



INSTITUT INTERNATIONAL D'INGÉNIERIE DE L'EAU ET DE L'ENVIRONNEMENT

T H E S E

Pour obtenir le grade de

**DOCTEUR EN SCIENCE ET TECHNOLOGIE DE L'EAU, DE L'ENERGIE ET DE
L'ENVIRONNEMENT**

Spécialité : Matériaux

Présentée et soutenue publiquement

Par

Seick Omar SORE

Le 14 juillet 2017

Réf : 2iE/2017-07

Titre :

**Synthèse et caractérisation des liants géopolymères à base des matériaux locaux du Burkina
Faso en vue d'une stabilisation des Briques en Terre Comprimées (BTC)**

JURY

M. William AGBODJAN , Professeur Titulaire, INSA de Rennes, France	Président
M. Guillaume HABERT , Professeur Titulaire, EPF Zürich, Suisse	Rapporteur
M. Younoussa MILLOGO , Maître de Conférences CAMES, Université de Bobo, Burkina Faso	Rapporteur
Mme Elodie PRUD'HOMME , Maître de Conférences CNU, INSA Lyon, France	Examineur
M. Bétaboalé NAON , Maître de Conférences CAMES, Université de Bobo, Burkina Faso	Examineur
M. François TSOBNANG , Professeur, 2iE, Burkina Faso	Directeur de Thèse
M. Gilles ESCADEILLAS , Professeur Titulaire, UPS - INSA Toulouse, France	Co-Directeur de Thèse

Laboratoire Eco-Matériaux de Construction (LEMC), 2iE

REMERCIEMENTS

Le présent travail, effectué au sein du Laboratoire Eco-Matériaux de Construction (LEMC) de l'Institut International d'Ingénierie de l'Eau et de l'Environnement (2iE) à Ouagadougou (Burkina Faso), a bénéficié des financements de la Direction du Développement et de la Coopération (DDC) suisse et de la région Rhône Alpes (Accueil Doc). Ces financements ont permis d'assurer des mobilités de recherche au Laboratoire Matériaux et Durabilités des Constructions (LMDC) de l'INSA Toulouse et au laboratoire MATériaux : Ingénierie et Science (MATEIS) de l'INSA Lyon. Je présente mes sincères remerciements à toutes ces institutions.

Il est incontestable que ce manuscrit n'aurait pu voir le jour sans le soutien et l'accompagnement de nombreuses personnes à qui j'exprime mes vifs remerciements :

Mes premiers remerciements s'adressent au Responsable du LEMC, Dr Adamah MESSAN. Je souhaite lui exprimer ma profonde gratitude. Merci de m'avoir accueilli au sein du laboratoire et de m'avoir encadré tout le long de cette thèse. Ta confiance, ton soutien multiforme, ta patience et ton humanité m'ont apporté une autonomie de travail très appréciable. Merci pour l'esprit d'équipe qui m'a permis d'aller si loin. Tu n'as jamais compté les heures passées sur mes différents résultats. Merci pour tout ce que tu m'as appris durant ces quatre ans, tant professionnellement qu'humainement.

Je remercie vivement et respectivement M. François TSOBNANG, Professeur Titulaire à 2iE, M. Gilles ESCADEILLAS, Professeur des Universités à l'INSA de Toulouse, et Mme Elodie PRUD'HOMME, Maître de Conférences à l'INSA de Lyon. Veuillez trouver ici l'expression de ma profonde reconnaissance pour avoir accepté de diriger et encadrer mes travaux de thèse. Grand merci pour la confiance, l'écoute et l'aide que vous m'avez apportées depuis l'attribution de la thèse jusqu'à cette dernière version du manuscrit. Merci pour votre temps et vos énergies dépensés.

Je souhaite également que M. William PRINCE AGBODJAN, Professeur des Universités à l'INSA Rennes, trouve ici l'expression de mes chaleureux remerciements pour m'avoir fait l'honneur de présider mon jury de thèse.

J'adresse également ma profonde gratitude à M. Guillaume HABERT, Professeur des Universités à EPF Zürich, à M. Younoussa MILLOGO, Maître de Conférences à l'UPB et à M. Bétaboalé NAON, Maître de Conférences à l'UPB, qui ont bien voulu évaluer et juger ce travail en tant que rapporteurs et examinateur du jury.

Je remercie très sincèrement Professeur Jean Paul FORTUNE pour sa disponibilité, ses conseils scientifiques pendant mon séjour au LMDC.

Je souhaiterais remercier tout le personnel que j'ai pu côtoyer au sein des trois laboratoires d'accueil (LEMC, LMDC et MATEIS) et qui ont participé au bon déroulement de cette thèse. Un grand merci à Salifou KABORE, Vanessa MAZARS, Maud SCHIETTEKATTE, Guillaume LAMBARE, Christian OLAGNON et Valérie LEBEY.

Je ne peux pas oublier de remercier tous mes collègues doctorants du LEMC, particulièrement à Yasmine Binta TRAORE, Décroly DJOUBISSIE DENOUWE, Edem BAITE et Nafissatou SAVADOGO, pour avoir su faire régner cette bonne humeur au sein du laboratoire et du bureau.

Plus personnellement, je tiens à remercier chaleureusement mes amis de longue date et ceux rencontrés plus récemment à Toulouse et à Lyon, avec cette question récurrente, «Quand est-ce que tu la soutiens cette thèse? », m'ont permis de ne jamais dévier de mon objectif final et aussi pour avoir été là pour moi.

Merci à celle que j'ai surnommé (et qui s'est proposée) «correctrice des fautes d'orthographe de cette thèse !» pour sa présence et ses encouragements. Elle se reconnaîtra entre ces lignes.

Enfin, je ne saurais trouver les mots pour dire merci et exprimer à quel point je suis reconnaissant du soutien inconditionnel de ma famille. Un immense merci à vous tous, et particulièrement à ma mère, pour le soutien affectif et moral dont j'avais besoin. Mes derniers mots et mes pensées vont à Imane Jerielle, pour ces deux années passées à mes côtés, et pour toutes celles qui suivront, merci.

RESUME

RESUME

Le principal objectif de cette thèse est d'évaluer la possibilité de stabiliser les briques de terre comprimées (BTC) par un liant géopolymère à base de matériaux disponible localement au Burkina Faso.

La première partie de cette thèse a été dédiée à la caractérisation physico-chimique et minéralogique de plusieurs argiles burkinabè et à l'étude de leur faisabilité pour la synthèse d'un liant géopolymère. Cette étude a permis d'identifier l'argile de Saaba comme étant le meilleur précurseur pour une activation alcaline.

L'influence du type d'activateur alcalin ainsi que celle de la température de cure sur les différentes propriétés du liant géopolymère à base d'argile de Saaba ont également été traitées dans la deuxième partie. Les résultats obtenus ont permis de conclure que la géopolymérisation du complexe aluminosilicate en utilisant l'hydroxyde de sodium est préférable à l'hydroxyde de potassium. La température de 60 °C a été identifiée comme la mieux adaptée pour favoriser la géopolymérisation et améliorer les propriétés du liant.

Enfin, la dernière partie de cette thèse a été consacrée au développement d'un procédé de stabilisation des BTC par un liant géopolymère. Les résultats de caractérisations des BTC géopolymérisées ont montré que leurs propriétés physiques sont différentes à celles des BTC stabilisées au ciment. En outre, les résistances mécaniques des BTC contenant 15-20 % de géopolymère sont équivalentes à celles des BTC stabilisées au ciment. Les propriétés thermiques quant à elles sont meilleures par rapport à celles des BTC stabilisées au ciment ; elles sont proches de celles des BTC sans aucun liant.

Mots clés : Géopolymère, BTC, Eco – matériaux et Génie Civil

ABSTRACT

The main objective of this thesis is to evaluate the possibility of stabilizing the Compressed Earth Bricks (CEBs) by a geopolymer binder based on materials available locally to Burkina Faso.

The first part of this thesis has been dedicated to the physico-chemical and mineralogical characterization of several Burkinabe clays and to the study of their feasibility for the synthesis of a geopolymer binder. This study identified Saaba clay as the best precursor for alkaline activation.

The influence of the type of alkaline activator as well as that of the curing temperature on the various properties of geopolymer binder based the Saaba's clay also were treated in the second part. The results obtained led to conclude that the geopolymerization of the aluminosilicate complex using sodium hydroxide was preferable to potassium hydroxide. The temperature of 60 °C was identified as the best adapted to promote geopolymerization and improve the properties of the binder.

Finally, the last part of this thesis was devoted to the development of a process for the stabilization of CEBs by a geopolymer binder. The results of characterization of geopolymerized CEBs showed that their physical properties are different from those of the cement-stabilized CEBs. Besides, mechanical strength of CEBs containing 15-20% geopolymer are equivalent to those of cement-stabilized CEBs. Thermal properties are better than those of cement-stabilized CEBs. They are close to those of CEBs without any binder.

Keywords: Geopolymer, CEB, Eco - materials and Civil Engineering

REMERCIEMENTS	0
RESUME	II
ABSTRACT	III
Liste des figures	VIII
Liste des tableaux	XIV
INTRODUCTION GENERALE	2
CHAPITRE I : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE	5
I. Introduction.....	6
II. Liants géopolymères	6
2.1. Généralités sur les géopolymères	6
2.2. Chimie des géopolymères	7
2.3. Matières premières pour l'élaboration des liants géopolymères	9
2.4. Formulation des géopolymères et paramètres d'influence.....	11
2.4. Quelques propriétés des liants géopolymères	14
2.5 Utilisation des géopolymères dans le domaine du Génie Civil.....	15
III. Briques de terre comprimées (BTC).....	16
3.1. Généralités sur les BTC.....	16
3.2. Critère de choix et matière première de base pour BTC	19
3.3. Stabilisation des briques de terre.....	22
3.4. Propriétés des briques en terres stabilisées au ciment.....	26
IV. Conclusion	31
CHAPITRE II : MATERIELS ET METHODES EXPERIMENTALES	33
I. Introduction.....	34
II. Techniques de caractérisation physico-chimiques.....	34
2.1 Composition chimique des matières premières.....	34
2.2 Granulométrie des matières premières par diffraction laser	34

2.3	Méthode BET de mesure de surface spécifique des matières premières	35
2.4	Détermination de masse volumique absolue des matières premières	35
2.5	Analyses thermiques	36
III.	Méthodes de caractérisations structurales et microstructurales	38
3.1	Diffraction des rayons X (DRX)	38
3.2	Spectroscopie Infrarouge par transformée de Fourier (IRTF)	39
3.3	Microscopie électronique à balayage (MEB).....	40
IV.	Détermination de quelques propriétés d'usage	41
4.1	Propriétés physiques.....	41
4.2	Propriétés mécaniques.....	44
4.3	Propriétés thermiques.....	47
V.	Techniques de caractérisation géotechnique de la matrice principale des BTC	52
5.1	Granulométrie.....	52
5.2	Plasticité de la matrice principale.....	52
5.3	Valeur de bleu de méthylène de la matrice principale des BTC	52
5.4	Détermination de la teneur en eau optimale de la matrice principale des BTC	52
VI	Conclusion	52
CHAPITRE III : ETUDE DE FAISABILITE DE SYNTHESE DE GEOPOLYMERES A BASE DE PLUSIEURS ARGILES CALCINEES DU BURKINA FASO		54
I.	Introduction.....	55
II.	Matières premières.....	55
2.1	Présentation des argiles utilisées	55
2.2	Caractérisations physico-chimiques des matières premières	57
2.3	Analyses thermiques des argiles non calcinées.....	60
2.4	Caractérisations minéralogiques des matières premières.....	63
III.	Réactivité des échantillons argileux en présence d'une solution alcaline	73

3.1 Comportement des argiles en milieu basique.....	73
3.2 Fabrication des éprouvettes et évaluation des résistances mécaniques.....	76
IV. Conclusion.....	78
CHAPITRE IV : SYNTHÈSE ET CARACTÉRISATION DES LIANTS GEOPOLYMERES A BASE DE NaOH ET DE KOH.....	80
I. Introduction.....	81
II. Synthèse des liants géopolymères.....	81
2.1 Matières premières.....	81
2.2 Protocole expérimental et nomenclature des différents échantillons synthétisés.....	84
III. Influence de la nature de l'activateur alcalin et de la cendre de balle de riz sur les propriétés des liants géopolymères.....	86
3.1 Caractérisations minéralogiques et analyses thermogravimétriques différentielles des liants géopolymères.....	87
3.2. Caractérisations physiques et mécaniques des liants géopolymères.....	92
3.3 Propriétés thermiques des liants géopolymères à base de NaOH et KOH.....	96
IV. Influence de la température de cure et de la teneur en cendre de balle de riz sur les propriétés des liants géopolymères.....	98
4.1 Synthèse et traitement thermique des échantillons géopolymères.....	98
4.2 Propriétés minéralogiques et microstructurales.....	99
4.3 Propriétés physiques et mécaniques des liants géopolymères.....	105
V. Conclusions.....	110
CHAPITRE V : BRIQUES DE TERRE COMPRIMÉES STABILISÉES AUX GEOPOLYMERES.....	112
I. Introduction.....	113
II. Protocole de synthèse des échantillons de BTC.....	113
2.1 Matériaux de base.....	113
2.2 Processus de stabilisation.....	116

III.	Caractérisations minéralogiques des BTC	119
3.1	Diffraction des rayons X	119
3.2	Spectrométrie infrarouge par transformée de Fourier	121
3.3	Analyses thermiques (ATG/DSC).....	122
IV.	Détermination des propriétés physiques des échantillons de BTC.....	124
4.1	Perte de masse, densité apparente, porosité à l'eau et tenue à l'eau	124
4.2	Coefficient d'absorption d'eau par capillarité et absorption d'eau par immersion..	126
V.	Détermination des propriétés mécaniques des BTC	127
VI.	Détermination des propriétés thermophysiques des BTC.....	130
VII.	Conclusion	132
	CONCLUSION GENERALE	134
	BIBLIOGRAPHIE	139
	ANNEXES	150

Liste des figures

Figure 1-1 : Terminologie de géopolymère proposée par Davidovits [12]..... 8

Figure 1-2 : Modèle de structure d'un géopolymère Na-polysialate proposé par Barbosa et al [26] 8

Figure 1-3 : Processus de géopolymérisation proposé par Duxson et al [28] 9

Figure 1-4 : Influence des rapports molaires des oxydes sur les résistances en compression des géopolymères [49]..... 12

Figure 1-5 : Micrographie d'un géopolymère à base de métakaolin montrant la structure poreuse du liant [47] 14

Figure 1-6 : Quelques applications de matériaux géopolymères dans le Génie Civil a) Bâtiment en géopolymère [63], b) Université de Queensland en béton de géopolymère, c) Structures préfabriquées en béton géopolymère [62] et d) Briques en géopolymère [23] 16

Figure 1-7 : Différents produits de blocs de terre comprimée [5]..... 17

Figure 1-8 : Utilisation des BTC et BLT au Burkina Faso [3]..... 18

Figure 1-9 : Fuseau granulaire les matériaux recommandés pour les BTC [64]..... 19

Figure 1-10 : Fuseau de plasticité des matériaux recommandés pour les BTC [64]..... 20

Figure 1-11 : Classification des matériaux selon leur nature [64] 20

Figure 1-12 : Répartition des carrières latéritiques au Burkina Faso selon BUMIGEB reprise par Lawane Gana [73] 22

Figure 1-13 : Effet de compactage sur les vides des sols [77] 23

Figure 1-14 : Diffractogrammes de terres stabilisées au ciment (c : 3 % et d : 8 % de ciment). K : Kaolinite ; I : Illite, Q : Quartz ; G : Goethite ; H : Hématite ; T : Tobermorite ; E : Ettringite ; P : Portlandite ; C : Calcite ; R: Rankine [79]..... 27

Figure 1-15 : Analyses thermiques de terres stabilisées au ciment (a : 0% ; b : 2 % ; c : 3 % ; d : 8 % de ciment). G : Goethite ; CH : Portlandite ; E : Ettringite ; T : Tobermorite [79] 27

Figure 1-16 : Spectres infrarouges de terres stabilisées au ciment (a : 0% ; b : 2 % ; c : 3 % ; d : 8 % de ciment). K : Kaolinite ; C : Calcite, Q : Quartz ; G : Goethite ; CSH : Silicate de calcium hydraté ; T : Tobermorite [79].....	27
Figure 1-17 : Influence du ciment sur la microstructure des blocs en terre a) bloc d'argile sans ciment b) bloc d'argile avec ciment hydraté c) bloc d'argile + sable + ciment hydraté et d) matrice argileuse renforcée par les hydrates de ciment [9].....	28
Figure 1-18 : Densité sèche (a) et capacité d'absorption d'eau (b) des BTC [4]	29
Figure 1-19 : Résistance à la compression des BTC selon la teneur en ciment [74]	30
Figure 1-20 : Résistance à la compression sèche et humide des BTC en fonction de la teneur en ciment [4]	30
Figure 1-21 : Variation de la conductivité thermique des BTC en fonction de la teneur en ciment pour différents teneurs en eau [74].....	31
Figure 2-1 : ICP-OES de type Perkin Elmer TM optima 7000 DV	34
Figure 2-2 : Pycnomètre à hélium pour la mesure de masse volumique absolue des échantillons	36
Figure 2-3 : ATG Netzsch QMS 403C et DSC Netzsch STA 449F3	38
Figure 2-4 : Schéma de la méthode de Bragg pour la diffraction de rayons X.....	38
Figure 2-5 : Spectroscopie infrarouge (type Perkin Elmer L125000P Frontier).....	40
Figure 2-6: MEB de type Jeol JSM-6700F (a) et de type Zeiss Supra 55VP (b).....	41
Figure 2-7 : Dispositif de détermination de la capillarité des échantillons de BTC	42
Figure 2-8 : Dispositif d'essai de compression des liants géopolymères	44
Figure 2-9 : Dispositif d'essai de compression sur les échantillons de BTC.....	45
Figure 2-10 : Dispositif d'essai de flexion trois points sur les échantillons de BTC.....	46
Figure 2-11 : Dispositif d'essai pour la détermination du module de Young sur les échantillons de BTC	47

Figure 2-12 : Mesure de la conductivité thermique des liants géopolymères par la méthode du fil chaud.....	48
Figure 2-13 : Variation de température en fonction du temps	50
Figure 2-14 : Mesure des propriétés thermiques des échantillons de BTC par DesProTherm	51
Figure 3-1: Localisation des sites de carrières argileuses utilisées	56
Figure 3-2 : Aspect des échantillons d'argiles brutes non calcinées et des argiles calcinées en fonction du site de prélèvement.....	57
Figure 3-3 : Distribution granulométrique en taille des particules des argiles calcinées a) Saaba, Sabcé et Kamboinsé ; b) Tougou, Selogo et kandarfa	59
Figure 3-4 : Analyses thermiques des échantillons de Saaba (A) et Kamboinsé (B).....	62
Figure 3-5 : Analyses thermiques des échantillons de Selogo (A) et Tougou (B).....	62
Figure 3-6 : Analyses thermiques des échantillons de Sabcé (A) et Kandarfa (B)	62
Figure 3-7 : Diffractogrammes des rayons X de l'argile brute et calcinée de Saaba	63
Figure 3-8 : Diffractogrammes des rayons X de l'argile brute et calcinée de Kamboinsé	64
Figure 3-9 : Diffractogrammes des rayons X de l'argile brute et calcinée de Sabcé	65
Figure 3-10 : Diffractogrammes des rayons X de l'argile brute et calcinée de Tougou	65
Figure 3-11 : Diffractogrammes des rayons X de l'argile brute et calcinée de Selogo	66
Figure 3-12 : Diffractogrammes des rayons X de l'argile brute et calcinée de Kandarfa.....	66
Figure 3-13 : IRTF de l'argile brute et calcinée de Saaba	70
Figure 3-14 : IRTF de l'argile brute et calcinée de Kamboinsé	71
Figure 3-15 : IRTF de l'argile brute et calcinée de Selogo.....	71
Figure 3-16 : IRTF de l'argile brute et calcinée de Tougou	71
Figure 3-17 : IRTF de l'argile brute et calcinée de Kandarfa.....	72
Figure 3-18 : IRTF de l'argile brute et calcinée de Sabcé	72
Figure 3-19 : Aspect des échantillons après leurs formulations.....	75

Figure 3-20 : Temps de prise en fonction du taux de métakaolinite et d'amorphe	76
Figure 3-21 : Préparation de la pâte (a) et fabrication des éprouvettes d'essai (b)	76
Figure 3-22 : Résistances mécaniques des six pâtes consolidées en fonction des paramètres minéralogiques	77
Figure 4-1 : Analyse granulométrique laser de la cendre de balle de riz	82
Figure 4-2 : Diffraction des rayons X de la cendre de balle de riz.....	83
Figure 4-3 : Spectre infrarouge de la cendre de balle de riz.....	83
Figure 4-4 : Pâte géopolymère	84
Figure 4-5 : Echantillons géopolymères avant (a) et après la cure thermique (b)	85
Figure 4-6 : DRX des géopolymères à base de NaOH (AN, BN et CN)	88
Figure 4-7 : DRX des géopolymères à base de KOH (AK, BK et CK)	88
Figure 4-8 : Spectres infrarouges des géopolymères à base de NaOH (AN, BN et CN)	90
Figure 4-9 : Spectres infrarouges des géopolymères à base de KOH (AK, BK et CK).....	90
Figure 4-10 : Analyses thermiques des géopolymères à base de NaOH.....	91
Figure 4-11 : Analyses thermiques des géopolymères à base de KOH	92
Figure 4-12 : Porosité accessible à l'eau des géopolymères (NaOH et KOH)	93
Figure 4-13 : Relation entre porosité et densité apparente des géopolymères	94
Figure 4-14 : Identifications des pores au moyen du MEB.....	94
Figure 4-15 : Résistance à la compression des géopolymères à base de NaOH et de KOH....	95
Figure 4-16 : Conductivité thermique des géopolymères à base de NaOH et de KOH.....	96
Figure 4-17 : Conductivité thermique en fonction de la porosité des liants géopolymères à base de NaOH et de KOH	97
Figure 4-18 : DRX des liants géopolymères en fonction de la température de cure.....	100
Figure 4-19 : Spectres infrarouges des liants géopolymères à 30 °C.....	102
Figure 4-20 : Spectres infrarouges des liants géopolymères à 60 °C.....	102

Figure 4-21 : Spectres infrarouges des liants géopolymères à 90 °C.....	102
Figure 4-22: Images MEB des liants géopolymères à 30 °C	104
Figure 4-23 : Images MEB des liants géopolymères à 60 °C	104
Figure 4-24 : Images MEB des liants géopolymères à 90 °C	105
Figure 4-25 : Perte de masse des échantillons géopolymères en fonction de la température de cure	106
Figure 4-26 : Densité apparente des liants géopolymères en fonction de la température de cure	107
Figure 4-27 : Densité apparente des liants géopolymères en fonction de leur porosité accessible à l'eau.....	107
Figure 4-28 : Résistance en compression des liants géopolymères en fonction de la température de cure	109
Figure 4-29 : Résistance en compression en fonction du rapport molaire $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	109
Figure 5-1 : Analyse granulométrique laser du ciment Portland utilisé.....	114
Figure 5-2 : DRX du ciment Portland utilisé	114
Figure 5-3 : Analyse granulométrique et fuseau granulaire	115
Figure 5-4 : Classification de la latérite	116
Figure 5- 5 : Teneurs en eau des mélanges secs des différentes formulations.....	116
Figure 5-6 : Protocole de synthèse des BTC	119
Figure 5-7 : Diffractions des rayons X des BTC.....	120
Figure 5-8 : Spectres infrarouges par transformée de Fourier des BTC	122
Figure 5-9 : Analyse thermiques des BTC stabilisées au ciment (a) et des BTC stabilisées au géopolymère (b-e)	123
Figure 5-10 : Perte de masse des BTC	125
Figure 5-11 : Densité et porosité accessible à l'eau des BTC.....	125
Figure 5-12 : Sensibilité à l'eau des BTC	126

Figure 5-13 : Coefficient d'absorption d'eau par capillarité des BTC	127
Figure 5-14 : Absorption d'eau par immersion totale des BTC.....	127
Figure 5-15 : Résistance à la compression sèche et humide des BTC	129
Figure 5-16 : Résistance à la flexion trois points des BTC	129
Figure 5-17 : Module de Young dynamique des BTC	129
Figure 5-18 : Effusivité thermique et chaleur spécifique des BTC.....	131
Figure 5-19 : Conductivité thermique et diffusivité thermique des BTC.....	131
Figure 5-20 : Paramètres thermiques en fonction de la densité apparente sèche des BTC....	131

Liste des tableaux

Tableau 1-1 : Correspondance des symboles de classification des matériaux [64] 21

Tableau 3-1: Carrières d'argile exploitées et leurs distances par rapport à Ouagadougou..... 55

Tableau 3-2 : Propriétés physiques des six échantillons argileux 58

Tableau 3-3 : Compositions chimiques des échantillons d'argiles calcinées 60

Tableau 3-4 : Estimation du pourcentage massique relatif en kaolinite..... 62

Tableau 3-5 : Méthode de calcul de la composition minéralogique de l'argile de Kamboinsé68

Tableau 3-6 : Composition minéralogique des six échantillons argileux calcinés..... 68

Tableau 3-7 : Estimation du taux de caractère amorphe des six argiles calcinées 69

Tableau 3-8 : Récapitulatif des bandes infrarouges des échantillons d'argiles brutes et calcinées
..... 73

Tableau 3-9 : Récapitulatif des matériaux utilisés pour la formulation des pâtes et réactivité des
poudres en présence de la solution de NaOH 12M 74

Tableau 4-1 : Composition chimique et paramètres physiques de la cendre de balle de riz (CBR)
..... 82

Tableau 4- 2 : Rapports molaires théoriques des échantillons de géopolymères selon la
composition chimique des matériaux de base 85

Tableau 5-1 : Caractérisations physico-chimiques et minéralogiques du ciment utilisé 114

Tableau 5-2 : Paramètres géotechniques de la latérite 115

Tableau 5-3 : Nomenclature et composition de chaque type de BTC..... 119

Tableau 5-4 : Estimation du taux de kaolinite et de goethite dans les échantillons stabilisés
..... 123

INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

Se loger dans un habitat décent figure parmi les besoins fondamentaux des hommes. Cependant, il n'est pas possible d'apporter une réponse unique en terme de conception et de construction d'habitat compte tenu des problématiques liées aux ressources locales en matériau, matériel et main d'œuvre, aux revenus disponibles pour la construction, aux conditions climatiques et même aux règlements locaux. Ainsi, au Burkina Faso, la majeure partie de la population est confrontée aux problèmes de logement et les prix des matériaux modernes issus des productions industrielles tels que le ciment et l'acier sont exorbitants. En effet, le Burkina Faso ne dispose pas des ressources nécessaires pour la production de ces matériaux à des prix compétitifs. L'importation des matières premières et le manque de sources d'énergie sont les principales causes de l'augmentation perpétuelle du prix de ces matériaux industriels, les rendant inaccessibles à un grand nombre de populations d'Afrique vivant en dessous du seuil de pauvreté. Seule, une infime partie de la population à revenus plus élevés est en mesure d'utiliser ces matériaux cimentaires.

La croissance démographique, les besoins associés en logement et l'intérêt limité pour les matériaux locaux dans les pays en développement induisent une demande exponentielle du ciment Portland artificiel contrairement à la baisse considérable constatée dans les pays industrialisés. Au final, et selon les estimations récentes, ce sont près de 3 milliards de tonnes de ciment qui sont produites par an dans le monde [1] et plus de 6 milliards de m³ de béton qui sont coulés chaque année. Cela fait du ciment Portland le matériau le plus utilisé au monde.

Cela n'est pas sans conséquence compte tenu des nombreux préjudices environnementaux engendrés par ces matériaux cimentaires à travers la production du ciment. En effet, la fabrication du ciment Portland se fait par calcination de calcaire et d'argile à des températures élevées (1450 °C) suivies d'un refroidissement et d'un broyage qui s'accompagnent de l'émission d'une quantité importante de CO₂. Ainsi, la production d'une tonne de ciment génère 0,55 tonne de CO₂ chimique liée à la décarbonatation des matières premières et 0,39 tonne supplémentaire de CO₂ relatif aux combustibles (charbon, fuel) nécessaires pour la cuisson et le broyage, ce qui représente environ une tonne de CO₂ par tonne de ciment produit [2].

Avec la prise de conscience de ce fort impact environnemental, qui influe directement sur le réchauffement climatique (production de gaz à effet de serre), il est judicieux, voire impératif, que les recherches actuelles s'orientent vers le développement des matériaux plus respectueux de l'environnement.

La construction en terre fait partie des solutions qui permettent de réduire considérablement la pollution en CO₂ par rapport aux bâtiments construits en béton de ciment Portland. Le Burkina Faso, à l'instar d'autres pays de la sous-région ouest-africaine, regorge de nombreuses potentialités en matière argileuse répandue sur la quasi-totalité du territoire national exceptée la partie Nord désertique et l'extrême Est du pays [3]. Cette ressource locale, largement disponible, reste très peu exploitée. A part la construction routière et un peu dans le domaine de l'artisanat, elle est utilisée dans le domaine de l'habitat, car elle semble être le moyen le plus économique pour grand nombre de la population d'accéder à un logement. Cependant, il est bien connu que les constructions en terre souffrent d'un déficit en résistance, sont confrontées aux phénomènes de fissurations systématiques dues au retrait et se heurtent aux problèmes liés à leur sensibilité à l'eau (attaques des eaux de pluie).

Pour remédier à ces problèmes, des études antérieures ont proposé des solutions très intéressantes comme la stabilisation chimique et/ou physique des matériaux en terre par un liant cimentaire [4–6]. C'est ainsi que les Briques de Terre Comprimées (BTC) stabilisées au ciment ont été développées pour garantir un meilleur comportement hydromécanique [7] et une meilleure durabilité aux constructions en terre.

Malheureusement, l'utilisation du ciment Portland pour la stabilisation de la terre dans les BTC leur confère toujours un fort impact environnemental négatif lié à la production du clinker [8]. L'ajout de ce type de liant dans les briques de terre dégrade également les propriétés thermophysiques de ces matériaux causant des problèmes de confort thermique [9].

Compte tenu de tous ces facteurs et au regard du potentiel argileux faiblement exploité du Burkina, il s'avère nécessaire de trouver des méthodes de synthèse des matériaux de construction à base des ressources locales et à faible impact environnemental.

L'état de l'art a montré qu'il était possible d'obtenir des liants à partir d'argile activée par un alcalin, ce type de liant est connu sous le nom de « *géopolymère* ». ***Ainsi, l'une des solutions de valorisation du potentiel argileux du Burkina Faso serait la stabilisation des briques en terre par ce type de liant à base d'argile, avec des émissions de CO₂ relativement faibles par rapport au ciment Portland.***

L'objectif principal de cette thèse est de développer un nouveau liant géopolymère à base d'argile locale permettant la stabilisation des briques de terre comprimées tout en valorisant davantage le potentiel argileux du Burkina Faso. Le développement de ce type de « BTC géopolymérisées » contribuerait à la préservation de l'environnement par la réduction de

l'impact écologique des matériaux importés (ciment) et à l'accessibilité à des logements décents. L'atteinte de cet objectif principal passe spécifiquement par :

- *l'étude de faisabilité de synthèse de géopolymère à base de différentes argiles calcinées du Burkina Faso afin d'identifier la carrière potentiellement utilisable pour la synthèse d'un liant géopolymère ;*
- *l'étude de l'influence du type de solution alcaline et de la température de cure sur les caractéristiques minéralogiques et les propriétés d'usage des liants géopolymères ;*
- *l'étude du procédé de fabrication des briques de terre comprimées stabilisées par le liant géopolymère et l'évaluation des caractéristiques minéralogiques et les performances physiques, mécaniques et thermiques de ces briques géopolymérisées par rapport aux briques de terre stabilisées avec du ciment Portland.*

Le présent document s'articule donc en cinq chapitres. Le premier chapitre traite les différents points importants des liants géopolymères, et des briques de terre comprimées sur la base de la littérature existante. Le second chapitre présente l'ensemble du matériel utilisé et décrit également les méthodes expérimentales adoptées pendant cette étude. Le troisième chapitre présente les résultats de la caractérisation physico-chimique et minéralogique des matériaux argileux identifiés ainsi que les résultats de faisabilité de synthèse de liant géopolymère à partir de ces argiles. Le quatrième chapitre expose les résultats des caractérisations des liants géopolymères sélectionnés en fonction de la nature de l'activateur alcalin et de la température de cure. Enfin, le cinquième et dernier chapitre présente le type de protocole mis en place pour la stabilisation des BTC par un liant géopolymère ainsi que les propriétés de ces BTC géopolymérisées par rapport aux BTC stabilisées au ciment Portland.

CHAPITRE I : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

I. Introduction

Dans le présent chapitre, nous proposons une synthèse bibliographique sur les deux principaux points clés de la thèse, à savoir les liants géopolymères et les Briques de Terre Comprimées (BTC). L'objectif est d'abord de mieux comprendre le concept de "géopolymère" ainsi que le mécanisme de la géopolymérisation. Il est aussi de présenter les différents matériaux entrant dans le processus d'élaboration des liants géopolymères ainsi que les paramètres intervenant dans leurs caractéristiques minéralogiques et leurs propriétés d'usage. L'objectif est enfin de présenter les différentes méthodes de stabilisation des briques en terre comprimées ainsi que leurs propriétés physiques, mécaniques et thermiques.

II. Liants géopolymères

2.1. Généralités sur les géopolymères

Les géopolymères représentent une classe de matériaux que l'on obtient par une activation alcaline des matériaux silico-alumineux. Les premières découvertes de l'activation alcaline des matériaux silico-alumineux ont été l'œuvre de Purdon [10] à travers un mélange d'hydroxyde de sodium et des minéraux aluminosilicatés dont le laitier de haut-fourneau. Il a constaté une prise de la pâte et une résistance mécanique de 27 MPa après 24 heures. Ensuite, dans les années 50, Glukhovsky [11] a également étudié le développement d'un nouveau liant qu'il nomma « sol-ciment » par activation alcaline d'une roche broyée. Il proposa par la suite un modèle à trois étapes traduisant le mécanisme réactionnel de l'activation alcaline des matériaux contenant principalement de la silice et de l'alumine :

- **la déconstruction** : il s'agit de la dissolution de l'aluminosilicate dans la solution alcaline, c'est-à-dire la rupture des liaisons Si-O-Si et Si-O-Al pour former des précurseurs réactifs ($\text{Si}(\text{OH})_4$) et ($\text{Al}(\text{OH})_4$) dans la solution ;
- **la polymérisation** : les monomères $\text{Si}(\text{OH})_4$ et $\text{Al}(\text{OH})_4$ réagissent entre eux pour donner des oligomères d'aluminosilicates $\text{AlSi}_2\text{O}_2(\text{OH})_8$ qui se condensent en un gel ;
- **la stabilisation** : le gel formé subit probablement une réorganisation pour donner un grand réseau.

Un peu plus tard dans les années 70, Davidovits [12] a développé un matériau par activation alcaline du kaolin et du métakaolin (MK) et déposa un brevet dans lequel il nomma son matériau «géopolymère ».

Auparavant, chargé d'un laboratoire de recherches sur les textiles à Saint-Quentin, Davidovits décide de se lancer dans une réflexion pour réaliser des matières plastiques ininflammables et incombustibles [12]. L'utilisation des minéraux siliceux à basse température semble être une des solutions à ce problème. C'est ainsi que Davidovits a découvert qu'il existait des réactions minérales, similaires à des réactions organiques, qui aboutissaient à des résines minérales constituées d'aluminosilicates et ayant la propriété des liants capables de résister à de très hautes températures allant de 1000 à 2000 °C [13]. Cela aboutit à la fabrication de matériaux ininflammables qui sont des analogues inorganiques des polymères organiques. Les géopolymères trouvèrent donc leurs premières applications dans le domaine de la construction navale [14], des résines de protection des structures en bois [15], des adhésifs résistants aux hautes températures [16], des réfractaires et dans de nombreux autres domaines. Cependant, de nos jours, l'utilisation des géopolymères se situe principalement dans le domaine des liants cimentaires et cette réorientation est le résultat des travaux menés par Wastiels et al [17]. Ces derniers ont montré la possibilité d'élaborer des matériaux stables avec de hautes performances mécaniques [18–20]. D'autres travaux ont également montré que les géopolymères constituent une alternative au ciment ordinaire [21].

Toutefois, le terme géopolymère fait débat dans la communauté scientifique et conséquemment plusieurs définitions coexistent. Selon Davidovits, le terme géopolymère définit ainsi toute une classe de matériaux obtenus par la réaction entre une poudre d'aluminosilicate et une solution alcaline [12]. Pour Van Deventer, les géopolymères sont une classe de matériaux aluminosilicates semi-cristallins, généralement synthétisés à température ambiante ou légèrement élevée par une réaction chimique entre une poudre d'aluminosilicate amorphe et une solution alcaline très concentrée [22]. Cette dernière définition semble mieux d'écrire les matériaux géopolymères considérés dans notre travail.

2.2. Chimie des géopolymères

Les géopolymères font partie de la famille des matériaux alcalins activés dont la structure est principalement amorphe ou semi-cristalline [23]. Ils sont comparables aux zéolithes du point de vue de leur composition chimique, à la seule différence que les zéolithes ont une structure polycristalline [24]. Encore appelé Poly-(sialate) sous la proposition de Davidovits [25], où sialate tient pour l'abréviation de silico-oxoaluminate, les géopolymères sont constitués d'un réseau tridimensionnel avec des tétraèdres SiO_4 et MAIO_4 , où M désigne un cation monovalent typiquement alcalin (Na^+ et K^+), alternativement lié entre eux par des atomes d'oxygène (**Figure 1-1**).

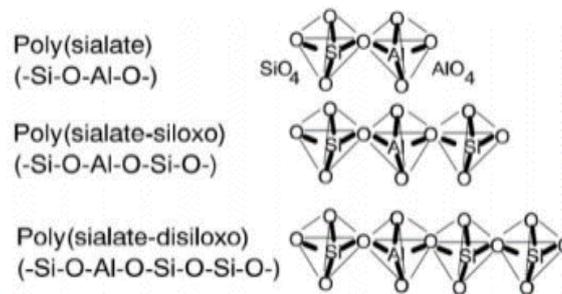


Figure 1-1 : Terminologie de géopolymère proposée par Davidovits [12]

Un modèle de structure finale de géopolymère proposé par Barbosa et al [26] traduit l'équilibre des charges négatives par les ions positifs tels que Na^+ et K^+ qui sont présents dans les cavités (Figure 1-2). La formule chimique empirique correspondant à cette structure est la suivante : $M_n[(\text{SiO}_2)_z \text{AlO}_2]_n, w\text{H}_2\text{O}$ [12,27].

Où z est le rapport molaire Si/Al, M est le cation monovalent, n est le degré de polymérisation allant de 1 à 3 et w est la quantité d'eau d'hydratation du composé.

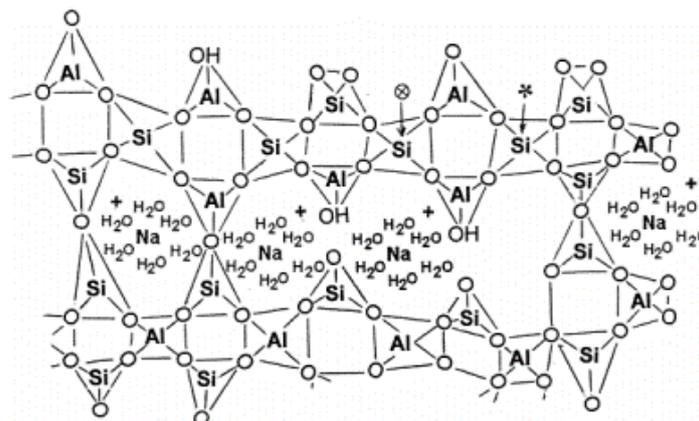


Figure 1-2 : Modèle de structure d'un géopolymère Na-polysialate proposé par Barbosa et al [26]

Jusqu'aujourd'hui, les mécanismes de géopolymérisation ne sont pas compris de façon satisfaisante. Les principales difficultés sont liées à la rapidité de la réaction. Néanmoins, des études plus détaillées sur le sujet ont été menées, et le modèle de géopolymérisation à trois étapes, précédemment proposé par Glukhovskiy [11], fut repris par d'autres auteurs [28] sur la base des connaissances acquises sur la synthèse des zéolithes. Ils ont pu redéfinir la réaction de géopolymérisation dans son ensemble sous 5 étapes.

Ce processus, décrit sur la Figure 1-3, commence par la dissolution de la source d'aluminosilicate par hydrolyse alcaline et produit un mélange complexe de silicates, d'aluminates et d'aluminosilicates. La solution étant concentrée, il se forme un gel constitué

d'un large réseau d'oligomères condensé. Après la formation du gel, le système poursuit sa cinétique de réaction par un réarrangement et par une réorganisation, augmentant la connectivité du réseau du gel et formant finalement un réseau tridimensionnel d'aluminosilicates.

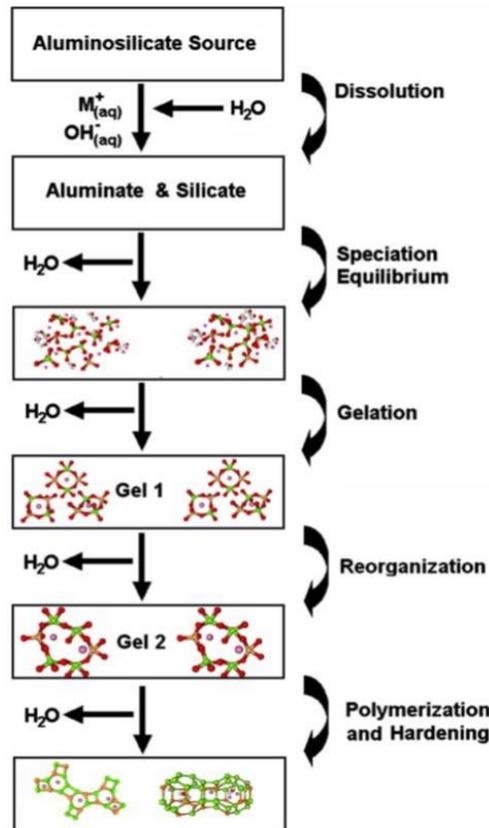


Figure 1-3 : Processus de géopolymérisation proposé par Duxson et al [28]

2.3. Matières premières pour l'élaboration des liants géopolymères

Comme on l'a vu plus haut, deux matières premières entrent généralement dans l'élaboration d'un liant géopolymère : il s'agit principalement d'une poudre d'aluminosilicates et d'une solution activatrice. On peut également y ajouter une poudre siliceuse.

2.3.1. Poudres d'aluminosilicates et poudre siliceuse

En général, toute poudre contenant de fortes teneurs en silice et en alumine et possédant une phase amorphe peut être considérée comme précurseur de géopolymère. Cependant leur choix peut dépendre de plusieurs facteurs parmi lesquels la disponibilité, le coût et le type d'application. Il existe une large gamme de matériaux susceptibles d'être activés, dont les argiles calcinées ou non calcinées [18,29–31], les sous-produits industriels ou agricoles

[22,32–34], les pouzzolanes artificielles [35]. Dans les paragraphes suivants, nous allons décrire chaque source d'aluminosilicates en soulignant quelques caractéristiques propres.

- ✓ **Le métakaolin** : ce matériau riche en silice et en alumine est obtenu par amorphisation lors d'un traitement thermique entre 500 °C et 700 °C d'une fraction argileuse qui contient de la kaolinite comme minéral principal. C'est un matériau amorphe métastable avec une grande réactivité. Sa réaction avec des solutions alcalines entraîne la formation d'un géopolymère avec des performances mécaniques élevées pouvant atteindre 20 à 50 MPa [23,27]. Il est habituellement utilisé pour mieux comprendre le mécanisme de la géopolymérisation. La grande réactivité de ce matériau est liée à l'état de désorganisation de son réseau cristallin [36]. Les propriétés réactives de la métakaolinite dépendent aussi de plusieurs autres facteurs, notamment la cristallinité de la kaolinite [37], la température de calcination [38] et la granularité. En effet, les particules de petite taille confèrent une grande surface spécifique et par conséquent une grande réactivité [39].
- ✓ **Les cendres volantes** : ce sont les particules non combustibles entraînées par les fumées lors de la combustion du charbon pulvérisé dans les chaudières des centrales thermiques. Elles sont généralement utilisées pour la finesse de leurs particules qui sont inférieures à 45 µm [40], ce qui leur procure une bonne réactivité en présence d'une solution alcaline. Il existe trois classes de cendres volantes :
 - les cendres volantes de classe C, qui proviennent du lignite et sont riches en CaO ;
 - les cendres volantes de classe F, qui sont pauvres en CaO et proviennent de la combustion de la houille. Elles sont les plus utilisées pour l'élaboration des géopolymères compte tenu de leur faible teneur en calcium [41,42] ;
 - 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 SO₃ est inférieur à 4 % [43].
- ✓ **Cendres de balle de riz** : elles proviennent de la calcination de la balle de riz émanant du décorticage des rizeries. Au cours de la calcination, la plupart des composants disparaissent lentement et il ne restera majoritairement que les silicates amorphes. Les caractéristiques des cendres sont dépendantes de la composition de la balle de riz, de la température et du temps de calcination. La température de calcination pour obtenir une cendre pouzzolanique réactive ne devrait pas excéder 600 °C [44] au risque de provoquer la formation de silice cristallisée moins réactive. Un échantillon de cendre contient en moyenne 90 % de silice et d'autres composés en plus faibles quantités telles que le K₂O et le CaO. En raison de son déficit en

alumine, il est quasiment impossible que la cendre de balle de riz soit à elle seule un précurseur de géopolymère. Elle est généralement complétée par une source d'aluminosilicates ayant une teneur importante en alumine, avant d'être activée par la solution alcaline [18,18,32,45].

2.3.2. Les solutions activatrices

La solution activatrice est un élément primordial dans le processus de géopolymérisation. En fonction de sa quantité et de sa concentration, elle fournira le mélange nécessaire pour initier la réaction et déterminer la structure finale du matériau durci [28]. Par ailleurs, elle a pour fonction d'accélérer la dissolution de la source aluminosilicate favorisant la formation de gels stables à faible solubilité et la formation d'une structure compacte avec ces gels. Les propriétés physiques et chimiques des activateurs jouent un rôle important dans le comportement du matériau activé. Les activateurs généralement utilisés sont des hydroxydes ou des sels alcalins, dont les plus utilisés sont l'hydroxyde de sodium (NaOH) et l'hydroxyde de potassium (KOH).

La solution d'hydroxyde de sodium est connue pour produire une meilleure dissolution de la phase amorphe des aluminosilicates en association avec les monomères de silicate [46]. Par contre, la solution d'hydroxyde de potassium est connue pour augmenter la croissance du gel par association avec de plus gros anions aluminosilicates. [47].

Par ailleurs, les différentes études menées jusqu'à présent sur l'activation alcaline des matériaux ont montré que le silicate alcalin, ajouté en plus de l'hydroxyde alcalin, est un des activateurs les plus efficaces pour l'obtention de géopolymères de très bonnes performances mécaniques [12]. Cependant, l'utilisation d'un silicate alcalin pourrait conduire à des matériaux plus coûteux que les matériaux cimentaires. Il est donc nécessaire et important de trouver une alternative à l'utilisation de ce produit.

2.4. Formulation des géopolymères et paramètres d'influence

2.4.1 Formulation des géopolymères

L'élaboration d'un liant géopolymère passe principalement par le mélange de la poudre d'aluminosilicates et de la solution activatrice. Cela a fait l'objet de plusieurs études afin de déterminer les proportions idéales conduisant aux meilleures propriétés. Les travaux de Xu et Van Deventer [40] ont montré qu'un rapport massique entre l'eau et la matière solide (aluminosilicates et cristaux alcalins) compris entre 0,3 à 0,4 devrait être utilisé afin de garantir une meilleure dissolution des aluminosilicates. Ils rapportaient également qu'un rapport

massique plus élevé que 0,4 entraînait une chute des résistances mécaniques des échantillons avec une grande porosité. D'autre part, Kong et al [48] ont montré qu'un rapport massique de 0,8 entre la solution alcaline et la poudre d'aluminosilicate permettrait d'avoir une bonne maniabilité de la pâte et d'accroître les résistances mécaniques des liants géopolymères.

Cependant, la définition d'une formulation représentative des géopolymères reste tout de même une tâche délicate en raison d'une multitude de facteurs d'influence tels que : la nature des sources d'aluminosilicates, la concentration et le type de solution alcaline utilisée pour l'activation des aluminosilicates, le taux d'amorphisation des poudres, la température de cure, etc. Les propriétés des liants géopolymères dépendent en effet majoritairement de leur formulation, mais également de ces paramètres d'influences. Le rôle de quelques paramètres sera évoqué dans le paragraphe suivant.

2.4.2 Influence des rapports molaires entre les différents oxydes

La composition molaire des oxydes contenus dans le mélange (poudre + solution) joue un rôle très important dans l'obtention des matériaux géopolymères. Pour comprendre l'influence des rapports molaires entre ces oxydes sur les propriétés mécaniques du géopolymère, certains auteurs, comme Kamalloo et al [49], à partir des données recueillies dans la littérature, ont pu mettre en évidence les formulations menant aux plus hautes performances. La **Figure 1-4** indique l'effet des rapports molaires R_2O/Al_2O_3 , SiO_2/Al_2O_3 et H_2O/R_2O (où $R = Na^+$ ou K^+) sur la résistance en compression des géopolymères à base de métakaolin.

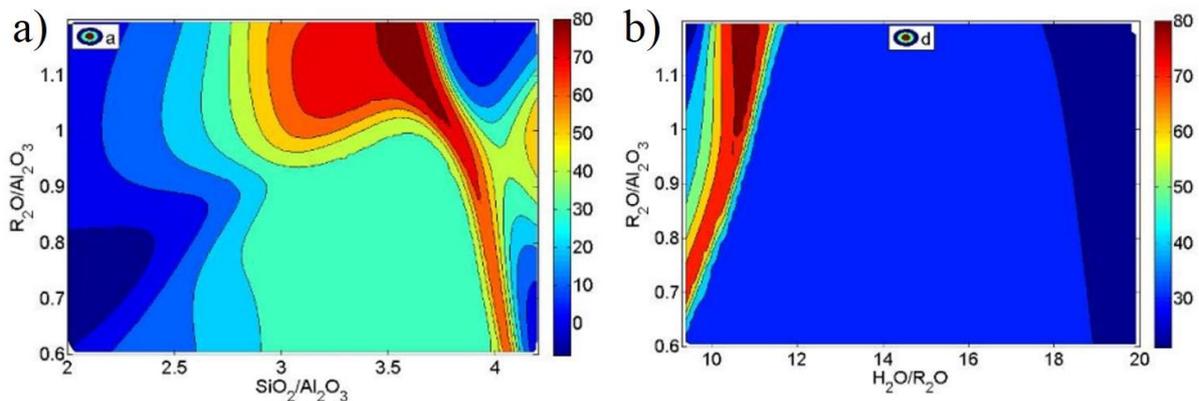


Figure 1-4 : Influence des rapports molaires des oxydes sur les résistances en compression des géopolymères [49]

Ces résultats montrent que pour obtenir une résistance en compression très élevée (70-80 MPa), les ratios SiO_2/Al_2O_3 , R_2O/Al_2O_3 et H_2O/R_2O du mélange devraient être respectivement de 3,6 à 3,8, de 1,0 à 1,2, et de 10 à 11. Par ailleurs, la **Figure 1-4.b** montre clairement que

l'augmentation des rapports H_2O/R_2O , qui correspond à l'augmentation de la quantité d'eau, abaisse drastiquement les performances mécaniques.

2.4.3 Influence de la concentration de la solution alcaline

La solution alcaline contenant les silicates solubles accroît la vitesse de la réaction, comparée aux solutions alcalines qui ne contiennent qu'un seul hydroxyde alcalin. Lorsqu'on augmente la température du milieu de synthèse et la concentration des alcalis (NaOH, KOH), les propriétés mécaniques des géopolymères croissent exponentiellement [50]. Par ailleurs, Wang et al [51] ont étudié les propriétés des géopolymères en utilisant la solution de NaOH comme activatrice et ont reporté que les résistances en compression, les résistances à la flexion et la densité apparente des géopolymères augmentent avec la concentration de la solution de NaOH de 4-14M. Des concentrations élevées de la solution alcaline augmentent le pH, ce qui entraîne une augmentation de la dissolution et de la solubilité des résidus minéraux des aluminosilicates [2].

2.3.4 Influence de la température de cure

La température est un accélérateur de l'activation alcaline d'un mélange de poudre d'aluminosilicates et de solution alcaline. Elle affecte significativement les résistances mécaniques [36]. Les matériaux géopolymères peuvent développer des résistances mécaniques élevées (30 à 45 MPa) dans une période de traitement thermique relativement court allant de 6 heures à 7 jours pour un intervalle de température de 60 °C à 95 °C [36,52,53].

Cependant, une température trop élevée et un temps de cure relativement prolongé peuvent fragiliser la structure et diminuer les performances mécaniques du géopolymère. Cela serait lié à la perte d'une partie de l'eau de cohésion, ce qui suggère la nécessité de maintenir de petites quantités d'eau structurelle pour réduire l'apparition de fissures et maintenir l'intégrité structurelle du matériau [54]. En outre, une température très élevée accélère la cinétique de réaction en favorisant la cristallisation de zéolithes au détriment du gel géopolymère [55].

2.3.5 Influence de la teneur en silice

La silice amorphe peut être utilisée comme un adjuvant ou un renfort dans la synthèse des géopolymères pour compenser le déficit en oxyde de silicium dans la matière première [27] ou pour assurer la fonction mécanique, notamment la résistance en compression [56]. L'effet de la teneur en silice amorphe sur les caractéristiques physico mécaniques a été étudié par Monso et

al [55] qui ont montré que la matrice avec la teneur la plus élevée en silice amorphe est celle qui a la résistance à la compression la plus élevée quelle que soit la température de durcissement des échantillons.

2.4. Quelques propriétés des liants géopolymères

2.4.1 Propriétés physiques

Les liants géopolymères ont des propriétés physiques différentes de celles du ciment Portland. Elles sont généralement identifiées par de très faibles retraits linéaires [27,38] et de faibles densités apparentes, de l'ordre de 1,3 – 1,4 [57], occasionnant ainsi une influence sur le réseau poreux de ces échantillons en fonction des variations des rapports molaires des oxydes. Certains auteurs [47] ont pu montrer qu'en dessous d'un rapport molaire Si/Al de 1,4 une partie des aluminosilicates solides reste insoluble en présence de la solution alcaline, et plus le rapport molaire augmente, entre 1,45 et 1,60, plus la microstructure (matrice) devient plus homogène et subit une modification importante. Par ailleurs, certains auteurs [58] ont aussi montré que les liants géopolymères présentent une porosité importante avec une moyenne de l'ordre de 40 %. Les observations au microscope du liant géopolymère (**Figure 1-5**) témoignent de cette importante porosité avec la présence de nombreux pores.

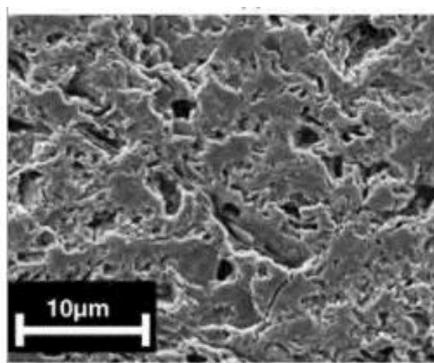


Figure 1-5 : Micrographie d'un géopolymère à base de métakaolin montrant la structure poreuse du liant [47]

2.4.2 Propriétés mécaniques et thermiques

La résistance en compression élevée des géopolymères est l'une des principales propriétés qui peut conduire à leur large utilisation. Les études menées par Sumajouw et al [46] ont montré que les géopolymères possèdent de très grandes résistances mécaniques et se solidifient rapidement à température ambiante ou peu élevée. Une résistance en compression de l'ordre de 20 MPa peut être obtenue après 4 heures de cure et de l'ordre de 70 à 100 MPa après 28 jours.

