République Algérienne Démocratique et Populaire Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique Université 8 Mai 1945 Guelma



Faculté : Sciences et Technologie Département : Génie Civil et Hydraulique

Laboratoire de domiciliation : Génie Civil et Hydraulique (LGCH)

THÈSE

EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE DOCTORAT EN 3ème CYCLE

Domaine : Sciences et Technologie Filière : Génie Civil

Spécialité : Matériaux en Génie Civil

Présentée par

SEMACHE Souheila

Intitulée

Comportement de mortiers et béton armé géopolymères à base de matériaux locaux

Soutenue le : 29/09/2025 Devant le Jury composé de :

Nom et Prénom	Grade	Université	
Mr NAFA Zahreddine	Professeur	Univ. 8 Mai 1945- Guelma	Président
Mr BOUTELDJA Fathe	Professeur	Univ. 8 Mai 1945- Guelma	Encadreur
Mr AMZIANE Sofiane	Professeur	Univ. Clermont Auvergne	Co-encadreur
Mr SI YOUCEF Youcef	Professeur	Ecole Polytech. d'Archi. et d'Urbanisme	e Examinateur
Mr BENOUIS Abdelhalim	Professeur	Univ. 8 Mai 1945- Guelma	Examinateur
Mr BELACHIA Mouloud	Professeur	Univ. 8 Mai 1945- Guelma	Invité

Année Universitaire: 2025/2026

الجمهوريسة الجزائريسة الديمقراطيسة الشعبيسة

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي جامعة 8 ماي 1945 قالمــة



الكلية العلوم والتكنولوجيا القسم الهندسة المدنية والري مخبر التوطين الهندسة المدنية والرى

أطروحة لنيل شهادة الدكتوراه في الطور الثالث

الشعبة: الهندسة المدنية الميدان: العلوم والتكنولوجيا الاختصاص: المواد في الهندسة المدنية

> من إعداد: سماش سهيلة

بعنوان

سلوك المواد الرابطة والخرسانة المسلحة الجيوبوليمرية المحضرة من مواد محلية

	ة المكونة من:	أمام لجنة المناقشا	بتاريخ: 29/09/2025
	المؤسسة	الرتبة	الاسىم واللقب
رئيسا	بجامعة قالمة	أستاذ	السيد نافع زهر الدين
	بجامعة قالمة	أستاذ	السيد نافع زهر الدين السيد بوثلجة فاتح
			مشرفا
مشرف	بجامعة كليرمان فيران فرنسا	أستاذ	السيد أمزيان سفيان
			مساعدا
ممتحذ	بالمدرسة المتعددة العلوم للهندسة المعمارية والعمران	أستاذ	السيد سي يوسف يوسف
ممتحذ	بجامعة قالمة	أستاذ	السيدة بنّ ويس عبد الحليم
مدعوا	بجامعة قالمة	أستاذ	السيد بلعثىية مولود

السنة الجامعية: 2026/2025

REMERCIEMENTS

Avant tout, je tiens à remercier Allah, le Tout-Puissant, qui m'a accordé la force et la santé pour commencer et terminer ce travail.

Je souhaite vivement exprimer ma gratitude à mon encadrant, Monsieur BOUTELDJA Fathe, pour la confiance qu'il m'a accordée en acceptant de m'encadrer sur ce sujet. Je lui suis également reconnaissant pour l'intérêt et le suivi qu'il a portés à ma thèse, ainsi que pour sa patience et ses précieux conseils tout au long de ces années.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à mon co-directeur de thèse, Monsieur AMZIANE Sofiane, pour son encadrement, sa présence constante et son soutien inestimable tout au long de mon travail.

Je tiens à remercier tout particulièrement ma famille qui m'a soutenu et encouragé durant toute la durée de cette thèse.

DEDICACES

Je dédie cette thèse à mon cher bébé SIRADJ EDDINE

RESUME

Ce travail de thèse porte sur le comportement des géopolymères fabriqués à partir de matériaux locaux à savoir le métakaolin (MK) et le laitier de haut fourneau (GBFS) activés par une solution de silicate de sodium.

La première phase de cette étude est axée sur l'optimisation de la formulation du liant géopolymère ainsi que sur sa durabilité. Afin d'atteindre ce but, nous avons étudié 15 formulations des liants géopolymères, en optimisant les proportions des matériaux aluminosilicate (MA), et de la solution alcalin (SA), et du rapport molaire (RM). Les formulations testées contenaient 50% MK et 50% GBFS, avec trois combinaisons: 70% MA-30%SA, 75% MA-25% SA, 80% MA-20% SA, et un ratio molaire variant entre 1,2 et 2. Ces formulations ont été caractérisées à l'état frais et durci et comparées à un mortier de référence à base de ciment Portland (mortier normalisé Portland). Les résultats obtenus indiquent que la composition optimale du liant géopolymère comprend 75% de matières d'aluminosilicate et 25% de solution alcaline, avec un ratio molaire de 1,8. Cette formulation optimale a été ensuite testée en termes de durabilité vis-à-vis de l'attaque par l'acide sulfurique, en utilisant trois concentrations (1%, 3% et 5%). La perte de masse, la résistance à la compression et l'alcalinité du mortier ont été mesurées. Les résultats ont été comparés à ceux du mortier de référence exposé aux mêmes conditions. Les résultats ont montré que le liant géopolymère a subi une dégradation physique et une perte de masses légèrement supérieure au mortier de ciment Portland sous attaque d'acide. Cependant, sa résistance à la compression après l'exposition à l'acide a été plus élevée que celle du mortier de ciment.

