وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Mémoire de Master

Présenté à l'Université du 8 Mai 1945 de Guelma Faculté des Sciences et de la Technologie

Département de : Génie Civil & Hydraulique

Spécialité : **Génie Civil**Option : **STRUCTURES**

Présenté par : BENAMEUR RANDA

THEME : Amélioration des Performances des Géopolymères par l'incorporation de fibres naturelles : Etude de la Durabilité et de la Résistance

Sous la direction de : Dr. BENZANNACHE Naziha

Juin 2025

Remerciements

Je tiens tout d'abord à exprimer ma profonde gratitude à Dieu, le Clément et le Miséricordieux, pour m'avoir accordé la force, le courage, la patience et la persévérance nécessaires à la réalisation de cette étude, ainsi que la volonté d'atteindre les objectifs que je m'étais fixés.

Je remercie chaleureusement ma promotrice, *Dr BENZANNACHE Naziha*, pour la qualité de son encadrement, sa disponibilité, sa rigueur scientifique et ses encouragements constants, qui ont été déterminants tout au long de ce travail.

Mes remerciements s'adressent également à *Dr MAIZI Salah Eddine* pour la confiance qu'il m'a accordée, l'autonomie qu'il m'a laissée, ainsi que pour ses conseils avisés et ses orientations précieuses, notamment durant les étapes clés de l'élaboration de ce mémoire.

Je tiens aussi à remercier sincèrement les techniciennes du laboratoire pédagogique de génie civil et d'hydraulique de l'Université 8 Mai 1945 de Guelma, pour leur disponibilité et leur assistance précieuse lors de la réalisation des essais expérimentaux. J'exprime ma profonde reconnaissance aux membres du jury qui me font l'honneur d'évaluer ce travail.

Enfin, j'adresse ma sincère gratitude à toutes les personnes qui, de près ou de loin, ont contribué à la réalisation de ce mémoire.

Dédicace

Louange à Dieu au commencement et à la fin.

C'est par Lui que nous commençons, et grâce à Lui que nous achevons.

Je dédie ce mémoire de fin d'études, avec amour, à :

À mon père, El Hocine

Modèle de la force, de sagesse et de détermination.

Merci pour ton soutien indéfectible, tes conseils avisés et ta confiance constante.

À ma mère, Mejdoube.W

Source infinie d'amour, de courage et de sagesse.

Merci pour ta patience et tes innombrables sacrifices.

À mes frères et à ma sœur, Rami, Raid et Ranim

Merci pour votre soutien constant.

Vous avez été ma force dans les moments de faiblesse, et vous m'avez toujours encouragée et motivée tout au long de ce parcours.

À toute la famille BENAMEUR

Merci pour votre affection, votre présence et votre confiance.

À mes collègues

Merci pour votre camaraderie, votre esprit d'équipe, qui ont marqué cette étape importante de ma

À mes amies {Taqwa, Djihen, Amira, Manar, Manel}

Celles qui m'ont soutenue dans les moments difficiles et ont partagé mes instants de joie. Merci pour votre présence précieuse, votre bienveillance, vos rires et vos mots réconfortants.



Benameur Randa

Résumé

Les géopolymères représentent une classe innovante de matériaux cimentaires à faible impact environnemental, constituant une alternative prometteuse au ciment Portland traditionnel, grâce à leur capacité à réduire les émissions du CO₂. Bien qu'ils possèdent d'excellentes propriétés mécaniques et physiques, leur procédé de fabrication nécessite l'activation de liant, à travers l'incorporation de produits chimiques, ce qui requiert une formulation optimisée afin d'atteindre les meilleures performances.

Le renforcement des matrices géopolymères par des fibres naturelles constitue une approche efficace pour améliorer leurs caractéristiques tout en maintenant un faible impact environnemental. Ces fibres, renouvelables et biodégradables, sont au cœur de la recherche actuelle visant à développer des solutions constructives durables.

Cette étude porte sur le développement et l'analyse des propriétés mécanique et de durabilité d'un nouveau mortier géopolymère renforcé par fibre naturelles, elle se concentre dans un premier temps sur la détermination des propriétés physiques et chimiques des constituants du mortier, utilisé dans la formulation du nouveau mortier. Elle examine également l'incorporation des fibres de palmier Washingtonia filifera comme renforcement, en variant les paramètres liés à ces fibres, tel que le traitement de fibre et sa quantité dans la matrice, afin d'obtenir les meilleures performances en termes de résistance et de durabilité.

Mots-clés : géopolymères, mortier géopolymère, fibres naturelles, palmier washingtonia filifera, propriétés mécaniques, durabilité, renforcement.

Abstract

Geopolymers represent an innovative class of cementitious materials with a low environmental impact, offering a promising alternative to traditional Portland cement due to their ability to reduce CO₂ emissions. Although they possess excellent mechanical and physical properties, their manufacturing process requires the activation of a binder through the incorporation of chemical products, which necessitates an optimized formulation to achieve the best performance.

Reinforcing geopolymer matrices with natural fibers is an effective approach to enhance their properties while maintaining a low environmental footprint. These renewable and biodegradable fibers are at the core of current research efforts aimed at developing sustainable construction solutions.

This study focuses on the development and analysis of the mechanical and durability properties of a new geopolymer mortar reinforced with natural fibers. It first concentrates on determining the physical and chemical properties of the constituents used in the formulation of the mortar. The study also examines the incorporation of Washingtonia filifera palm fibers as reinforcement, by varying parameters related to these fibers, such as fiber treatment and their amount in the matrix, in order to achieve optimal performance in terms of strength and durability.

Keywords: geopolymers, geopolymer mortar, natural fibers, washingtonia filifera palm, mechanical properties, durability, reinforcement.

ملخص

تمثل الجيوبوليمرات فئة مبتكرة من المواد الأسمنتية ذات التأثير البيئي المنخفض، وتُعدّ بديلاً واعدًا للإسمنت البورتلاندي التقليدي بفضل قدرتها على تقليل انبعاثات ثاني أكسيد الكربون. (CO_2) وعلى الرغم من امتلاكها خصائص ميكانيكية وفيزيائية ممتازة، فإن عملية تصنيعها تتطلب تفعيل المادة الرابطة من خلال إدماج مواد كيميائية، مما يستلزم صيغة تركيبية محسنة لتحقيق أفضل أداء.

يُعدّ تدعيم المصفوفات الجيوبوليمرية بالألياف الطبيعية توجهًا فعالًا لتحسين الخصائص الفيزيائية والميكانيكية مع الحفاظ على أثر بيئي منخفض، حيث تتميز هذه الألياف بكونها متجددة وقابلة للتحلل الحيوي، مما يجعلها محورًا للبحث الحالي الرامي إلى تطوير حلول إنشائية مستدامة.

تركّز هذه الدراسة على تطوير وتحليل الخصائص الميكانيكية وخصائص المتانة لملاط جيوبوليمري جديد مُدعّم بالألياف الطبيعية. في البداية، يتم التركيز على تحديد الخصائص الفيزيائية والكيميائية للمكونات المستخدمة في تركيب هذا الملاط. كما تدرس هذه الدراسة إدماج ألياف نخيل واشنطونيا فيليفرا كعنصر تقوية، من خلال تغيير بعض المعاملات المرتبطة بهذه الألياف، مثل معالجتها وكميتها في الخليط، وذلك بهدف تحقيق أفضل أداء من حيث المقاومة والمتانة.

الكلمات المفتاحية :الجيوبوليمرات، ملاط جيوبوليمري، الألياف الطبيعية، نخيل واشنطونيا فيليفرا، الخصائص الميكانيكية، المتانة، التقوية.

Liste des figures

Figure I.1: Classe des différents géopolymères en fonction du rapport molaire Si	'Al
	5
Figure I.2 : Structure proposée pour le géopolymère K-Poly (sialate-siloxo)	5
Figure I.3: Les cendres volantes	
Figure I.4: laitier de haut fourneau	7
Figure I.5: les roches de la bauxite	7
Figure I.6: le métakaolin	8
Figure I.7: La kaolinite	9
Figure I.8: Réalisation d'un institut à l'université du Queensland Australie (2013).11
Figure I.9: Matériaux composites.	
Figure I.10 : Classification des fibres naturelles.	14
Figure I.11 : Classification des fibres végétales selon l'origine.	15
Figure I.12: Effet de la teneur en filaments de lin sur la résistance à la flexion et l	la
compression	18
Figure I.13: Résistance à la flexion en fonction du poids des fibres (%)	19
Figure II.1: Four du laboratoire à moufle de la marque Nabertherm.	21
Figure II.2 : Echantillon du métakaolin après transformation thermique à 750 °C.	
Figure II.3: Appareil d'analyse granulométrique : Mastersizer 2000 Malvern	
Figure II.4 : Courbe d'analyse granulométrique de métakaolin.	
Figure II.5 : Sable de rivière utilisé dans le mortier géopolymère.	24
Figure II.6 : Essai de l'équivalent de sable.	
Figure II.7: la solution utilisée	25
Figure II.8: Essai de la masse volumique apparente.	
Figure II.9: Essai de la masse volumique absolue	
Figure II.10 : Etuve utilisée.	
Figure II.11: la tamiseuse électrique	28
Figure II.12 : la courbe de l'analyse granulométrique de sable.	
Figure II.13: photo d'un palmier Washingtonia.	
Figure II.14: Traitement des fibres.	
Figure II.15 : Fibre découpé entre 15 et 20 mm	35
Figure II.16: (a) Moule employé, (b) matériaux utilisés et (c) Arasage du mortier	37
Figure II.17: l'essai d'étalement.	38
Figure II.18: les éprouvettes prismatiques.	39
Figure II.19: Poutre flexion 3 points.	40
Figure II. 20 : La presse électromécanique de l'essai de flexion.	
Figure II. 21: Dispositif de l'essai de la compression.	
Figure II. 22 : La presse électromécanique de l'essai de compression.	
Figure II. 23: l'acide utilisé	
Figure III.1: contrainte en compression a 28 jours	46
Figure III.2 : Mode de rupture en compression des spécimens ; (a) EPFNT-1,0, (b	
EPFT-2,0, (c): EPC	
Figure III.3 : Courbes contrainte-déformation des spécimens avec fibres non trait	
EPFNT vs le spécimen témoin EPC	48

Figure III.4 : Courbes contrainte-déformation des spécimens avec fibres traitées EPFT vs spécimen témoin EPC.	48
Figure III.5: Mode de rupture par flexion des spécimens; (a): EPFT-2,0, (b): EP	C.
Figure III.6 : Diagrammes de la résistance à la compression avant et après attaque acide.	S
Figure III.7 : Comparaison entre perte de mass et résistance à la compression des spécimens EPC et EPFNT.	52
Figure III.8 : Comparaison entre perte de mass et résistance à la compression des spécimens EPC et EPFT	53
Figure III.9 : Mode de rupture des éprouvettes EPFNT et EPFT après immersion dans l'acide.	54
Liste des tableaux	
Tableau I.1 : La résistance à la flexion après 28 jours [25]	16
Tableau I.2: La résistance à la compression après 28 jours.	17
Tableau I.3: la résistance à la compression après 28 jours [26].	17
Tableau I.4: la résistance à la flexion après 28 jours [26].	18
Tableau II.1: Tailles de particules de métakaolin (D10, D50, D90)	23
Tableau II.2: la masse volumique apparente.	25
Tableau II.3: la masse volumique absolue.	26
Tableau II.4 : l'analyse granulométrique du sable.	28
Tableau II.5 : les masses molaires et les nombres de moles	
Tableau II.6: les rapports molaires	
Tableau II.7 : Les propriétés physico-mécaniques de WFW.	
Tableau II.8 : Les différentes formulations pour une éprouvette	36
Tableau III.1: ratio des pertes de résistance à 14 et 28 jours.	51

SOMMAIRE

Introduction générale	1
Chapitre I : Généralité sur les géopolymères	3
I.1. Introduction	3
I.2. Historique	3
I .3. La structure chimique	4
I .4. Les types des géopolymères	6
I .4.1. Géopolymères à base de cendres volantes	6
I .4.2. Géopolymères à base de laitier	7
I .4.3. Géopolymères à base de roches	7
I .4.5. Géopolymère à base de kaolinite	8
I .5. Fabrication de géopolymères	9
I .6. Propriétés des géopolymères	10
I.7. Domaines d'application du géopolymère	11
I .9. La matrice	12
I .10. Les renforts	12
I .11. Les types des fibres	13
I .11.1. Les fibres végétales	14
I.11.2. Classification des fibres végétales	14
I .11.3. Avantages et inconvénients des fibres végétales	15
I.12. Les composites géopolymères renforcés des fibres naturelles : Etat de l'art	16
I .13. Propriétés Mécaniques des géopolymères renforcés avec les fibres naturelles	16
I .14. Conclusion	19
Chapitre II : Caractérisation des matériaux utilisés et méthodes expérimentales	20
II.1. Introduction	20
II .2. Matières premières utilisée	20
II.2.1. Métakaolin (MK)	20
II.2.1.1. Définition :	20
II.2.1.2. Processus de transformation du kaolin en métakaolin	20
II.2.1.3. L'analyse granulométrique	21
II .2.2. Sable utilisé dans le mortier géopolymère	23
II.2.2.1. Essai d'équivalent de sable	24
II.2.2.2. La masse volumique absolue et apparente	25