Ils possèdent de très faibles conductivités thermiques de l'ordre de 0,17-0,35 W/m.K [59], contrairement à celles du liant hydraulique (ciment portland) qui avoisine les 1,6-2 W/m.K [60]. Par ailleurs, les liants géopolymères présentent également une bonne stabilité thermique jusqu'à 1000-1200 °C [61] et résistent aux agressions chimiques pendant plusieurs dizaines d'années [27].

Ces propriétés des géopolymères peuvent être améliorées en faisant une adjonction de cendres de balle de riz au métakaolin [2,18,32,59]. L'addition des cendres entraîne une augmentation de la teneur en silice amorphe dans la matrice de formulation des liants géopolymères, qui favorise une meilleure dissolution des aluminosilicates et la condensation du gel géopolymère responsable des améliorations des propriétés des liants géopolymères.

Cependant, même si ces matériaux semblent avoir de bonnes propriétés d'usage et une meilleure durabilité, les normes utilisées pour caractériser ces types de matériaux sont pour l'instant celles conçues pour le ciment Portland ce qui peut conduire à une surestimation ou à une sous-estimation des propriétés de ces matériaux. Toutefois, des chercheurs experts dans le domaine des matériaux de construction, regroupés au sein du comité scientifique RILEM TC AAM, sont en train de mettre leurs efforts en commun afin de proposer des normes sur la formulation et les méthodes de caractérisation de ce type de matériau.

2.5 Utilisation des géopolymères dans le domaine du Génie Civil

Considérés comme des matériaux novateurs, les géopolymères se présentent comme une alternative à l'utilisation des bétons à base du ciment Portland dans le domaine du Génie Civil. Bien que son apparition date des années 70, ce n'est que ces dernières années que ces matériaux connaissent des applications à petite échelle dans l'objectif de la construction durable (performante, économique et respectueuse de l'environnement).

Les premières applications des géopolymères dans le domaine du Génie Civil datent des années 80 avec la construction des bâtiments à partir du laitier activé [62,63]. Ces bâtiments sont encore utilisés de nos jours et ne présentent aucun problème particulier de durabilité (**Figure 1-6.a**). On note également la construction d'aéroports temporaires de l'armée américaine (U.S Air force) pendant la guerre du Golfe avec un ciment PYRAMENT développé par la compagnie Lone Star. Ce ciment était composé de 80 % de ciment Portland et 20 % de géopolymère. Par ailleurs, les géopolymères sont également utilisés dans la rénovation structurelle sous forme de composites en fibres à base de géopolymère. Palomo et Fernández-Jiménez ont utilisé les géopolymères à base de cendres volantes pour la fabrication de traverses monoblocs des voies

ferrées [52]. Pour l'instant, l'Australie se montre comme l'un des pays les plus actifs dans l'application des géopolymères à l'échelle industrielle, avec par exemple la commercialisation depuis les années 2000 par la compagnie Zeobond de bétons à base de laitiers et cendres volantes activés (**Figure 1-6.c**). Ainsi, en 2013, à l'Université de Queensland, un bâtiment public a été construit à partir d'un béton de géopolymère (**Figure 1-6.b**). Dernièrement, l'aéroport de Brisbane a été réalisé avec 30 000 m³ de géopolymères dont la composition est pour l'instant inconnue [30]. Pouhet, à travers ses travaux de thèse [23], a pu montrer également la possibilité de développer des briques à base de métakaolin activé par une solution de silicate et d'hydroxyde de sodium (**Figure 1-6.d**). Ces exemples d'applications montrent que les matériaux alcalis activés possèdent d'énormes potentiels pour leur utilisation dans le domaine du Génie Civil.

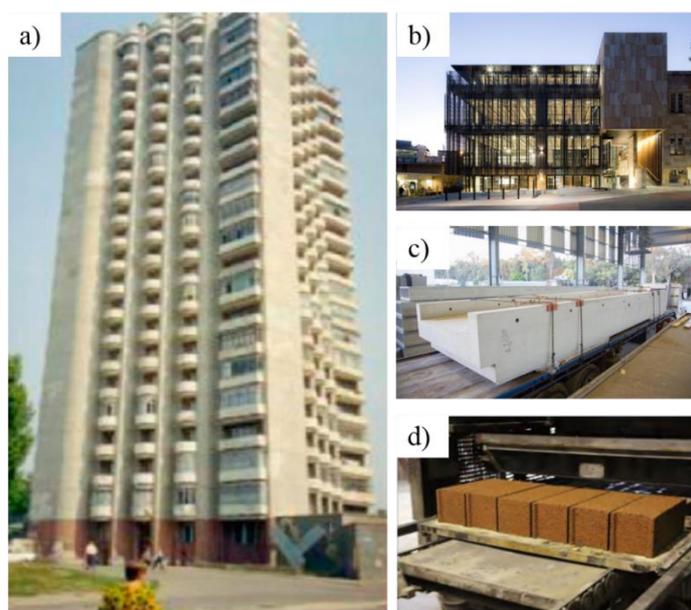


Figure 1-6 : Quelques applications de matériaux géopolymères dans le Génie Civil
a) Bâtiment en géopolymère [63], b) Université de Queensland en béton de géopolymère,
c) Structures préfabriquées en béton géopolymère [62] et d) Briques en géopolymère
[23]

III. Briques de terre comprimées (BTC)

3.1. Généralités sur les BTC

L'histoire des briques (ou blocs) de terre comprimées (BTC) remonte aux années 50 dans le cadre d'un programme de recherche de l'habitat rural en Colombie [5]. La norme ARS 670-1996 définit les BTC comme des éléments de maçonnerie de dimensions réduites et de caractéristiques régulières, contrôlées et obtenues par compression statique ou dynamique de la

terre à l'état humide suivie d'un démoulage immédiat [64]. Ce procédé est une évolution moderne de l'adobe, appelé « banco », avec l'utilisation des machines perfectionnées et multitâches permettant d'avoir des éléments parfaitement calibrés. L'utilisation de la presse permet également l'accroissement de la productivité et d'avoir une large gamme de produits selon leur forme [65]. Quelques modèles de briques de terre comprimées sont présentés en **Figure 1-7**. Cependant, le format le plus courant est de type parallélépipédique rectangle (ou prismatique) défini par une longueur (L), une largeur (l) et une hauteur (h).



Figure 1-7 : Différents produits de blocs de terre comprimée [5]

En outre, la production des BTC se fait généralement en cinq étapes décrites comme suit :

- ✓ préparation de la terre : séchage suivi d'un criblage de la terre afin d'éliminer les composés indésirables (racines, feuilles, etc.) et les composants ayant un diamètre supérieur à celui désiré ; cette étape est suivie de la désagrégation qui vise à briser les graves pour les réduire en agrégats ayant un diamètre plus petit ;
- ✓ le malaxage : pour rendre homogène la terre préparée, le mélange se déroule souvent en deux étapes, avec dans un premier temps le malaxage à sec (avec ou sans additif) avant l'ajout d'eau et dans un second temps, le malaxage humide après l'ajout d'eau ;
- ✓ le temps de retenue qui se situe entre le début du malaxage humide de la terre et la compression de la terre ;
- ✓ la compression : c'est l'opération qui consiste à comprimer le matériau en milieu confiné, appelé moule, suivant un mode statique ou dynamique ; la compression est suivie d'un démoulage immédiat du bloc formé ;
- ✓ la cure : c'est la période suivant la compression pendant laquelle se déroulent principalement deux types de phénomènes :

- les réactions physico-chimiques entre les différents composants du mélange, et surtout entre la terre et les additifs, conduisent à la stabilisation du bloc ; pendant cette phase, les conditions d'hygrométrie relative et de chaleur sont déterminantes et demandent une attention particulière ;
- le séchage qui correspond à l'évacuation progressive de l'humidité de fabrication par évaporation.

La production de ces matériaux (BTC) doit donc répondre à des normes spécifiques de contrôle de la qualité des produits, depuis l'identification et la sélection des terres jusqu'au suivi de la qualité des BTC.

Le premier liant des BTC est l'argile contenue dans la terre, mais lorsque la terre simplement compressée ne répond pas aux critères requis, par exemple la résistance en compression ou encore sa tenue en eau, ses performances peuvent être modifiées en y ajoutant un autre type de liant [66]. Dans la plupart des cas, le stabilisant utilisé est le ciment ou la chaux avec un taux qui varie de 3 à 19 % avec une moyenne de 8 % [67].

Depuis les années 50, l'utilisation des BTC dans la construction a constamment progressé de par le monde et son exploitation au Burkina Faso connaît également une expansion importante dans les zones urbaines et rurales. Wyss [3] dans ces études, a tenté de répertorier sur une carte les villes et les zones du Burkina Faso où les infrastructures sont construites en matériaux argileux (**Figure 1-8**) notamment les BTC et les BLT (Blocs de Latérite Taillés).

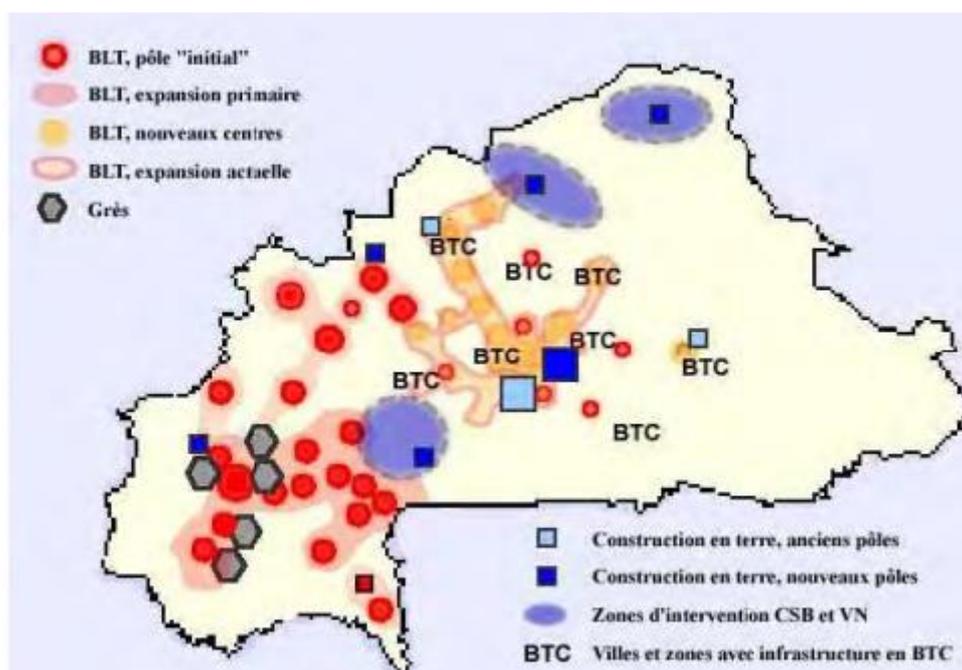


Figure 1-8 : Utilisation des BTC et BLT au Burkina Faso [3]

3.2. Critère de choix et matière première de base pour BTC

3.2.1. Critère de choix des matériaux pour BTC

Dans le processus de transformation des terres en BTC, faire un bon choix de ces terres est primordial, car toutes les terres ne conviennent pas à la production des BTC. Il existe quelques recommandations décrites par la norme ARS- 680 [64] pour le choix de la terre pour BTC afin d'éviter les terres de très mauvaise qualité. Ces recommandations se penchent principalement sur la granularité et la plasticité :

- ✓ **la granularité** de la terre sera de préférence inscrite dans le fuseau du diagramme de texture représenté en **Figure 1-9** et dont elle épousera l'allure générale. Selon P'kla, [66] la latérite ne doit pas être trop argileuse au risque d'entraîner du retrait et des fissurations fragilisant les blocs ($\% 2\mu\text{m} \leq 30 \%$). Les gros éléments du matériau ne doivent pas dépasser une taille limite qui dépend de la taille des blocs ; une moyenne de 5 mm est prescrite ;

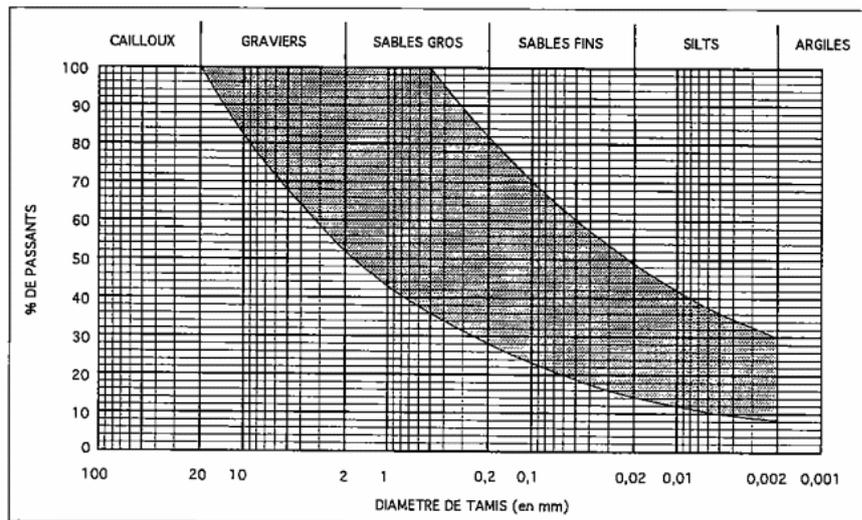


Figure 1-9 : Fuseau granulaire des matériaux recommandés pour les BTC [64]

- ✓ **la Plasticité** de la terre, désignée par sa limite de liquidité à la coupelle de Casagrande et sa limite de plasticité au rouleau [68], sera de préférence inscrite dans le fuseau du diagramme de plasticité en **Figure 1-10**. Le matériau de base doit présenter un minimum de plasticité assurant une cohésion entre les grains du matériau lors du compactage ($\% 2\mu\text{m} \geq 5 \%$) [66].

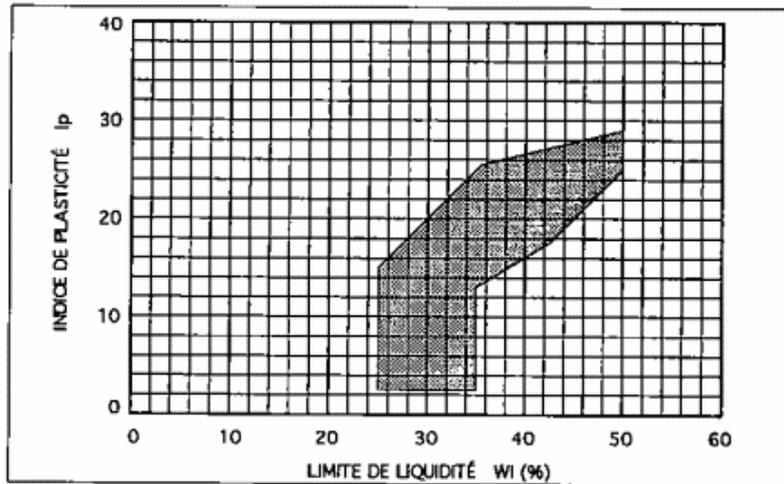


Figure 1-10 : Fuseau de plasticité des matériaux recommandés pour les BTC [64]

Les limites de ces deux fuseaux recommandés sont approximatives. Les terres dont la texture et la plasticité sont inscrites dans ces fuseaux donnent dans la plupart des cas des résultats satisfaisants. Cependant, les terres dont la texture et la plasticité ne respectent pas ce critère de recommandation peuvent quand même donner des résultats acceptables, mais il est recommandé de les soumettre à une classification selon leur nature afin de vérifier leur convenance [64].

La classification des matériaux selon leur nature (**Figure 1-11**) est déterminée en combinaison des valeurs issues des essais de granulométrie, de plasticité et de test au bleu de méthylène (qui permet d'évaluer la quantité et l'activité de la fraction argileuse contenue dans un matériau [69]. L'intersection de la droite reliant les passants à 80 μm et à 2 mm et celle reliant la valeur de bleu de méthylène à l'indice de plasticité permet d'attribuer un symbole de classification au matériau étudié. Le **Tableau 1-1** regroupe la correspondance des symboles de classification des matériaux selon leur nature.

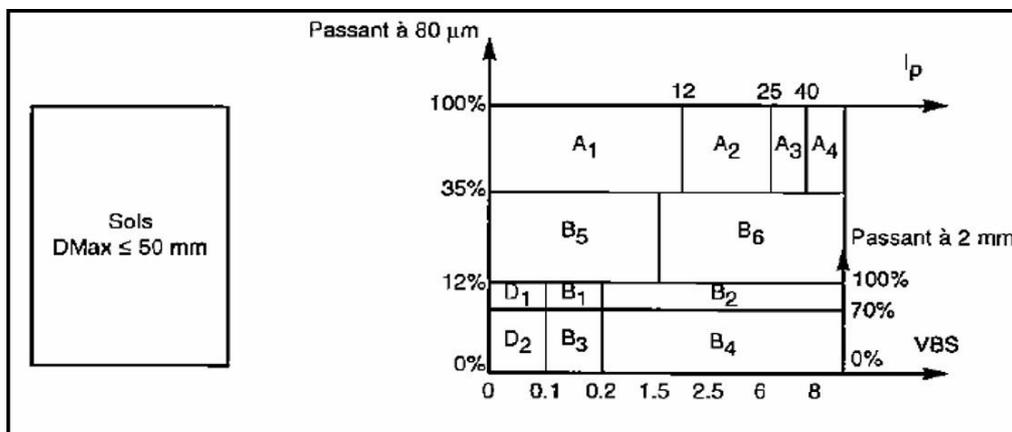


Figure 1-11 : Classification des matériaux selon leur nature [64]

Tableau 1-1 : Correspondance des symboles de classification des matériaux [64]

Symbole	Nature
A1	Matériau acceptable, mais ayant un peu trop de fines
A2	Matériau acceptable, mais ayant trop de fines
A3	Matériau acceptable, mais demandant une attention particulière, car relativement actif
A4	Matériau délicat à utiliser, car très actif
B1	Matériau sableux demandant un rajout de fines pour être acceptable
B2	Matériau acceptable ayant un léger déficit de fines
B3	Matériau sableux demandant un rajout considérable de fines pour être acceptable
B4	Matériau acceptable ayant un déficit de fines
B5 et B6	Matériau acceptable, mais manquant un peu de fines
D1	Matériau graveleux demandant un rajout de fines pour être acceptable
D2	Matériau sableux demandant un rajout considérable de fine pour être accepté

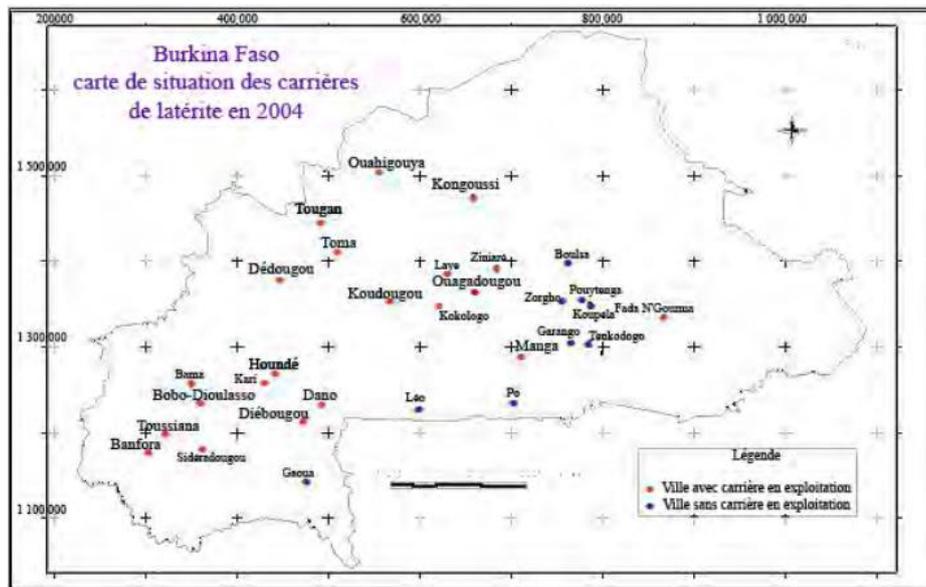
En dehors de ces critères de choix et de la classification des sols selon leur nature, il faudra retenir également que la présence de sels ou de matières organiques dans les matériaux pour BTC doit être évitée [66].

3.2.2 Matière première des BTC : Latérite

La latérite constitue la matrice principale des BTC. Ce matériau de couleur rouge ou brune trouve sa première définition dans les études menées antérieurement par Schellmann [70] qu'il a défini comme un produit résultant d'une intense altération météorique des roches magmatiques sous les climats tropicaux, constituée d'un assemblage de minéraux pouvant être de la goethite, de l'hématite, de l'hydroxyde d'aluminium, de la kaolinite et du quartz. Elle est également caractérisée par une structure à faciès vacuolaire [71]. Cependant, l'altération des roches et la formation des sols subissent des influences telles que le climat (pluviométrie, température), la topographie (érosion et drainage), la végétation (matières organiques, bactéries, acides humiques), la nature de la roche mère et le temps [72]. Sa répartition dans le monde représente 33 % des continents, particulièrement dans les zones intertropicales. Au Burkina Faso, il n'existe pas pour le moment de documents disponibles au grand public permettant d'apprécier les sites latéritiques exploitables [73]. Néanmoins, des études menées en 2004 par le Bureau National des Mines et de la Géologie du Burkina (BUMIGEB) montrent que la latérite est répandue sur tout le territoire national excepté la partie Nord désertique et

l'extrême Est du pays (**Figure 1-12**). Sur le plan morphologique, deux types de latérite sont à distinguer :

- ✓ la latérite indurée qui peut aller d'une cuirasse latéritique à peine cohérente à une cuirasse latéritique plus dure et difficilement cassable au marteau, grâce au durcissement acquis par exposition à l'air ;
- ✓ la latérite meuble qui est un matériau hétérogène, discontinu et plus ou moins graveleux. C'est cette dernière qui est généralement utilisée pour la confection des Briques de Terre Comprimées (BTC).



3.3. Stabilisation des briques de terre

La stabilisation est un processus de modification des propriétés du matériau de base afin d'en augmenter les performances. Elle peut être mécanique, chimique ou physique suivant l'usage que l'on fait des briques. L'objectif étant surtout d'améliorer la tenue mécanique et la tenue à l'eau, elle vise à augmenter la cohésion des particules et à réduire le volume des vides entre les particules solides. Une bonne stabilisation du matériau, notamment vis-à-vis de l'eau, est primordiale, car elle permet de faire face aux manques de dispositifs constructifs associés à sa protection (débords de toitures importants, protection contre les jets d'eau, soubassement suffisamment élevé et drainage en pied de mur [74]).

3.3.1. Stabilisation mécanique

Cette méthode repose sur le compactage des terres en utilisant des presses manuelles ou mécaniques. Elle permet de réduire la porosité du matériau par resserrement des grains (**Figure 1-13**). Le compactage à lui seul permet d'obtenir un matériau aux caractéristiques mécaniques acceptables [74]. Cependant, le degré de compactage du matériau varie en fonction du type de sol, de sa teneur en eau pendant le compactage et de la force de compression appliquée. Il existe principalement quatre méthodes de compactage [65] :

- ✓ le compactage dynamique par vibration ;
- ✓ le compactage dynamique par impact ;
- ✓ le compactage par pétrissage ;
- ✓ le compactage statique.

Les études menées par Mesbah et al. [75] montrent que le compactage statique est mieux adapté aux sols argileux. Les meilleurs résultats sont obtenus lorsque le sol à compacter est un mélange de sable et d'argile suivant une proportion optimale. Le compactage manuel induit des pressions de compactage allant de 0.05 à 4 MN/m², ce qui est faible comparé aux presses mécaniques pouvant atteindre des pressions de plusieurs milliers de MN/m² [76]. Malheureusement, l'inconvénient majeur de la stabilisation mécanique est qu'elle ne permet pas de diminuer la sensibilité à l'eau. Les briques obtenues sont donc peu durables dans les zones à forte pluviométrie. Mise au contact de l'eau, la brique de terre stabilisée mécaniquement redevient plastique et ne résiste pas à la compression. Par contre, et même sans liant, ce matériau présente une bonne durabilité s'il est protégé des intempéries avec des débords de toitures importants, une protection contre les jets d'eau, placée sur un soubassement suffisamment élevé et avec un drainage en pied de mur [74].

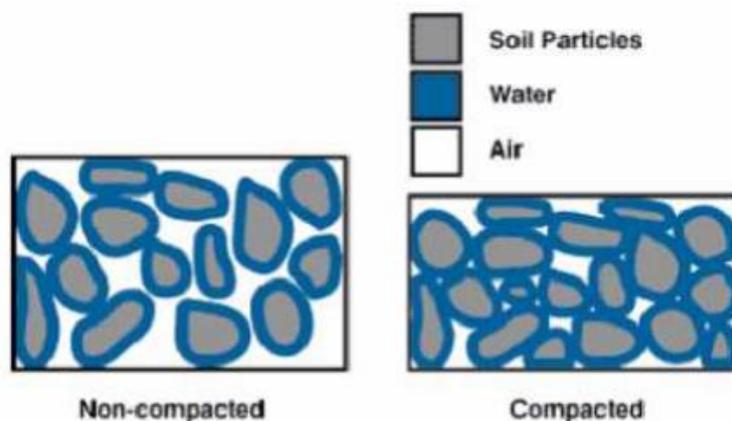


Figure 1-13 : Effet de compactage sur les vides des sols [77]

3.3.2. Stabilisation chimique

La stabilisation chimique consiste à ajouter un liant minéral ou organique à la terre qui modifie ses propriétés. Ce phénomène conduit à une réaction physico-chimique entre les particules et le matériau d'adjonction en créant une matrice qui se lie ou enrobe les particules constituant le matériau de base. Les additifs les plus souvent utilisés pour la stabilisation des briques en terre sont le ciment [4,6,78] et la chaux [78]. Outre ces deux liants, plusieurs autres stabilisants d'origines différentes (animales, végétales ou sous-produits industriels) peuvent aussi être utilisés, tels que la bouse de vache [79], les fibres de palmier [5], le bitume [65] et le liant géopolymère [80]. Le choix et la quantité du liant à ajouter dépendent de la nature du sol, du type de liant et du degré d'amélioration de la qualité du sol souhaité.

a. Stabilisation au ciment

La stabilisation de la terre par le ciment induit trois phénomènes : l'échange cationique, la floculation des argiles et la réaction pouzzolanique. Ce dernier phénomène est le plus important et est responsable de l'amélioration des propriétés intrinsèques des briques par un mécanisme de liaison des particules du sol par les silicates de calcium hydratés (C-S-H). Les C-S-H sont produits d'une part au cours de l'hydratation du ciment, et, d'autre part, par la réaction pouzzolanique entre l'hydroxyde de calcium produit par le ciment (portlandite) et les particules argileuses du sol [79]. Le ciment crée des liens physiques entre les particules, ce qui augmente la résistance des terres et diminue leur porosité. En général, les réactions d'hydratation des ciments sont plus rapides que celle des autres liants hydrauliques. En ce qui concerne le processus de cimentation et de liaisons entre particules par le ciment, de nombreux facteurs doivent être considérés. Cela nécessite une bonne homogénéisation du mélange terre-ciment et une quantité d'eau suffisante pour l'hydratation du ciment et l'humidification de la terre. Par ailleurs, vu que le ciment atteint sa dureté et sa résistance maximale à partir de 21-28 jours, il faudrait que les blocs restent humides et soient à l'abri de la dessiccation durant tout ce temps. Ils peuvent pour cela être couverts d'une bâche ou à défaut, subir une cure par arrosage [66]. Généralement, le ciment, considéré comme un bon stabilisant pour les sols granulaires, est dosé à 3 à 4 % (en poids de ciment) par rapport au poids de la terre sèche utilisée. Cependant, lorsque le sol est trop argileux, il faudra un taux moyen de 10 % en poids de la terre argileuse pour lier les particules entre elles [74]. En général, il peut être utilisé avec n'importe quel type de sol, mais avec de l'argile, il est peu économique. D'après Gooding [81], le bloc de terre stabilisée avec 3 à 12 % en masse de ciment, semble être le bloc le plus couramment produit et utilisé.

b. Stabilisation à la chaux

La stabilisation de la brique en terre à la chaux se traduit par quatre réactions : les échanges cationiques entre la chaux et les particules d'argiles, fonction de la nature de l'argile, la floculation, la carbonatation et la réaction pouzzolanique qui est la plus importante [82]. La réaction entre la chaux et les minéraux argileux, notamment la silice et l'alumine, contribue à la formation de nouveaux minéraux comme les C-S-H (silicates de calcium hydratés), les C-A-H (aluminates de calcium hydratés) et C-A-S-H (silico-aluminates de calcium hydratés). Ces nouveaux minéraux sont principalement responsables de l'amélioration des propriétés mécaniques des matériaux stabilisés [79]. Cependant, la réaction pouzzolanique induite par ce type de stabilisant est plus ou moins lente et dépend de divers facteurs tels que la minéralogie et la taille des particules du sol à stabiliser [76]. En outre, on retiendra que la chaux reste tout de même le stabilisant convenable pour les sols dont la teneur en argile est élevée. Il existe en général deux types de chaux :

- ✓ la chaux aérienne, vive ou éteinte, dont l'utilisation pour la stabilisation des terres varie en fonction des applications de la terre à stabiliser :
 - la chaux aérienne vive CaO qui est utilisée en géotechnique routière pour absorber l'eau des sols trop humides afin de les rendre plus aptes au compactage ;
 - la chaux aérienne éteinte Ca(OH)_2 , obtenue par hydratation de la chaux vive CaO , qui est généralement utilisée pour la stabilisation des terres pour BTC ;
- ✓ la chaux hydraulique naturelle (chaux renfermant naturellement des silicates de calcium anhydres) ou artificielle (mélange de chaux aérienne et de ciment), dont les conditions d'utilisation sont identiques au ciment et qui peut également être utilisée pour la stabilisation des terres pour BTC.

c. Brique géopolymère

De nos jours, certaines études s'intéressent à la synthèse des briques géopolymères [83,84], où la poudre aluminosilicate à activer par la solution alcaline est également la matrice principale de la brique. Par ailleurs, pour la méthode de stabilisation des briques de terre par un liant géopolymère, la poudre aluminosilicate est différente de la matrice principale des briques de terre [85]. Ainsi, le taux de solution alcaline à utiliser pour la synthèse des briques géopolymères est fonction de la matrice principale et s'avère être trop élevé comparativement à une stabilisation au géopolymère qui n'en demandera pas autant. Cependant, ces deux méthodes sont différentes et l'on se rend compte que la stabilisation au géopolymère semble être plus économique et plus écologique, malheureusement, très peu d'études portent cette pratique.

3.3.3. Stabilisation physique

La stabilisation physique consiste à intervenir sur la texture et la distribution granulométrique des terres par introduction contrôlée des fractions de grains d'autres matériaux (principalement du sable et des fibres végétales) [77]. Ce procédé modifie la structure des terres et améliore les propriétés physico-mécaniques des terres à traiter. Elle peut également se faire par cuisson sous un cycle de 12 à 48 heures à une température du four de 900 à 1200 °C. Les matériaux issus de ce traitement thermique prennent le non de terre cuite.

3.4. Propriétés des briques en terres stabilisées au ciment

3.4.1. Propriétés minéralogiques et analyses thermiques

La stabilisation de la terre par le ciment engendre des modifications de la nature minéralogique de la terre avec la formation de nouvelles phases minérales suite à l'hydratation du liant hydraulique (ciment). Certains auteurs [4,79] ont montré la présence de portlandite, d'ettringite et de calcite, qui apparaissent avec l'introduction de ciment. Des essais par diffraction des rayons X (**Figure 1-14**) ont également mis en évidence la présence de tobermorite qui est un silicate de calcium hydraté de type I [79]. Selon Yu et al et Mitchell et al [86,87], la tobermorite est un silicate de calcium hydraté (C-S-H) issu de la réaction d'hydratation du C₃S et du C₂S du ciment. Sa formation partielle consécutive à la réaction pouzzolanique entre la kaolinite et la portlandite est aussi plausible.

Ces différentes phases sont généralement mises en évidence par des analyses thermiques ou par spectroscopie infrarouge par transformée de Fourier (IRTF). En ce qui concerne les analyses thermiques (**Figure 1-15**), une première phase endothermique peu marquée située autour de 150 °C est attribuée à la déshydroxylation de la tobermorite et de l'ettringite [88] et une phase autour de 385 °C qui est relatif à la déshydroxylation de la portlandite pendant l'hydratation du ciment. Par contre, ces valeurs indiquées pour la déshydroxylation de l'ettringite et de la portlandite sont différentes de celles généralement rencontrées sur d'autres matériaux cimentaires [89,90].

Sur les spectres IR (**Figure 1-16**) des terres stabilisées au ciment, la calcite est identifiée par les bandes situées autour de 1470 cm⁻¹ et 877 cm⁻¹ [91] tandis que la présence de la tobermorite est confirmée par la bande à 670 cm⁻¹ [92].

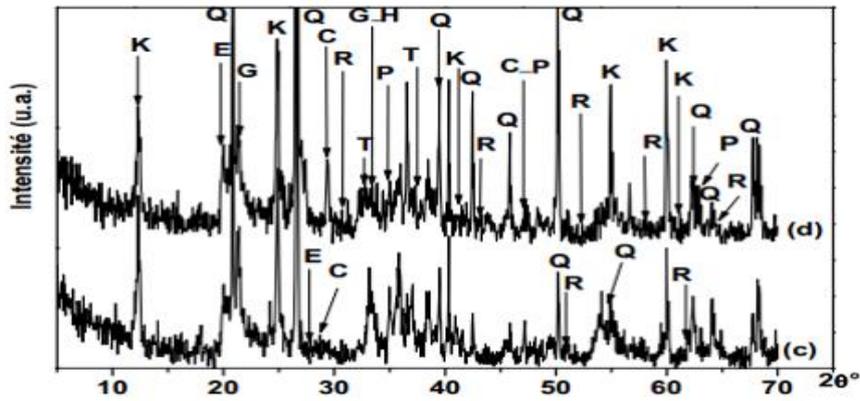


Figure 1-14 : Diffractogrammes de terres stabilisées au ciment (c : 3 % et d : 8 % de ciment). K : Kaolinite ; I : Illite, Q : Quartz ; G : Goethite ; H : Hématite ; T : Tobermorite ; E : Ettringite ; P : Portlandite ; C : Calcite ; R : Rankine [79]

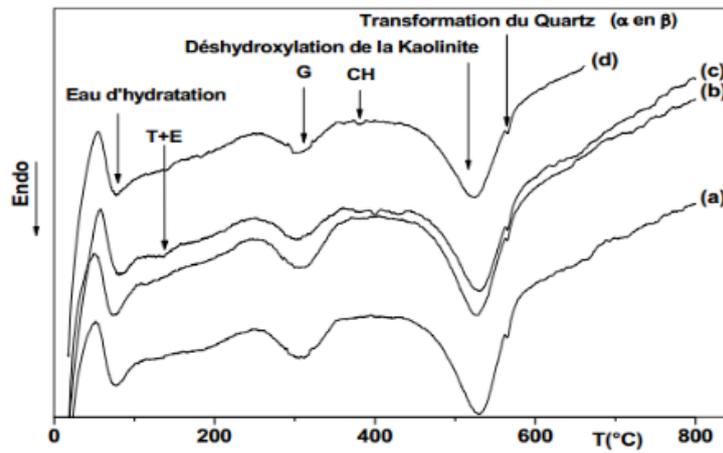


Figure 1-15 : Analyses thermiques de terres stabilisées au ciment (a : 0% ; b : 2 % ; c : 3 % ; d : 8 % de ciment). G : Goethite ; CH : Portlandite ; E : Ettringite ; T : Tobermorite [79]

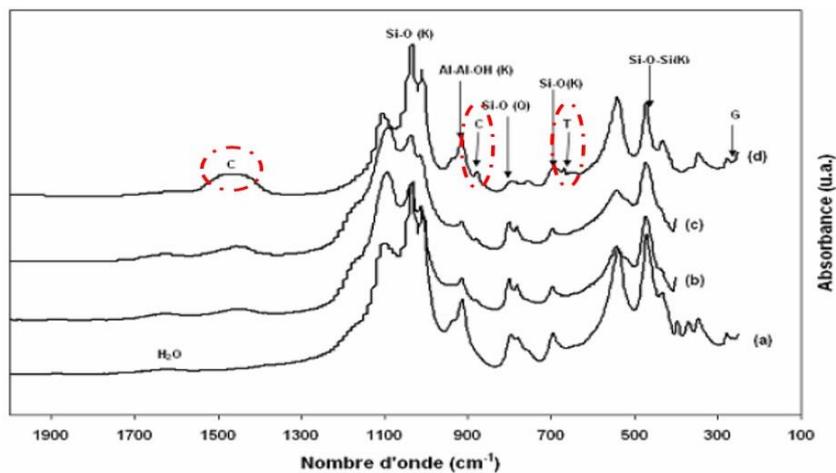


Figure 1-16 : Spectres infrarouges de terres stabilisées au ciment (a : 0% ; b : 2 % ; c : 3 % ; d : 8 % de ciment). K : Kaolinite ; C : Calcite, Q : Quartz ; G : Goethite ; CSH : Silicate de calcium hydraté ; T : Tobermorite [79]

3.4.2. Propriétés structurales

Afin de mettre en évidence l'action du ciment dans le renforcement de la cohésion entre les différents constituants des blocs de terre, Boffoue et al [9] ont procédé à des observations microscopiques (MEB) sur deux structures de terre, une ne contenant pas de ciment (**Figure 1-17.a**) et une autre contenant au moins 3% de ciment (**Figure 1-17.b**). Sur la première observation, les micelles d'argile sont collées les unes aux autres formant une matrice compacte avec des pores par endroits. Par contre sur la seconde, en présence d'eau, les hydrates de ciment se forment. Ces hydrates, composés de plaquettes de portlandite (CH) et de silicates de calcium hydratés (C-S-H) plus ou moins compacts se développent aussi bien dans la matrice argileuse (**Figure 1-17.c**) que dans la zone de contact argile-sable (**Figure 1-17.d**). Leur présence montre qu'il se forme dans les blocs des liaisons argile-ciment et/ou argile-sable-ciment qui renforcent l'aptitude des blocs à résister aux sollicitations mécaniques et physiques. Ce renforcement des liaisons augmente avec la teneur en ciment ce qui explique que les résistances soient plus élevées pour les teneurs en ciment importantes.

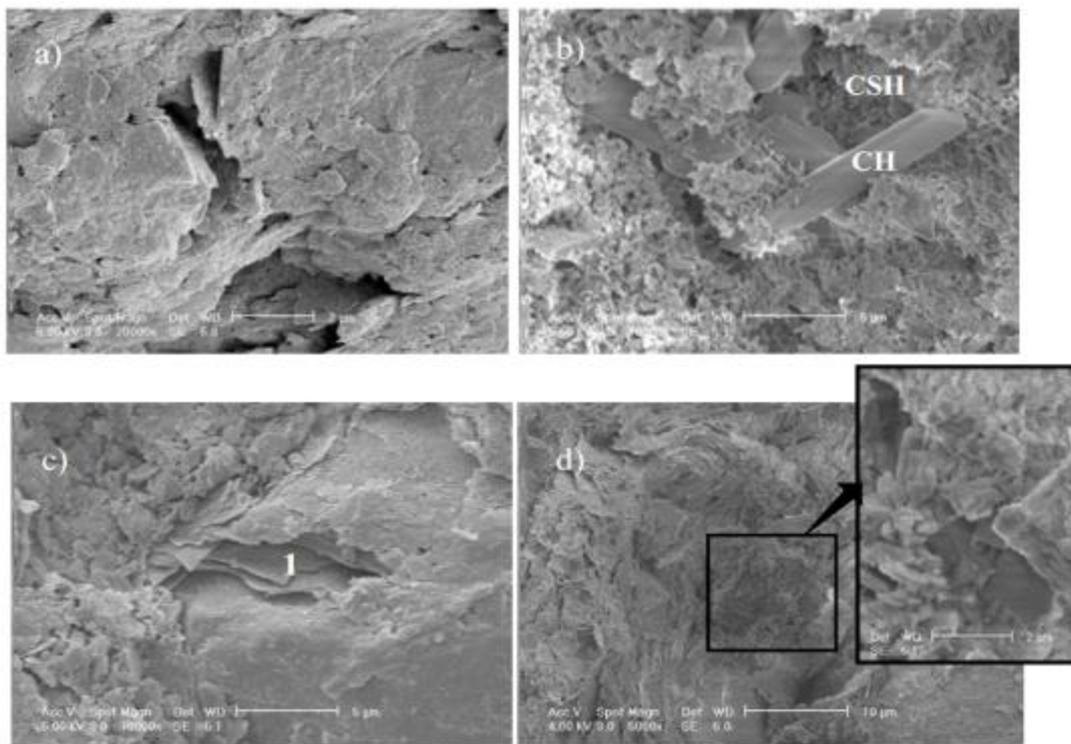


Figure 1-17 : Influence du ciment sur la microstructure des blocs en terre
a) bloc d'argile sans ciment b) bloc d'argile avec ciment hydraté c) bloc d'argile + sable + ciment hydraté et d) matrice argileuse renforcée par les hydrates de ciment [9]

3.4.3. Propriétés physiques

La stabilisation au ciment induit une augmentation de la densité et une diminution de la capacité d'absorption d'eau des briques de terre. Kerali [4] a montré à travers ses résultats (**Figure 1-18**) que l'ajout du ciment dans le mélange du sol améliore la densité sèche et conduit à une faible capacité d'absorption d'eau des BTC. Cependant l'amélioration est plus importante avec l'augmentation de la contrainte de compactage. Les meilleurs résultats de densité sèche et de faible capacité d'absorption des BTC ont été obtenus avec un taux de stabilisation d'environ 11 % en ciment (en moyenne 2150 kg/m³ en densité sèche et 5 % de capacité d'absorption d'eau) pour une contrainte de compactage de 10 MPa.

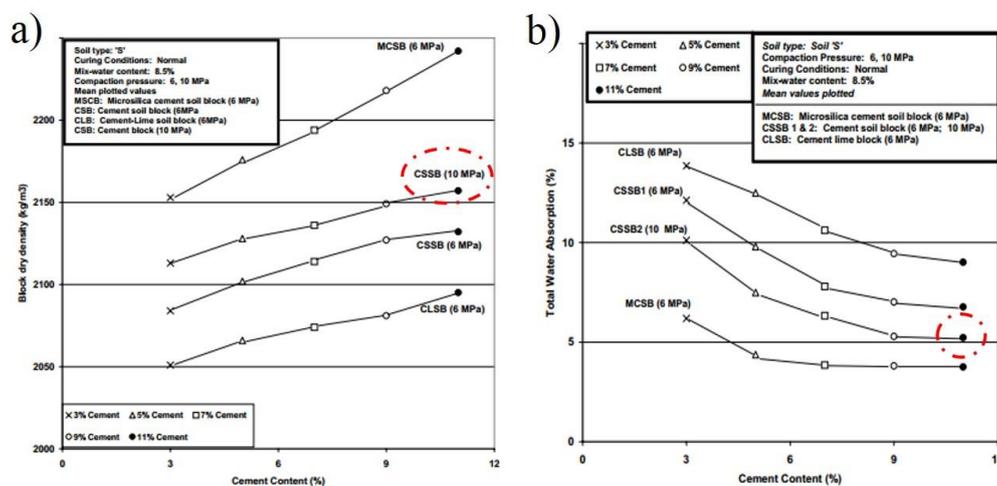


Figure 1-18 : Densité sèche (a) et capacité d'absorption d'eau (b) des BTC [4]

3.4.4 Propriétés mécaniques

La stabilisation des BTC au ciment augmente nettement leur résistance en compression. Taallah [77], qui a étudié l'effet de la stabilisation au ciment sur la résistance des sols avec différentes teneurs en ciment, a constaté que la résistance en compression augmentait avec la teneur en ciment selon une fonction linéaire, mais cette amélioration de la résistance en compression peut, suivant le sol traité, évoluer différemment avec la teneur en ciment. Par ailleurs, Meukam [74] a aussi montré (**Figure 1-19**) une croissance de la résistance en compression avec l'augmentation du taux de ciment. La meilleure résistance en compression (~ 10 MPa) a été obtenue avec un taux de 10 % de ciment pour une cure de 28 jours. Kerali [4], pour sa part, a également montré une corrélation de la résistance à la compression sèche (sans immersion) et humide (après immersion) des briques en terre avec la teneur d'adjonctions du ciment (**Figure 1-20**). Les valeurs moyennes des résistances à la compression sèche se situaient entre 2,70 et

12,30 MPa, contre 1,43 à 8,99 MPa pour la compression humide, lorsque la teneur en ciment variait de 3 à 11 %.

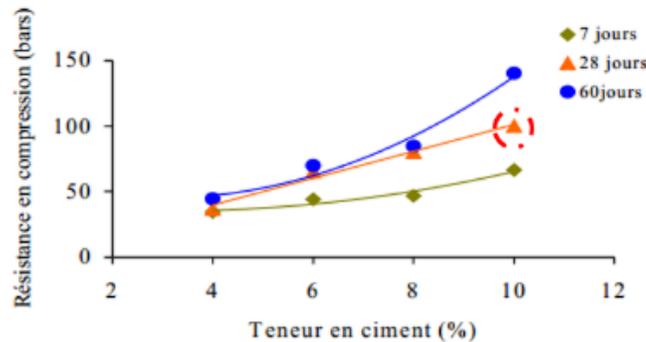


Figure 1-19 : Résistance à la compression des BTC selon la teneur en ciment [74]

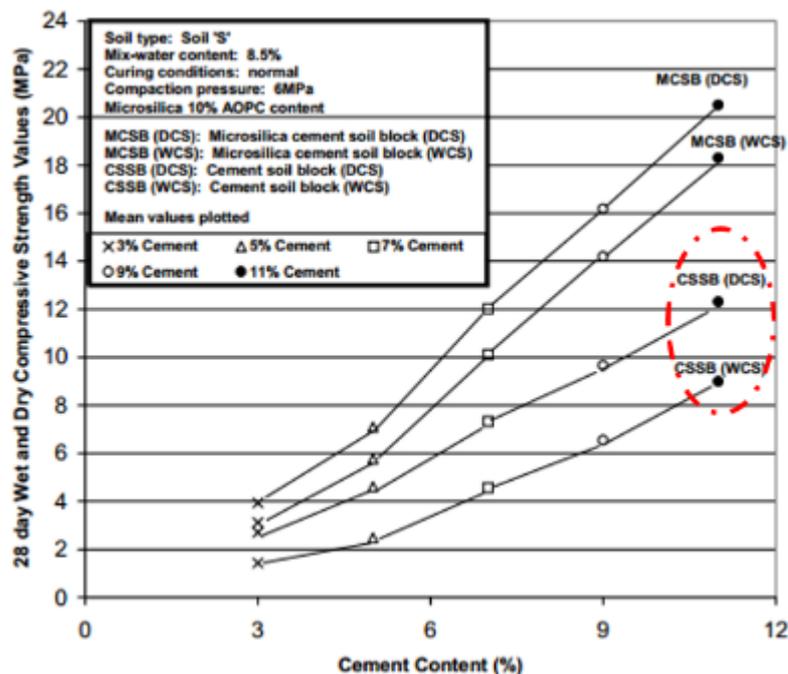


Figure 1-20 : Résistance à la compression sèche et humide des BTC en fonction de la teneur en ciment [4]

3.4.5 Propriétés thermiques

L'ajout du ciment à la brique en terre influe sur ses propriétés thermiques, notamment la conductivité et la diffusivité thermique. Ces paramètres varient en fonction de la teneur en ciment, mais également en fonction des éléments constitutifs du matériau, de la teneur en eau, de la température et de la porosité [9]. La **Figure 1-21** présente la variation de ces paramètres thermiques des briques en terre stabilisées au ciment en fonction de la teneur en ciment et de la teneur en eau des matériaux [74].

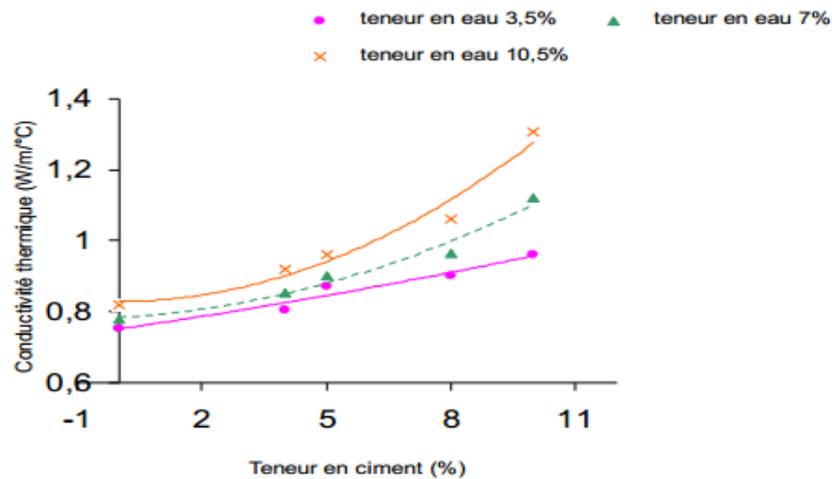


Figure 1-21 : Variation de la conductivité thermique des BTC en fonction de la teneur en ciment pour différentes teneurs en eau [74]

La conductivité thermique croît avec l'augmentation de la quantité du ciment. Meukam et al. [6] expliquent ce phénomène par le fait que le ciment, constitué de fines, réduit le nombre de pores remplis d'air dont la conductivité thermique est relativement faible. Par ailleurs, pour Boffoue et al. [9], l'augmentation de la conductivité thermique en fonction de la teneur en ciment est liée au renforcement des liaisons entre constituants (argile et sable), par les composés C-S-H et portlandite, qui conduit à la formation d'une structure interne continue et homogène (diminution de la porosité en quantité ou en taille). Cette structure sera donc favorable au transfert de la chaleur, ce qui explique l'augmentation de la conductivité thermique.

IV. Conclusion

Ce chapitre avait pour objectif, à partir de la littérature disponible, de passer en revue les connaissances actuelles dans le domaine des liants géopolymères et des briques en terre comprimées (BTC). Les différentes matières premières entrant dans l'élaboration de ces deux principaux matériaux, le processus d'élaboration ou de production, les principales propriétés et les paramètres influençant les propriétés de ces deux types de matériaux ont fait l'objet de plusieurs études antérieures.

Il apparaît clairement que le phénomène de géopolymérisation est complexe. Nous sommes en présence de plusieurs types de matériaux, des phases amorphes et cristallines, d'intermédiaires réactionnels qui ne sont pas clairement identifiés, de structures microscopiques non déterminées.

Néanmoins, les études antérieures ont permis un certain nombre d'avancées sur la connaissance des propriétés des liants géopolymères. Des modèles théoriques ont été proposés pour rendre

compte des mécanismes réactionnels de la géopolymérisation notamment le modèle de Glukhovsky qui comprend trois étapes (déconstruction, polymérisation et la stabilisation) et le modèle de Duxson et al qui fait appel à cinq étapes (dissolution, équilibre de spécification, gélification, réorganisation et la polymérisation). Même si à notre connaissance, très peu de travaux expérimentaux ont fait appel à ces modèles, ils constituent des outils intéressants pour établir des liens entre les caractéristiques microscopiques et les propriétés macroscopiques. Plusieurs auteurs ont déterminé les propriétés d'usage (mécaniques et physiques) des liants géopolymères. Nous exploiterons ces résultats en terme de méthodologie et à des fins de comparaison avec nos propres résultats.

S'agissant des BTC, il ressort de la littérature que la latérite et la terre argileuse sont les matrices principales des BTC. Cependant, dans le contexte du Burkina faso, la latérite est la matrice la plus utilisée en raison de la disponibilité des gisements importants. Elle doit être soigneusement et préalablement caractérisée afin d'éviter les mauvaises terres (terre végétale, terre trop argileuse pour la stabilisation au ciment, etc.) pour la production des BTC.

Au vu de cette synthèse bibliographique, il apparaît que très peu d'études ont porté sur l'association des BTC et liants géopolymères. Pourtant, ce composite peut d'une part, constituer une alternative aux matériaux cimentaires pour résoudre le problème d'habitats décents accessibles et respectueux de l'environnement, et d'autre part servir de système modèle pour la compréhension fine de la géopolymérisation.

CHAPITRE II : MATERIELS ET METHODES EXPERIMENTALES

I. Introduction

Ce chapitre présente les principaux dispositifs expérimentaux de caractérisation utilisés pour réaliser les objectifs de cette thèse. Nous distinguons les analyses minéralogiques, les techniques physico-chimiques, les méthodes microstructurales et les techniques physico-mécaniques et thermiques. Les expériences ont été réalisées dans trois laboratoires : le Laboratoire Eco-Matériaux de Construction (LEMC) de 2iE à Kamboinssé, le Laboratoire des Matériaux et Durabilité des Constructions (LMDC) de l'INSA et de l'Université Paul Sabatier de Toulouse et le laboratoire MATÉriaux: Ingénierie et Science (MATEIS) de l'INSA de Lyon.

II. Techniques de caractérisation physico-chimiques

2.1 Composition chimique des matières premières

Les compositions chimiques des matières premières sont déterminées dans le but de quantifier les différents éléments chimiques en pourcentage massique de leurs oxydes. Cela nous permet également d'identifier les éléments majeurs présents dans chacun des matériaux étudiés.

La préparation des échantillons à analyser est effectuée par fusion de la poudre d'échantillon avec le métaborate de lithium (LiBO_2) suivi de leur dissolution dans l'acide nitrique. Les éléments mis en solution sont ensuite dosés par spectrométrie d'émission optique à plasma à couplage inductif - ICP-OES (Inductively Coupled Plasma- Optical Emission Spectrometry) de type Perkin Elmer TM optima 7000 DV équipé d'un capteur CCD (**Figure 2-1**).



Figure 2-1 : ICP-OES de type Perkin Elmer TM optima 7000 DV

2.2 Granulométrie des matières premières par diffraction laser

Dans le choix des matériaux de base, et pour appréhender la cinétique de la dissolution intervenant dans la synthèse des géopolymères, la taille des particules est fondamentale et doit

être connue. La détermination de ce paramètre physique des échantillons a été effectuée à l'aide d'un granulomètre par diffraction laser de type CILAS piloté par le logiciel Size Expert qui permet le traitement informatique des résultats.

Une masse d'environ 1 g de poudre à analyser est mise en suspension dans une solution d'éthanol (400 ml) contenue dans la cuve ultrasons de l'analyseur. L'essai consiste à envoyer le rayon laser à travers les particules de matériau dispersé. Chaque particule va diffracter le rayon selon un angle qui dépend de son propre diamètre (grosseur de la particule) : les grosses particules diffractent la lumière selon un angle faible, tandis que les petites particules diffractent le rayon selon un angle plus grand. Les particules diffusent le faisceau incident et les lentilles de Fourier permettent la focalisation vers un même point du plan de détection du faisceau diffusé. Cette technique permet la mesure de tailles comprises entre 0,05 et 100 μm .

2.3 Méthode BET de mesure de surface spécifique des matières premières

La méthode consiste à déterminer le volume d'azote liquide nécessaire pour former une monocouche de molécule de ce gaz à la surface de l'échantillon. A partir de la quantité d'adsorbant, de la dimension des molécules adsorbées et de leurs possibilités d'arrangement de leurs positions, la surface du solide responsable de l'adsorption est évaluée en utilisant le modèle de calcul dit de BET [93].

Les mesures de surface spécifique sont obtenues avec un appareil Micrometrics de type Gemini VII 2390. Le gaz utilisé est l'azote et les mesures sont effectuées à 77 K, température à laquelle l'azote est liquide. Avant chaque mesure, les échantillons sont dégazés à 200 °C afin d'éliminer les molécules d'eau à la surface du support. Les échantillons sont classiquement placés dans une cellule de mesure plongeant dans l'azote liquide.