Dans la deuxième phase de ce travail, nous avons analysé le comportement à la fissuration des bétons armés. Un béton traditionnel et un béton géopolymère élaboré avec la formulation optimale du liant géopolymère déterminée lors de la première phase, ont été testés en traction pure sous une déformation imposée. Nous avons employé des tirants de dimensions de $70\times70\times280 \text{mm}^3$ renforcés par une barre d'acier positionnée au centre de l'éprouvette avec des diamètres de 12 mm et 14 mm. L'analyse de l'ouverture des fissures a été effectuée en utilisant l'analyse d'image. Les résultats ont montré que les schémas, la répartition et l'ouverture des fissures, ainsi que le mode de rupture des bétons sont quasi identiques. Par ailleurs, le nombre des fissures constaté était quasiment le même pour tous les tirants. Cependant, les tirants en béton géopolymère armé présentent une largeur et un espacement des fissures plus petits par rapport aux tirants en béton traditionnel.

Mots clés: laitier de haut fourneau, métakaolin, géopolymère, durabilité, tirant, fissurations.

ABSTRACT

This thesis work is focused on the behavior of geopolymers made from local materials, namely blast furnace slag (GBFS) and metakaolin (MK) activated by a sodium silicate solution.

The first phase of this study focused on optimising the geopolymer binder formulation and durability. To achieve this goal, we studied 15 geopolymer binder formulations by optimising the proportions of aluminosilicate material (AM), alkali solution (AS) and molar ratio (MR). The formulations tested contained 50% MK and 50% GBFS, with three combinations: 70% MA-30% SA, 75% MA-25% SA, 80% MA-20% SA, and a molar ratio varying between 1.2 and 2. These formulations were characterised in the fresh and hardened states and compared with a Portland cement-based reference mortar (standard Portland mortar). The results obtained indicate that the optimal geopolymer binder composition comprises 75% aluminosilicate material and 25% alkaline solution, with a molar ratio of 1.8. This optimum formulation was then tested in terms of durability against sulphuric acid attack, using three concentrations (1%, 3% and 5%). The mass loss, compressive strength and alkalinity of the mortar were measured. The results were compared with those of the reference mortar exposed to the same conditions. The results showed that the geopolymer binder underwent slightly greater physical degradation and mass loss than the Portland cement mortar under acid attack. However, its compressive strength after exposure to acid was higher than that of the cement mortar.

In the second phase of this work, we analysed the cracking behaviour of reinforced concrete. A traditional concrete and a geopolymer concrete produced with the optimum geopolymer binder formulation determined in the first phase were tested in pure tension under imposed deformation. We used tie rods measuring $70\times70\times280$ mm3 reinforced by a steel bar positioned at the centre of the specimen with diameters of 12 mm and 14 mm. Crack opening was analysed using image analysis. The results showed that the patterns, distribution and opening of the cracks, as well as the mode of failure of the concretes, were virtually identical. Furthermore, the number of cracks observed was virtually the same for all the tie rods. However, the geopolymer-reinforced concrete tendons had a smaller crack width and spacing than the conventional concrete tendons.

Keywords: granulated blast-furnace slag, metakaolin, geopolymer, durability, tendon, cracks.

تتناول هذه الدراسة سلوك الجيوبوليمر المصنوع من مواد محلية، وخاصة الميتاكولين (MK) وخبث الأفران العالية (GBFS)، والذي يتم تنشيطه بواسطة محلول سيليكات الصوديوم.

ركزت المرحلة الأولى من هذه الدراسة على تحسين الصيغة المثالية للأسمنت الجيوبوليمري بالإضافة إلى متانته. ولتحقيق هذا الهدف، قمنا في المرحلة الأولى بدراسة 15 تركيبة من أسمنت الجيوبوليمر، مع تحسين نسب مواد الألومينوسيليكات(MA)، والمحلول القلوي(SA)، والنسبة المولية (RM).تحتوي المستحضرات المختبرة على MK 50%GBFS و50%GBFS، مع ثلاثة تركيبات:

20% MA-20% SA, 80% MA-20% SA وتتراوح النسبة المولية من 1.2 إلى 2. تمت دراسة هذه التركيبات في الحالة الطازجة والمتصلبة، ومقارنتها بملاط مرجعي يعتمد على الأسمنت البورتلاندي (ملاط بورتلاند القياسي). تشير النتائج التي تم الحصول عليها إلى أن التركيب المثالي لأسمنت الجيوبوليمر يتكون من 75٪ من مواد الألومينوسيليكات و 25٪ من المحلول القلوي، بنسبة مولية تبلغ 1.8 وقد تم بعد ذلك اختبار هذه التركيبة المثالية من حيث المتانة ضد هجوم حمض الكبريتيك، باستخدام ثلاثة تركيزات (1٪، 3٪ و 5٪). تم قياس فقدان الكتلة، وقوة الضغط، وقلوية الملاط. وتمت مقارنة النتائج مع نتائج ملاط مرجعي تعرض لنفس الظروف. أظهرت النتائج أن أسمنت الجيوبوليمر يتعرض لتحلل فيزيائي وكسر كتلة أكبر من ملاط الأسمنت البورتلاندي تحت تأثير الأحماض. ومع ذلك، فإن قوتها الانضغاطية بعد التعرض للحامض تظل أعلى من ملاط الأسمنت.