II.2.2.3. L'analyse granulométrique :NA2607	27
II .2.3. Solution d'activation	29
II.2.3.1. Solution d'hydroxyde de sodium (NaOH)	29
II.2.3.2. Solution Silicate de sodium (Na ₂ Si _{O3})	30
II.2.3.3. Préparation de la solution activatrice	30
II .2.4. Détermination des masses et des rapports molaires de la matric	
II.2.4.1. Calcul des masses molaires	30
II.2.4.2. Calcul des rapports molaires	31
II.2.5. Les fibres de palmier washingtonia	32
II .2.6. Les géopolymères renforcés avec les fibres de palmier Washingt	tonia : 33
II.2.6.1. Traitement es fibres	34
II.2.4.3. Découpage des fibres	35
II .4. Préparations des mortiers géopolymères	35
II .4.1. Formulation de mortier	35
II .4.2. Confection des éprouvettes	36
II.5. Caractérisation du mortier à l'état frais	37
II.5.1. Essai d'étalement	37
I. 6. Caractérisation du mortier à l'état durci	39
II.6.1. Mesure des résistances mécaniques	39
II.6.2.1. Essai de flexion 3 points	39
II.6.2.2. Essai de de compression	41
II.6.2.3. Essai d'attaque à l'acide chloridrique	42
I.7. Conclusion	43
Chapitre III : Comportement mécanique et durabilité des mortiers géoporenforcés par fibres naturelles	
III.1. Introduction	
III.2. Comportement mécanique des mortiers géopolymères renforcés pa MGRFN)	r fibre naturelle
III.2.1. Résistance à la compression du MGRFN	45
III.2.1.1. Spécimens avec fibres non traitée	45
III.2.1.2. Spécimens avec fibres traitée :	46
III.2.1.3. Discussion	46
III.2.2. Résistance à la flexion du MGRFN	47
III.2.2.1.Spécimens avec fibres non traitées	47
III.2.2.2. Spécimens avec fibres traitées	48

III.2.2.3. Discussion	49
III.3. Durabilité du mortier géopolymère renforcé par fibres naturelle	49
III.3.1. Résistance à la compression des MGRFN	49
III.3.2. Perte de masse vs résistance à la compression des MGRFN	51
III.4. Conclusion	54
Conclusion Générale	56

Introduction générale

Le développement de matériaux écologiques a connu un progrès notable dans le domaine de construction, visant principalement à la valorisation et l'incorporation des déchets et matériaux terreux dans les matériaux de constructions, parmi ces matériaux, les géopolymères, qui présente non seulement une amélioration des propriétés des bétons ordinaire mais une alternative potentielle pour les bétons à base de ciment portland. Développés dans les années 1970 par Joseph Davidovits, les géopolymères sont principalement élaborés à partir de liant inorganique comme le métakaolin, les cendres volantes, le laitier de haut fourneaux ou d'autres matériaux aluminosilicatés, ces liants inorganiques représentent une importance capitale par rapport aux liants traditionnels à base de ciment portland, grâce à leur faible empreinte carbone, leur haute résistance mécanique et leur excellente durabilité, de plus ils se distingue dans la démarche globale de réduction de l'impact environnemental du secteur du bâtiment. Les géopolymères résultent de la polycondensation d'espèces aluminosilicatées activées en milieu fortement basique. Leur structure tridimensionnelle, constituée de tétraèdres Al₂O₄ et SiO₄ reliés par des atomes d'oxygène, leur confère des propriétés mécaniques remarquables et une stabilité chimique durable. De plus, la possibilité de valoriser des sous-produits industriels ou des ressources minérales locales dans leur fabrication représente une alternative supplémentaire pour leur intégration dans une économie circulaire.

Malgré leurs nombreux atouts, les géopolymères présentent un comportement similaire au matériaux cimentaires conventionnels, bien que la résistance à la compression et élevé par rapport aux bétons ordinaire, ces matériaux ont une faible résistance à la traction ainsi qu'une tendance élevée à la fissuration. Pour pallier cette faiblesse, l'incorporation de fibres de renforcement s'avère être une solution technique pertinente et économiquement viable.

Dans ce contexte, l'usage de fibres végétales naturelles se situe parfaitement dans les principes du développement durable. Ces fibres sont légères, présentent de bonnes propriétés mécaniques, et constituent une alternative aux fibres synthétiques souvent plus coûteuses et polluantes. En particulier, les fibres extraites du palmier Washingtonia filifera se distinguent par leur résistance à la traction et leur module d'élasticité élevé, en offrant un renfort prometteur pour les composites géopolymères.

Introduction générale

La région de Guelma à l'est d'Algérie, dispose de ressources naturelles riche en gisements d'argiles kaoliniques, nécessaire pour la production de métakaolin, ainsi qu'un climat adéquat pour la croissance de palmiers Washingtonia. Cela permet d'exploiter les ressources locales en réduisant les coûts de production, la dépendance aux matériaux importés, et l'intégration de matériaux biosourcés, en vigueur d'obtenir un matériau composite capable à répondre au besoin structuraux et écologique à la fois. Le présent travail vise à étudier le comportement mécanique et la durabilité de mortiers géopolymères à base de métakaolin, renforcés par des fibres de palmier Washingtonia. L'objectif principal est d'évaluer l'influence de l'incorporation de ces fibres, sur la résistance mécanique et la durabilité vis-à-vis aux attaques sulfatiques.

Au-delà de l'intérêt scientifique, cette recherche contribue vers la transition aux matériaux de construction plus écologiques, performants et adaptés aux réalités économiques et environnementales. Les résultats obtenus contribueront à enrichir les connaissances sur les composites géopolymères à fibres végétales, et pourraient ouvrir la voie à de nouvelles applications dans le secteur du bâtiment durable, notamment dans les régions disposant de ressources similaires.

Ce mémoire est structuré comme suit :

- ➤ Le Chapitre I présente un état de l'art sur les géopolymères, leurs propriétés, domaines application, et les dernières avances sur le renforcement de ces matériaux par fibres naturelles.
- Le Chapitre II décrit les matériaux utilisés, les méthodes de préparation, ainsi que les protocoles expérimentaux et les techniques de caractérisation.
- ➤ Le Chapitre III est consacré à l'analyse et à la discussion des résultats expérimentaux relatifs aux propriétés mécaniques et durabilité de nouveau mortiers géopolymères renforcé par fibres naturelles (MGRFN).

Chapitre I : Généralité sur les géopolymères

I.1. Introduction

Le géopolymère est un nouveau matériau cimentaire respectueux de l'environnement, et le développement du géopolymère peut réduire les émissions de dioxyde de carbone causées par le développement de l'industrie du ciment. Non seulement les géopolymères possèdent des propriétés mécaniques remarquables, mais ils bénéficient également d'une gamme de caractéristiques exceptionnelles comme la résistance au feu et à la corrosion. L'essentiel des déchets solides industriels et des cendres résiduelles.

L'empilement à volonté des déchets destinés à l'incinération consomme non seulement des ressources foncières, mais produit aussi un impact défavorable sur l'environnement. Leur réutilisation peut servir de matière première pour la fabrication de géopolymères. Les matériaux géopolymères sont capables d'absorber efficacement les substances lourdes [1].

I.2. Historique

Le terme « géopolymère » a été inventé dans les années 1970 par le scientifique français Joseph Davidovits, en réponse à une série d'incendies survenus en Europe. Ce nouveau matériau inorganique visait à remplacer les polymères organiques thermodurcissables par une alternative ignifuge.

Les premières recherches ont débuté en 1979, avec l'établissement d'une analogie entre les géopolymères et les polymères organiques, d'où leur nom. Ces matériaux se distinguent par leur résistance au feu, à la chaleur, aux acides et à la compression. Leur synthèse repose sur une réaction hydrothermale entre des aluminosilicates et une solution alcaline concentrée en silicates, appelée solution activante alcaline, composée de cations alcalins et d'anions silicate.

Le but de ces travaux pionnier était de trouver un nouveau matériau de construction susceptible de devenir une réelle alternative au ciment Portland. La composition chimique des géopolymères diffère notablement de celle des ciments. Les caractéristiques mécaniques des ciments sont attribuées à une phase minérale particulière, le C-S-H (Silicate de Calcium Hydraté). Le ciment est considéré comme un liant hydraulique en raison de sa capacité à se solidifier lorsqu'il est mélangé à l'eau. Cela résulte d'une réaction d'hydratation de l'oxyde de calcium et du silicate, qui

produit des C-S-H. La réaction de géopolymérisation se rapproche davantage du processus de formation des zéolithes et des gels aluminosilicates. Du fait de leur résistance mécanique, les géopolymères sont désignés comme des liants alcalins.

Les géopolymères présentent l'atout d'être élaborés à partir d'une vaste sélection de minéraux d'aluminosilicate autre que le kaolin et le métakaolin tels que les cendres volantes, les scories de hauts fourneaux ou divers autres minéraux naturels

L'utilisation de divers matériaux sources et des conditions de réaction lors des synthèses de géopolymères a conduit à une expansion de la définition de la géopolymérisation proposée par Davidovits. La géopolymérisation désigne l'ensemble des réactions qui transforment un matériau à base d'aluminosilicate ou de silicate en gel d'aluminosilicate, en présence ou non de silicate soluble et sous diverses conditions expérimentales, lorsqu'il est mélangé avec une solution alcaline.

A partir de cette nouvelle définition, une multitude de liants peuvent être catégorisés comme géopolymères tels que les ciments activés par alcali ou les verres d'aluminosilicate produits à basse température. Toutefois, selon cette définition étendue, le terme géopolymère englobe des matériaux à phases multiples comprenant une phase cristalline, ou des particules non résolues d'aluminosilicate et une phase de gel géopolymère [2].

I.3. La structure chimique

Les géopolymères sont le produit d'une réaction chimique entre les matériaux aluminosilicates et les solutions alcalines concentrées, également connues sous le nom de solutions activatrice.

On désigne les géopolymères par le nom chimique poly (sialate). Le terme Sialate est une contraction de Silicon oxo-aluminate, et le réseau sialate se compose de tétraèdres SiO₄ et AlO₄ qui sont liés de manière alternative. Par l'union de tous les atomes d'oxygène [3]. La figure I.1 montre les différentes structures géopolymérique en fonction du rapport molaire Si/Al.

La formule empirique des poly silicates est la suivante :

$$M^{n}$$
 ((SiO₂)z, AlO2)n, wH₂O

Avec:

M : est un cation tel que le potassium ou le sodium

n : est un degré de polymérisation

z : est le rapport molaire Si/Al peut être 1, 2 ou 3.

w : la quantité d'eau dans le matériau.

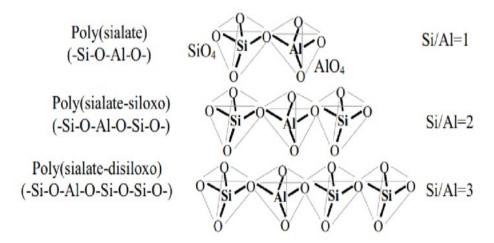


Figure I.1 : Classe des différents géopolymères en fonction du rapport molaire Si/Al.

L'appellation des géopolymères est fonction du rapport molaire, et la valeur de ce rapport influence non seulement les caractéristiques physico-chimiques, mais également la constitution même du géopolymère [4]. Figure I.2 montre la structure proposée pour le géopolymère K-Poly (sialate-siloxo).

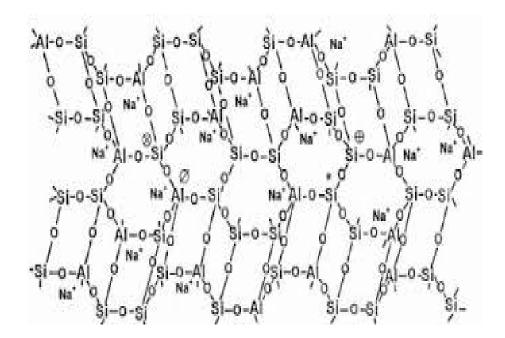


Figure I.2 : Structure proposée pour le géopolymère K-Poly (sialate-siloxo).

I .4. Les types des géopolymères

On peut diviser les géopolymères en deux catégories principales :

Les géopolymères inorganiques purs et les géopolymères incorporant des substances organiques équivalents synthétiques de macromolécules naturelles.

Les polymères peuvent être des substances organiques, c'est-à-dire composées de carbone, ou des polymères inorganiques, comme ceux basés sur le silicium. Les polymères organiques englobent les catégories de polymères naturels (comme le caoutchouc et la cellulose) et de polymères organiques artificiels (tels que les fibres textiles, les plastiques, les élastomères... Les géopolymères sont essentiellement constitués de minéraux rocheux d'origine géologique, qui servent de matières premières pour la synthèse des polymères siliciques.[5]

I .4.1. Géopolymères à base de cendres volantes

La Figure I.3 montre un type de géopolymère élaboré à partir de cendres volantes, un résidu généré par les centrales électriques fonctionnant au charbon. Les cendres volantes, riches en alumine et en silice, constituent un matériau parfait pour la production de géopolymères. Ces cendres sont produites par la collecte électrostatique ou mécanique de particules fines présentes dans les gaz de combustion des chaudières.[6]



Figure I.3: Les cendres volantes.

I .4.2. Géopolymères à base de laitier

Les géopolymères dérivés du laitier sont produits à partir de ce dernier, qui est un résidu issu de la fabrication du fer et de l'acier comme le montre la Figure I.4. Le laitier est abondant en calcium et en alumine, ce qui le rend parfait pour la production de géopolymères. Et son application dans la production de géopolymères fournit une solution durable au lieu de l'enfouissement ou de l'enlèvement par camion.[7]



Figure I.4: laitier de haut fourneau

I .4.3. Géopolymères à base de roches

Les géopolymères issus de roches sont produits à partir de roches naturelles ayant une forte teneur en alumine et en silice, comme le kaolin, la bauxite (voir Figure I.5) et le basalte.[8]



Figure I.5 : les roches de la bauxite.

I.4.4. Géopolymères à base de métakaolin

Les géopolymères à base de métakaolin représentent une catégorie novatrice de matériau de construction, essentiellement composée de silicate et d'aluminate minéraux. Le métakaolin est une variante du kaolin, une catégorie d'argile, qui a été soumise à un processus de calcination à forte température pour acquérir cette forme active et fortement réactive [9], La Figure I.6 représente la poudre du métakaolin après calcination à haute température.



Figure I.6 : Poudre de métakaolin après calcination à haute température.

I .4.5. Géopolymère à base de kaolinite

Les géopolymères à base de kaolinite sont une catégorie spécifique de géopolymères où le principal précurseur aluminosilicaté est le kaolinite un matériau abondant dans la nature (voir Figure I.7), ce minéral argileux est principalement composé de silicate d'aluminium (Al₂Si₂O₅(OH)₄), souvent utilisé dans la fabrication de céramiques, de porcelaines et de papiers. Lorsqu'il est activé par des solutions alcalines, comme la soude (NaOH) ou la potasse (KOH), il peut former des géopolymères avec des caractéristiques intéressantes [10].



Figure I.7: Poudre de kaolinite.

