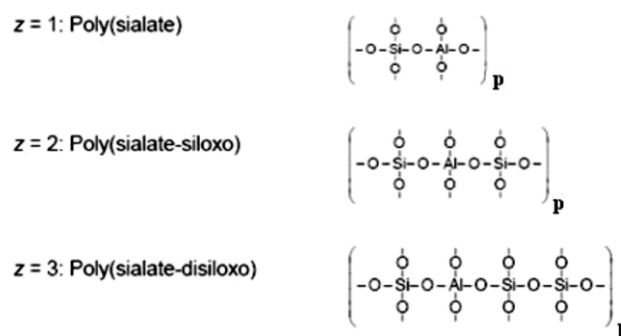


Figure I. 3 : Classes des différents géopolymères en fonction du rapport molaire Si/Al.

➤ **Poly(sialate) Si/Al =1**

Ils sont des polymères en chaîne et en cycle qui résultent de la polycondensation des monomères : ortho-sialate $(OH)_3-Si-O-Al-(OH)_3$.

➤ **Poly(sialate-siloxo) Si/Al =2**

Ils sont considérés comme étant le résultat de la condensation de l'ortho-sialate avec l'acide ortho-silicique $Si(OH)_4$.

➤ **Poly(sialate-disiloxo) Si/Al =3**

Ils sont considérés comme étant le résultat de la condensation de l'ortho-sialate avec deux molécules acides ortho-silicique $Si(OH)_4$.

Les poly(sialate) et les poly(sialate-siloxo) sont synthétisés selon le procédé sol-gel. Ils sont utilisés pour immobiliser les déchets toxiques et pour la construction des infrastructures. Les poly(sialate-disiloxo) sont utilisés comme réfractaires de revêtement des matériaux composites [20].

Les géo-polymères ont une structure amorphe ou cristalline selon la température de condensation du matériau. Ainsi, les matériaux amorphes sont obtenus aux températures variant de 20 à 90 °C alors que les polymères cristallins s'obtiennent pour les températures variant de

150 à 200 °C ; ces derniers ont une structure semblable à celle des zéolites A (Cioffi et al., 2003). Un modèle de structure proposé par Barbosa et al. (2005) est donné par la Figure I.4. [2]

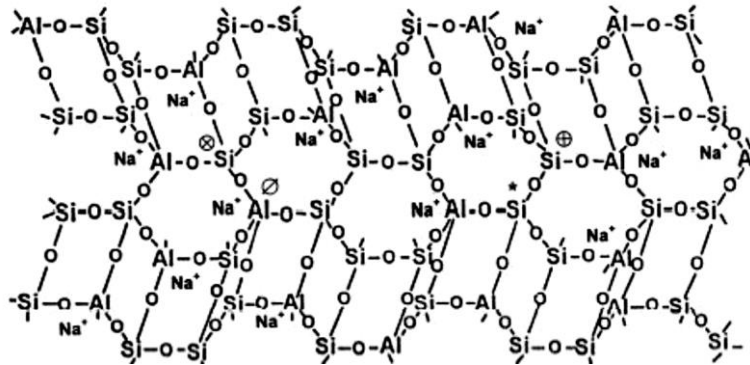


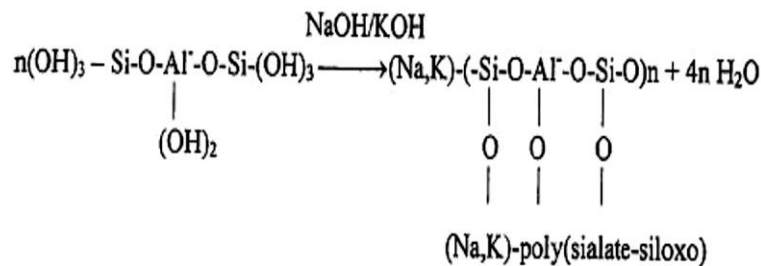
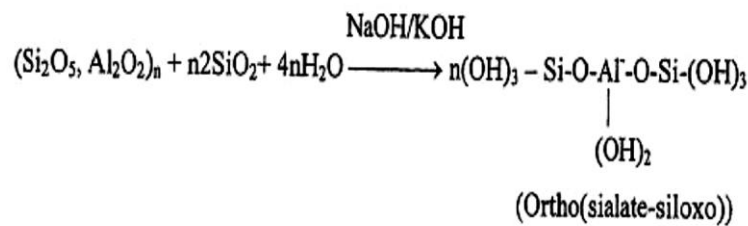
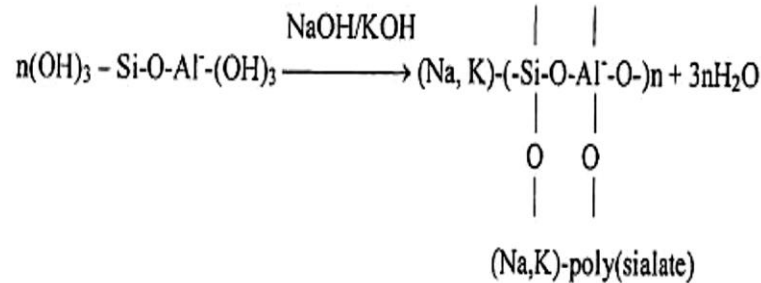
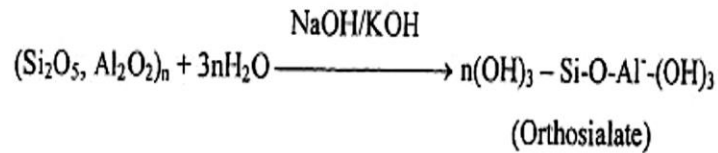
Figure I. 4 : Structure des géo-polymères proposée par Barbosa et al (2000).

I.4 La Chimie des géo-polymères

La méthode utilisée pour la synthèse des géo-polymères est le procédé sol-gel qui permet de former par polymérisation aux températures proches de l'ambiante un réseau d'oxyde. Elle est une méthode de synthèse des matériaux à partir de précurseurs moléculaires¹³ en solution aqueuse. Le principe de ce procédé repose sur la condensation et l'hydroxylation de précurseurs moléculaires. L'idée de base consiste à gélifier une solution, l'on obtient ainsi des espèces de plus en plus condensées qui forment un gel ; ce gel qui peut être rigide (gel de silice) ou élastique, crée progressivement un réseau tridimensionnel d'oxyde par un traitement thermique (Phalipon, 1987). Cette technique a été largement utilisée, d'abord pour fabriquer des combustibles nucléaires dans les années 60 puis pour élaborer des catalyseurs, des verres ordinaires, des céramiques, des dépôts en couche mince, des fibres, etc. (Brinker et al., 1990). Cette méthode de synthèse a été utilisée pour les avantages qu'elle a pu offrir par rapport à la méthode traditionnelle, car elle permet d'obtenir des matériaux à de plus basses températures (Brinker et al., 1990). La viscosité des sols et des gels permet d'élaborer directement les matériaux sous les formes des plus variées : couches minces, fibres, poudres fines et matériaux massifs, matériaux obtenus avec une grande pureté et une meilleure homogénéité. Ce procédé, connu pour la synthèse des gels de silice et des verres comprend les étapes suivantes :

1. l'hydrolyse et la condensation des espèces silicatées ;
2. le vieillissement du gel ;
3. le traitement post-gélation.

Le processus de formation des géo-polymères proposé respectivement par [20] puis Xu et van Deventer (2000) peut être résumé selon les réactions suivantes:



Cette réaction peut être sectionnée selon trois principales étapes : la dissolution/hydrolyse ; le transport, l'orientation ou encore la condensation des ions précurseurs en monomères (la diffusion, la polymérisation, la formation du gel) et la polymérisation/polycondensation des monomères en structure polymérique. La cinétique de chaque étape dépend du type d'aluminosilicate, du type de solution alcaline, de la concentration en silicate, en alcali et de la quantité d'eau utilisée lors de la préparation de la liqueur liante (Xu et van Deventer, 2000 ; Xu, 2002). Ces trois étapes peuvent être décrites ainsi qu'il suit :

I.4.1 La dissolution du matériau aluminosilicate par action des ions hydroxyle

La géo-polymérisation commence avec hydratation du matériau aluminosilicate. S'ensuit laphase de dissolution, c'est-à-dire la rupture des liaisons Si-O-Si et Si-O-Al pour former des précurseurs réactifs $[\text{SiO}(\text{OH})_3]^-$ et $[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$ dans la solution, ce qui se traduit par l'équation suivante (Xu et van Deventer (2000) ; Xu (2002)) :



Monomères

Cette dissolution est concomitante à la gélification de l'aluminosilicate.

I.4.2 Le transport, l'orientation la condensation des ions précurseurs en monomères

Les précurseurs aluminosilicates dans la solution alcaline sont mobiles et se comportent de manière thermodynamiquement stable, avant d'être gélifiés. La condensation se produit entrées ions aluminates et les espèces silicatées formées et dépend de la concentration du silicium dans le milieu. Si le mélange est fait avec un rapport faible de $Si/Al = 1$, la condensation se produit entre l'ion aluminate et les espèces silicatées ; on obtient un polymère appelé poly (sialate) ; pour un rapport $Si/Al > 1$, les espèces silicatées formées par réaction avec la silice ont tendance à former les oligomères silicatés et ces derniers se condensent à leur tour avec l'ion aluminate pour former un réseau 3D rigide de poly(sialate-siloxo) ou poly(sialatedisiloxo) (Cioffi et al., 2003).

I.4.3 La polymérisation /polycondensation des monomères en structure polymérique.

Lors de la réaction de polycondensation, les oligomères formés se condensent pour donner un réseau tridimensionnelle (3D) de poly (sialate-siloxo) et poly(sialate-disiloxo) (Cioffi et al., 2003). Lorsque la concentration en précurseur devient supérieure à la concentration de saturation, la polymérisation des Al_3^+ et Si_4^+ est immédiate.

I.5 Elaboration de ciments géo-polymères

Pour la synthèse des géo-polymères, l'on utilise essentiellement deux types de matière première : les matériaux aluminosilicates et les solutions alcalines.

I.5.1 Matériaux aluminosilicates

Les matériaux aluminosilicates utilisés pour l'élaboration des géopolymères doivent être riches à la fois en silice (SiO_2) et en alumine (Al_2O_3). Leur choix dépend de plusieurs facteurs parmi lesquels la disponibilité, le coût et le type d'application. Ces matériaux peuvent être naturels (kaolin, micas, andalousite, spinelle, illite, scories volcaniques) ou synthétiques (met kaolin, cendres volantes, sous-produits calcinés ou résidus d'exploitation industrielle) (Harjito et Rangan, 2005). L'amorphisation de certains matériaux conduit aux produits présentant une forte résistance à la compression comparée à celle des produits obtenus à partir des matériaux non amorphisés (argile kaolinitique et certains minéraux naturels) (De Silva et al., 2007). Parmi les matériaux aluminosilicates les plus utilisés, nous avons :

I.5.1.1 Les cendres volantes

Elles sont recueillies dans les centrales thermiques fonctionnant au charbon et sont généralement utilisées pour la finesse de leurs particules, ce qui accroît leur réactivité. Pour qu'une variété de cendres volantes à faible teneur en calcium puisse avoir des propriétés liantes

optimales, elle doit avoir un pourcentage de matière non liante inférieure à 5%, une teneur en Fe_2O_3 inférieure ou égale à 10 % et celle en CaO qui doit être très faible. La teneur en aluminosilicate doit être comprise entre 40-90 % de particules d'un diamètre équivalent inférieur à 45 μm (Xu and van Deventer, 2002). Il existe trois types de classe de cendres volantes : les cendres volantes de classe C (proviennent de la lignite et sont riches en CaO), les cendres volantes de classe F (pauvres en CaO, proviennent de la combustion de la houille et sont les plus utilisées pour l'élaboration des géopolymères à cause de leur faible teneur en CaO) (Xu and van Deventer, 2002) et les cendres volantes de classe N qui sont des aluminosilicates naturels ou synthétiques dont la somme des oxydes de silicium, aluminium et de fer est supérieur à 70 % et le taux de SO_3 est inférieur à 4 % (Tironi et al., 2013).

I.5.1.2 Le laitier granulé de haut fourneau

C'est un sous-produit de l'industrie métallurgique ayant des propriétés hydrauliques. Il est obtenu par refroidissement rapide (trempe) de certaines scories fondues provenant de la fusion du minerai de fer dans le haut fourneau. Il est composé principalement de silicates, aluminosilicates et de silicate de calcium. Il existe différents types de scories ("air-cooled blast furnaceslag, épande or foamedslag, pelletisedslag", et laitier granulé de haut fourneau) dont la production dépend de la méthode utilisée. Le laitier granulé de haut fourneau est généralement utilisé pour produire du ciment géo-polymère (Sindhunata, 2006).

I.5.1.3 Les scories volcaniques

La structure morphologique de type vacuolaire des scories volcaniques, ainsi que leur forme déchiquetée leur sont caractéristiques. Les vésicules de tailles variables que présentent les scories volcaniques sont dues aux gaz emprisonnés dans la lave ; plus celles-ci sont fluides moins elles sont vacuolaires. La forme extérieure provient des propriétés des explosions volcaniques qui provoquent l'éjection des lambeaux de laves constitutifs des scories volcaniques après refroidissement. Cette structure confère aux granulats une porosité remarquable ainsi qu'un haut pouvoir d'isolation thermique. Les scories volcaniques par toutes les caractéristiques qu'elles offrent de façon naturelle tant sur le plan physico-chimique que sur le plan économique trouvent un éventail toujours croissant de domaines de valorisation. Que ce soit au niveau artisanal ou agricole, l'utilisation des scories volcaniques se diversifie surtout au voisinage des régions volcaniques.

A. L'agriculture

Les scories volcaniques sont riches en silices, en alcalino-terreux et en oligo-éléments. Elles offrent pour certaines cultures l'avantage d'un milieu bien aéré, chimiquement inerte, d'absence de parasites au départ de la mise en œuvre de facilité la désinfection par la suite et

d'une grande stabilité et durabilité. Elles servent aussi au drainage des tranchées, à l'amendement des sols. Elles sont également utilisées avec succès en horticulture et cultures maraîchères.

B. Applications routières

Dans ce domaine, elles sont utilisées comme sable comportant des fines.

C. Fabrication des ciments

Elles sont utilisées dans la fabrication de certains types de ciments comme constituant secondaire. Elles sont utilisées comme filler, donc comme un produit plus ou moins réactif du point de vue hydraulique et donc la présence accroît la maniabilité et diminue la capillarité du ciment Portland. De nombreuses applications possibles avec les scories volcaniques dépendent directement des propriétés de ce matériau. Possédant des phases amorphes et principalement constitués d'oxydes de silicium, d'aluminium et de fer, les scories volcaniques peuvent être aussi utilisées pour l'élaboration de ciments géo-polymères.