وفي المرحلة الثانية من هذا البحث، قمنا بتحليل سلوك التشقق في الخرسانة. تم اختبار الخرسانة التقليدية والخرسانة الجيوبوليمرية، المحضرة باستخدام الصيغة المثالية لأسمنت الجيوبوليمر التي تم تحديدها خلال المرحلة الأولى، عن طريق شد تحت تشوه مفروض. لإجراء هذا التحليل، استخدمنا قضبان ربط بأبعاد 70×70×280 مم 3. ويتم تعزيز الأخيرة بواسطة قضيب فولاذي موضوع في وسط قطعة الاختبار، مع أقطار قضبان التسليح 12 مم و14 مم. تم إجراء تحليل فتح الشق باستخدام تحليل الصور. وأظهرت النتائج أن أنماط وتوزيع وفتح الشقوق وكذلك نمط فشل الخرسانة متطابقة. علاوة على ذلك، كان عدد الشقوق التي لوحظت متماثلاً تقريباً في جميع قضبان الربط. ومع ذلك، أظهرت العينات المصنوعة من الخرسانة الجيوبوليمرية المسلحة عرضاً أقل وتباعدًا أصغر للتشققات مقارنة بتلك المصنوعة من الخرسانة التقليدية.

الكلمات المفتاحية : خبث الأفران العالية، ميتاكولين، الجيوبوليمر، الاستدامة، عينات الشد، الشقوق.

NOTATIONS ET SYMBOLES

GBFS: Laitier granulé de haut fourneau.

DD3: Kaolin de classe 3.

MK: Métakaolin.

SS: Silicate de sodium.

MA: Matériaux aluminosilicates.

SA: Solution alcaline.

RM: Rapport molaire.

MP: Mortier Portland.

MG: Mortiers géopolymère.

BO: Béton ordinaire.

BG: Béton géopolymère.

BOA: Béton ordinaire armé.

BGA: Béton géopolymère armé.

 $BOA_{\phi 12}$: Tirant en béton ordinaire armé avec une barre d'acier de diamètre 12mm.

 $\mathbf{BGA}_{\phi 12}$: Tirant en béton géopolymère armé avec une barre d'acier de diamètre 12mm.

 $BOA_{\phi 14}$: Tirant en béton ordinaire armé avec une barre d'acier de diamètre 14mm.

 $\mathbf{BGA}_{\phi 14}$: Tirant en béton géopolymère armé avec une barre d'acier de diamètre 14mm.

R_c: Résistance à la compression.

R_f: Résistance à la flexion.

R_t: Résistance à la traction

E_d: Module d'élasticité dynamique.

MEB: Microscopie électronique à balayage.

 W_k : Ouverture moyenne de fissure.

ε: Déformation relative.

 σ_s : contrainte de l'acier.

 $\mathbf{W_{j}}$: Ouvertures des fissures individuelles.

 S_{rm} : Espacement moyen des fissures.

SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE	
1.1 Introduction	
1.2 HISTORIQUE DES GÉOPOLYMÈRES	
1.3 TERMINOLOGIE ET STRUCTURE DES GÉOPOLYMÈRES	
1.4 Composition des géopolymères	
1.4.1 Poudres aluminosilicates	
1.4.1.1 Cendre volante	
1.4.1.2 Métakaolin	
1.4.1.3 Laitier de haut fourneau	
1.4.1.4 Poudre de verre	
1.4.1.5 Autres matières premières	10
1.4.2 Activateurs alcalins	10
1.4.2.1 Hydroxyde alcalin	11
1.4.2.2 Silicate alcalin	13
1.5 MÉCANISME DE GÉO-POLYMÉRISATION	14
1.6 PARAMÈTRES DE FORMULATION DES LIANTS GÉOPOLYMÈRES	15
1.7 FACTEURS INFLUENÇANT LES PROPRIÉTÉS DES GÉOPOLYMÈRES	17
1.7.1 Concentration de l'activateur alcalin	
1.7.2 Rapports solides/liquides	18
1.7.3 Rapports de réactifs alcalins	18
1.7.4 Rapports molaires (teneurs en Si, Al, Na et H ₂ O)	
1.7.5 Teneur en eau	
1.7.6 Régime de durcissement	
1.8 AVANTAGES ET INCONVÉNIENTS	
1.9 LES BÉTONS GÉOPOLYMÈRES	
1.9.1 Propriétés	
1.9.1.1 A l'état frais	
1.9.1.2 A l'état durci	
1.10 Usages des géopolymères	
1.11 SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE SUR LES GÉOPOLYMÈRES DE MK ET GBFS	
1.12 CONCLUSION	
CHAPITRE 2 : COMPORTEMENT À LA FISSURATION DES TIRANTS EN BÉTONS ARMÉS :	
2.1 Introduction	
2.2 COMPORTEMENT MÉCANIQUE DU BÉTON ET DE L'ACIER	
2.2.1 Béton en traction pure	
2.2.2 Acier en traction	
2.3 FISSURATION DES TIRANTS EN BÉTON ARMÉ	
2.3.1 Comportement expérimental	
2.3.2 Les lois de comportement	
2.3.2.1 Lois avec Δ _{εm} constant	
2.3.2.2 Loi avec variation linéaire de $\Delta\epsilon$	
2.3.2.4 Loi hyperbolique	
F LOI HYPCIDONYUC	٠٠٠٠٠٠٠٠٠٠٠٠٠٠٠٠٠٠٠٠٠٠٠٠٠٠٠٠٠٠٠٠٠٠٠٠٠٠