I .5. Fabrication de géopolymères

Les liants géopolymères sont des matériaux de construction alternatifs aux ciments traditionnels, fabriqués à partir de matières premières riches en silice et en alumine. Leur processus de fabrication implique une réaction chimique de polycondensation qui transforme les minéraux dans une solution alcaline en un solide rigide.[11]

Voici les étapes générales de fabrication des liants géopolymères :

Préparation des matériaux : Les matériaux de départ sont minutieusement broyés pour maximiser leur surface spécifique et leur potentiel réactif. Cela favorise la réaction chimique avec la solution activante.

Elaboration de la solution active : La préparation de la solution alcaline se fait en dissolvant des sels alcalins tels que le NaOH ou le KOH dans de l'eau, ou bien en employant du silicate de sodium.

Formule : La réaction de géopolymérisation est initiée en mélangeant la solution activant avec les précurseurs. Cette réaction génère un maillage tridimensionnel de silicate et d'aluminate, formant ainsi une structure robuste et pérenne.

Moulage et solidification : Le mélange est versé dans des moules (blocs, pavés, plaques, etc.) et se solidifie à température ambiante ou sous une chaleur modérée ce qui réduit la consommation d'énergie.

I .6. Propriétés des géopolymères

Les géopolymères possèdent des caractéristiques exceptionnelles qui les différencient des liants classiques tels que le ciment Portland. Leurs propriétés sont le résultat de leur composition chimique spécifique, obtenue par le biais d'une réaction de géopolymérisation entre des matériaux à haute teneur en silice et en alumine et une solution alcaline.

Voici les caractéristiques clés des géopolymères :

 Haute résistance mécanique: Les géopolymères ont la capacité d'afficher une résistance mécanique importante, comparable ou supérieur à celle de matériaux traditionnels comme le ciment Portland. On peut ajuster cette résistance mécanique en changeant la formulation des géopolymères et les conditions de durcissement.

• Durabilité accrue :

Résistance aux attaques chimiques: Les géopolymères sont très résistants aux environnements acides, aux sulfates et aux chlorures, ce qui les rend idéaux pour les environnements agressifs comme les usines chimiques ou les structures marines.

Faible perméabilité : Leur structure microporeuse réduit la pénétration d'eau et d'agents corrosifs, prolongeant la durée de vie des structures.

- Durcissement rapide : Les géopolymères présentent un durcissement rapide, même à température ambiante, ce qui favorise une installation plus prompte des structures.
- Faible retrait : Contrairement au ciment Portland, les géopolymères subissent un retrait limité lors du durcissement, réduisant les risques de fissuration.
- Adhérence et compatibilité: Ils adhèrent bien à divers substrats, y compris les matériaux traditionnels comme le béton, ce qui les rend utiles pour les travaux de réparation et de renforcement.

Ces caractéristiques rendent les géopolymères des matières polyvalentes et efficaces, convenant à diverses applications. Leur élaboration favorise une démarche plus écoresponsable et novatrice dans le secteur des matériaux de construction.

I.7. Domaines d'application du géopolymère

Le géopolymère est utilisé non seulement en génie civil et en architecture, mais également en médecine et en métallurgie, ainsi qu'à la gestion des déchets nucléaires et radioactifs.[12]

Les géopolymères sont largement utilisés grâce à leurs caractéristiques physiques, chimiques et mécaniques. Ils peuvent servir d'alternative au ciment dans la construction de bâtiments, les rénovations, les ouvrages d'art, l'automobile, l'aérospatial....

Entre 1986 et 1994, la compagnie russe Tsentrmetallurgremont a utilisé avec succès du béton géopolymère à base de laitier de haut fourneau pour l'érection de plusieurs édifices. Quelques-uns de ces édifices comportent près de 20 niveaux et possèdent des configurations plutôt complexes. À l'inverse des fondations, des escaliers et des éléments porteurs qui ont été préfabriqués.[13]

En 2013, l'Université du Queensland en Australie a inauguré le centre de recherche et d'innovation GCI (The Global Change Institute), construit avec un béton géopolymère à base de laitier et de cendres volantes comme montré dans la Figure I.8. Les dalles du bâtiment ont été réalisées à l'aide de 33 planchers préfabriqués.[14]



Figure I.8 : Réalisation d'un institut à l'université du Queensland Australie (2013).

I .8. Généralités sur les composites

Un matériau composite est la conjonction de plusieurs matériaux élémentaires non miscibles de natures différentes, se complétant. Pour obtenir un nouveau matériau ayant des propriétés supérieures à celui des composants pris séparément.

Un matériau composite est constitué principalement d'une matrice, des additions, des renforts et des interfaces comme le montre la Figure I.9, les propriétés de ce matériau dépendant directement à la nature et la proportion de ses différents constituants [15]

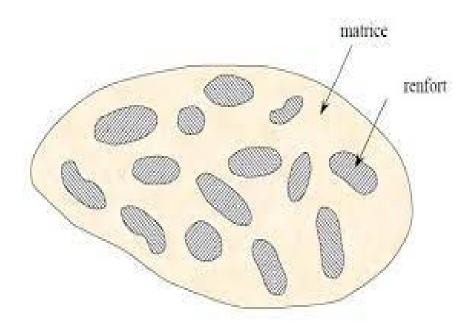


Figure I.9: Matériau composite.

I .9. La matrice

Dans le domaine des composites géopolymères, la matrice désigne la phase continue du matériau où sont intégrés les éléments de renforcement. Pour ce qui est des composites géopolymères, la matrice se compose principalement de géopolymères, qui sont des polymères inorganiques basés sur les aluminosilicates. Cette matrice occupe une position essentielle dans les caractéristiques globales du composite [16]

I .10. Les renforts

Les renforts sont des composants intégrés dans une matrice géopolymère afin d'améliorer ses caractéristiques mécaniques, physiques ou fonctionnelles. Ils ont une importance cruciale dans les composites, en contrebalançant les défauts de la matrice (fragilité, résistance limitée à la traction, etc.) et en apportant des propriétés distinctives.

Les renforts peuvent se présenter sous diverses formes, comme des fibres ou des particules, et peuvent être élaborés à partir de fibres naturelles ou artificielles.[17]

Les fibres de renfort confèrent aux composites leurs caractéristiques mécaniques comme la rigidité, la résistance à la rupture et la dureté. Elles peuvent améliorer aussi certaines de leurs propriétés physiques telles que le comportement thermique, la résistance à l'abrasion. Les qualités recherchées des fibres sont leurs caractéristiques mécaniques élevées, leur masse volumique faible, la facilité de leur mise en œuvre et leur faible coût.

Les fibres sont classées selon leur origine (naturelle ou artificielle), leur forme (droite, ondulée, aiguille,), leur dimension (macro ou microfibres) et leurs propriétés mécaniques [18]

I .11. Les types des fibres

Fibres naturelles : Les fibres naturelles, telles que le lin, le chanvre ou la paille, sont souvent utilisées comme renforts dans les composites géopolymères en raison de leur faible coût, de leur légèreté et de leur biodégradabilité [19].

Fibres artificielles : Les fibres artificielles, comme les fibres de verre, de carbone ou d'aramide, sont aussi appliquées comme matériaux dans les composites géopolymères en raison de leur grande résistance mécanique et de leur légèreté [20].

Dans les composites géopolymères, les fibres naturelles sont souvent employées comme renforts. Ils sont classifiés en trois grands groupes selon leur origine [21] :

- Les fibres végétales.
- Les fibres animales.
- Les fibres minérales.

La Figure I.10 illustre une représentation schématique des différentes classes et sous classe de fibres naturelles.

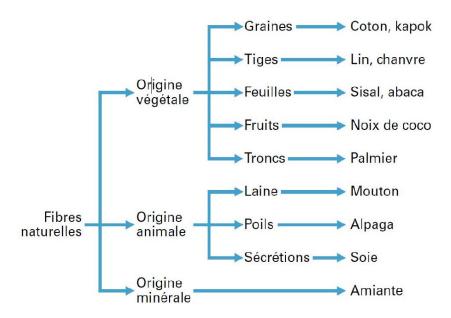


Figure I.10 : Classification des fibres naturelles.

I .11.1. Les fibres végétales

Les fibres végétales sont obtenues à partir de différentes parties des plantes et sont principalement composées de cellulose, d'hémicellulose et de lignine, sont un excellent matériau polymère naturel qui présente des avantages tels que des réserves abondantes, une biodégradabilité et une capacité à être traitées à plusieurs reprises De plus, les fibres végétales se caractérisent par leur résistance élevée et leur faible dureté.

En ajoutant des fibres végétales au lin géopolymères il est possible d'améliorer sa fragilité et d'augmenter sa ténacité. Par conséquent, les fibres végétales ont de nombreuses applications potentielles dans les géopolymères renforcés de fibres végétales [22].

I.11.2. Classification des fibres végétales

Les fibres végétales sont classées selon leur origine comme le montre la représentation schématique de la Figure I.11, ces fibres sont issues de différentes parties de la plante [23].

- Feuilles : par exemple sisal, abace, paille de graminée.
- > Graines : par exemple coton et kapok.
- Tiges: comme kenaf, mais, lin, bambou, chanvre.
- Fruits : comme la noix de coco.

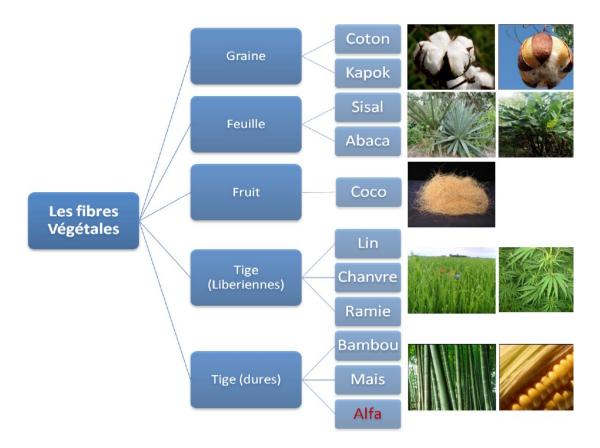


Figure I.11 : Classification des fibres végétales selon l'origine.

I .11.3. Avantages et inconvénients des fibres végétales

Ces fibres offrent des nombreux avantages en tant que renfort pour les matériaux composites. Cependant, certains inconvénients pourraient freiner leur développement industriel :

Les avantages [24]:

- > Disponible et renouvelable.
- Capacité à se biodégrader.
- ➤ Neutre en termes d'émission de CO2.
- Caractéristiques mécaniques spécifiques importante (résistance et rigidité)
- Légèreté réduction du poids des composites géopolymères et les rendent plus accessibles
- Excellente isolation thermique et phonique.

Les inconvénients [24] :

- Les géopolymères peuvent être sensibles à l'hydratation, ce qui peut diminuer leur résistance et leur durabilité lorsqu'ils sont utilisés dans des composites.
- Mauvaise résistance à la chaleur.
- Nécessitent souvent un traitement préalable pour améliorer leur adhérence à la matrice et renforcer leur durabilité dans les composites géopolymères.

I.12. Les composites géopolymères renforcés des fibres naturelles : Etat de l'art

Les géopolymères renforcés par des fibres naturelles sont des matériaux composites qui associent une matrice géopolymère à des fibres naturelles (comme le palmier, le jute, le sisal, le chanvre, la fibre de coco, etc.). Ces matériaux offrent des propriétés mécaniques remarquables (la résistance à la compression, la résistance à la flexion) en grande partie grâce à la synergie entre la matrice géopolymère et les fibres naturelles. Le sujet proposé s'intéresse à l'élaboration d'un géopolymère à base de métakaolin renforcé par des fibres naturelles de type palmier washingtonia. Dans ce contexte cette partie sera consacrée à la synthèse des travaux réalisés dans ce domaine.

I.13. Propriétés Mécaniques des géopolymères renforcés avec les fibres naturelles

L'étude de K. Korniejenko & Al (2016) explore les propriétés mécaniques de composites géopolymères à base de cendres volantes renforcés par des fibres naturelles (coton, sisal, raphia, noix de coco). L'objectif est d'évaluer l'impact de ces fibres sur les performances mécaniques, en comparaison avec des fibres synthétiques comme le carbone ou le verre. En prend des fibres courtes (1 % en masse) sont intégrées à une matrice géopolymère activée par une solution alcaline (NaOH et silicate de sodium) [25].

Le Tableau I.1 représente la résistance à la flexion à 28 jours, Pour les résultats on a constaté que concernant la flexion, les résultats montrent que la résistance est similaire pour la matrice non renforcée et les composites à base de coton, sisal et coir, cependant pour ceux renforcés avec le raphia, la résistance est réduite de (-45%).

Tableau I.1: La résistance à la flexion après 28 jours [25].

Échantillon	MPa	L'écart-type des valeurs	
		enregistrées des résistances	
Geopolymer (matrice seule)	5,55	0,72	
Géopolymère avec fibres de coco (1%)	5,25	0,57	
Géopolymère avec fibres de coton (1%)	5,85	0,78	
Géopolymère avec fibres de raphia (1%)	3,05	0,35	
Géopolymère avec fibres de sisal (1%)	5,90	0,14	

Alors qu'on constate une amélioration de la résistance à la compression avec le coton (+14,7 %), le sisal (+1,5 %) et le coir (+26,5 %), lee raphia diminue la résistance (-45 %), en raison d'une adhérence médiocre, comme le montre le Tableau I.2.

Tableau I.2 : La résistance à la compression après 28 jours.

Échantillon	MPa	L'écart-type des valeurs	
		enregistrées des résistances	
Géopolymère (matrice seule)	24,78	1,89	
Géopolymère avec fibres de coco (1%)	31,36	10,10	
Géopolymère avec fibres de coton (1%)	28,42	5,30	
Géopolymère avec fibres de raphia (1%)	13,66	1,71	
Géopolymère avec fibres de sisal (1%)	25,16	3,43	

K Korniejenko & al (2018) ont voulu analyser l'influence de l'ajout de différents types de fibres de lin et de chanvre sur les propriétés mécaniques des composites géopolymères [26].

Avec l'ajout des fibres (1% en masse de composite) à un géopolymère à base de cendres volantes, les fibres de chanvre ont donné une meilleure résistance en compression et en flexion comme l'indique les Tableaux I.3 et I.4 respectivement soit respectivement.