I.5.2 Le méta-kaolin

Elle est obtenue par amorphisation des argiles kaolinitiques entre 500 et 800 °C (Elimbi et al., 2011). Le traitement au-delà de 950 °C conduit à la formation d'un matériau qui a une structure cristalline de type spinelle Al ou celle de la mullite (Davidovits, 1988). La met kaolinite est une bonne source d'alumine et de silice. Elle a une grande réactivité au contact des solutions alcalines et peut être utilisée pour mieux comprendre le mécanisme de la géo-polymérisation (Barbosa et al., 2005). La grande réactivité de ce matériau est liée à l'état de désorganisation de son réseau cristallin (Sindhunata, 2006). Les propriétés pouzzolaniques de la met kaolinite dépendent aussi de plusieurs autres facteurs :

A. La cristallinité

Une kaolinite bien cristallisée donne après amorphisation une met kaolinite moins réactive (Kakali et al., 2001) ;

B. La température de calcination

Une température de calcination autour de 700 °C conduit à une met kaolinite très réactive (Deepak et al., 1997 ; Kaloumenou et al., 1999 ; Kakali et al., 2001 ; Elimbi et al., 2011) ;

C. La granularité

Les particules de petite taille confèrent une grande surface spécifique et par conséquent une grande réactivité (Rahier et al., 2003 ; Diaz et al., 2010).

I.5.3 Solutions alcalines

La solution alcaline la plus utilisée pour l'élaboration des matériaux géo-polymères est le mélange d'une solution aqueuse de sodium ou de potassium hydroxyde, le sodium silicate ou le

potassium silicate. Le type de solution alcaline joue un rôle très important dans la synthèse des géo-polymères. La réaction est rapide lorsque la solution alcaline contient à la fois le sodium et/ou potassium silicate et la solution d'hydroxyde alcalin comparée à celle ne contenant que de l'hydroxyde alcalin (Davidovits, 1991). En outre, les études faites sur plusieurs matériaux montrent que la solution aqueuse de sodium hydroxyde produit une meilleure dissolution de l'aluminosilicate que celle de potassium hydroxyde (Harjito et Rangan, 2005).

En chimie de synthèse géo-polymère, les cations Na^+ en milieu basique sont connus pour accroître la dissolution de la phase amorphe en association avec des monomères de silicate alors que les cations K^+ augmentent la croissance du gel par association avec de plus gros anions aluminosilicates (Cormick et Bell, 1989). Ce comportement a été montré par van Jaarsveld et van Deventer (1989) pour les géo-polymères. La dissolution des précurseurs d'aluminium et de silicium est plus importante en présence de cations Na^+ qu'en présence de cations K^+ . Par contre, le degré de formation de gel dans les géo-polymères à base de potassium est plus important que dans ceux obtenus à partir de sodium. Duxson et al. (2005) suggèrent que les alcalis utilisés jouent un rôle très important car ils équilibrent la charge négative des ions précurseurs $[\text{SiO}(\text{OH})_3]^-$ et $[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$ après dissolution du matériau aluminosilicate. Par ailleurs, les matériaux aluminosilicates qui ont un pourcentage élevé en CaO tendent à réagir plus rapidement car la vitesse de dissolution de l'oxyde de calcium est plus grande que celle des oxydes de silicium et d'alumine (Lee et van Deventer, 2002). Ainsi, lors de la dissolution, le précipité $\text{Ca}(\text{OH})_2$ se forme, ce qui conduit à la formation du CSH (silicate de calcium hydraté) dans la matrice du géo-polymère. Un matériau aluminosilicate contenant un taux élevé en CaO est dissout dans une solution alcaline et conduit à la formation d'un mélange de CSH et de gel géo-polymère (Duxson et al., 2007 ; Pacheco-Torgal et al., 2008 ; Pacheco-Torgal et al., 2010). Cependant, la formation et la contribution du gel est différente suivant la concentration de la solution alcaline (Alonzo et Palomo, 2001 ; Granizo et al., 2002 ; Guo et al., 2010). Si la concentration de la solution alcaline est faible, le CaO se dissout facilement pour former le CSH. Au contraire, une concentration élevée de la solution alcaline retarde la dissolution du CaO (Alonzo et al., 2001 ; Granizo et al., 2002).

I.6 Propriétés des matériaux géo-polymères

- ✚ Une résistance à la compression de l'ordre de 20 MPa peut être obtenue après 4 heures de séchage à 200 et de l'ordre de 10 à 100 MPa après 28.
- ✚ Ils ont un faible retrait et une bonne résistance aux cycles gel-dégel.
- ✚ Ils ont la capacité de résister aux feux et aux agents atmosphériques, chimiques et biologiques pendant plusieurs dizaines de milliers d'années comme le granite

- ✚ Ils ont une faible conductivité thermique
- ✚ Un temps de prise rapide

I.7 Facteurs affectant les propriétés des matériaux géo-polymères

Plusieurs facteurs ont été identifiés comme paramètres importants affectant les propriétés des matériaux géo polymères.

I.7.1 Température

La température est un accélérateur de réaction dans la géo-polymérisation. Elle affecte significativement les résistances mécaniques, la durée de gâchage et le type de liquide alcalin. Il a été montré qu'une température de traitement élevée et un temps de gâchage long donnent un matériau géo-polymère avec une résistance à la compression élevée. La teneur en eau et les conditions de calcination de l'argile kaolinitique affectent les propriétés des géo-polymères. Cependant, un traitement à une température trop élevée fait apparaître des craquelures et a un effet négatif sur les propriétés chimiques et mécaniques du matériau [3,4]

I.7.2 Nature et concentration des solutions alcalines

Les alcalis, les solutions de sodium ou de potassium silicates ou encore un mélange de ces solutions pour la production des ciments géo-polymères à base du metakaolin ont fait l'objet d'études. Le liquide alcalin (solutions de sodium ou de potassium silicates) contenant les silicates solubles accroît la vitesse de la réaction, comparé aux solutions alcalines qui contiennent seulement de l'hydroxyde de sodium ou de potassium. Cependant, lorsqu'on augmenté la température du milieu de synthèse et la concentration des alcalis (NaOH, KOH), les propriétés mécaniques des géo-polymères croissent exponentiellement (Popel, 1999). Wang et al. (2005) ont étudié les propriétés des géo-polymères en utilisant la solution de NaOH comme activatrice. Ils ont reporté que les propriétés des géo-polymères dépendent de la concentration de la solution de NaOH. Les résistances à la compression, les résistances à la flexion et la densité apparente des géo-polymères augmentent avec la concentration de la solution de NaOH de 4-14M. Ces résultats sont attribués à l'augmentation du degré de géo-polymérisation dans le milieu réactionnel [2].

I.7.3 Rapport molaire $\text{SiO}_2 / \text{Al}_2\text{O}_3$, $\text{Na}_2\text{O} / \text{SiO}_2$, $\text{H}_2\text{O} / \text{Na}_2\text{O}$, $\text{Na}_2\text{O} / \text{Al}_2\text{O}_3$

L'étude statistique des paramètres permettant d'obtenir des géo-polymères à base du metakaolin montre que la composition molaire des oxydes contenus dans le matériau aluminosilicate joue un rôle très important. Ainsi, certains auteurs estiment que la composition optimale est obtenue lorsque le ratio $\text{Na}_2\text{O} / \text{SiO}_2$ est de 0,25 et celui de $\text{H}_2\text{O} / \text{Na}_2\text{O}$ de 10 (Barbosa et al., 2005 ; Talling and Krinvenko, 1997). Les effets du rapport molaire $\text{SiO}_2 / \text{Al}_2\text{O}_3$ sur la résistance à la compression et la microstructure des géo-polymères à base du metakaolin

activé par les alcalis ont été étudiés par plusieurs auteurs (van Jaarvel and van Deventer, 1989 ; Rahier et al., 2003); la meilleure résistance est obtenue en faisant un mélange ayant un rapport molaire $\text{SiO}_2 / \text{Al}_2\text{O}_3$ qui varie de 3,0 à 3,8 couplé à un rapport $\text{Na}_2\text{O} / \text{Al}_2\text{O}_3$ proche de 1 (Fernandez-Jimenez and Palomo, 2005a). Les facteurs tels que le pourcentage en CaO, K₂O et le rapport molaire de Si/Al dans le matériau influent de manière significative sur la résistance à la compression des ciments géo-polymères (Davidovits, 1991). De Silva et al. (2007) ont étudié la cinétique de la géo-polymérisation et concluent qu'une augmentation du rapport molaire $\text{SiO}_2 / \text{Al}_2\text{O}_3$ augmente le temps de prise. Pour des rapports molaires $\text{SiO}_2 / \text{Al}_2\text{O}_3$ se situant dans l'intervalle 3,4 - 3,8 ($1,7 \leq \text{Si}/\text{Al} \leq 1,9$), on observe un gain de résistance à la compression aux temps plus longs. De plus, des modifications mineures du rapport $\text{SiO}_2 / \text{Al}_2\text{O}_3$ peuvent altérer fortement les propriétés des géo-polymères. Sagoe-Crentsil and Weng (2007) et (Weng et al., 2007) ont étudié le processus de dissolution du metakaolin et la réaction de condensation pendant la géo-polymérisation, et plus précisément le mécanisme de spéciation de l'aluminium par RMN MAS du ²⁷Al. Pour des rapports $\text{Si}/\text{Al} \leq 1$, la présence d'aluminates $[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$ est détectée aux premiers instant de la réaction. Tandis qu'à des rapports de composition $\text{Si}/\text{Al} \geq 3$, la présence de ces mêmes espèces n'est pas détectée. Cette observation suggère, selon Sagoe-Crentsil and Weng (2007) et Weng and Sagoe-Crentsil (2007) que la réaction de condensation entre les aluminates $[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$ et les silicates en solution est assez rapide, et qu'ils sont consommés dès qu'ils sont formés. Mais comme le temps de condensation augmenté avec le rapport Si/Al, Sagoe-Crentsil and Weng (2007) et (Weng et al., 2007) suggèrent que le processus de condensation se déroule en deux étapes : une condensation rapide entre les espèces aluminates et silicates suivie d'une condensation lente impliquant exclusivement des espèces silicatées [2].

I.7.4 Rapport massique solide/ liquide

La résistance à la compression décroît lorsque le rapport massique solide/ liquide (S/L) augmente. Ce rapport est analogue au rapport eau/ciment lors de la fabrication des pâtes, mortiers et bétons à partir des ciments Portland. Les travaux de Yao et al. (2009) ont montré que lorsque le rapport S/L est grand, la viscosité de la pâte est faible et lorsque ce rapport est faible, la viscosité de la pâte est élevée et par conséquent, le degré de la réaction de polycondensation est élevé. D'autre part, Zuhua et al. (2009) ont montré que la vitesse de dissolution du matériau aluminosilicate est améliorée lorsque le rapport massique S/L est faible. Kong et al. (2007) ont montré que la résistance à la compression des géo-polymères à base du metakaolin est optimale lorsque le rapport massique S/L est égal à 0,8 car ce rapport donne une bonne maniabilité de la pâte. Alors que la maniabilité de la pâte est faible lorsque ce rapport est plus grand que 0,8 et par conséquent, baisse les propriétés mécaniques du géo-polymère [2].

I.8 Utilisations des matériaux géo-polymères

Les matériaux activés sont connus depuis les années 40, ils ont connu un regain d'intérêt sans doute parce qu'on est à la recherche d'un liant moins énergivore et plus écologique que le ciment Portland.

Dans le génie civil, on note l'élaboration de nouveaux ciments géo-polymères à l'instar du ciment américain PYRAMENT ultra rapide et à haute performance, commercialisé aux Etats-Unis depuis 1988. Il est un produit idéal pour la réparation et la construction des pistes d'atterrissage en bétons [5].



Figure I. 5 : Application des géo-polymères dans l'élaboration du ciment Pyrament.

Ces matériaux trouvent également leurs applications dans l'industrie de l'automobile, dans la décoration, ... (Davidovits, 2002b) comme le montre la Figure I.6.



Figure I. 6 : Application des géo-polymères dans l'industrie du fusible et dans la décoration (Davidovits, 2002b).

Ils sont également utilisés dans la rénovation structurelle sous forme de composites en fibre à base de géo-polymère (Davidovits, 2002b). Les géo-polymères trouvent leurs applications dans l'industrie de la préfabrication, notamment en Australie, où l'université De Queensland a élaboré des poutres en béton géo-polymère préfabriqué (Figure I.7).



Figure I. 7 : Poutres en béton géo-polymère préfabriqué (Architecture & Design, 2013).

La technologie des géo-polymères est plus avancée dans des applications préfabriquées en raison de la relative facilité dans la manipulation des matériaux sensibles (par exemple des solutions d'activation alcalines) et la nécessité d'un environnement contrôlé de durcissement à température relativement élevée.

L'Australie est un des pays pionnier dans l'utilisation de géo-polymères. Un exemple de commercialisation de béton géo-polymère en Australie se montre dans la figure I.8. Palomo et Fernández-Jiménez, (2011) ont utilisé les géo-polymères à base de cendres volantes pour la fabrication de matériaux avec des propriétés spéciales principalement pour: les travers monobloc de voies ferrés, les matrices légères pour remplacer des cœurs traditionnels dans les panneaux à sandwich et des recouvrements résistants au feu.



Figure I. 8 : E-Crete TM dans un port à Melbourne, Australie: a) 25MPa trottoir à travers de Westgate Freeway extension. b) 55MPa panneaux préfabriqués à travers du pont Salmon Street. (J. S. J. Van Deventer et al, 2012)

Ces exemples d'application montrent que les matériaux activés possèdent d'énormes potentiels pour leur utilisation dans le domaine des matériaux de construction

Chapitre II

Notions sur le laitier

II.1 Introduction

Le problème des sous-produits et déchets industriels est l'un des préoccupations majeurs du secteur industrielle, et l'avenir ce dernier est largement conditionné par les solutions que nous pourrions apporter à ce problème. A cet effet, le secteur de la construction, présente des possibilités intéressantes pour la valorisation de ces sous-produits et déchets pour l'élaboration des nouveaux matériaux[8].