2.4 NORMES DE CALCUL ET INTERACTION ACIER-BÉTON	51
2.5 LIAISON ACIER-BÉTON ET RÉPARTITION DE LA FISSURATION	53
2.6 Influence de la liaison sur l'ouverture des fissures	54
2.6.1 Fissuration du béton	54
2.6.2 Adhérence acier – béton	55
2.7 CONCLUSION	56
CHAPITRE 3 : MATÉRIAUX ET MÉTHODES EXPÉRIMENTALES	58
3.1 Introduction	
3.2 Caractéristiques des matériaux	
3.2.1 Ciment	
3.2.2 Laitier granulé de haut fourneau (GBFS)	
3.2.3 Métakaolin (MK)	
3.2.4 Solution de silicate de sodium	
3.2.5 L'hydroxyde de sodium (NaOH)	
3.2.6 Sable	
3.2.7 Eau	
3.2.8 Granulats pour béton	
3.3 MÉTHODOLOGIE DE L'ÉTUDE EXPÉRIMENTALE	
3.4 Optimisation et durabilité des mortiers Géopolyméres	
3.4.1 Formulation des mortiers géopolyméres	
3.4.2 Préparation et durcissement des éprouvettes	63
3.4.3 Formulation optimale	
3.4.3.1 Essais à l'état frais	
3.4.3.2 Essais à l'état durci	
3.5 FORMULATION ET CARACTÉRISATION DES BÉTONS	
3.5.1 Formulation	
3.5.1.1 Béton ordinaire BO (béton de référence)	
3.5.1.2 Béton géopolymère (BG)	
3.5.2 Protocoles d'essais	
3.5.2.1 Essais d'affaissement	
3.5.2.2 Essai de la teneur en air	
3.5.2.3 Essais de compression et traction par fendage	
3.5.2.4 Essai de traction sur tirants en béton armé : comportement à la fissuration	73
CHAPITRE 4 : RÉSULTATS SUR LES MORTIERS GÉOPOLYMÈRES	75
4.1 Introduction	75
4.2 DÉTERMINATION DE LA FORMULATION OPTIMALE	
4.2.1 Maniabilité	
4.2.2 Temps de prise	
4.2.3 Porosité	
4.2.4 Résistances mécaniques	
4.2.5 Le module dynamique (E _d)	
4.2.6 Efflorescence	
4.2.7 Caractérisation microstructurale	
4.2.8 Formulation optimale	
4.2.9 La durabilité	
4.2.9.1 Aspect visuel	84

4.2.9.2 Variation de la masse des éprouvettes	84
4.2.9.3 Résistance à la compression	85
4.2.9.4 Perte d'alcalinité	87
4.3 CONCLUSION	88
CHAPITRE 5 : RÉSULTATS SUR LE BÉTON GÉOPOLYMÈRE	90
5.1 Introduction	90
5.2 RÉSISTANCE MÉCANIQUE DES BÉTONS	90
5.3 Comportement à la fissuration	90
5.3.1 Béton armé ordinaire (BAO)	90
5.3.1.1 Relevé des fissures	90
5.3.1.2 Ouvertures des fissures	92
5.3.1.3 Influence du diamètre d'armature sur l'ouverture des fissures	96
5.3.2 Béton armé géopolymère (BAG)	98
5.3.2.1 Relevé des fissures	98
5.3.2.2 Ouvertures des fissures	100
5.3.2.3 Influence du pourcentage d'armature	104
5.4 Comparaison du comportement à la fissuration (BAO / BAG)	106
5.4.1 Influence du type de béton sur le comportement de fissuration	106
5.4.1.1 Cas BAO φ12 vs BAG φ12	106
5.4.1.1 Cas BAO φ14 vs BAG φ14	108
5.4.2 Influence du type de béton sur l'espacement des fissures	109
5.5 CONCLUSION	110
CONCLUSION GÉNÉRALE	111
RÉFÉRENCES	113