Tableau I.3: la résistance à la compression après 28 jours [26].

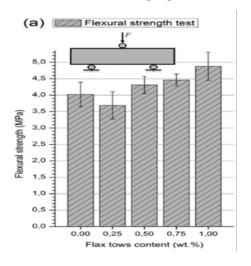
Échantillon	MPa	L'écart-type
Géopolymère sans fibres	42,70	3,38
Géopolymère avec fibres de lin peignées après		
rouissage (1%)	31,92	1,80
Géopolymère avec grains de lin (1%)	30,72	3,36
Géopolymère avec fibres de lin brutes (1%)	33,46	3,12
Géopolymère avec anas de chanvre (1%)	35,90	2,00
Géopolymère avec fibres de chanvre décortiquées		
(1%)	42,65	4,17
Géopolymère avec microfibres de chanvre (1%)	35,20	7,03

Tableau I.4: la résistance à la flexion après 28 jours [26].

Échantillon	MPa	L'écart-type
Géopolymère sans fibres	5,22	0,25
Géopolymère avec fibres de lin peignées après		
rouissage (1%)	4,67	0,06
Géopolymère avec grains de lin (1%)	5,83	0,80
Géopolymère avec fibres de lin brutes (1%)	5,12	0,37
Géopolymère avec grains de chanvre (1%)	5,28	0,27
Géopolymère avec fibres de chanvre décortiquées		
(1%)	6,09	0,13
Géopolymère avec microfibres de chanvre (1%)	6,01	0,63

Georgy Lazorenkoa, & al (2020) ont travaillé sur de nouveaux composites géopolymères à base de cendres volantes qui ont été renforcés aléatoirement avec 0,25 à 1,0 % en poids de fibres de lin coupées. Il a été établi que si la quantité de fibres dans le géopolymère augmentait, la résistance à la flexion a également augmenté jusqu'à ~22% : de 4,0 MPa (géopolymères non renforcé) à 4,9 MPa avec l'ajout de 1,0 % de fibres de lin coupées. Contrairement aux matrices géopolymères fragiles.

En revanche, les résistances en compression et en traction par fendage illustrés dans les diagrammes de la Figure I.12 marque une diminution de résistance, probablement en raison d'une adhésion interfaciale faible, due à la présence de cavités et à l'orientation aléatoire des fibres [27].



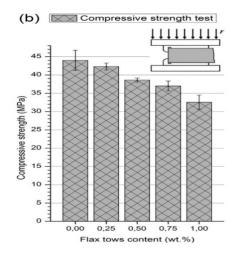


Figure I.12 : Effet de la teneur en filaments de lin sur la résistance à la flexion et la compression.

A Workiy & al. (2023) ont évalué la résistance à la flexion et la porosité de composites géopolymères renforcés par des fibres de cellulose de tige de maïs traitées à la soude (NaOH). Les composites sont fabriqués à partir de kaolin calciné et de fibres de maïs (1,5 % en poids), activés par une solution alcaline. L'ajout de 1,5% de fibres augmente la résistance à la flexion de 13,3MPa (géopolymère pur) a 31,8 MPa.

Cette amélioration est attribuée au contrôle des fissures et au transfert de contrainte vers les fibres [28].

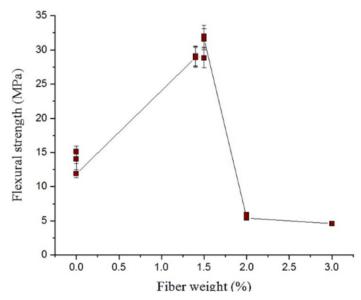


Figure I.13: Résistance à la flexion en fonction du poids des fibres (%)

I.14. Conclusion

En conclusion, les géopolymères et les composites géopolymères représentent une classe avancée de matériaux dont l'importance ne cesse de croître dans divers domaines tels que la construction et l'ingénierie des matériaux, grâce à leurs excellentes propriétés mécaniques, leur durabilité, leur résistance chimique et leur faible impact environnemental comparés aux matériaux traditionnels comme le ciment Portland. L'intégration de fibres naturelles, notamment lorsqu'elles sont préalablement traitées, constitue une avancée prometteuse pour améliorer les performances mécaniques, en particulier la résistance à la compression et à la flexion, tout en renforçant l'adhérence entre la matrice et les fibres. Ces évolutions ouvrent des perspectives importantes pour le développement de matériaux de construction plus durables et respectueux de l'environnement, soulignant la nécessité de poursuivre les recherches pour optimiser leurs propriétés et élargir leur utilisation dans l'industrie.

Chapitre II : Caractérisation des matériaux utilisés et méthodes expérimentales.

II.1. Introduction

Dans le cadre de l'élaboration de matériaux géopolymères performants et écologiquement viables, le choix des matières premières joue un rôle déterminant dans les propriétés finales du matériau. Ce chapitre est consacré à la présentation et à la caractérisation des différentes matières premières utilisées dans ce travail, à savoir le métakaolin issu du kaolin naturel, le sable, les solutions alcalines d'activation ainsi que les fibres naturelles de palmier Washingtonia. Chacun de ces composants a été soigneusement sélectionné et analysé afin d'assurer une formulation équilibrée, permettant une bonne réactivité, une mise en œuvre adéquate et une performance mécanique et durabilité optimisée. Une attention particulière est portée à la granulométrie, la pureté et les propriétés physico-chimiques des matériaux, qui influencent directement les mécanismes d'activation et de polymérisation de la matrice géopolymère.

II.2. Matières premières utilisée

II.2.1. Métakaolin (MK)

II.2.1.1. Définition : Le métakaolin est une matière argileuse produite de kaolin après broyage et transformation sous l'effet de la température, le kaolin utilisé dans ce travail provient du gisement de Djebel Debbagh, situé à 35 km au sud-est de Guelma. Ce kaolin est de troisième catégorie DD3, de couleur grise, contenant des teneurs plus élevées en impuretés, notamment en oxyde de manganèse [29].

II.2.1.2. Processus de transformation du kaolin en métakaolin

 Calcination : Le Kaolin broyé est introduit dans un four à moufle comme montré dans la Figure II.1, à une température de 750°C avec une élévation de 10°C dans chaque minute, la durée de la cuve est limitée de 5 à 6 heures.



Figure II.1 : Four du laboratoire à moufle de la marque Nabertherm.

 Tamisage: Le métakaolin obtenu après transformation thermique comme montré dans la Figure II.2, est tamisé avec un tamis de 25 µm afin d'avoir un échantillon ayant une finesse élevée, et garantir polymérisation totale lors du gâchage.



Figure II.2 : Echantillon du métakaolin après transformation thermique à 750 °C.

II.2.1.3. L'analyse granulométrique

Description de l'analyse:

La granulométrie consiste à analyser la répartition statistique des dimensions des particules constituant un matériau, qu'il soit naturel ou fragmenté.

La caractérisation granulométrique des particules a été effectuée au laboratoire d'Analyses Industrielles et Génie des Matériaux (LAIGM) de l'université 8 Mai 1945 de Guelma à l'aide d'un granulomètre laser de type Mastersizer 2000 Malvern comme illustré dans la Figure II.3, opérant dans une plage de mesure comprise entre 0,02 µm et 2 mm. La distribution des tailles de particules est déterminée à partir de l'analyse de la diffraction du faisceau laser incident, résultant de son interaction avec la population particulaire étudiée.



Figure II.3 : Appareil d'analyse granulométrique : Mastersizer 2000 Malvern.

Analyse des résultats :

La Figure II.4 représente la courbe granulométrique du métakaolin, indiquant la distribution de la taille des particules en fonction de leur volume en (%) dans la poudre, les résultats montrent que le métakaolin a une distribution granulométrique multimodale, illustrant quatre piques reflétant la distribution granulométrique des grains en fonction du volume occupé dans la poudre, ou on remarque des agglomérations importantes des tailles des particules pour chaque pique. Les résultats obtenus après le calcul du volume cumulé, montre que 90 % des particules ont un diamètre inférieur à 34,617 μ m, tandis que 50 % des particules présentent un diamètre inférieur à 14,059 μ m, et 10 % de particules occupe un diamètre inférieur à 3,207 μ m. On trouve aussi un diamètre en volume D [4,3] = 16,928 μ m, un diamètre en surface D [3,2] =7,820 μ m et une surface spécifique de 0.767 μ 0. Le Tableau II.1 donne un récapitulatif de la granulométrie du métakaolin.

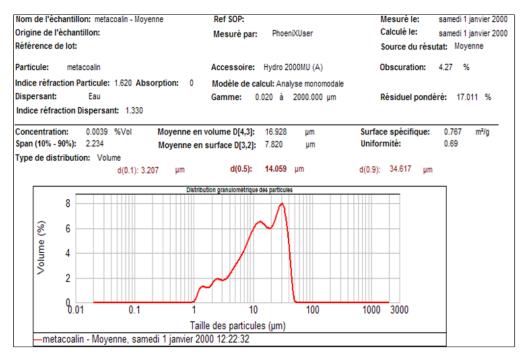


Figure II.4 : Courbe d'analyse granulométrique de métakaolin.

Discussion:

Le Tableau II.1 montre les résultats de l'analyse granulométrique de métakaolin présentant une granulométrie adéquate pour l'élaboration du mortier géopolymère, avec 90 % des particules inférieures à 34,617 µm (Tableau II.1). Cette finesse favorise une bonne réactivité, essentielle à l'activation et à la polymérisation du liant dans la matrice.

Diamètre	Métakaolin (μm)
D ₁₀	3,207
D ₅₀	14,059
D ₉₀	34,617

Tableau II.1: Tailles de particules de métakaolin (D10, D50, D90).

II.2.2. Sable utilisé dans le mortier géopolymère

Le sable de rivière est un granulat naturel siliceux, principalement composé de grains de quartz arrondis, issus de l'érosion et transportés par les cours d'eau. Il se distingue par sa bonne propreté, une granulométrie régulière et une faible teneur en impuretés fines. Grâce à ses propriétés physiques et chimiques, il est largement utilisé dans la

fabrication du béton et des mortiers, conformément aux normes de construction. (Voir Figure II.5).



Figure II.5 : Sable de rivière utilisé dans le mortier géopolymère.

II.2.2.1. Essai d'équivalent de sable

Le but de l'essai permet de voir la propreté du sable de son équivalent par : le lavage, le séchage et le tamisage [30].

Matériel nécessaire :

- Une éprouvette gradue.
- Entonnoir pour introduire le sable.
- Règle de mesure.
- Un agitateur.

Mode opératoire:

Dans une éprouvette graduée on y met du sable préparé au préalable (lavage, séchage et tamisage), puis on y ajoute la solution d'équivalent et en agitant pendant 30 secs, puis laisser reposer pendant 20 min. Les Figure II.6 et II.7 montre les outils de la manip. La lecture du floculas de haut jusqu'au fond de l'éprouvette se fait à l'aide d'une règle. Mesurer également avec la règle la hauteur h₂ comprise entre le niveau supérieur de la partie sédimentaire du fond de l'éprouvette [31].

$$ESV = (h_2/h_1) 100\%$$

Avec:

h₁: hauteur du sable plus floculat.

h₂: hauteur du sable.



CONTROLS

EQUIVALENT DE SABLE seion normo P 18 - 598
1 L

Ref : 47-T0050/7

LOT : 1440075

Figure II.6: Essai de l'équivalent de sable.

Figure II.7: Solution utilisée.

II.2.2.2. La masse volumique absolue et apparente

La masse volumique apparente d'un matériau est la masse volumique d'un mètre cube du matériau pris en tas, comprenant à la fois des vides entre particules et les particules du sol.

La masse volumique apparente du matériau :

$$\rho = \frac{(m_2 - m_1)}{v}$$

m₁: la masse du moule.

m₂: la masse de l'échantillon avec le moule.

v: le volume du moule.

La Figure II.8 montre l'essai de la masse volumique apparente et le tableau II.2 montre les valeurs expérimentales.

Tableau II.2: la masse volumique apparente.

	V(cm ³)	$m_2(g)$	$m_1(g)$	$\rho(g/cm^3)$
Essai 1	1000	2772,9	1228,2	1,544
Essai 2	1000	2775,8	1228,3	1,548
Essai 3	1000	2772,1	1228,3	1,544

$$\rho_{moy}=1{,}545~g/cm^3$$





Figure II.8: Essai de la masse volumique apparente.

La masse volumique absolue nécessite un matériau propre, dans une éprouvette graduée contenant un volume d'eau V_1 =60 cm³, dans laquelle on met 90g de sable sec (voir Figure II.9). Les valeurs expérimentales sont présentées dans le Tableau II.3.

$$\rho_s = \frac{m}{(V_2 - V_1)}$$

Tableau II.3: la masse volumique absolue.

	m(g)	V ₁ (cm)	V ₂ (cm)	$\rho_{\rm s}(g/cm^3)$
Essai 1	90	60	92	2,81
Essai 2	90	60	96	2,5
Essai 3	90	60	96	2,5

$$\rho_s=2,\!60~g/cm^3$$



II.2.2.3. L'analyse granulométrique :NA2607

L'analyse granulométrique permet de détecter et miner la grosseur et les pourcentages pondéraux respectifs des différentes familles de grains constituant l'échantillon. Elle s'applique à tous les granulats de dimension nominale inférieure ou égale à 63mm, à l'exclusion des filets [32].

Principe de l'essai de l'analyse granulométrique :

L'essai consiste à classer les différents grains constituant l'échantillon en utilisant une série des tamis, emboîtés les uns sur les autres, dont les dimensions des ouvertures sont décroissantes du haut vers le bas. Le matériau étudié est placé en partie supérieur des tamis et le classement des grains s'obtient par vibration de la colonne de tamis.

Matériel nécessaire :

- ✓ Etuve pour le séchage des granulats (voir Figure II.10).
- ✓ Une tamiseuse électrique (voir Figure II.11).
- ✓ Un jeu de tamis.
- ✓ Une balance électrique de grande précision 0,001 g.