II.2 Le laitier de haut fourneau

Selon la filière considérée, le laitier de HF est un co-produit découlant de la transformation dans le Haut-Fourneau, soit de manganèse en alliage "Ferro-manganèse" des oxydes de fer en "Fonte", soit des oxydes

II.3 Production du laitier

La fonte sidérurgique (alliage Fer-Carbone) est produite au niveau du haut fourneau lors de la réduction des minerais de fer par le carbone du coke. En fusion, (vers 1500°C) la partie inférieure du haut fourneau, recueille deux liquides : - La fonte plus lourde (densité : 7). - Le laitier, plus léger surnageant la fonte (densité 2,7 à 2,8). Le laitier est ensuite séparé de la fonte grâce à un siphon. La figure 2.07 illustre le haut fourneau qui permet l'élaboration de la fonte à partir du minerai de fer et de la coke (charbon). Cette élaboration génère le laitier comme sous-produit. Chaque tonne de la fonte génère une quantité de laitier de l'ordre de 250 à 300 Kg.

La figure suivante montre de façon schématique le procédé d'obtention du laitier.

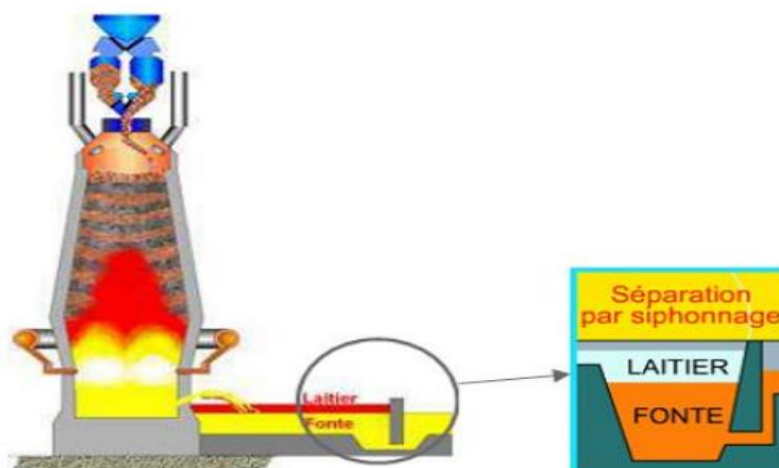


Figure II. 1 : schématique le procédé d'obtention du laitier.

II.4 Traitement du laitier au complexe sidérurgique d'EL HADJAR

Le complexe sidérurgique d'EL HADJAR est équipé de deux hauts fourneaux qui produisent des quantités considérables de laitier (environ 380 Kg par tonne de fonte). En exploitation normale ces deux hauts fourneaux peuvent produire chaque année 500.000 tonnes de laitier brut dont le taux de granulation varie selon la demande[13].



Figure II. 2 : Complexe sidérurgique d'El-Hadjar

II.5 Types de laitier de haut fourneau

On peut obtenir deux types de laitiers de haut fourneau suivant le processus de refroidissement:

- Le refroidissement lent
- Le refroidissement rapide

II.5.1 Le laitier de haut fourneau est cristallisé (lent)

Le laitier liquide à $1300\text{ C}^\circ / 1500\text{ C}^\circ$ est évacué immédiatement en poche à laitier, dès la sortie du haut-fourneau vers des zones spécifiques nommées crassiers, pour y être déversé, coulée après coulée. Il s'y refroidit lentement, se transformant ainsi en roche dure artificielle. Le laitier cristallisé, chimiquement stable, est destiné à être concassé .ses constituant sont essentiellement des silicates et des silico-aluminates de calcium [12].



II.5.2 Le laitier de haut fourneau est dit vitrifié, ou granulé (rapide)

s'il est dirigé vers un dispositif dans lequel il subit une trempe (arrosage violent et abondant d'eau sous haute pression). L'énergie calorifique contenue dans le laitier en fusion provoque son explosion et forme instantanément de fines particules d'un produit vitreux désordonné. Il possède ainsi une énergie interne plus élevée qu'à l'état cristallin, ce qui le rend plus réactif chimiquement [18]. Lors de son hydratation, le laitier évoluera sous une forme cristalline stable pouvant être mise à profit pour les formulations de ciments ou de bétons. On distingue deux types de laitiers vitrifiés:

- **le laitier vitrifié granulé**, pour lequel le refroidissement se fait en bassin ou par jet d'eau sous pression. Le principe de la granulation est d'extraire le plus possible de chaleur d'une quantité de laitier fondu, en un minimum de temps.
- **le laitier vitrifié bouleté** soumis à deux types d'actions, un jet d'eau et une action mécanique. Le laitier liquide se déverse sur un tambour tournant cannelé qui comporte des trous en périphérie, alimentés en eau sous pression. Les particules de laitiers sont alors projetées à plusieurs mètres du tambour, ce qui permet une trempe à l'air pendant la durée du trajet des particules [10].



II.6 Composition chimique de laitier

Le laitier contient essentiellement quatre éléments dont l'expression en oxydes représente 95 à 97 % des constituants du laitier : chaux (CaO), silice (SiO_2), alumine

(Al_2O_3), magnésie (MgO). Les autres phases sont des oxydes secondaires (FeO, MnO) et des composés sulfurés. Le tableau II.1 présente la composition chimique élémentaire du laitier :

Tableau II .1 : Composition chimique élémentaire du laitier de haut-fourneau (Alexandre et Sebileau [09]).

Eléments	%
CaO	40 à 48
SiO ₂	32 à 41
Al ₂ O ₃	9 a 18
MgO	1 à 9
MnO	0.4 à 0.7
FeO	0.2 à 1
S	0.6 à 1.5

Diagramme de Keil, diagramme triangulaire représentant le système ternaire chaux-silice-alumine (Figure II.3), permet de situer le laitier de haut-fourneau par rapport à d'autres liants utilisés en technique routière. Ce diagramme montre que les laitiers ont une composition relativement proche de celle du clinker du ciment Portland, même si celui-ci ne nécessite qu'un apport d'eau pour déclencher son hydraulicité, alors que le laitier doit être activé.

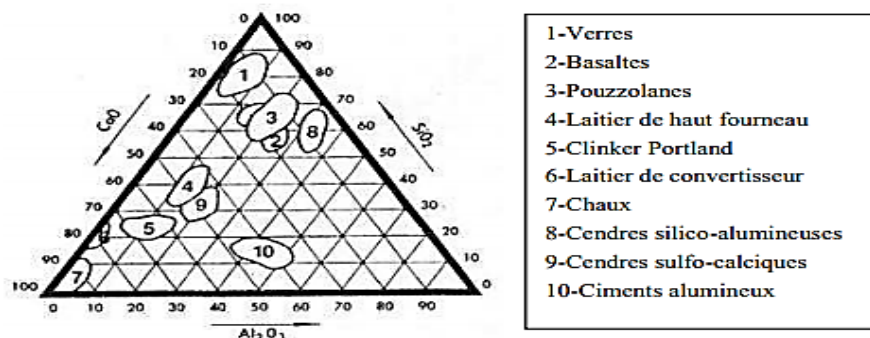


Figure II. 3 : Diagramme de Keil système CaO-SiO₂-Al₂O₃

II.7 Composition minéralogique du laitier granulé

Le laitier granulé est un verre (la teneur en verre dépasse 90 %), il est considéré comme un liquide rapidement refroidi (super cooled liquids). La rapidité du refroidissement est une caractéristique des silicates fondus pour acquérir la forme des verres. Le passage de l'état liquide à l'état solide est accompagné par un arrangement des molécules, qui prennent une orientation bien définie dans les cristaux. (Léa, 1971). Si le refroidissement du laitier est rapide, les groupes moléculaires conservent en majorité leur disposition irrégulière (arrangement irrégulier), et la viscosité augmente rapidement au fur et à mesure que la température baisse, et le laitier passe de l'état liquide à un autre solide mais sans développement de la structure cristalline. Les verres sont instables et ont tendance à passer à une forme cristalline, cette tendance est due à la haute viscosité des verres qui réduit la mobilité des molécules. Examinée au microscope la poudre du laitier granulé présente des grains transparents clairs isotropiques désignant le verre et une zone noire (pour un laitier mal granulé) qui présente le début de la cristallisation.[8]



Figure II. 4: Les particules vitreuses de laitier en blanc. (Aïtcin, 2001)

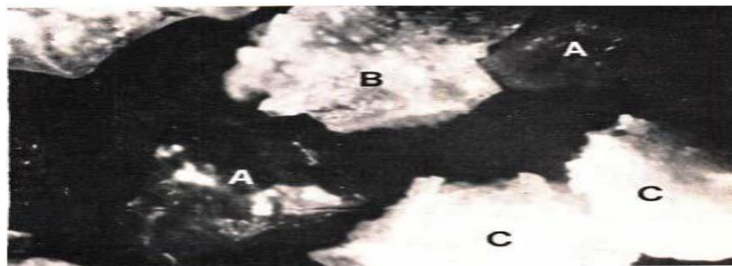


Figure II. 5: Les grains du laitier. (Aïtcin, 1966)

II.8 Activité du laitier

La granulation du laitier du haut fourneau procure aux laitiers une activité complémentaire, l'état vitreux est une caractéristique essentielle liée aux propriétés hydrauliques du liant, ce qui traduit utilisation du laitier granulé finement broyé comme un ajout cimentaire

Le rapport entre la composition chimique, la structure et l'activité hydraulique du laitier ont été étudié par plusieurs chercheurs, les résultats ont montré que l'activité hydraulique du laitier dépend principalement de la structure qui dépend de la composition chimique du laitier est son traitement thermique [14]. Une grande attention a été donnée à la relation entre la composition chimique du laitier et la réactivité. Plusieurs formules sont développées, tel que le rapport de basicité (module de basicité) donné par

$$M_{o1} = \frac{CaO + MgO}{SiO_2} \quad M_{o2} = \frac{CaO}{SiO_2} \quad M_{o3} = \frac{CaO + MgO}{SiO_2 + AL_2O_3}$$

Le module de basicité du laitier présente le rapport entre la somme des oxydes basiques qu'il contient sur la somme des oxydes acides, la valeur idéale de l'indice, celle qui permettra d'obtenir le meilleur laitier s'établit (1,32 à 1,34). Lorsque M_{o3} inférieur à 1,3 a une température de fusion plus élevée ce qui entraîne évidemment une dépense plus élevée de combustible [15].

Suivant le module de basicité les laitiers peuvent être classés en 3 catégories :

- laitier basique dont $M_o > 1$.
- laitier acide dont $M_o < 1$.
- laitier neutre dont $M_o = 1$.

Le module d'activité exprime le rapport entre la quantité d'alumine et celle de la silice dans le laitier

$$M_a = \frac{AL_2O_3}{SiO_2}$$

Selon : Roque Joffre – seul l'indice :

$$= \frac{CaO + MgO + 1/3AL_2O_3}{SiO_2 + 2/3AL_2O_3}$$

Serait valable pour tous les âges de résistances les formules les plus utilisées sont :

En Allemagne (la formule de Keil) [16].

$$F = \frac{CaO + CaS + 1/2(MgO) + AL_2O_3}{SiO_2 + MnO}$$

Si $F < 1,5$: le laitier est médiocre.

Si $1,5 < F < 1,9$: le laitier est acceptable

Si $F > 1,9$: le laitier est excellent.

En France (la formule de C Langavant) [16].

$$i = 20 + \text{CaO} + \text{Al}_2\text{O}_3 + 1/2(\text{MgO}) - 2\text{SiO}_2$$

Si $12 < i < 15$, le laitier est médiocre.

Si $15 < i < 20$, le laitier est acceptable.

Si $i > 20$, le laitier est excellent

D'après [Gost 3476-74] L'hydraulicité des laitiers granulés du haut fourneau doit être estimée par le coefficient de qualité qui est défini comme étant le rapport entre les oxydes de calcium, d'aluminium et de magnésium et de bioxyde de silicium et de titane.

$$k = \frac{\text{CaO} + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{MgO}}{\text{SiO}_2 + \text{TiO}_2} \quad \text{cette formule est valable quand la teneur en MgO} < 10\%$$

$$k = \frac{\text{CaO} + \text{Al}_2\text{O}_3 + 10}{\text{SiO}_2 + \text{TiO}_2 + (\text{MgO} - 10)} \quad \text{si MgO} > 10\%$$

L'hydraulicité est élevée quand K est élevé [17]

II.9 Valorisation des laitiers de haut Fournaux

La valorisation des résidus en Génie Civil, permet de résoudre les problèmes qui se posent sur le plan écologique et la pollution de l'environnement. Elle offre une solution économique en évitant l'extraction de la matière première donc préservation des sites. L'activité économique, notamment la construction, a connu, en Algérie, ces dernières décennies, un développement exceptionnel. Cependant cette expansion connaît hélas d'énormes difficultés en termes de disponibilités de matériaux particulièrement les agrégats. La valorisation des déchets et sous-produits industriels dans le Génie Civil ne peut que donner des résultats encourageants aussi bien en termes d'économie, d'écologie, que de comportement. On peut définir un sous-produit comme étant un résidu obtenu au cours de la production d'un produit principal, par exemple, le laitier des hauts Fournaux est un sous-produit de la production de la fonte. Dans les pays industrialisés, les résidus valorisés dans le domaine du Génie Civil sont les suivants :

- Le laitier des hauts Fournaux, qui est utilisé en cimenterie, en construction routières, et comme granulats (sable et gravier).
- Les cendres volantes, qui sont des sous-produits des centrales thermiques ou bien des déchets de combustion du charbon, qui sont utilisées dans les cimenteries.
- Les sulfates résiduaire valorisés dans les constructions routières.

L'Algérie dispose d'une quantité énorme de déchets et sous-produits industriels. A titre d'exemple, on peut citer le laitier, les scories, et le phospho-gypse, dont la valorisation est loin d'être satisfaisante.

- L'utilisation des produits de laitier en Algérie est limitée à quelques rares applications malgré sa production progressant (500.000 tonnes/an). (Behim, 2003)

En cimenterie, il entre comme un ajout secondaire ne dépassant pas 20 % (cette substitution est faite seulement dans quelques cimenteries). (Nacéri, 2005)

Domaines	Modalités de valorisation	Auteurs
Travaux routiers	Utilisation dans la réalisation de la liaison autoroutière Annaba – berrahal, où la couche de fondation été réalisée par une grave laitier tout laitier	(Mezghiche, 1989)
Briques silico calcaires	Matière première	(Arabi, 1996)
Béton cellulaire autoclave	Granulats	(Béroutta, 2003)
Ciment	Addition	(Mezghiche, 1989)

CHAPITRE III

Matériels et méthodes expérimentales

III .Introduction

Ce chapitre présente la matière premières, Laitier de Haute Fournaux d'une structure cristalline amorphe et les solutions alcalines nécessaires aux travaux menés au cours de cette étude ainsi que les méthodes utilisées pour l'élaboration des matériaux, et présente aussi les modes de conservations et des essais mécaniques.