2.4 Détermination de masse volumique absolue des matières premières

La masse volumique des solides constituant chaque poudre d'échantillon est déterminée par un pycnomètre à hélium de type Accupyc 1330 de Micromeritics (**Figure 2-2**). Ce dispositif mesure la quantité ou le volume de gaz déplacé dans une cellule de mesure. Les volumes de cellule et d'expansion sont supposés à la pression ambiante (P_a). La pression est contrôlée lors du remplissage de la chambre contenant l'échantillon (P_1) puis après ouverture sur une seconde chambre vide dite d'expansion (P_2), la variation de pression permet de déterminer le volume de la phase solide. L'application de la loi de Mariotte permet de calculer ce volume selon l'équation (2-1) :

$$V_s = \frac{V_c - V_{exp}}{\frac{P_1 - P_a}{P_2 - P_a} - 1} \quad \text{équation (2-1)}$$

Avec :

- ✓ V_s : le volume des grains solides de l'échantillon (cm^3)
- ✓ V_{exp} : le volume d'expansion (cm^3)
- ✓ V_c : le volume de la cellule de mesure (cm^3)
- ✓ P_a : la pression ambiante (Pa)
- ✓ P_1 : la pression de la cellule d'échantillon (Pa)
- ✓ P_2 : la pression de la cellule d'expansion (Pa)

La masse de l'échantillon soumis à l'essai étant préalablement mesurée et connaissant le volume, la masse volumique absolue est calculée par l'équation (2).

$$\rho_s = \frac{m}{V_s} \quad \text{équation (2-2)}$$

Avec :

- ✓ ρ_s : la masse volumique absolue de l'échantillon d'essai (g/cm^3).
- ✓ m : la masse de l'échantillon (g)
- ✓ V_s : le volume des grains solides de l'échantillon (cm^3)



Figure 2-2 : Pycnomètre à hélium pour la mesure de masse volumique absolue des échantillons

2.5 Analyses thermiques

2.5.1 Analyse thermique différentielle couplée à l'analyse thermogravimétrique (ATD/ATG)

Ces analyses permettent de mettre en évidence les changements d'état physico-chimiques des composés soumis à des variations de température. Ces changements peuvent être exothermiques ou endothermiques. L'analyse thermique différentielle mesure l'évolution de la

différence de température entre l'échantillon et un corps témoin inerte, indiquant ainsi les différents phénomènes thermiques. Le couplage avec l'analyse thermogravimétrique, mesurant les pertes de masses en fonction de la température, permet de caractériser les différents pics du signal (température et type d'échange thermique).

Cette technique a été utilisée pour les analyses thermiques des matières premières argileuses ainsi que les échantillons de géopolymères synthétisés. Les analyses thermiques couplées (ATD/ATG) des matières premières et des matériaux synthétisés ont été effectuées à l'aide d'un appareil de marque Setsys Evolution configuré pour fonctionner jusqu'à 1050 °C avec une vitesse de 10 °C/min sous balayage d'air sec (100 ml/min). La masse d'échantillons soumise à cette analyse est de 50 mg. Celle-ci est placée dans un creuset d'alumine. La correction de la ligne de base du signal est effectuée par un essai à blanc réalisé sur le creuset vide. Les données sont ensuite traitées avec le logiciel "SETSOFT".

2.5.2 Calorimétrie Différentielle à Balayage

La calorimétrie différentielle à balayage (*en anglais Differential Scanning Calorimetry ou DSC*) est une technique d'analyse thermique qui mesure les différences échanges de chaleur entre un échantillon soumis à l'analyse et une référence (par exemple l'alumine, mais peut aussi être de l'air). La courbe obtenue montre la chaleur émise ou absorbée par le matériau en fonction de la température et fournit des informations sur les transitions de phase notamment :

- ✓ la température de transition vitreuse (T_g) des polymères et des verres métalliques,
- ✓ la température et les enthalpies de réaction de fusion et de cristallisation.

Cette technique a été utilisée pour la caractérisation des échantillons de BTC produits. Les analyses ont été réalisées sur un appareil de type NETZSCH STA 449F3 (**Figure 2-3**) sous une atmosphère d'argon entre 30 et 1100 °C. Une quantité comprise entre 10 à 30 mg d'échantillon dont la taille maximale des particules n'excède pas 80 µm a été soumise à l'essai. La vitesse de montée de la température était de 10 °C/min.



Figure 2-3 : ATG Netzsch QMS 403C et DSC Netzsch STA 449F3

III. Méthodes de caractérisations structurales et microstructurales

3.1 Diffraction des rayons X (DRX)

Les propriétés minéralogiques des matières premières et des matériaux synthétisés ont été déterminées à l'aide des analyses par diffraction des rayons X, destinées à la détermination des phases cristallines des échantillons soumis à ces analyses. Cette technique d'analyse est fondée sur l'interaction entre les rayons X et la matière. Lorsque la longueur d'onde (λ) d'un rayonnement incident est du même ordre de grandeur que les distances interréticulaires (d_{hkl}) d'un cristal ou d'une poudre, il y a interaction rayonnement-matière suivant la relation de Bragg (Figure 2-4) :

$$2d_{hkl}\sin\theta = n\lambda \quad \text{Equation 2-3}$$

Avec

- ✓ d = distance interréticulaire (Å)
- ✓ θ = demi-angle de déviation (moitié de l'angle entre le faisceau incident et la direction du détecteur) (rad)
- ✓ n = ordre de réflexion (nombre entier)
- ✓ λ = longueur d'onde des rayons X (Å)

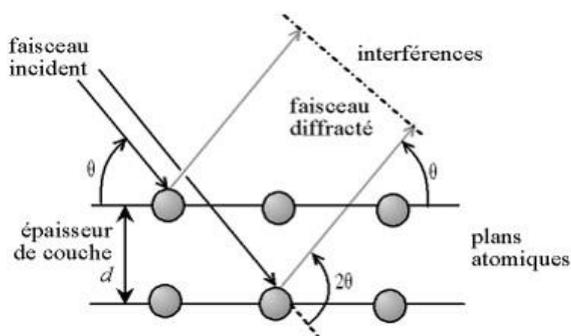


Figure 2-4 : Schéma de la méthode de Bragg pour la diffraction de rayons X

Les diffractogrammes des poudres d'échantillons présentés dans cette étude ont été obtenus sur deux types de diffractomètres. Le premier qui avait été utilisé est de type Siemens D5000 opérant par réflexion du rayonnement $K\alpha$ du cobalt ($Co K\alpha$, $\lambda = 1.789\text{\AA}$) avec une gamme d'analyse comprise entre 4° à 70° pour des diagrammes de 55 minutes avec des pas de 0.04° chaque 2 s. Le second diffractomètre utilisé est de type Brucker - D8 Advance, utilisant la radiation $K\alpha$ du cuivre ($Cu K\alpha$, $\lambda = 1,54056\text{\AA}$) et un monochromateur arrière en graphite. La gamme d'analyse est comprise entre 5° et 75° avec un pas de $0,04^\circ$ et un temps d'acquisition de 2 s. Les analyses ont toutes été réalisées sur les poudres préalablement broyées à $80\text{ }\mu\text{m}$ et placées dans un porte-échantillon rotatif. Les phases cristallines des diffractogrammes obtenus ont été identifiées par comparaison avec les standards PDF (Powder Diffraction Files) de ICDD (International Centre for Diffraction Data) couplés dans un logiciel dénommé "EVA".

3.2 Spectroscopie Infrarouge par transformée de Fourier (IRTF)

Les spectres infrarouges des différents matériaux de base et des matériaux synthétisés ont été effectués au moyen d'un spectromètre de type Perkin Elmer L125000P Frontier. Ce type de caractérisation est basé sur le phénomène d'absorption qui se produit lorsqu'un rayonnement infrarouge traverse le matériau à étudier. Celui-ci est alors absorbé sélectivement, en fonction des vibrations excitées dans l'échantillon. En effet, chaque molécule ou groupement constituant le matériau possède des niveaux de vibrations correspondant à des énergies précises. Lorsque la molécule est excitée à son énergie de vibration propre, elle absorbe l'énergie incidente, permettant ainsi l'étude des différentes liaisons présentes dans le matériau. Deux modes de fonctionnement sont possibles avec cet appareil, le mode ATR (Attenuated Total Reflectance) et le mode en transmission. Dans le cas d'une utilisation en mode transmission, des pastilles sont réalisées par pressage uniaxial à 6 bars à partir d'un mélange contenant une quantité de 190 mg de KBr et de 1,5 mg de produit à étudier. Dans le cas d'une utilisation en mode ATR, la poudre de l'échantillon à analyser, d'une masse d'environ 50 mg à 1 g, est simplement déposée sur un substrat de diamant suivi d'une compaction. Les acquisitions sont ensuite réalisées entre 600 et 4000 cm^{-1} avec une résolution de 4 cm^{-1} . Le dispositif est piloté par le logiciel "SPECTRUM", également utilisé pour le traitement des données. Les spectres obtenus sont ensuite corrigés à l'aide d'une ligne de base et normalisés.



Figure 2-5 : Spectroscopie infrarouge (type Perkin Elmer L125000P Frontier)

3.3 Microscopie électronique à balayage (MEB)

La Microscopie Electronique à Balayage (MEB) permet d'étudier les propriétés microstructurales et la morphologie des différents matériaux synthétisés, notamment les liants géopolymères. C'est l'une des méthodes pour observer des surfaces jusqu'à une échelle nanométrique. Le fonctionnement du microscope électronique à balayage est basé sur l'interaction forte entre les électrons secondaires émis et rétro diffusés qui permettent de reconstituer l'image de la surface de l'objet en haute résolution. Les échantillons soumis à cette analyse peuvent être issus de fractures ou préalablement polis, le polissage étant réalisé à sec (en utilisant d'abord des disques abrasifs puis ensuite des disques de polissage ayant des revêtements de carbure de silicium) pour éviter toute réaction supplémentaire.

En ce qui concerne notre étude, deux MEB ont été utilisés. Une première série d'observations a été réalisée en utilisant un microscope électronique à balayage de type Jeol JSM-6700F (**Figure 2-6.a**) sur des échantillons métallisés après leur polissage. Ce MEB était également équipé d'un système complet de microanalyse (détecteur EDS) pour l'analyse chimique et la cartographie de certains échantillons. L'EDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) a permis également la quantification massique des oxydes. La deuxième série d'observations morphologiques a été effectuée avec un MEB de type Zeiss Supra 55VP (**Figure 2-6.b**) qui utilise une source d'électrons dont l'émission de champ est de type Schottky. Il est muni d'un amplificateur de faisceau de manière à optimiser les performances optiques d'électrons à toutes les tensions d'accélération. En outre, sa colonne optique n'a pas de croisements et utilise une lentille d'objectif magnétique pour réduire au minimum les imperfections de faisceau à basse tension en réduisant l'aberration chromatique. Les sections polies des échantillons sur lesquels ce type de dispositif est utilisé n'ont pas été métallisées. Aucune analyse chimique élémentaire ou quantitative par EDS n'a été faite avec ce type de MEB.

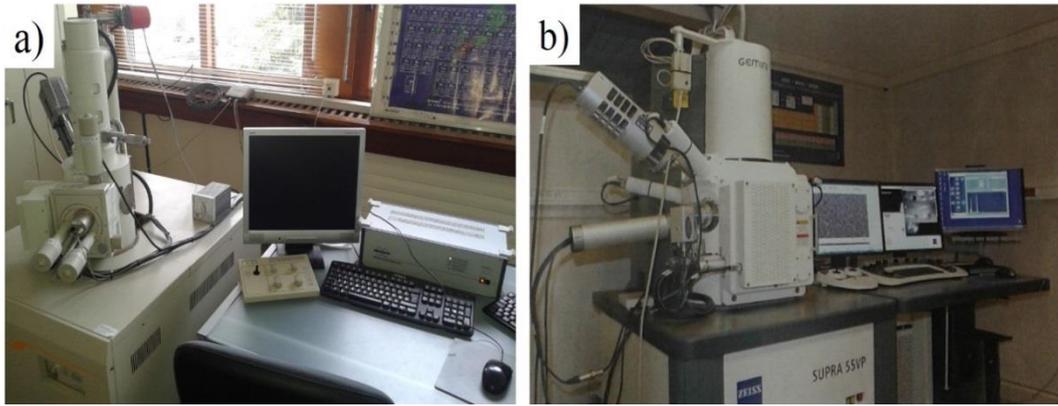


Figure 2-6: MEB de type Jeol JSM-6700F (a) et de type Zeiss Supra 55VP (b)

IV. Détermination de quelques propriétés d'usage

4.1 Propriétés physiques

4.1.1 Porosité et densité

Il existe trois types de porosité : la porosité accessible à l'eau ou porosité ouverte, la porosité fermée et la porosité totale. Seule la porosité accessible à l'eau des échantillons de géopolymères et des BTC a pu être évaluée pendant cette étude.

Noté ε (%), ce paramètre physique des échantillons a été déterminé selon la norme française NF P18-459 [94]. Le principe de la méthode consiste à saturer le réseau poreux du matériau avec un liquide ayant une densité connue (l'eau a été utilisée dans cette étude), puis procéder à la détermination de trois pesées sur chacun des échantillons soumis à l'épreuve. Ceci permet d'évaluer la porosité accessible à l'eau (ε) et la masse volumique apparente (ρ) des différents échantillons en utilisant les équations (2-4) et (2-5) :

$$\rho = \frac{M_{sec} * \rho_e}{(M_{sat.air} - M_{sat.eau})} \quad \text{équation (2-4)}$$

$$\varepsilon = 100 * \frac{M_{sat.air} - M_{sec}}{(M_{sat.air} - M_{sat.eau})} \quad \text{équation (2-5)}$$

Avec :

- ✓ ε : porosité accessible à l'eau (en%)
- ✓ ρ : masse volumique apparente de l'échantillon sec (g/cm^3)
- ✓ $M_{sat.eau}$: masse de l'échantillon saturé dans l'eau (g)
- ✓ $M_{sat.air}$: masse de l'échantillon saturé dans l'air (g)

- ✓ M_{sec} : masse de l'échantillon séché à 105 °C (g), chaque échantillon ayant été séché dans un four à 105 °C jusqu'à ce qu'il atteigne un poids stable (une différence de moins de 0,1 % entre 2 pesées à l'intervalle de 24 heures)

4.1.2 Absorption capillaire et saturation par immersion

a Absorption capillaire

Les différents échantillons synthétisés dans cette étude peuvent être soumis à des phénomènes alternés d'absorption et de désorption. L'absorption est un phénomène physique par lequel un liquide migre de l'extérieur vers l'intérieur d'un milieu poreux grâce à un phénomène de remontées capillaires. Elle entraîne un gain de masse du matériau. Cependant, l'absorption n'est possible que si les capillaires du réseau poreux communiquent pour permettre le transfert de l'eau. L'essai d'absorption d'eau est destiné à déterminer la quantité d'eau absorbée par capillarité par les échantillons.

Les essais ont été réalisés uniquement sur les échantillons de BTC en s'inspirant du protocole AFPC-AFREM [95]. Ils consistent à mesurer l'accroissement de la masse de l'éprouvette placée dans un récipient dont le niveau d'eau est à 1 cm au-dessus de la face inférieure de l'éprouvette. En pratique, cette condition est obtenue en disposant les échantillons sur un lit de gravillons et en les immergeant sur une profondeur de 1 cm environ.

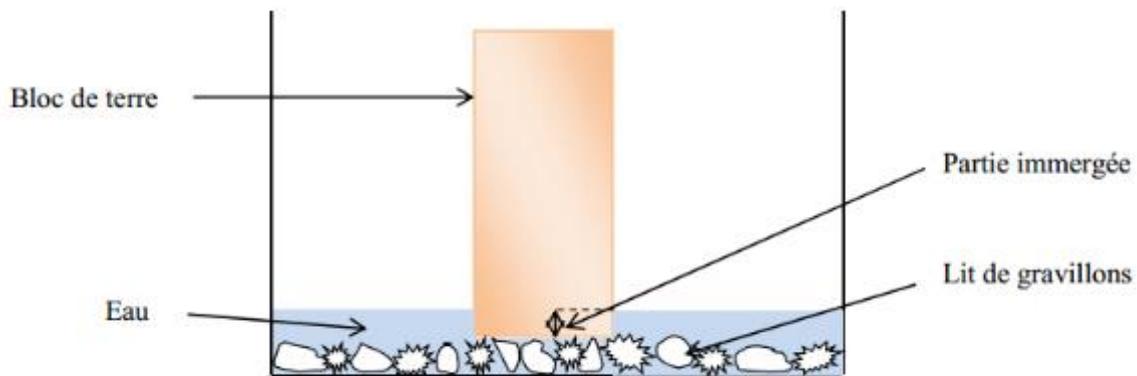


Figure 2-7 : Dispositif de détermination de la capillarité des échantillons de BTC

L'absorption en eau par capillarité est alors mesurée par pesée en fonction du temps. Le coefficient d'absorption est déterminé par l'équation (2-6) :

$$C_{ac} = \frac{m_h - m_{sec}}{S_h} \quad \text{équation (2-6)}$$

Avec :

- ✓ C_{ac} : coefficient absorption par capillarité (g / m²),
- ✓ m_h : masse de l'éprouvette humide après absorption d'eau (g),
- ✓ m_{sec} : masse de l'éprouvette séchée à 105° C (g),
- ✓ S_h (m²) : section de l'éprouvette en contact avec l'eau (m²),

b Saturation par immersion

L'essai consiste à saturer l'éprouvette par absorption d'un liquide (eau) dans le milieu poreux de l'échantillon. Ainsi, l'éprouvette est totalement immergée dans l'eau et l'accroissement de sa masse est déterminée par simple pesée pendant des intervalles de temps donnés jusqu'à saturation.

Cet essai d'absorption a été réalisé selon la norme NF EN 14617-1 [73] sur les blocs de dimensions 14×14×9,5 cm³. La teneur en eau du matériau est ensuite déterminée par l'équation (2-7). Cet essai ne concerne que les échantillons de BTC.

$$H_p = \frac{m_h - m_{sec}}{m_{sec}} * 100 \quad \text{équation (2-7)}$$

Avec :

- ✓ H_p : teneur en eau (%),
- ✓ m_h : masse de l'éprouvette humide après absorption d'eau (g),
- ✓ m_{sec} : masse de l'éprouvette séchée à 105 °C (g).

4.1.3 Essai de sensibilité au risque d'érosion ou essai d'Atkinson sur les BTC

La sensibilité au risque d'érosion, encore appelé comportement hydrique des échantillons de BTC ou encore essai d'Atkinson, a été évaluée à travers un essai dénommé "test de dispersivité" [96]. Les échantillons de BTC de dimensions réduites (parallélépipèdes 6×3×3 cm³) ont été immergés chacun dans un bécher contenant 300 ml d'eau désaérée et laissés dans l'atmosphère ambiante du laboratoire pendant 72 heures. Le comportement de ces échantillons en présence d'eau est évalué visuellement et trois cas sont possibles :

- ✓ l'échantillon est intact et entouré d'eau claire : le matériau est non dispersif et doué de cohésion,
- ✓ on constate un effondrement de l'échantillon, mais l'eau environnante est claire : le matériau est non dispersif et sans cohésion,
- ✓ les grains quittent la surface, l'échantillon est effondré et l'eau est trouble : le matériau est dispersif et sans cohésion.

4.2 Propriétés mécaniques

4.2.1 Résistance en compression

a. Mesure des résistances en compression des échantillons de liants géopolymères

La caractérisation mécanique des différents échantillons de liants géopolymères a été faite par mesure de la résistance en compression sur des éprouvettes de dimensions $4 \times 4 \times 8 \text{ cm}^3$ (éprouvettes de dimensions $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ cassées en deux après un essai de flexion 3 points) à 14 jours. Ne sont présentées dans la suite de ce document que les valeurs en compression, les résultats de flexion de ces liants géopolymères sont en effet trop faibles, souvent en dessous des limites de détection de la presse.

Ces essais de compression ont été réalisés à l'aide d'une presse hydraulique de type CONTROLAB avec une capacité maximale de 2000 kN et un taux de chargement de 0,25 kN/s. L'échantillon est placé entre les plateaux de la presse (**Figure 2-8**) et l'essai consiste à soumettre l'éprouvette à deux forces axiales opposées. Pour chaque type de formulation du liant géopolymère, au moins trois échantillons ont été testés. La résistance en compression est le rapport entre la charge de rupture et la section transversale de l'éprouvette, calculée selon l'équation (2-8) :

$$R_c = 10 * \frac{F_r}{S} \quad \text{équation (2-8)}$$

Avec :

- ✓ R_c : résistance en compression (MPa)
- ✓ F_r : force de rupture (kN)
- ✓ S : surface de contact de l'échantillon avec la plaque de la presse (cm^2)



Figure 2-8 : Dispositif d'essai de compression des liants géopolymères

b. Mesure des résistances en compression des échantillons de BTC

On s'est intéressé également à déterminer la résistance en compression des échantillons de BTC de dimensions $14 \times 14 \times 9,5 \text{ cm}^3$ par le biais d'une presse hydraulique (ETI - PROETI) avec une capacité de 300 kN et un taux de chargement de 0,5 kN/s. La résistance en compression de ces échantillons est la propriété mécanique la plus déterminante pour le choix des types de matériaux constituant les murs d'un bâtiment. Cet essai mécanique permet de déterminer deux types de résistances, la résistance à la compression sèche et la résistance à la compression humide.

En ce qui concerne la résistance en compression sèche, elle permet de déterminer la résistance nominale en compression simple des briques de terre comprimées selon la norme XP P 13-901 [97]. Il s'agit de soumettre un échantillon constitué de deux blocs superposés à une compression simple jusqu'à la rupture (**Figure 2-9**), la résistance en compression de ces échantillons étant alors déterminée à travers l'équation (2-8) citée ci-dessus.

Du fait que les constructions sont souvent exposées aux agressions des eaux de pluie, aux remontées capillaires voire à l'immersion en cas d'inondation, il est important de comprendre le comportement mécanique des BTC à l'état humide afin de connaître leurs caractéristiques minimales dans les conditions les plus défavorables. C'est ainsi qu'est née l'idée de la résistance en compression humide. C'est un essai identique à celui de la résistance en compression sèche, excepté le fait que les échantillons soumis à cette épreuve sont préalablement immergés complètement dans l'eau durant deux heures. Ils sont par la suite soumis à une charge monotonement croissante jusqu'à la rupture. La résistance à la compression est déterminée selon la même équation (2-8).



Figure 2-9 : Dispositif d'essai de compression sur les échantillons de BTC

4.2.2 Mesure des résistances à la flexion trois points des échantillons de BTC

La résistance à la flexion trois points détermine la résistance à la traction indirecte et l'aptitude à la déformation d'un matériau sur deux appuis avec une application de l'effort à mi-distance. Ces essais ont été réalisés sur des échantillons de dimensions 29,5x14x9,5 cm³ avec une presse de type CONTROLAB d'une capacité maximale de 160 KN permettant d'appliquer une force de flexion (F_r) au milieu de l'échantillon (**Figure 2-10**) jusqu'à la rupture complète et à déterminer la valeur de la résistance à partir de la charge de rupture par l'équation (2-9) :

$$R_f = 10 \frac{3*L_0*F_r}{2*b*h^2} \quad \text{équation (2-9)}$$

Avec :

- ✓ F_r : charge de rupture de la brique en (KN)
- ✓ L_0 : distance séparant les deux appuis (cm)
- ✓ b : épaisseur de la brique (cm)
- ✓ h : hauteur de la brique (cm)
- ✓ R_f : résistance à la flexion (MPa)

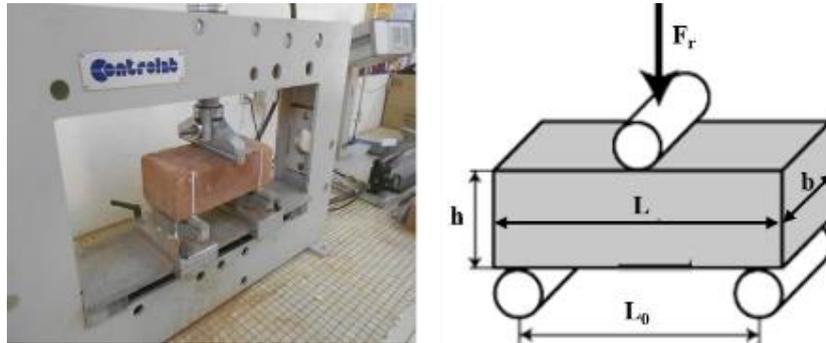


Figure 2-10 : Dispositif d'essai de flexion trois points sur les échantillons de BTC

4.2.3 Module de Young

Le module de Young dynamique (E_D) des différents échantillons synthétisés (BTC) est déterminé par la méthode des vitesses ultra-sons basée sur la transmission d'une onde ultrasonore dans les éprouvettes (milieu granulaire compacté). En fonction de la taille des pores, l'onde se propage avec une vitesse (V) qui dépend de la dimension des pores. Une fois la vitesse obtenue et en prenant un coefficient de poisson (ν) de 0,15 [7], le module de déformation dynamique E_D est calculé selon l'équation (2-10).

L'appareil utilisé pour la mesure de la vitesse ultrason est le Pundit Lab Plus de marque PROCEQ. Il est constitué d'un générateur d'ultrason et de deux transducteurs piézométriques

(émetteur et récepteur) que l'on fixe de part et d'autre de l'éprouvette (**Figure 2-11**) soumis à cet essai (dimensions de $14 \times 14 \times 9,5 \text{ cm}^3$ pour les échantillons de BTC).

$$E_D = \frac{[V * \rho * (1 + \nu)(1 - 2\nu)]}{(1 - \nu)} \quad \text{équation (2-10)}$$

Avec :

- ✓ E_D : module de Young dynamique (GPa)
- ✓ V : vitesse de propagation de l'onde (m/s)
- ✓ ν : coefficient de poisson
- ✓ ρ : masse volumique apparente de l'échantillon sec (g/cm^3)



Figure 2-11 : Dispositif d'essai pour la détermination du module de Young sur les échantillons de BTC

4.3 Propriétés thermiques

4.3.1 Mesure des propriétés thermiques des liants géopolymères

La conductivité thermique est la seule propriété thermique mesurée sur les échantillons de liant géopolymère. La méthode du fil chaud a été adoptée pour la mesure de cette caractéristique thermique (**Figure 2-12**). Elle consiste à appliquer une puissance constante sur un fil électrique immergé dans l'échantillon dont nous voulons mesurer la propriété. L'augmentation de la température du fil est mesurée en fonction du temps. Pendant le temps où la perturbation n'a pas atteint les autres faces c'est-à-dire tant que l'hypothèse du milieu infini est valide, on peut supposer que le transfert dans l'échantillon autour du fil est radial. La modélisation de ce transfert de chaleur permet de calculer l'évolution de la température au centre de l'échantillon. Une méthode d'estimation choisie de façon à minimiser l'écart entre les courbes théoriques et expérimentales nous permet d'évaluer la conductivité thermique.

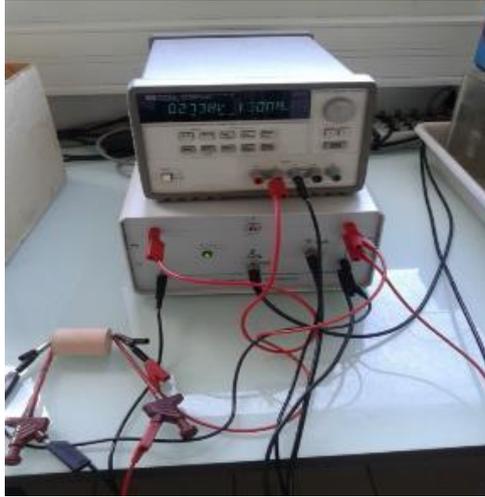


Figure 2-12 : Mesure de la conductivité thermique des liants géopolymères par la méthode du fil chaud

L'équation de transfert de chaleur est basée sur la loi de Fourier qui exprime le flux thermique par diffusion proportionnelle au gradient de température ($grad(T)$) :

$$q = -\lambda * grad(T) \quad \text{équation (2-11)}$$

Avec :

- ✓ λ : conductivité thermique (W/m^2)
- ✓ q : flux thermique (W)

En supposant qu'il n'y a aucun transfert de matière, l'équilibre de la conservation de l'énergie d'un volume élémentaire donne l'équation (2-12) :

$$\frac{\partial}{\partial t}(\rho C_p T) - div(q) = Q \quad \text{équation (2-12)}$$

Avec :

- ✓ ρ : la masse volumique (g/cm^3)
- ✓ C_p : capacité thermique ($J/m^3 \cdot K$)
- ✓ Q : production de chaleur volumique, par unité de Q

La Substitution de la loi de Fourier dans l'ancienne équation conduit à l'équation (2-13) :

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} - div(\lambda \cdot grad(T)) = Q \quad \text{équation (2-13)}$$

En faisant référence aux conditions aux limites, cette équation permet de résoudre tous les problèmes de transfert de chaleur. Pour un problème unidimensionnel, en supposant une

conductivité thermique constante et en introduisant la diffusivité thermique (D) selon l'équation (2-14), l'équation (2-13) subit alors une simplification pour donner lieu à l'équation (2-15).

$$D = \frac{\lambda}{\rho C_p} \quad \text{équation (2-14)}$$

Avec :

✓ D : diffusivité thermique (m²/s)

$$\frac{\partial T}{\partial t} - D \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} = Q \quad \text{équation (2-15)}$$

La technique du fil chaud, appliquée ici pour la mesure de la conductivité thermique des échantillons géopolymères, peut être traduite par des descriptions mathématiques. La méthode consiste à considérer un fil électrique immergé dans un échantillon cylindrique de diamètre suffisamment grand pour être considéré comme infini. Le fil est ainsi considéré comme un réservoir thermique linéaire situé au centre de l'échantillon. La production de chaleur constante dissipe radialement dans l'échantillon. Du fait de la symétrie du système, et en considérant que l'échantillon est suffisamment long, le problème peut être considéré comme unidimensionnel. La variation de la température $T(r, t)$ dépend des constantes ρ, C_p et la longueur L .

Le réservoir de chaleur (fil chaud) est considéré comme linéaire de longueur infinie et de rayon nul. En outre, le rayon de l'échantillon soumis à cet essai est également considéré infini. La température initiale est égale à 0 d'où $T(r, 0) = 0$. On peut montrer que la solution peut être administrée par une série selon l'équation (2-16) :

$$T(r, t) = \frac{P}{4\pi\lambda L} \left[-\gamma - \ln\left(\frac{r^2}{4Dt}\right) + \frac{r^2}{4Dt} - \frac{1}{4}\left(\frac{r^2}{4Dt}\right)^2 + \dots \right] \quad \text{équation (2-16)}$$

Avec :

✓ P : puissance dissipée dans le fil (W)

Pour les valeurs de $\left(\frac{r^2}{4Dt}\right)$ proche de 0 (d'où $r = 0$ et pour t assez grand), on peut considérer le premier terme de la série comme une bonne approximation de la solution selon l'équation (2-17) suivante :

$$T(r, t) = \frac{P}{4\pi\lambda L} \left[-\gamma - \ln\left(\frac{r^2}{4Dt}\right) \right] \quad \text{équation (2-17)}$$

La courbe de la variation de température en fonction de $\ln t$ définit une ligne droite de pente directement liée à la conductivité thermique (λ). Pour la mesure de la plus haute température,

le choix du métal du fil chaud est critique, car il ne doit pas s'oxyder. Le fil en platine est donc le matériau le plus efficace. Nous appliquons un courant constant I dans le fil. Le potentiel électrique à la fin de l'échantillon soumis à l'essai est ensuite mesuré pour calculer la puissance dissipée P et la résistivité du fil, qui présente une dépendance linéaire avec la température selon l'équation (2-18) :

$$\rho(T) = A.T + B \quad \text{équation (2-18)}$$

Par ailleurs, il existe plusieurs causes d'erreurs qui sont entre autres :

- ✓ le rayon du fil est non nul, bien qu'il l'ait été supposé lors de la résolution du premier terme de la série,
- ✓ le calcul de la résistivité est fait en supposant que le fil est de section cylindrique, bien qu'il puisse être partiellement aplati lors de la mise en œuvre de l'échantillon d'essai,
- ✓ la jonction n'étant pas parfaite, un peu de chaleur peut être transférée par convection,
- ✓ le contact entre le fil et l'échantillon à analyser n'étant pas parfait, il existe une résistance de contact. Au début de l'expérience, la variation de température avec $\ln t$ n'est pas linéaire. Cependant, après quelques secondes, la pente n'est pas concernée par cette résistance de contact (**Figure 2-13**),
- ✓ la taille de l'échantillon n'est pas infinie ce qui peut générer des changements de pente dus à cet effet,
- ✓ la commande du générateur de courant n'est pas instantanée. Lors de l'analyse des résultats, il faut être prudent et ne considérer que les points de courant constant.

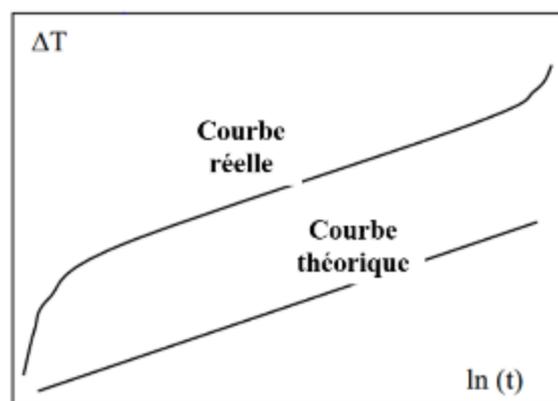


Figure 2-13 : Variation de température en fonction du temps

4.3.1 Mesure des propriétés thermiques des briques de terre comprimées

L'effusivité thermique, la capacité thermique, la diffusivité thermique et la conductivité thermique sont les principales propriétés thermiques mesurées sur les échantillons de briques

en terre comprimée. Elles sont déterminées à l'aide du dispositif DesProTherm (Dispositif d'Estimation de Propriétés Thermiques) dans une salle où la température est régulée à $20\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ et 50 % d'humidité relative.

La mesure de l'effusivité thermique (E) est effectuée sur des échantillons de taille unique ($6 \times 4 \times 2\text{ cm}^3$). Ces dimensions permettent de recouvrir complètement la cellule de mesure et d'éviter que le flux de chaleur ne traverse pas l'échantillon soumis à l'essai ; cette condition est absolument primordiale dans la détermination du paramètre mesuré [98]. Par ailleurs, les mesures de la capacité massique thermique (Cp) se font sur des échantillons ($6 \times 4 \times 1\text{ cm}^3$) permettant au flux de chaleur cette fois-ci de traverser l'échantillon de mesure [98]. Une fois ces deux paramètres obtenus, la conductivité thermique et la diffusivité thermique sont ensuite déterminées en utilisant respectivement les équations (2-19) et (2-20).

$$\lambda = \frac{E^2}{\rho * Cp} \quad \text{équation (2-19)}$$

$$D = \frac{\lambda}{\rho * Cp} \quad \text{équation (2-20)}$$

Avec :

- ✓ E : effusivité thermique ($\text{J/m}^2 \cdot \text{K} \cdot \text{s}^{1/2}$)
- ✓ Cp : capacité massique thermique ($\text{J/m}^3 \cdot \text{K}$)
- ✓ λ : conductivité thermique ($\text{W/m} \cdot \text{K}$)
- ✓ D : diffusivité thermique (m^2/s)
- ✓ ρ : densité apparente

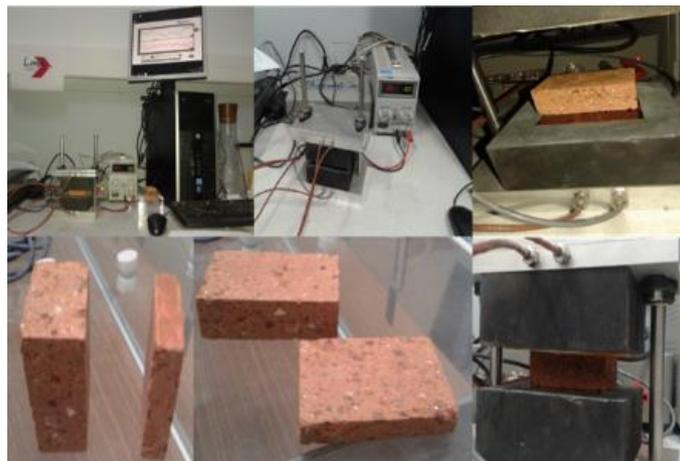


Figure 2-14 : Mesure des propriétés thermiques des échantillons de BTC par DesProTherm

V. Techniques de caractérisation géotechnique de la matrice principale des BTC

5.1 Granulométrie

L'analyse granulométrique est le procédé par lequel on détermine les proportions pondérales des grains de différentes dimensions qui constituent un matériau grenu (gravier, sable, limon et argile). Elle comprend le tamisage humide ou sec et la sédimentation. L'analyse granulométrique par tamisage à sec des grandes particules (5 mm - 80 microns) a été effectuée selon la norme NF P 18-560 [99] et complétée par sédimentométrie pour les particules fines (moins de 80 microns) en conformité avec la norme NF P 94-057 [100].

5.2 Plasticité de la matrice principale

La plasticité de la matière première des BTC est basée sur la détermination des limites d'Atterberg (limite de liquidité L_L et limite de plasticité L_P) selon la norme NF P94-051 [68]. Ces deux valeurs limites sont déterminées respectivement par la méthode de la coupelle de Casagrande et la méthode du rouleau.

5.3 Valeur de bleu de méthylène de la matrice principale des BTC

La quantité, l'activité et le caractère gonflant de la fraction argileuse contenue dans le matériau de base des BTC sont évalués par l'essai au bleu de méthylène (VBS). Cet essai a été effectué selon la norme NF P 94-068 [69].

5.4 Détermination de la teneur en eau optimale de la matrice principale des BTC

La teneur en eau optimale (W_{OPN}) du mélange sec destiné à la production des BTC et les conditions de compactage qui conduit au meilleur compactage possible ont été déterminées par l'essai Proctor normal selon la norme NF P94-093 [101].

Un bref descriptif des essais normalisés est présenté en annexe 1.

VI Conclusion

Lors de la réalisation d'une mesure expérimentale, le principal objectif recherché pendant la phase de mesure est la précision et la fiabilité des résultats. Le choix d'une méthode de mesure va dépendre de plusieurs facteurs dont les plus importants sont entre autres : le coût

d'acquisition et le coût d'entretien du matériel, la disponibilité du matériel, la durée de mesure, la fiabilité des résultats, et la représentativité de l'échantillon de mesure.

Les mesures des différentes caractéristiques ou propriétés des différents matériaux qui seront étudiés dans ce travail de thèse ont été réalisées en utilisant les dispositifs qui étaient disponibles et accessibles au sein des trois laboratoires d'accueil (LEMC, LMDC et MATEIS) pendant ces trois années d'études. Les différents résultats de ces différentes mesures expérimentales seront exposés dans trois principaux chapitres répondant chacun à un objectif spécifique et sont entre autres :

- *Etude de faisabilité de synthèse de géopolymère à base de plusieurs argiles calcinées du Burkina Faso,*
- *Etude de l'influence du type de solution alcaline et de la température sur les caractéristiques minéralogiques et les propriétés d'usage des liants géopolymères,*
- *Etude du procédé de stabilisation des briques de terre comprimées par un liant géopolymère et l'évaluation de leurs performances d'usage par rapport aux briques de terre stabilisées au ciment.*

**CHAPITRE III : ETUDE DE FAISABILITE DE SYNTHESE DE
GÉOPOLYMERES A BASE DE PLUSIEURS ARGILES CALCINEES DU
BURKINA FASO**

I. Introduction

Ce chapitre comprend deux grandes parties. La première partie est consacrée à la présentation des matières premières utilisées dans cette thèse ainsi qu'à leurs propriétés physico-chimiques et minéralogiques que nous avons déterminées. La deuxième porte sur l'étude de faisabilité de synthèse de liant géopolymère à base des matières premières présentées dans la première partie. Les résultats obtenus doivent nous permettre de faire un choix objectif des matières premières les plus adaptées pour ce type d'application.

II. Matières premières

2.1 Présentation des argiles utilisées

2.1.1 Situation des carrières

Le Burkina Faso dispose d'un très grand potentiel en matière de terres argileuses qui pourrait être utilisées pour la fabrication de liant géopolymère. Dans cette étude, six carrières argileuses ont été choisies pour leur richesse en kaolinite, d'après les informations recueillies au Bureau des Mines et de la Géologie du Burkina (BUMIGEB), et pour leur proximité par rapport à Ouagadougou (capitale du Burkina Faso). Ces carrières sont réparties dans trois régions du pays, comme référencé dans le **Tableau 3-1**, et les sites d'exploitation de ces six échantillons d'argile sont présentés sur la **Figure 3-1**.

Tableau 3-1: Carrières d'argile exploitées et leurs distances par rapport à Ouagadougou

Appellation	Provenance	Distance par rapport à Ouagadougou (km)	Région
Argile de Saaba	Carrière de Saaba (Wamtenga)	12	Région du Centre
Argile de Kamboinsé	Carrière de Kamboinsé (Sakoula)	15	
Argile de Sabcé	Carrière de Sabcé (Foulou)	90	Région du Centre Nord
Argile de Tougou	Carrière de Tougou (Faogoudo)	205	Région du Nord
Argile de Selogo	Carrière de Titao (Selogo)	220	
Argile de Kandarfa	Carrière de Titao (Kandarfa)	227	

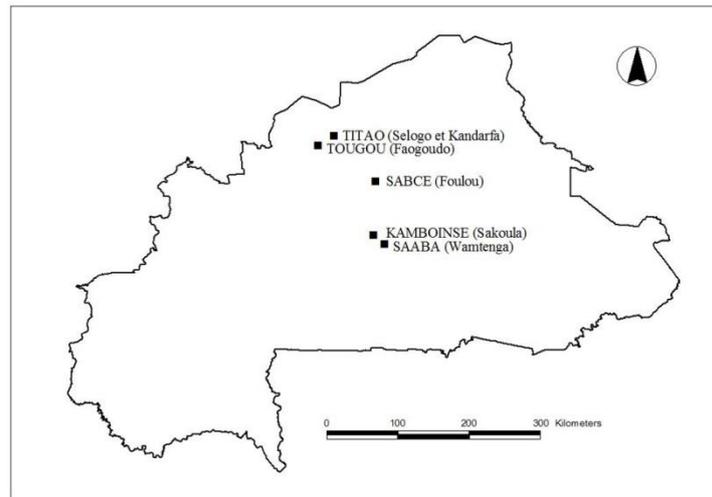


Figure 3-1: Localisation des sites de carrières argileuses utilisées

2.1.2 Préparation des argiles

Les échantillons d'argiles ont été prélevés dans ces différentes carrières par une équipe de trois personnes sous la supervision du technicien du laboratoire LEMC. Six sacs d'échantillons, de masse estimée à 100 kg/sac de chaque carrière, ont été prélevés à une profondeur de 50 cm (échantillonnage à faible profondeur) sur dix sondages implantés dans chaque site de prélèvement. Un mélange des six sacs a été réalisé au laboratoire pour faire un seul échantillon représentatif pour chaque carrière. Ces échantillons ont ensuite été homogénéisés à l'aide d'un échantillonneur, broyés et tamisés à 100 μm . Après la phase d'homogénéisation et de broyage, ces matières premières ont été calcinées pour avoir des échantillons plus réactifs en présence d'une solution alcaline comme l'ont montré les travaux de Najet [102]. En effet, les argiles calcinées comme le métakaolin sont amorphes et présentent une réactivité plus élevée pendant la réaction de géopolymérisation comparée aux argiles non calcinées [102].

Les études antérieures ayant montré que l'intervalle de température de transformation des kaolins en métakaolin était de 600 - 800 $^{\circ}\text{C}$ [103],[104], nous avons opté dans cette étude pour une température de 700 $^{\circ}\text{C}$ pour le traitement thermique des échantillons d'argiles. Le traitement thermique a été fait à l'aide d'un four à moufle à chargement vertical. La procédure de calcination des argiles comporte trois phases successives. La première phase consiste en une montée en température à une vitesse de chauffe de 10 $^{\circ}\text{C}/\text{mn}$, suivie d'une phase durant laquelle la température est maintenue constante (700 $^{\circ}\text{C}$) pendant 3h et, enfin, une phase de refroidissement dans le four. Les aspects des argiles avant et après calcination sont présentés sur la **Figure 3-2**.

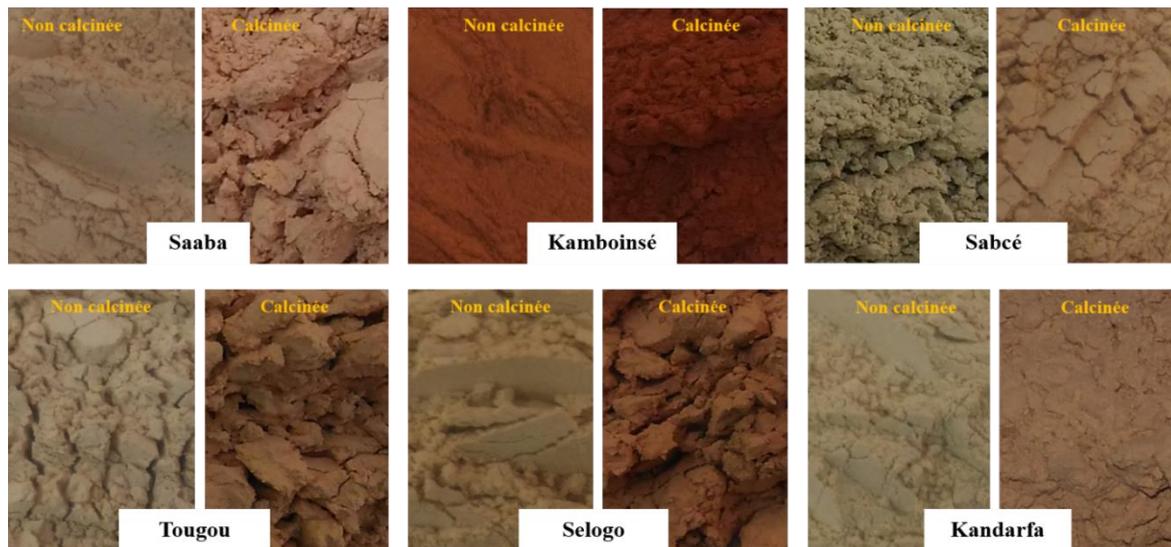


Figure 3-2 : Aspect des échantillons d'argiles brutes non calcinées et des argiles calcinées en fonction du site de prélèvement

2.2 Caractérisations physico-chimiques des matières premières

2.2.1 Caractéristiques physiques

Nous allons étudier dans ce paragraphe certaines propriétés physiques des matières premières : analyse granulométrique, surface spécifique et densité absolue.

Le **Tableau 3-2** présente les propriétés physiques des argiles après calcination. La répartition en taille des particules, déterminée sur ces échantillons par l'essai de granulométrie laser, est présentée sur la **Figure 3-3**. Les courbes présentent les pourcentages cumulés par chaque classe de particules des matériaux étudiés ce qui nous permet d'évaluer pour chaque matériau le diamètre maximum correspondant à 50 % (d_{50}) et 90 % (d_{90}) du volume cumulé des particules. Les résultats obtenus montrent une distribution monomodale quel que soit le type d'argile. En moyenne 50 % des particules des argiles calcinées de Tougou, Selogo et Saaba ont des diamètres inférieurs ou égaux à 10 μm contrairement aux trois autres argiles calcinées où 50 % de leur population est située entre 11 et 16 μm . La distribution granulométrique d'un matériau est un paramètre important qui impacte sur sa réactivité [39], plus les particules sont fines, plus la réactivité de ce matériau est élevée. Les échantillons d'argiles de Tougou, Selogo et Saaba pourraient donc être plus réactifs en présence d'une solution alcaline contrairement aux échantillons provenant des trois autres carrières de Kamboinsé, Kandarfa et Sabcé. Cette hypothèse est nécessaire, mais insuffisante pour conclure sur la réactivité de ces échantillons en présence d'une solution alcaline, car, outre la taille des particules, la réactivité est aussi liée à leur composition chimique et au caractère amorphe de l'aluminosilicate [18,19,35].

Le **Tableau 3-2** présente également les valeurs de la surface spécifique BET ainsi que la densité absolue des six échantillons d'argiles calcinés. Il ressort de ce tableau que les surfaces spécifiques des argiles calcinées Kandarfa, Selogo, Tougou, Kamboinsé et Saaba sont comprises dans l'intervalle de 5 à 20 m²/g, qui serait caractéristique des échantillons kaolinitiques [105], contrairement à celle de Sabcé qui présente une surface spécifique légèrement inférieure à 5 m²/g. Cette faible valeur de la surface spécifique de Sabcé laisse penser que cette dernière contiendrait moins de kaolinite.

La taille des particules et la surface spécifique d'un matériau jouent un rôle très important au cours de la géopolymérisation. En effet, la réaction commence à l'interface particule-liquide [39]. Par conséquent, plus la taille des particules est petite et la surface spécifique élevée, plus le matériau est susceptible de réagir en présence d'une solution alcaline [51]. A cet effet, l'argile de Saaba dont le diamètre d₅₀ est de 10 µm avec la surface spécifique la plus élevée (12,7 m²/g), pourrait être plus réactive en présence d'une solution alcaline comparée aux autres échantillons d'argiles.

Par ailleurs, les densités absolues des argiles étudiées sont quasiment identiques avec une moyenne de 2,65 à l'exception de l'argile de Kamboinsé qui présente une densité légèrement supérieure à cette moyenne avec une valeur de 2,78.

Tableau 3-2 : Propriétés physiques des six échantillons argileux

Matériaux	Caractéristiques physiques des argiles calcinées			
	d ₅₀ (µm)	d ₉₀ (µm)	BET (m ² /g)	Densité absolue
Saaba	10	28	12,74 ± 0,03	2,633 ± 0,005
Kamboinsé	16	49,5	10,00 ± 0,05	2,776 ± 0,001
Sabcé	12	37,8	4,71 ± 0,03	2,674 ± 0,016
Tougou	9	20	9,50 ± 0,05	2,616 ± 0,007
Selogo	9,5	18	9,48 ± 0,01	2,676 ± 0,016
Kandarfa	12	43	7,19 ± 0,04	2,654 ± 0,005

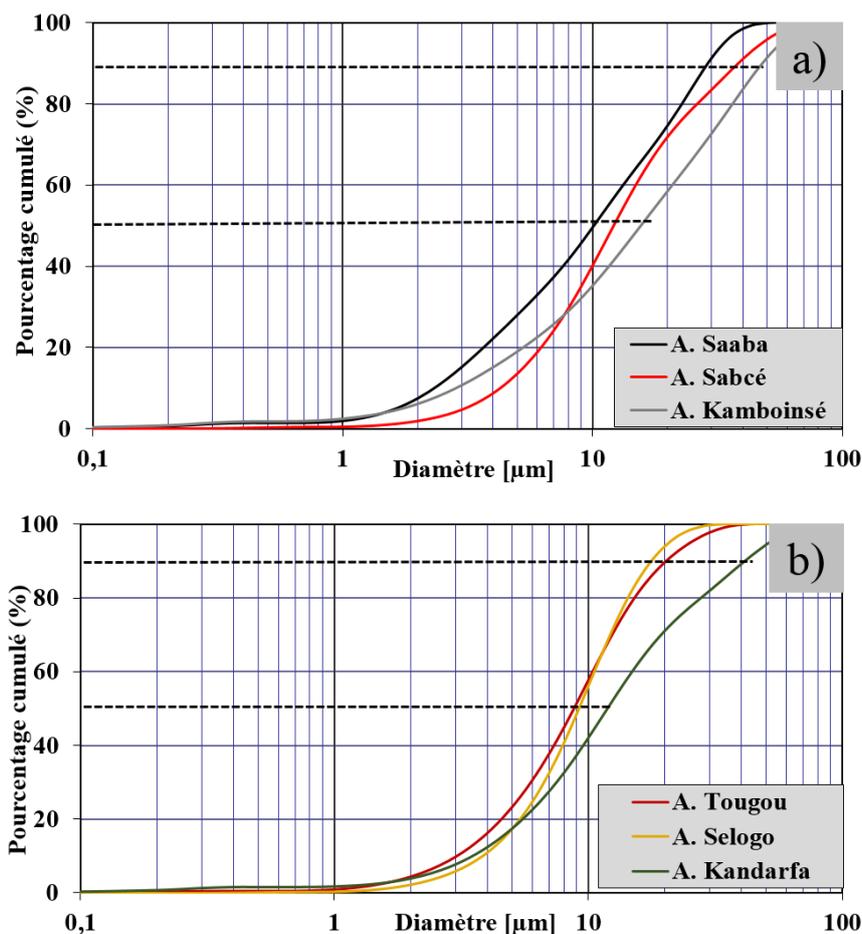


Figure 3-3 : Distribution granulométrique en taille des particules des argiles calcinées
 a) Saaba, Sabcé et Kamboinsé ; b) Tougou, Selogo et kandarfa

2.2.2 Compositions chimiques

Les compositions chimiques des échantillons d'argiles calcinées, exprimées sous forme de pourcentages massiques de leurs oxydes, sont présentées dans le **Tableau 3-3**. Les argiles calcinées sont composées majoritairement de silice et d'alumine. La différence fondamentale entre ces compositions repose essentiellement sur la quantité d'oxyde ferrique (Fe_2O_3), relativement importante (16,5 %) pour l'argile de Kamboinsé. Ce taux élevé de Fe_2O_3 est responsable de la couleur rouge de cette argile (**Figure 3-2**).

L'argile de Sabcé présente des teneurs importantes en K_2O (2,74 %) et Na_2O (3,40 %) alors que l'argile de Selogo n'a qu'une teneur importante en K_2O (4,36 %) et une faible teneur en Na_2O (0,17 %). Par contre, celle de Saaba présente relativement de faibles taux en K_2O (0,11 %) et en Na_2O (0,23 %). Ces teneurs en alcalins traduisent la présence de minéraux argileux.

Tableau 3-3 : Compositions chimiques des échantillons d'argiles calcinées

Composition chimique (ICP) des échantillons d'argiles calcinées		Région du Centre		Région du Centre Nord	Région du Nord		
		Saaba	Kamboinsé	Sabcé	Tougou	Selogo	Kandarfa
Pourcentage massique	SiO ₂	57,85	50,9	65,7	66,6	52,2	67,2
	Al ₂ O ₃	38,3	29	24,9	23,4	32,60	21,7
	Fe ₂ O ₃	2,3	16,5	1,23	1,30	4,73	1,59
	CaO	0,05	0,19	0,14	0,7	0,2	0,7
	K ₂ O	0,11	0,71	3,4	1,70	4,36	1,59
	Na ₂ O	0,23	0,08	2,74	0,04	0,17	1,02
	MgO	0,09	0,26	0,27	0,36	0,73	0,18
	Mn ₂ O ₃	0,01	0,05	//	0,004	0,011	0,006
	TiO ₂	0,09	1,1	1,07	0,78	0,80	0,95
	Cl	0,04	//	//	//	//	//
	SO ₃	//	//	0,02	0,1	0,07	0,07
	P ₂ O ₅	0,02	0,1	0,029	0,09	0,04	0,03
	Cr ₂ O ₃	//	//	//	0,00	0,01	0,02
Perte au feu (%)		1,01	0,91	0,47	1,36	1,19	0,88

2.3 Analyses thermiques des argiles non calcinées

Les six échantillons non calcinés ont été caractérisés par analyses thermiques différentielles (ATD) et thermogravimétriques (ATG). Les thermogrammes présentés sur les **Figure 3-4**, **Figure 3-5** et **Figure 3-6** comportent quelques similitudes, mais aussi des divergences en fonction du type d'argile étudiée.

En termes de similitudes, ces thermogrammes révèlent la présence de trois pics communs dont deux pics endothermiques et un pic exothermique :

- ✓ le premier pic endothermique, situé entre 90 – 115 °C, est attribué à une perte de masse liée au départ d'eau hygroscopique, initialement présente dans les fractions argileuses,
- ✓ le deuxième pic endothermique, situé entre 563 et 586 °C, est relatif à la déshydroxylation de la kaolinite et sa transformation en métakaolinite. Selon la littérature, les températures de déshydroxylation se situent entre 530 et 700 °C [38,104,106]. Les pertes de masse relatives observées entre 450 °C et 900 °C sont respectivement de 12,6 %, 8,8 %, 7,3 %, 6,8 %, 4,35 % et 3,8 % pour les matériaux de Saaba, Kamboinsé, Selogo, Tougou, Kandarfa et Sabcé. Ces valeurs sont inférieures à celles attendues pour une kaolinite pure (13,95 % [107]), indiquant la présence d'autres minéraux associés,

- ✓ le dernier pic exothermique commun, situé entre 960 et 1000 °C, est lié à la réorganisation structurale de la métakaolinite [79].