Mode opératoire :

- ✓ Le matériau sera séché dans l'étuve à une température maximale de 105°C pendant 16h à 24h.
- ✓ Dresser la colonne des tamis (2 -1 -0,500 -0,250 -0,125 -0,063).
- ✓ Prendre un kilo gramme de sable (m=1kg).
- ✓ Verser le sable sur le tamis supérieur.
- ✓ Placer la colonne des tamis sur la tamiseuse puis fermer la colonne par le couvercle ;
- ✓ Procéder à l'agitation pendant 10min ;
- ✓ Procéder à la pesée cumulée des refus des tamis en commençant par le tamis supérieur
- ✓ Déterminer les pourcentages du tamisât pour chaque tamis en soustrayant les refus Ri de 100





Figure II.10 : Etuve utilisée.

Figure II.11 : la tamiseuse électrique

Nous obtenons les résultats suivants (voir Tableau II.4).

Tableau II.4: l'analyse granulométrique du sable.

Tamis	Refus (g)	Refus	Refus cumulé	Tamisât%	
		cumulé(g)	(%)		
2	7,2	7,2	0,72	99,28	
1	70,2	77,4	7,74	92,26	
0,500	229,9	307,3	30,73	69,27	
0,250	356,8	664,1	66,41	33,59	
0,125	263	927,1	92,71	7,29	
0,063	51,8	978,9	97,89	2,11	
Fond	20,2	999,1	99,91	0,09	

La Figure II.12 illustre la courbe de l'analyse granulométrique de sable utilisé.

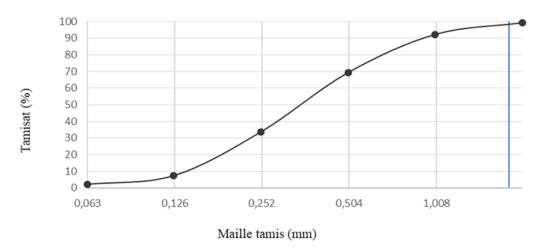


Figure II.12 : la courbe de l'analyse granulométrique de sable.

■ Module de finesse (NA 2607) :

La finesse d'un sable peut être caractérisée par son module de finesse (Mf) qui correspond à la somme des % des refus cumulés, ramenés à l'unité, sur les tamis de maille :

[2 mm;1;0,500;0,250;0,125;0,063]

$$Mf = \frac{1}{100} \sum Refus \ cumule \ en \ \% \ des \ tamis(2mm; 1; 0,500; 0,250; 0,125; 0,063)$$

Dans cet essai nous avons trouvé:

$$Mf = 2.92$$

Donc d'après ce résultat on peut dire que le sable est moyen.

II.2.3. Solution d'activation

Cette solution est préparée à base d'hydroxyde de sodium (NaOH) et de silicate de sodium (Na₂SiO₃) qui sont utilisés dans la synthèse des matériaux géopolymères dans un milieu fortement basique [33].

La solution activatrice est constituée de 90% de la solution de silicate de sodium (SS) et 10% de la solution d'hydroxyde de sodium (HS).

II.2.3.1. Solution d'hydroxyde de sodium (NaOH)

Cette solution est préparée 24h au préalable par des pastilles de soude (NaOH) et l'eau distillée [34]. La solution d'hydroxyde de sodium est composée de 77% de Na2O et 23% de H2O

II.2.3.2. Solution Silicate de sodium (Na₂Si_{O3})

Elle est appelée silicatée car elle se compose d'une solution de silicate de sodium ou de potassium (Na₂SiO₃, K₂SiO₃) bien homogénéisée pour permettre l'activation de géopolymère.

La solution silicate de sodium est composée de 30% de SiO₂,15 % de Na₂O et de 55% de H₂O.

II.2.3.3. Préparation de la solution activatrice

Dans un récipient en plastique contenant la solution de silicate de sodium (Na₂SiO₃) soit 761,4g, on ajoute la solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) 84,6g, bien mélangé manuellement jusqu'à l'homogénéisation. On laisse reposer pendant 24 h dans une température ambiante.

II.2.4. Détermination des masses et des rapports molaires de la matrice géopolymère

Les quantités des constituants utilisés dans la préparation des 3 éprouvettes de dimension (4×4×16) cm³ sont données ci-dessous ont été déterminées expérimentalement tenant compte de la fluidité du mortier sa facilité de mise en œuvre :

- ➤ La masse du métakaolin (MK) =549g
- \triangleright La masse du sable(S) =549g
- ➤ La masse de la solution activatrice = 846g

II.2.4.1. Calcul des masses molaires

Tableau II.5 : les masses molaires et les nombres de moles

Composants	SiO_2		Al_2O_3	Na ₂ O		H_2O		
chimiques	MK	SS	MK	SS	HS	SS	HS	Ajout
Masse (g)	224,05	228,4	272,41	114.21	65,14	418,17	19,46	71,4
Masse molaire (g)	60,08	60,08	101,96	61,98	61,98	18	18	18
Nombre de moles	7,53		2,67	2,91		28,31		

Le Tableau II.5 regroupe les données de base pour le calcul des rapports molaires. Il indique les masses et les masses molaires des différents oxydes présents dans les

précurseurs (métakaolin (MK), hydroxyde de sodium (HS), silicate de sodium (SS)) et l'eau ajoutée.

- SiO₂ est fourni par le métakaolin (MK) et le silicate de sodium (SS), avec un total de 7,53 moles.
- Al₂O₃ provient uniquement du métakaolin, avec 2,67 moles.
- Na₂O est présent dans le silicate et l'hydroxyde de sodium $(2 \times 61.98 \text{ g} / 61.98 \text{ g/mol} = 2.91 \text{ moles au total})$.
- H₂O provient de plusieurs sources : SS, HS et l'eau ajoutée. Le total est de 28.31 moles.

Il faut signaler que ces données sont cruciales pour établir la composition chimique de la pâte géopolymère et optimiser sa formulation selon les rapports molaires critiques.

II.2.4.2. Calcul des rapports molaires

Les rapports molaires sont des indicateurs clés de la réactivité et de la structure du liant géopolymère. Le Tableau II.6 présente l'analyse des différents rapports molaires de SiO₂/Al₂O₃ ; Na₂O/SiO₂ ; Na₂O/Al₂O₃ et H₂O/Na₂O :

Tableau II.6: les rapports molaires

Rapports	SiO ₂ /Al ₂ O ₃	Na ₂ O/SiO ₂	Na ₂ O/Al ₂ O ₃	H ₂ O/Na ₂ O
molaires				
Matrice	2,82	0,39	1,09	9,73
géopolymère				

Interprétation des résultats

a)
$$SiO_2 / Al_2O_3 = 2.82$$

- Ce rapport se situe dans la plage optimale généralement observée pour les géopolymères de type N-A-S-H (entre 2 et 3,5), favorable à la formation d'un réseau tridimensionnel stable.
- Une valeur de 2,82 indique un bon équilibre entre la silice, qui joue un rôle structurant dans le réseau géopolymère, et l'alumine, qui contribue à la stabilité chimique et à la cohésion du gel formé.

b) $Na_2O / SiO_2 = 0.39$

- Ce rapport reflète l'alcalinité relative à la quantité de silice.
- Une valeur autour de 0,3–0,4 est courante et permet un bon équilibre entre dissolution du précurseur et stabilité du gel.

c) $Na_2O / Al_2O_3 = 1,09$

- Ce ratio indique le niveau de neutralisation de la charge négative des unités [AlO₄] dans la structure.
- Un rapport proche de 1 montre que les cations Na⁺ présents sont suffisants pour compenser les charges, ce qui favorise la formation d'un gel géopolymère stable.

d) $H_2O / Na_2O = 9,73$

- Ce ratio est important pour la viscosité de la pâte et le développement de la structure.
- Une valeur élevée comme 9,73 suggère une pâte fluide, ce qui est favorable pour le moulage, mais pourrait ralentir le durcissement si la teneur en eau n'est pas contrôlée.

On peut dire que la formulation présentée semble bien équilibrée, avec des rapports molaires compatibles avec une bonne réactivité et une microstructure stable. Le rapport H₂O/Na₂O, bien qu'élevé, peut être justifié par des besoins de maniabilité.

II.2.5. Les fibres de palmier washingtonia

Les fibres de palmier Washingtonia (WFW) comme montré dans la Figure II.13 sont des fibres végétales naturelles extraites du tronc ou des feuilles séchées du palmier Washingtonia. Elles sont grossières, résistantes, et brunâtres, souvent utilisées à des fins artisanales, agricoles ou industrielles.







Figure II.13: photo d'un palmier Washingtonia.

Les fibres WFW sont connues pour leurs propriétés mécaniques remarquables, notamment une rigidité et une contrainte en traction élevée, ce qui les rend parfaits pour les travaux de renforcement des matériaux composites [35].

Le Tableau II.7 ci-dessus regroupe Les propriétés physico-mécaniques de Les fibres de palmier Washingtonia.

Tableau II.7 : Les propriétés physico-mécaniques de WFW.

Propriétés	Valeur et unité
Diamètre	409,34 ± 157 (um)
Densité	1,143±0,019 (g/cm3)
Absorption d'eau à saturation (50h)	218 ± 13,3 (%)
Contrainte de traction	$263 \pm 71 \text{ (MPa)}$
Module d'Young en traction	$5.95 \pm 2.02 \text{ (GPa)}$
Déformation par traction	19,4 ± 8,1 (%)

II.2.6. Les géopolymères renforcés avec les fibres de palmier Washingtonia :

Les géopolymères renforcés par des fibres de palmier Washingtonia représentent une avancée dans le domaine des matériaux composites durables.

Ces fibres naturelles, issues du tronc du palmier Washingtonia, sont utilisées pour améliorer les propriétés mécaniques, thermiques et environnementales des géopolymères [36].

II.2.6.1. Traitement es fibres

Le rôle des traitements chimiques est de modifier la surface des fibres : amélioration du mouillage des fibres par la matrice par modification de l'état de surface des fibres et création des liaisons chimiques avec le polymère.

L'intérêt de la création de liaisons chimiques est de former une interface durable, résistant aux environnements agressifs, en particulier l'humidité.

De nombreux traitements chimiques peuvent être appliqués aux fibres en fonction de leur type, du processus de rouissage à appliquer.[37]

Dans ce travail on a choisi le traitement alcalin montré dans la Figure II.14.

Traitement alcalin : Utilisation de solutions d'hydroxyde de sodium (NaOH) pour améliorer l'adhésion entre les fibres et la matrice, tout en augmentant la résistance mécanique et thermique.

Mode opératoire :

- Mettre les fibres dans le four sous une température de 25°C pendant 1h.
- ➤ Introduire les fibres dans la solution alcaline (NaOH) pendant 3h à une concentration de 5 %.
- Laver les fibres avec de l'eau distillée.
- ➤ Garantir un séchage de fibres à une température ambiante, avant utilisation dans la matrice.







Figure II.14: Traitement des fibres.

II.2.4.3. Découpage des fibres

Le découpage des fibres s'effectue à l'aide d'une paire de ciseaux aux longueurs variant de 15 à 20 mm (voir la Figure II.15).



Figure II.15: Fibre découpé entre 15 et 20 mm

II.4. Préparations des mortiers géopolymères

II.4.1. Formulation de mortier

Dans ce travail nous avons confectionnés 21 éprouvettes de dimension (4×4×16) cm³. Les proportions utilisées pour Les différentes formulation du mortier pour chaque éprouvette sont regroupées dans le Tableau II.8 suivant :

Tableau II.8 : Les différentes formulations pour une éprouvette

Formulation	Métakaolin	Sable	Fibres	Solution activatrice		Rapport
	(g)	(g)	(g)			Solide/liquide
				NaOH	NaSiO3	
EP témoin	183	183	0	28,2	253,8	0,64
EP 0,5%	182,1	183	0,92	28,2	253,8	0,64
fibres						
EP 1% fibres	181,1	183	1,83	28,2	253,8	0,64
EP 2% fibres	179,3	183	3,66	28,2	253,8	0,64

II .4.2. Confection des éprouvettes

Matériel nécessaire :

- Malaxeur électrique.
- Table vibrante.
- Spatule.
- Des moules de forme prismatique (4×4×16) cm3 enduite avec une couche légère d'huile.

Protocole expérimental :

Les mortiers géopolymères à base de métakaolin et de fibres ont été fabriqués selon la procédure suivante.

- Dans un premier temps, la solution d'activation alcaline a été mélangée pendant
 5 minutes, vingt-quatre heures avant le moulage.
- Le métakaolin a été versé dans un récipient auquel est ajouté le pourcentage de fibres correspondant qui sera passé au malaxeur pendant 2 minute à vitesse lente afin d'assurer une répartition homogène des fibres dans la matrice.
- Ensuite, le métakaolin avec la fibre a été mélangé manuellement pendant 1 minute avec la solution d'activation alcaline à l'aide d'une spatule métallique.
- Le mélange obtenu a été agité dans un malaxeur rotatif de 5 L pendant 3 minutes à faible vitesse; le malaxeur rotatif a été arrêté pendant 1 minute pour éliminer les solides piégés sur les parois du récipient.

- Du sable a été ajouté progressivement au mélange pendant 2 minutes, tandis que le mélangeur rotatif fonctionnait à faible vitesse. Ce dernier a été arrêté une nouvelle fois pendant 1 minute afin d'éliminer les solides piégés sur les parois du récipient.
- Le mélange a ensuite été homogénéisé pendant 4 minutes à grande vitesse dans le mélangeur rotatif.
- Les moules ont été rempli à moitié avec le géopolymère et passés sur la table vibrante pendant quelque seconde afin de dégager le maximum des bulles d'air. Ensuite la deuxième couche a été rajouté jusqu'au remplissage des moules en appliquant une deuxième vibration afin d'assurer un compactage optimal et une répartition homogène du matériau dans le moule. Enfin la face supérieure de l'éprouvette a été lissé avec une spatule pour une bonne finition.
- Après 24 h, les échantillons ont été démoulés et conservés à température ambiante. Ils ont été conservés sous film plastique jusqu'à analyse ultérieure.







Figure II.16: (a) Moule employé, (b) matériaux utilisés et (c) Arasage du mortier.

II.5. Caractérisation du mortier à l'état frais

II.5.1. Essai d'étalement

Cet essai est une mesure testant l'aptitude d'un cône de mortier, posé sur une table à secousse, à s'étaler par écoulement sous l'effet d'un certain nombre d'impacts. Dans ce travail a été évaluée conformément à la norme européenne EN 1015-3 [38].