LISTE DES FIGURES

CHAPITRE 1 : LES GEOPOLYMERES : HISTOIRE, COMPOSITION, PROPRIETES ET USAGES	
Figure 1 1 : Géopolymère-aggloméré.	4
Figure 1 2 : Schéma illustrant la formation du géopolymère.	5
Figure 1 3 : Différents systèmes géopolymères en fonction du nombre d'unités siloxo SiAO.	5
Figure 1 4 : Images MEB de cendres volantes	7
Figure 1 5 : Organigramme illustrant le processus de fabrication du métakaolin.	7
Figure 1 6: Transformation de la kaolinite en métakaolin par élimination de l'hydroxyle.	8
Figure 1 7: Image MEB de la poudre de verre de 75 µm	10
Figure 1 8: NaOH sous forme de pastilles	11
Figure 1 9: Evolution de la solubilité du NaOH dans l'eau en fonction de la température.	12
Figure 1 10: Pastilles d'hydroxyde de potassium (KOH).	12
Figure 1 11: Evolution de la solubilité de KOH dans l'eau en fonction de la température	13
Figure 1 12: Evolution du rapport molaire de silicate soluble commercialisé en fonction de NaOH ajouté	14
Figure 1 13: P rocessus de géopolymérisation	15
Figure 1 14: Effet du rapport molaire sur la résistance à la compression des géopolymères à base de MK	16
Figure 1 15: Influence des rapports molaires des alcalins sur la résistance à la compression des géopolymère métakaolin	
Figure 1 16 : Effet de l'eau ajoutée sur le processus de géopolymérisation	20
Figure 1 17: Résistances mécaniques des géopolymères de MK en fonction de la température et la durée durcissement	
Figure 1 18: Comparaison d'émission de CO ₂ entre le béton de ciment et le béton géopolymère	23
Figure 1 19: Processus de production du géopolymère	24
Figure 1 20: Schéma de l'utilité du béton géopolymère dans la construction durable	24
Figure 1 21: Effet de la finesse des cendres volantes sur l'affaissement du GPC	25
Figure 1 22: Effet du rapport Na ₂ SO ₃ /NaOH sur l'affaissement du GPC	26
Figure 1 23: Influence des différents rapports massiques SiO2/Al2O3 sur la maniabilité du GPC	26
Figure 1 24: Influence de la molarité du NaOH sur le temps de début et fin de prise	27
Figure 1 25: Influence du replacement du GBFS par le MK sur le temps de début de prise	27
Figure 1 26: Relation entre la porosité segmentée et le temps de durcissement d'échantillons étudiés	29
Figure 1 27: Impact des rapports GBFS/MK et molaire (MR) sur la porosité ouverte	29
Figure 1 28: Relation entre le retrait au séchage et l'humidité relative.	30
Figure 1 29: Retrait au séchage du béton géopolymère avec différentes teneurs teneur en GBFS	31
Figure 1 30: Effet du métakaolin sur le retrait linéaire du béton géopolymère.	31
Figure 1 31: Influence de l'humidité relative sur le retrait des liants géopolymères et du ciment Portland	32
Figure 1 32: Mécanisme de l'efflorescence dans les géopolymères.	32
Figure 1 33: Impact du ratio Na ₂ SiO ₃ /NaOH sur la résistance en compression du béton géopolymère	34
Figure 1 34: Résistance à la compression du mortier géopolymère pour divers rapports liant/sable	34
Figure 1 35: La récistança à la traction du GPC à différente rapporte cable/candrae voluntes	35

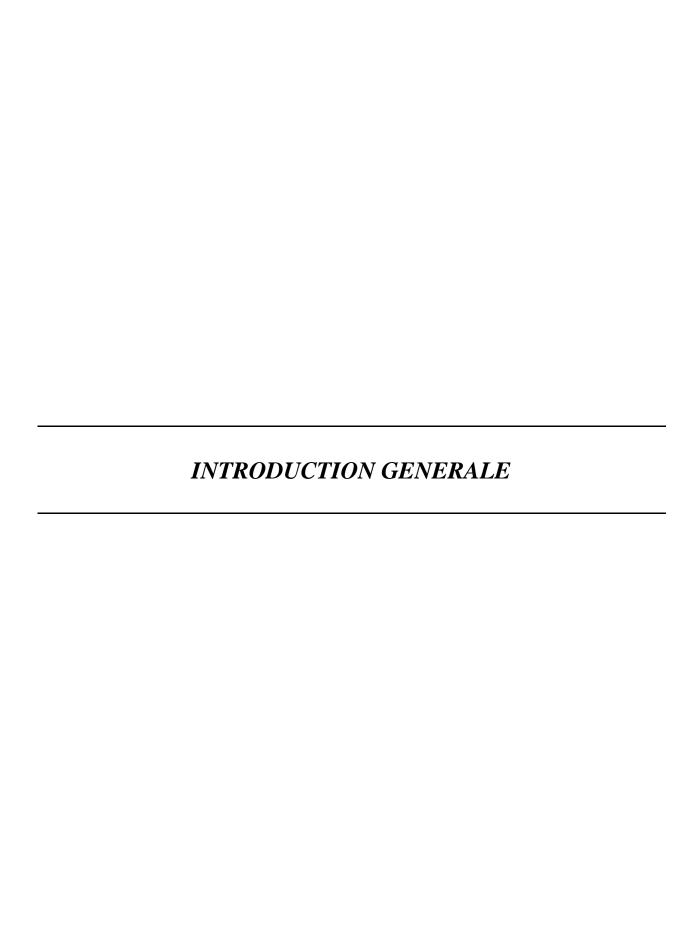
Figure 1 36: Résistance à la traction de béton géopolymère en fonction du taux de GBFS
Figure 1 37: Influence des concentrations de NaOH sur le module d'élasticité du béton géopolymère de cendres résiduelles
Figure 1 38: Le bâtiment résidentiel en béton géopolymère à Lieptsk, en Fédération de Russie37
Figure 1 39: Construction des pistes des bases aériennes en utilisant le ciment PYRAMENT37
Figure 1 40 : Bâtiment de (GCI) à l'Université du Queensland.
Figure 1 41: Résistance à la compression des mortiers géopolymères formulés à partir de MK et de GBFS38
Figure 1 42: Résistance à la compression des bétons formulés avec différentes proportions de GBFS/ (GBFS + MK) : $A-1,0,\ B-0,9,\ et\ C-0,8.$
CHAPITRE 2 : COMPORTEMENT A LA FISSURATION DES TIRANTS EN BETON ARME SOUMIS A LA TRACTION
Figure 2 1: Comportement expérimentale du béton en traction directe selon Terrien
Figure 2 2: Impact des dimensions des éprouvettes sur la résistance du béton tendu en flexion
Figure 2 3: Dispositif d'essai de traction des aciers
Figure 2 4 : Comportement en traction des aciers à béton laminés à chaud (exemple d'aciers de f_{yk} =500MPa)44
Figure 2 5: Comportement en traction des aciers à béton laminés à froid (exemple d'aciers de fyk =500MPa)44
Figure 2 6: Principe de l'essai de traction d'un tirant en béton armé
Figure 27: Comportement d'un tirant en béton armé soumis à la traction selon TRINH
Figure 2 8: Loi de comportement avec Δεm constant selon JOHNSON
Figure 2 9: Loi de comportement d'après VAN DER VEEN et BRUGGELING
Figure 2 10: Loi de comportement du tirant d'après RABICH
Figure 2 11 : Loi de comportement multi linéaire selon ESPION
Figure 2 12: Loi de comportement multi linéaire selon le code modèle 90
Figure 2 13: Loi hyperbolique du CEB d'un tirant
Figure 2 14: Répartition des contraintes dans l'acier et le béton durant la phase élastique
Figure 2 15 : Phase d'apparition de la première fissure.
Figure 2 16 : Phase de stabilisation des fissures.
Figure 2 17 : Fissuration interne du tirant, a) Vue d'ensemble de la structure, b) zoom sur une section du tirant53
Figure 2 18 : Facteurs responsables de la fissuration du béton
Figure 2 19 : Tirants testés par Daoud avec différents diamètres
Figure 2 20 : Variation de l'effort maximal d'arrachement en fonction du diamètre pour les barres Lisses et HA56
CHAPITRE 3: MATERIAUX ET METHODES EXPERIMENTALES
Figure 3 1 : Processus de préparation du GBFS : (a) état initial (avant broyage), (b) après broyage59
Figure 3 2 : Images SEM de GBFS
Figure 3 3 : Etapes de transformation du kaolin DD3 en métakaolin : (a) avant broyage, (b) après broyage, (c) après calcination
Figure 3 4 : Image SEM de MK
Figure 3 5 : Courbes granulométriques des granulats (sable et gravillon)
Figure 3 6 : Démarche de l'étude expérimentale