Par ailleurs, les divergences de ces courbes thermiques résident au niveau de certains pics endothermiques situés autour de 300 °C (argile de Kamboinsé, de Selogo et de Kandarfa) et 705 °C (argile de Kandarfa) où ils seraient respectivement attribués à la transformation de la goethite en hématite et à la déshydroxylation de la paragonite [108,109]. Le pic endothermique autour de 576 °C traduit la transformation du quartz α en quartz β [110].

Les valeurs de perte de masse correspondant à l'accident thermique situé entre 450 à 900 °C de chaque argile ont permis d'estimer la composition en kaolinite de ces échantillons en utilisant les **équations 3-1, 3-2 et 3-3** et les résultats sont présentés dans le **Tableau 3-4**.

$$M_{E.K} = \frac{P \times M_i}{100} \quad \text{équation 3-1}$$

$$M_K = 100 \times \frac{M_{E.K} \times M_{mol.K}}{2 \times M_{mol.H_2O}} \quad \text{équation 3-2}$$

$$\%K = 100 \times \frac{M_K}{M_i} \quad \text{équation 3-3}$$

Avec :

- ✓ M_i : masse initiale de l'échantillon soumis à l'essai (g)
- ✓ P : perte de masse relative de l'échantillon soumis à l'essai (%)
- ✓ $M_{E.K}$: masse d'eau de la kaolinite déshydroxylée (g)
- ✓ M_K : masse de kaolinite (g)
- ✓ $M_{mol.K}$: masse molaire de la kaolinite (g/mol)
- ✓ $M_{mol.H_2O}$: masse molaire de l'eau (g/mol)
- ✓ %K : pourcentage de kaolinite

Les argiles de Saaba, Kamboinsé, Selogo et Tougou, qui ont respectivement des taux de kaolinite de 90,65 %, 63,01 %, 52,03 % et 48,88 %, sont donc plus riches en kaolinite que les argiles de Kandarfa et Sabcé qui en contiennent de faibles taux (respectivement 31,2 % et 27,36 %). La composition minéralogique de chaque type de carrière d'argile sera ultérieurement définie (paragraphe 2.3) à partir des résultats de la composition chimique et de la diffraction aux rayons X.

Les pics endothermiques de tous ces thermogrammes relatifs à la déshydroxylation de la kaolinite étant inférieurs à 700 °C (situés autour de 563-586 °C), cette dernière température adoptée pour le traitement thermique des échantillons doit permettre la transformation totale de la kaolinite en métakaolinite.

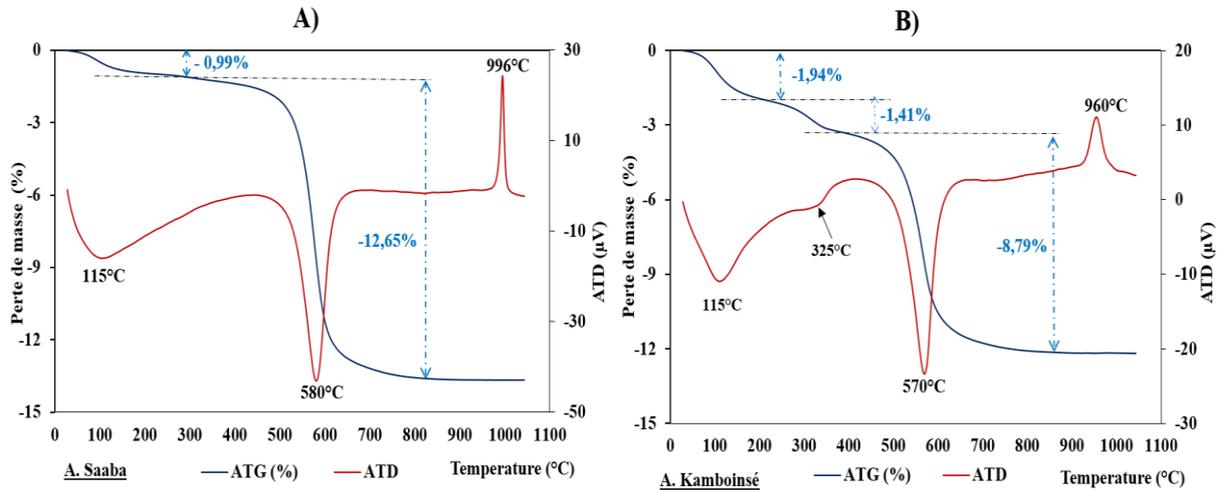


Figure 3-4 : Analyses thermiques des échantillons de Saaba (A) et Kamboinsé (B)

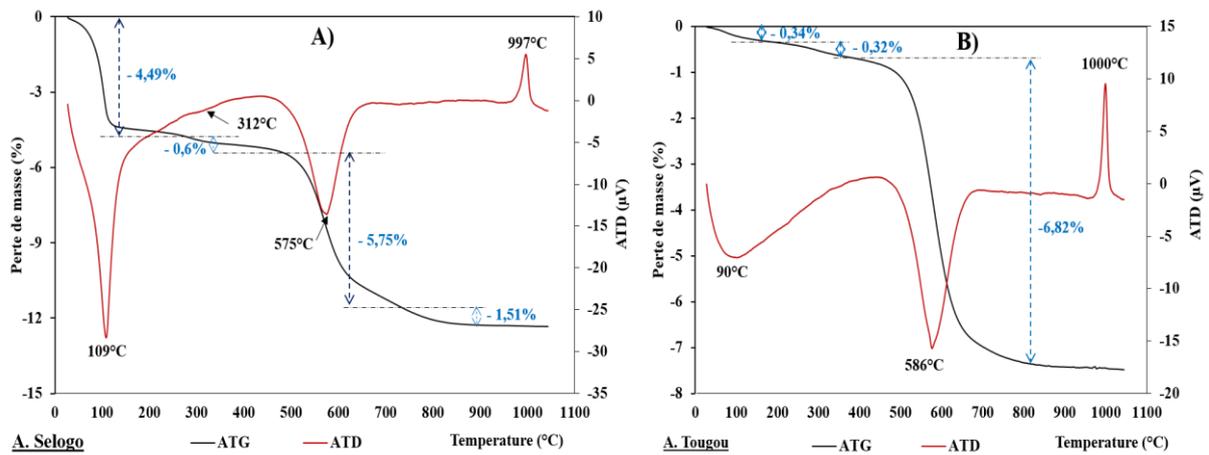


Figure 3-5 : Analyses thermiques des échantillons de Selogo (A) et Tougou (B)

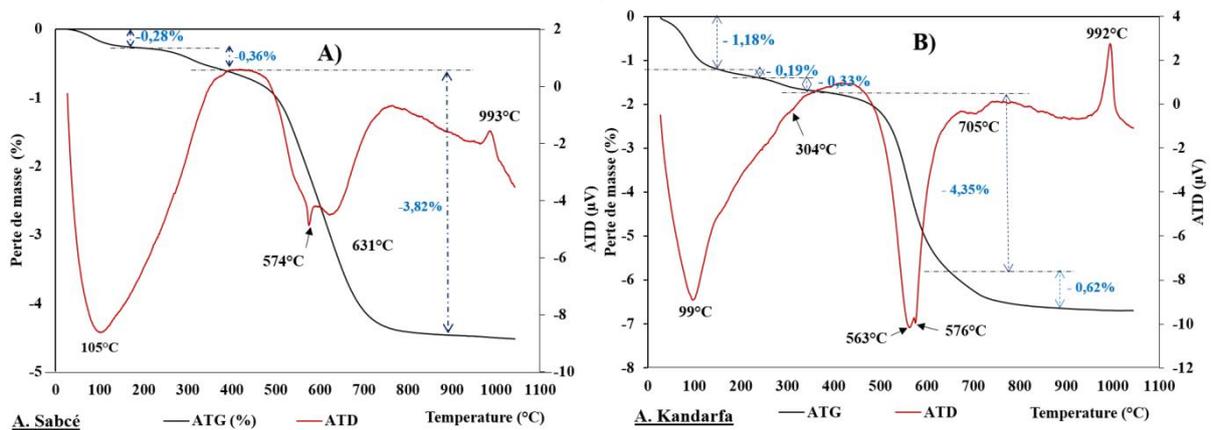


Figure 3-6 : Analyses thermiques des échantillons de Sabcé (A) et Kandarfa (B)

Tableau 3-4 : Estimation du pourcentage massique relatif en kaolinite

Matériaux	Masse initiale soumise à l'essai (mg)	Perte de masse [450 -900] (%)	Masse molaire de la kaolinite (g/mol)	Pourcentage en kaolinite (%)
Saaba	50,02	12,65	258	90,66
Kamboinsé	50,04	8,79		63,00
Sabcé	49,96	3,82		27,38
Tougou	49,98	6,82		48,88
Selogo	50,05	7,26		52,03
Kandarfa	50,05	4,35		31,18

2.4 Caractérisations minéralogiques des matières premières

2.4.1 Diffraction des rayons X

La nature minéralogique des différentes argiles brutes et calcinées des six carrières a été étudiée par diffraction des rayons X. Ces résultats sont présentés sur les **Figure 3-7** à **Figure 3-12**

✓ Argile brute et calcinée de Saaba

Le diffractogramme de la poudre d'argile brute de Saaba (**Figure 3-7**) montre la présence importante des pics de kaolinite et de quartz. Après calcination à 700 °C, le diffractogramme de cette même argile montre la disparition totale des pics de la kaolinite et l'apparition d'un pic large et diffus qui s'étend entre 15 et 40° 2 θ Co K α caractérisant la présence d'une phase amorphe. Cette disparition de pics et l'apparition du halo sont dues à la transformation de la kaolinite en métakaolinite. Le seul minéral cristallisé dans cet échantillon calciné est le quartz qui est associé aux impuretés.

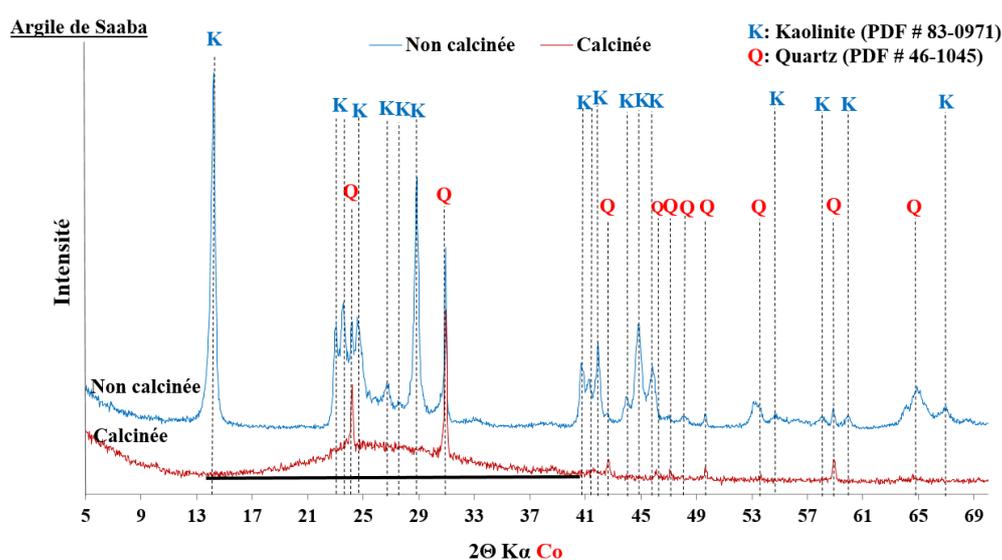


Figure 3-7 : Diffractogrammes des rayons X de l'argile brute et calcinée de Saaba

✓ **Argile brute et calcinée de Kamboinsé**

Le diffractogramme de l'échantillon brut de Kamboinsé (**Figure 3-8**) montre qu'il est essentiellement composé de kaolinite, de quartz et de goéthite. Ces phases minérales sont celles couramment présentes dans les latérites [79]. Après calcination à 700 °C, le diffractogramme ne fait plus apparaître les pics caractéristiques de la kaolinite et de la goéthite (qui s'est transformée en hémатite) alors que les pics du quartz sont toujours présents.

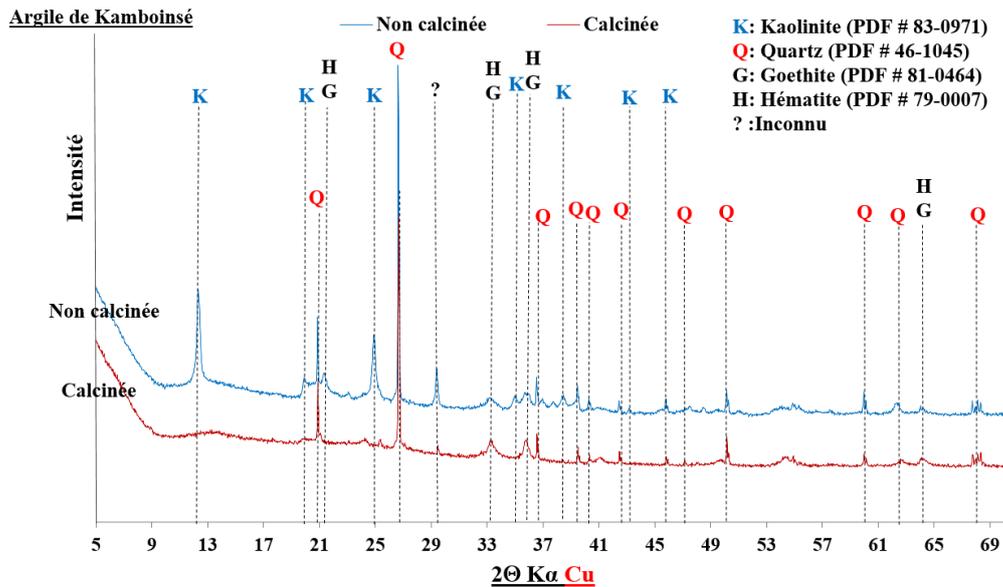


Figure 3-8 : Diffractogrammes des rayons X de l'argile brute et calcinée de Kamboinsé

✓ **Argile brute et calcinée de Sabcé**

La caractérisation par DRX de l'argile brute de Sabcé (**Figure 3-9**) révèle la présence des pics associés aux minéraux tels que la kaolinite, le quartz, la muscovite et la paragonite. Le DRX de cette fraction argileuse calcinée nous fait remarquer l'absence des pics de la kaolinite et de la paragonite, mais la persistance des pics des autres minéraux. La disparition des pics de la kaolinite traduit la transformation de la kaolinite en métakaolinite.

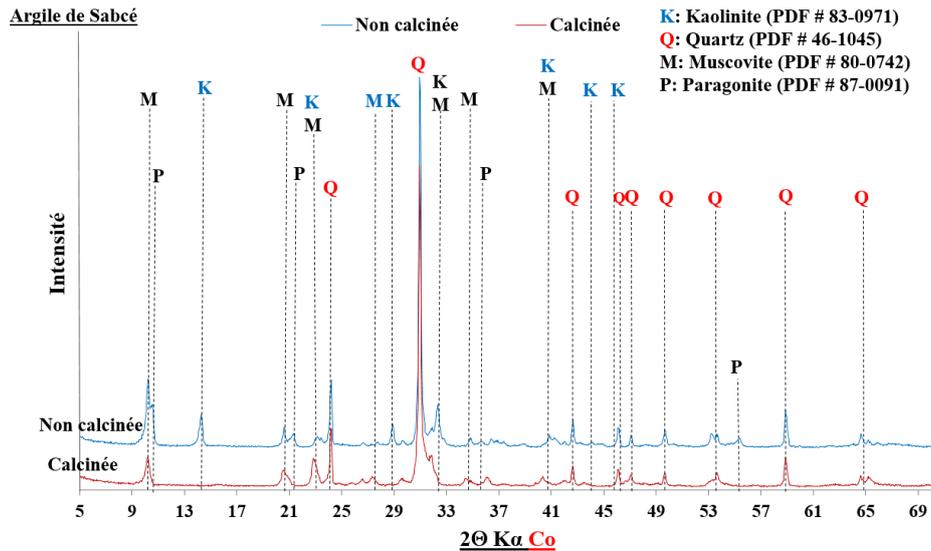


Figure 3-9 : Diffractogrammes des rayons X de l'argile brute et calcinée de Sabcé

✓ Argiles brutes et calcinées de Tougou et de Selogo

Les diffractogrammes des argiles brutes de Tougou et Selogo, respectivement présentés sur les **Figure 3-10** et **Figure 3-11**, sont quasiment identiques à la seule différence des intensités des pics de kaolinite, du quartz, de l'hématite et de la muscovite. Les pics de la kaolinite disparaissent ensuite complètement avec le traitement thermique à 700 °C de ces fractions argileuses.

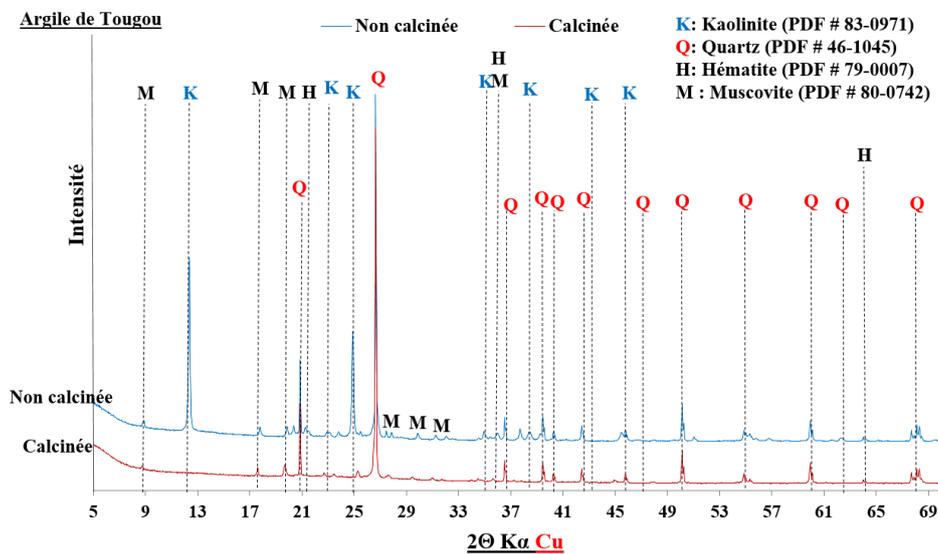


Figure 3-10 : Diffractogrammes des rayons X de l'argile brute et calcinée de Tougou

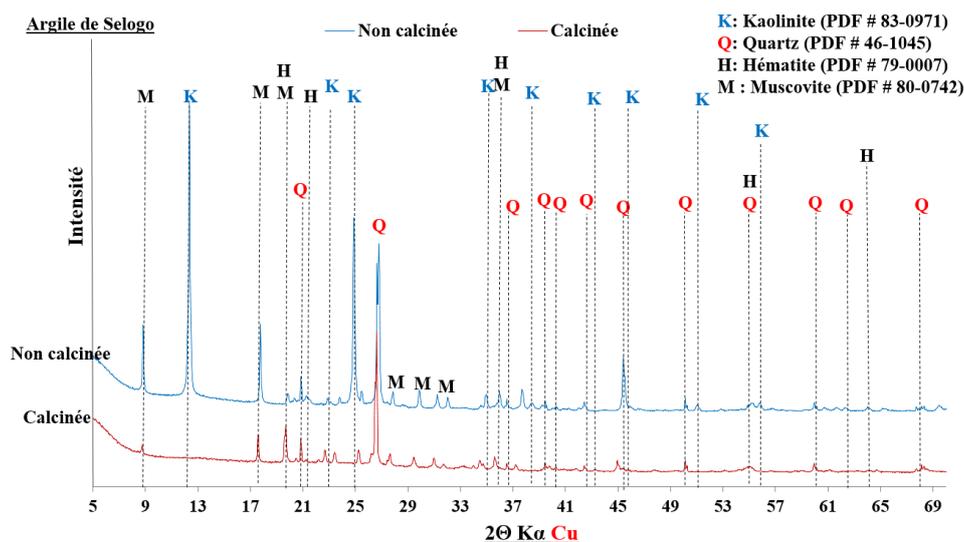


Figure 3-11 : Diffractogrammes des rayons X de l'argile brute et calcinée de Selogo

✓ Argile brute et calcinée de Kandarfa

La caractérisation par DRX de l'argile brute de Kandarfa (Figure 3-12) révèle la présence des pics associés aux minéraux de la kaolinite, du quartz, de la muscovite, de la paragonite et de l'hématite. Le diffractogramme de l'argile calcinée présente les mêmes pics à l'exception de ceux de la kaolinite et de la paragonite.

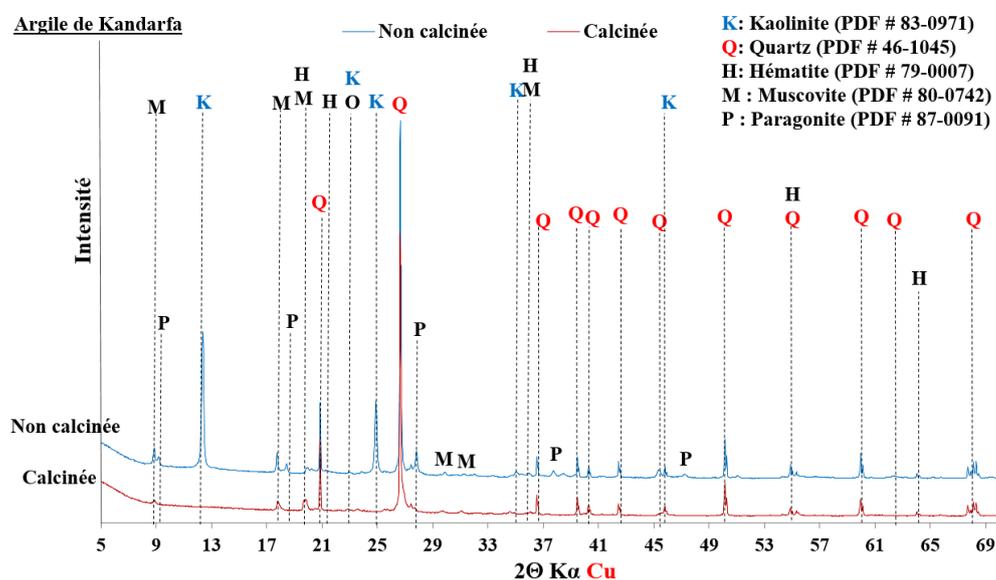


Figure 3-12 : Diffractogrammes des rayons X de l'argile brute et calcinée de Kandarfa

En conclusion, les résultats d'analyse minéralogiques par DRX sur les différentes poudres d'argiles brutes ont montré la présence des minéraux cristallisés communs tels que la kaolinite et le quartz. Il existe également d'autres minéraux cristallisés en fonction de l'origine de chaque échantillon qui les différencient. Il s'agit de l'hématite (Kamboinsé, Selogo, Tougou et

Kandarfa), la muscovite (Sabcé, Selogo, Tougou, Kandarfa) et la paragonite (Sabcé et Kandarfa). La disparition des pics de la kaolinite sur tous les diagrammes de DRX des poudres calcinées traduit la parfaite déshydroxylation de la kaolinite en métakaolinite et l'amorphisation du réseau structurel de ce minéral sous l'effet de la température de calcination [107]. La goéthite se transforme en hématite sous l'effet de la température (au moins 300°C) [111]. Par contre, les pics de cristallinité des autres minéraux à l'exception de la paragonite et de la goéthite demeurent toujours présents et traduisent la faible influence de la température de calcination sur ces minéraux.

Les diffractogrammes des argiles calcinées permettent d'identifier plus ou moins la présence ou non du caractère amorphe d'une partie du matériau. Cela est remarquable pour le diffractogramme de l'argile calcinée de Saaba où nous remarquons la présence d'un halo qui s'étend de 15 à 40° 2 θ Co K α . Par contre, l'absence de ce halo ne signifie pas forcément l'absence d'un caractère amorphe du matériau considéré. Par conséquent, une étude plus approfondie sur la détermination du caractère amorphe des six matériaux argileux calcinés sera menée dans le paragraphe 2.3.3.

2.3.2 Composition approchée ou semi-quantitative des phases minérales cristallisées

La détermination de la composition minéralogique des différents échantillons argileux calcinés est basée sur les résultats combinés de l'analyse chimique et de la diffraction des rayons X. Cela permet d'évaluer les quantités relatives des minéraux contenus dans chaque échantillon étudié en utilisant la relation de Yvon et al [112] reprise par Millogo [79].

$$T(a) = \sum M_i P_i(a) \quad \text{équation 3-4}$$

Avec :

- ✓ T(a) : teneur (oxyde %) en élément chimique "a"
- ✓ M_i : teneur (%) en minéral "i" dans la matière étudiée et contenant l'élément "i"
- ✓ P_i(a) : proportion de l'élément "a" dans le minéral "i"

La méthode de calcul utilise les compositions idéales des différents minéraux identifiés par DRX. A titre d'exemple, le **Tableau 3-5** présente en détail la méthode de calcul de la détermination de la composition minéralogique de l'argile calcinée de Kamboinsé sous l'hypothèse que cet échantillon est exclusivement constitué de 3 minéraux à savoir la métakaolinite (2SiO₂ Al₂O₃ avec une masse molaire de 222 g/mol), le quartz (SiO₂ avec une masse molaire de 60 g/mol) et l'hématite (Fe₂O₃ avec une masse molaire de 160 g/mol) comme énuméré sur le diffractogramme de cette poudre d'argile sur la **Figure 3-8**.

Tableau 3-5 : Méthode de calcul de la composition minéralogique de l'argile de Kamboinsé

Oxyde	Masse molaire (g/mol) [A]	Pourcentage d'oxyde (%) [B]	Nombre de mole [B/A]	Nombre de mole d'oxydes constituant chaque minéral		
				Hématite (Fe ₂ O ₃)	Métakaolinite (2SiO ₂ Al ₂ O ₃)	Quartz (SiO ₂)
SiO ₂	60	50,9	0,848	//	0,569	0,280*
Al ₂ O ₃	102	29	0,284	//	0,2843*	//
F ₂ O ₃	160	16,5	0,103	0,103*	//	//
K ₂ O	94	0,71	0,008	//	//	//
P feu	18	0,91	0,051	0,103	0,569	//
Masse Molaire du minéral (g/mol)				160[#]	222[#]	60[#]
Pourcentage du minéral ([#] ×*)				16,48	63,12	16,78
Total				96,40		

représente la masse molaire du minéral et * le nombre de mole spécifique du minéral

En adoptant ce même principe de calcul sur les autres échantillons d'argiles calcinées étudiés, la composition minéralogique de tous les échantillons a été établie et les résultats sont résumés dans le **Tableau 3-6**.

Tableau 3-6 : Composition minéralogique des six échantillons argileux calcinés

Echantillons\Minéraux	Métakaolinite (%)	Quartz (%)	Hématite (%)	Muscovite (%)	Paragonite (%)
Saaba	83,4	11,5	//	//	//
Kamboinsé	63,1	16,8	16,5	//	//
Sabcé	0,7	36,4	//	27,5	32,2
Tougou	38,9	39,1	1,3	13,7	//
Selogo	40,1	13,8	4,7	35,3	//
Kandarfa	25,0	41,7	1,6	12,9	11,6

L'échantillon de Saaba est le plus riche en métakaolinite (il contient environ 83 % de métakaolinite), suivi de l'échantillon de Kamboinsé avec un taux de 64 %. Les échantillons de Selogo, Tougou et Kandarfa présentent des taux de métakaolinite compris entre 41 et 25 %. Quant à celui de Sabcé, il ne contient que 0,7 % de métakaolinite.

2.3.3 Détermination du caractère amorphe des différentes argiles calcinées

Nous avons remarqué sur les résultats de la DRX (**Figure 3-7** à **Figure 3-12**) que toutes les argiles calcinées ne présentaient pas de halo associé au caractère partiellement amorphe du matériau bien que la disparition des kaolinites ait bien été observée par DRX sur ces argiles calcinées.

La méthode développée par Keyser dans le domaine des céramiques est ici appliquée au cas des argiles, afin de quantifier leur phase amorphe. Cette méthode consiste à suivre la cinétique de dissolution des aluminosilicates amorphes dans une solution d'acide fluorhydrique à 1 % [113]. Sachant que la vitesse de dissolution des composés amorphes est plus rapide que celle des phases cristallines, nous pouvons distinguer ainsi les proportions des phases solubles potentielles. Le mode opératoire consiste à introduire 1 g (masse M_1) de matériau pouzzolanique dans 200 ml de solution d'acide fluorhydrique à 1 %. La solution est gardée pendant 40 minutes puis filtrée sur un papier-filtre sans cendre. Le résidu est mis à l'étuve à 105 °C pendant 24 heures. On obtient ainsi une masse M_2 après étuvage. Le taux de phase amorphe du matériau peut être quantifié à partir de l'équation 3-5.

$$\%Amorphe = \frac{M_1 - M_2}{M_1} \quad \text{équation 3-5}$$

Le **Tableau 3-7** présente les résultats de détermination du caractère amorphe des différentes argiles calcinées étudiées. L'échantillon provenant de la carrière de Saaba contient le taux d'amorphe le plus important (32 %) suivi de celui de Kamboinsé (24 %). Les trois autres échantillons calcinés, notamment ceux de Selogo, Tougou et Kandarfa ont un taux d'amorphe de 20 % environ. Enfin, l'échantillon de Sabcé affiche le plus faible pourcentage en amorphe (13 %).

Tableau 3-7 : Estimation du taux de caractère amorphe des six argiles calcinées

Echantillon	Taux d'amorphe (%)
Argile Saaba	31,8 ± 0,55
Argile Kamboinsé	24,3 ± 0,01
Argile Selogo	20,4 ± 0,01
Argile Tougou	20,4 ± 0,98
Argile Kandarfa	19,3 ± 1,90
Argile Sabcé	13,7 ± 0,67

Le pourcentage en matériau amorphe et la composition en métakaolinite des échantillons suivent une même tendance, cependant les résultats restent très différents. C'est le cas par

exemple de l'argile de Saaba (83 % de métakaolinite contre 32 % de matériau à caractère amorphe d'après l'essai de Keyser), mais il en est de même pour les cinq autres échantillons.

2.3.4 Spectrométrie infrarouge par transformée de Fourier

Les **Figure 3-13** à **Figure 3-18** représentent les spectres infrarouges dans l'intervalle de 4000 à 600 cm^{-1} des argiles brutes et calcinées. Le **Tableau 3-8** récapitule les différentes bandes d'absorption de tous les spectres infrarouges et l'identification des liaisons correspondantes à chacune de ces bandes. Les bandes d'absorption autour de 3691 à 3616 cm^{-1} sur les spectres des argiles brutes sont caractéristiques des liaisons hydroxyles O-H de la kaolinite [114,115]. La disparition de ces bandes sur les spectres des argiles calcinées confirme la transformation de la kaolinite en métakaolinite comme déjà montrée par DRX.

Les bandes situées autour de 1631-1328 cm^{-1} sur les spectres des argiles brutes de Saaba (**Figure 3-13**), Kamboinsé (**Figure 3-14**), Selogo (**Figure 3-15**) et Kandarfa (**Figure 3-17**) résultent des vibrations de déformation H-O-H des molécules d'eau absorbées [20,38,116]. Les bandes d'identification des liaisons Si-O de chaque argile brute listées dans le **Tableau 3-8** (exemple : 1158, 1113, 1017 cm^{-1} pour l'argile de Saaba) semblent se transformer après calcination en une seule bande large et localisée vers 1056 cm^{-1} , bande caractéristique de la silice amorphe [115]. Les bandes caractéristiques des liaisons Al-OH ou Si-O-T (avec T=Al ou Si) des différentes argiles sont identifiées et listées dans le **Tableau 3-8**. Ces liaisons sont attribuées à celle de la kaolinite si elles disparaissent après calcination. Dans le cas contraire, elles peuvent être attribuées à d'autres minéraux par exemple la muscovite qui est également identifiée sur les DRX des argiles brutes et calcinées de Kandarfa, Sabcé, Selogo et Kandarfa. Enfin, les bandes situées autour de 824 et à 782-769 cm^{-1} , mettent en évidence la présence du quartz.

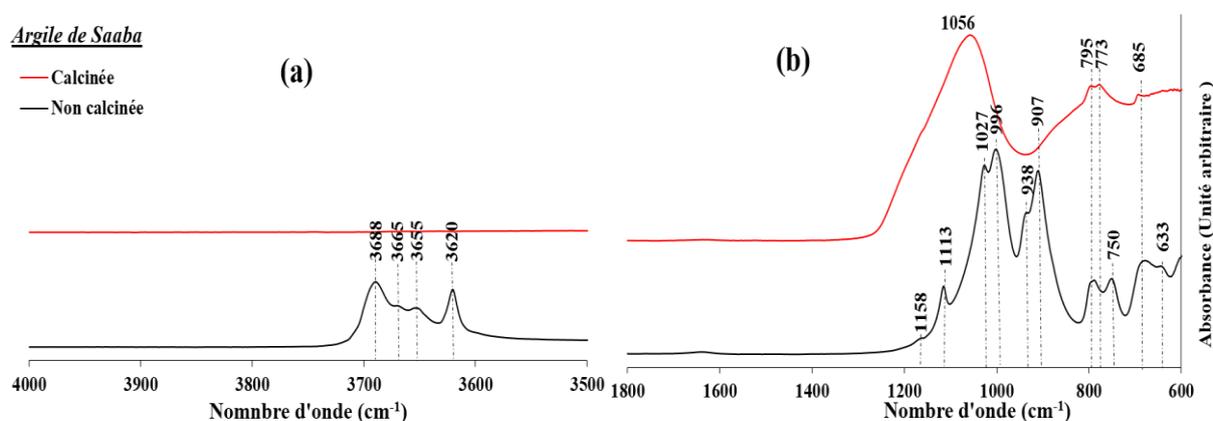


Figure 3-13 : IRTF de l'argile brute et calcinée de Saaba

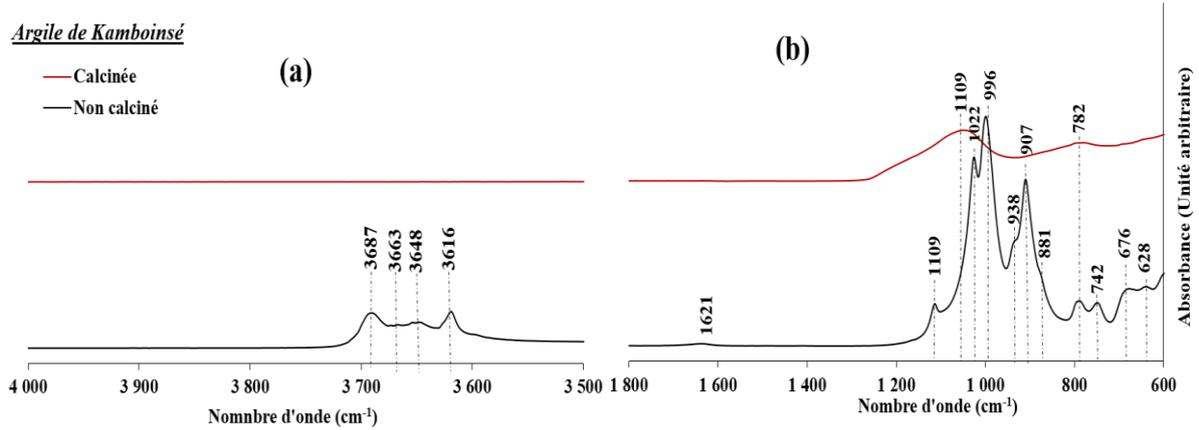


Figure 3-14 : IRTF de l'argile brute et calcinée de Kamboinsé

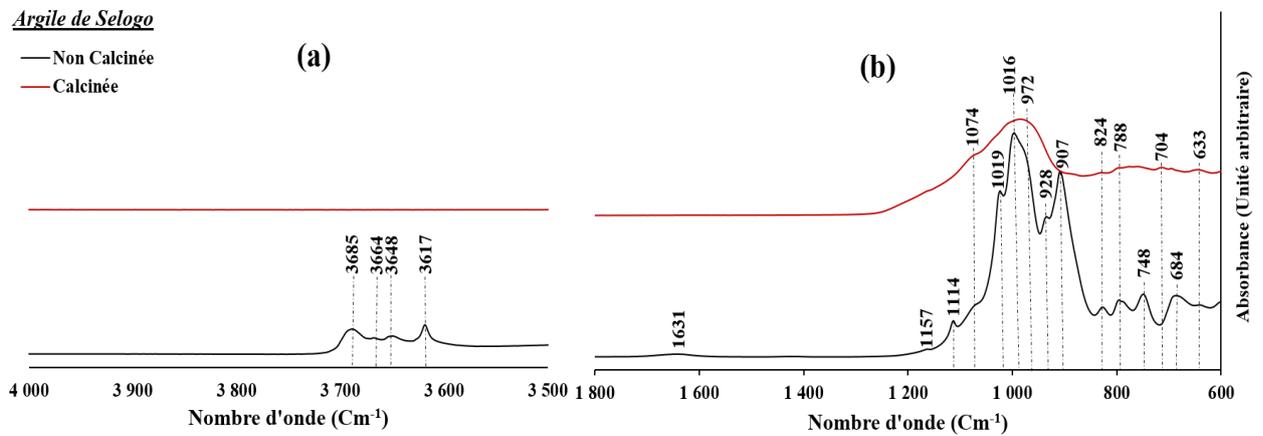


Figure 3-15 : IRTF de l'argile brute et calcinée de Selogo

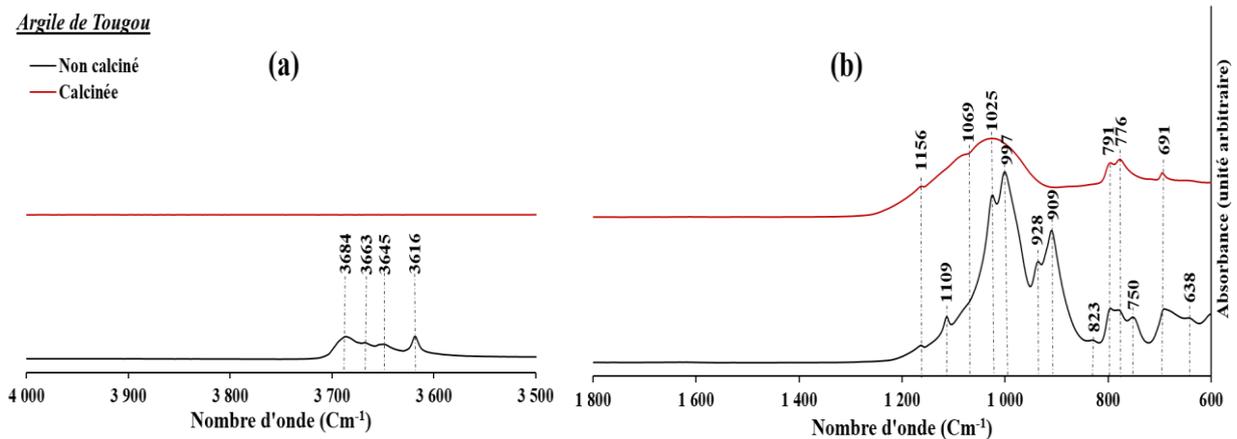


Figure 3-16 : IRTF de l'argile brute et calcinée de Tougou

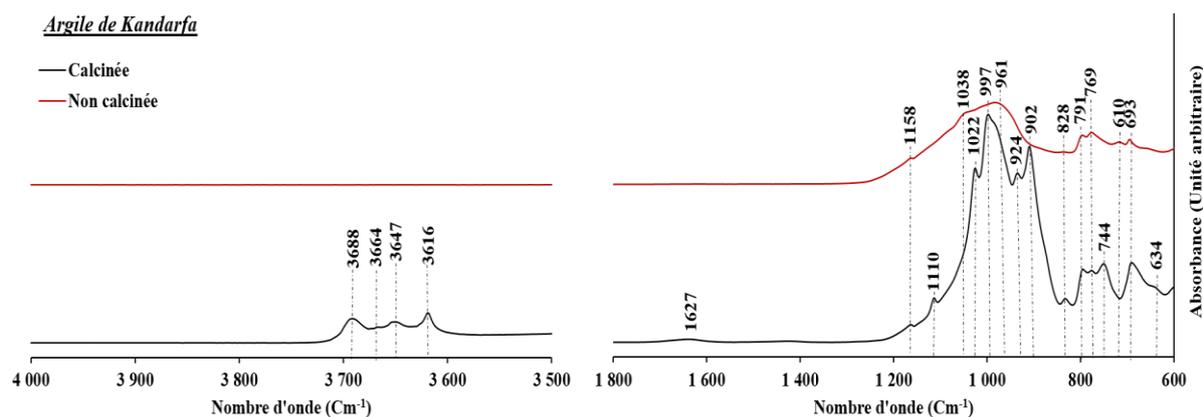


Figure 3-17 : IRTF de l'argile brute et calcinée de Kandarfa

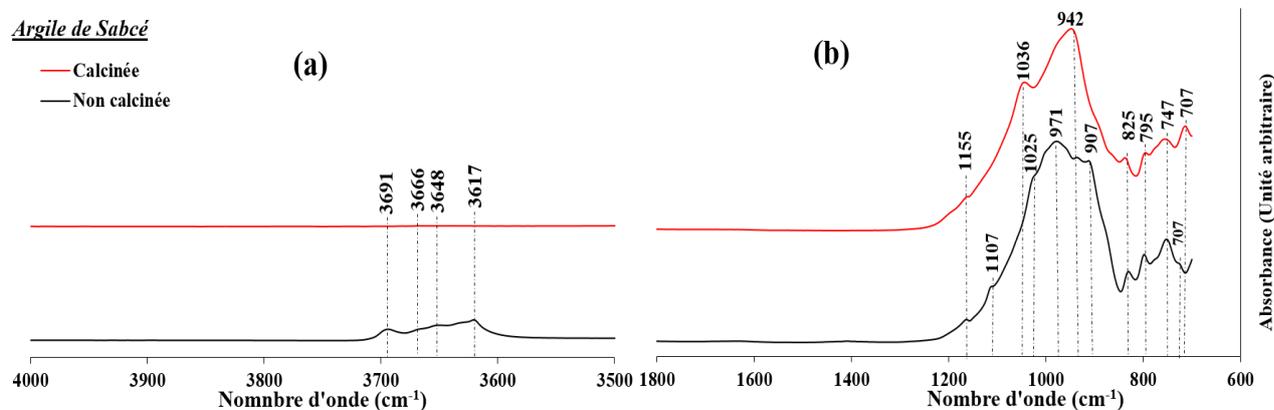


Figure 3-18 : IRTF de l'argile brute et calcinée de Sabcé

Les résultats des analyses précédentes montrent que les six échantillons calcinés sont essentiellement des aluminosilicates avec des taux de métakaolinite plus ou moins importants, fonction de l'intensité du phénomène de latérisation souligné par la présence de matériaux primaires : feldspaths et micas (paragonite, muscovite). Ainsi les échantillons des carrières de Saaba et de Kamboinsé sont les plus riches en kaolinite et certainement les plus réactifs après calcination et traitement alcalin en vue de la synthèse de géopolymères.

Cependant, et bien que les résultats de toutes ces caractérisations, couplés à certaines données de la littérature permettent de faire d'ores et déjà le choix des carrières potentiellement utilisables pour la synthèse de liant géopolymère (Saaba et Kamboisé), il nous a paru intéressant de garder les six matériaux argileux calcinés pour mieux comprendre la réactivité de chacun d'eux en présence d'une solution alcaline. Ceci nous permettra de tirer une conclusion claire sur le choix de la carrière. Ainsi, le paragraphe III de ce chapitre sera consacré à l'étude de la réactivité des aluminosilicates en présence d'une solution alcaline.

Tableau 3-8 : Récapitulatif des bandes infrarouges des échantillons d'argiles brutes et calcinées

Correspondances des bandes IR (cm ⁻¹)						
Echantillons		Hydroxyle O-H	H-O-H	Al-OH	Si-O	Si-O-T (T=Si/Al)
Argile de Saaba	Brute	3688, 3665, 3655, 3620	1628	938, 907	1158, 1113, 1027, 685	996, 795, 750, 633
	Calcinée	//	//	//	1056, 773, 685	
Argile de Kamboinsé	Brute	3687, 3663, 3648, 3616	1621	938, 907	1109, 1022, 881, 782, 676	996, 742, 628
	Calcinée	//	//	//	1057, 782	
Argile de Selogo	Brute	3685, 3664, 3648, 3617	1631	928, 907	1157, 1114, 1074, 1019, 1016, 824, 684	788, 748, 633
	Calcinée	//	//	704	972, 1074, 824	788, 633
Argile de Tougou	Brute	3684, 3663, 3645, 3616		928, 909, 776, 691	1156, 1109, 1025, 823	997, 791, 750, 638
	Calcinée	//	//		1069, 1025, 776, 691	791
Argile de Kandarfa	Brute	3688, 3664, 3647, 3616	1631	924, 902	1158, 1110, 1022, 828, 693, 769	997, 791, 744, 634
	Calcinée	//	//	710	1038, 828, 693, 769	991, 791
Argile de Sabcé	Brute	3691, 3666, 3648, 3617	//	942, 907, 707	1155, 1107, 1025, 825	971, 795, 747
	Calcinée	//	//	942, 707	1155, 1036, 825	795, 747

III. Réactivité des échantillons argileux en présence d'une solution alcaline

3.1 Comportement des argiles en milieu basique

La réactivité des argiles pour la synthèse du liant géopolymère a été testée à la fois sur l'aspect visuel, le temps de prise de la pâte et la résistance mécanique en compression. La poudre sera jugée réactive en présence de la solution alcaline si la pâte fait prise dans un intervalle de temps de 48 heures. La préparation de la pâte est faite avec une masse de 100 g de poudre d'argile

calcinée et 80 g de solution d'hydroxyde de sodium dont la concentration sera définie après une étude préliminaire.

✓ *Etude préliminaire pour le choix de la concentration de la solution alcaline*

Cette étude a été réalisée en faisant varier les concentrations de la solution de NaOH (10, 12 et 14M) pour un même rapport massique (Liquide/Solide) et l'argile calcinée de Saaba. L'analyse des différentes formulations testées en fonction de la variation de la concentration de la solution de NaOH a montré quelques différences :

- ✓ la pâte à 10M était très fluide et a mis plus de temps à faire prise comparée à celles élaborées à partir des solutions à 12M et à 14M qui étaient plus ou moins visqueuses et facilement maniables,
- ✓ après prise, les échantillons à 10M et 12M paraissaient légèrement plus durs que ceux à 14M ce qui voudrait dire que la solution alcaline à très haute concentration ne serait pas la plus adéquate pour la synthèse d'un liant géopolymère,
- ✓ on observait également d'importantes remontées de sel sur les échantillons à 14M, qui seraient associées à la carbonatation atmosphérique dû à un excès de soude.

Par conséquent, nous avons choisi d'utiliser une solution d'hydroxyde de sodium de 12M pour étudier la réactivité des argiles calcinées. Ce choix est en accord avec les études menées par Görhan et al. [117] qui ont montré également que la solution alcaline à une concentration de 12M était la plus appropriée pour l'activation des aluminosilicates.

Le **Tableau 3-9** présente un récapitulatif sur la quantité des matériaux utilisés pour la formulation des pâtes ainsi que le temps de durcissement de ces pâtes.

Tableau 3-9 : Récapitulatif des matériaux utilisés pour la formulation des pâtes et réactivité des poudres en présence de la solution de NaOH 12M

Echantillon	Poudre d'argile (g)	Solution de NaOH (g)	Temps de prise la pâte (heures)
Argile Saaba	100	80	[0 - 24 h]
Argile Kamboinsé	100	80	[24 - 48 h]
Argile Selogo	100	80	[48 - 72 h]
Argile Tougou	100	80	[48 - 72 h]
Argile Kandarfa	100	80	[72 - 96 h]
Argile Sabcé	100	80	Pas de prise

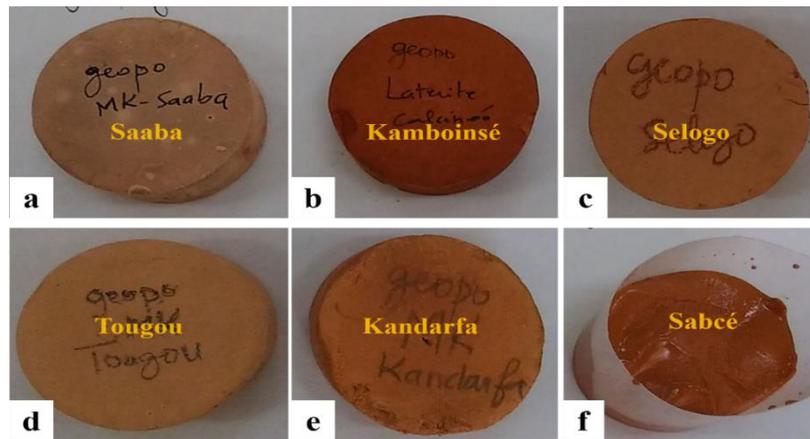


Figure 3-19 : Aspect des échantillons après leurs formulations

Le **Tableau 3-9** et la **Figure 3-19** présentent le comportement des argiles calcinées en milieu basique (solution de NaOH à 12M) sous un temps d'observation de 7 jours. Ils mettent en évidence trois cas possibles qui traduisent la faisabilité des argiles pour la synthèse d'un liant géopolymère :

- ✓ le premier cas est le durcissement entre 24 et 48 heures des pâtes élaborées respectivement à partir des argiles calcinées de Saaba et de Kamboinsé ; cela traduit une bonne réactivité de ces deux échantillons d'argile en milieu alcalin,
- ✓ le deuxième cas est associé au durcissement lent, au-delà de 48 heures, des pâtes élaborées à partir des trois autres échantillons calcinés, à savoir Selogo, Tougou et Kandarfa ; ces argiles présentent une réactivité faible en milieu alcalin,
- ✓ enfin, le dernier cas concerne la pâte formulée à partir de l'argile calcinée de Sabcé, qui n'a pas du tout fait prise pendant un temps d'observation de 7 jours ; cette argile calcinée ne présente pas de réactivité en milieu alcalin.

Cette étude a permis de mettre en exergue l'importance de la teneur en kaolinite dans le matériau brut et donc en métakaolin dans le matériau calciné. En effet, plus la teneur en métakaolin est élevée et plus la prise se fait rapidement (**Figure 3-20**). Bien que cette première partie de l'étude de réactivité de ces argiles calcinées ait permis de classer les argiles qui ont une bonne réactivité en présence d'une solution alcaline, nous allons évaluer les résistances mécaniques de ces différentes formulations.

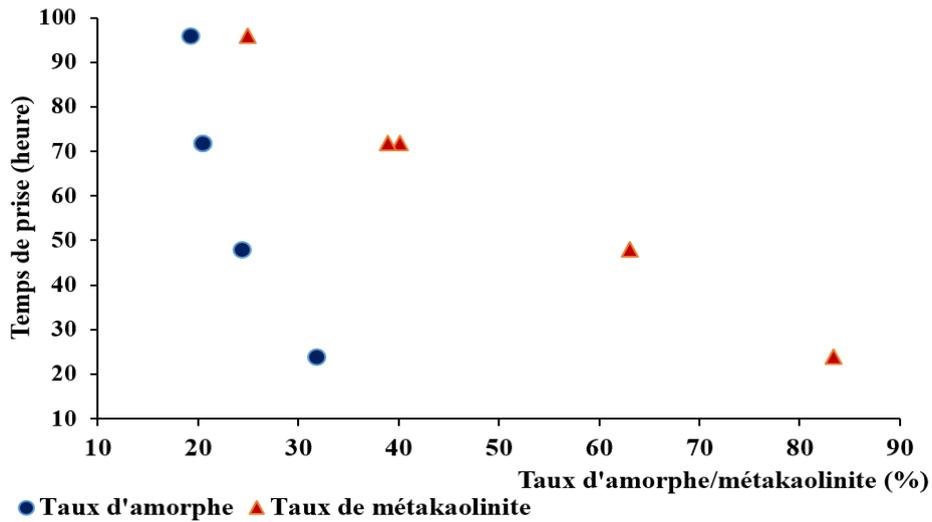


Figure 3-20 : Temps de prise en fonction du taux de métakaolinite et d'amorphe

3.2 Fabrication des éprouvettes et évaluation des résistances mécaniques

3.2.1 Fabrication des éprouvettes

L'évaluation des résistances mécaniques a été faite sur des éprouvettes prismatiques $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ après réalisation des pâtes à l'aide d'un malaxeur (**Figure 3-21.a**). La pâte obtenue est versée dans les moules prismatiques et la mise en place est finalisée sur la table à chocs (2 fois 60 coups : **Figure 3-21.b**) afin d'expulser l'air emprisonné par les particules du matériau.

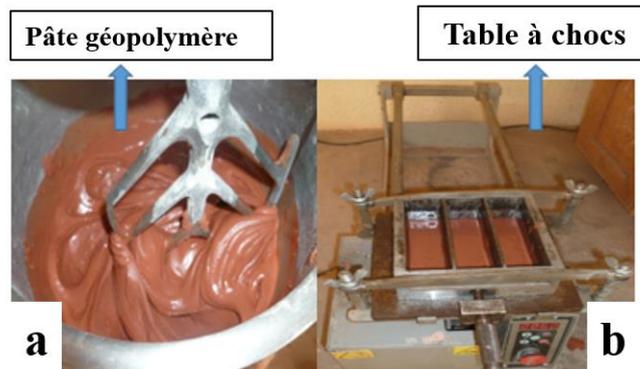


Figure 3-21 : Préparation de la pâte (a) et fabrication des éprouvettes d'essai (b)

Une fois les éprouvettes façonnées, elles sont recouvertes d'un film polyéthylène pour éviter l'évaporation de l'eau au cours de la prise et du durcissement de la pâte. Elles sont laissées à température ambiante du laboratoire ($30 \text{ °C} \pm 5$) pendant 7 jours avant de subir un traitement thermique conformément aux études menées par Ferone et al [53]. Il s'agit d'une cure

thermique à une température de 60 °C pendant 7 jours à l'aide d'une étuve de laboratoire à convection naturelle.

3.2.2 Evaluation des résistances mécaniques des six types de géopolymère

La **Figure 3-22** présente les résistances mécaniques à 14 jours des différentes pâtes consolidées pour les six matériaux étudiés. L'ensemble des résultats montre que les pâtes obtenues à partir des argiles calcinées de Saaba et de Kamboinsé présentent des résistances mécaniques plus élevées (respectivement 14 et 10 MPa) que celles des pâtes synthétisées à partir des quatre autres argiles à savoir celle de Selogo, Tougou, Kandarfa et Sabcé. Ceci s'explique par les teneurs plus élevées en kaolinite et donc en métakaolinite après calcination de ces matériaux.