III.1 Matériaux utilisés

Cette partie est consacrée au Matériau utilisé pour l'élaboration de la pâte géopolymère, a savoir, un laitier de haut fourneau de l'usine sidérurgique d'El-Hadjar d'Annaba et à la solution d'activation (solution alcaline) synthétisée à partir d'hydroxyde de sodium (NaOH) avec différentes concentrations de 7 et 9 M et silicate de sodium Na_2SiO_3 6 M.

III.2 Préparation et traitement mécanique de la matière première :

III.2.1.Broyage dans un broyeur à bille

Le laitier est broyé pendant 2 heures dans un broyeur à bille (Figure III.1). Après le temps de broyage, on retire notre matériau et on le met dans l'étuve pour éliminer l'humidité absorbée. Après l'étuvage pendant 24 h pour éliminer la matière organique, il devient prêt pour le tamisage.



Figure III. 1 : broyeur à bille

III.2.2. Tamisage

Après le broyage, la matière première doit être tamisée pour obtenir une poudre de laitier fin. Le tamisage est le passage d'un produit solide ou d'une suspension à travers un tamis, (figure III.2). Pour réaliser la séparation et éventuellement l'analyse granulométrique de certains éléments, cette opération faite à l'aide d'un tamis normalisé inférieur ou égal a 100 micromètres.

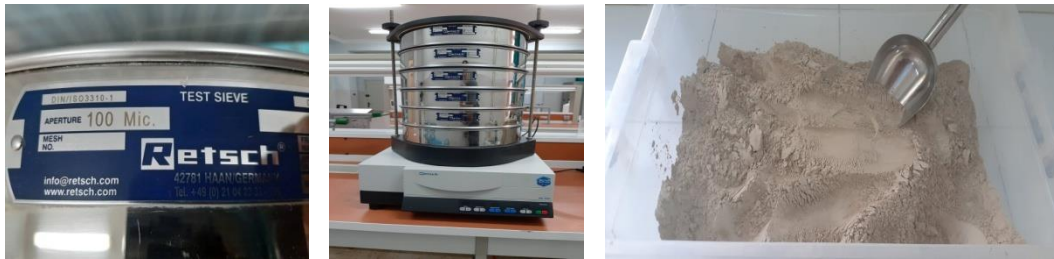


Figure III. 2: tamis 100 Mic et le laitier tamisé

III.3 . Caractérisation de la poudre de laitier

Analyse granulométrique par laser L’analyse granulométrique par laser de laitier de hauts fourneaux est donnée dans la Figure III.3.

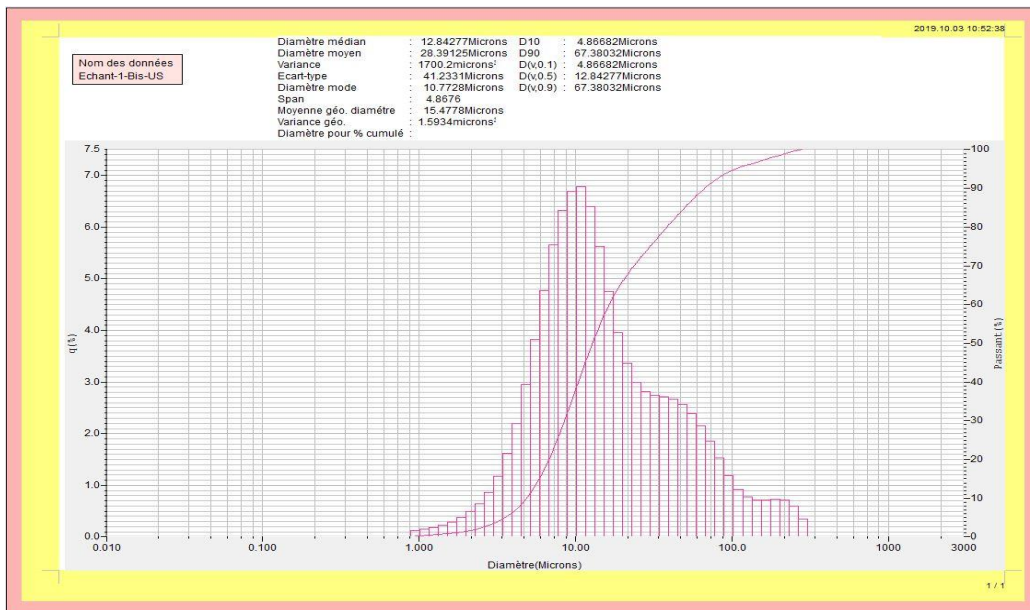


Figure III. 3 Analyse granulométrique par laser

III.3.1.. Caractérisation physique de la poudre de laitier

III.3.1.1. La masse volumique

La masse volumique réelle est définie comme le quotient de la masse sèche de l’échantillon par le volume occupé par la matière solide, y compris les vides contenus les grains (volume réel) selon la norme P18-554.

III.3.1.2. La masse volumique apparente :

La détermination de la masse volumique apparente peut se faire en utilisant un récipient standard (de volume connu). On procède comme suit :

La préparation de l’échantillon : Passer l’échantillon de laitier dans un tamis de 1 mm afin d’éliminer grumeaux et résidus accidentels de broyage.

- 1) Prendre un récipient et calculer son volume et le peser et noter sa masse
- 2) Verser lentement dans le récipient le laitier sec, par couches successives et sans tassement (utiliser l’entonnoir ou les mains). et laisser le laitier s’écouler ni vite ni lentement

- 3) Araser à la règle la partie du matériau dépassant les débords supérieurs du récipient
- 4) Peser le récipient rempli, noter sa masse M puis calculer la masse volumique. (Figure III.4).

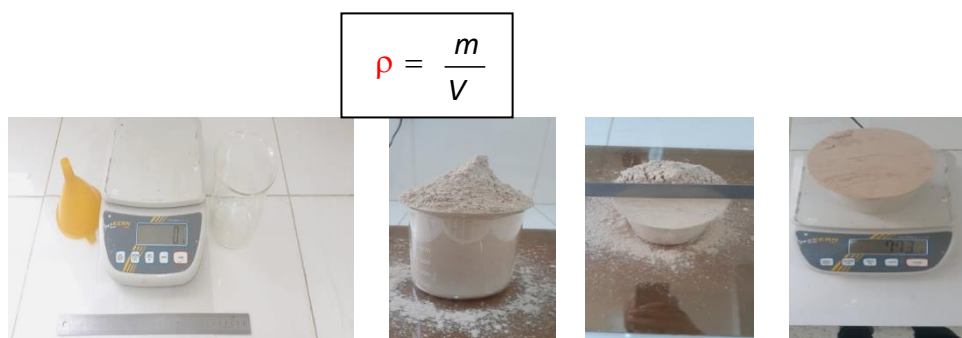


Figure III. 4 masse volumique apparente

III.3.1.3. La masse volumique absolue :

La détermination de la masse volumique absolue est réalisée à l'aide d'un pycnomètre à partir de deux mesures (Voir Figure III.5) .

D'abord, mettre une prise d'essai représentatif (environ 100g) dans l'étuve à 100 ±50C pour éliminer l'humidité de l'échantillon, après 24h, on pèse notre échantillon on trois fois jusqu'à l'obtention une masse constante.

Remplir le voluménomètre avec le toluène à l'aide d'un entonnoir à long col jusqu'à ce atteindre la graduation 0.

Introduire à l'aide d'une spatule 60 g de laitier, en évitant de laisser le laitier se déposer sur les parois. Une fois la totalité du laitier introduite, bouché le voluménomètre et Incliner le voluménomètre à 45° par rapport au plan de travail et on roule le voluménomètre par un mouvement de va-et-vient pour chasser l'air.

Laisser reposer verticalement et noter enfin le niveau final V= 19,8 ml.

$$M = \frac{n}{V} = \frac{60}{19,8} = 3,030 \text{ g/cm}^3$$



Figure III. 5 masse volumique absolue

III.3.1.4. La finesse de mouture de Laitier

La surface spécifique du laitier est un facteur influençant sa réactivité plus la finesse du laitier est grande, plus la résistance à la compression augmente La surface spécifique d'un

liant se calcule en fonction du temps que met un volume d'air constant pour une pression déterminée et à température connue, à travers une couche de liant tassé dans des conditions définies. La détermination de la finesse de mouture du Laitier est réalisée selon la norme NF196-6

Matérielle et équipement nécessaire

- perméabilité de blaine (Voir Figure III.6)
- chronomètre.
- Balance analytique.
- Le matériau : dans notre cas : Laitier de Haute Fournaux

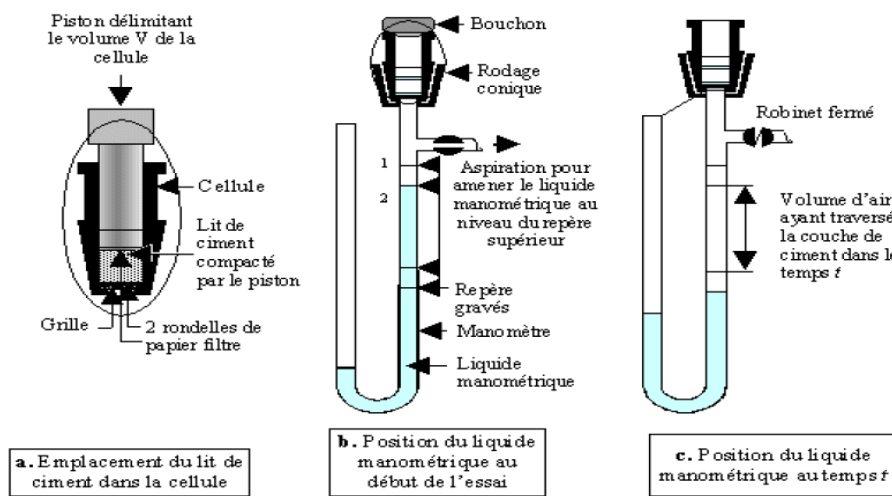


Figure III. 6 perméabilité de blaine SSB

Mode opératoire

- Peser un échantillon de la poudre de laitier dont la masse est calculée par la formule suivante :

$$M = M_s \cdot P \cdot V \cdot g$$

M_s : Masse spécifique de Laitier, g/cm^3 déjà calculé précédemment ;

$$M = \frac{n}{v} = \frac{60}{19,8} = 3,030 \text{ g/cm}^3$$

P : porosité du Laitier ($P = 0,5$) ;

V : Volume de la cellule du Perméabilimètre de Blaine ($V = 21,9 \text{ cm}^3$).

$$A.N : M = 2,739 \cdot 0,5 \cdot 1,8607 = 2,548g$$

- Mettre un petit filtre au fond de la cellule de l'appareil et verser la poudre de Laitier préalablement pesée sur le filtre et couvrir la matière à l'aide d'un autre filtre de même dimension;
- Bien tasser la matière dans la cellule par un piston, enlever le piston et installer la cellule dans l'appareil;
- Faire monter le liquide (Manometre) jusqu'au repère supérieur à l'aide de la prise aspirante;
- Fermer le robinet et mesurer le temps mis par le liquide l'aide d'un chronomètre pour descendre du repère M₂ au repère M₃ (figure III.7).



Figure III. 7 Balance analytique. perméabilité de blaine SSB. liquide (Manometre)

-Calculer la surface spécifique d'après la formule suivante :

$$SSB = \frac{K\sqrt{P^3}}{Ms(1 - p)\sqrt{n}}\sqrt{T}, \text{ cm}^2 / \text{g}$$

Où:

K: Constante de l'appareil;

P: Porosité de la poudre de laitier (P= 0,5);

Ms: Masse volumique de la poudre de laitier en (g/cm³);

∂: Viscosité de l'aire à la température de l'essai, en poise (d'après le tableau respectifs);

T: Temps mesuré, sec.

III.3.1.5. Débit et la fin de prise

Le début de prise est l'instant où l'aiguille cesse à s'enfoncer et s'arrêter à une distance de fond du moule comprise entre 1 et 5mn selon la norme française. NF P 16-473

La fin de la prise du la pate du (laitier) est l'instant où tous les cristaux sont formés et une pression exercé par l'aiguille de la surface de la pate ne fait apparaitre d'empreinte

Le but important de cet essai est de déterminer le début de prise et la fin de prise du LHF.

Matériels utilisés Appareil de Vicat (Figure III.8), balance technique, tasse en porcelaine, spatule métallique, couteau métallique, chronomètre, LHF, solution d'activation



Figure III. 8 Appareil de Vicat

Mode Opérateur:

1. Graisser la surface intérieure du moule tronconique.
2. Préparer dans une tasse quantité de NaOH 9M correspondant le rapporte S/L =0,30.
3. Verser la quantité de LHF plus la solution NaOH 9M dans le malaxeur à vitesse constante et mélanger pendant 30 sec.
4. Verser la pate de LHF dans le moule tronconique et araser sa surface par le couteau métallique; la durée de cette opération ne doit pas dépasser 30 sec.
5. Placer le moule sur l'appareil de Vicat et mettre l'aiguille au contact avec la surface de la pâte en la fixant avec la vis.
6. Libérer l'aiguille en la laissant s'enfoncer par son propre poids dans la pâte; remarquer la distance entre l'extrémité de l'aiguille et la surface de l'appareil de Vicat; répéter cette opération toutes les 30 sec en changeant chaque fois le lieu de chute de l'aiguille. (Figure III.9)
7. Déterminer les délais de prise d'après les conditions suivantes:
 - début de prise: c'est l'intervalle de temps qui s'écoule entre l'instant du gâchage et celui où l'aiguille ne pénètre plus jusqu'au fond du moule;
 - fin de prise: c'est l'intervalle qui sépare l'instant du gâchage et celui où l'aiguille ne pénètre plus dans la pâte.

Résultats :

Début de prise	4h10mn
Fin de prise	5h23mn

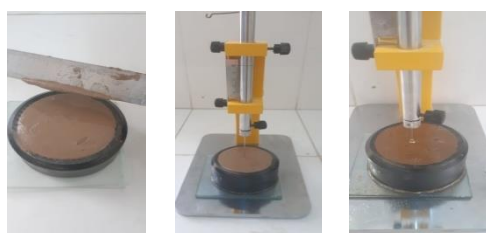


Figure III. 9 mesuré début et fin de prise

III.4 Activation alcaline de laitier par voie chimique

III.4.1. Le précurseur et les activants

Dans la partie expérimentale de notre travail plusieurs solutions alcalines sont utilisées pour l’activation du laitier de haut fourneau, deux solution de soude (NaOH) de concentration (7M et 8M) ainsi qu’une solution de silicate de sodium Na_2SiO_3 (6M), cela dans l’objectif d’étudier l’influence du type d’activant et le mode de conservation sur les propriétés physico-mécanique du matériau alcalino-active à base de laitier.