Figure 3 7 : Moulage et démoulage des éprouvettes des mortiers64
Figure 3 8 : Test de détermination du temps de prise du mortier
Figure 3 9 : Essai de résistance à la flexion
Figure 3 10 : Essai de résistance à la flexion et à la compression du mortier
Figure 3 11 : Echantillons testés pour la durabilité
Figure 3 12 : Méthodologie adoptée pour la formulation du béton géopolymère
Figure 3 13 : Moulage des éprouvettes de béton
Figure 3 14 : Essai de la teneur en air occlus.
Figure 3 15 : Teste de résistance à la compression à et traction par fendage du béton
Figure 3 16 : Schéma de l'essai de tirant en béton armé
Figure 3 17 : Les tirants testent
CHAPITRE 4: RESULTATS SUR LES MORTIERS GEOPOLYMERES
Figure 4 1 : Temps d'écoulement des mortiers.
Figure 4 2 : Temps de début et de fin de prise des mortiers
Figure 4 3 : Porosité des mortiers.
Figure 4 4 : Résistances à la compression (R _c) des mortiers
Figure 4 5 : Résistances à la flexion (R _f) des mortiers.
Figure 4 6 : Module d'élasticité dynamique (Ed) des MG et MP
Figure 47: Formation visible d'efflorescence sur les surfaces extérieures des échantillons des MG
Figure 4 8 : Micrographie électronique à balayage d'un mortier géopolymère MG9.
Figure 4 9 : Aspect visuel d'effet de l'exposition à l'acide sulfurique sur les (MG9) et (MP) après 288
Figure 4 10 : Changement de masse des spécimens du MG9 et MP après une exposition à l'acide sulfurique pendan 14 et 28 jours, a des concentrations de 1%,3% et 5%
Figure 4 11 : Résistance à la compression de MG9 et MP après 28 jours d'exposition à l'acide sulfurique à 1%, 3% e 5%
Figure 4 12 : Réduction en pourcentage de RC après une exposition a 1%,3% et 5% d'acide sulfurique87
Figure 4 13 : Perte d'alcalinité dans les MG9 et les MP, (a) non exposés et (b) après 28 jours d'exposition à 5% : d'acid sulfurique
Figure 4 14 : Pourcentage de Perte d'alcalinité dans les MG et les MP après 28 jours d'exposition à l'acide sulfuriqu à une concentration de 5%
CHAPITRE 5: RESULTATS SUR LE BETON GEOPOLYMERE
Figure 5 1 : Résistance mécanique du béton BG et BO
Figure 5 2 : L'apparition de fissure lors l'essai de traction pour le tirant du béton ordinaire armé (BOA $_{\phi12}$)9
Figure 5 3 : Fissuration du tirant en BAO $_{\phi14}$ pendant le test de traction
Figure 5 4 a : Diagramme contrainte - déformation $(\sigma_s$ - $\epsilon)$ de l'essai sur tirant $BAO_{\phi12}$ 9
Figure 5 4 b : L'ouverture moyenne des fissures du tirant $BAO_{\phi12}$ lors de l'essai de traction en fonction de contraint dans l'acier $(\sigma_s - W_k)$
Figure 5 4 c : Diagramme (W _k - ϵ) de l'essai sur tirant BAO $_{\phi12}$ 94
Figure 5 5 a : Diagramme $(\sigma_s$ - $\epsilon)$ d'un essai de tirant BOA ϕ_{14}
Figure 5 5 b : L'ouverture moyenne des fissures de tirant $BOA_{\phi14}$ en fonction de contrainte dans l'acier $(\sigma_s$ - $W_k)95$