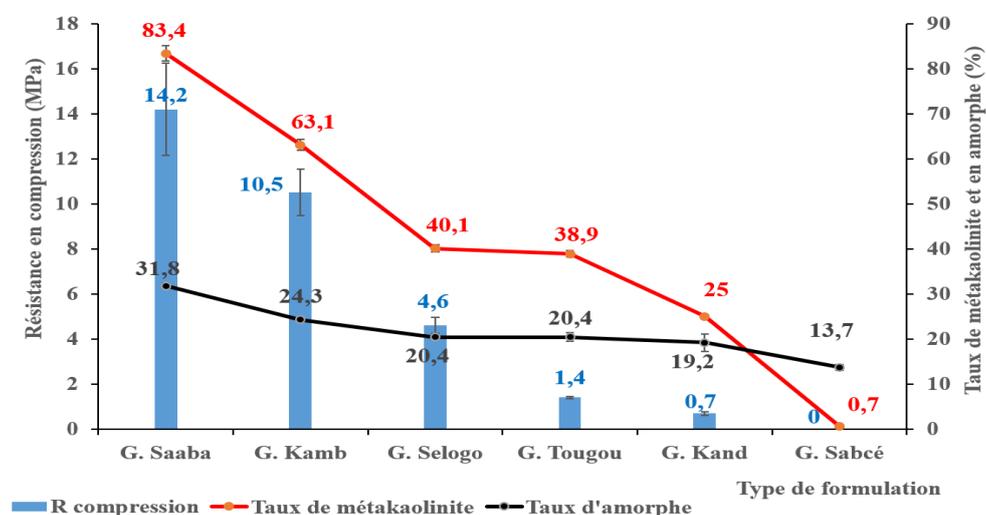


Figure 3-22 : Résistances mécaniques des six pâtes consolidées en fonction des paramètres minéralogiques

La **Figure 3-22** traduit la relation entre les résistances mécaniques des différentes pâtes de géopolymères traitées thermiquement avec le taux de métakaolinite et le taux en caractère amorphe des différentes argiles utilisées pour leurs formulations. Les meilleures résistances mécaniques sont obtenues avec les poudres ayant le taux le plus élevé en métakaolinite et de phase amorphe comme c'est le cas pour les argiles de Saaba et de Kamboinsé. Ces résultats montrent aussi que la teneur en matériau amorphe ne semble pas la plus pertinente contrairement à la teneur en métakaolinite. Il conviendrait d'améliorer la méthode utilisée (temps de contact avec l'acide fluorhydrique par exemple).

L'étude sur les six carrières argileuses retenues a priori a montré le rôle et l'importance des paramètres minéralogiques sur la géopolymérisation des aluminosilicates et en particulier celui de la teneur en kaolin ou métakaolinite. L'évaluation des résistances mécaniques des

différentes pâtes après traitement thermique a pu mettre en évidence deux argiles potentiellement utilisables pour la synthèse du liant géopolymère. Il s'agit des argiles de Saaba et de Kamboinsé dont les résistances mécaniques, le taux en métakaolinite et le taux en amorphe sont les plus élevés.

IV. Conclusion

Ce chapitre avait pour objectif d'étudier la réactivité des argiles des six carrières identifiées a priori pour la synthèse du liant géopolymère à travers leurs caractérisations et leurs réactivités en présence de la solution d'hydroxyde de sodium.

La caractérisation de ces poudres d'argile a permis premièrement de déterminer la nature et le pourcentage des différents oxydes constituant chaque échantillon. Elle a également permis d'identifier la nature des minéraux les constituant à savoir la kaolinite, le quartz, la goethite, l'hématite, la muscovite, la paragonite, etc. La détermination de la composition massique de ces minéraux après calcination a permis de montrer une variation significative du taux de métakaolinite et du taux d'amorphe en fonction de l'origine de chaque échantillon. Ainsi, les argiles de Saaba et de Kamboinsé présentent respectivement des taux les plus élevés en métakaolinite et en matériau à caractère amorphe par rapport aux quatre autres échantillons (respectivement Selogo, Tougou, kandarfa et Sabcé).

Les pâtes élaborées avec chacune de ces poudres d'argiles calcinées 3h à 700 °C avec la solution d'hydroxyde de sodium 12M a permis d'étudier la réactivité de ces échantillons. Cinq pâtes élaborées sur six ont fait prise à des temps de durcissement qui varient de 24 heures pour la pâte avec l'argile de Saaba, 48 heures pour celle avec l'argile de Kamboinsé et au-delà de 48 heures pour les pâtes élaborées à partir des argiles de Selogo, Tougou et Kandarfa. Aucune prise n'a été constatée après 7 jours pour la pâte confectionnée avec l'argile de Sabcé. L'évaluation des résistances en compression des cinq pâtes durcies, préalablement soumises à une cure de 14 jours (7 jours à 30 °C, puis 7 jours à 60 °C), a montré que les pâtes confectionnées à partir des argiles de Saaba (14 MPa) et de Kamboinsé (10 MPa) sont les plus résistantes mécaniquement en relation avec leurs taux plus élevés en métakaolinite et en matériau amorphe. Par conséquent, l'argile de Saaba sera retenue pour la synthèse du liant géopolymère.

Afin de mieux comprendre les mécanismes de la géopolymérisation et de consolidation de matériaux argileux en présence d'un activateur alcalin, nous étudierons dans le chapitre IV,

l'influence du type de solution alcaline et de la température sur les caractéristiques minéralogiques et les propriétés d'usage des liants géopolymères.

**CHAPITRE IV : SYNTHESE ET CARACTERISATION
DES LIANTS GEOPOLYMERES A BASE DE NaOH ET DE KOH**

I. Introduction

Le but principal de ce chapitre est de répondre à deux objectifs spécifiques. Le premier porte sur l'influence du type de solution alcaline sur les propriétés des liants géopolymères : deux solutions alcalines seront utilisées à savoir la solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) et la solution d'hydroxyde de potassium (KOH). Le second objectif consiste à étudier l'influence de la température de cure sur les propriétés des liants géopolymères : trois températures seront testées à savoir 30, 60 et 90 °C. Cette étude sur la cure portera sur le liant à base de la solution alcaline qui aura donné les meilleures propriétés d'usage dans le premier objectif.

II. Synthèse des liants géopolymères

Les liants géopolymères peuvent avoir une variation significative de leurs propriétés d'usage en fonction de la nature, de la quantité de matières premières, de la concentration et du type d'alcalin utilisé pour leurs synthèses [27]. Afin d'évaluer l'influence de ces différents paramètres, des liants géopolymères à base de plusieurs matériaux ont été synthétisés et caractérisés. Dans la suite du paragraphe II, nous présenterons les différents matériaux utilisés et la méthodologie suivie pour la synthèse des liants géopolymères.

2.1 Matières premières

2.1.1 Aluminosilicate : métakaolin

Le matériau aluminosilicate utilisé est le métakaolin de Saaba (MK). Nous rappelons que ce métakaolin est celui qui a été retenu à l'issue du chapitre 3 compte tenu de sa meilleure réactivité parmi les échantillons calcinés provenant de six carrières burkinabè.

2.1.2 Matériau siliceux : cendre de balle de riz

La balle de riz utilisée dans cette thèse provient de la riziculture de la ville de Bagré. Cette ville est située dans la région du Centre-Est du Burkina Faso et est localisée par les coordonnées géographiques suivantes : 2°03'21''W et 11°28'26''N. La cendre de balle de riz (CBR) est obtenue par minéralisation des résidus issus de la gazéification de balles de riz. La minéralisation à 550 °C durant 2 h a été effectuée en laboratoire à l'aide d'un four à moufle à chargement vertical de marque Nabertherm avec une vitesse de chauffe de 10 °C/min.

La composition chimique et les paramètres physiques de cette cendre sont présentés dans le **Tableau 4-1**. Les résultats montrent qu'elle est très siliceuse (90,8 %), alcaline (2,57 % de K₂O)

et renferme encore des imbrûlés (POI de 3,67 %). Sa teneur en alumine est très faible (0,56 %). Les grains constituant cette cendre sont plus grossiers que ceux constituant le métakaolin. La courbe granulométrique du matériau présentée sur la **Figure 4-1** montre une taille moyenne des particules (d_{50}) de 30 μm . La surface spécifique BET et la densité absolue sont respectivement de 55,8 m^2/g et 2,25.

La caractérisation minéralogique par diffraction des rayons X de la cendre de balle de riz (**Figure 4-2**) montre l'existence d'un pic large et diffus entre 15° et 45° 2θ $K\alpha$ Co, caractéristique d'une phase amorphe correspondant à de la cristobalite mal cristallisée, ce qui laisse supposer d'une certaine réactivité de la cendre de balle de riz. La présence de quelques pics de quartz a également été observée et est attribuée aux impuretés contenues dans le matériau.

Le spectre infrarouge de cette cendre (**Figure 4-3**) présente quelques bandes spécifiques et caractéristiques de certaines liaisons covalentes des molécules. Ainsi, la bande épaulée à 1150 cm^{-1} est attribuée à la présence d'un réseau de silice de liaisons Si-O-Si en configuration Q^3 ou Q^4 [19]. La bande autour de 1065 cm^{-1} pourrait être attribuée à la présence des vibrations d'étirements symétriques de Si-O-Si [118] et celle de 795 cm^{-1} est relative à la présence du quartz.

Tableau 4-1 : Composition chimique et paramètres physiques de la cendre de balle de riz (CBR)

<i>Composition chimique</i>												
Oxyde (%)	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	Na ₂ O	MgO	MnO ₂	TiO ₂	P ₂ O ₅	POI	
CBR	90,8	0,56	0,93	0,27	2,57	0,1	0,19	0,29	0,04	0,66	3,67	
<i>Analyse granulométrique laser</i>			<i>Surface spécifique</i>				<i>Densité absolue</i>					
D ₅₀ (μm) : 30		D ₉₀ (μm) : 64		BET (m^2/g) : 55,8 \pm 5,1				2,25 \pm 0,03				

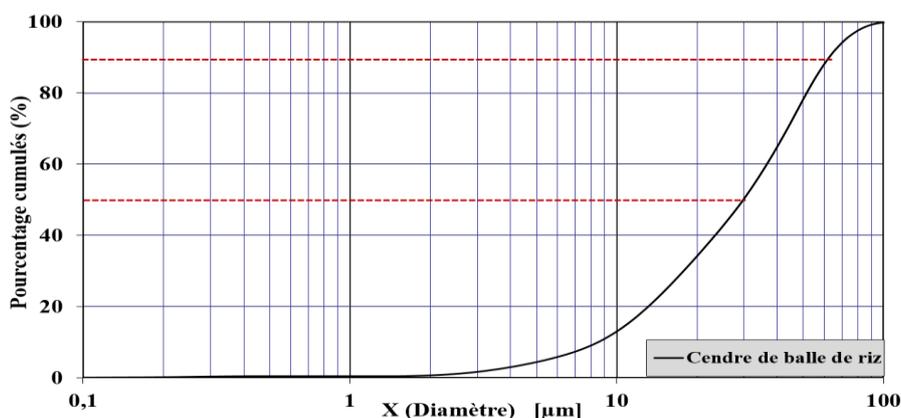


Figure 4-1 : Analyse granulométrique laser de la cendre de balle de riz

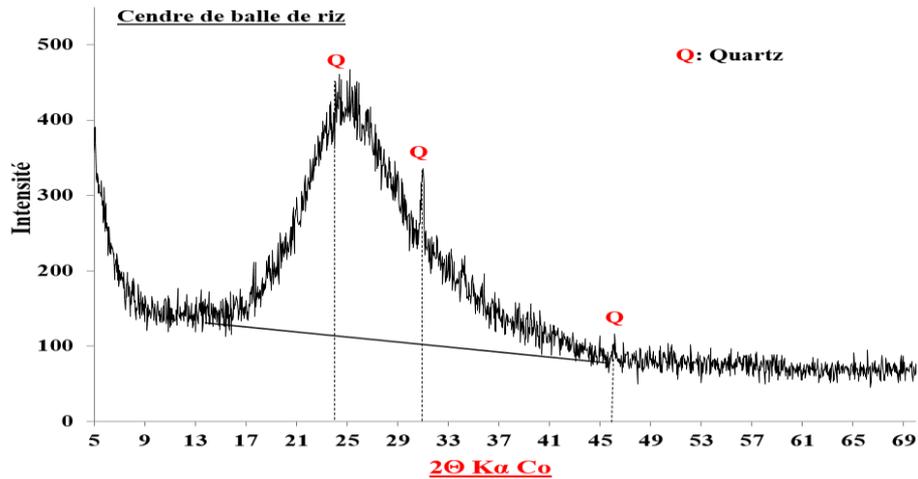


Figure 4-2 : Diffraction des rayons X de la cendre de balle de riz

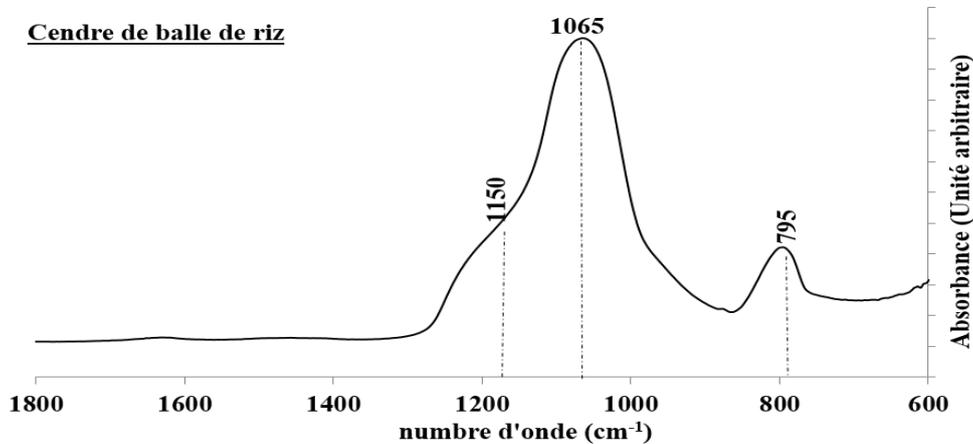


Figure 4-3 : Spectre infrarouge de la cendre de balle de riz

Des études antérieures ont indiqué que la cendre de balle de riz peut être un additif ou un précurseur potentiellement utile pour la synthèse des liants géopolymères lorsqu'elle est utilisée en quantités appropriées [18,32,33,119]. Ainsi, dans notre cas, elle est principalement utilisée pour trois raisons :

- ✓ économique, car c'est un sous-produit alternatif au silicate alcalin (connu pour améliorer les propriétés mécaniques des liants géopolymères [12]) en raison de sa teneur élevée en silice amorphe,
- ✓ technique, car elle doit améliorer les propriétés physico-mécaniques du liant géopolymère [32],
- ✓ et enfin, environnementale, car cela permet de valoriser les sous-produits agricoles du Burkina Faso où la riziculture est en pleine expansion [120].

2.1.3 Solutions alcalines

Les solutions d'hydroxyde de sodium et de potassium (NaOH et KOH) à 12M, utilisées comme activatrices alcalines, ont été préparées par dissolution de pastilles de NaOH et de KOH dans de l'eau distillée. Les pastilles de NaOH et KOH proviennent de la compagnie COPROCHIM et présentent une pureté de 99 % en NaOH/KOH et 1 % de mélange de chlorures (Cl), de phosphates (PO₄) et de sulfates (SO₄).

2.2 Protocole expérimental et nomenclature des différents échantillons synthétisés

Deux types de pâtes de géopolymère ont été synthétisés en fonction de la nature de la solution alcaline. L'élaboration de ces pâtes géopolymères a été faite en deux étapes. Les poudres aluminosilicates et silicates (métakaolin et cendre de balle de riz) ont été d'abord homogénéisés pendant 10 minutes. Ensuite, la solution alcaline a été ajoutée et le mélange entre poudre et solution a été soigneusement homogénéisé en utilisant un malaxeur électrique pendant 10 minutes. Un rapport massique (solution alcaline/poudre) de 0,7 et 0,8 respectivement pour KOH et NaOH a été utilisé pour la formulation des pâtes. L'adoption de ces deux rapports massiques (0,7 et 0,8) est liée à la différence de densité des deux solutions alcalines (1,13 pour NaOH et 1,11 pour KOH à 12M/20 °C) ainsi qu'à l'obtention d'une consistance identique des pâtes.

La pâte ainsi obtenue (**Figure 4-4**) a été utilisée pour le remplissage des moules de type 4×4×16 cm³. L'ensemble a été ensuite mis en place avec une table à chocs (2 fois 60 coups) de type Controlab Perrier (NF EN 196-1 [121]) afin d'expulser l'air emprisonné par les particules du matériau.



Figure 4-4 : Pâte géopolymère

Ainsi, pour chaque type de solution alcaline utilisée, trois formulations de liants géopolymères ont été synthétisées :

- ✓ échantillons AN/AK, composés de métakaolin, comme poudre aluminosilicate, activé par la solution alcaline de NaOH (AN) ou de KOH (AK),

- ✓ échantillons BN/BK, élaborés à partir d'une poudre composée de 95 % de métakaolin et 5 % de cendre de balle de riz, et de solution alcaline (NaOH/KOH),
- ✓ échantillons CN/CK, constitués de 90 % de métakaolin, 10 % de cendre de balle de riz et de solution alcaline (NaOH/KOH).

Une fois les éprouvettes mises en place, elles ont été recouvertes d'un film polyéthylène (**Figure 4-5**) pour éviter l'évaporation d'eau au cours de la prise et du durcissement de la pâte. Elles sont laissées à température ambiante du laboratoire (30 °C en moyenne) pendant 7 jours avant de subir un traitement thermique conformément aux études menées par Ferone et al [53]. Le traitement thermique consiste à l'application d'une température de 60 °C pendant 7 jours à l'aide d'une étuve de laboratoire à convection naturelle.

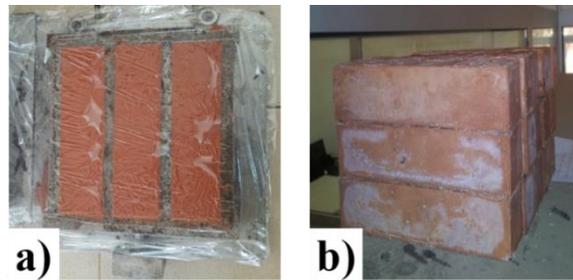


Figure 4-5 : Echantillons géopolymères avant (a) et après la cure thermique (b)

Le **Tableau 4- 2** récapitule les différents rapports molaires/massiques théoriques des oxydes dans chaque type d'échantillon de géopolymère élaboré. Ils sont calculés à partir de la composition chimique des matières premières (MK et CBR) et de leur composition massique pour chaque type de géopolymère.

Tableau 4- 2 : Rapports molaires théoriques des échantillons de géopolymères selon la composition chimique des matériaux de base

Avec M= Na ou K							
Echantillon	SiO ₂ /Al ₂ O ₃	M ₂ O/SiO ₂	SiO ₂ /M ₂ O	M ₂ O/Al ₂ O ₃	H ₂ O/M ₂ O	R ₂ O/Poudre	Eau/Poudre
AN	2,57	0,34	2,96	0,87	10,38	0,20	0,50
BN	2,74	0,33	3,03	0,91	10,40		
CN	2,93	0,32	3,10	0,95	10,42		
AK	2,57	0,26	3,80	0,68	10,38	0,24	0,38
BK	2,74	0,26	3,88	0,71	10,36		
CK	2,93	0,25	3,95	0,74	10,34		

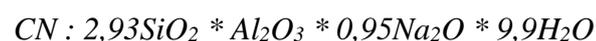
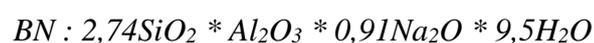
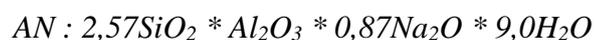
La variation de ces rapports molaires est attribuée à la substitution partielle du métakaolin par la cendre de balle de riz dans laquelle la teneur en silice est de 90 % contre 57 % pour le

métakaolin. Les rapports molaires $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ et $\text{M}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ ($\text{M} = \text{Na}$ ou K) des différents types de géopolymère synthétisés sont inférieurs aux valeurs trouvées dans la littérature [30,49]. Selon des études de Kamaloo et al. [49], les résistances mécaniques à la compression qui pourraient résulter de ces rapports molaires sont dans la gamme de 25-35 MPa.

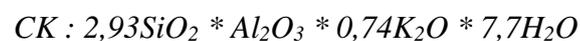
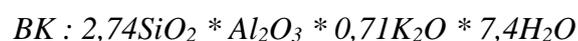
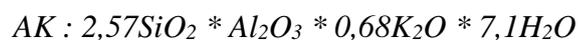
Par ailleurs, les rapports massiques entre les pastilles alcalines (Na^+ ou K^+) et les poudres ($\text{M}_2\text{O}/\text{liant}$) utilisées pour chaque type de formulation sont respectivement de 0,2 pour l'alcalin Na et 0,24 pour K. En outre, le rapport massique entre l'eau et la matière solide (eau/solide) est évalué à 0,5 pour la formulation avec l'alcalin Na et à 0,38 pour l'activateur K. Ces rapports restent constants tout au long de la formulation des échantillons. Il est à noter que des ratios inférieurs à ces deux dernières valeurs conduisaient à un mélange sableux en lieu et place d'une pâte maniable pour la confection des éprouvettes, et qu'il n'y a pas eu d'addition d'eau ni de solution de silicate alcalin pendant la formulation de la pâte, la seule quantité d'eau prise en compte dans l'évaluation du rapport eau/solide étant celle utilisée en amont pour la préparation de la solution alcaline.

Les rapports molaires théoriques ($\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, $\text{M}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$, $\text{H}_2\text{O}/\text{M}_2\text{O}$) des différents échantillons (AN, BN, CN, AK, BK et CK) présentés dans ce tableau correspondent aux formulations générales suivantes :

- Formulation avec NaOH



- Formulation avec KOH



III. Influence de la nature de l'activateur alcalin et de la cendre de balle de riz sur les propriétés des liants géopolymères

L'évaluation des propriétés minéralogiques, physico-mécaniques et thermiques des liants géopolymères a pour objectif de mettre en évidence l'influence de la nature de la solution alcaline et du taux de substitution du métakaolin par les cendres de balles de riz sur les liants géopolymères.

3.1 Caractérisations minéralogiques et analyses thermogravimétriques différentielles des liants géopolymères

La diffractométrie de rayons X, la spectrométrie infrarouge par transformée de Fourier et les analyses thermogravimétriques et différentielles des liants géopolymères à base de NaOH et de KOH sont les différentes méthodes mises en œuvre dans cette partie afin de comprendre le rôle des alcalins sur le processus de la géopolymérisation et ainsi choisir le meilleur type d'alcalin pour nos matériaux.

3.1.1 Diffractométrie des rayons X (DRX) des géopolymères à base de NaOH et KOH

Les **Figure 4-6** et **Figure 4-7** présentent respectivement les diffractogrammes des géopolymères à base de NaOH (AN, BN et CN) et de KOH (AK, BK et CK) à 14 jours. Ces diffractogrammes traduisent la formation des produits zéolitiques dont la nature et le taux de cristallinité dépendent de la nature du cation (Na^+ ou K^+) de la solution alcaline utilisée lors de la synthèse et aussi de la composition des poudres aluminosiliceuses ou silicoalumineuses (en particulier le quartz cristallisé considéré comme impureté).

Les diffractogrammes des géopolymères à base de NaOH présentés **Figure 4-6** montrent la formation de produits zéolitiques cristallisés tels que la zéolithe A, la faujasite et l'hydrosodalite. La formation de ces minéraux est influencée par l'addition de la cendre de balle de riz pendant la synthèse des géopolymères. Ainsi, la zéolithe A ($\text{Na}_{12}\text{Al}_{12}\text{Si}_{12}\text{O}_{48}$) n'apparaît que sur les échantillons ne contenant pas de cendre de balle de riz (AN) alors que la cristallinité de la faujasite ($\text{Na}_2\text{Al}_2\text{Si}_{2.4}\text{O}_{8.86.7}\text{H}_2\text{O}$) s'intensifie avec l'addition de la cendre de balle de riz (BN et CN). L'hydrosodalite ($\text{Na}_8\text{Si}_6\text{Al}_6\text{O}_{24}(\text{OH})_2(\text{H}_2\text{O})_2$), contrairement à la faujasite, présente des pics de cristallinité qui disparaissent progressivement en fonction de l'addition de la cendre de balle de riz. En outre, des pics halo qui s'étendent de 25 à $45^\circ 2\theta$, sont observés sur l'ensemble des échantillons géopolymères. Ils sont plus prononcés sur les échantillons contenant de la cendre (BN et CN) et traduisent un caractère amorphe au sein de ces échantillons.

Les diffractogrammes des géopolymères à base de KOH présentés sur la **Figure 4-7** montrent moins de pics cristallisés par rapport aux DRX des géopolymères à base de NaOH. Ces diffractogrammes montrent des dômes ou des halos qui s'étendent de 25 à $43^\circ 2\theta$ caractérisant la présence de phases amorphes. Excepté les pics de quartz, la zéolithe F ($\text{KAlSi}_3\text{O}_8 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$) est le seul minéral cristallisé en très faible teneur dans ces échantillons de géopolymères. La présence de zéolithe F semble être favorisée cette fois-ci par l'addition de la cendre de balle de

riz, le pic caractéristique de la zéolithe F apparaît plus visible sur l'échantillon CK (contenant 10 % de cendre de balle de riz).

Les différents halos, caractéristiques des phases amorphes précédemment observées entre 15 et 40° et 15 et 45° 2θ respectivement sur les diffractogrammes du métakaolin (**Figure 3-7**) et de la cendre de balle de riz (**Figure 4-2**) se déplacent légèrement vers les valeurs 22 à 43/45 2θ sur les diffractogrammes des géopolymères à base de NaOH et de KOH. Cela montre une dissolution partielle de la phase amorphe des matières premières et la formation d'une nouvelle phase amorphe au sein des matériaux géopolymères [122]. La cristallinité plus élevée des géopolymères à base de NaOH par rapport à ceux de KOH pourrait influencer les paramètres mécaniques et physiques de ces liants géopolymères.

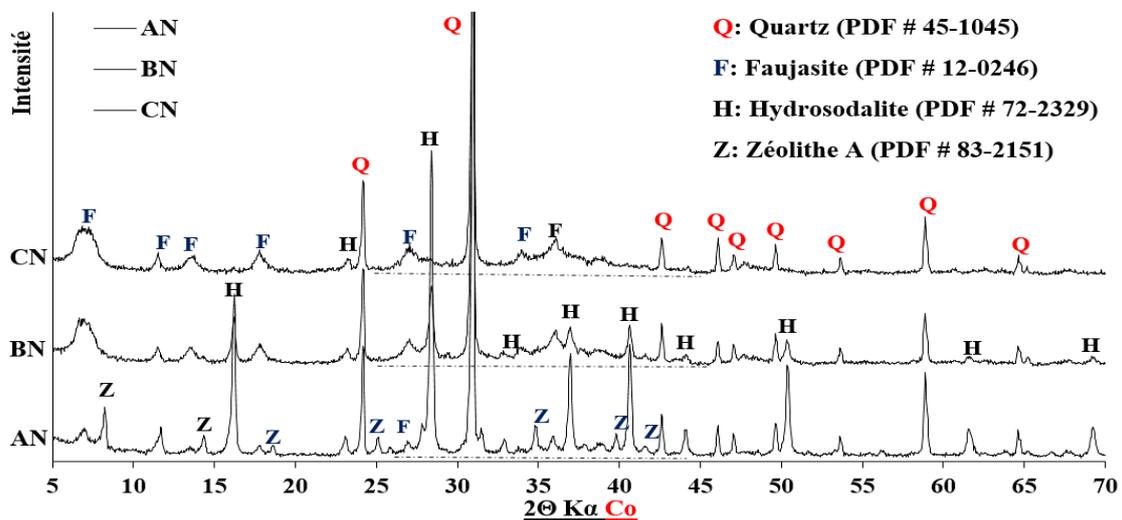


Figure 4-6 : DRX des géopolymères à base de NaOH (AN, BN et CN)

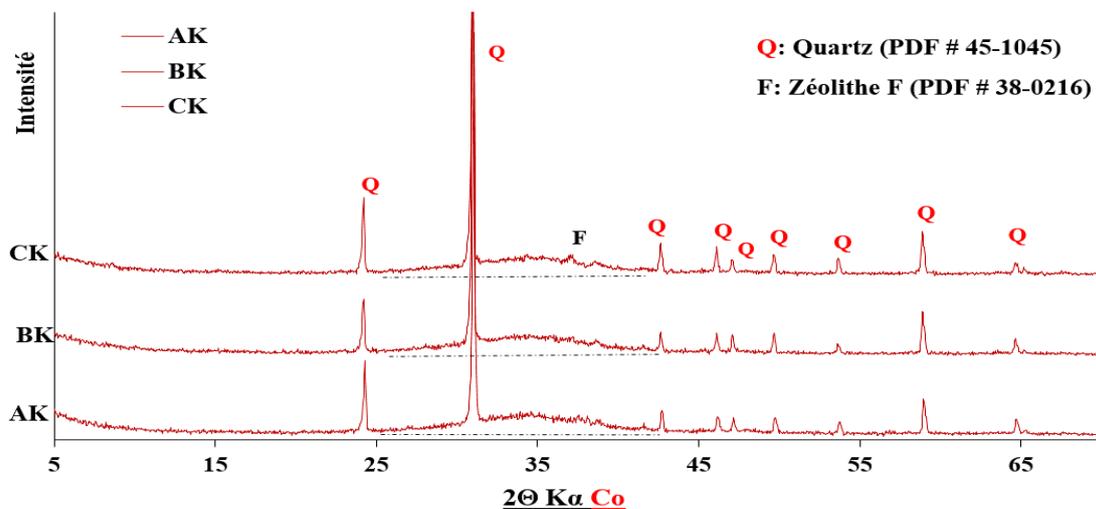


Figure 4-7 : DRX des géopolymères à base de KOH (AK, BK et CK)

3.1.2 Spectrométrie infrarouge par transformée de Fourier (IRTF) des géopolymères à base de NaOH et KOH

Les **Figure 4-8** et **Figure 4-9** présentent les spectres infrarouges (IR) des géopolymères à base de NaOH et de KOH.

Les bandes situées autour de 3365-3255 et 1635 ou 1646 cm^{-1} expriment les vibrations de déformation des liaisons respectives de O-H et H-O-H des molécules d'eau [123]. Les bandes à 1439 ou 1384 cm^{-1} sont attribuées aux vibrations de déformation des liaisons O-C-O, qui suggèrent la présence de carbonate de sodium ou de potassium qui peut s'expliquer par la carbonatation atmosphérique de l'activation alcaline [124]. La principale bande détectée à 955 cm^{-1} est attribuée aux liaisons Si-O-M⁺ (M = K ou Na) [25] qui caractérisent les zéolithes [118] identifiées sur les différents DRX des géopolymères (**Figure 4-6** et **Figure 4-7**). La différence fondamentale entre ces deux figures réside entre les bandes situées de 800 à 600 cm^{-1} . Sur les échantillons à base de NaOH, on identifie quatre bandes (734, 704, 681 et 663 cm^{-1}) qui sont associées respectivement aux liaisons Si-O-Al, Si-O-Si et Si-O. Ces bandes existent uniquement sur le spectre des composés sodiques donc il semblerait qu'elles marquent la présence des zéolithes [125] précédemment identifiés sur les DRX de ces matériaux. De plus, leur intensité diminue avec la teneur en silice (BN et CN) qui est associée à la formation du gel de géopolymère.

Sur les spectres des géopolymères à base de KOH (**Figure 4-9**), une seule bande située autour de 675 cm^{-1} est identifiée et est associée aux liaisons Si-O du quartz [27]. Contrairement aux spectres infrarouges des géopolymères à base de NaOH, l'intensité de cette bande demeure identique sur les trois échantillons notamment sur AK, BK et CK. Ceci est en accord avec les diffractogrammes des échantillons AK, BK et CK qui sont sensiblement identiques à l'exception du pic de la zéolithe qui apparaît plus visible sur le DRX de CK.

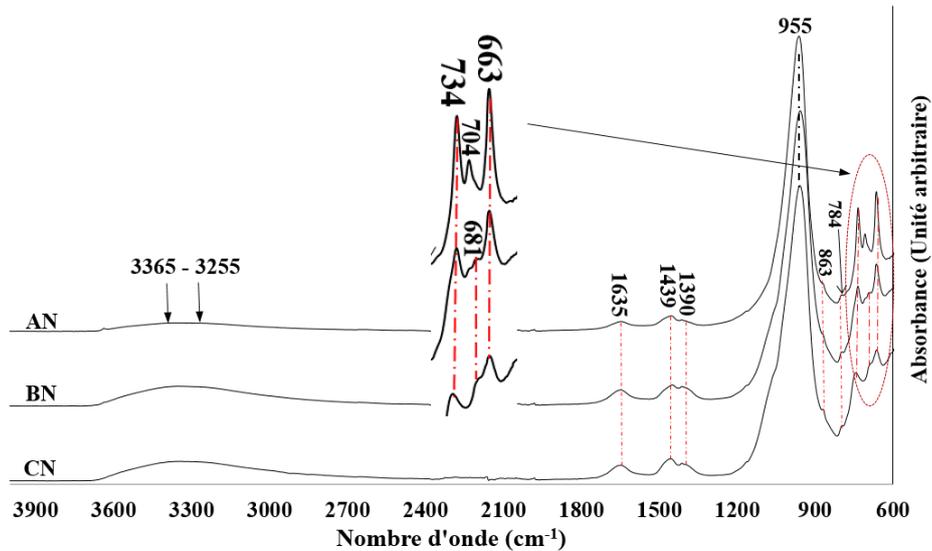


Figure 4-8 : Spectres infrarouges des géopolymères à base de NaOH (AN, BN et CN)

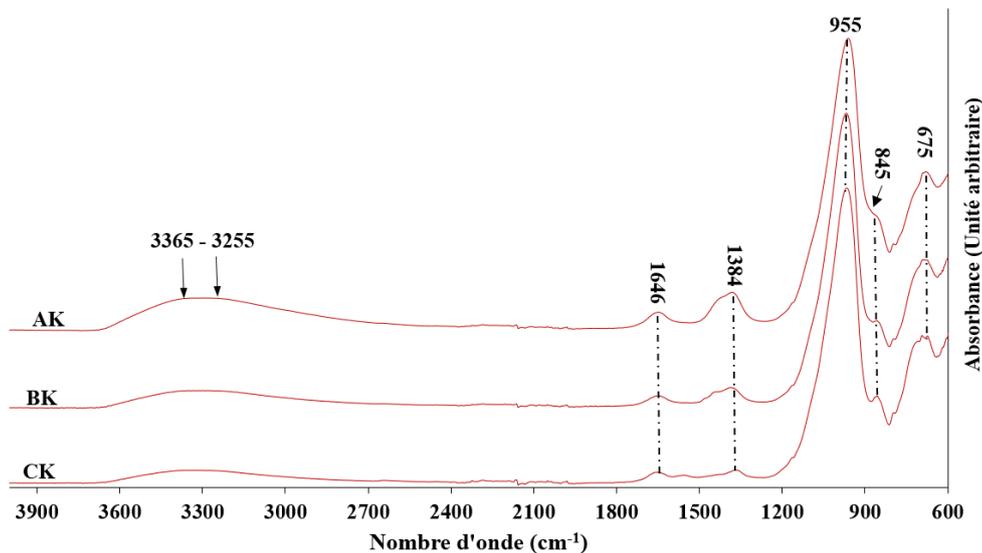


Figure 4-9 : Spectres infrarouges des géopolymères à base de KOH (AK, BK et CK)

3.1.3 Analyses thermiques (ATD/ATG) des géopolymères

Les analyses thermiques (ATG et ATD) des différentes compositions de géopolymères (AN, BN, CN et AK, BK, CK) sont présentées sur les **Figure 4-10** et **Figure 4-11**.

Au niveau des analyses thermogravimétriques, et pour les composés sodiques, les pertes de masse sont à peu près les mêmes, quelles que soient les teneurs en silice (4,5 % seulement de différence). Par contre, pour les composés potassiques, plus la teneur en silice est élevée et plus la perte de masse est importante (16,5 % de différence).

Au niveau des analyses thermo-différentielles, et pour les composés sodiques, les réactions endothermiques à 170 °C et 380 °C, traduisant les départs d'eau plus ou moins liés, sont d'autant

plus marquées que les teneurs en silice sont élevées. La réaction endothermique à 575 °C correspond à la transformation du quartz ($\alpha \rightarrow \beta$) [126]. Les réactions endothermiques à plus hautes températures (683 °C et 750 °C) correspondent à des départs d'eau de constitution des zéolithes ou des géopolymères [127]. Elles sont suivies par des réactions exothermiques à 706 °C, 822 °C et 862 °C que l'on peut associer aux recristallisations des zéolithes ou des géopolymères [128]. La réaction endothermique à 890 °C traduirait une décarbonatation des composés sodiques observés par IRTF et visibles sur la **Figure 4-5 b**.

Pour les composés potassiques, les réactions de déshydratation à 170 °C et 402 °C sont bien marquées pour le composé BK. On retrouve les mêmes réactions endothermiques et exothermiques que pour les composés sodiques avec une remarque cependant : les réactions exothermiques se font à plus basses températures lorsque l'on passe du composé AK au composé CK (858 °C \rightarrow 820 °C et 729 °C \rightarrow 673 °C). Comme dans le cas précédent, la réaction à 890 °C proviendrait de la décomposition du K_2CO_3 .

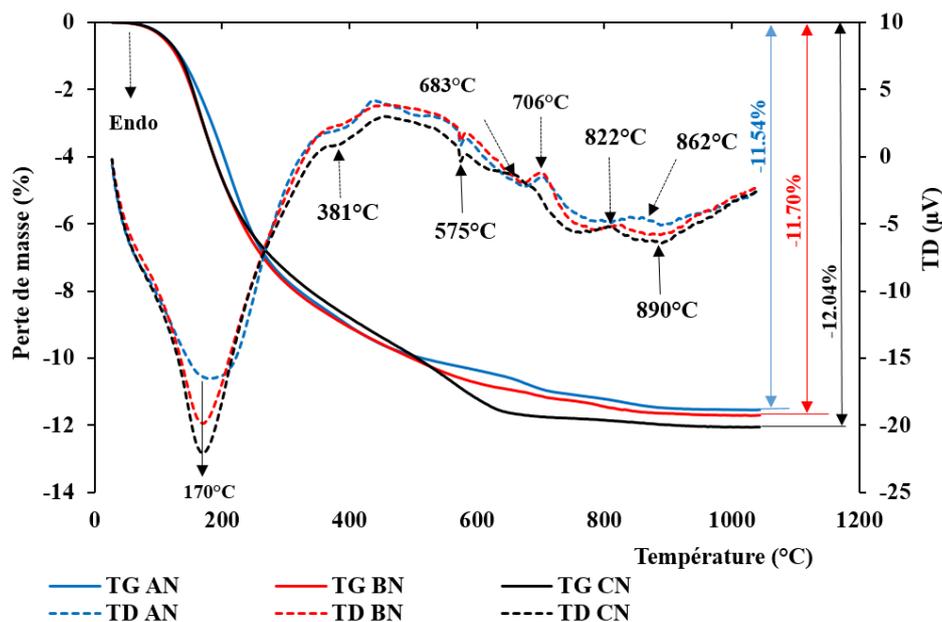


Figure 4-10 : Analyses thermiques des géopolymères à base de NaOH

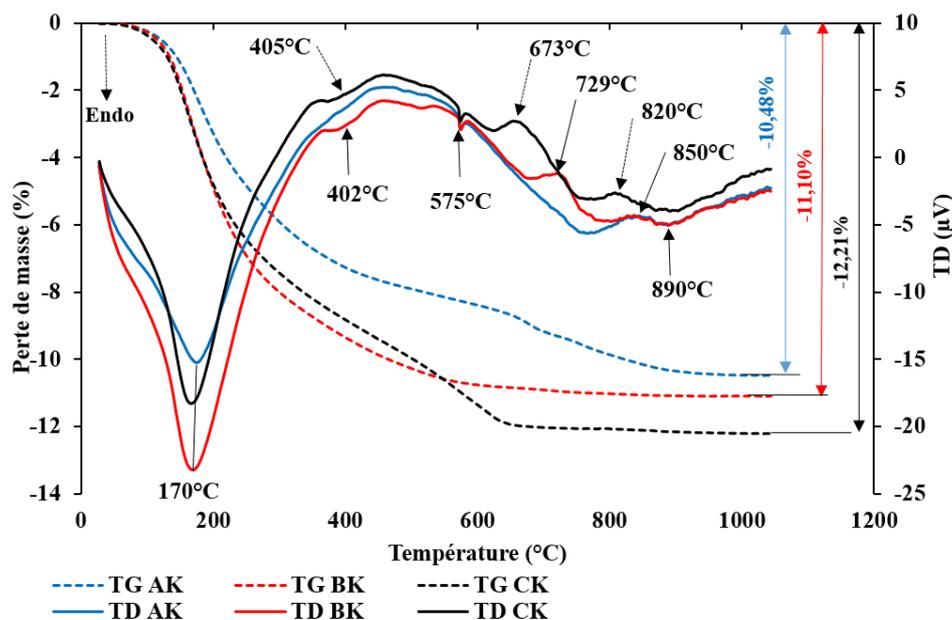


Figure 4-11 : Analyses thermiques des géopolymères à base de KOH

3.2. Caractérisations physiques et mécaniques des liants géopolymères

Les densités apparentes, les porosités accessibles à l'eau, les micrographies (MEB) et les résistances à la compression des liants géopolymères à base de NaOH et de KOH sont les différentes mesures présentées dans cette partie.

3.2.1 Caractérisations physiques des liants géopolymères à base de NaOH et KOH

Les **Figure 4-12** et **Figure 4-13** présentent respectivement la porosité accessible à l'eau et la relation entre porosité - densité apparente des liants géopolymères en fonction de leur composition. La porosité accessible à l'eau de l'ensemble des échantillons varie de 34 à 42 % alors que leur densité apparente évolue de 1,2 à 1,3. Cependant, on note des comportements différents entre les composés sodique et potassique à l'image de leur composition.

Dans le cas des composés potassiques, on a une corrélation nette entre porosité et densité avec une diminution de la porosité et une augmentation de la densité liée à la teneur en silice du matériau. Le caractère mal cristallisé de ces géopolymères, plus sensibles à l'évaporation de l'eau avec la température et à la contraction de son réseau, pourrait expliquer les variations observées.

Les composés sodiques ont un comportement différent. Dans tous les cas leur densité est supérieure à celle des composés potassiques avec une porosité bien plus faible. Ces différences sont essentiellement liées au caractère cristallisé des géopolymères constitués principalement

par des zéolithes. La phase géopolymère plus développée dans le composé CN pourrait expliquer la faible diminution de sa densité.

Pour mieux cerner l'influence du type de solution alcaline sur la porosité des liants géopolymères, une observation microscopique a été faite sur quelques échantillons de géopolymères, notamment sur CN et CK.

Les micrographies, réalisées à deux échelles différentes (10 μm et 1 μm) sur les échantillons CN et CK et présentées sur la **Figure 4-14**, révèlent une porosité plus importante sur les échantillons à base de KOH par rapport à ceux à base de NaOH. Cette distinction de la porosité au sein des deux échantillons est plus remarquable sur les micrographies à échelle réduite de 1 μm . Ceci est en bon accord avec les résultats d'évaluation de la porosité accessible à l'eau présentés sur la **Figure 4-12**. Sur cette même **Figure 4-14**, on peut observer une structure homogène rigide, identifiée comme du gel géopolymère, et quelques grains de silice provenant probablement du quartz du métakaolin ou de la cendre de balle de riz.

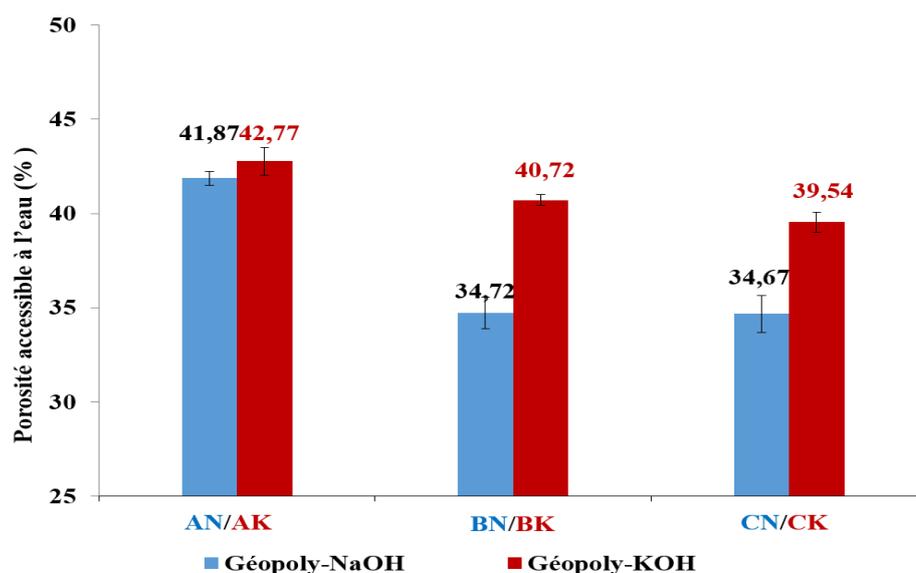


Figure 4-12 : Porosité accessible à l'eau des géopolymères (NaOH et KOH)

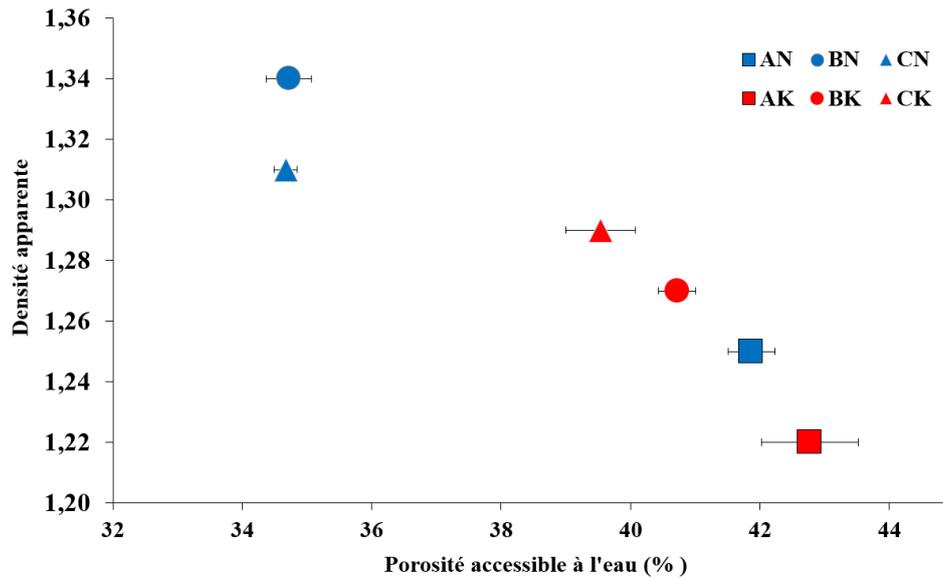


Figure 4-13 : Relation entre porosité et densité apparente des géopolymères

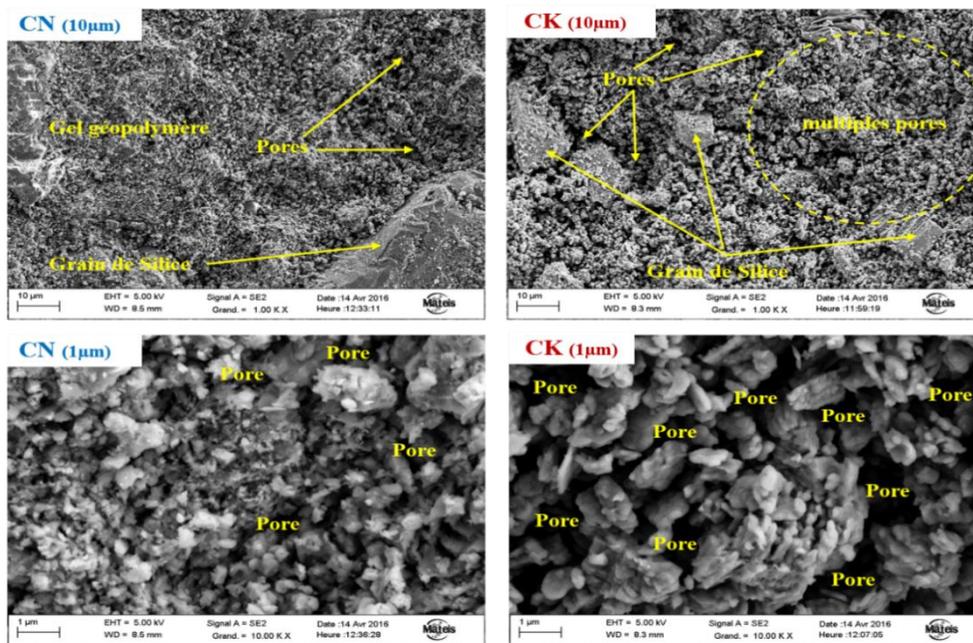


Figure 4-14 : Identifications des pores au moyen du MEB

3.2.2 Caractérisation mécanique des liants géopolymères à base de NaOH et KOH

Les résistances en compression des géopolymères à base de NaOH et de KOH sont présentées sur la **Figure 4-15**. Les géopolymères à base de NaOH montrent des résistances en compression plus élevées que celles des échantillons à base de KOH. Ce résultat peut être relié à une porosité plus faible des liants géopolymères à base de NaOH comme montrée sur **Figure 4-12** ou à une cristallinité plus élevée. Les meilleurs résultats mécaniques des géopolymères à base de NaOH par rapport à ceux à base de KOH sont en accord avec certains résultats de la littérature

[129,130]. Xu et Deventer [131] qui affirment que les meilleures performances en compression des échantillons à base de NaOH par rapport à ceux à base de KOH seraient attribuées à une dissolution plus importante des aluminosilicates en présence de la solution d'hydroxyde de sodium par rapport à l'hydroxyde de potassium. Selon cette même étude, la taille ionique plus petite de Na^+ par rapport à K^+ favorise la réaction de paires ioniques avec les oligomères de silicate plus petits, améliorant ainsi la liaison entre particules [131]. L'ensemble de ces résultats montre que la résistance en compression des géopolymères dépend fortement de la nature de l'hydroxyde alcalin utilisé.

En outre, les résistances mécaniques des liants géopolymères ont subi une amélioration en fonction du taux d'addition de la cendre de balle de riz (5 % pour BN et 10 % pour CN) et donc de silice, quel que soit le type de solution alcaline utilisée pour leur synthèse. L'augmentation de ces résistances mécaniques est quasi-linéaire pour les géopolymères à base de KOH (8,3 - 11,9 - 15,2 MPa). Pour les géopolymères à base de NaOH, on remarque que cette augmentation de la résistance présente une valeur maximale pour l'échantillon BN (25,2MPa). L'addition de la cendre de balle de riz, en augmentant la quantité de silice amorphe dans le mélange complexe d'aluminosilicate, favoriserait la libération des espèces silicates de type $[\text{SiO}(\text{OH})_3]$ pendant la phase de dissolution par hydrolyse alcaline. Les deux types de solutions alcalines utilisées étant très concentrés (12M), il en résulte la formation d'un gel constitué d'un large réseau tridimensionnel d'aluminosilicate responsable de la liaison entre particules du matériau formé, leur permettant de résister aux sollicitations telles que la résistance à la compression.

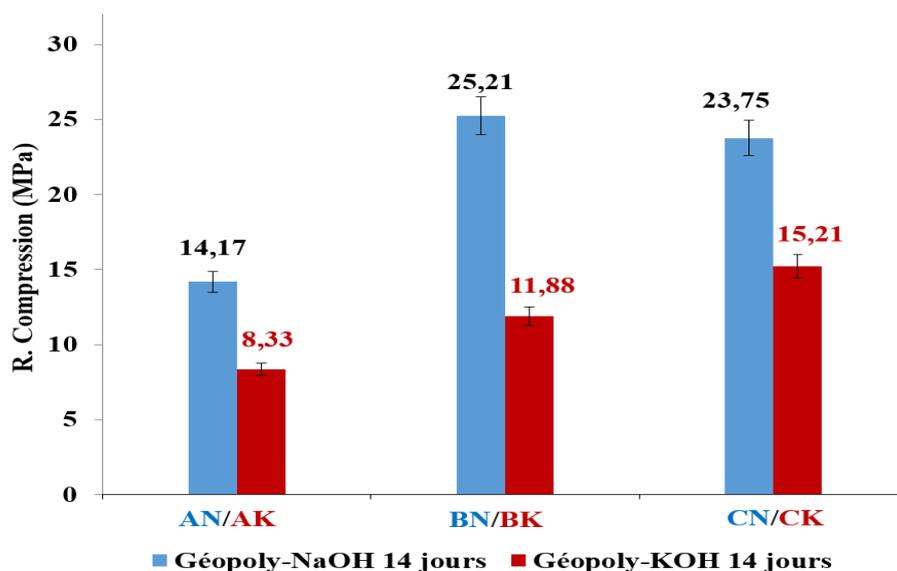


Figure 4-15 : Résistance à la compression des géopolymères à base de NaOH et de KOH

3.3 Propriétés thermiques des liants géopolymères à base de NaOH et KOH

La conductivité thermique des différentes formulations de géopolymères est représentée sur la **Figure 4-16**. Les géopolymères à base de NaOH présentent une conductivité thermique qui varie entre 0,31 à 0,44 W/m.K alors que ceux à base de KOH, qui ont des densités plus faibles, ont des conductivités qui varient de 0,22 à 0,28 W/m.K. La conductivité thermique du potassium qui est connue pour être approximativement la moitié de celle du sodium [132] pourrait contribuer à une réduction de la conductivité thermique des géopolymères à base de KOH. La **Figure 4-17** montre la corrélation entre la conductivité thermique et la porosité accessible à l'eau des échantillons géopolymères. On retrouve ici un résultat classique, comme indiqué par Feng et al [133], à savoir que plus la porosité est élevée, plus la conductivité thermique est faible.

Par ailleurs, la conductivité thermique est également influencée par l'addition de la cendre de balle de riz. La **Figure 4-16** montre que les liants géopolymères contenant de la cendre de balle de riz présentent une conductivité thermique plus élevée. Cela est dû à une meilleure densification de la matrice de géopolymère contenant la cendre de balle de riz. Cette densification est associée au rapport $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ plus élevé et à une meilleure réaction de polycondensation de ces liants géopolymères [134].

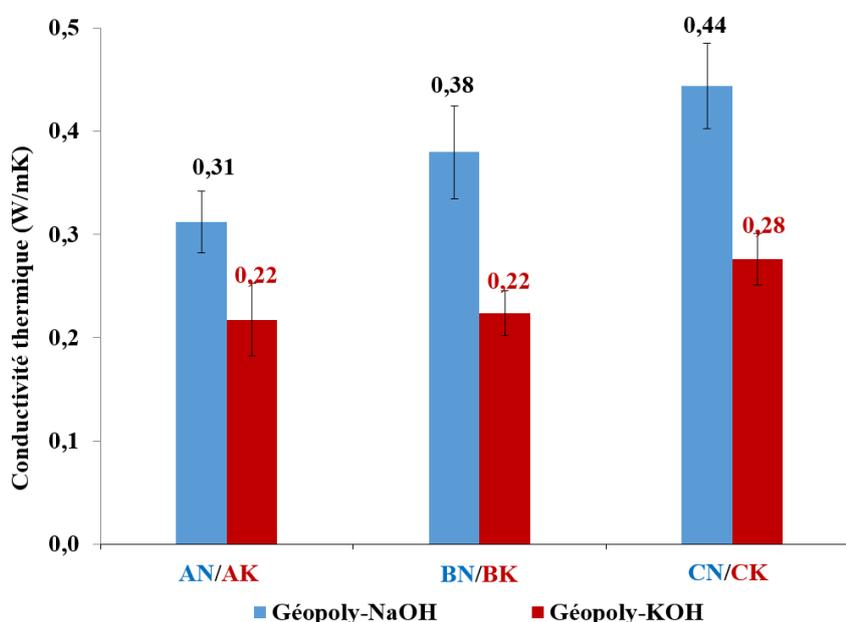


Figure 4-16 : Conductivité thermique des géopolymères à base de NaOH et de KOH

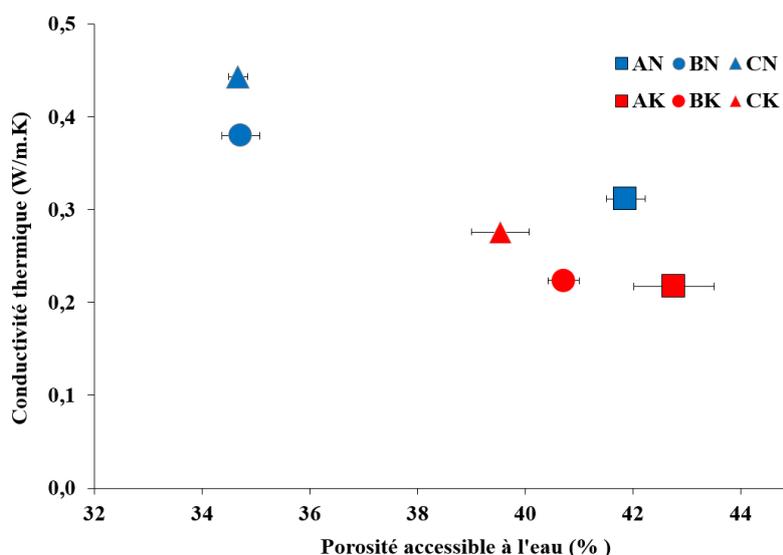


Figure 4-17 : Conductivité thermique en fonction de la porosité des liants géopolymères à base de NaOH et de KOH

Au terme de cette première partie, les résultats obtenus mettent en évidence l'influence de la nature du type de solution alcaline utilisée (NaOH ou KOH) pour l'activation du complexe d'aluminosilicates (MK avec ou sans CBR) sur les différentes propriétés des liants géopolymères.