➤ La solution d’hydroxyde de sodium NaOH

Les deux solutions de soude de concentration 7M et 9M respectivement sont préparées à partir de la dissolution de la poude de NaOH (solide) dans l’eau distillée. Apres la détermination des masses de NaOH nécessaires on les fait dissoudre dans l’eau distillée tout eu les agitant avec les barreau aimantés. Une fois les solutions sont préparées ou les laisse 24 heures au repos avant leur utilisation. (Figure III.10)



Figure III. 10 préparation des deux solutions de NaOH

➤ La solution du silicate de sodium Na_2SiO_3

Dans cette étude Une solution alcaline de silicate de sodium Na_2SiO_3 est utilisée pour l’activation du laitier de haut fourneau Elle provient de laboratoire Adwan Chemicals Compagny spa : spécialiste des produits chimiques inorganiques et de la transformation des minéraux industriels avec Ses caractéristiques physicochimiques sont données dans le tableau III.1.

Tableau III. 1 : composition chimique et analyse physique de la solution de silicate de sodium (Na_2SiO_3).

Apparence	Odor
S.G at 20° C	1.514
Na_2O %	14.50
SiO_3 %	30.07
Na_2SiO_3 Ratie	2.07
% Concentration	44.57

Fe	< 40ppm
----	---------

III.5 Formulation des matériaux alcali-activés à base de LHF

III.5.1 Préparation du pâte géo-polymère à base de LHF

Notre étude a été menée pour élaboration de pâtes de ciments géo-polymère sur des éprouvettes 40 x 40 x 160 mm, elle consiste à mélanger chaque solution d'hydroxyde de sodium (7M et 9M) avec la poudre de Laitier de Haute Fournaux selon un rapport massique solution alcaline sur laitier (S/L) égal à 0,300 - 0,325 - 0,350 ces rapports fixés par des essais préliminaires aléatoires jusqu'à obtention d'une pate de ciment homogène. (Figure III.11)



Figure III. 11 essais préliminaires

D'autres pâtes de géopolymère sont obtenues en mélangeant solution alcaline de silicate de sodium Na_2SiO_3 (6M)) avec la poudre de Laitier de Haute Fournaux selon un rapport massique solution sur laitier (S/L) égal à 0,420 - 0,470 - 0,520 à l'aide d'un malaxeur de marque (Controlab) au niveaux de laboratoire universitaire de Bouira selon la normes NF EN 196-3 on a préparer des éprouvettes se qui suit:

- **Mode opératoire**

- Peser 1300 g de laitier pour remplir 03 éprouvettes de 40 x 40 x 160 mm ()
- Verse le volume nécessaire de la solution alcaline (Hydroxyde de sodium où sodium silicate) dans le récipient du malaxeur puis introduire peu à peu la poudre de laitier dans le récipient ; mettre en marche le malaxeur avec une vitesse l'ante ; la durée de cette opération doit être égale à 3min, puis arrêté le malaxeur et racler les parois de récipient pour ce la nous allons assurer l'homogénéité de la pâte.
- Reprendre le malaxage pondant 2min avec une vitesse rapide. (Figure III.12)



Figure III. 12 formulation du pate géo-polymère

Les éprouvettes doit être nettoyées, à l'aide d'une brosse métallique puis on les étale avec l'huile pour faciliter le démoulage, après le malaxage on verse le mélange dans des moules 40 x 40 x 160 mm Étaler la couche uniformément en utilisant la plus grande spatule et araser l'aide une règle la partie du pate dépassant les débords supérieurs de moule on les vibre à l'aide d'une table vibrant de marque (Controlab) pendant 30 seconde. . (Figure III.13)



Figure III. 13 coulage et vibration des éprouvettes

Le démoulage se fait 24 heures après le coulage. Numérotation et organisation des éprouvettes et pour avoir le phénomène de retrait et perte de masse Peser et mesurer les dimensionnement Figure III.14.



Figure III. 14 mesurer les dimensionnement

III.5.2 Modes de conservation

Les éprouvettes doivent rester dans le moule 24h et protégées contre les chocs, les vibrations et les dessiccations pendant le durcissement.

Après démoulage, les éprouvettes doivent être conservées jusqu'au moment des essais mécaniques, dans cette étude, les éprouvettes sont conservées dans deux milieux différents à savoir :

- ✚ A l'air libre dans le laboratoire universitaire de bouira à une température de 20-30 C°.
- ✚ Dans une étuve à une température de 60 C° . (Figure III.15)



Figure III. 15 Milieux de conservation des éprouvettes.

Remarque:

Après la démoulage des éprouvettes réalisé par solution alcaline de silicate de sodium Na_2SiO_3 (6M)) avec la poudre de Laitier de Haute Fournaux selon un rapport massique solution sur laitier (S/L) égal à 0,420 - 0,470 - 0,520 on a constaté que ce qui suit :

- Micro fissures des éprouvettes plus remarquables sur celle exposées a des températures de 60 (conservation dans l'étuve) (Figure III.16)
- Perte de masse
- Le phénomène de retrait



Figure III. 16 fissures des éprouvettes et phénomène de retrait.

III.6 Résistance à la compression

Parmi toutes les essais mécanique, l'essai de compression c'est un essai destructif le plus utilisé dans le demain de génie civil, parce qu'il donne généralement une image globale de la qualité de béton.

Objectif de l'essai a pour but de connaitre la contrainte maximale de compression (la résistance a la compression) du béton

Les éprouvettes étudiées sont soumises à une charge croisent jusqu'à la rupture ; la resistance a la compression est le rapport entre la charge de rupture et la section transversale de l'éprouvette

L'essai consiste à placer l'éprouvette sur le plateau d'une presse électro-hydraulique de marque CYBER-TRONIC **Figure III.17** cette presse composée de deux plateaux l'un fixe et l'autre mobile de dimension appropriées à des éprouvettes testée set répondant aux prescription des normes NF P 18-411 et NF P 18-412. Pour la suite, elle est soumise à une charge continue et progressive à la vitesse moyenne de 0.5 Mps/s jusqu'à l'écrasement.



Figure III. 17 presse électro-hydraulique de marque CYBER-TRONIC

Chapitre IV

Résultats et discussion

IV.1 Résultats et discussion

Dans cette partie, nous présentons les résultats des essais physico-mécaniques des matières utilisées dans notre travail, ainsi que les résultats des essais physiques tels que l'évolution des masses volumiques en fonction de l'âge des différentes variantes étudiées, qui seront comparée aux résultats obtenus lors des essais sur les coulis de ciment (ciment et eau), aussi nous allons présenter les différents résultats des essais mécaniques, à savoir ceux des résistances en flexion et en compression des différentes variantes étudiées en fonction de l'âge, puis une interprétation avec discussion sera présentée.

➤ Résultats des essais physico-mécaniques variantes Na₂SiO₃ à 60 C°

Le tableau IV.1 suivant présente les résultats moyens obtenus lors des essais physico-mécaniques de la variante activée avec la solution Na₂SiO₃ conservée à 60 C°.

S/L	Âge	Masses volumiques	Flexion	Compression
0.52	7 J	2130.21	1,58	56,76
	14J	2149.74	1,60	54,60
	28J	2144.53	1,06	60,43
0.47	7 J	2046.88	1,66	58,77
	14J	1835.94	///	57,08
	28J	1927.08	///	64,68
0.42	7 J	1996.09	1,82	66,30
	14J	2032.55	////	80,01
	28J	2019.53	0,94	85,67

Tableau IV 1 : Résultats des essais physicomécaniques (variantes Na₂SiO₃à 60 C°).

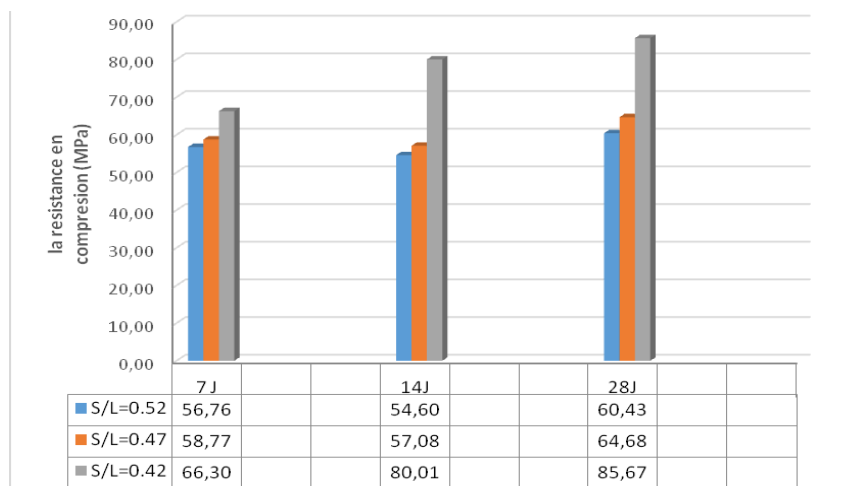


Figure IV. 1 : Résultats moyens des résistances en compression en fonction de l'âge.

Les histogrammes de la figure IV.1 suivante illustre les résultats moyens obtenus lors des essais physico-mécaniques de la variante activée avec la solution Na₂SiO₃ conservée à 60 C°.

Remarques :

- Les résistances en compression augmentent en fonction des âges (7, 14 et 28 jours).
- Le rapport (S/L) affecte les résistances en compression, on note une relation inversement proportionnelle.

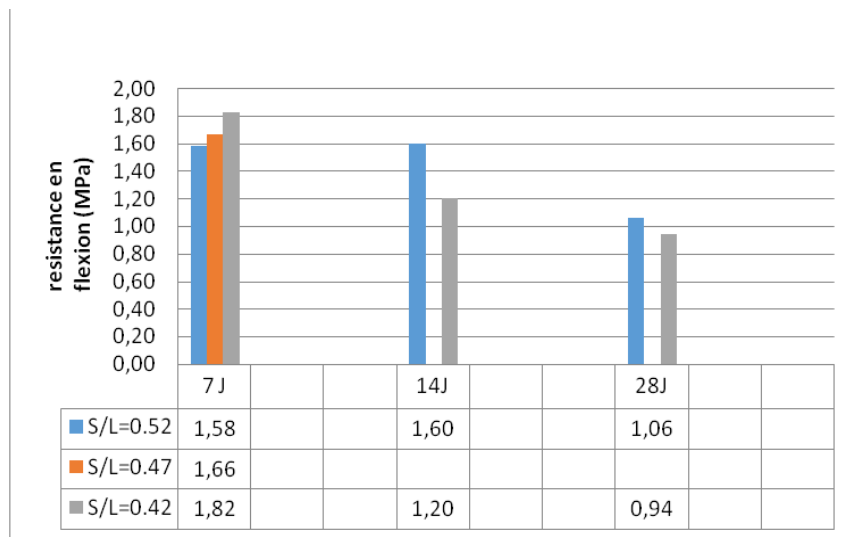


Figure IV. 2 : Résultats moyens des résistances en flexion en fonction de l'âge.

Les histogrammes de la figure IV.2suivanteillustre les résultats moyens des résistances en flexion en fonction de l'âge (7, 14 et 28 jours) de la variante activée avec la solution Na₂sio₃ conservée à 60 C°.

Remarques :

- Diminution des résistances en flexion en fonction de l'augmentation du rapport S/L.
- Les résistances en flexion sont faibles.
- Diminution des résistances en flexion en fonction de l'âge.

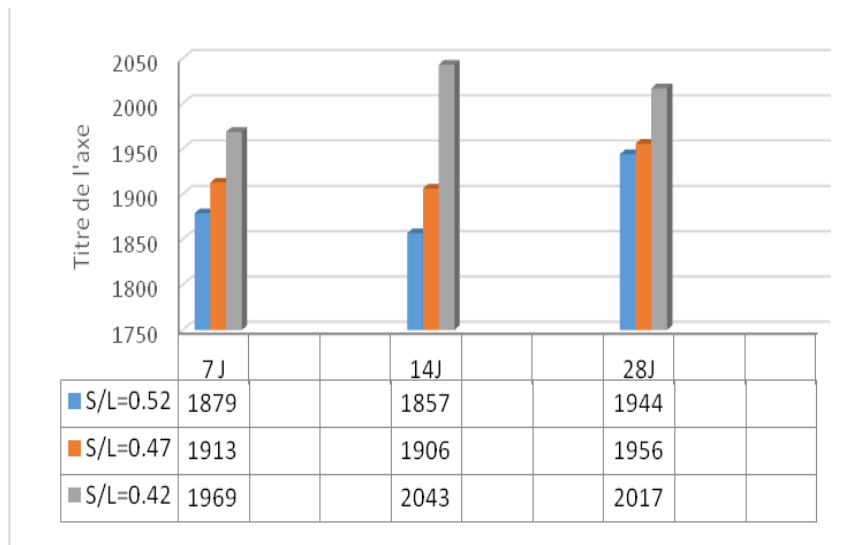


Figure IV. 3 : Les résultats moyens des masses volumiques en fonction de l'âge.

Les histogrammes de la figure IV.3 suivante illustre les résultats moyens des masses volumiques en fonction de l'âge (7, 14 et 28 jours) de la variante activée avec la solution Na_2SiO_3 conservée à 60 C°.

Remarques :

- Augmentation des masses volumiques en fonction de la diminution du rapport S/L.
- Augmentation des masses volumiques en fonction de l'âge.
- Un effet aléatoire sur les résultats des masses volumiques en fonction de l'âge dans les mêmes concentrations.

➤ **Résultats des essais physico-mécaniques variantes Na_2SiO_3 à air libre**

Le tableau IV.2 suivant présente les résultats moyens obtenus lors des essais physico-mécaniques de la variante activée avec la solution Na_2SiO_3 à air libre

Tableau IV 2 : Résultats des essais physicomécaniques (variantes Na₂SiO₃ à air libre).