Le moule tronconique, de 100 mm de diamètre à la base, 70 mm au sommet et 60 mm de hauteur, est placé au centre de la table à secousses, puis rempli de mortier. Le

remplissage s'effectue en deux couches successives, chacune étant compactée à l'aide de 10 coups de pilon afin d'assurer une répartition homogène du matériau dans le moule. Une fois le moule rempli, le surplus est arasé à l'aide d'une règle en acier. Le moule est ensuite retiré lentement et verticalement, puis la table à secousses est actionnée en appliquant 15 secousses verticales à raison d'une secousse par seconde. L'étalement du mortier est ensuite mesuré en deux points diamétralement opposés.

La valeur finale de l'étalement est obtenue en calculant la moyenne des deux diamètres mesurés, notés D1 et D2, exprimés en millimètres. Ces deux valeurs représentent le diamètre de la galette formée par le mortier.



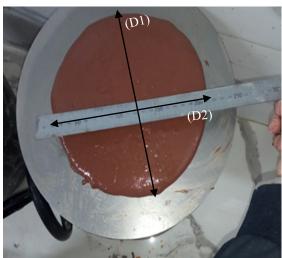


Figure II.17: l'essai d'étalement.

$$D_{moyenne} = \left(\frac{D_1 + D_2}{2}\right)$$

$$D_{moyenne} = \left(\frac{20 + 20}{2}\right) = 20 \ cm$$

En déduire le pourcentage d'étalement :

$$\varepsilon \% = \frac{D - d}{d} \times 100$$

• 10 à 30% : béton très ferme

• 30 à 60 % : béton ferme

60 à 80 % : béton normal

• 80 à 100 % : béton mou

$$\varepsilon \% = \frac{20 - 10}{10} \times 100$$

$$\varepsilon \% = 100\%$$

Ce résultat indique que notre mortier est mou.

II. 6. Caractérisation du mortier à l'état durci

II.6.1. Mesure des résistances mécaniques

Les résistances mécaniques en compression et en flexion ont été déterminées sur des éprouvettes prismatiques (figure II.18) de dimensions (4x4x16) cm³.

Les essais mécaniques normalisés ont été réalisés aux échéances de 28 jours de façon à observer l'évolution progressive des performances.



Figure II.18 : les éprouvettes prismatiques.

II.6.2.1. Essai de flexion 3 points

L'essai de flexion en trois points constitue une méthode classique en mécanique des matériaux. Il consiste à soumettre une poutre de longueur L, reposant sur deux appuis simples, à une charge ponctuelle P appliquée en son centre (voir la Figure II.19).

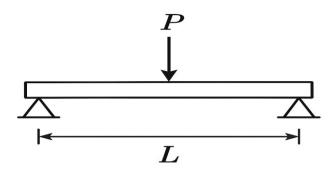


Figure II.19: Poutre flexion 3 points.

La contrainte de flexion est déterminée comme suite :

$$R_f = \frac{3 \times F_{max} \times L}{2 \times b \times h^2}$$

Avec:

 R_f : Contrainte de flexion (MPa).

Fmax: Effort de flexion maximal entraînant la rupture (N).

L: Espacement entre les supports (mm) (L=100 mm).

h et b : Hauteur et largeur de l'échantillon respectivement (b= h= 40 mm).

Essai de flexion a été effectué sur des échantillons de géopolymère prismatiques, ayant des dimensions de (4×4×16) cm³, conformément à la norme NF EN 196-1.

L'opération a été réalisée à l'aide d'une presse électromécanique Zwick/Roell (voir Figure II.20), avec une vitesse de chargement de 2mm/min. Un total de 21 échantillons a été testé, répartis en groupes de trois spécimens pour chaque formulation de mortier géopolymère.

Les tests ont été effectués après une période de maturation de 28 jours, afin de garantir que les échantillons aient atteint leur pleine résistance.





Figure II. 20 : La presse électromécanique de l'essai de flexion.

II.6.2.2. Essai de de compression

Après avoir soumis l'éprouvette à la flexion, un essai de compression a été réalisé sur la moitié (dimensions : 4×4×4 cm³). Ces essais ont été effectués à l'aide d'une presse de type CONTROLS d'une capacité de 3000 kN (voir Figure II.21), conformément à la norme NA-427[39]. Les éprouvettes ont été soigneusement centrées entre les plateaux pour éviter l'apparition des moments dus à l'excentricité de la charge de compression.

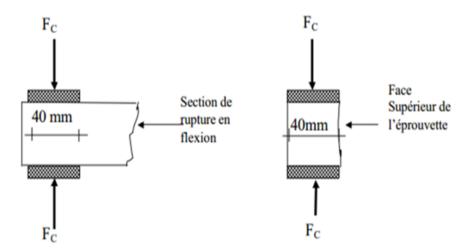


Figure II. 21 : Dispositif de l'essai de la compression.





Figure II. 22 : La presse électromécanique de l'essai de compression.

II.6.2.3. Essai d'attaque à l'acide chloridrique

La résistance des mortiers géopolymères aux environnements acides, en particulier aux attaques chloridriques, constitue un critère déterminant pour évaluer leur durabilité à long terme dans des milieux fortement agressifs [40]. Ces conditions sont typiques des infrastructures exposées aux effluents industriels, aux sols contaminés ou aux atmosphères fortement corrosives. Afin d'évaluer la tenue des composites à matrice géopolymère renforcés par fibres naturelles dans ce type d'environnement, un essai de vieillissement accéléré a été conduit par immersion dans une solution acide contenant 10 % d'acide chlorhydrique (HCl) comme le montre la Figure II.23. Avec un renouvellement hebdomadaire de la solution afin de maintenir une agressivité chimique constante.

L'essai s'est déroulé sur une période de 28 jours, avec des prélèvements effectués à des intervalles réguliers (7, 14, 21 et 28 jours). À chaque intervalle, les éprouvettes ont été extraites du bain acide, soigneusement rincées à l'eau distillée pour éliminer les résidus acides, puis séchées à température ambiante. Leur masse a ensuite été mesurée avec précision. La perte de masse relative a été déterminée pour quantifier l'ampleur de la dégradation chimique et physique induite par l'exposition acide, et ainsi caractériser la stabilité des différentes formulations de mortier étudiées.





Figure II. 23: l'acide utilisé

II.7. Conclusion

L'analyse détaillée des matières premières a permis de valider leur adéquation pour la synthèse du mortier géopolymère renforcé par fibre naturelle. Et on peut déduire les points suivants :

- Le métakaolin, obtenu par calcination du kaolin local, présente une finesse et une réactivité satisfaisantes, essentielles à la polymérisation.
- Le sable utilisé, après caractérisation granulométrique et essais de propreté, s'est avéré adapté à la formulation du mortier.
- La solution activatrice, composée de silicate et d'hydroxyde de sodium, a été
 préparée en respectant les proportions optimales, assurant ainsi des rapports
 molaires compatibles avec une bonne stabilité de la matrice.
- L'introduction des fibres de palmier Washingtonia, aux propriétés mécaniques intéressantes, vise à améliorer la résistance du composite géopolymère.

Ces éléments posent ainsi les fondations nécessaires à l'élaboration et à l'étude des performances du matériau dans les chapitres suivants.

Chapitre III : Comportement mécanique et durabilité des mortiers géopolymère renforcés par fibres naturelles

III.1. Introduction

Ce chapitre présente l'ensemble des investigations expérimentales réalisées dans le cadre de l'évaluation des performances des mortiers géopolymères renforcés par fibres naturelles (MGRFN). L'objectif principal est d'analyser l'effet de l'incorporation de fibres végétales, traitées ou non, sur le comportement mécanique et la durabilité des matériaux à base de géopolymères.

Dans un cadre de développement durable, l'utilisation de fibres naturelles constitue une alternative prometteuse aux renforts synthétiques, en raison de leur disponibilité, de leur faible coût et de leur caractère renouvelable. Toutefois, leur efficacité en tant que renfort dépend étroitement de plusieurs paramètres, notamment leur proportion dans la matrice, leurs caractéristiques intrinsèques (résistance, élasticité, rugosité de surface), ainsi que leur état de traitement, influençant l'adhésion fibre–matrice.

Ce chapitre est structuré en deux grandes parties. La première est consacrée à l'étude du comportement mécanique des MGRFN, à travers des essais de compression et de flexion, afin de déterminer l'effet du taux d'incorporation et du traitement des fibres sur la résistance et la rigidité du matériau. La seconde partie porte sur l'évaluation de la durabilité des composites géopolymères vis-à-vis de conditions environnementales agressives, en analysant leur stabilité dimensionnelle et leur résistance à la dégradation. L'ensemble des résultats expérimentaux est discuté de manière comparative en se référant à un mortier géopolymère témoin non renforcé, permettant ainsi d'identifier les formulations optimales et de mieux comprendre les mécanismes physico-mécaniques mis en jeu.

III.2. Comportement mécanique des mortiers géopolymères renforcés par fibre naturelle (MGRFN)

Le comportement mécanique des composites renforcés par fibres dépend de manière significative d'un ensemble de paramètres fondamentaux, dont les fibres jouent un rôle déterminant dans la résistance, la rigidité et le comportement global du matériau composite, ainsi que leurs propriétés intrinsèques (module d'élasticité, résistance à la traction, etc.) influencent directement les performances mécaniques du composite. En effet les paramètres variés dans cette étude sont le pourcentage des fibres dans la

matrice géopolymère, et l'influence de leur traitement sur le comportement mécanique des éprouvettes.

Un ensemble de 6 variantes à base de fibre ont été considéré avec 3 variantes pour les fibres non traitées et 3 pour les fibres traitées, en variant à chaque fois le pourcentage en masse de fibre dans la matrice (0,5 %, 1 % et 2 %) en substituant la masse de métakaolin, une variante témoin en géopolymère sans fibre a été formuler en respectant les conditions des ratios molaire des composantes chimique, détaillé dans le chapitre II. La nomenclature des spécimens fait référence aux paramètres varié pendant l'étude, ex : le spécimen EPFNT-0,5, définit une éprouvette (EP), avec fibre (représentant la lettre F), non traité (lettre N et T) et un pourcentage en masse de 0,5 %.

III.2.1. Résistance à la compression du MGRFN

Les essais de compression ont été conduits sur des éprouvettes prismatiques issues des demi-éprouvettes récupérées à la fin de l'essai de flexion, en utilisant un dispositif de compression munit d'un plat de 4×4 cm². La Figure III.1 illustre des diagrammes de barres indiquant la contrainte maximale de compression des mortiers géopolymère renforcés par fibre naturel (MGRFN), atteinte après 28 jours de coulage des éprouvettes.

III.2.1.1. Spécimens avec fibres non traitée

La Figure III-1 illustrent la valeur de la résistance maximale à la compression des spécimens avec fibres non traitées EPFNT, les résultats ont montrés que la fibre non traitée entraîne une diminution progressive de la résistance mécanique vis-à-vis au pourcentage de la fibre, par rapport à l'éprouvettes témoins EPC, qui présentent une résistance de compression maximale de 36 MPa.

L'introduction de fibres non traitées a entrainé une baisse progressive de la résistance à mesure que le pourcentage de fibres augmente. En effet, pour le spécimen avec 0,5 % de fibre EPFNT-0,5 la résistance a diminué de 4,86 % par rapport au spécimen témoin EPC, pour le cas de 1 % de fibre la résistance du spécimen EPFNT-1,0 est diminuée de 8,21 % par rapport au témoin, en augmentant la fibre à 2 % le spécimen EPFNT-2,0 a subi une perte de résistance de 8,53 %.

III.2.1.2. Spécimens avec fibres traitée :

Les résultats de l'influence de traitement des fibres sur la résistance à la compression de MGRFN sont rapportés dans la Figure III.1, l'inclusion des fibres traitées dans les spécimens EPFT améliore significativement la résistance du nouveau géopolymère, pour les différentes configurations de fibres dans le géopolymère. La meilleure performance du matériau est remarquée pour le spécimen avec 2 % de fibres EPFT-2,0, où la résistance atteint un seuil de 42,10 MPa, marquant une augmentation de 16,94 % par rapport à EPC. Les spécimens EPFT-0,5 et EPFT-1,0 ont rapportés une amélioration de 8,97 % et 5,83 % respectivement.

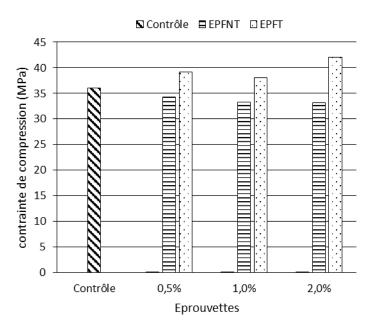


Figure III.1: contrainte en compression a 28 jours.

III.2.1.3. Discussion

Les résultats rapportés dans la Figure III.1 indique que le nouveau mortier géopolymère se comporte différemment en modifiant les caractéristiques de la fibre. En effet, l'inclusion de traitement des fibres a amélioré considérablement le comportement du matériau, en arrivant à une augmentation moyenne de la résistance de 19 % des spécimens EPFT par rapport aux spécimens EPFNT, cette amélioration est liée à une meilleure adhésion fibre-matrice et une répartition plus homogène des fibres, qui leur permettent de se comporter comme un granulat dans la matrice au lieu de substance créant des micropores affectant la résistance et le comportement du matériau. Cela se traduit aussi par la comparaison entre les modes de rupture rapportés dans la Figure

III.2 (a-c), où on peut observer que les spécimens renforcés par fibres (EPFNT- et EPFT-) ont subi une rupture partielle, comme illustré dans les Figure III.2 (a&b), au contraire au spécimen EPC où on remarque une rupture totale de l'échantillon (Figure III.2c).

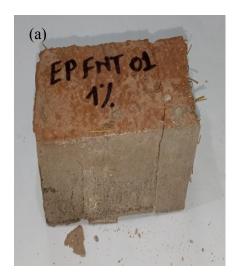






Figure III.2 : Mode de rupture en compression des spécimens ; (a) EPFNT-1,0, (b) EPFT-2,0, (c) : EPC

III.2.2. Résistance à la flexion du MGRFN

Des essais de flexion trois-points ont été mené sur 7 en MGRFN sur des éprouvettes de dimension $4\times4\times16$ cm³, Les Figurent III. 3 & III. 4 illustrent les résultats du test de flexion effectué sur des mortiers renforcés en différentes proportions de fibres traité et non traité (0,5 %, 1 %, 2 %).