L'analyse minéralogique par DRX des liants géopolymères montre principalement la formation de minéraux zéolithiques (surtout sur les échantillons à base de NaOH) et la présence de phases amorphes (plus accentuée sur les échantillons à base de KOH). La présence de ces produits zéolithiques a été confirmée par IRTF.

Le type d'alcalin utilisé pour l'activation du complexe aluminosilicate affecte aussi significativement les propriétés physico-mécaniques et thermiques. Les échantillons synthétisés à base de NaOH présentent les meilleures résistances à la compression, les porosités accessibles à l'eau les plus faibles et les densités apparentes les plus élevées. Ces deux paramètres (physique et mécanique) sont aussi améliorés avec l'introduction de la cendre de balle de riz. Les liants géopolymères à base de KOH présentent quant à eux les meilleurs résultats en termes de propriétés thermiques, ce qui peut être relié à leur porosité plus élevée. La cendre de balle de riz induit une augmentation de la conductivité thermique par rapport aux échantillons ne contenant pas de cendre de balle de riz. Cependant, bien que les conductivités thermiques des matériaux à base de NaOH soient plus élevées, elles restent tout de même inférieures à celles des matériaux cimentaires [135].

Après analyse de l'ensemble des résultats présentés dans ce paragraphe et compte tenu aussi du coût plus élevé de l'hydroxyde de potassium (environ deux fois le coût de l'hydroxyde de sodium), nous avons choisi de n'utiliser que l'hydroxyde de sodium pour la suite de notre étude. L'objectif de la seconde partie de ce chapitre sera particulièrement axé sur l'influence de la température de cure sur les propriétés des liants géopolymères.

IV. Influence de la température de cure et de la teneur en cendre de balle de riz sur les propriétés des liants géopolymères

4.1 Synthèse et traitement thermique des échantillons géopolymères

Les échantillons géopolymères ont été synthétisés en suivant le protocole décrit dans le paragraphe 2.2 de ce chapitre en utilisant seulement la solution d'hydroxyde de sodium comme activateur. Les rapports massiques solution alcaline/poudre, Na_2O /poudre et eau/(poudre + Na_2O) sont respectivement égaux à 0,8, 0,2 et 0,5. A noter que pour l'évaluation du rapport eau/(poudre + Na_2O), la quantité d'eau considérée est celle utilisée en amont pour la préparation de la solution alcaline à 12M. Par ailleurs, la cendre de balle de riz est également utilisée dans la composition des poudres d'aluminosilicate en remplacement partiel du métakaolin.

Trois types de formulation ont été synthétisés dans cette partie. Il s'agit de :

AN : métakaolin activé par la solution de NaOH

BN : 95 % de métakaolin et 5 % de cendre de balle de riz activés par NaOH

CN : 90 % de métakaolin et 10 % de cendre de balle de riz activés par NaOH

Il est généralement connu que la température et le temps de cure ont une grande influence sur les propriétés d'usages des matériaux géopolymères [136–138]. Dans l'objectif d'étudier la faisabilité d'un liant géopolymère à température variable (en utilisant un four solaire par exemple), nous avons retenu trois conditions de température : 30, 60 et 90 °C.

Les géopolymères ont été coulés dans des moules $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$, puis recouverts d'un film polyéthylène et placés dans l'atmosphère ambiante du laboratoire ($30 \pm 5 \text{ °C}$) pendant 7 jours. Les échantillons ont ensuite été placés après démoulage sous trois conditions de températures différentes :

- ✓ la première condition de cure consiste à garder les échantillons après démoulage dans l'atmosphère ambiante du laboratoire ($30 \pm 5 \text{ °C}$) pendant 7 jours,
- ✓ la deuxième condition de cure consiste en un traitement thermique à 60 °C pendant 7 jours en utilisant une étuve de laboratoire à convection naturelle,

- ✓ la troisième condition de cure consiste en un traitement thermique à 90 °C pendant 7 jours également en utilisant une étuve de laboratoire à convection naturelle.

Chaque échantillon type de géopolymère ayant subi une cure de 14 jours sous l'une des conditions décrites ci-dessus est soumis ensuite à plusieurs essais de caractérisation afin de mettre en évidence l'influence de ces différentes conditions de cure et du taux d'addition de la cendre de balle de riz sur les propriétés des liants géopolymères. La détermination de ces propriétés a été effectuée à travers des essais de diffractométrie des rayons X (DRX), spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF), microscopie électronique à balayage (MEB), perte de masse, densité apparente, porosité accessible à l'eau et résistance en compression.

4.2 Propriétés minéralogiques et microstructurales

4.2.1 Diffractométrie des rayons X des liants géopolymères

La **Figure 4-18** représente respectivement les diffractogrammes des liants géopolymères AN (a), BN (b) et CN (c) à 14 jours de cure en fonction de la température de cure. Ces diffractogrammes montrent la présence des phases cristallines telles que la faujasite - F, l'hydrosodalite - H, la zéolithe A - Z et le quartz - Q (initialement présent dans le métakaolin). En outre, ces diffractogrammes sont différenciés par l'intensité des pics (cristallinité) ainsi que par la présence du halo caractérisant la phase amorphe des échantillons.

La substitution partielle du métakaolin par la cendre de balle de riz favorise la formation des phases amorphes qui augmente avec le taux de substitution. Elle contribue également à diminuer la cristallinité des minéraux formés, comme le montre la diminution d'intensité des pics de diffraction des échantillons BN et CN par rapport à celui de AN à 30 °C.

Par ailleurs, le traitement thermique des liants géopolymères a une nette influence sur leur minéralogie. Il favorise la cristallisation des minéraux comme le montre l'intensification des pics avec l'augmentation de la température de cure de 30 à 90 °C. Ceci est beaucoup plus marqué sur le DRX du géopolymère AN, où les diffractogrammes à 60 et 90 °C présentent des pics plus intenses et n'ont pratiquement pas de halo relatif à une phase amorphe, que sur les diffractogrammes des géopolymères BN et CN à 60 et 90 °C, qui présentent des pics moins intenses et des halos caractérisant la présence des phases amorphes. En outre, les halos des matières premières (MK et CBR), initialement centrés autour de $25^\circ 2\theta K\alpha Co$, sont réorientés vers $35^\circ 2\theta K\alpha Co$ après leur activation alcaline. Ceci reflète une dissolution des matières

premières suivie d'une restructuration d'un nouveau réseau amorphe dans le matériau qui est généralement appelé gel géopolymère [139].

Les diffractogrammes des rayons X des liants géopolymères (AN, BN et CN) révèlent la formation de nouveaux minéraux (produits zéolithiques) sous l'effet de l'augmentation de la température, avec l'hydrosodalite qui remplace la faujasite quelle que soit la composition de la matrice. La présence du quartz, présent avec le MK et dans tous les DRX des géopolymères, montre que ce minéral ne se dissout pas en présence de solution de NaOH. Le type de minéral formé (zéolithe) dépend donc de la température de cure et de l'addition de la cendre de balle de riz. La formation de ces minéraux est également décrite dans la littérature [118,140]. Les minéraux cristallins nouvellement formés au sein de ces matériaux pourraient contribuer à une amélioration de leurs propriétés physico-mécaniques.

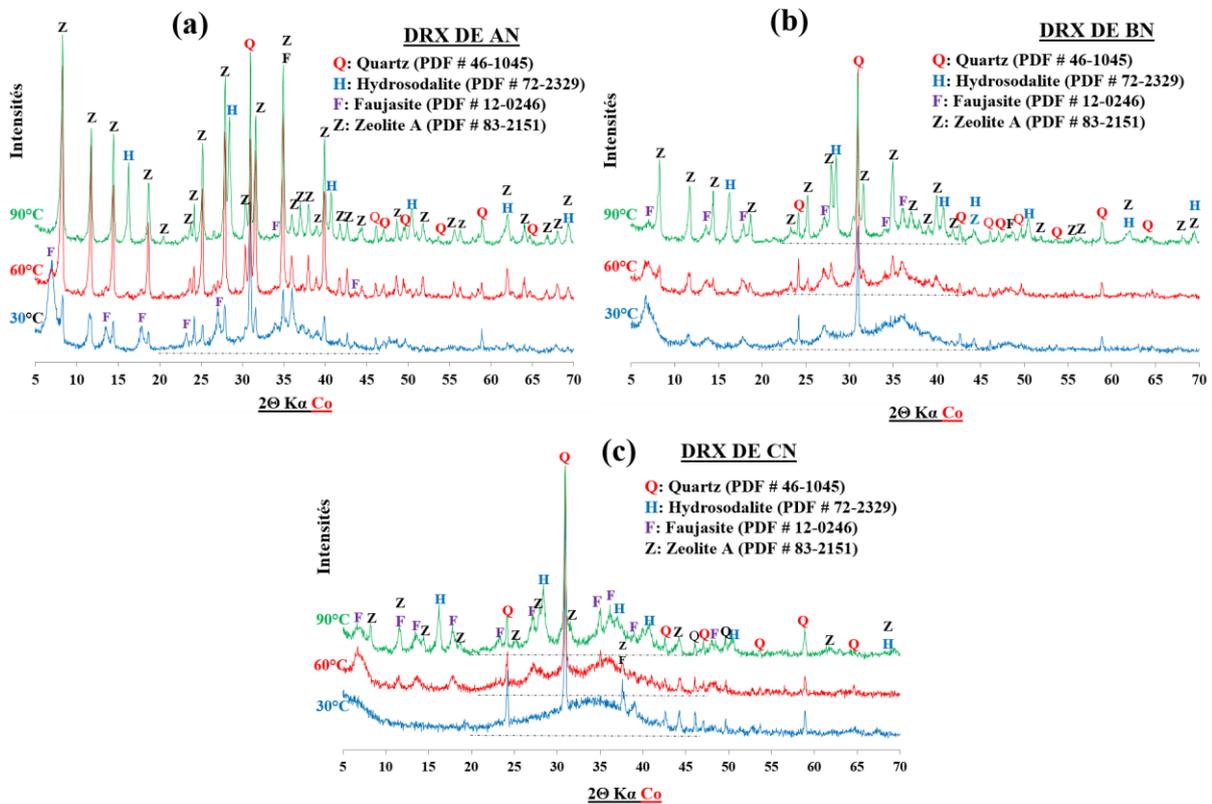


Figure 4-18 : DRX des liants géopolymères en fonction de la température de cure

4.2.2 Spectrométrie infrarouge des liants géopolymères

Les **Figure 4-19** à **Figure 4-21** présentent les spectres infrarouges des liants géopolymères pour les trois températures de cure (30, 60 et 90 °C).

Les bandes d'absorption entre 3365-3255 cm^{-1} de la **Figure 4-19** correspondent à des liaisons O-H de molécule d'eau [22,47]. La réduction /disparition de ces bandes sur les spectres à 60 et

90 °C (**Figure 4-20** et **Figure 4-21**) peut être reliée à l'évaporation de l'eau contenue dans la solution alcaline au cours du traitement thermique. La bande à 1644 cm^{-1} présente sur tous les spectres correspond aux liaisons H-O-H des molécules d'eau qui sont probablement dans le réseau cristallin des zéolithes. L'ensemble des spectres présente chacun une large bande entre $1432\text{-}1390\text{ cm}^{-1}$ qui peut être affectée aux vibrations d'étirement des liaisons O-C-O indiquant la carbonatation atmosphérique, responsable de l'efflorescence qui apparaît sur les échantillons (**Figure 4-5.b**). L'excès de sodium dans la matrice géopolymère peut avoir réagi avec le CO_2 de l'air pour aboutir au bicarbonate de sodium [141]. La bande principale détectée à $960/955\text{ cm}^{-1}$ est attribuée aux liaisons Si-O- Na^+ présentes dans la sodalite et les zéolithes [118,142], en accord avec les minéraux identifiés par DRX sur la **Figure 4-18**. La position de cette bande principale, par rapport à celle des matières premières, 1056 cm^{-1} (MK, **Figure 3-13**) et 1065 cm^{-1} (CBR- **Figure 4-3**), justifierait la réaction des matières premières avec la solution alcaline et donc la géopolymérisation. Ce résultat est en accord avec ceux obtenus sur les DRX des géopolymères qui ont montré également le déplacement de leurs halos par rapport à ceux des matériaux de base. La bande située autour de 1054 cm^{-1} dans tous les spectres à 30 °C (**Figure 4-19**) est attribuée aux liaisons Si-O-Si de la silice [118] présente dans les matières premières (MK et CBR) qui n'est pas totalement dissoute par hydrolyse alcaline lorsque les échantillons sont laissés à température ambiante (30 °C). Cependant, la disparition de cette bande sur les autres spectres à 60 et 90 °C (**Figure 4-20** et **Figure 4-21**) refléterait une dissolution préférentielle de la cendre de balle de riz avec l'augmentation de la température de cure. Les bandes situées autour de 738 et 658 cm^{-1} sont associées aux vibrations asymétriques et symétriques Si-O-Al et Si-O-Si dans les sites tétraédriques (SiO_4 et AlO_4) des géopolymères [143]. On constate que l'intensité de ces bandes est du même ordre de grandeur à 30 °C quelle que soit la composition ; en revanche, cette intensité augmente nettement pour les compositions AN et BN à 60 et 90 °C ; pour la composition CN, on peut noter une légère augmentation de la bande à 658 cm^{-1} à 90 °C. Ainsi, ces bandes caractérisent les phases zéolithiques qui sont de mieux en mieux cristallisées lorsqu'on passe de 30 à 90 °C. Cependant, pour une température de cure donnée (60/90 °C sur les **Figure 4-20** et **Figure 4-21**), l'intensité des trois bandes autour de 738 à 658 cm^{-1} diminue progressivement et respectivement pour les géopolymères BN (5 % de CBR) et CN (10 % de CBR) par rapport à AN. Cela reflète la diminution de l'intensité de ces bandes avec l'augmentation de la teneur en silice dans la matrice de géopolymère (**Figure 4-20**) due à la dissolution de la cendre de balle de riz pendant la réaction de polymérisation et augmente le désordre dans le système [118].

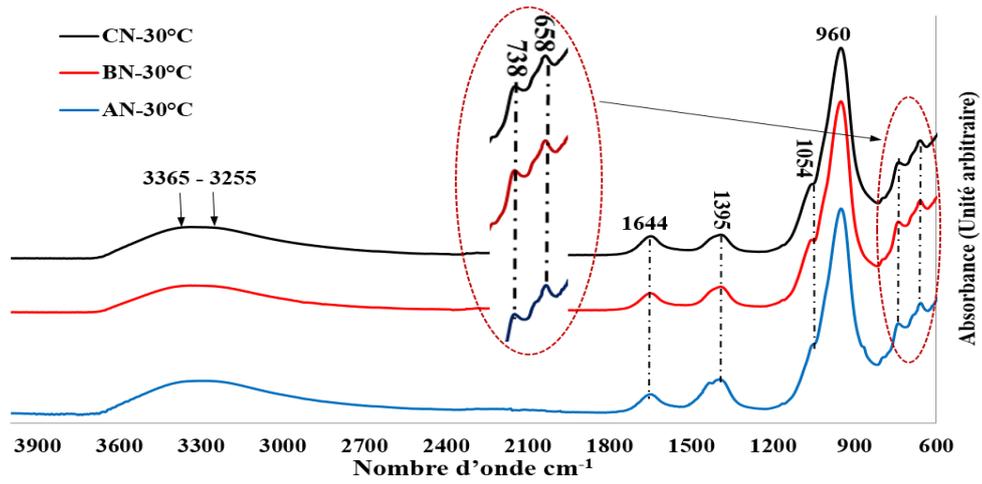


Figure 4-19 : Spectres infrarouges des liants géopolymères à 30 °C

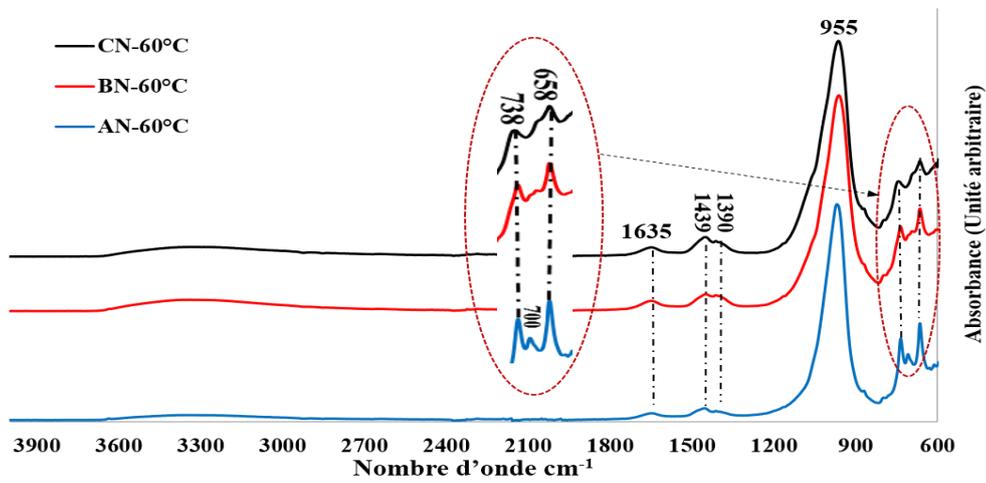


Figure 4-20 : Spectres infrarouges des liants géopolymères à 60 °C

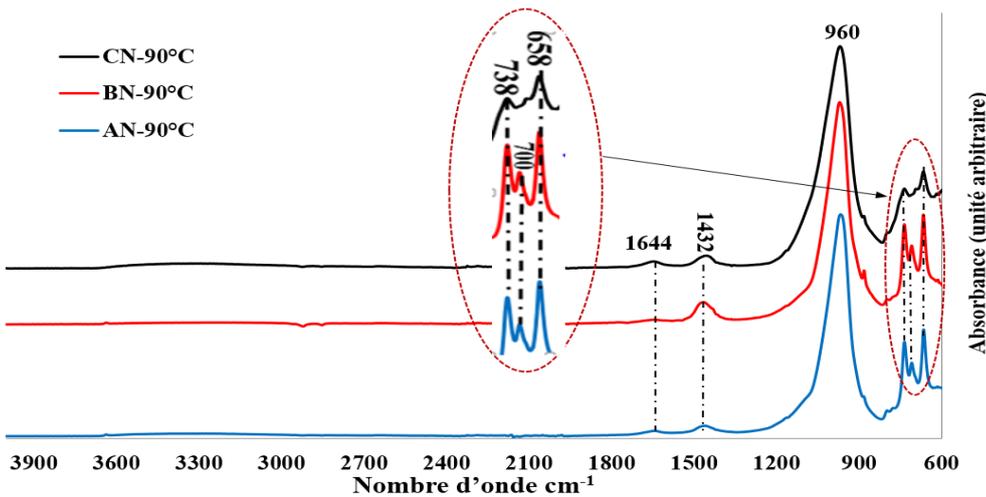


Figure 4-21 : Spectres infrarouges des liants géopolymères à 90 °C

4.2.3 Microscopie électronique à balayage (MEB) des liants géopolymères

La microstructure des géopolymères AN, BN et CN est présentée sur les **Figure 4-22**, **Figure 4-23** et **Figure 4-24** en fonction de la température de cure. Celle-ci semble affecter la structure du géopolymère, les échantillons obtenus à 60 et 90 °C apparaissant plus consolidés que ceux obtenus à 30 °C.

En effet, les échantillons à 30 °C montrent des aspects hétérogènes avec de nombreuses particules non dissoutes. Les rapports $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ de ces échantillons AN, BN et CN à 30 °C quantifiés par EDS dans des zones qui semblent être homogènes au MEB (respectivement 2,80, 2,68 et 2,72) sont inférieurs aux rapports molaires indiqués dans le **Tableau 4- 2**, ce qui caractérise une dissolution très lente de la silice (MK/CBR) lorsque la cure des échantillons est effectuée à cette température. Ceci est en accord avec la présence de la bande située autour de 1054 cm^{-1} sur les spectres à 30 °C (**Figure 4-19**) attribuée aux liaisons Si-O-Si des particules de silice non dissoute. Par contre, la morphologie des trois types de géopolymères (AN, BN et CN) à 60 °C semble plus homogène et compacte. Leur rapport molaire $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ par EDS, respectivement 2,90 (AN), 3,01 (BN) et 3,07 (CN), augmente avec la teneur en cendre de balle de riz et est approximativement égal aux rapports molaires théoriques présentés dans le **Tableau 4- 2**, reflétant ainsi une dissolution graduelle de la cendre de la balle de riz par la solution alcaline à température croissante. Cette dissolution est également attestée par la disparition de la bande à 1054 cm^{-1} sur tous les spectres de la **Figure 4-20**.

Les échantillons BN et CN, avec un rapport molaire $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ élevé (**Tableau 4- 2**), présentent une microstructure relativement compacte avec la présence de quelques pores et quelques particules non dissoutes. L'augmentation du rapport molaire $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ dans la matrice de formulation couplée à l'augmentation de la température de cure favoriserait la polycondensation due à une solubilisation significative des particules siliceuses. Les géopolymères de type AN, qui présentent un plus faible rapport molaire théorique $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ (2,96), sont moins compacts que les produits BN et CN. Cette différence serait due à la présence d'une phase amorphe plus importante dans le mélange MK – CBR que dans la matrice composée uniquement de métakaolin. Des études antérieures ont montré que l'augmentation de la teneur en silicate dans la matrice de géopolymère à base de métakaolin modifie la microstructure et réduit le nombre et la taille des pores [47]. Une tendance similaire a été observée pour des géopolymères à base de cendre volante, où les micrographies semblent très poreuses pour les échantillons à faible teneur en silice par rapport à l'échantillon à haute teneur en silice [22].

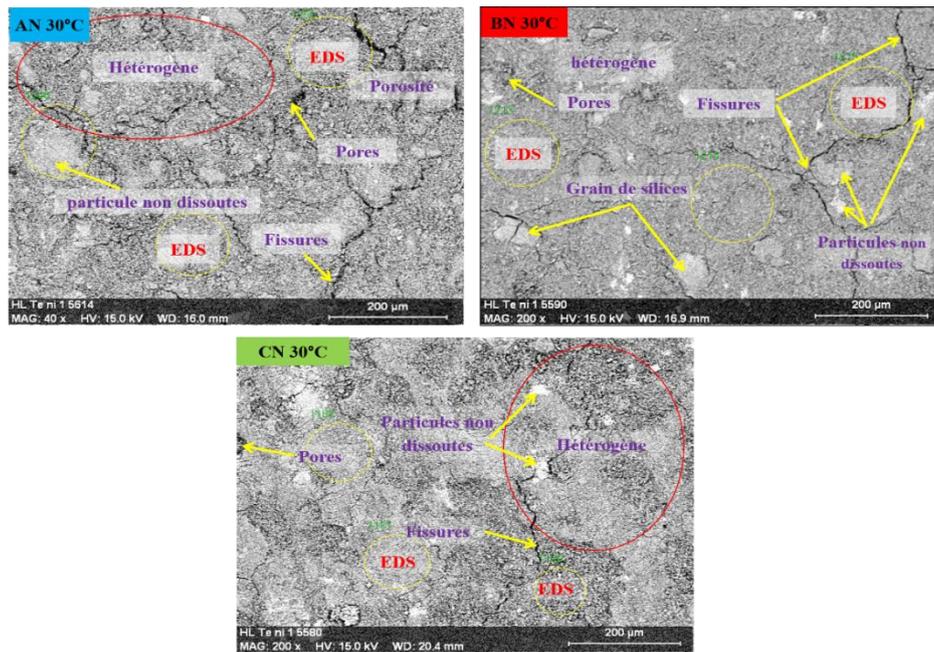


Figure 4-22: Images MEB des liants géopolymères à 30 °C

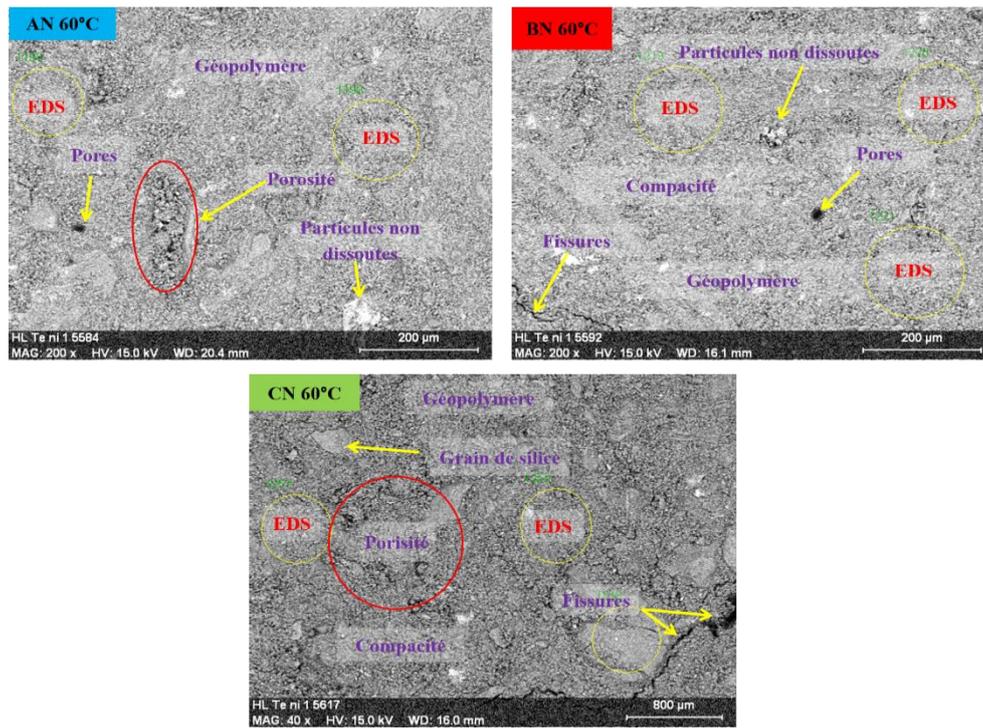


Figure 4-23 : Images MEB des liants géopolymères à 60 °C

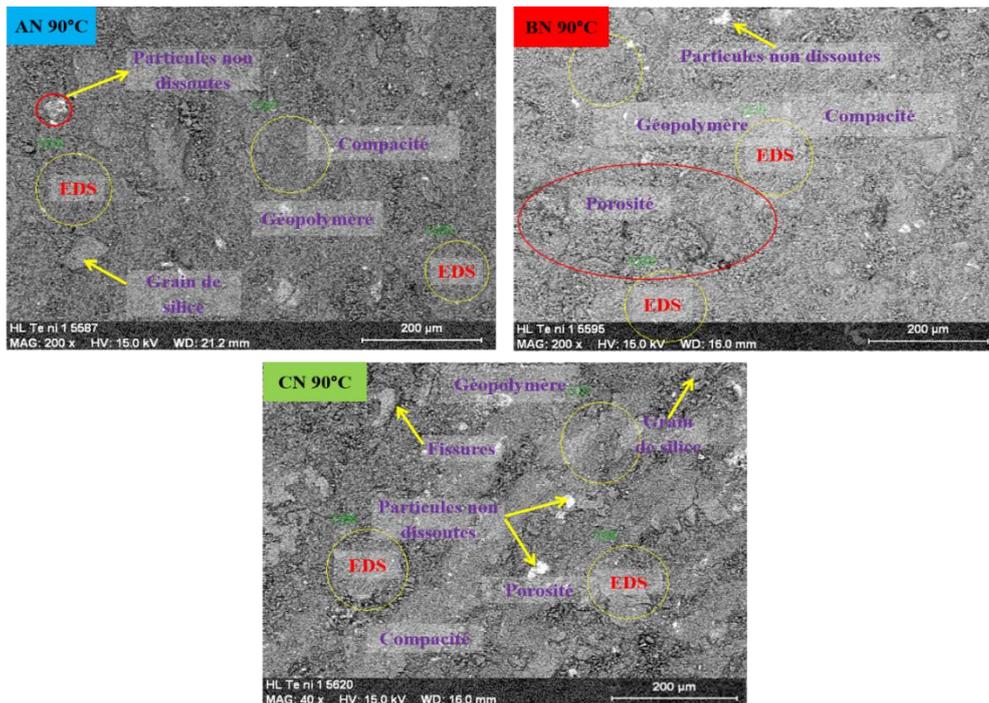


Figure 4-24 : Images MEB des liants géopolymères à 90 °C

4.3 Propriétés physiques et mécaniques des liants géopolymères

4.3.1 Perte de masse après la cure thermique

La **Figure 4-25** présente la perte de masse des échantillons géopolymères en fonction de la température de cure et de la substitution partielle du métakaolin par la cendre de balle de riz. La perte de masse augmente avec la température de cure, quelle que soit la formulation avec toutefois une augmentation plus conséquente pour le matériau le plus riche en silice CN (106 %) comparé à AN (69 %). Pour une température donnée, la perte de masse augmente avec la teneur en silice : ainsi, à 90 °C, cette augmentation est de 33 % entre AN et CN alors qu'elle n'est que de 12 % entre AN et BN. Cette perte de masse s'explique par l'évaporation de l'eau de la solution alcaline comme en témoigne la diminution d'intensité des bandes IR à $3365-3255\text{ cm}^{-1}$ caractéristiques des OH de l'eau pour les formulations à 30 et 60 °C (**Figure 4-19** et **Figure 4-20**) et par leur disparition pour la formulation à 90 °C (**Figure 4-21**). L'augmentation de la perte de masse de la formulation CN à 90 °C peut, en outre, être due à la cristallisation d'une phase zéolithique aux dépens du géopolymère, transformation qui se fait avec une perte des hydroxyles.

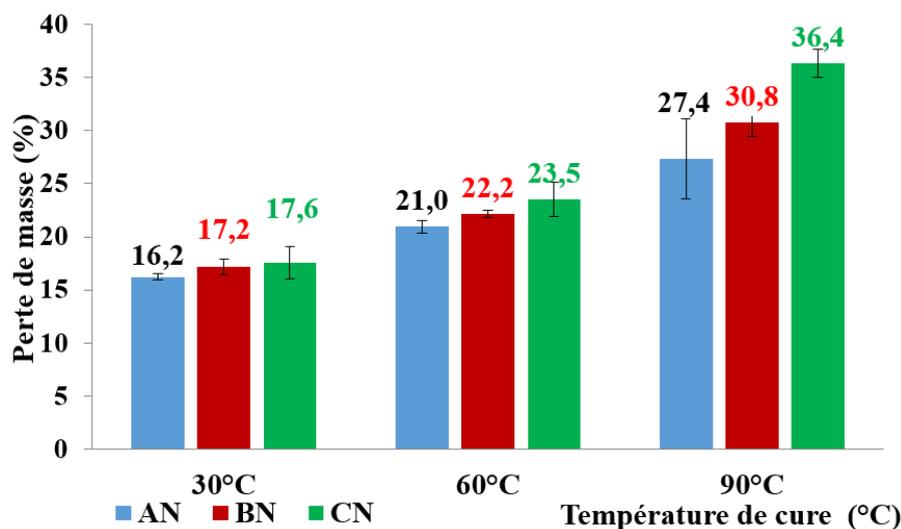


Figure 4-25 : Perte de masse des échantillons géopolymères en fonction de la température de cure

4.3.2 Densité apparente et porosité accessible à l'eau des échantillons géopolymères

La **Figure 4-26** présente la densité apparente des liants géopolymères en fonction de la température de cure et du type de géopolymère synthétisé. Elle varie entre 1,18 et 1,34 et la densité maximale est obtenue à 60 °C, quel que soit le type de géopolymère.

La densité maximale obtenue à 60 °C serait due à une gélification importante et une bonne condensation du gel à cette température de cure. En revanche, pendant la cure à 30 °C, les échantillons souffriraient d'une dissolution plus lente des matières premières et d'une condensation plus lente du gel, ce qui conduirait à des faibles densités et une porosité plus importante. Enfin, la cure à 90 °C s'accompagnant d'une importante évaporation d'eau (**Figure 4-25**), favoriserait la présence de nombreux pores et l'apparition de fissures conduisant à des densités plus faibles.

Les densités apparentes des trois types d'échantillons de géopolymères présentés dans cette étude sont légèrement inférieures à celles obtenues par Gao et al [57]. La densité apparente des géopolymères étant sensible au rapport massique liquide/solide adopté au cours de la formulation du liant géopolymère, il est possible que le rapport massique de 0,5 adopté dans notre étude soit trop élevé et responsable des faibles valeurs de densité apparente. Ces faibles densités pourraient également conduire à des résistances mécaniques plus faibles.

La **Figure 4-27** montre la relation entre la densité apparente et la porosité accessible à l'eau de liants géopolymères pour les différentes formulations et températures de cure. D'une manière générale, la porosité augmente lorsque la densité diminue, quelles que soient la température de

cure ou la composition. La porosité varie ainsi de 34 à 46 % alors que la densité varie de 1,34 à 1,18.

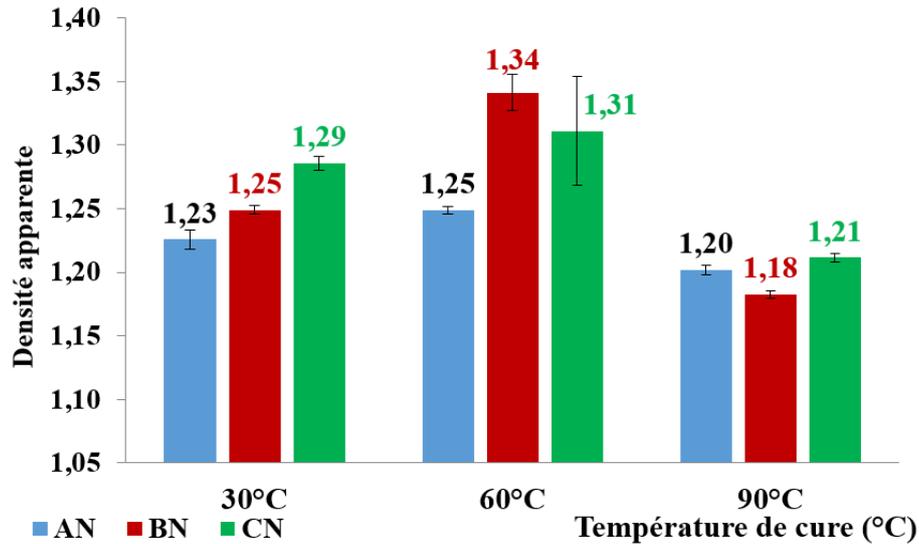


Figure 4-26 : Densité apparente des liants géopolymères en fonction de la température de cure

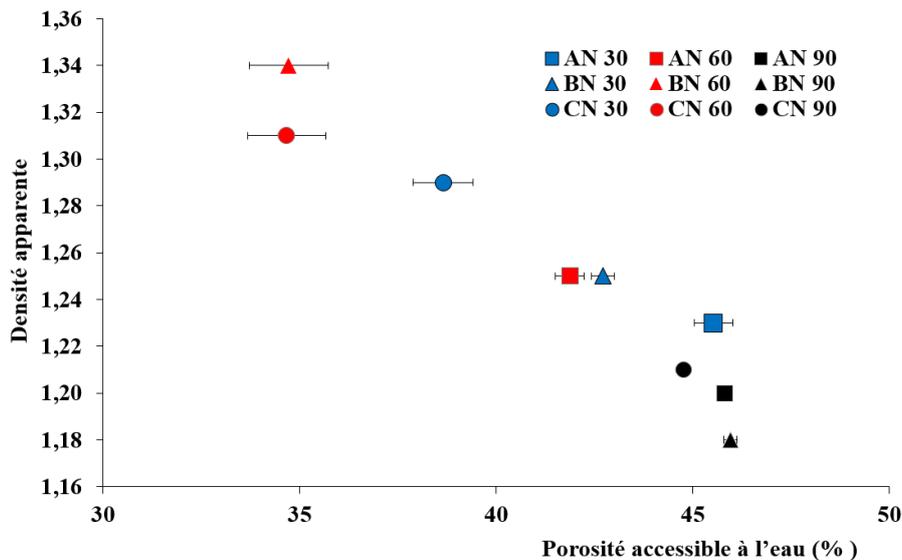


Figure 4-27 : Densité apparente des liants géopolymères en fonction de leur porosité accessible à l'eau

4.3.3 Résistance à la compression des échantillons géopolymères

Les Figure 4-28 et Figure 4-29 montrent la variation de la résistance à la compression des différentes formulations de liants géopolymères.

On observe une augmentation très marquée de la résistance mécanique lorsque la température augmente de 30 à 60 °C : ainsi, la résistance passe de 16,3 MPa à 30 °C à 25,2 MPa à 60 °C pour BN. Les géopolymères de type AN ont une résistance mécanique qui augmente d'une

manière monotone (10,4 - 14,2 et 22,3 MPa) avec l'augmentation de la température de cure, mais qui reste très faible par rapport à celle des échantillons de type BN et CN. Cela pourrait être expliqué par la cristallisation des minéraux zéolithiques des échantillons AN avec l'augmentation de la température (**Figure 4-18**). Cependant, la résistance à la compression augmente considérablement pour BN et CN entre 30 et 60 °C puis tend à se stabiliser entre 60 et 90 °C. L'augmentation peut être liée à la condensation du gel de géopolymère, caractérisée en outre par une augmentation de la densité et une diminution de la porosité. Ces résultats sont en accord avec les études menées par Muñiz et al. [144] qui ont étudié l'effet de la température sur le processus de géopolymérisation et ont montré que la température optimale pour une bonne géopolymérisation est de 60 °C. Les meilleures résistances à la compression affichées à 60 °C pour les échantillons BN et CN corroborent également avec les meilleures densités et les faibles porosités présentées sur la **Figure 4-27**.

En outre, la **Figure 4-29** met en évidence un rapport molaire $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ optimal qui a permis d'améliorer la résistance à la compression des liants géopolymères. Ceci est en accord avec les résultats d'études antérieures [145] qui ont montré que la résistance à la compression du géopolymère en fonction du rapport molaire $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ passe par un optimum. Dans notre cas, ce rapport molaire est estimé à 2,74, correspondant à la formulation BN (addition de 5 % de CBR). L'ajout de 10 % de CBR (CN) conduit également à une augmentation de la résistance à la compression par rapport à AN, mais reste légèrement inférieure à la résistance en compression de BN.

Les échantillons de type AN, ayant le plus faible rapport molaire $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ (**Tableau 4- 2**), présentent les plus faibles résistances à la compression par rapport à celles de BN et de CN. Cela signifierait que les échantillons AN ont une faible teneur en silice amorphe dans leur matrice et donc une quantité de gel géopolymère amorphe moins importante que les deux autres échantillons de géopolymère comme montré sur la **Figure 4-18**. La nature hautement cristalline du géopolymère AN par rapport aux géopolymères BN et CN peut aussi justifier ces faibles résistances mécaniques pour ces liants de type AN. Cela a été prouvée par des études menées par Ozer et Soyer [118] qui ont indiqué que l'augmentation de la teneur en SiO_2 dans les géopolymères peut considérablement réduire le niveau d'ordonnement structurel à long terme en permettant d'obtenir des structures désordonnées de géopolymère et d'améliorer les résistances à la compression [28,118]. Ceci concorde bien avec la nature amorphe des échantillons de BN et de CN identifiée sur les diffractogrammes (halos) présentés sur la **Figure 4-18 (b et c)** et les meilleures résistances à la compression que ces échantillons présentent sur

la **Figure 4-28**. Ainsi, on pourrait déduire que l'ajout d'une faible teneur de cendre de balle de riz (environ 5 %) au métakaolin fournit une quantité supplémentaire de silice amorphe pour assurer la production d'une quantité significative de gel de géopolymère. Cet ajout permet d'améliorer les propriétés mécaniques des liants géopolymères [2]. Bien que les résistances mécaniques des liants géopolymères subissent une amélioration en fonction de la température de cure et de l'addition de la cendre de balle de riz, elles sont cependant inférieures aux résistances mécaniques présentées dans la littérature [146,147]. Le rapport massique eau/solide de 0,5 pour la synthèse des géopolymères ainsi que les faibles densités apparentes des échantillons pourraient justifier ces faibles résistances mécaniques par rapport à celles de la littérature.

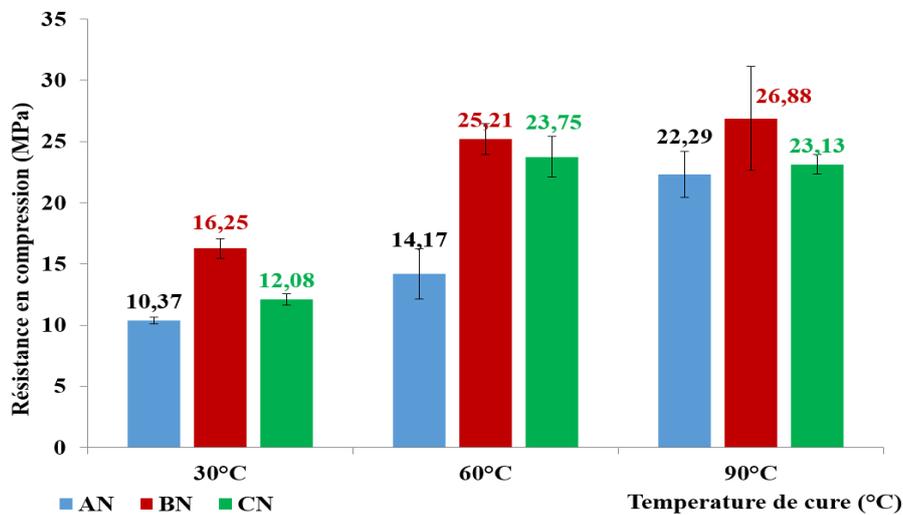


Figure 4-28 : Résistance en compression des liants géopolymères en fonction de la température de cure

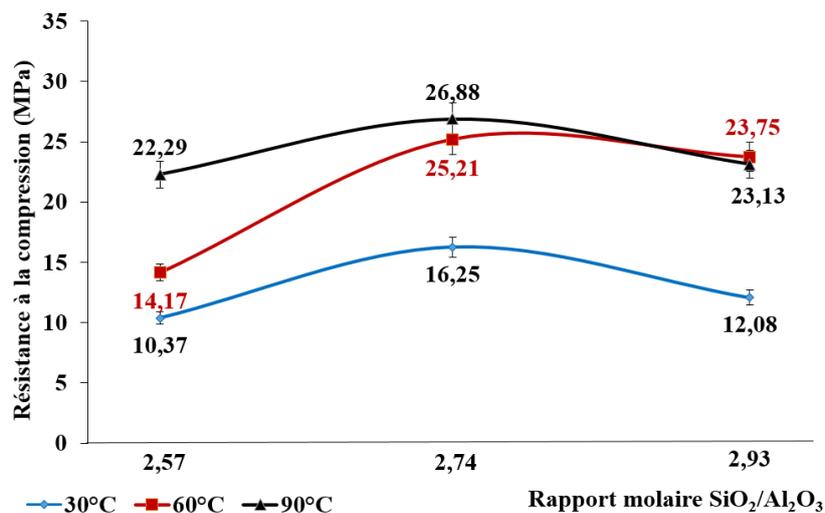


Figure 4-29 : Résistance en compression en fonction du rapport molaire $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$

En résumé, l'ensemble des résultats présentés dans ce paragraphe a mis en évidence le rôle important de la cure thermique des échantillons sur la géopolymérisation et confirmé celui de l'addition de cendre de balle de riz sur les propriétés des liants géopolymères.

La cure thermique des liants géopolymères a une influence significative sur la minéralogie de ces échantillons avec une augmentation de la cristallinité des nouveaux minéraux identifiés (zéolithes). Cette cristallinité est plus marquée sur les échantillons ne contenant pas de cendre de balle de riz (AN). L'augmentation de cette cristallinité des minéraux est également identifiée par l'intensification des bandes infrarouges situées autour de 800 à 650 cm^{-1} sur les spectres des échantillons AN ayant subi la cure à 60 et 90 °C. La disparition progressive des bandes à 1054 cm^{-1} sur les spectres des échantillons BN et CN à 60 et 90 °C montre que le traitement thermique permet une dissolution plus rapide des espèces siliceuses pendant la réaction de géopolymérisation. Cependant, la cure thermique induit des pertes massiques des échantillons attribuées à l'évaporation d'eau. Cette importante évaporation pourrait favoriser la formation de micro cavités qui rendent les échantillons plus poreux et moins denses, en particulier pour les échantillons ayant subi une cure à 90°C. Enfin, le traitement thermique améliore les résistances à la compression des liants géopolymères.

La substitution partielle du métakaolin par la cendre de balle de riz favorise le développement de la phase amorphe au sein des géopolymères au détriment de la cristallinité des minéraux identifiés et induit une amélioration significative de la résistance mécanique qui passe par un optimum pour un taux de 5 % de cendre de balle de riz.

V. Conclusions

Ce chapitre avait pour but principal de répondre à deux objectifs spécifiques tels que l'influence du type d'activateur alcalin (NaOH et KOH) et l'influence de la température de cure sur les propriétés des liants géopolymères synthétisés en utilisant un mélange de métakaolin et de cendre de balle de riz comme poudre d'aluminosilicate.

La première partie de ce chapitre, consacrée à l'évaluation de l'influence du type d'activateur alcalin (NaOH et KOH 12M) sur les propriétés des liants géopolymères, a permis d'identifier la solution d'hydroxyde de sodium comme étant le meilleur activateur pour la géopolymérisation des aluminosilicates composés de métakaolin et de cendre de balle de riz, les meilleurs résultats des propriétés physico-mécaniques (bonnes densités, faibles porosités et résistances à la compression élevées) ayant été obtenus avec les géopolymères à base de NaOH.

Cependant, la conductivité thermique des liants géopolymères à base de NaOH est moins bonne que celle des échantillons à base de KOH dû à leur porosité plus faible.

La deuxième partie de ce chapitre qui traitait de l'influence de la température de cure sur les propriétés des liants géopolymères a démontré l'efficacité du traitement thermique des échantillons au cours du procédé de géopolymérisation et identifie la température de 60 °C comme la meilleure pour la cure des liants géopolymères. Ceci est justifié par de meilleurs résultats physiques (densité apparente optimale) et mécaniques (14,2 ; 25,2 et 23,8 MPa respectivement pour les formulations AN, BN et CN) que les échantillons présentent à cette température de cure. Le traitement thermique des échantillons de géopolymère à 90 °C conduit à une perte de masse significative, surtout pour les échantillons contenant de la cendre de balle de riz (BN et CN). On note aussi une augmentation de la cristallinité des nouveaux minéraux (produits zéolitiques) avec l'augmentation de la température, ceci étant plus prononcé pour les géopolymères AN.

Ce présent chapitre a ainsi montré qu'il était possible d'utiliser les sous-produits agricoles (par exemple la cendre de balle de riz) comme précurseur potentiellement utile pour la géopolymérisation. La substitution partielle du métakaolin par la cendre de balle de riz a en effet permis d'améliorer significativement les résistances mécaniques avec un optimum pour un taux de 5 %. Elle favorise également le développement des phases amorphes des liants géopolymères au détriment de la cristallinité.

De nombreuses perspectives peuvent résulter de cette étude, mais le plus important sera d'étudier la possibilité d'utiliser l'un des types de liant géopolymère développés dans ce chapitre pour la stabilisation de briques de terre comprimée. Cette perspective sera développée dans le chapitre V en comparaison avec les briques de terre stabilisées au ciment Portland.

**CHAPITRE V : BRIQUES DE TERRE COMPRIEES STABILISEES
AUX GEOPOLYMERES**

I. Introduction

Ce chapitre est consacré à l'étude d'une nouvelle méthodologie de stabilisation des briques de terre comprimées (BTC) par un liant géopolymère. Un des liants géopolymères développés dans le chapitre IV est utilisé pour la stabilisation des BTC. L'objectif est d'étudier les différentes propriétés (minéralogiques, physiques, mécaniques et thermiques) des BTC stabilisées par les liants géopolymères par rapport aux BTC ne contenant aucun liant et aux BTC stabilisées au ciment Portland, ces dernières étant les plus couramment utilisées au Burkina Faso.

II. Protocole de synthèse des échantillons de BTC

2.1 Matériaux de base

2.1.1 Liants

a. Géopolymère

Le liant géopolymère de type AN développé dans le chapitre IV est utilisé pour la stabilisation des BTC aux dépens de liant BN qui présentait des meilleures propriétés physico-mécaniques. Ce choix a été fait dans l'optique de limiter les sources aluminosilicates afin de mieux comprendre le processus de stabilisation des BTC par les géopolymères. Le liant est synthétisé à partir d'un mélange d'argile calcinée de Saaba (MK) et de la solution d'hydroxyde de sodium 12M [58]. Les différentes caractéristiques de l'argile calcinée (83 % de métakaolinite) et les propriétés du liant géopolymère ont été respectivement développées dans les chapitres III et IV.

b. Ciment

Le ciment Portland de type CPA 45 (CEM I 42,5), produit par la cimenterie "HEIDELBERG CIMTOGO", a été utilisé pour la stabilisation des BTC de référence. La composition chimique et les caractéristiques physiques du ciment sont présentées dans le **Tableau 5-1**. Sa courbe granulométrique laser est donnée à la **Figure 5-1**.

La caractérisation minéralogique du ciment par DRX (**Figure 5-2**) montre qu'il est constitué des minéraux cristallisés dont la composition est également présentée dans le **Tableau 5-1**. La teneur en sulfate (2,62 %) et en chlorure (0,03 %) étant respectivement inférieures à 3,5 % et 0,1 % traduit que le ciment utilisé respecte les critères de conformité chimique définis pour les ciments Portland courants [148]. En outre, la composition minéralogique du ciment utilisé est

comprise dans les différents intervalles délimités pour chaque minéral de ce type de ciment [149], ce qui montre que le ciment utilisé est normal.

Tableau 5-1 : Caractérisations physico-chimiques et minéralogiques du ciment utilisé

<i>Composition chimique</i>													
Oxyde (%)	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	Na ₂ O	MgO	Mn ₂ O ₃	TiO ₂	Cl	SO ₃	P ₂ O ₅	POI
Ciment	18,6	4,73	59,6	3,11	0,26	0,1	2,57	0,085	0,24	0,03	2,62	0,47	8,05
<i>Composition minéralogique</i>													
Alite			Belite				Celite			Ferrite			
57,7			19,6				7,3			9,4			
<i>Caractéristiques physiques et mécaniques</i>													
<i>Granulométrie laser (µm)</i>						<i>Surface spécifique</i>				<i>Densité absolue</i>			
D ₅₀ : 10,53			D ₉₀ : 29,8			Blaine (cm ² /g) : 3565				3,10 ± 0,03			

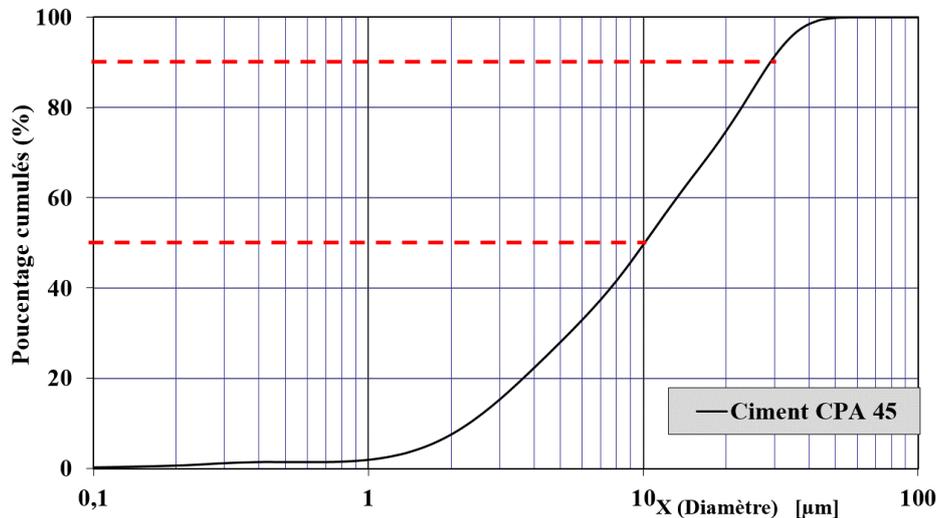


Figure 5-1 : Analyse granulométrique laser du ciment Portland utilisé

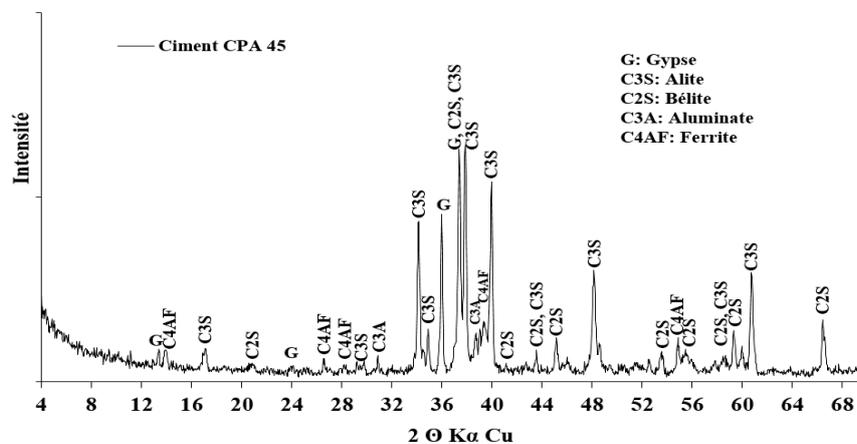


Figure 5-2 : DRX du ciment Portland utilisé

2.1.2 Matériau granulaire

La latérite meuble (L), qui est aussi l’argile de Kamboinsé, constitue la matrice principale des BTC. Elle a été criblée à 5 mm afin d’avoir un matériau d’une classe granulaire 0/5 mm selon la recommandation de la norme ARS 674 [64]. Ce matériau avait été précédemment caractérisé sur le plan minéralogique, chimique et physique dans le chapitre III.

Les caractéristiques géotechniques du matériau sont présentées dans le **Tableau 5-2**. Il a un indice de plasticité de 28 % qui qualifie cet échantillon de plastique [68]. La valeur de bleu de méthylène est de 1,17 g/100g suggérant l’absence d’argiles gonflantes dans l’échantillon. Sa distribution granulométrique montre qu’il n’y a que 15,4 % de fines (passants inférieurs à 80 µm) dont 5,3 % d’argile (< 2µm). Ces résultats diffèrent fortement de ceux obtenus par analyse chimique et minéralogiques (énoncé dans le chapitre III) du fait d’une agglomération des argiles. La courbe granulométrique (**Figure 5-3**) de ce matériau est inscrite dans le fuseau granulaire recommandé par CRATerre [150] pour les matériaux utilisables pour BTC. La classification des sols selon leur nature [64], basée sur la distribution granulométrique de l’échantillon, son indice de plasticité et sa valeur au bleu de méthylène, permet de classer la latérite dans le type B₂ (argile acceptable avec un léger déficit de fine) comme le montre la **Figure 5-4**.