Moyenne				
S/L	Âge	Masses volumiques	Flexion	Compression
0.52	7 J	2130.21	1,90	68.15
	14J	2149.74	2.41	81.03
	28J	2144.53	2.47	105.28
0.47	7 J	2046.88	1.67	58,23
	14J	1835.94	1.83	65.22
	28J	1927.08	2.33	86.34
0.42	7 J	1996.09	1,14	62.33
	14J	2032.55	2.01	71.63
	28J	2019.53	2.37	91.74

Les histogrammes de la figure IV.4 suivante illustre les résultats moyens obtenus lors des essais physico-mécaniques de la variante activée avec la solution Na₂SiO₃ à air libre

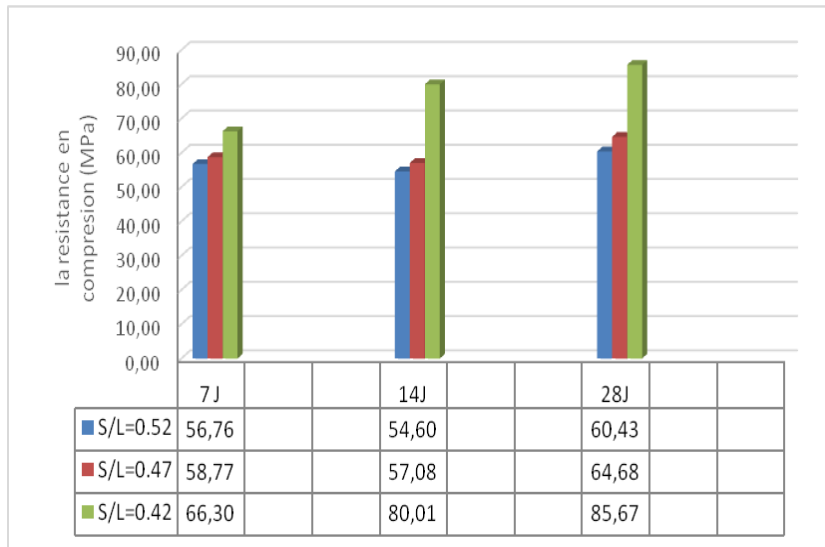


Figure IV. 4 : Evolution de la résistance en compression en fonction de l'âge.

Remarques :

- Augmentation des résistances mécaniques en compression en fonction de la diminution du rapport S/L.
- Augmentation des résistances mécaniques en compression en fonction de l'âge.

- Les histogrammes de la figure IV.5 suivante illustre les résultats moyens des résistances en flexion en fonction de l'âge (7, 14 et 28 jours) de la variante activée avec la solution Na_2SiO_3 conservée à air libre.

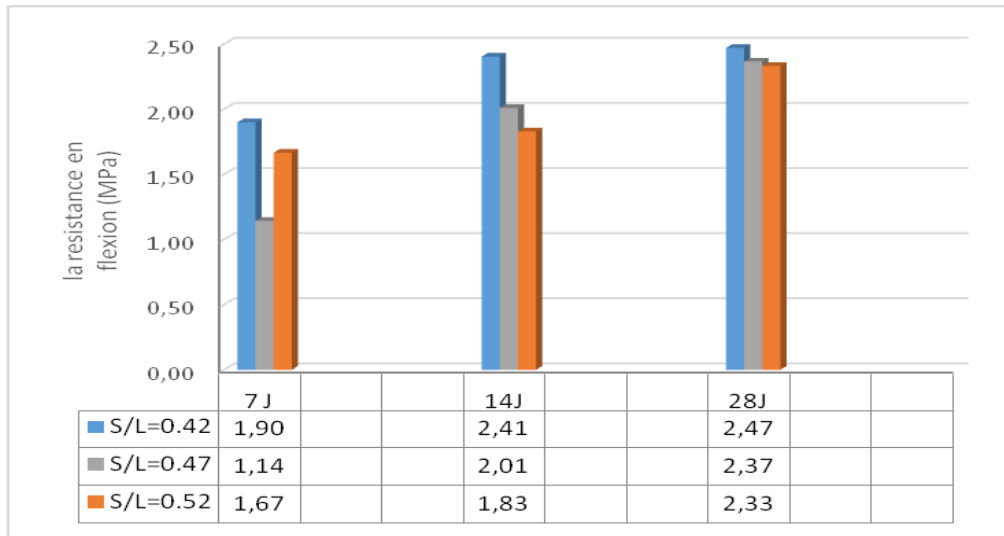


Figure IV. 5 : Evolution de la résistance en flexion en fonction de l'âge.

Remarques :

- Diminution des résistances en flexion en fonction de l'augmentation du rapport S/L.
- Les résistances en flexion sont faibles.
- Augmentation des résistances en flexion en fonction de l'âge.

Les histogrammes de la figure IV.6 suivante illustre les résultats moyens des masses volumiques en fonction de l'âge (7, 14 et 28 jours) de la variante activée avec la solution Na_2SiO_3 conservée à air libre

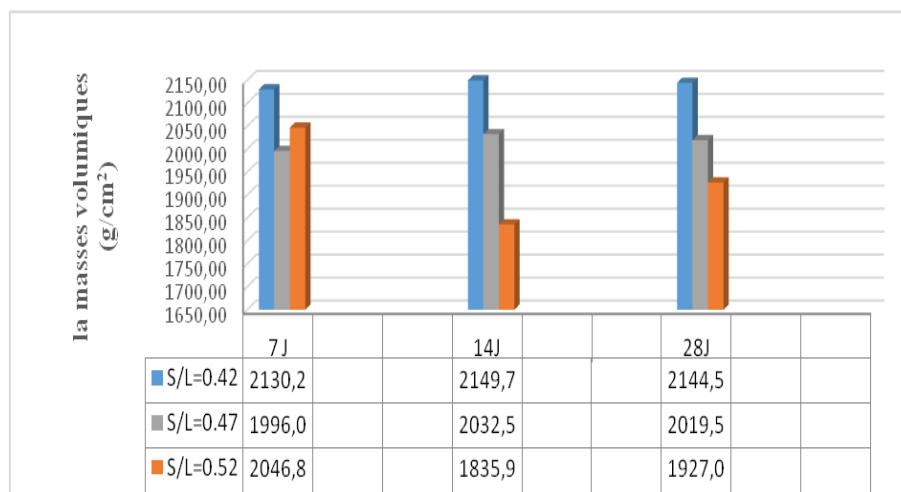


Figure IV. 6 : Evolution de la masse volumique en fonction de l'âge.

Remarques :

- Augmentation des masses volumiques en fonction de la diminution du rapport S/L.
 - Diminution des masses volumiques en fonction de l'âge.
 - Un effet aléatoire sur les résultats des masses volumiques en fonction de l'âge dans les mêmes concentrations
- Résultats des essais physico-mécaniques (variantes NaOH 9 mole)

Le tableau IV.3 suivant présente les résultats moyens obtenus lors des essais physico-mécaniques de la variante activée avec la solution NaOH 9 mole.

	Moyenne			
S/L	Âge	Masses volumiques	Flexion	Compression
0.30	7 J	2213.5	8.5	36.47
	14J	2190.1	14.30	47.99
	28J	2227.9	5.27	62.38
0.325	7 J	2194.0	8.96	30.44
	14J	2212.2.	14.33	42.13
	28J	2218.8	4.81	56.04
0.35	7 J	2138.00	8.07	26.00
	14J	2195.3	12.86	34.61
	28J	2170.6	6.33	47.82

Tableau IV 3 : Résultats des essais physicomécaniques (variantes à NaOH 9M).

Les histogrammes de la figure IV.7 suivante illustre les résultats moyens obtenus lors des essais physico-mécaniques de la variante activée avec la solution NaOH 9M

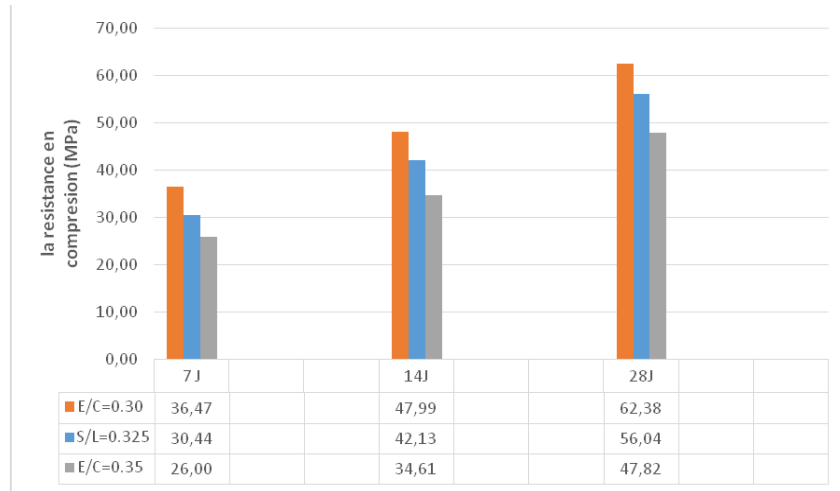


Figure IV. 7 : Evolution de la résistance en compression en fonction de l'âge.

Remarques :

- Les résistances en compression augmentent en fonction des âges (7, 14 et 28 jours).
- Augmentation des résistances mécaniques en compression en fonction de la diminution du rapport S/L.

Les histogrammes de la figure IV.8 suivante illustre les résultats moyens des résistances en flexion en fonction de l'âge de la variante activée avec la solution NaOH 9M

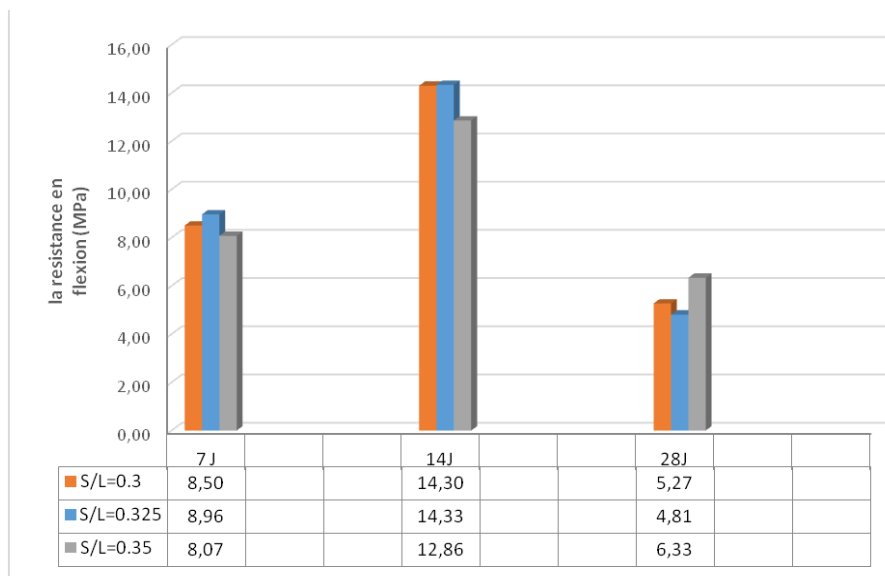


Figure IV. 8 : Résultats moyens des résistances en flexion en fonction de l'âge.

Remarques :

- Diminution des résistances en flexion en fonction de l'augmentation du rapport S/L.
- Les résistances en flexion sont faibles.
- Un effet aléatoire sur les résultats des résistances en flexion en fonction de l'âge dans les mêmes concentrations

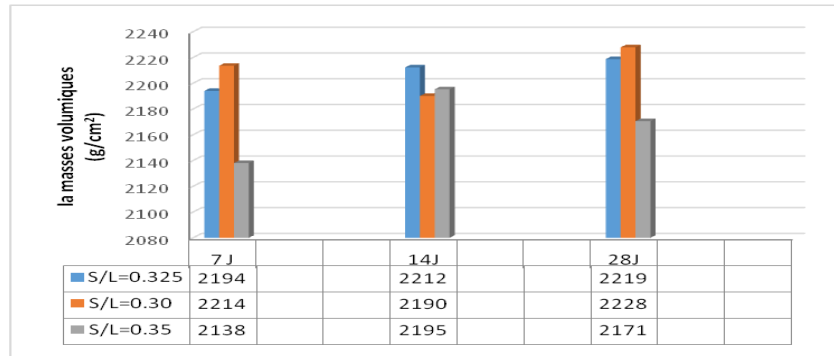


Figure IV. 9 : Les résultats moyens des masses volumiques en fonction de l'âge.

- Les histogrammes de la figure IV.9 suivante illustre les résultats moyens des masses volumiques en fonction de l'âge (7, 14 et 28 jours) de la variante activée avec la solution NaOH 9M.

Remarques :

- Augmentation des masses volumiques en fonction de la diminution du rapport S/L.
- Augmentation des masses volumiques en fonction de l'âge.
- Un effet aléatoire sur les résultats des masses volumiques en fonction de l'âge dans les mêmes concentrations

➤ **Résultats des essais physico-mécaniques (variantes NaOH 7 M)**

Tableau IV 4 suivant présente les résultats moyens obtenus lors des essais physico-mécaniques de la variante activée avec la solution NaOH 7M

Tableau IV.4 : Résultats des essais physicomécaniques (variantes à NaOH 7M)

Les histogrammes de la figure IV.10 suivante illustre les résultats moyens obtenus lors des essais physico-mécaniques de la variante activée avec la solution (NaOH 7M.)

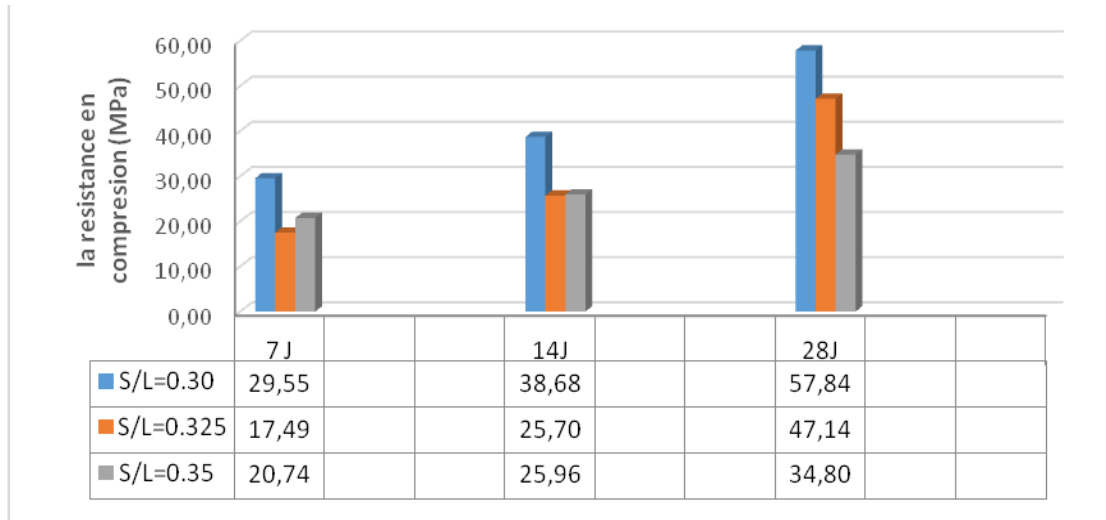


Figure IV. 10 : Résultats moyens des résistances en compression en fonction de l’âge.

Remarques :

- Les résistances en compression augmentent en fonction des âges (7, 14 et 28 jours).
- Le rapport (S/L) affecte les résistances en compression, on note une relation inversement proportionnelle.

Les histogrammes de la figure IV.11 suivante illustre les résultats moyens des résistances en flexion en fonction de l’âge de la variante activée avec la solution NaOH 7 M.