Figure 5 5 c : Diagramme (Wm - ϵ) d'un essai de tirant BOA $_{\phi14}$	96
Figure 5 5 d : Diagramme $(W_j$ - $\epsilon)$ d'un essai de tirant $BOA_{\phi14.}$	96
Figure 5 6 a : Diagramme $(\sigma_s$ - $\epsilon)$ pour les tirants en béton ordinaire $\phi 12$ et $\phi 14$	97
Figure 5 6 b : Ouverture moyenne des fissures des tirants $BAO_{\phi12}BAO_{\phi14}$ en fonction de contrainte dans l'acier.	97
Figure 5 6 c : Ouverture moyenne des fissures- déformation (W $_k$ - ϵ) pour les tirants BAO $_{\phi12}$ et $_{\phi14}$	98
Figure 5 7 : Apparition des fissures du tirant $BAG_{\phi 12}$	99
Figure 5 8 : Apparition des fissures du tirant en BAG ϕ_{14} pendant l'essai de traction	100
Figure 5 9 a : Diagramme contrainte - déformation (σ_s - ϵ) de l'essai sur tirant BAG $_{\phi12}$	101
Figure 5 9 b : Ouverture moyenne des fissures lors de l'essai de traction du tirant $BAG_{\phi12}$	101
Figure 5 9 c : Diagramme (W $_k$ - $\epsilon)$ de l'essai sur tirant $BAG_{\varphi 12.}$	102
Figure 5 9 d : Diagramme (W_j - ϵ) d'un essai de tirant $BAG_{\phi 12.}$	102
Figure 5 10 a : Diagramme contrainte - déformation de l'essai sur tirant $BGA_{\phi 14}$	103
Figure 5 10 b : Ouverture moyenne des fissures du tirant $BAG_{\phi14}$ pendant l'essai de traction	103
Figure 5 10 c : Diagramme (Wk - ϵ) de l'essai sur tirant BAG_{\phi14}	104
Figure 5 10 d : Diagramme ouvertures moyennes des fissures individuelles - déformation $(W_j$ - $\epsilon)$ d'un essai de BAG $_{\phi 14}$.	
Figure 5 11 a : Diagramme $(\sigma_s$ - $\epsilon)$ pour les tirants en béton géopolymère $\phi 12$ et $\phi 14$	105
Figure 5 11 b : Ouverture moyenne des fissures des tirants $BAG_{\phi12}$ et $BAG_{\phi14}$.	105
Figure 5 11 c : Diagramme (W $_k$ - ϵ) pour les tirants en BAG $_{\phi12}$ et BAG $_{\phi14}$.	106
Figure 5 12 a : Ouverture moyenne des fissures des tirants $BAO_{\phi12}$ et $BAG_{\phi12}$	107
Figure 5 12 b : Diagramme (W _k - ϵ) pour les tirants BAG $_{\phi12}$ et BAO $_{\phi12}$	107
Figure 5 13 a : Ouverture moyenne des fissures des tirants $BAO_{\phi14}$ et $BAG_{\phi14}$	108
Figure 5 13 b : Diagramme (W $_k$ - ϵ) pour les tirants $BAG_{\phi 14}$ et $BAO_{\phi 14}$.	109

LISTE DES TABLEAUX

CHAPITRE 1 : LES GEOPOLYMERES : HISTOIRE, COMPOSITION, PROPRIETES ET USA	GES
Tableau 1 1: Rapports molaires d'oxydes recommandés pour les géopolymères	20
CHAPITRE 3 : MATERIAUX ET METHODES EXPERIMENTALES	
Tableau 3 1 : Composition chimique du MK, GBFS et ciment.	58
Tableau 3 2 : Caractéristiques physiques des granulats	
Tableau 3 3 : Composition des mortiers Portland et géopolymère	
Tableau 3 4 : Formulations des bétons.	71
CHARTER A. DECHI TATCCHR LECMORTERC CEOROL VMEREC	
CHAPITRE 4: RESULTATS SUR LES MORTIERS GEOPOLYMERES Tablacu 4.1 : Formulations entimales des lients géonglymènes	92
Tableau 4 1 : Formulations optimales des liants géopolymères	
Tableau 4 2 : La Formulation idéale du MG.	
Tableau 4 3 : Formulation de liant géopolymère optimal pour 1m³	889
CHAPITRE 5 : RESULTATS SUR LE BETON GEOPOLYMERE	
Tableau 5 1 : Comparaison de la fissuration sous déformation imposée des tirants BAO (ϕ_{12}, ϕ_{14})	98
Tableau 5 2 : Comparaison de la fissuration sous déformation imposée des tirants BAG (ϕ_{12}, ϕ_{14})	106
Tableau 5 3 : Comparaison entre BAO $_{\phi12}$ et BAG $_{\phi12}$	107
Tableau 5 4 : Comparaison entre BAO $_{\phi14}$ et BAG $_{\phi14}$	109
Tableau 5 5 : W _k des tirants BAG et BAO.	110



INTRODUCTION GENERALE

De nos jours, le béton est un matériau largement employé dans les applications du domaine de bâtiment, travaux publics et d'hydraulique. Ses propriétés mécaniques, sa longévité et sa facilité d'application lui permet d'occuper cette place. Il est généralement constitué de ciment Portland en tant que liant principal.

Cependant, la fabrication du ciment Portland est une source importante d'émissions de CO₂ qui joue un rôle important dans le changement climatique. En effet, la fabrication d'une tonne de ciment Portland génère entre 0,7 et 0,8 tonne de CO₂. Pour diminuer cet impact environnemental, les chercheurs se sont orientés vers des matériaux alternatifs, en développant des liants plus écologiques. Parmi ces alternatives, on trouve les « liants géopolymères ».