Tableau 5-2 : Paramètres géotechniques de la latérite

Distribution granulométrique de la latérite		Plasticité de la latérite		
Sable grossier (%) [> 2 mm]		36,2	Limite de liquidité W _L (%)	50,5
Sable fin (%) [80 µm - 2 mm]		48,4	Limite de plasticité W _P (%)	22,5
Fines	Limon (%) [2 µm - 80 µm]	10,1	Indice de plasticité IP (%)	28
	Argile (%) [< 2 µm]	5,3		
Valeur du bleu de méthylène (g/100g)		Masse volumique absolue (g/cm³)		
1,17		2,78		

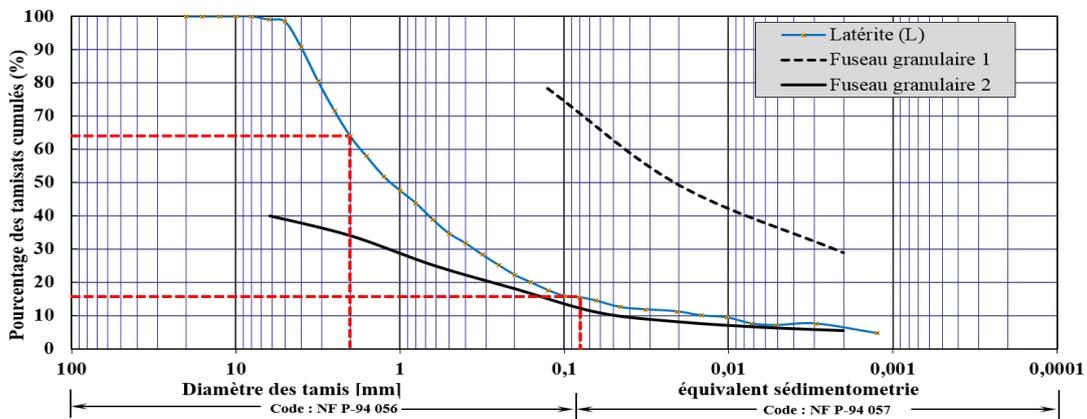


Figure 5-3 : Analyse granulométrique et fuseau granulaire

Cette figure montre que la densité sèche et la teneur en eau à l'optimum Proctor sont influencées par le mélange considéré. Par rapport à la latérite seule, le mélange avec 8 % de ciment CP augmente légèrement la densité sèche, mais sans modifier la teneur en eau. Par contre, le mélange avec le métakaolin entraîne une diminution de la densité sèche et une augmentation de la teneur en eau à l'optimum Proctor, ces modifications étant autant plus importantes que le taux de métakaolin est élevé dans le mélange. L'augmentation de la teneur en eau à l'optimum et la baisse sensible de la densité pour les teneurs élevées en métakaolin (10 à 20 %) peuvent s'expliquer par l'augmentation de la teneur en particules fines dans le mélange. Ce constat laisse présager une influence de la nature du mélange sur les propriétés d'usage des BTC.

Le processus global de stabilisation des BTC est présenté sur la **Figure 5-6** et peut être découpé en deux parties à savoir la stabilisation au géopolymère et celle au ciment.

2.2.1 Stabilisation au géopolymère

La préparation du mélange destiné à la production des BTC géopolymère a été faite en deux étapes. Après homogénéisation du mélange sec (latérite + métakaolin) pendant 10 minutes, s'ensuit le malaxage humide après l'ajout d'eau d'humidification et de la solution alcaline (hydroxyde de sodium 12M) selon un rapport massique (solution alcaline/métakaolin) de 0,8. La quantité d'eau d'humidification (E_{hG}) est obtenue en apportant une correction sur la teneur en eau optimale du mélange sec (W_{OPN_Gi} , avec $i = 1, 2, 3$ et 4 suivant le taux de métakaolin introduit) par la quantité de solution alcaline (S_a) à travers l'équation 5-1. Ainsi, les BTC sont stabilisées à un taux de géopolymère allant de 5 à 20 % (BTC_ $X\%$ G avec $X = 5\%, 10\%, 15\%$ et 20% de géopolymère dans le mélange).

$$E_{hG} = [(W_{OPN_Gi} \times M_s) / 100] - S_a \quad \text{équation 5-1}$$

Avec :

- E_{hG} : masse d'eau d'humidification pour la stabilisation au géopolymère (g)
- W_{OPN_Gi} : teneur en eau optimale du mélange sec (latérite + métakaolin) (%)
- M_s : masse du mélange sec (latérite + métakaolin) (g)
- S_a : masse de la solution alcaline (g)

2.2.2 Stabilisation au ciment

La procédure d'homogénéisation décrite précédemment a été également appliquée au mélange sec (latérite + ciment) à la seule différence qu'ici la quantité d'eau d'humidification de la latérite et d'hydratation du ciment (E_{hc}) est déduite directement de la teneur en eau optimale (W_{OPN_CP})

du mélange sec (latérite et ciment) selon l'équation 5-2. Un taux de 8 % de ciment a été utilisé pour cette méthode de stabilisation. La BTC ainsi produite est donc stabilisée à 8 % de ciment (BTC_{8%PC}).

$$E_{hc} = (W_{OPNCP} \times M_s) / 100 \quad \text{équation 5-2}$$

Avec :

- E_{hc} : masse d'eau d'humidification pour la stabilisation au ciment (g)
- W_{OPNCP} : teneur en eau optimale du mélange sec (latérite et ciment) (%)
- M_s : Masse du mélange sec (latérite + ciment) (g)

Par ailleurs, des BTC sans stabilisant ont également été produites (BTC_{0%}) afin de mieux apprécier l'effet de la géopolymérisation sur les BTC stabilisées au liant géopolymère.

2.2.3 Production des BTC et conditions de cure

L'homogénéisation des mélanges a été faite avec un malaxeur planétaire de type TERSTARAM qui permet une répartition homogène de la latérite, du liant et de l'eau d'humidification. Le matériau humide correspondant à chaque type de stabilisation a été ensuite introduit dans des moules prismatiques $14 \times 14 \times 9,5 \text{ cm}^3$ ou $29,5 \times 14 \times 9,5 \text{ cm}^3$. Ces derniers ont été compactés avec une presse manuelle de type TERSTARAM à compaction statique avec une pression de 35 bars. Le **Tableau 5-3** récapitule la nomenclature des échantillons synthétisés ainsi que la composition de leur matrice de formulation.

Après la phase de production, les échantillons ont été soumis à des cures différentes selon leur formulation :

- ✓ ceux stabilisés au géopolymère ont été recouverts d'un film polyane pour éviter toute évaporation de l'eau et stockés à température ambiante du laboratoire ($\approx 30 \text{ }^\circ\text{C}$) pendant 7 jours avant d'être placés dans une étuve à $60 \text{ }^\circ\text{C}$ pendant 7 jours également [53] ;
- ✓ les BTC stabilisées au ciment ont subi une cure humide sous film polyane dans l'atmosphère ambiante du laboratoire pendant 21 jours pour favoriser la montée en résistance de ce type de ciment ;
- ✓ les BTC sans liant ont subi une cure de 14 jours à température ambiante du laboratoire.

Les échantillons ainsi produits, après leurs cures respectives, ont été soumis à des essais de caractérisations minéralogiques, physiques, mécaniques et thermiques.

Tableau 5-3 : Nomenclature et composition de chaque type de BTC

	BTC-0%	BTC-8%CP	BTC-5%G	BTC-10%G	BTC-15%G	BTC-20%G
Latérite (%)	100	92	95	90	85	80
Ciment (%)	//	8	//			
Géopolymère (MK activé par NaOH) (%)	//	//	5	10	15	20
Liant/Latérite (%)	0	8	5	10	15	20

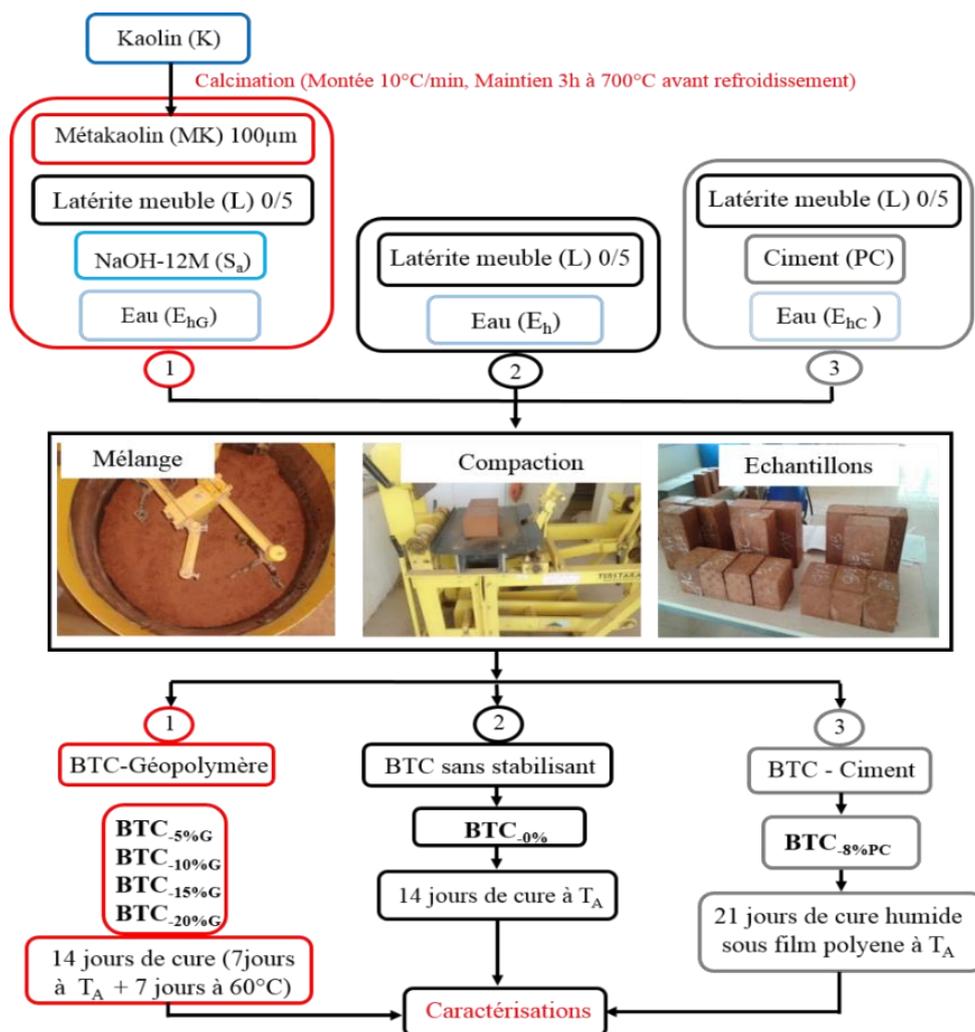


Figure 5-6 : Protocole de synthèse des BTC

III. Caractérisations minéralogiques des BTC

3.1 Diffraction des rayons X

La Figure 5-7 présente les diffractogrammes des BTC stabilisées (au ciment et au géopolymère) et non stabilisées. L'ensemble de ces diffractogrammes montre la présence des

minéraux cristallisés préalablement identifiés sur l'argile de Kamboinsé qui sont entre autres le quartz, la kaolinite et la goéthite.

Par ailleurs, les diffractogrammes des BTC stabilisées au ciment montrent que l'ajout de 8 % de ciment induit la formation sous forme de traces d'ettringite et de calcite, en plus des minéraux initialement identifiés dans la latérite. Ces minéraux peuvent apparaître avec l'ajout d'une quantité supérieure à 3 % de ciment [79].

Les diffractogrammes des BTC stabilisées au géopolymère montrent la formation de quelques minéraux zéolitiques tels que la zéolithe (Z) et la faujasite (F), les pics caractérisant la présence de ces minéraux étant plus visibles lorsque le taux en géopolymère est supérieur à 10 %. La présence de ces deux types de minéraux, initialement identifiés sur les liants géopolymères (chapitre IV), confirme la réaction de géopolymérisation et la formation d'un gel géopolymère au sein de ces matériaux. La faible quantité de liant dans les échantillons stabilisés à 5 % de géopolymère est probablement à l'origine des pics zéolithiques moins visibles sur ce type d'échantillons.

Enfin, on peut également remarquer une diminution d'intensité des pics caractéristiques de la kaolinite (plus grand pic à $14^\circ 2\theta$), venant de la phase granulaire latéritique, en fonction du taux d'addition des stabilisants (ciment et géopolymère). Ceci peut s'expliquer par la substitution partielle de la latérite par le métakaolin d'une part et le ciment d'autre part.

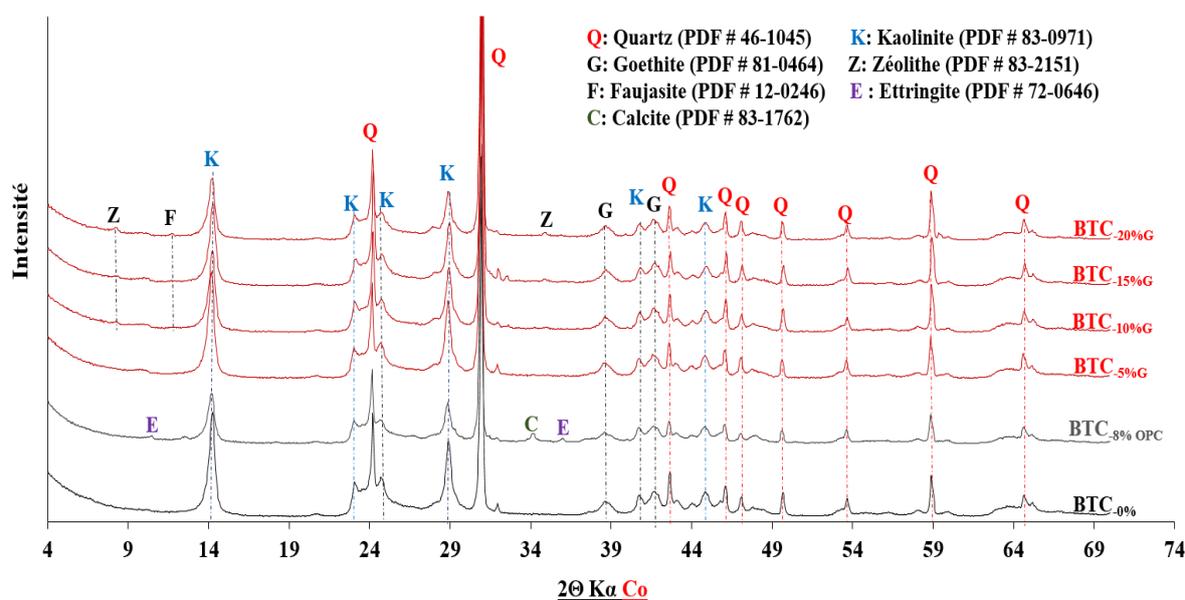


Figure 5-7 : Diffractions des rayons X des BTC

3.2 Spectrométrie infrarouge par transformée de Fourier

La **Figure 5-8** présente les spectres de spectrométrie à infrarouge des BTC afin d'identifier les principales liaisons existantes dans la structure chimique des différents échantillons.

Les bandes communes de tous ces spectres sont caractéristiques des liaisons des minéraux qui sont présents dans la latérite. A titre d'exemple, les bandes à 775 cm^{-1} sont attribuées aux liaisons Si-O du quartz. Les bandes situées autour de 1120 , 1021 et 997 cm^{-1} sont associées aux liaisons Si-O et celles à 932 et 906 cm^{-1} correspondent aux liaisons Al-OH de la kaolinite [107]. Par ailleurs, ces spectres présentent des bandes hydroxyles OH de la kaolinite situées autour de 3693 , 3650 et 3620 cm^{-1} [115]. La diminution d'intensité de ces bandes par rapport à celle des BTC non stabilisées (BTC-0%) ou en fonction du taux d'addition du liant (géopolymère ou ciment) est en accord avec la diminution des pics de kaolinite sur les diffractogrammes (**Figure 5-7**).

L'ajout de ciment induit l'apparition de nouvelles bandes sur les spectres des BTC stabilisées au ciment. La large bande autour de $3400 - 3200\text{ cm}^{-1}$ est attribuée à la vibration des hydroxyles de l'eau d'hydratation et à la vibration de valence des hydroxyles du silicate de calcium hydraté (CSH) [86]. Celle à 1410 cm^{-1} montre la présence de la calcite [91]. Les bandes d'absorption situées autour de 1639 cm^{-1} correspondent respectivement aux liaisons H-O-H de molécule d'eau hygroscopique [26].

Pour les BTC stabilisées au géopolymère, la bande à 1365 cm^{-1} correspond aux vibrations d'élongation de liaison de carbonate C-O (dans le carbonate de sodium) qui provient généralement des efflorescences liées à la réaction de NaOH avec l'air atmosphérique [151]. La cure thermique des BTC-géopolymères semble conduire à la diminution/disparition de cette bande de carbonate. La petite bande détectée autour de 932 cm^{-1} sur le spectre de BTC à 20 % de géopolymère (BTC-20%G) serait attribuée aux liaisons Si-O-Na⁺ [8], caractéristiques des minéraux zéolithiques (zéolithe ou faujasite) identifiés sur les DRX (**Figure 5-7**).

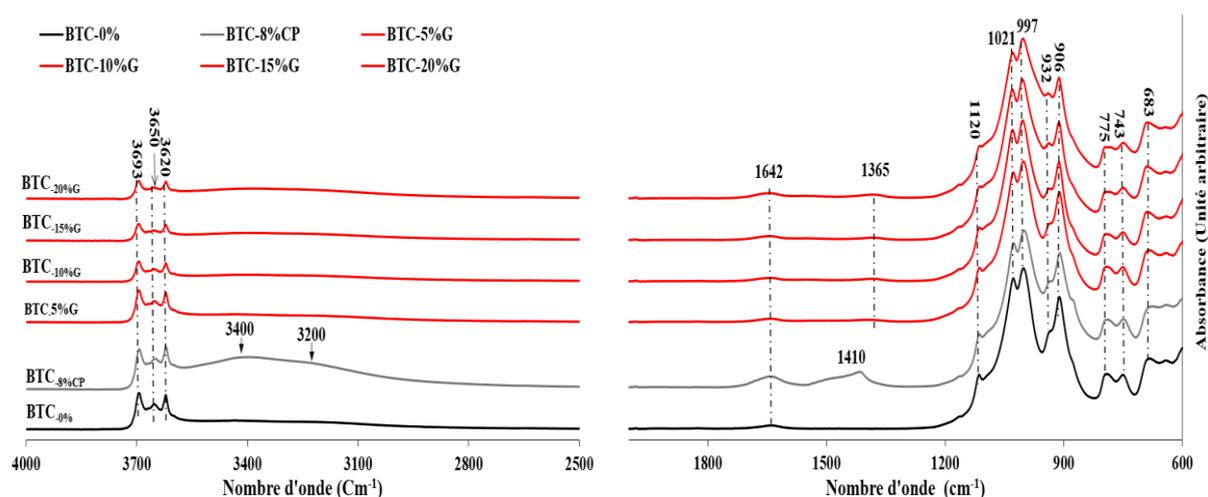


Figure 5-8 : Spectres infrarouges par transformée de Fourier des BTC

3.3 Analyses thermiques (ATG/DSC)

La **Figure 5-9** présente les thermogrammes (ATG/DSC) des BTC stabilisées (géopolymère et ciment).

La **Figure 5-9.a** relative aux BTC stabilisées au ciment présente des accidents endothermiques autour de 70 et 156 °C sur la courbe DSC qui sont attribués respectivement à la perte d'eau d'hydratation et à la déshydroxylation des silicates de calcium hydratés (C-S-H) et de l'ettringite formés lors de l'hydratation du ciment [152]. Les pics exothermiques à 665 et 760 °C sont attribués à la recristallisation de la partie amorphe de la portlandite [152,153].

Les **Figure 5-9.b** à **Figure 5-9.e** relatives aux BTC stabilisées au géopolymère montrent une augmentation de la perte de masse en fonction du taux de stabilisation. Il est intéressant de noter que la réaction de perte d'eau évolue vers une température plus élevée (115, 132 puis 145 °C) en présentant une intensité plus forte lorsqu'on augmente le taux de géopolymère. Il pourrait s'agir d'une condensation des géopolymères avec une réorganisation des tétraèdres Si-Al et une fixation de l'eau. Ces figures permettent aussi d'estimer le taux de goethite (310-320 °C) et de kaolinite (530 °C) en fonction du taux de stabilisant utilisé (**Tableau 5-4**). Ces taux varient de 64,3 à 37,8 % pour la kaolinite et de 16,6 à 12,2 % en ce qui concerne la goethite. La variation du taux de kaolinite confirme l'interprétation donnée dans le paragraphe 2.1 et 2.2 sur la variation d'intensité des pics de kaolinite (**Figure 5-7**) et des bandes associées aux liaisons OH de la kaolinite (**Figure 5-8**). Les courbes de calorimétrie différentielle à balayage (DSC) présentent des accidents endothermiques autour de 107-145 °C, 304-328 °C, 530 et 575 °C qui correspondraient respectivement à la perte d'eau de formulation, à la perte d'eau de cristallisation de la goethite, à la déshydroxylation de la kaolinite et à la transformation du

quartz α en quartz β [79]. La réaction exothermique autour de 936 °C correspond à la reorganisation structurale de la kaolinite [106].

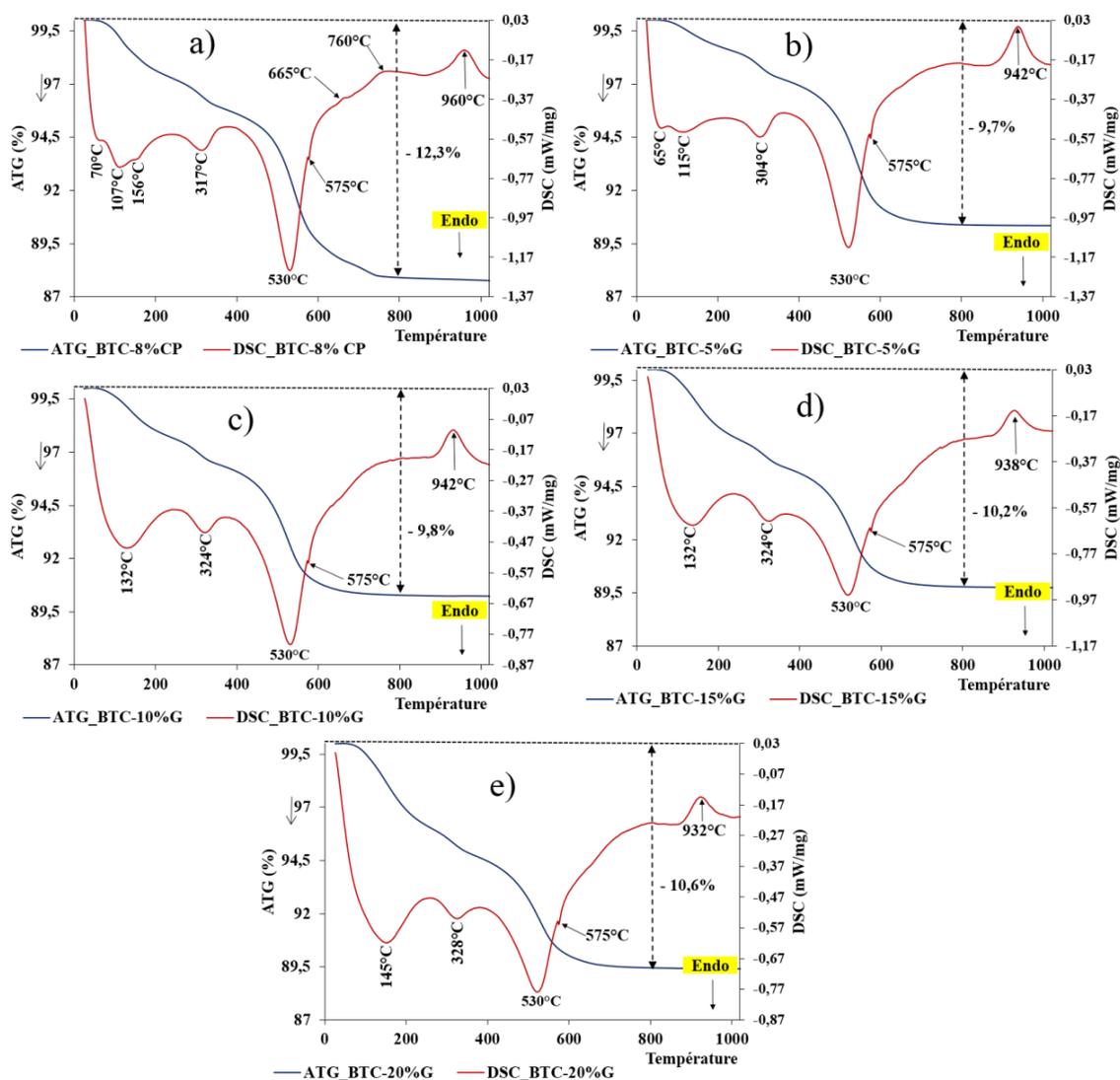


Figure 5-9 : Analyse thermique des BTC stabilisées au ciment (a) et des BTC stabilisées au géopolymère (b-e)

Tableau 5-4 : Estimation du taux de kaolinite et de goéthite dans les échantillons stabilisés

Echantillons	Kaolinite (%)	Goéthite (%)
Latérite	64,26	16,58
BTC-8%CP	56,90	14,93
BTC-5%G	49,10	13,54
BTC-10%G	43,68	13,34
BTC-15%G	40,02	12,70
BTC-20%G	37,76	12,15

IV. Détermination des propriétés physiques des échantillons de BTC

4.1 Perte de masse, densité apparente, porosité à l'eau et tenue à l'eau

Les **Figure 5-10 - Figure 5-12** présentent les résultats de quelques caractérisations physiques des BTC synthétisées dans cette étude.

Les résultats de perte de masse (représente la différence des masses d'échantillons entre la fin de cure de chaque échantillon et celle à 7 jours d'âge) des différents échantillons sont présentés **Figure 5-10**. Les BTC stabilisées au ciment ont la plus faible perte de masse suivie par celle des échantillons non stabilisés. On attribue ces faibles pertes de masse (BTC_{8% CP} et BTC_{0%}) aux conditions de cure respectives, notamment la cure humide pour les BTC stabilisées au ciment (BTC_{8% CP}) et la cure à température ambiante pour les BTC sans aucun liant (BTC_{0%}). Les pertes de masse maximales sont obtenues avec les BTC géopolymères et augmentent avec la teneur en géopolymère. La cure thermique de ces échantillons géopolymérisés, qui entraînerait une évaporation d'eau significative au sein de ces matériaux, serait à l'origine des pertes de masse élevées.

Les résultats de porosité accessible à l'eau et de densité apparente sont présentés sur la **Figure 5-11**. La fragilité des BTC sans liant en contact de l'eau n'a pas permis de quantifier la porosité accessible à l'eau de ces types de BTC. Cette figure montre que les BTC stabilisées au ciment sont moins poreuses et présentent une bonne densité. Le liant cimentaire serait responsable de cette porosité réduite grâce à son hydratation et la formation des C-S-H favorisée par une bonne cure sans perte d'eau. En ce qui concerne les BTC stabilisées au géopolymère, leur porosité accessible à l'eau est plus forte que celle des BTC stabilisées au ciment et présente un léger pessimum pour 15 % de liant géopolymère. La densité apparente des BTC stabilisées au géopolymère et au ciment suit une tendance inverse de leur porosité accessible à l'eau, ce qui est logique : plus l'échantillon est poreux plus faible sera sa densité et vice versa.

La **Figure 5-12** traduit le comportement hydrique des BTC après leur saturation en eau pendant 72 heures. La vulnérabilité des BTC sans liant est prouvée par la désagrégation totale des blocs lorsqu'ils sont en contact avec l'eau comme le montre la **Figure 5-12.1**. Au contraire, les BTC stabilisés au ciment et les BTC stabilisées à 20 % de géopolymères présentent une bonne tenue dans l'eau. Les blocs restent intacts et sont entourés d'eau claire, ils sont donc très stables en présence d'eau. Les BTC stabilisées à 5, 10 et 15 % ont une stabilité intermédiaire avec une désagrégation d'autant plus faible que la teneur en géopolymère est élevée. Les matériaux gardent leur forme, mais l'eau de saturation s'est plus ou moins colorée en jaune dû

vraisemblablement à la présence de fines particules argileuses en suspension. Cela nous laisse supposer une bonne tenue à l'eau de pluie pour des parois d'un bâtiment réalisées avec des briques en terre stabilisées avec une teneur en géopolymère supérieure ou égale à 15 %.

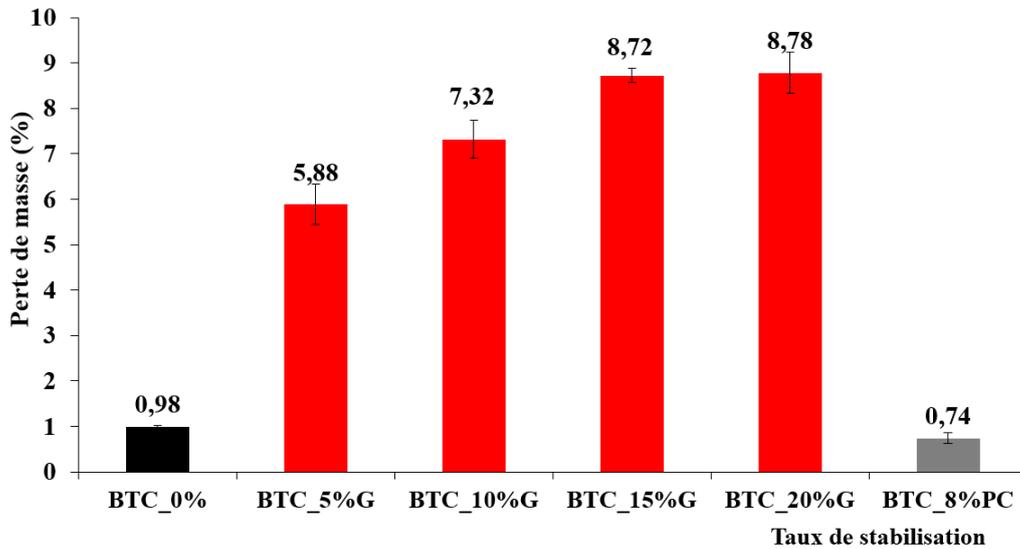


Figure 5-10 : Perte de masse des BTC

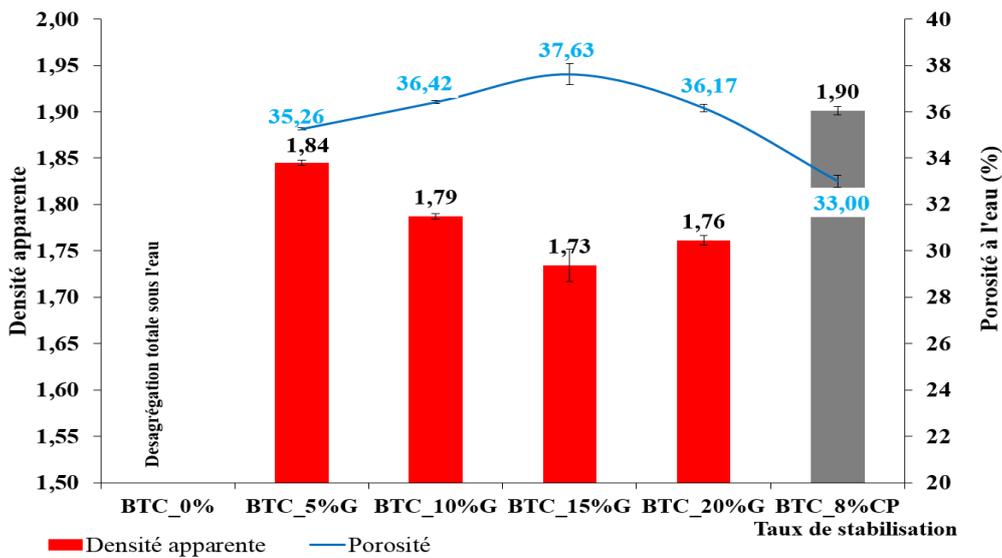


Figure 5-11 : Densité et porosité accessible à l'eau des BTC

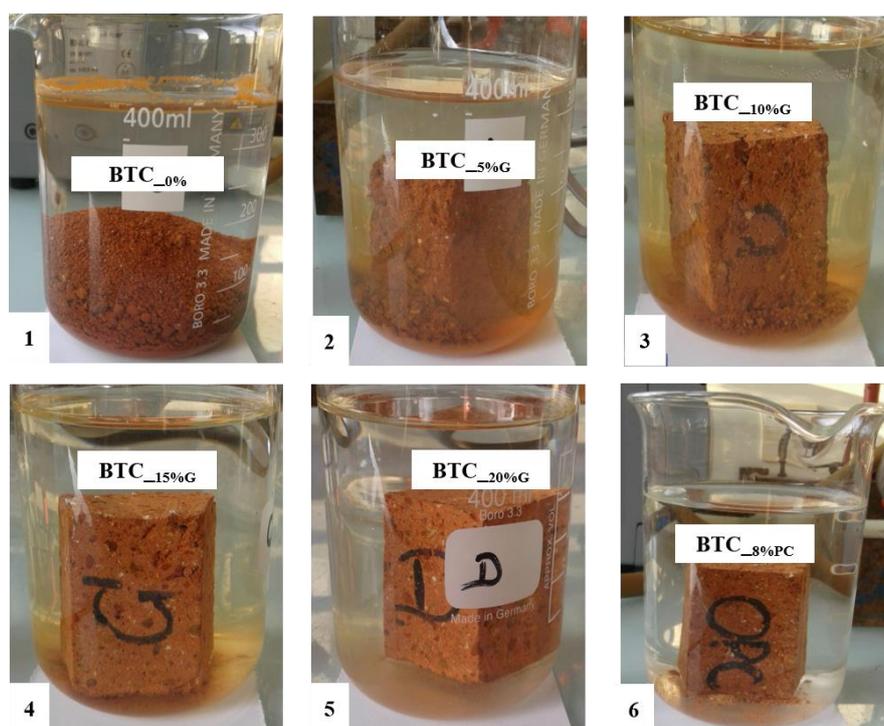


Figure 5-12 : Sensibilité à l'eau des BTC

4.2 Coefficient d'absorption d'eau par capillarité et absorption d'eau par immersion

La compréhension du comportement au contact de l'eau des différents types d'échantillons de BTC nécessite la détermination de certaines propriétés physiques complémentaires comme le coefficient d'absorption d'eau par capillarité et l'absorption d'eau par immersion totale. Les **Figure 5-13** et **Figure 5-14** représentent respectivement les coefficients d'absorption par capillarité et l'absorption d'eau par immersion totale des BTC stabilisées (au ciment et au géopolymère) en fonction de la racine du temps (en heures).

En ce qui concerne l'évolution des coefficients d'absorption d'eau, les BTC stabilisées au ciment conduisent à de faibles coefficients d'absorption d'eau qui se stabilisent au-delà de quatre heures d'immersion partielle des échantillons. Ce résultat est en accord avec les résultats obtenus sur la porosité accessible à l'eau des BTC (**Figure 5-11**). Les BTC stabilisées au géopolymère présentent des courbes supérieures à celle des BTC stabilisées au ciment et qui augmentent avec le temps d'immersion partielle des blocs et avec le taux de stabilisation en géopolymère. Ce phénomène peut aussi être relié à la plus forte porosité de ces blocs.

Les courbes présentées sur la **Figure 5-14** traduisent l'évolution des taux d'absorption d'eau par immersion totale des BTC stabilisées (ciment et géopolymère). Toutes ces courbes se stabilisent au-delà de huit heures d'immersion avec des taux d'absorption différents. La plus faible absorption d'eau est observée avec les BTC stabilisées au ciment ce qui peut être relié à

leur plus faible porosité. Par contre, les BTC stabilisées au géopolymère présentent des absorptions d'eau totale plus élevées et qui augmentent avec le taux de stabilisation au géopolymère.

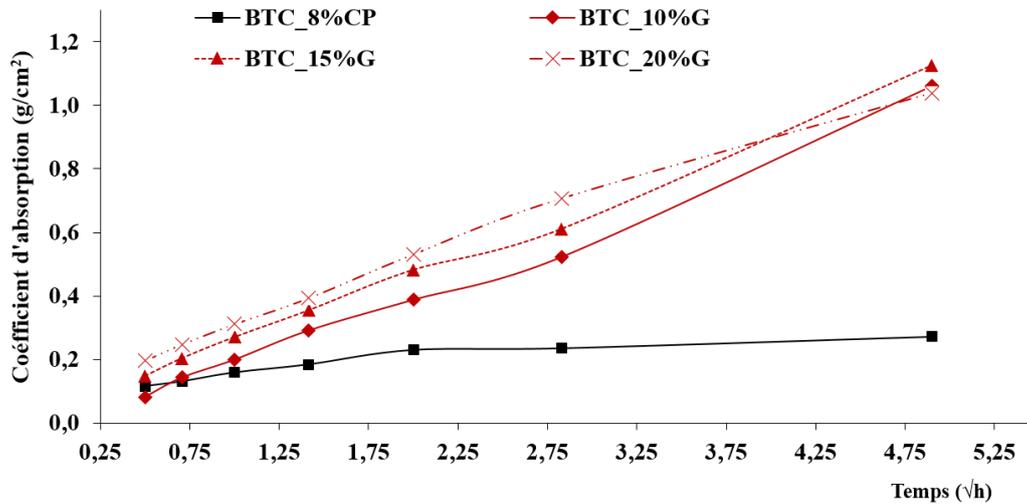


Figure 5-13 : Coefficient d'absorption d'eau par capillarité des BTC

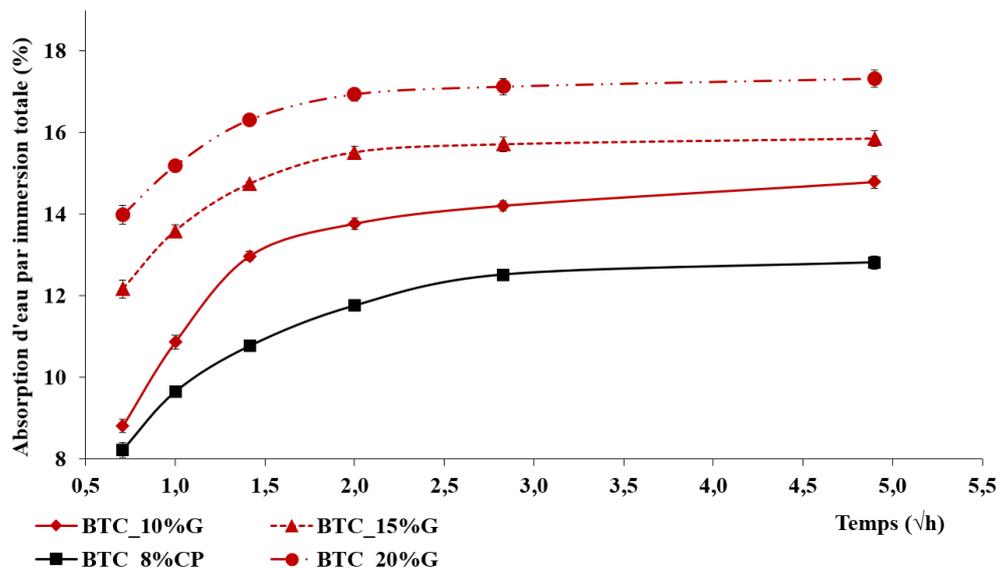


Figure 5-14 : Absorption d'eau par immersion totale des BTC

V. Détermination des propriétés mécaniques des BTC

Les Figure 5-15 - Figure 5-17 présentent les résultats des caractérisations mécaniques (résistance à la compression, résistance à la flexion trois points et module de Young dynamique) des échantillons de BTC.

La résistance en compression des BTC non stabilisées (BTC_0%) est la plus faible avec une valeur de 1,36 MPa contre 8,10 MPa pour les BTC stabilisées au ciment. Pour les BTC

stabilisées au géopolymères, on note une augmentation de la résistance à la compression sèche en fonction du taux de stabilisation : on passe de 2,81 MPa pour le taux de 5 % à 8,95 MPa pour le taux de 20 %, les BTC stabilisées avec au moins 10 % de géopolymère présentant des valeurs de compression supérieures au 4 MPa recommandée par la norme XP P13-901 [97] pour une construction en terre.

Lorsque les échantillons stabilisés sont imbibés dans l'eau pendant 2 heures avant la réalisation de l'essai de compression humide, on observe pour tous les matériaux une réduction des résistances en compression de l'ordre de 50 %. A noter que la compression humide des échantillons non stabilisés n'a pas pu être évaluée compte tenu de leur désagrégation totale pendant la phase d'imbibition.

La résistance à la flexion (**Figure 5-16**) et le module de Young élastique (**Figure 5-17**) des BTC suivent pratiquement la même évolution que la résistance à la compression, notamment une augmentation en fonction de la nature et du taux de stabilisation. Les valeurs maximales sont obtenues avec les BTC stabilisées au ciment (2,2 MPa pour la résistance en flexion et 11,2 GPa pour le module de Young).

L'amélioration des propriétés mécaniques de la terre par l'adjonction du ciment a été étudiée par bon nombre d'auteurs [4,154,155] et ceux-ci s'accordent pour attribuer cette amélioration à la création de liaisons entre les particules de terre et les hydrates formés lors de l'hydratation du ciment. Ces hydrates, composés généralement de silicates de calcium hydratés et de plaquettes de portlandite, se développent aussi bien dans les zones de contact argile-sable que dans la matrice argileuse [9]. Ils génèrent des liaisons argile-ciment et/ou argile-sable-ciment rendant les grains des BTC plus consolidés et plus aptes à faire face aux sollicitations mécaniques.

En ce qui concerne les BTC au géopolymère, l'amélioration de leurs performances mécaniques serait liée à la production d'une quantité de gel géopolymère qui assurerait la liaison des particules entre elles rendant ainsi les échantillons plus compacts et plus résistants, le gel géopolymère se produisant suite à la réaction de polymérisation entre la solution alcaline et le métakaolin incorporé dans la latérite. La quantité du gel produit étant fonction de la teneur en solution activatrice et de la quantité de métakaolin incorporée, ceci permet d'expliquer les meilleurs résultats obtenus avec les taux de stabilisation les plus élevés comme pour les BTC à 15 et 20 % de géopolymère.

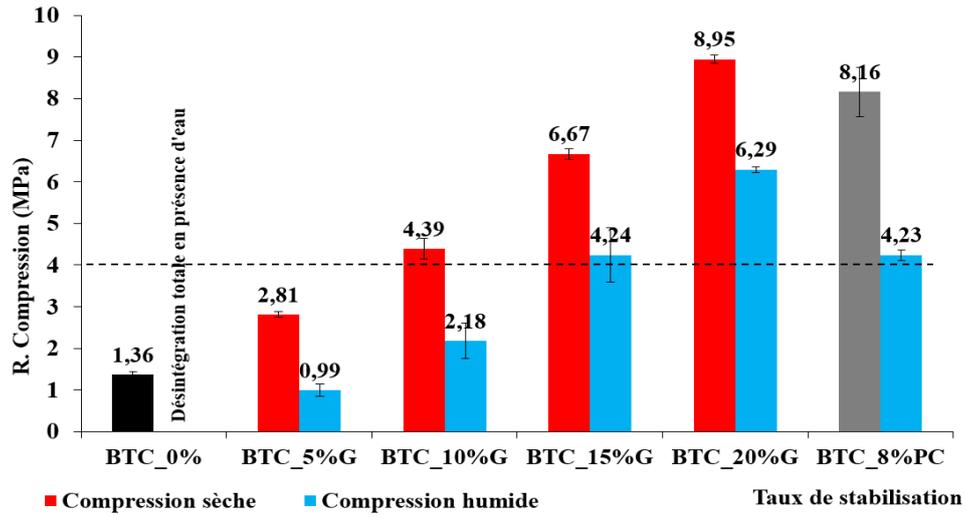


Figure 5-15 : Résistance à la compression sèche et humide des BTC

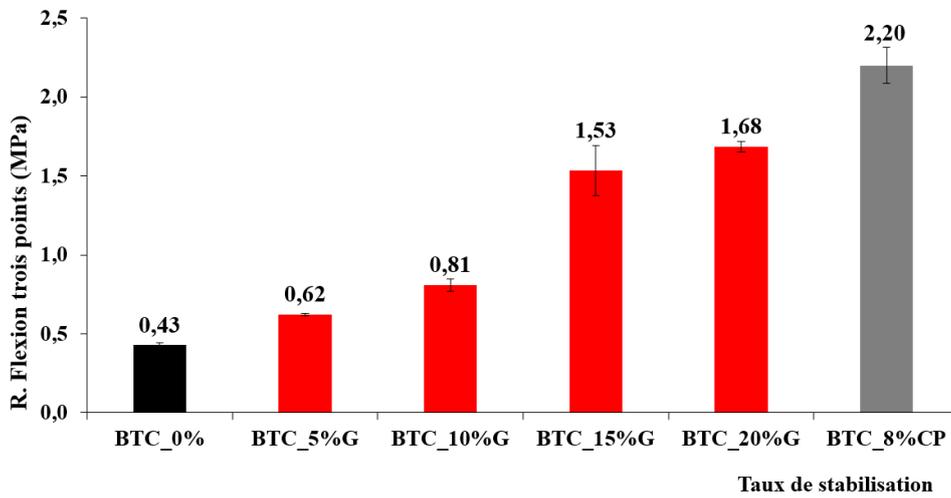


Figure 5-16 : Résistance à la flexion trois points des BTC

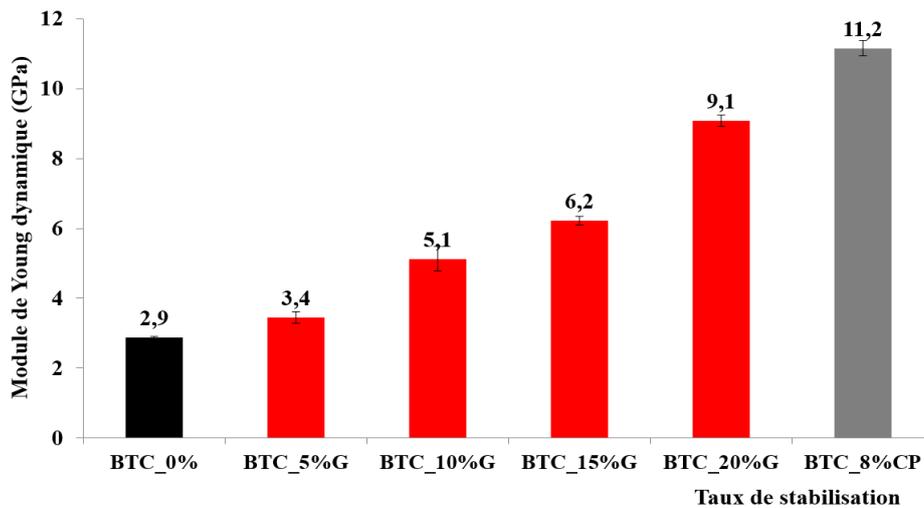


Figure 5-17 : Module de Young dynamique des BTC

VI. Détermination des propriétés thermophysiques des BTC

Les **Figure 5-18** et **Figure 5-19** présentent les propriétés thermophysiques des BTC afin de caractériser leur comportement thermique : il s'agit de la conductivité thermique, de l'effusivité thermique, de la diffusivité thermique et de la chaleur spécifique (ou capacité thermique). L'ensemble de ces paramètres thermophysiques doit nous permettre de faire le meilleur choix pour le confort thermique dans l'habitat.

Les valeurs maximales des paramètres mesurés (effusivité thermique, chaleur spécifique, diffusivité thermique et conductivité thermique) sont obtenues avec les BTC stabilisées au ciment alors que les valeurs minimales, et donc plus favorables sont obtenues pour les BTC sans stabilisant. Pour les BTC stabilisées au géopolymère, les valeurs de ces paramètres thermiques sont intermédiaires et varient faiblement avec le taux de stabilisation.

La **Figure 5-20** présente la conductivité thermique et la diffusivité thermique en fonction de la densité apparente. Cela s'explique par le fait que l'augmentation de la masse volumique des matériaux entraîne une diminution de la porosité. Or nous savons que plus le matériau est poreux, plus faible est sa conductivité et sa diffusivité thermique. L'augmentation de ces deux grandeurs thermiques en fonction de la masse volumique est en accord avec les travaux de Ouédraogo et al et Meukam et al [7,156]. Quant aux valeurs élevées de conductivité thermique et de diffusivité thermique des BTC stabilisées au ciment, elles seraient attribuées à l'augmentation de la cohésion des particules constitutives du bloc suite à l'hydratation des composés du ciment ce qui aurait pour conséquence de créer une structure interne continue (homogène) favorable au transfert de la chaleur [9].

Les faibles diffusivités thermiques des BTC stabilisées au géopolymère par rapport aux BTC stabilisées au ciment indiquent que le déphasage thermique à l'intérieur du bâtiment serait plus grand avec les BTC stabilisées au géopolymère. Ceci apporte un surplus d'intérêt pour les BTC au géopolymère dans le confort thermique des habitats.

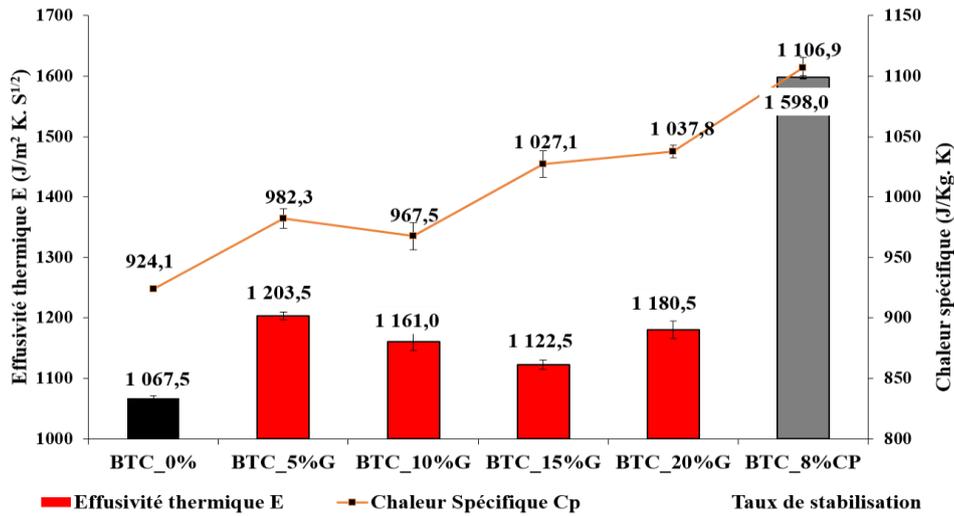


Figure 5-18 : Effusivité thermique et chaleur spécifique des BTC

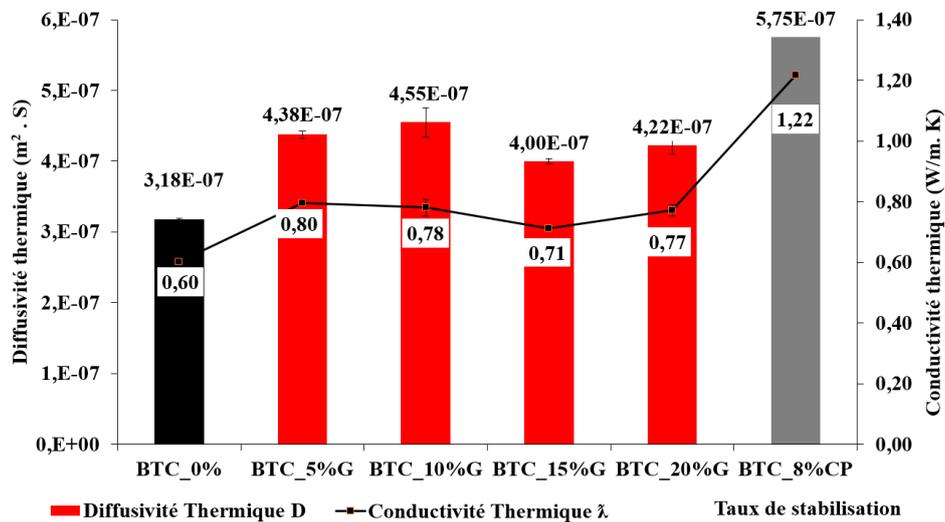


Figure 5-19 : Conductivité thermique et diffusivité thermique des BTC

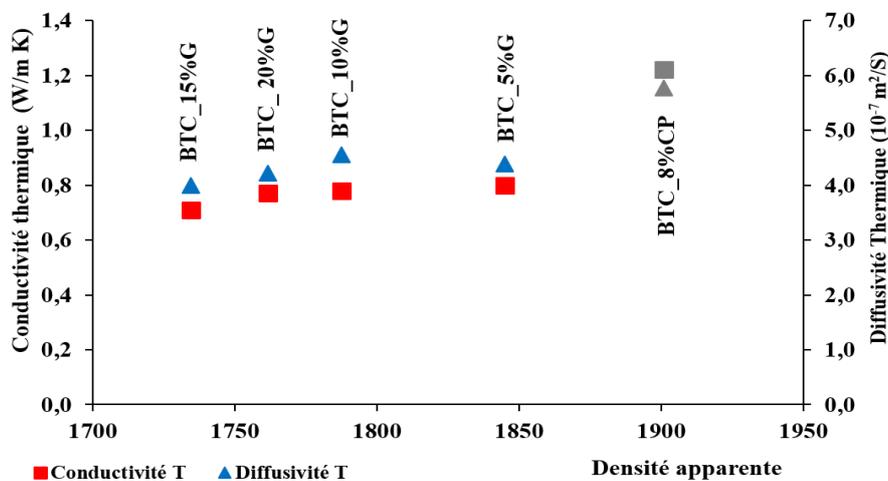


Figure 5-20 : Paramètres thermiques en fonction de la densité apparente sèche des BTC

VII. Conclusion

L'objectif général de ce chapitre était de valoriser le potentiel argileux inexploité du Burkina Faso à travers la synthèse d'un nouveau matériau de construction local plus économique et plus respectueux de l'environnement. Du point de vue pratique, il s'agissait de démontrer la faisabilité de stabiliser les briques en terre par un liant plus écologique que le ciment (en terme d'émissions de gaz effet de serre) à savoir un « géopolymère ». Les objectifs spécifiques de l'étude étaient axés spécifiquement sur la détermination des propriétés minéralogiques, les performances physico-mécaniques et thermiques des briques en terre comprimées stabilisées avec ce type de liant par rapport à une stabilisation plus traditionnelle au ciment. Pour cela, les propriétés d'usages de ces différents types de BTC relatives à leur utilisation dans le bâtiment ont été déterminées.

Les conclusions suivantes peuvent être tirées :

- sur le plan physique, malgré les valeurs maximales de densités/porosités de la stabilisation des BTC au ciment, une moyenne de 15 % de teneur en géopolymère assure une bonne cohésion des particules dans les BTC. Cette cohésion entraîne ainsi des grains non dispersifs et une résistance aux agressions hydriques. Elles sont également stables en présence d'eau tout comme les BTC stabilisées au ciment. Ce qui n'est pas le cas pour les BTC sans liant ;
- sur le plan mécanique, les BTC stabilisées avec un liant géopolymère avec une teneur d'au moins 10 % et traitées thermiquement à 60 °C présentent de très bonnes propriétés mécaniques. Ces propriétés mécaniques augmentent significativement avec la teneur en géopolymère. Par ailleurs, l'évaluation des performances mécaniques de ces matériaux dans les conditions extrêmes (compression humide) permet de conclure qu'il faudrait au moins une teneur de 10 % de géopolymère pour que les échantillons aient au moins une résistance en compression de 4 MPa ;
- sur le plan thermique, les briques géopolymérisées affichent des meilleures propriétés thermiques par rapport à celles des briques stabilisées au ciment, la valeur de la conductivité thermique restant très proche de celle des briques sans stabilisant. Ainsi, l'amélioration des propriétés mécaniques par le liant géopolymère n'altère pas les propriétés thermiques des échantillons comme c'est le cas pour la stabilisation au ciment. Cela constitue donc un atout pour l'utilisation de ce type de matériau dans la construction durable.

Si l'on se fixe comme critères de choix du matériau de construction ses performances thermomécaniques, les BTC stabilisées à 15 % de géopolymères et traitées thermiquement à 60 °C seraient idéales. Elles présentent de très faibles conductivités thermiques (0,7 W/m.K) et de bonnes résistances à la compression sèche (6,7 MPa) et humides (4,2 MPa).