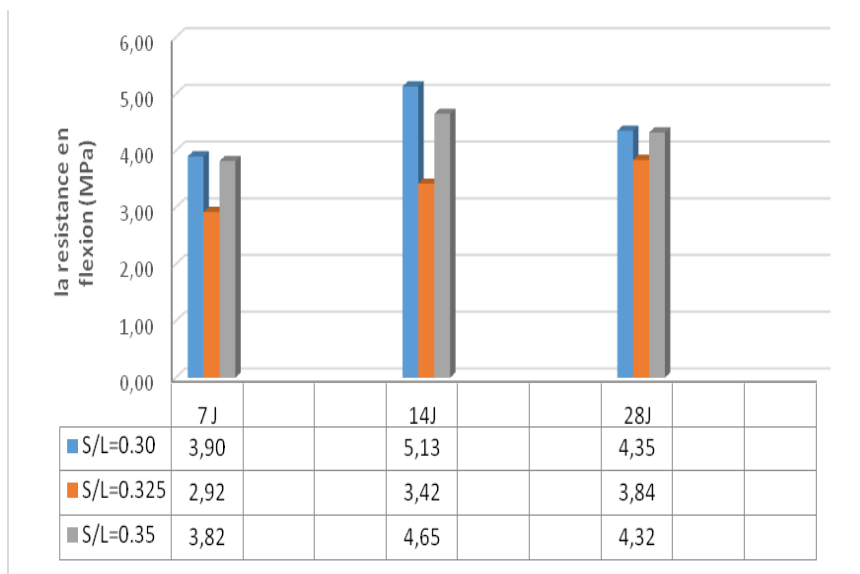


Figure IV. 11 : Résultats moyens des résistances en flexion en fonction de l'âge.

Remarques :

- Diminution des résistances en flexion en fonction de l'augmentation du rapport S/L.
- Les résistances en flexion sont faibles.
- Un effet aléatoire sur les résultats des résistances en flexion en fonction de l'âge dans les mêmes concentrations

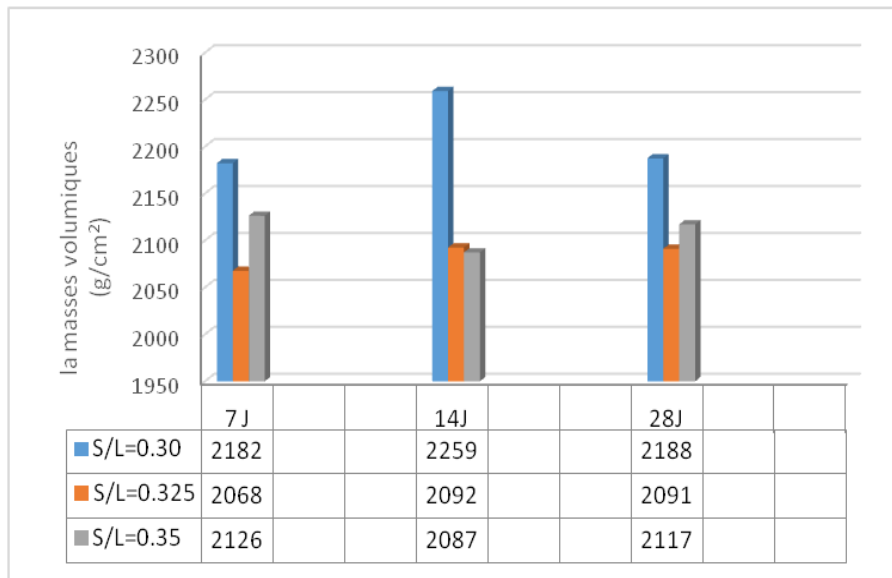


Figure IV. 12 : Les résultats moyens des masses volumiques en fonction de l'âge.

- Les histogrammes de la figure IV.12 suivante illustre les résultats moyens des masses volumiques en fonction de l'âge (7, 14 et 28 jours) de la variante activée avec la solution NaOH 7 M

Remarques :

- Augmentation des masses volumiques en fonction de la diminution du rapport S/L.
- Augmentation des masses volumiques en fonction de l'âge.
- Un effet aléatoire sur les résultats des masses volumiques en fonction de l'âge dans les mêmes concentrations.

➤ **Influence de la concentration**

Les histogrammes de la figure IV.13 suivante illustre les résultats moyens obtenus, de l'effet de la concentration de NaOH sur la résistance en compression (NaOH 7M. et 9M).

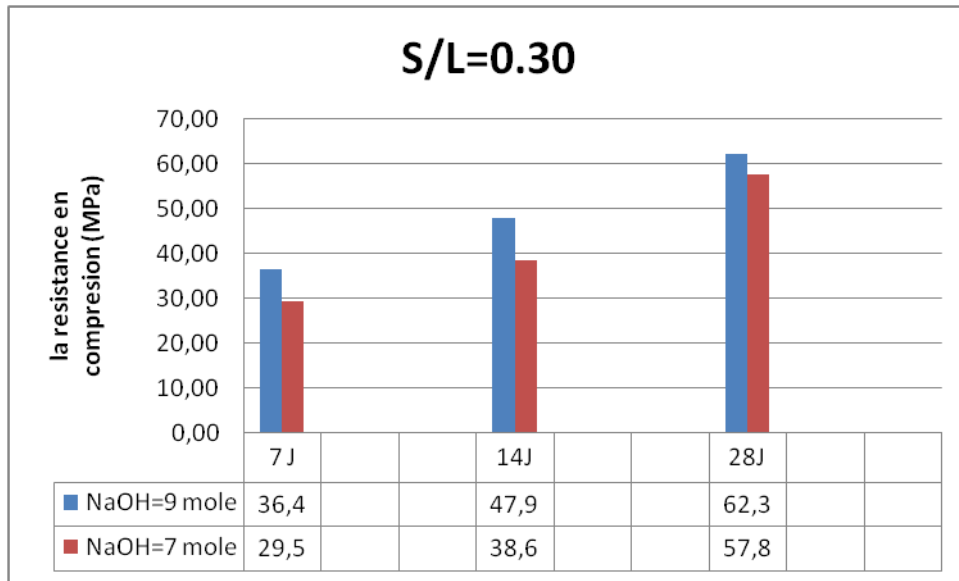


Figure IV. 13 : Effet de la concentration de NaOH sur la résistance en compression.

Remarques :

- Les résistances en compression augmentent en fonction de l'âge.
- Les résistances en compression de NaOH de 7M est supérieur par rapport aux résistances en compression de NaOH de 9M

➤ **Influence du mode de conservation des échantillons**

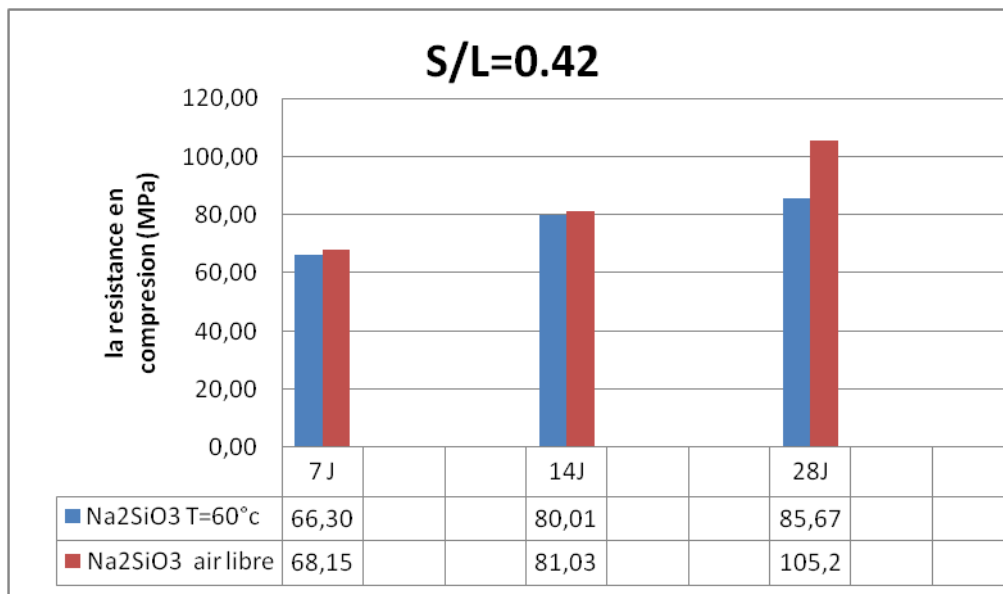


Figure IV. 14 : Effet des conditions de conservation sur les résistances à la compression.

Les histogrammes de la figure IV.14 suivante illustre les résultats moyens obtenus de l'effet des conditions de conservation sur les résistances à la compression

Remarques :

- Les résistances en compression augmentent en fonction de l'âge.
- Les résistances en compression des éprouvettes activées par le Na_2SiO_3 conservées à l'air libre sont supérieures à celles conservées à une température de 60C° .
- Na_2SiO_3 donne des performances mécaniques excellentes avec des valeurs très élevées.

IV.2 Discussion des résultats

Les masses volumiques obtenues des différentes variantes étudiées, évoluent en fonction du rapport (S/L), un paramètre qui détermine la structure des produits d'hydrates, plus la concentration est élevée plus les réactions sont importantes, ce qui donne une structure plus dense, estimer par les valeurs des masses volumiques.

Les résistances en compression obtenues des variantes activées par la solution Na_2SiO_3 sont jugées élevées (105,28 MPa) pour un rapport (S/L = 0.42), comparativement aux ciments, cela est expliquée par les réactions alcali-silice qui donne des produits résistants, cela est mentionnée dans les travaux de Puertaset all (2009) [19] .

Pour les résistances en flexion les résultats montrent des valeurs faibles, cela est dû à la caractéristique fragile en flexion des liants non renforcé d'une manière générale.

L'effet des conditions de conservation à savoir la température, elle accélère les réactions d'hydratation en donnant des résistances élevées à court terme, mais sans aucun effet à long terme, d'ailleurs des valeurs de résistances mécanique à long terme sont les mêmes à celles obtenues après conservation à l'air libre, cela est mentionné dans les travaux de Bakharev et all (1999) [20] .

Conclusion générale

Cette étude avait comme but essentiel : la formulation et les caractérisations physico-mécanique de matériaux alcali-activés à base de laitier de haut fourneau ainsi que l'influence des conditions de conservation sur les propriétés de ces matériaux. Les résultats obtenus ont permis de conclure ce qui suit :

- ✓ La solution de silicate de sodium donne de meilleur résultat à l'état frais et durci, une meilleure malléabilité et des résistances mécaniques notamment celle en compression.
- ✓ La solution de silicate de sodium a révélé des performances mécaniques élevées avec une valeur maximale de 105.28 MPa à 28 jours avec $S/L=0.42$ de Na_2SiO_3 .
- ✓ Le mode de conservation (à l'air libre et au milieu chaud $60\text{ }^{\circ}\text{C}$) a conservation des éprouvettes dans l'étuve à $60\text{ }^{\circ}\text{C}$, est préférable si les performances mécaniques aux jeunes âges sont désirées.
- ✓ Les paramètres influant sur le comportement mécanique de ces matériaux alcali-activés à base de laitier de haut fourneau sont :
 - Le type d'activant (silicate de sodium ou l'hydroxyde de sodium);
 - La concentration des ions alcalins dans la solution de NaOH ;
 - Le pourcentage silicate de sodium ;
 - Le mode de conservation ;
 - Le rapport S/L.

Perspectives et recommandations

À la lumière des résultats obtenus cette étude des recommandations et des perspectives sont dégagées à savoir :

- ✓ L'effet de l'humidité sur l'alcali activation ;
- ✓ La durabilité des liants géo-polymère dans les milieux agressifs ;

- ✓ Effet de la finesse des laitiers sur la vitesse d'activation ;
- ✓ Etude des mortiers et bétons à base de liants géo-polymères.

Annexe A Na₂SiO₃ a 60 C°

		M (0 Jour)	M (7 Jour)	M (14 Jour)	M (28 Jour)	M (0 J)	M (7 Jour)	M (14 Jour)	M (28 Jour)	M	07 jrs	14jrs	28jrs	07 jrs	14jrs	28jrs	date	Mv Intiale	Mv	flexion	compression	
Na ₂ siO ₃	E/C=0,52	ep D1	530	487			2070,3125	1902,34375			1,70	/	/	47,04	/	/	7 J	2055,99	1878,91	1,58	56,76	
		ep D2	516	473			2015,625	1847,65625			1,56	/	/	56,35	/	/						
		ep D3	533	483			2082,03125	1886,71875			1,47	/	/	57,16	/	/						
		ep D4	532		475		2078,125		1855,46875			/		/	/	51,02	/	14J	2085,94	1856,77	1,60	54,60
		ep D5	542		484		2117,1875		1890,625		/	1,60	/	/	58,78	/						
		ep D6	528		467		2062,5		1824,21875		/		/	/	54,00	/						
		ep D7	567			502	2214,84375			1960,9375		/	/	0,00	/	/	67,17	28J	2197,92	1944,01	1,06	60,43
		ep D8	565			500	2207,03125			1953,125	/	/	1,61	/	/	58,74						
		ep D9	556			491	2171,875			1917,96875	/	/	1,56	/	/	55,37						
	E/C=0,47	ep E1	520	477			2031,25	1863,28125			1,69	/	/	33,68	/	/	7 J	2082,03	1912,76	1,66	58,77	
		ep E2	534	494			2085,9375	1929,6875			1,63	/	/	55,15	/	/						
		ep E3	545	498			2128,90625	1945,3125			0,00	/	/	62,38	/	/						
		ep E4	541		483		2113,28125		1886,71875			/		1,50	/	71,59	14J	2134,11	1906,25	#DIV/0!	57,08	
		ep E5	552		492		2156,25		1921,875		/		1,75	/	/							
		ep E6	546		489		2132,8125		1910,15625		/		1,53	/	57,77							
		ep E7	571			513	2230,46875			2003,90625		/	/		/	55,59	28J	2184,9	1955,73	#DIV/0!	64,68	
		ep E8	567			507	2214,84375			1980,46875	/	1,57		/	59,57							
		ep E9	540			482	2109,375			1882,8125	/	/		/	56,09							
	E/C=0,42	ep F1	555	502			2167,96875	1960,9375			1,82	/	/	72,35	/	/	7 J	2173,18	1968,75	1,82	66,30	
		ep F2	560	509			2187,5	1988,28125			0,00	/	/	60,24	/	/						
		ep F3	554	501			2164,0625	1957,03125			/	/	0,00	/	60,98							
		ep F4	579		530		2261,71875		2070,3125			/		/	86,73	/	14J	2236,98	2042,97	1,20	80,01	
		ep F5	578		532		2257,8125		2078,125		0,00		/	/	61,75	/						
		ep F6	561		507		2191,40625		1980,46875		/		/	/	91,56	/						
		ep F7	588			530	2296,875			2070,3125		/	/	1,88	/	92,85	28J	2479,17	2016,93	0,94	85,67	
		ep F8	566			508	2210,9375			1984,375	/	/		/	83,77							
		ep F9	750			511	2929,6875			1996,09375	/	/	0,00	/	78,50							