III.2.2.1.Spécimens avec fibres non traitées

La Figure III.3 représente les courbes contrainte-déformation montrant la résistance à la flexion des spécimens avec fibre non traité EPFNT, les résultats indique une différence de comportement notable par rapport au spécimen témoin EPC, En effet le pourcentage de fibre non traité dans la matrice joue un rôle primordial dans l'amélioration du comportement, en intégrant 1 % de fibres non traité dans le spécimen EPFNT-1,0 la résistance à la flexion s'est amélioré de 12 % par rapport à EPC, cependant, pour les spécimens EPFNT-2,0 et EPFNT-0,5 la résistance a diminué de 6 et 24 % respectivement.

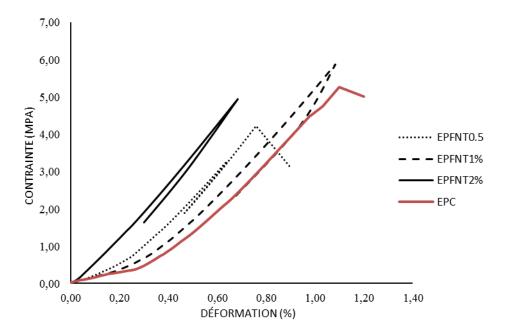


Figure III.3 : Courbes contrainte-déformation des spécimens avec fibres non traitées EPFNT vs le spécimen témoin EPC.

III.2.2.2. Spécimens avec fibres traitées

La Figure III.4 illustre les courbe contrainte-déformation indiquant la résistance à la flexion pour les spécimens avec fibres traitées EPFT, on remarque que le spécimen avec 2 % de fibres traitées (EPFT-2,0), a marqué une augmentation de résistance significative par rapport à EPC, atteignant 6,67 MPa, cela représente une hausse de 27 % par rapport à EPC. Cependant, l'ajout de 0,5 % (EPFT-0,5), et 1 % (EPFT-1,0) de fibres traitées entraîne une diminution de la résistance de 14 % et 21 % par rapport à EPC.

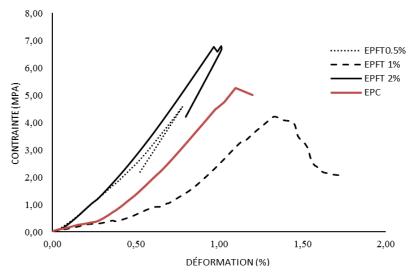
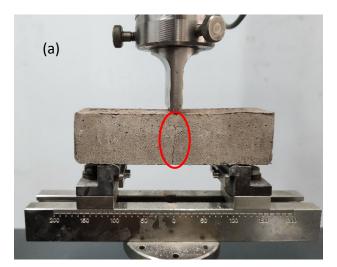


Figure III.4 : Courbes contrainte-déformation des spécimens avec fibres traitées EPFT vs spécimen témoin EPC.

III.2.2.3. Discussion

D'après l'analyse des résultats des Figure III.3 & III.4, on remarque que l'amélioration de la résistance à la flexion et la rigidité de nouveau matériau, est reportée pour les spécimens EPFT-2,0 et EPFNT-1,0, cela signifie que le cas optimum se situe entre 1 et 2 % de fibre, indiquant aussi le gain de résistance qu'on peut gagner en traitant et augmentant la quantité de fibres jusqu'à 2%, ce qui n'est pas le cas pour le spécimen avec fibres non traitées EPFNT-2,0, où la résistance a légèrement diminuée par rapport au témoin, comme le montre la Figure III.3.

Cette amélioration de comportement se traduit aussi au niveau des modes de rupture représentés dans la Figure III.5 (a&b), ou on remarque une rupture partielle à la fin de l'essai pour le spécimen EPFT-2,0 (Figure III.5a), face à une rupture totale dans le cas de spécimen témoin EPC (Figure III.5b) expliquant ainsi l'augmentation de la résistance et la rigidité du matériau.



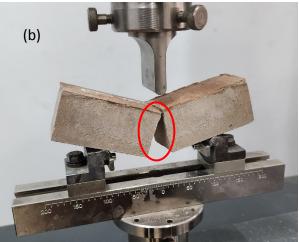


Figure III.5: Mode de rupture par flexion des spécimens; (a): EPFT-2,0, (b): EPC.

III.3. Durabilité du mortier géopolymère renforcé par fibres naturelle

III.3.1. Résistance à la compression des MGRFN

La durabilité des matériaux composites est cruciale pour évaluer leur capacité à résister aux conditions environnementales et à maintenir leurs performances dans le temps. Dans les mortiers géopolymères renforcés de fibres naturelles, l'interaction entre la matrice alcaline et les fibres organiques constitue un défi majeur. Les agents de dégradation tels que l'humidité, l'alcalinité, les variations hygrothermiques ou les attaques biologiques peuvent altérer la stabilité des fibres et compromettre l'intégrité du

matériau composite. Cette étude vise à analyser le comportement à long terme de ces composites dans des conditions agressives afin d'évaluer leurs propriétés mécaniques et physiques. Six formulations de mortiers ont été préparées, trois avec des fibres naturelles non traitées et trois avec des fibres traitées, avec différents taux d'incorporation de fibres. L'étude se concentre sur l'efficacité des traitements appliqués aux fibres naturelles pour améliorer leurs performances en milieu alcalin et limiter leur dégradation.

III.3.1. Résultats et discussion

Après immersion dans la solution acide, la résistance à la compression des spécimens et leur perte de masse ont été déterminées après 14 et 28 jours. La Figure III.6 illustre les diagrammes montrant une comparaison de la résistance à la compression des spécimens avec et sans attaques acide.

Le Tableau III.1, montre les ratios de la perte de résistance R₁₄/R_{SD} et R₂₈/R_{SD} à 14 et 28 jours respectivement, ou on remarque une diminution de la résistance au fil des jours. Les résultats indiquent que les spécimens non traités EPFNT ont subi une perte de résistance moyenne à 28 jours de 72 % avec un CV=10 %. En revanche, les spécimens traités EPFT n'ont perdu que 61 % de leur résistance en moyenne, avec une variance dans les résultats (CV=18%), cela marque le comportement supérieur des spécimens traités vis-à-vis aux attaques acides, en soulignant une contribution notable de traitement de la fibre dans le gain de résistance.

Le spécimen témoin EPC a marqué une perte de résistance de 36 % à 28 jours, marquant ainsi la plus faible perte de résistance vis-à-vis aux attaques acides, cela est due à l'absence de la fibre dans la matrice résultant d'un matériau compacte capable de mieux résister aux attaques acides.

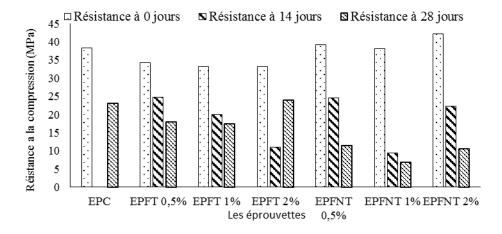


Figure III.6 : Diagrammes de la résistance à la compression avant et après attaques

Spécimens	R _{SD} (MPa)	R ₁₄ (MPa)	R ₂₈ (MPa)	R_{14}/R_{SD}	R_{28}/R_{SD}
EPC	36,00	30,02	23,118	0,83	0,64
EPFT 0,5%	39,23	24,571	17,988	0,63	0,46
EPFT 1%	38,1	20,036	17,394	0,53	0,46
EPFT 2%	42,1	11,075	23,889	0,57	0,26
Moyenne	-	-	-	0,56	0,39
Coefficient de variance (CV)	-	-	-	0,087	0,1
EPFNT 0,5%	34,33	24,571	11,383	0,72	0,33
EPFNT 1%	33,27	9,467	6,8	0,28	0,20
EPFNT 2%	33,17	22,194	10,498	0,67	0,32
Moyenne	-	-	-	0,56	0,28
Coefficient de variance (CV)	-	_	-	0,43	0,18

Tableau III.1: ratio des pertes de résistance à 14 et 28 jours.

III.3.2. Perte de masse vs résistance à la compression des MGRFN

Les Figures III.7 et III.8 illustrent les courbe perte de masses en fonction de la résistance à la compression, mesurés à 0, 14 et 28 jours. La référence à 100 % représente le ratio du poids des spécimens avant immersion dans l'acide (0 jours). La perte de masse est déterminée en mesurant le poids des spécimens avant et après immersion dans l'acide, selon l'intervalle des jours. Les résultats montrent une proportionnalité entre la perte de masse et la diminution de la résistance à la compression.

La Figure III.7 Présente une comparaison des courbes de perte de masse en fonction de la résistance à la compression entre le spécimen témoin EPC et les spécimens avec fibres non traitées EPFNT, ou on remarque que le spécimen EPC a perdu 16 % de sa masse à 28 jours, avec une diminution de la résistance de 34 %, en revanche, les spécimens EPFNT ont perdu 24 % de leur masse initiale en moyenne, avec une diminution notable de la résistance de 71 %, ces diminution de masse et de résistance sont expliqués par la dégradation de la fibre par rapport aux attaques acide affectant ainsi la performance des MGRFN.

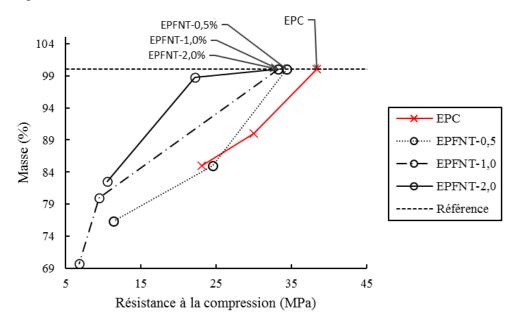


Figure III.7 : Comparaison entre la masse et résistance à la compression des spécimens EPC et EPFNT.

La Figure III.8 illustre une comparaison des courbes de perte de masse en fonction de la résistance à la compression entre le spécimen témoin EPC et les spécimens avec fibres traitées EPFT. Il est observé que le spécimen EPC a perdu 16 % de sa masse à 28 jours, entraînant une diminution de la résistance de 34 %. En revanche, les spécimens EPFT ont marqué une perte moyenne de 24 % de leur masse initiale, accompagnée d'une diminution significative de la résistance de 61 %. Ces réductions de masse et de résistance sont attribuées à la dégradation de la fibre due aux attaques acides, influençant ainsi la performance du nouveau mortier géopolymère.

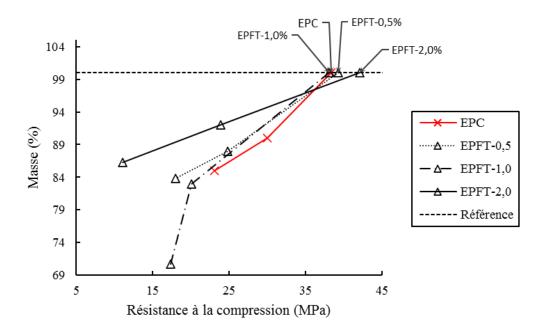


Figure III.8 : Comparaison entre la masse et résistance à la compression des spécimens EPC et EPFT.

Bien que ce soit la diminution de la résistance importante dans les spécimens EPFT, on remarque un gain de résistance moyen de 10 % par rapport au spécimens EPFNT, ce gain est expliqué par le traitement des fibres, qui assure une adhérence meilleure avec la matrice, et relativement offrant une résistance meilleure aux attaques acide. Cette tendance peut être visualisé dans les modes de rupture après attaque acides à 28 jours, illustrés dans la Figure III.9, ou on peut remarquer que les spécimen EPFNT ont subi une dégradation plus accentuée par rapport au spécimens EPFT.





EPFNT-0,5 %

EPFT-0,5 %

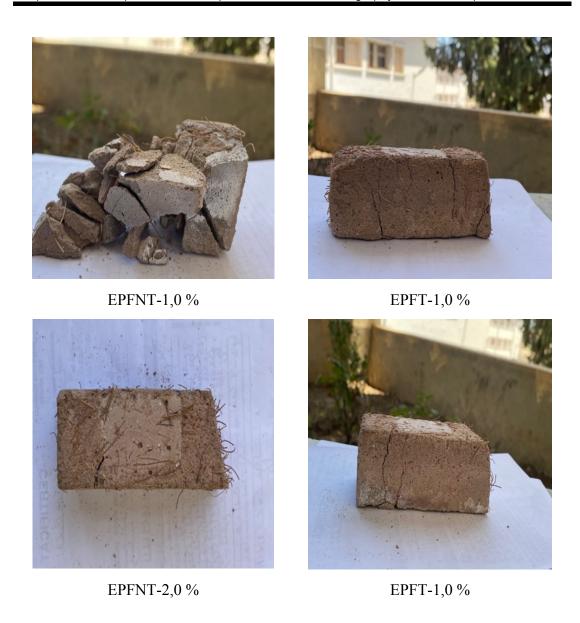


Figure III.9 : Mode de rupture des éprouvettes EPFNT et EPFT après immersion dans l'acide.

III.4. Conclusion

Ce chapitre a permis d'évaluer de manière approfondie les performances mécaniques et la durabilité des mortiers géopolymères renforcés par fibres naturelles (MGRFN), en fonction du pourcentage d'incorporation des fibres ainsi que de leur état de traitement. Les résultats expérimentaux ont montré que l'introduction de fibres naturelles non traitées tend à diminuer la résistance à la compression, surtout à des taux d'incorporation élevés, en raison d'une mauvaise adhésion fibre—matrice et de la formation de porosités internes. En revanche, les fibres traitées ont significativement amélioré la résistance à la compression et, de manière plus marquée encore, la résistance à la flexion. Le meilleur comportement a été observé pour un taux de 2 % de

Chapitre III:

fibres traitées, soulignant l'effet bénéfique du traitement sur l'interaction fibre—matrice et sur la redistribution des contraintes dans le matériau.