CONCLUSION GENERALE

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

L'objectif principal de cette thèse était de valoriser le potentiel argileux du Burkina Faso à travers la synthèse d'un géopolymère à base d'argile locale, qui servirait de liant pour la stabilisation des Briques de Terre Comprimées (BTC). Plus spécifiquement, trois aspects ont été abordés :

- la caractérisation de six argiles burkinabè et leur faisabilité dans la synthèse d'un liant géopolymère (**Chapitre III**),
- l'étude des liants géopolymères en fonction de la nature de la solution alcaline et de la température de cure (**Chapitre IV**),
- la synthèse et la caractérisation des BTC stabilisées au géopolymère par rapport aux BTC stabilisées au ciment (**Chapitre V**).

Dans un premier temps, nous avons étudié la faisabilité de synthèse d'un géopolymère en analysant six argiles calcinées du Burkina Faso dans le but d'identifier la carrière la mieux adaptée pour la synthèse de ce liant géopolymère. Cette analyse était basée principalement sur l'aspect minéralogique et la réactivité de chacune de ces argiles calcinées en présence d'une solution alcaline.

Les minéraux identifiés dans ces échantillons sont entre autres : la kaolinite, le quartz, l'hématite, la muscovite, la paragonite. Il a été montré une variation significative du taux de métakaolinite en fonction de l'origine du prélèvement de chaque échantillon. Ainsi, l'argile calcinée de Saaba (83 %) et de Kamboinsé (63 %) disposaient respectivement des taux les plus élevés en métakaolinite par rapport aux quatre autres échantillons d'argile : Selogo (40 %), Tougou (39 %), Kandarfa (25 %) et Sabcé (0,7 %).

La réactivité des échantillons calcinés à 700 °C en présence d'une solution d'hydroxyde de sodium (12M) a montré le durcissement des pâtes à des temps respectifs de 24 heures pour l'argile de Saaba, 48 heures pour celle de Kamboinsé et au-delà de 48 heures pour les autres argiles excepté celle de Sabcé qui n'a fait prise après plusieurs semaines. L'appréciation des résistances mécaniques des cinq pâtes durcies a montré que les pâtes consolidées à partir des argiles de Saaba (14 MPa) et de Kamboinsé (10 MPa) sont plus résistantes en relation avec leurs taux plus élevés en métakaolinite (et donc en matériau à caractère amorphe).

Cette première partie de l'étude a permis de conclure que l'argile de Saaba pourrait être une source d'aluminosilicate bien adaptée pour la formulation de liant géopolymère. Elle a été utilisée pour la synthèse des liants géopolymères afin d'évaluer quelques paramètres d'influence (la nature de l'activateur alcalin et la température de cure) sur le mécanisme de dissolution et la réaction de l'argile calcinée ainsi que sur les propriétés des liants géopolymères.

Dans un second temps, l'étude a porté sur l'évaluation de l'influence du type de solution alcaline et de la température sur la minéralogie et les propriétés d'usage des liants géopolymères. Ces liants sont synthétisés à base du métakaolin de Saaba substitué partiellement (substitution volumique) ou non par la cendre de balle de riz.

L'évaluation de l'influence du type d'activateur alcalin (NaOH et KOH) sur la formulation et les propriétés des liants géopolymères a montré que les meilleures propriétés physico-mécaniques (bonnes densités, faibles porosités et résistances à la compression élevées) ont été obtenues avec les géopolymères à base de NaOH. Cependant, il a été démontré que les paramètres thermiques, notamment la conductivité thermique des liants géopolymères à base de KOH, sont moins élevées dû à leur porosité plus importante que celle des échantillons à base de NaOH.

L'influence de la température de cure (variation de 30 à 90 °C) sur les propriétés des liants géopolymères à base de NaOH a été également abordée. On a pu démontrer l'efficacité du traitement thermique des liants au cours du procédé de géopolymérisation et identifié la température de 60 °C comme la meilleure pour la cure de ces liants. Les meilleurs résultats physiques (densités maximales) et mécaniques (AN : 14,2 MPa; BN : 25,2 MPa et CN : 23,8 MPa) sont obtenus pour cette température de cure. Le traitement thermique des liants géopolymères à 90 °C a conduit à une perte de masse beaucoup plus sensible pour les échantillons contenant de la cendre de balle de riz (BN et CN) et une baisse des densités entraînant une stabilisation des résistances mécaniques par rapport à celle obtenue à 60 °C. On note également une augmentation de la cristallinité des minéraux zéolitiques nouvellement formés en fonction de la température. Ceci est plus prononcé pour les géopolymères AN (sans cendre de balle de riz).

Ainsi, nous avons démontré dans cette deuxième partie de l'étude que la synthèse d'un liant géopolymère à base d'une argile locale calcinée du Burkina Faso activée par une solution alcaline d'hydroxyde de sodium était faisable. Ce type de liant a été utilisé pour la stabilisation des briques de terre comprimées (BTC).

La dernière partie de l'étude a porté sur la caractérisation des propriétés physico- mécaniques et thermiques des BTC au géopolymère par rapport aux BTC stabilisées avec du ciment Portland. La caractérisation physique a montré qu'une moyenne de 15 % de teneur en géopolymère assurait une bonne cohésion des particules des BTC permettant aux échantillons de résister aux agressions hydriques tout comme les BTC stabilisées au ciment. Par ailleurs, les BTC stabilisées au géopolymère ont montré de bonnes propriétés mécaniques qui augmentent significativement avec le taux de géopolymère même si l'évaluation des performances mécaniques de ces échantillons sous des conditions défavorables (compression des échantillons après saturation dans l'eau) a montré une baisse des résistances en compression d'environ 50 % par rapport aux résistances en compression sèche. Enfin, les propriétés thermiques des BTC géopolymérisées sont meilleures que celles des BTC stabilisées au ciment. La valeur de la conductivité thermique reste ainsi très proche de celle des briques sans stabilisant (0,7 W/m.K).

Ainsi, cette dernière partie de l'étude a confirmé l'aptitude du géopolymère à stabiliser les BTC. Nous avons ainsi mis en évidence une application potentielle de géopolymère dans l'élaboration des matériaux locaux plus écologique et respectueuse de l'environnement comparativement au ciment Portland.

PERSPECTIVES

Bien que nous ayons pu montrer la faisabilité de synthèse d'un liant géopolymère avec une argile burkinabé et la possibilité de fabriquer des BTC stabilisées au géopolymère présentant des performances hydromécaniques et thermophysiques comparables à celles des BTC stabilisées au ciment, diverses perspectives centrées principalement sur les deux matériaux peuvent être envisagées.

Au niveau du liant géopolymère, on peut retenir :

- ✓ la nécessité d'identifier clairement les gels géopolymères formés et la caractérisation spécifique de leurs structures, de l'échelle nanométrique à l'échelle macroscopique. Cela permettrait de mieux comprendre la différence fondamentale entre le géopolymère à base de NaOH et celui à base de KOH ;
- ✓ l'analyse de la cinétique de dissolution de la cendre de balle de riz, utilisée comme un précurseur de la géopolymérisation, dans l'objectif d'expliquer l'optimum de la résistance en compression que 5 % de cendre de balle procure aux liants géopolymères. On pourrait aussi évaluer la possibilité de dissoudre la cendre de balle de riz dans la solution alcaline dans le but de l'utiliser comme un silicate de sodium ;
- ✓ l'optimisation de la durée de la cure thermique des échantillons de liant géopolymère.

Sur les BTC géopolymérisées, il faudrait aussi :

- ✓ étudier la stabilisation des BTC avec le liant synthétisé à base du mélange de métakaolin et de cendre de balle de riz afin d'améliorer les propriétés d'usage des BTC ou diminuer la teneur en liant nécessaire à la stabilisation ;
- ✓ étudier la durabilité des BTC à travers des essais plus sévères comme le test d'humidification – séchage des blocs de terre comprimés ;
- ✓ étudier la possibilité d'introduire des fibres ou des granulats végétaux pour améliorer les propriétés thermomécaniques des BTC ;
- ✓ concevoir un moule de BTC avec des alvéoles dans chacune des briques comme pour les parpaings creux, afin d'optimiser les paramètres thermophysiques des BTC et diminuer la quantité de matériau à utiliser ;
- ✓ utiliser des fours solaires pour la cure thermique des BTC stabilisées au géopolymère ;
- ✓ étudier les aspects socio-économiques et environnementaux de cette nouvelle méthode de stabilisation ;
- ✓ et enfin, chercher à industrialiser la filière des BTC géopolymérisées.

BIBLIOGRAPHIE

BIBLIOGRAPHIE

- [1] J.S. Damtoft, J. Lukasik, D. Herfort, D. Sorrentino, E.M. Gartner, Sustainable development and climate change initiatives, *Cem. Concr. Res.* 38 (2008) 115–127. doi:10.1016/j.cemconres.2007.09.008.
- [2] F. Pacheco-Torgal, J. Castro-Gomes, S. Jalali, Alkali-activated binders: A review. Part 2. About materials and binders manufacture, *Constr. Build. Mater.* 22 (2008) 1315–1322. doi:10.1016/j.conbuildmat.2007.03.019.
- [3] U. Wyss, La construction en «matériaux locaux», Etat Un Sect. Potentiel Mult. Rapp. DDCICI Burkina Faso. (2005).
- [4] A.G. Kerali, Durability of compressed and cement-stabilised building blocks, University of Warwick, 2001.
- [5] B. Taallah, A. Guettala, S. Guettala, A. Kriker, Mechanical properties and hygroscopicity behavior of compressed earth block filled by date palm fibers, *Constr. Build. Mater.* 59 (2014) 161–168. doi:10.1016/j.conbuildmat.2014.02.058.
- [6] P. Meukam, Y. Jannot, A. Noumowe, T.C. Kofane, Thermo physical characteristics of economical building materials, *Constr. Build. Mater.* 18 (2004) 437–443.
- [7] E. Ouedraogo, O. Coulibaly, A. Ouedraogo, A. Messan, Mechanical and Thermophysical Properties of Cement and/or Paper (Cellulose) Stabilized Compressed Clay Bricks, *J. Mater. Eng. Struct.* «JMES». 2 (2015) 68–76.
- [8] J. Davidovits, Geopolymer cements to minimise carbon-dioxide greenhouse-warming, *Ceram Trans.* 37 (1993) 165–182.
- [9] M.O. Boffoue, K.C. Kouadio, C.H. Kouakou, A.A. Assande, A. Dauscher, B. Lenoir, E. Emeruwa, Influence de la teneur en ciment sur les propriétés thermomécaniques des blocs d'argile comprimée et stabilisée, *Afr. Sci. Rev. Int. Sci. Technol.* 11 (2015) 35–43.
- [10] A. Purdon, The action of alkalis on blast-furnace slag, *J. Soc. Chem. Ind.* 59 (1940) 191–202.
- [11] V. Glukhovskiy, Soil silicates (Gruntosilikaty), USSR Kiev Budivelnik Publ. (1959).
- [12] J. Davidovits, Geopolymers: Inorganic polymeric new materials, *J. Therm. Anal.* 37 (1991) 1633–1656.
- [13] J. Delate, G. Facy, Des bétons antiques aux géopolymères adopté de la revue arts et métiers, *Geopolymer Inst.* 180 1995 8. 16 (1995).
- [14] B. Talling, Geopolymers give fire safety to cruise ships, *Geopolymers.* (2002).
- [15] J. Giancaspro, P. Balaguru, R.E. Lyon, Use of inorganic polymer to improve the fire response of balsa sandwich structures, *J. Mater. Civ. Eng.* 18 (2006) 390–397.
- [16] M. Gordon, J. Bell, W. Kriven, Comparison of Naturally and Synthetically-Derived, Potassium-Based Geopolymers, in: *Adv. Ceram. Matrix Compos. X Proc. 106th Annu. Meet. Am. Ceram. Soc. Indianap. Indiana USA 2004 Ceram. Trans.*, Wiley-American Ceramic Society, 2005: p. 95.
- [17] J. Wastiels, X. Wu, S. Faignet, G. Patfoort, Mineral polymer based on fly ash, *J RESOUR MANAGE TECHNOL.* 22 (1994) 135–141.
- [18] H.K. Tchakouté, C.H. Rüscher, S. Kong, E. Kamseu, C. Leonelli, Geopolymer binders from metakaolin using sodium waterglass from waste glass and rice husk ash as

- alternative activators: A comparative study, *Constr. Build. Mater.* 114 (2016) 276–289. doi:10.1016/j.conbuildmat.2016.03.184.
- [19] E. Prud'homme, A. Autef, N. Essaidi, P. Michaud, B. Samet, E. Joussein, S. Rossignol, Defining existence domains in geopolymers through their physicochemical properties, *Appl. Clay Sci.* 73 (2013) 26–34. doi:10.1016/j.clay.2012.10.013.
- [20] A. Elimbi, H.K. Tchakoute, M. Kondoh, J. Dika Manga, Thermal behavior and characteristics of fired geopolymers produced from local Cameroonian metakaolin, *Ceram. Int.* 40 (2014) 4515–4520. doi:10.1016/j.ceramint.2013.08.126.
- [21] H. Djwantoro, B. Rangan, Development and properties of low-calcium fly ash-based geopolymer concrete, *Geopolymer Inst. Fr.* (2006).
- [22] J.S.J. van Deventer, J.L. Provis, P. Duxson, G.C. Lukey, Reaction mechanisms in the geopolymeric conversion of inorganic waste to useful products, *J. Hazard. Mater.* 139 (2007) 506–513. doi:10.1016/j.jhazmat.2006.02.044.
- [23] R. Pouhet, Formulation and durability of metakaolin-based geopolymers, Université de Toulouse, Université Toulouse III-Paul Sabatier, 2015. <http://thesesups.ups-tlse.fr/2802/> (accessed November 12, 2016).
- [24] J.L. Provis, G.C. Lukey, J.S.J. van Deventer, Do Geopolymers Actually Contain Nanocrystalline Zeolites? A Reexamination of Existing Results, *Chem. Mater.* 17 (2005) 3075–3085. doi:10.1021/cm050230i.
- [25] J. Davidovits, *Geopolymer Chemistry and Applications*. Saint-Quentin, FR: Geopolymer Institute, ISBN 978-2-9514820-1-2, 2008.
- [26] V.F. Barbosa, K.J. MacKenzie, C. Thaumaturgo, Synthesis and characterisation of materials based on inorganic polymers of alumina and silica: sodium polysialate polymers, *Int. J. Inorg. Mater.* 2 (2000) 309–317.
- [27] H. Tchakouté Kouamo, Elaboration et caractérisation de ciments géopolymères à base de scories volcaniques, Université de Yaoundé I, 2013. <http://eprints.campusce.org/78/> (accessed October 4, 2016).
- [28] P. Duxson, A. Fernández-Jiménez, J.L. Provis, G.C. Lukey, A. Palomo, J.S.J. van Deventer, Geopolymer technology: the current state of the art, *J. Mater. Sci.* 42 (2007) 2917–2933. doi:10.1007/s10853-006-0637-z.
- [29] S.A. Bernal, E.D. Rodríguez, R. Mejia de Gutiérrez, J.L. Provis, S. Delvasto, Activation of Metakaolin/Slag Blends Using Alkaline Solutions Based on Chemically Modified Silica Fume and Rice Husk Ash, *Waste Biomass Valorization.* 3 (2012) 99–108. doi:10.1007/s12649-011-9093-3.
- [30] R. Pouhet, M. Cyr, Formulation and performance of flash metakaolin geopolymer concretes, *Constr. Build. Mater.* 120 (2016) 150–160. doi:10.1016/j.conbuildmat.2016.05.061.
- [31] C.Y. Heah, H. Kamarudin, A.M. Mustafa Al Bakri, M. Bnhussain, M. Luqman, I. Khairul Nizar, C.M. Ruzaidi, Y.M. Liew, Study on solids-to-liquid and alkaline activator ratios on kaolin-based geopolymers, *Constr. Build. Mater.* 35 (2012) 912–922. doi:10.1016/j.conbuildmat.2012.04.102.
- [32] J. He, Y. Jie, J. Zhang, Y. Yu, G. Zhang, Synthesis and characterization of red mud and rice husk ash-based geopolymer composites, *Cem. Concr. Compos.* 37 (2013) 108–118. doi:10.1016/j.cemconcomp.2012.11.010.

- [33] H. Kizhakkumodom Venkatanarayanan, P.R. Rangaraju, Effect of grinding of low-carbon rice husk ash on the microstructure and performance properties of blended cement concrete, *Cem. Concr. Compos.* 55 (2015) 348–363. doi:10.1016/j.cemconcomp.2014.09.021.
- [34] E. Prud'homme, P. Michaud, E. Joussein, C. Peyratout, A. Smith, S. Arrii-Clacens, J.M. Clacens, S. Rossignol, Silica fume as porogent agent in geo-materials at low temperature, *J. Eur. Ceram. Soc.* 30 (2010) 1641–1648. doi:10.1016/j.jeurceramsoc.2010.01.014.
- [35] B.B. Kenne Dikko, A. Elimbi, M. Cyr, J. Dika Manga, H. Tchakoute Kouamo, Effect of the rate of calcination of kaolin on the properties of metakaolin-based geopolymers, *J. Asian Ceram. Soc.* 3 (2015) 130–138. doi:10.1016/j.jascer.2014.12.003.
- [36] Sindhunata, J.S.J. van Deventer, G.C. Lukey, H. Xu, Effect of Curing Temperature and Silicate Concentration on Fly-Ash-Based Geopolymerization, *Ind. Eng. Chem. Res.* 45 (2006) 3559–3568. doi:10.1021/ie051251p.
- [37] G. Kakali, T.H. Perraki, S. Tsivilis, E. Badogiannis, Thermal treatment of kaolin: the effect of mineralogy on the pozzolanic activity, *Appl. Clay Sci.* 20 (2001) 73–80.
- [38] A. Elimbi, H.K. Tchakoute, D. Njopwouo, Effects of calcination temperature of kaolinite clays on the properties of geopolymer cements, *Constr. Build. Mater.* 25 (2011) 2805–2812. doi:10.1016/j.conbuildmat.2010.12.055.
- [39] E.I. Diaz, E.N. Allouche, S. Eklund, Factors affecting the suitability of fly ash as source material for geopolymers, *Fuel.* 89 (2010) 992–996. doi:10.1016/j.fuel.2009.09.012.
- [40] H. Xu, J.S. Van Deventer, Geopolymerisation of multiple minerals, *Miner. Eng.* 15 (2002) 1131–1139.
- [41] J. Temuujin, R.P. Williams, A. van Riessen, Effect of mechanical activation of fly ash on the properties of geopolymer cured at ambient temperature, *J. Mater. Process. Technol.* 209 (2009) 5276–5280. doi:10.1016/j.jmatprotec.2009.03.016.
- [42] U. Rattanasak, P. Chindaprasirt, Influence of NaOH solution on the synthesis of fly ash geopolymer, *Miner. Eng.* 22 (2009) 1073–1078. doi:10.1016/j.mineng.2009.03.022.
- [43] A. Tironi, M.A. Trezza, A.N. Scian, E.F. Irassar, Assessment of pozzolanic activity of different calcined clays, *Cem. Concr. Compos.* 37 (2013) 319–327. doi:10.1016/j.cemconcomp.2013.01.002.
- [44] Y. Shinohara, N. Kohyama, Quantitative analysis of tridymite and cristobalite crystallized in rice husk ash by heating, *Ind. Health.* 42 (2004) 277–285.
- [45] P. Chindaprasirt, S. Homwuttiwong, C. Jaturapitakkul, Strength and water permeability of concrete containing palm oil fuel ash and rice husk–bark ash, *Constr. Build. Mater.* 21 (2007) 1492–1499. doi:10.1016/j.conbuildmat.2006.06.015.
- [46] M. Sumajouw, B.V. Rangan, Low-calcium fly ash-based geopolymer concrete: reinforced beams and columns, *Curtin Univ. Technol. Perth Aust.* (2006).
- [47] P. Duxson, J.L. Provis, G.C. Lukey, S.W. Mallicoat, W.M. Kriven, J.S.J. van Deventer, Understanding the relationship between geopolymer composition, microstructure and mechanical properties, *Colloids Surf. Physicochem. Eng. Asp.* 269 (2005) 47–58. doi:10.1016/j.colsurfa.2005.06.060.
- [48] D.L.Y. Kong, J.G. Sanjayan, K. Sagoe-Crentsil, Comparative performance of geopolymers made with metakaolin and fly ash after exposure to elevated temperatures, *Cem. Concr. Res.* 37 (2007) 1583–1589. doi:10.1016/j.cemconres.2007.08.021.

- [49] A. Kamalloo, Y. Ganjkanlou, S.H. Aboutalebi, H. Nouranian, Modeling of compressive strength of metakaolin based geopolymers by the use of artificial neural network, (2010). http://www.sid.ir/en/VEWSSID/J_pdf/856201002A03.pdf (accessed November 17, 2016).
- [50] G. Popel, Synthesis of a mineral-like stone on alkaline aluminosilikate binders to produce materials with increased corrosion resistance, in: Proc Second Intern Conf Alkaline Cem. Concr.-Kyiv Ukr., 1999: pp. 208–219.
- [51] H. Wang, H. Li, F. Yan, Synthesis and mechanical properties of metakaolinite-based geopolymer, *Colloids Surf. Physicochem. Eng. Asp.* 268 (2005) 1–6.
- [52] A. Palomo, A. Fernández-Jiménez, Alkaline activation, procedure for transforming fly ash into new materials. Part I: Applications, in: World Coal Ash WOCA Conf., 2011: pp. 1–14. https://www.researchgate.net/profile/Ana_Fernandez-Jimenez/publication/268003550_Alkaline_activation_procedure_for_transforming_fly_ash_into_new_materials_Part_I_Applications/links/5601773208aeb30ba7345cc6.pdf (accessed December 6, 2016).
- [53] C. Ferone, F. Colangelo, R. Cioffi, F. Montagnaro, L. Santoro, Mechanical Performances of Weathered Coal Fly Ash Based Geopolymer Bricks, *Procedia Eng.* 21 (2011) 745–752. doi:10.1016/j.proeng.2011.11.2073.
- [54] S. Alonso, A. Palomo, Alkaline activation of metakaolin and calcium hydroxide mixtures: influence of temperature, activator concentration and solids ratio, *Mater. Lett.* 47 (2001) 55–62.
- [55] M. Monzo, A. Fernandez-Jimenez, M. Vicent, A. Palomo, A. Barba, Alkaline activation of metakaolin. Effect of the soluble silicate addition and curing temperature, *BOLETIN Soc. ESPANOLA Ceram. Vidr.* 47 (2008) 35–43.
- [56] E. Prud'homme, Rôles du cation alcalin et des renforts minéraux et végétaux sur les mécanismes de formation de géopolymères poreux ou denses, Limoges, 2011.
- [57] K. Gao, K.-L. Lin, D. Wang, C.-L. Hwang, B.L. Anh Tuan, H.-S. Shiu, T.-W. Cheng, Effect of nano-SiO₂ on the alkali-activated characteristics of metakaolin-based geopolymers, *Constr. Build. Mater.* 48 (2013) 441–447. doi:10.1016/j.conbuildmat.2013.07.027.
- [58] S.O. Sore, A. Messan, E. Prud'homme, G. Escadeillas, F. Tsobnang, Synthesis and characterization of geopolymer binders based on local materials from Burkina Faso – Metakaolin and rice husk ash, *Constr. Build. Mater.* 124 (2016) 301–311. doi:10.1016/j.conbuildmat.2016.07.102.
- [59] M.A. Villaquirán-Caicedo, R.M. de Gutiérrez, S. Sulekar, C. Davis, J.C. Nino, Thermal properties of novel binary geopolymers based on metakaolin and alternative silica sources, *Appl. Clay Sci.* 118 (2015) 276–282. doi:10.1016/j.clay.2015.10.005.
- [60] A. Hakimi, H. Ouissi, M. El Kortbi, N. Yamani, Un test d'humidification-séchage pour les blocs de terre comprimée et stabilisée au ciment, *Mater. Struct.* 31 (1998) 20–26.
- [61] K. Komnitsas, D. Zaharaki, Geopolymerisation: A review and prospects for the minerals industry, *Miner. Eng.* 20 (2007) 1261–1277. doi:10.1016/j.mineng.2007.07.011.
- [62] M. Cyr, R. Pouhet, Durabilité des géopolymères - Cas de la carbonatation, in: Conférence NoMaD, Douai, France, 2015: pp. 1–10.

- [63] A. Palomo, P. Krivenko, I. Garcia-Lodeiro, E. Kavalerova, O. Maltseva, A. Fernández-Jiménez, A review on alkaline activation: new analytical perspectives, *Mater. Constr.* 64 (2014) 022.
- [64] H. Houben, *Serie technologies no. 11, blocs de terre comprime, normes, Brux. CRAterre-EAG ISBN. (1998) 2–906901.*
- [65] H. Houben, H. Guillaud, *Traité de construction en terre, Editions Parenthèses, 1989.*
- [66] A. P’Kla, *Caractérisation en compression simple des blocs de terre comprimée (BTC): application aux maçonneries“ BTC-Mortier de terre,” Villeurbanne, INSA, 2002.*
- [67] G. Houbert, T. JofTroy, P. Odul, *Blocs de terre comprime, Manuel de conception et de construction, CRAterre-EAG. 11 (1995).*
- [68] NF P 94-051, *Détermination des limites d’Atterberg - Limite de Liquidité à la coupelle et Limite Plasticité au rouleau, (1993).*
- [69] NF P 94-068, *Mesure de la capacité d’adsorption de bleu de méthylène d’un sol ou d’un matériau rocheux, (1998).*
- [70] W. Schellmann, A new definition of laterite, *Mem. Geol. Surv. India.* 120 (1986) 1–7.
- [71] R.P. Bourman, C.D. Ollier, A critique of the Schellmann definition and classification of “laterite,” *Catena.* 47 (2002) 117–131.
- [72] W. Morin, P.C. Todor, *Laterite and lateritic soils and other problem soils of the tropics, Agency for International Development, 1975.*
- [73] A. Lawane Gana, *Caractérisation des matériaux latéritiques indurés pour une meilleure utilisation dans l’habitat en Afrique, Le Havre et la Fondation 2iE, 2014.*
- [74] P. Meukam, *Valorisation des briques de terre stabilisées en vue de l’isolation thermique de bâtiments, Université de Yaoundé I, 2004.*
- [75] A. Mesbah, J. Morel, P. Walker, K. Ghavami, Development of a direct tensile test for compacted earth blocks reinforced with natural fibers, *J. Mater. Civ. Eng.* 16 (2004) 95–98.
- [76] E. Adam, A. Agib, *Compressed stabilised earth block manufacture in Sudan, Fr. Paris Print. Graphoprint UNESCO. (2001).*
- [77] B. Taallah, *Etude du comportement physico-mécanique du bloc de terre compriée avec fibres, Université Mohamed Khider Biskra, 2014.*
- [78] H.B. Nagaraj, M.V. Sravan, T.G. Arun, K.S. Jagadish, Role of lime with cement in long-term strength of Compressed Stabilized Earth Blocks, *Int. J. Sustain. Built Environ.* 3 (2014) 54–61. doi:10.1016/j.ijsbe.2014.03.001.
- [79] Y. Millogo, *Etude géotechnique, chimique et minéralogique de matières premières argileuse et latéritique du Burkina Faso améliorées aux liants hydrauliques: application au génie civil (bâtiment et route), Thèse de doctorat, université de Ouagadougou, Burkina Faso, 2008.*
- [80] F. Gouny, F. Fouchal, O. Pop, P. Maillard, S. Rossignol, Mechanical behavior of an assembly of wood–geopolymer–earth bricks, *Constr. Build. Mater.* 38 (2013) 110–118. doi:10.1016/j.conbuildmat.2012.07.113.
- [81] D.E.M. Gooding, *Improved processes for the production of soil-cement building blocks, University of Warwick, 1994.*

- [82] F.G. Bell, Lime stabilization of clay minerals and soils, *Eng. Geol.* 42 (1996) 223–237.
- [83] M.B. Diop, M.W. Grutzeck, L. Molez, Comparing the performances of bricks made with natural clay and clay activated by calcination and addition of sodium silicate, *Appl. Clay Sci.* 54 (2011) 172–178. doi:10.1016/j.clay.2011.08.005.
- [84] P.N. Lemougna, A.B. Madi, E. Kamseu, U.C. Melo, M.-P. Delplancke, H. Rahier, Influence of the processing temperature on the compressive strength of Na activated lateritic soil for building applications, *Constr. Build. Mater.* 65 (2014) 60–66. doi:10.1016/j.conbuildmat.2014.04.100.
- [85] Slaty et al. - 2013 - Characterization of alkali activated kaolinitic cl.pdf, (n.d.).
- [86] P. Yu, R.J. Kirkpatrick, B. Poe, P.F. McMillan, X. Cong, Structure of calcium silicate hydrate (C-S-H): Near-, Mid-, and Far-infrared spectroscopy, *J. Am. Ceram. Soc.* 82 (1999) 742–748.
- [87] D.R.G. Mitchell, I. Hinczak, R.A. Day, Interaction of silica fume with calcium hydroxide solutions and hydrated cement pastes, *Cem. Concr. Res.* 28 (1998) 1571–1584.
- [88] M. Rojas, The effect of high curing temperature on the reaction kinetics in MK/lime and MK-blended cement matrices at 60 °C, *Cem. Concr. Res.* 33 (2003) 643–649. doi:10.1016/S0008-8846(02)01040-2.
- [89] Q. Zhou, E.E. Lachowski, F.P. Glasser, Metaettringite, a decomposition product of ettringite, *Cem. Concr. Res.* 34 (2004) 703–710. doi:10.1016/j.cemconres.2003.10.027.
- [90] R. Gabrovšek, T. Vuk, V. Kaučič, Evaluation of the hydration of Portland cement containing various carbonates by means of thermal analysis, *Acta Chim Slov.* 53 (2006) 159–65.
- [91] A. Guerrero, S. Goni, A. Moragues, J.S. Dolado, Microstructure and Mechanical Performance of Belite Cements from High Calcium Coal Fly Ash, *J. Am. Ceram. Soc.* 88 (2005) 1845–1853. doi:10.1111/j.1551-2916.2005.00344.x.
- [92] D.K. Dutta, D. Bordoloi, P.C. Borthakur, Hydration of Portland cement clinker in the presence of carbonaceous materials, *Cem. Concr. Res.* 25 (1995) 1095–1102.
- [93] S. Brunauer, P.H. Emmett, E. Teller, Adsorption of Gases in Multimolecular Layers, *J. Am. Chem. Soc.* 60 (1938) 309–319. doi:10.1021/ja01269a023.
- [94] NF P 18 - 459, ssai pour béton durci - Essai de porosité et de masse volumique, (2010).
- [95] AFPC - AFREM, Durabilité des bétons - Mesure de l'absorption d'eau par capillarité, (1997).
- [96] A. Fenouil, G. Escadeillas, Essai d'appréciation de la sensibilité au risque d'érosion (test de dispersivité), (2002).
- [97] XP P13-901, Blocs de terre comprimée pour murs et cloisons : définitions - Spécifications - Méthodes d'essais - Conditions de réception, (2001).
- [98] D. Mourand, Contrôle non destructif et caractérisation thermique - Dispositif d'Estimation de Propriétés Thermique (DEsProTherm), (2011).
- [99] NF P 18-560, Analyse granulométrique par tamisage, (1990).
- [100] NF P 94-057, Analyse granulométrique des sols - Méthode par sédimentation, (1992).
- [101] NF P 94-093, Détermination des références de compactage d'un matériau - Proctor Normal et Proctor Modifié, (1999).

- [102] E. Najet, Formulation de liant aluminosilicaté de type géopolymère à base de différentes argiles Tunisiennes, Limoges, 2013.
- [103] D. Khale, R. Chaudhary, Mechanism of geopolymerization and factors influencing its development: a review, *J. Mater. Sci.* 42 (2007) 729–746. doi:10.1007/s10853-006-0401-4.
- [104] I. Biljana, M. Aleksandra, M. Ljiljana, Thermal treatment of kaolin clay to obtain metakaolin, *Hem. Ind.* 64 (2010) 351–356. doi:10.2298/HEMIND100322014I.
- [105] M. Robert, J. Varet, *Le Sol: interface dans l'environnement: ressource pour le développement*, Elsevier Masson, 1996.
- [106] O. Castelein, B. Soulestin, J.P. Bonnet, P. Blanchart, The influence of heating rate on the thermal behaviour and mullite formation from a kaolin raw material, *Ceram. Int.* 27 (2001) 517–522.
- [107] C. Bich, Contribution à l'étude de l'activation thermique du kaolin: évolution de la structure cristallographique et activité pouzzolanique, Villeurbanne, INSA, 2005.
- [108] P. Comodi, P.F. Zanazzi, Structural thermal behavior of paragonite and its dehydroxylate: A high-temperature single-crystal study, *Phys. Chem. Miner.* 27 (2000) 377–385.
- [109] S. Guggenheim, Y.-H. Chang, A.F.K. Van Groos, Muscovite dehydroxylation: High-temperature studies, *Am. Mineral.* 72 (1987) 537–550.
- [110] G. Brown, G.Wi. Brindley, G. Brown, Crystal structures of clay minerals and their X-ray identification, (1980).
- [111] A.F. Gualtieri, P. Venturelli, In situ study of the goethite-hematite phase transformation by real time synchrotron powder diffraction, *Am. Mineral.* 84 (1999) 895–904.
- [112] J. Yvon, P. Garin, J. Delon, J. Cases, Valorisation des argiles kaoliniques des Charentes dans le caoutchouc naturel, *Bull Minér.* 105 (1982) 431–7.
- [113] F. Ganon, A. Yameogo, B. Sorgho, L. Zerbo, M. Seynou, Y. Millogo, R. Ouedraogo, Preparation of Pozzolan with a Raw Clay Material from Burkina Faso/Preparation D'une Pouzzolane a Base D'une Matiere Premiere Argileuse Du Burkina Faso, *Sci. Study Res. Chem. Chem. Eng. Biotechnol. Food Ind.* 16 (2015) 371.
- [114] M.A. Qtaitat, I.N. Al-Trawneh, Characterization of kaolinite of the Baten El-Ghoul region/south Jordan by infrared spectroscopy, *Spectrochim. Acta. A. Mol. Biomol. Spectrosc.* 61 (2005) 1519–1523. doi:10.1016/j.saa.2004.11.008.
- [115] C. Bich, J. Ambroise, J. Péra, Influence of degree of dehydroxylation on the pozzolanic activity of metakaolin, *Appl. Clay Sci.* 44 (2009) 194–200. doi:10.1016/j.clay.2009.01.014.
- [116] H. Tchakoute Kouamo, A. Elimbi, J.A. Mbey, C.J. Ngally Sabouang, D. Njopwouo, The effect of adding alumina-oxide to metakaolin and volcanic ash on geopolymer products: A comparative study, *Constr. Build. Mater.* 35 (2012) 960–969. doi:10.1016/j.conbuildmat.2012.04.023.
- [117] G. Görhan, G. Kürklü, The influence of the NaOH solution on the properties of the fly ash-based geopolymer mortar cured at different temperatures, *Compos. Part B Eng.* 58 (2014) 371–377. doi:10.1016/j.compositesb.2013.10.082.

- [118] I. Ozer, S. Soyer-Uzun, Relations between the structural characteristics and compressive strength in metakaolin based geopolymers with different molar Si/Al ratios, *Ceram. Int.* 41 (2015) 10192–10198. doi:10.1016/j.ceramint.2015.04.125.
- [119] H.K. Tchakouté, C.H. Rüscher, S. Kong, E. Kamseu, C. Leonelli, Thermal Behavior of Metakaolin-Based Geopolymer Cements Using Sodium Waterglass from Rice Husk Ash and Waste Glass as Alternative Activators, *Waste Biomass Valorization*. (2016). doi:10.1007/s12649-016-9653-7.
- [120] INERA, Production Rizicole au Burkina Faso : Enjeux, contraintes et perspectives, (2010).
- [121] EN, NF 196-1, Méthodes d'essai des ciments, Partie, France, 2006.
- [122] D. Panias, I.P. Giannopoulou, T. Perraki, Effect of synthesis parameters on the mechanical properties of fly ash-based geopolymers, *Colloids Surf. Physicochem. Eng. Asp.* 301 (2007) 246–254. doi:10.1016/j.colsurfa.2006.12.064.
- [123] I. Maragkos, I.P. Giannopoulou, D. Panias, Synthesis of ferronickel slag-based geopolymers, *Miner. Eng.* 22 (2009) 196–203. doi:10.1016/j.mineng.2008.07.003.
- [124] W.K.W. Lee, J.S.J. Van Deventer, The effects of inorganic salt contamination on the strength and durability of geopolymers, *Colloids Surf. Physicochem. Eng. Asp.* 211 (2002) 115–126.
- [125] T. Uchino, T. Sakka, K. Hotta, M. Iwasaki, Attenuated Total Reflectance Fourier-Transform Infrared Spectra of a Hydrated Sodium Silicate Glass, *J. Am. Ceram. Soc.* 72 (1989) 2173–2175.
- [126] Y. Millogo, J.-C. Morel, Microstructural characterization and mechanical properties of cement stabilised adobes, *Mater. Struct.* 45 (2012) 1311–1318. doi:10.1617/s11527-012-9833-2.
- [127] A. Autef, E. Joussein, G. Gasgnier, S. Rossignol, Role of the silica source on the geopolymerization rate: A thermal analysis study, *J. Non-Cryst. Solids.* 366 (2013) 13–21. doi:10.1016/j.jnoncrysol.2013.01.034.
- [128] C. Kuenzel, L.M. Grover, L. Vandeperre, A.R. Boccaccini, C.R. Cheeseman, Production of nepheline/quartz ceramics from geopolymer mortars, *J. Eur. Ceram. Soc.* 33 (2013) 251–258. doi:10.1016/j.jeurceramsoc.2012.08.022.
- [129] H.Y. Leong, D.E.L. Ong, J.G. Sanjayan, A. Nazari, The effect of different Na₂O and K₂O ratios of alkali activator on compressive strength of fly ash based-geopolymer, *Constr. Build. Mater.* 106 (2016) 500–511. doi:10.1016/j.conbuildmat.2015.12.141.
- [130] P. Duxson, S.W. Mallicoat, G.C. Lukey, W.M. Kriven, J.S.J. van Deventer, The effect of alkali and Si/Al ratio on the development of mechanical properties of metakaolin-based geopolymers, *Colloids Surf. Physicochem. Eng. Asp.* 292 (2007) 8–20. doi:10.1016/j.colsurfa.2006.05.044.
- [131] H. Xu, J. Van Deventer, The geopolymerisation of alumino-silicate minerals, *Int. J. Miner. Process.* 59 (2000) 247–266.
- [132] P. Duxson, G.C. Lukey, J.S.J. van Deventer, Thermal Conductivity of Metakaolin Geopolymers Used as a First Approximation for Determining Gel Interconnectivity, *Ind. Eng. Chem. Res.* 45 (2006) 7781–7788. doi:10.1021/ie060187o.

- [133] J. Feng, R. Zhang, L. Gong, Y. Li, W. Cao, X. Cheng, Development of porous fly ash-based geopolymer with low thermal conductivity, *Mater. Des.* 1980-2015. 65 (2015) 529–533. doi:10.1016/j.matdes.2014.09.024.
- [134] E. Kamseu, B. Nait-Ali, M.C. Bignozzi, C. Leonelli, S. Rossignol, D.S. Smith, Bulk composition and microstructure dependence of effective thermal conductivity of porous inorganic polymer cements, *J. Eur. Ceram. Soc.* 32 (2012) 1593–1603. doi:10.1016/j.jeurceramsoc.2011.12.030.
- [135] A. Benazzouk, O. Douzane, K. Mezreb, B. Laidoudi, M. Quéneudec, Thermal conductivity of cement composites containing rubber waste particles: Experimental study and modelling, *Constr. Build. Mater.* 22 (2008) 573–579. doi:10.1016/j.conbuildmat.2006.11.011.
- [136] P. Rovnaník, Effect of curing temperature on the development of hard structure of metakaolin-based geopolymer, *Constr. Build. Mater.* 24 (2010) 1176–1183. doi:10.1016/j.conbuildmat.2009.12.023.
- [137] J.G.S. Van Jaarsveld, J.S.J. Van Deventer, G.C. Lukey, The effect of composition and temperature on the properties of fly ash-and kaolinite-based geopolymers, *Chem. Eng. J.* 89 (2002) 63–73.
- [138] S. Pangdaeng, T. Phoo-ngernkham, V. Sata, P. Chindapasirt, Influence of curing conditions on properties of high calcium fly ash geopolymer containing Portland cement as additive, *Mater. Des.* 53 (2014) 269–274. doi:10.1016/j.matdes.2013.07.018.
- [139] Z. Zhang, H. Wang, J.L. Provis, F. Bullen, A. Reid, Y. Zhu, Quantitative kinetic and structural analysis of geopolymers. Part 1. The activation of metakaolin with sodium hydroxide, *Thermochim. Acta.* 539 (2012) 23–33. doi:10.1016/j.tca.2012.03.021.
- [140] D. Zaharaki, K. Komnitsas, V. Perdikatsis, Use of analytical techniques for identification of inorganic polymer gel composition, *J. Mater. Sci.* 45 (2010) 2715–2724. doi:10.1007/s10853-010-4257-2.
- [141] A. Sathonsaowaphak, P. Chindapasirt, K. Pimraksa, Workability and strength of lignite bottom ash geopolymer mortar, *J. Hazard. Mater.* 168 (2009) 44–50. doi:10.1016/j.jhazmat.2009.01.120.
- [142] W. Kim, D. Choi, S. Kim, Sonochemical synthesis of zeolite A from metakaolinite in NaOH solution, *Mater. Trans.* 51 (2010) 1694–1698.
- [143] D. Akolekar, A. Chaffee, R.F. Howe, The transformation of kaolin to low-silica X zeolite, *Zeolites.* 19 (1997) 359–365.
- [144] M.S. Muñoz-Villarreal, A. Manzano-Ramírez, S. Sampieri-Bulbarela, J.R. Gasca-Tirado, J.L. Reyes-Araiza, J.C. Rubio-Ávalos, J.J. Pérez-Bueno, L.M. Apatiga, A. Zaldivar-Cadena, V. Amigó-Borrás, The effect of temperature on the geopolymerization process of a metakaolin-based geopolymer, *Mater. Lett.* 65 (2011) 995–998. doi:10.1016/j.matlet.2010.12.049.
- [145] P. De Silva, K. Sagoe-Crenstil, V. Sirivivatnanon, Kinetics of geopolymerization: role of Al₂O₃ and SiO₂, *Cem. Concr. Res.* 37 (2007) 512–518.
- [146] Z. Zhang, H. Wang, Y. Zhu, A. Reid, J.L. Provis, F. Bullen, Using fly ash to partially substitute metakaolin in geopolymer synthesis, *Appl. Clay Sci.* 88-89 (2014) 194–201. doi:10.1016/j.clay.2013.12.025.

- [147] F. Pelisser, E.L. Guerrino, M. Menger, M.D. Michel, J.A. Labrincha, Micromechanical characterization of metakaolin-based geopolymers, *Constr. Build. Mater.* 49 (2013) 547–553. doi:10.1016/j.conbuildmat.2013.08.081.
- [148] NF EN 197-1, Compositions, Spécification et critères de conformité des ciments courants, (2001).
- [149] F. Saidat, Activation chimique du métakaolin dans une matrice cimentaire, Université de Toulouse, Université Toulouse III-Paul Sabatier, 2013. <http://thesesups.ups-tlse.fr/1965/> (accessed March 7, 2017).
- [150] R. Vincent, Blocs de terre comprimée Vol 1 Manuel de Production, CRA-Terre EAG Grenoble Fr. (1995).
- [151] A.R. Sakulich, E. Anderson, C. Schauer, M.W. Barsoum, Mechanical and microstructural characterization of an alkali-activated slag/limestone fine aggregate concrete, *Constr. Build. Mater.* 23 (2009) 2951–2957. doi:10.1016/j.conbuildmat.2009.02.022.
- [152] J. Lanás, R. Sirera, J.I. Alvarez, Compositional changes in lime-based mortars exposed to different environments, *Thermochim. Acta.* 429 (2005) 219–226. doi:10.1016/j.tca.2005.03.015.
- [153] M.S. Morsy, A.F. Galal, S.A. Abo-El-Enein, Effect of temperature on phase composition and microstructure of artificial pozzolana-cement pastes containing burnt kaolinite clay, *Cem. Concr. Res.* 28 (1998) 1157–1163.
- [154] R. Bahar, M. Benazzoug, S. Kenai, Performance of compacted cement-stabilised soil, *Cem. Concr. Compos.* 26 (2004) 811–820. doi:10.1016/j.cemconcomp.2004.01.003.
- [155] S.A. Lima, H. Varum, A. Sales, V.F. Neto, Analysis of the mechanical properties of compressed earth block masonry using the sugarcane bagasse ash, *Constr. Build. Mater.* 35 (2012) 829–837. doi:10.1016/j.conbuildmat.2012.04.127.
- [156] P. Meukam, Y. Jannot, A. Noumowe, T.C. Kofane, Thermo physical characteristics of economical building materials, *Constr. Build. Mater.* 18 (2004) 437–443.

ANNEXES

Annexe 1: Description des essais de détermination des paramètres géotechniques

✓ Analyse granulométrique

L'analyse granulométrique a pour but de déterminer les proportions de grains de différentes tailles d'un matériau. Elle est effectuée selon deux normes françaises NF P 18-560 et NF P 94-057 :

- par tamisage (NF P18-560) pour des grains de diamètre supérieur à 80 μm ,
- par sédimentométrie (NF P94-057) pour les grains de diamètre inférieur à 80 μm (les plus fins). Elle consiste à laisser une suspension de sol se déposer au fond d'une éprouvette pleine d'eau. Plus les grains sont fins, plus la vitesse de décantation est lente (loi de Stokes). La mesure de la densité de la suspension à des intervalles de temps variables permet de calculer la proportion de grains de chaque diamètre.

✓ Plasticité des matériaux argiles

Les limites d'Atterberg constituent une mesure de base pour suivre l'évolution de la plasticité des matériaux argileux en fonction de l'augmentation de l'absorption d'eau selon la norme NF P 94-051. Elles mesurent la teneur en eau critique, c'est-à-dire la quantité d'eau nécessaire pour atteindre les limites critiques qui marquent les seuils entre :

- le passage d'un sol de l'état liquide à l'état plastique : limite de liquidité (L_L),
- le passage d'un sol de l'état plastique à l'état solide : limite de plasticité (L_P).

Ces limites ont pour valeur la teneur en eau du sol à l'état de transition considérée, exprimée en pourcentage de masse de la matière première brute. La différence $I_p = L_L - L_P$ qui définit l'étendue du domaine plastique, est particulièrement importante, c'est l'indice de plasticité. L'indice de plasticité permet d'apprécier la quantité et le type d'argiles présentes dans un échantillon.

✓ L'essai au bleu de méthylène (VBS)

Il permet de mesurer la capacité d'adsorption ionique des sols et granulats à l'aide du bleu de méthylène. Il a pour but de déterminer la quantité et l'activité de la fraction argileuse d'un sol d'une façon globale. Le résultat de l'essai dépend directement à la fois de la quantité et de la nature minéralogique de cette fraction. Le principe de l'essai consiste à introduire des quantités croissantes de bleu de méthylène jusqu'à ce que les particules argileuses en soient saturées. Il apparaît alors un début d'excès qui marque la fin de l'essai et que l'on détecte par

le test dit à la tâche. Ce test consiste à former avec une goutte de la suspension déposée sur du papier filtre normalisé, une tâche qui est un dépôt de sol coloré en bleu soutenu, entourée d'une zone humide incolore. L'excès de bleu se traduit par l'apparition dans cette dernière zone d'une auréole bleu clair. On dira alors que le test est positif. L'essai a été réalisé selon la norme NF P 94-068.

On classe le sol en fonction de la valeur du VBS de la manière suivante :

- $VBS < 0,2$: sols sableux (sol insensible à l'eau)
- $0,2 < VBS < 2,5$: sols limoneux (sol peu plastique et sensible à l'eau)
- $2,5 < VBS < 6$: sols limono-argileux (sol de plasticité moyenne)
- $6 < VBS < 8$: sols argileux
- $VBS > 8$ sols très argileux

✓ L'essai de Proctor normal

L'essai Proctor a pour objectif la détermination de la teneur en eau optimale et la densité sèche maximale pour un compactage normalisé d'intensité donnée. Il consiste à compacter de façon identique des échantillons d'un même sol avec des teneurs en eau différentes. On constate que la densité sèche γ_d varie et passe par un maximum pour une teneur en eau déterminée dite optimale (W_{OPN}). Il existe deux types d'essais Proctor. Selon l'intensité de compactage utilisé, l'essai sera appelé essai Proctor normal ou essai Proctor modifié.

L'essai choisi pour notre étude est l'essai Proctor normal, car il est recommandé pour les matériaux argileux entrant dans la construction des bâtiments. L'essai a été réalisé selon la norme NF P 94-093.

**Annexe 2 : Détermination du taux amorphe des argiles calcinées
et de la cendre de balle de riz**

Echantillons		Masse poudre avant dissolution (M ₁)	Masse papier filtre	Masse (poudre + papier) après dissolution	Masse poudre après dissolution (M ₂)	Taux d'amorphe (%)		
						#	Moy	# Ecartyp
Argile de Saaba	1	1,0049	0,5666	1,2571	0,6905	31,29	31,83	0,55
	2	1,0037	0,6184	1,2971	0,6787	32,38		
Argile de Kamboinsé	1	1,0030	0,6015	1,3607	0,7592	24,31	24,32	0,01
	2	1,0043	0,5783	1,3382	0,7599	24,34		
Argile de Selogo	1	1,0061	0,6238	1,4244	0,8006	20,43	20,44	0,01
	2	1,0011	0,5879	1,3843	0,7964	20,45		
Argile de Kandarfa	1	1,0068	0,5763	1,4002	0,8239	18,17	19,26	1,10
	2	1,0064	0,6435	1,4450	0,8015	20,36		
Argile de Tougou	1	1,0073	0,5793	1,3710	0,7917	21,40	20,42	0,98
	2	1,0094	0,5974	1,4106	0,8132	19,44		
Argile de Sabcé	1	1,0056	0,6434	1,5178	0,8744	13,05	13,71	0,67
	2	1,0068	0,6182	1,4802	0,8620	14,38		
Cendre de balle de riz	1	1,0001	1,1730	1,7660	0,5930	40,71	40,71	0,01
	2	1,0054	1,1920	1,7880	0,5960	40,72		

Annexe 3: Formulation de géopolymère à base de NaOH

Composition chimique du métakaolin et de la cendre de balle de riz							
Oxydes (%)	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Na ₂ O	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	POI	H ₂ O
Métakaolin (MK)	57,85	38,30	0,11	2,30	0,23	1,01	//
Cendre (CBR)	90,8	0,56	0,10	0,27	2,57	3,67	//
NaOH	//	//	77,5	//	//	//	22,5

Quantité des matériaux de base pour un liant géopolymère					
Type	MK	CBR	NaOH		
			Solution de NaOH	H ₂ O (67,56 %)	Cristaux (32,4 %)
AN	300	//	240	162,1	77,83
BN	297	13	248	167,5	80,43
CN	286	26	249,6	168,6	80,94

Géopolymère AN (100 % MK)						
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Na ₂ O	H ₂ O	Rapport molaire	
MK	173,55	114,9	0,33	3,18	SiO ₂ /Al ₂ O ₃	2,57
CBR	//	//	//	//		
NaOH	//	//	60,32	17,51	Na ₂ O/Al ₂ O ₃	0,87
H ₂ O	//	//	0	162,1		
Total	173,55	114,9	60,65	182,84		
M (g/mol)	60	102	62	18	H ₂ O/Na ₂ O	10,38
mol	2,9	1,1	0,98	10,2		

Géopolymère BN (5% CBR +95 % MK)						
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Na ₂ O	H ₂ O	Rapport molaire	
MK	171,815	113,751	0,3267	3,15	SiO ₂ /Al ₂ O ₃	2,74
CBR	11,804	0,0728	0,013	0,478		
NaOH	//	//	62,33	18,09	Na ₂ O/Al ₂ O ₃	0,906
H ₂ O	//	//	//	167,5		
Total	183,62	113,82	62,670	189,27		
M (g/mol)	60	102	62	18	H ₂ O/Na ₂ O	10,40
mol	3,1	1,1	1,01	10,5		

Géopolymère CN (10 % CBR +90 % MK)						
	SiO₂	Al₂O₃	Na₂O	H₂O	Rapport molaire	
MK	165,45	109,54	0,315	3,03	SiO₂/Al₂O₃	2,93
CBR	23,61	0,146	0,026	0,95		
NaOH	//	//	62,73	18,21	Na₂O/Al₂O₃	0,946
H₂O	//	//	//	168,6		
Total	189,06	109,68	63,07	190,83		
M (g/mol)	60	102	62	18	H₂O/Na₂O	10,42
mol	3,2	1,1	1,02	10,6		

Annexe 4: Formulation de liant géopolymère à base de KOH

Oxydes (%)	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Na ₂ O	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	POI	H ₂ O
MK	57,85	38,3	0,11	2,30	0,23	1,01	//
CBR	90,80	0,56	0,10	0,27	2,57	3,67	//
KOH	//	//	//	//	83,93	//	16,07

Quantité de matériaux de base pour un liant géopolymère					
Type	MK	CBR	KOH		
			Solution de KOH	H ₂ O (59,80 %)	Cristaux (40,20 %)
AK	300	0	210	125,6	84,42
BK	297	13	217	129,8	87,23
CK	286	26	218,4	130,6	87,80

Géopolymère de type AN (100 % MK)						
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	K ₂ O	H ₂ O	Rapport molaire	
MK	173,55	114,9	0,69	3,03	SiO ₂ /Al ₂ O ₃	2,57
CBR	//	0	//	//		
KOH	//	//	70,85	13,57	K ₂ O/Al ₂ O ₃	0,68
H₂O	//	//	//	125,6		
Total	173,55	114,90	71,54	142,18		
M (g/mol)	60	102	94	18	H ₂ O/Na ₂ O	10,38
mol	2,9	1,1	0,8	7,9		

Géopolymère de type BN (05 % CBR +95 % MK)						
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	K ₂ O	H ₂ O	Rapport molaire	
MK	171,81	113,75	0,683	2,9997	SiO ₂ /Al ₂ O ₃	2,74
CBR	11,80	0,072	0,334	0,4771		
KOH	//	//	73,22	14,018	K ₂ O/Al ₂ O ₃	0,71
H₂O	//	//	//	129,8		
Total	183,61	113,82	74,23	147,26		
M (g/mol)	60	102	94	18	H ₂ O/Na ₂ O	10,36
mol	3,1	1,1	0,8	8,2		

Géopolymère de type CN (10 % CBR +90 % MK)						
	SiO₂	Al₂O₃	K₂O	H₂O	Rapport molaire	
MK	165,45	109,54	0,657	2,89	SiO₂/Al₂O₃	2,93
CBR	23,61	0,145	0,668	0,954		
KOH	//	//	73,69	14,11	K₂O/Al₂O₃	0,74
H₂O	//	//	//	130,6		
Total	189,06	109,68	75,01	148,55		
M (g/mol)	60	102	94	18	H₂O/Na₂O	10,34
mol	3,2	1,1	0,8	8,3		

Annexe 5: Rapports molaires

Avec M= Na ou K							
Type d'échantillon	SiO ₂ /Al ₂ O ₃	M ₂ O/SiO ₂	SiO ₂ /M ₂ O	M ₂ O/Al ₂ O ₃	H ₂ O/M ₂ O	R ₂ O/Poudre	Eau/Poudre
Liant géopolymère à base de NaOH							
AN	2,57	0,34	2,96	0,87	10,38	0,2	0,5
BN	2,74	0,33	3,03	0,91	10,40		
CN	2,93	0,32	3,10	0,95	10,42		
Liant géopolymère à base de KOH							
AK	2,57	0,26	3,80	0,68	10,38	0,24	0,38
BK	2,74	0,26	3,88	0,71	10,36		
CK	2,93	0,25	3,95	0,74	10,34		