Annexe Na₂SiO₃ air libre

LE 19/04/2021										FLEXION			COMPRESION			moyenne							
		M (0 Jour)	M (7 Jour)	M (14 Jour)	M (28 Jour)	M (0 J)	M (7 Jour)	M (14 Jour)	M (28 Jour)	M	07 jrs	14jrs	28jrs	07 jrs	14jrs	28jrs	date	Mv Intiale	Mv	flexion	compresion		
Na ₂ SiO ₃	E/C=0,42	ep A1	560	549			2187,5	2144,53125			1,90	/	/	45,90	/	/	7 J	2173,18	2130,21	1,90	68,15		
		ep A2	557	546			2175,78125	2132,8125			1,90	/	/	69,20	/	/							
		ep A3	552	541			2156,25	2113,28125			1,90	/	/	67,10	/	/							
		ep A4	575		559		2246,09375		2183,59375			/	2,60	/	/	86,64	/	14J	2210,94	2149,74	2,41	81,03	
		ep A5	561		546		2191,40625		2132,8125			/	2,21	/	/	78,16	/						
		ep A6	562		546		2195,3125		2132,8125			/	/	/	/	78,28	/						
		ep A7	567			551	2214,84375			2152,34375			/	/	2,49	/	/	107,25	28J	2208,33	2144,53	2,47	105,28
		ep A8	572			555	2234,375			2167,96875			/	/	2,74	/	/	110,76					
		ep A9	557			541	2175,78125			2113,28125			/	/	2,19	/	/	97,83					
	E/C=0,52	ep B1	541	528			2113,28125	2062,5			1,80	/	/	63,20	/	/	7 J	2097,66	2046,88	1,67	58,23		
		ep B2	543	530			2121,09375	2070,3125			1,60	/	/	58,12	/	/							
		ep B3	527	514			2058,59375	2007,8125			1,60	/	/	53,37	/	/							
		ep B4	492		474		1921,875		1851,5625			/	1,76	/	/	64,85	/	14J	1907,55	1835,94	1,83	65,22	
		ep B5	486		468		1898,4375		1828,125			/	2,00	/	/	62,45	/						
		ep B6	487		468		1902,34375		1828,125			/	1,73	/	/	68,36	/						
		ep B7	513			491	2003,90625			1917,96875			/	/	2,14	/	/	84,63	28J	2018,23	1927,08	2,33	86,34
		ep B8	525			498	2050,78125			1945,3125			/	/	2,32	/	/	92,02					
		ep B9	512			491	2000			1917,96875			/	/	2,54	/	/	82,37					
	E/C=0,47	ep C1	544	529			2125	2066,40625			1,53	/	/	70,37	/	/	7 J	2054,69	1996,09	1,14	62,33		
		ep C2	514	499			2007,8125	1949,21875			1,90	/	/	57,22	/	/							
		ep C3	520	505			2031,25	1972,65625			0,00	/	/	59,40	/	/							
		ep C4	535		519		2089,84375		2027,34375			/	1,94	/	/	70,39	/	14J	2093,75	2032,55	2,01	71,63	
		ep C5	529		513		2066,40625		2003,90625			/	1,91	/	/	69,94	/						
		ep C6	544		529		2125		2066,40625			/	2,18	/	/	74,55	/						
		ep C7	537			520	2097,65625			2031,25			/	/	2,30	/	/	89,59	28J	2085,94	2019,53	2,37	91,74
		ep C8	534			517	2085,9375			2019,53125			/	/	2,84	/	/	78,24					
		ep C9	531			514	2074,21875			2007,8125			/	/	1,96	/	/	93,88					

Annexe NaOH de 7 Mole

LE 21/04/2021 7M		M (0 Jour)	M (7 Jour)	M (14 Jour)	M (28 Jour)	M (0J)	M (7 Jour)	M (14 Jour)	M (28 Jour)	mv	07 jrs f	14jrs	28jrs	07 j comp	14j 1comp	28j comp	date	Mv Intiale	Mv	flexion	compresion	
NaOH (C2) = 07	E/C=0,30	ep J1	563	560			2199,21875	2187,5			4,24	/	/	30,14	/	/	7 J	2194,01	2182,29	3,90	29,55	
		ep J2	561	558			2191,40625	2179,6875			3,87	/	/	29,45	/	/						
		ep J3	561	558			2191,40625	2179,6875			3,59	/	/	29,05	/	/						
		ep J4	578		575		2257,8125		2246,09375			/	5,42	/	/	39,46	/	14J	2266,93	2259,11	5,14	38,68
		ep J5	578		575		2257,8125		2246,09375		/	4,85	/	/	37,52	/						
		ep J6	585		585		2285,15625		2285,15625		/	5,38	/	/	39,06	/						
		ep J7	569			564	2222,65625			2203,125		/	/	3,99	/	/	59,588	28J	2205,73	2187,5	4,35	57,84
		ep J8	564			559	2203,125			2183,59375	/	/	4,672	/	/	56,131						
		ep J9	561			557	2191,40625			2175,78125	/	/	4,402	/	/	57,806						
	E/C=0,325	ep H1	538	532			2101,5625	2078,125			/	/	/	18,02	/	/	7 J	2091,15	2067,71	2,92	17,49	
		ep H2	526	520			2054,6875	2031,25			2,95	/	/	17,22	/	/						
		ep H3	542	536			2117,1875	2093,75			2,89	/	/	17,22	/	/						
		ep H4	540		535		2109,375		2089,84375			/	3,29	/	/	24,41	/	14J	2114,58	2092,45	3,42	25,70
		ep H5	542		536		2117,1875		2093,75		/	3,77	/	/	26,07	/						
		ep H6	542		536		2117,1875		2093,75		/	3,2	/	/	26,61	/						
		ep H7	544			536	2125			2093,75		/	/	3,749	/	/	48,47	28J	2123,7	2091,15	3,84	47,14
		ep H8	543			535	2121,09375		2089,84375	/	/	4,033	/	/	44,459							
		ep H9	544			535	2125		2089,84375	/	/	3,735	/	/	48,5							
	E/C=0,35	ep i1	549	547			2144,53125	2136,71875			3,52	/	/	20,28	/	/	7 J	2134,11	2126,3	3,82	20,74	
		ep i2	539	538			2105,46875	2101,5625			4,85	/	/	20,41	/	/						
		ep i3	551	548			2152,34375	2140,625			3,09	/	/	21,54	/	/						
		ep i4	542		537		2117,1875		2097,65625			/	4,09	/	/	26,27	/	14J	2104,17	2087,24	4,65	25,96
		ep i5	535		530		2089,84375		2070,3125		/	4,53	/	/	23,48	/						
		ep i6	539		536		2105,46875		2093,75		/	5,34	/	/	28,13	/						
		ep i7	549			543	2144,53125			2121,09375		/	/	4,047	/	/	34,35	28J	2139,32	2117,19	4,32	34,80
		ep i8	541			536	2113,28125		2093,75	/	/	4,246	/	/	38,406							
		ep i9	553			547	2160,15625		2136,71875	/	/	4,672	/	/	31,638							

Annexe NaOH de 9 Mole

date de coulage 22/04/2021 9M		M (0 Jour)	M (7 Jour)	M (14 Jour)	M (28 Jour)	M (0 J)	M (7 Jour)	M (14 Jour)	M (28 Jour)	07 jrs f	14 jrs f	28 jrs f	07 jrs comp	14 jr comp	28 jr comp	date	Mv Intiale	Mv	flexion	compression	
NaOH (C2) = 09	E/C=0,325	ep K1	560	560			2187,5	2187,5		8,56	/	/	29,54	/	/	7 J	2194,01	2194,01	8,96	30,44	
		ep K2	562	562			2195,3125	2195,3125		9,24	/	/	30,86	/	/						
		ep K3	563	563			2199,21875	2199,21875		9,09	/	/	30,93	/	/						
		ep K4	561		561		2191,40625		2191,40625		/	14,51	/	/	41,12	/	14J	2212,24	2212,24	14,33	42,13
		ep K5	571		571		2230,46875		2230,46875		/	16,41	/	/	44,3	/					
		ep K6	567		567		2214,84375		2214,84375		/	12,08	/	/	40,96	/					
		ep K7	565			565	2207,03125			2207,03125	/	/	3,834	/	/	54,124	28J	2218,75	2218,75	4,81	56,04
		ep K8	570			570	2226,5625			2226,5625	/	/	5,51	/	/	54,51					
		ep K9	569			569	2222,65625			2222,65625	/	/	5,084	/	/	59,481					
	E/C=0,30	ep L1	569	569			2222,65625	2222,65625			8,97	/	/	37,41	/	/	7 J	2213,54	2213,54	8,50	36,47
		ep L2	564	564			2203,125	2203,125			7,49	/	/	35,44	/	/					
		ep L3	567	567			2214,84375	2214,84375			9,04	/	/	36,57	/	/					
		ep L4	561		561		2191,40625		2191,40625		/	14,78	/	/	48,42	/	14J	2190,1	2190,1	14,30	47,99
		ep L5	559		559		2183,59375		2183,59375		/	13,29	/	/	47,69	/					
		ep L6	562		562		2195,3125		2195,3125		/	14,82	/	/	47,87	/					
		ep L7	568			568	2218,75			2218,75	/	/	5,908	/	/	61,675	28J	2227,86	2227,86	5,27	62,38
		ep L8	573			573	2238,28125			2238,28125	/	/	4,757	/	/	64,017					
		ep L9	570			570	2226,5625			2226,5625	/	/	5,141	/	/	61,454					
	E/C=0,35	ep M1	551	551			2152,34375	2152,34375			7,79	/	/	27,42	/	/	7 J	2138,02	2138,02	8,07	26,00
		ep M2	545	545			2128,90625	2128,90625			7,52	/	/	26,02	/	/					
		ep M3	546	546			2132,8125	2132,8125			8,91	/	/	24,56	/	/					
		ep M4	558		558		2179,6875		2179,6875		/	13,1	/	/	34,48	/	14J	2195,31	2195,31	12,86	34,61
		ep M5	561		561		2191,40625		2191,40625		/	11,81	/	/	35,09	/					
		ep M6	567		567		2214,84375		2214,84375		/	13,66	/	/	34,25	/					
		ep M7	565			565	2207,03125			2207,03125	/	/	7,612	/	/	49,801	28J	2170,57	2170,57	6,33	47,82
		ep M8	550			550	2148,4375			2148,4375	/	/	7,172	/	/	47,554					
		ep M9	552			552	2156,25			2156,25	/	/	4,218	/	/	46,114					

- [1]. M .Harrat, « contribution à l'amélioration du procédé de fabrication de la céramique étude sur site : unité Maghreb céramique de Touggourt ». Mémoire magister de l'université de Kasdi Merbah de Ouargla, 31/01/2007.
- [2] thèse de doctorat en CHIMIE INORGANIQUE UNIVERSITE DE YAOUNDE I.2013 Par TCHAKOUTE KOUAMO Hervé« Elaboration et caractérisation de ciments géopolymères à base de scories volcaniques»
- [3] Duxson, Peter « The structure and thermal evolution of metakaolin geopolymers » thèse doctorat, University of Melbourne , 2006 .
- [4] S.Caillere, S.Henin, M.Rautueau «Minéralogie des argiles, classification et nomenclature». Masson, Paris, p 1-189, (1982)
- [5] M. Pentrak, J. Madejova, P. Komadel «Acid and alkali treatment of kaolins». Clay Minerals, vol. 44, p. 511-523, (2009).
- [6] Huynh Hieu Thao , IFSTTAR, Département Matériaux et Structures (MAST) / Laboratoire Formulation, Microstructure, Modélisation et Durabilité (FM2D) , 2ème Séminaire Français sur les Géo polymères , 21-22 nov 2013
- [7] Elodie Prudhomme « Rôles du cation alcalin et des renforts minéraux et végétaux sur les mécanismes de formation de géopolymères poreux ou denses » thèse doctorat , Limoges , 20 septembre 2011
- [8] Mémoire de MASTER en Génie Civil Université Mohamed Boudiaf - M'sila par NOUI Safwan « L'influence des granulats artificiels « laitier » sur la résistance mécanique du béton»
- [9]ALEXANDRE, J. SEBILEAU, J.L, CTPL 1988. Le laitier de haut-fourneau: élaboration, traitements, propriétés, emplois. C.T.P.L. (Ed), Paris, France, 340 pages
- [10] : NOUIDER .M « influence e d'eau de gâchage sur la résistance mécanique d'un mortier à sable des dunes master hydraulique urbain université kasdi merbah Ourgla 2011
- [11] Mehta P. K., "Supplementary cementing materials for concrete", Ed. By V.Malhotra, Canada, 1, 1987
- [12]. ALEXANDRE L. et SEBILEAU J L., « Le laitier de haut fourneau », édité par le centre technique et de promotion des laitiers, 1988, 340 p

- [13] Document technique de la direction de la recherche appliquée (DRA) du complexe sidérurgique d'EL HADJAR, 1989.
- [14] Mehta P. K., "Supplementary cementing materials for concrete", Ed. By V.Malhotra, Canada, 1, 1987
- [15] Chang Z., Ai Qin W., Mingshu T., "The filling role of pozzolanic material", Cement and Concrete Research, Vol. 26, N°. 6, pp. 943-947, 1996.
- [16] Bijen J. Prof. Dr, " Blast furnace slag cement ", 1996.
- [17] Kobayashi K., Uno Y., "Influence of alkali on carbonation of concrete. 2. Influence of alkali in cement on rate of carbonatio of concrete", Cem. Concr. Res., 20, 4, PP. 619-622, 1990
- [18] [Divet et al, 2006].
- [19] F. Puertas, M. Palacios, A. Gil-Maroto, and T. Vázquez, "Alkali-aggregate behaviour of alkaliactivated slag mortars: Effect of aggregate type," *Cement & Concrete Composites*, no. 31,pp.277-284, 2009.
- [20] T. Bakharev, J.G. Sanjayan, Y.-B. Cheng, Alkali activation of Australian slag cements, Cem. Concr. Res. 29 (1999) 113–120, doi:[http://dx.doi.org/10.1016/S0008-8846\(98\)00170-7](http://dx.doi.org/10.1016/S0008-8846(98)00170-7)
- [21] (Davidovits, 1991).