Sur le plan de la durabilité, les essais d'immersion dans une solution acide ont mis en évidence une dégradation importante des performances mécaniques des MGRFN, principalement pour les formulations contenant des fibres non traitées. Toutefois, les fibres traitées ont permis de limiter la perte de résistance et de masse, ce qui témoigne d'une meilleure tenue à l'agressivité chimique. Malgré une perte globale de performance face aux attaques acides, les MGRFN avec fibres traitées ont montré un comportement supérieur par rapport aux versions non traitées.

Ainsi, l'ensemble des résultats met en évidence le potentiel des fibres naturelles comme renfort durable dans les matrices géopolymères, à condition qu'un traitement adéquat soit appliqué pour améliorer leur compatibilité avec l'environnement alcalin de la matrice.

Conclusion Générale

L'objectif de cette étude était de concevoir, élaborer et évaluer des mortiers géopolymères renforcés par des fibres naturelles, en vue de développer des matériaux de construction durables, écologiques et mécaniquement performants. Ce travail s'inscrit dans une démarche de valorisation des ressources naturelles et de réduction de l'empreinte environnementale du secteur du bâtiment, en substituant les liants hydrauliques traditionnels (notamment le ciment Portland) par des liants géopolymériques à base naturel comme le métakaolin ou à base de sous-produits industriels comme les cendres volantes, le laitier de haut fourneau...etc., et en intégrant des fibres naturelles comme renforts.

Dans un premier temps, à travers le **Chapitre I**, une revue bibliographique approfondie a permis de dresser un état de l'art sur les matériaux géopolymères et l'apport des fibres naturelles dans les composites cimentaires. Il a été démontré que les géopolymères présentent de nombreux avantages, notamment une excellente résistance mécanique, une meilleure résistance à la chaleur, une faible perméabilité, ainsi qu'une empreinte carbone réduite. En parallèle, l'utilisation de fibres naturelles (comme le lin, le chanvre, le sisal, le jute, etc.) a suscité un intérêt croissant en raison de leur caractère renouvelable, biodégradable, léger et peu coûteux. Toutefois, leur comportement en milieu alcalin, typique des matrices cimentaires ou géopolymériques, reste un point faible, car ces fibres sont sensibles à la dégradation, ce qui peut compromettre la durabilité du matériau composite.

Le **Chapitre II** a été consacré à l'élaboration des formulations des mortiers géopolymères ainsi qu'aux méthodes de traitement des fibres naturelles. Des protocoles expérimentaux rigoureux ont été mis en œuvre pour produire une matrice géopolymère optimisée, à partir de métakaolin activées par un mélange de silicate de sodium et d'hydroxyde de sodium. Des fibres naturelles ont été incorporées à différents taux (0,5%, 1% et 2%) après avoir subi un traitement alcalin, dans le but d'améliorer leur adhésion avec la matrice et de renforcer leur stabilité chimique. Ce traitement a permis d'éliminer partiellement les composants amorphes des fibres (comme la lignine et l'hémicellulose) responsables de leur fragilité en milieu alcalin, tout en augmentant leur rugosité superficielle favorable à l'adhérence.

Conclusion générale

Le **Chapitre III** a présenté les résultats des essais expérimentaux, qui ont permis de caractériser les propriétés mécaniques (résistances à la compression et à la flexion) ainsi que la durabilité des MGRFN dans un environnement acide. Les résultats ont montré que :

- Les fibres naturelles non traitées diminuent la résistance à la compression, surtout à des taux d'incorporation élevés, en raison d'une mauvaise adhésion fibre-matrice et de porosités internes.
- Les fibres traitées améliorent significativement la résistance à la compression et, plus encore, la résistance à la flexion.
- Le meilleur comportement a été observé avec des fibres traitées à 2%, mettant en évidence l'effet bénéfique du traitement sur l'interaction fibre-matrice et la distribution des contraintes.
- Les tests d'immersion acide ont montré une dégradation significative des performances mécaniques du MGRFN, en particulier pour les formulations non traitées.
- Les fibres traitées ont limité la résistance et la perte de masse, indiquant une meilleure agression chimique.
- Malgré une perte de performance globale lors des attaques acides, les MGRFN traités ont montré un comportement supérieur par rapport aux versions non traitées.

Bilan global

L'étude confirme que les fibres naturelles, bien qu'organiques et initialement vulnérables dans des environnements agressifs, peuvent jouer un rôle significatif dans l'amélioration des performances mécaniques et environnementales des mortiers géopolymères, à condition d'être correctement traitées. Elles permettent notamment :

- D'augmenter la résistance à la flexion du composite.
- De réduire la fissuration par leur effet de pontage.
- De contribuer à la légèreté du matériau, et de limiter l'impact environnemental par la réduction de matériaux synthétiques ou industriels.

Conclusion générale

Recommandation et perspectives

Cette recherche ouvre la voie à plusieurs perspectives :

- L'étude plus approfondie de différents types de fibres naturelles (courtes ou longues, tissées ou non) et de leurs traitements spécifiques (thermiques, chimiques, enzymatiques).
- L'optimisation de la formulation géopolymérique pour mieux contrôler la porosité, la densité et l'adhérence fibre-matrice.
- L'analyse à long terme de la durabilité des MGRFN sous différentes conditions environnementales (humidité, cycles gel-dégel, UV, etc.).
- L'évaluation du comportement de ces composites en situation réelle d'utilisation dans le bâtiment.

En somme, les mortiers géopolymères renforcés par fibres naturelles représentent une solution innovante et prometteuse dans le domaine de la construction durable. Leur développement contribue à répondre aux enjeux actuels de transition écologique, tout en valorisant des ressources renouvelables et locales. Toutefois, pour une adoption industrielle à grande échelle, des travaux complémentaires sont encore nécessaires pour garantir la stabilité, la répétabilité des performances, et la durabilité à long terme de ces matériaux.

Références:

- [1] J. Davidovits, "Geopolymers: Inorganic Polymeric New Materials," *Journal of Thermal Analysis*, vol. 37, no. 8, pp. 1633–1656, Aug. 1991, doi: 10.1007/bf01912193.
- [2] J. Davidovits and J. Orlinski, *Geopolymer '88: First European Conference on Soft Mineralurgy*, Compiègne, France, Jun. 1988.
- [3] K. Benchama and N. Benameur, "Élaboration d'un géopolymère à partir d'un matériau naturel," Projet de fin d'études, Univ. Belhadj Bouchaib, Aïn Témouchent, Algérie, 2023.
- [4] Belhamiti and Bekhedda, "Élaboration et caractérisation d'un ciment géopolymère à base d'aluminosilicates," Projet de fin d'études, Univ. Abdelhamid Ibn Badis, Mostaganem, Algérie, 2023.
- [5] J. Davidovits, *Geopolymer Chemistry and Applications*, Saint-Quentin: Geopolymer Institute, 2008.
- [6] "Les cendres volantes," *ACPresse*, 2018. [En ligne]. Disponible sur : https://www.acpresse.fr/.
- [7] A. Hasnaoui, E. Ghorbel, and G. Wardeh, "Comparaison entre des mortiers géopolymères et un mortier normalisé de même classe de résistance," *Academic Journal of Civil Engineering*, vol. 36, no. 1, pp. 163–166, Jan. 2018, doi: 10.26168/ajce.36.1.40.
- [8] M. Khalifeh, A. Saasen, H. Hodne, and H. B. Motra, "Laboratory evaluation of rock-based geopolymers for zonal isolation and permanent P&A applications," *Journal of Petroleum Science and Engineering*, vol. 175, pp. 352–362, 2018, doi: 10.1016/j.petrol.2018.12.065.
- [9] J. Davidovits, *Geopolymer Chemistry and Applications*, 3rd ed., Geopolymer Institute, 2011.
- [10] L. Benaiche, "Valorisation du Kaolin pour la synthèse des Géopolymères : Étude bibliographique," Mémoire de fin d'études, Univ. 8 Mai 1945 Guelma, Algérie, 2020.

- [11] Miqdad and Abu Mettleq, "Incorporation des fibres naturelles dans les composites géopolymères et leur impact sur la microstructure et durabilité," Projet de fin d'études, Univ. 8 Mai 1945 Guelma, Algérie, 2024.
- [12] "30 years of successes and failures in geopolymer applications: Market trends and potential breakthroughs," *Geopolymer 2002 Conference*.
- [13] Froelich, Maranzana, and Babah, "Formulation et étude d'un géopolymère accumulateur d'énergie thermique," Thèse de doctorat, ENSAM & Univ. Nouakchott, 2023.
- [14] Bensania and Salmi, "Propriétés physico-mécaniques de mortiers géopolymères à partir de déchet de brique," Projet de fin d'études, Univ. Ghardaïa, Algérie, 2023.
- [15] B. Thomas, "Matériaux composites Argent/Carbone à propriétés thermiques adaptatives," Thèse de doctorat, École doctorale des sciences chimiques, 2021.
- [16] J. Archez, "Formulation de composites à base de liants à basse température type géopolymère," Thèse de doctorat, Univ. Limoges, France, 2020.
- [17] T. Moumene, "Généralités sur les matériaux composites," Polycopie de cours, Univ. Ibn Khaldoun, Tiaret, Algérie, 2022.
- [18] Ben Younes and Bouzidi, "Amélioration des propriétés géotechniques d'une argile par l'ajout des fibres de polypropylène," Mémoire de fin d'études, Univ. Mohamed Boudiaf, M'Sila, Algérie, 2021.
- [19] G. Sellami, "Comportement des mortiers renforcés par fibres de Diss," Mémoire de fin d'études, Univ. 8 Mai 1945 Guelma, Algérie, 2023.
- [20] F. Harrat, "Contribution à l'étude du comportement d'un béton renforcé par des fibres métalliques," Projet de fin d'études, Univ. 8 Mai 1945 Guelma, Algérie, 2024.
- [21] R. Hajj, "Procédés de modification des fibres naturelles," Thèse de doctorat, Univ. Libanaise, Liban, 2018.
- [22] M. Haque, R. Rahman, N. Islam, M. Huque, and M. Hasan, "Mechanical Properties of Polypropylene Composites Reinforced with Chemically Treated Coir and Abaca Fiber,"

- *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, Aug. 2010, doi: 10.1177/0731684409343324.
- [23] H. Nacer, "Effet des différentes méthodes d'extractions et traitements des fibres végétales sur les propriétés mécaniques," Mémoire de master, Univ. Biskra, Algérie, 2020.
- [24] Y. Djebloun, "Contribution à la caractérisation des matériaux composites renforcés de fibres végétales," Thèse de doctorat en Sciences, Univ. Biskra, Algérie, 2018.
- [25] K. Korniejenko, E. Frączek, E. Pytlak, and M. Adamski, "Mechanical Properties of Geopolymer Composites Reinforced with Natural Fibers," *Procedia Engineering*, vol. 151, pp. 388–393, Jan. 2016, doi: 10.1016/j.proeng.2016.07.395.
- [26] K. Korniejenko, M. Łach, M. Hebdowska-Krupa, and J. Mikuła, "Mechanical properties of flax and hemp fibres reinforced geopolymer composites," *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.*, vol. 379, p. 012023, Jun. 2018, doi: 10.1088/1757-899x/379/1/012023.
- [27] G. Lazorenko, A. Kasprzhitskii, A. Kruglikov, V. Mischinenko, and V. Yavna, "Sustainable geopolymer composites reinforced with flax tows," *Ceramics International*, vol. 46, no. 8, pp. 12870–12875, Jan. 2020, doi: 10.1016/j.ceramint.2020.01.184.
- [28] N. A. Workiye and N. E. Woldesenbet, "Flexural strength and porosity of NaOH-treated maize stalk cellulose-fiber-reinforced geopolymer composites," *Proc. Eng. Technol. Innovation. *, vol. 25, pp. 44–53, Aug. 2023, doi: 10.46604/peti.2023.10285.
- [29] S. Semache, F. Bouteldja, M. Belachia, and S. Amziane, "Local materials in Geopolymer mortar: A case study on Metakaolin and Blast-Furnace Slag," *Ann. Chim. Sci. Matériaux*, vol. 48, no. 1, pp. 27–36, Feb. 2024, doi: 10.18280/acsm.480104.
- [30] "Equivalent de Sable," *Scribd*, Algérie.
- [31] Saadallah and Lazreg, "Étude expérimentale d'un béton autoplaçant à base de déchets de verre," Mémoire de master, Univ. Mohamed Boudiaf, M'Sila, Algérie, 2023.
- [32] W. Zitouni, "Caractérisation mécanique d'un mortier à base d'un déchet alimentaire aux conditions extrêmes," Projet de fin d'études, Univ. 8 Mai 1945 Guelma, Algérie, 2023.
- [33] Idir, Lemesre, Hery, and Poinot, "L'utilisation du verre de recyclage dans les matériaux cimentaires et alcali-activés," *Academic Journal of Civil Engineering*, 2022.

- [34] I. Maza and K. Deghache, "Étude des propriétés physiques et mécaniques des géopolymères contenant différentes fibres," Projet de fin d'études, Univ. Mohamed El Bachir El Ibrahim, Bordj Bou Arreridj, Algérie, 2022.
- [35] A. Khelifi, "Élaboration et caractérisation de nouveaux bio-composites verts à base de déchets naturels," Thèse de doctorat, Univ. 8 Mai 1945 Guelma, Algérie, 2025.
- [36] N. Benzannache, A. Belaadi, M. Boumaaza, and M. Bourchak, "Improving the mechanical performance of biocomposite plaster/Washingtonian filifira fibres using the RSM method," *Journal of Building Engineering*, vol. 33, p. 101840, Sep. 2020, doi: 10.1016/j.jobe.2020.101840.
- [37] I. Gouasmia, "Revue systématique sur le renforcement des mortiers avec des fibres naturelles," Projet de fin d'études, Univ 8 Mai 1945 Guelma, Algérie, 2024.
- [38] "Méthodes d'essai des mortiers pour maçonnerie Partie 3 : Détermination de la consistance du mortier frais (avec une table à secousses)."
- [39] L. Ordener, "Éprouvettes et résistance : les contrôles qualité sur béton durci," *Concrete Dispatch*, Aug. 2021.
- [40] H. Boudjehm, "Étude et amélioration des performances de durabilité des bétons en milieux agressifs," Thèse de doctorat, Univ. 8 Mai 1945 Guelma, Algérie, 2023.