Ces liants géopolymères contribuent à réduire les émissions de CO₂ tout en diminuant la quantité d'énergie nécessaire à la fabrication du ciment. Ils offrent également d'excellentes propriétés mécaniques, telles qu'une bonne résistance au feu et aux attaques chimiques, ainsi qu'une grande durabilité. Ils sont fabriqués à partir de matières premières de nature aluminosilicates et une solution alcaline d'hydroxydes ou de silicates de sodium. Les sources principales de matériaux aluminosilicates les plus utilisés dans les liants géopolymères sont la cendre volante (FA), le laitier de haut fourneau (GBFS) et le métakaolin (MK). Cependant, les recherches se sont principalement focalisées sur les géopolymères à base d'un seul type matériau, ce qui a fait que les études sur de la combinaison entre plusieurs matériaux à la fois sont toujours limitées.

Les caractéristiques des géopolymères présentent une grande variabilité d'une étude à l'autre en raison de divers facteurs, notamment les caractéristiques chimiques et physiques des matières premières aluminosilicates tels que les rapports Si/Al et Na₂O/Al₂O₃, la concentration idéale d'activateurs alcalins ainsi que les conditions dont lesquelles sont conservées les éprouvettes, notamment la température. De plus, la multitude des sources de matériaux aluminosilicates et leurs compositions variables en minéraux aluminosilicates (%Si et %Al) rendent difficile la prédiction d'un mélange optimal et des caractéristiques des géopolymères.

Le béton, bien qu'il soit largement employé grâce à ses caractéristiques mécaniques, présente une tendance naturelle à se fissurer ce qui constitue un défi majeur pour la promotion et l'évolution des matériaux de construction. En effet, les fissures se créent dans la partie tendue des éléments structuraux. Bien que les armatures en acier soient conçues pour renforcer le béton et limiter la propagation des fissures, elles ne peuvent pas totalement empêcher leur formation. Ainsi, malgré la présence de renforts, des fissures peuvent se développer, ce qui pose un défi supplémentaire pour la durabilité et les caractéristiques des constructions en béton armé. Malgré les nombreuses études menées pour comprendre le comportement des bétons géopolymères, aucune recherche

approfondie n'a encore été réalisée sur le comportement à la fissuration du béton géopolymère armé.

Les travaux menés dans cette thèse concernent en premier lieu l'optimisation de la formulation d'un liant géopolymère composé de matériaux locaux à savoir le laitier de haut fourneau d'El Hadjar (région d'Annaba) et le métakaolin produit à partir du kaolin de Djebel Debagh (région de Guelma). En second lieu, l'objectif consiste à étudier le comportement à la fissuration des tirants en béton armé géopolymère. La thèse est scindée en deux parties comportant cinq chapitres, afin d'aborder ces objectifs de manière détaillée.

Le premier chapitre présente une revue bibliographique sur les géopolymères, en abordant leur histoire, leurs caractéristiques, leur composition et leurs applications. Il analyse en détail les divers aspects de leur formulation, les facteurs influençant leurs caractéristiques, ainsi que les avantages, limites et leurs domaines d'utilisation.

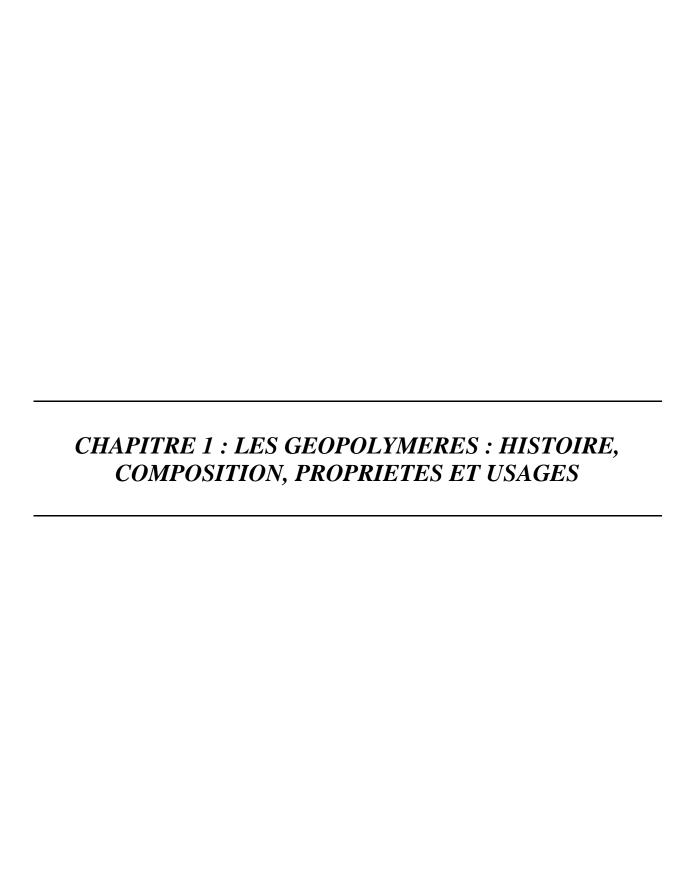
Le deuxième chapitre propose une revue bibliographique sur le comportement à la fissuration des tirants en béton armé soumis à la traction pure. Le comportement mécanique combiné entre le béton et l'acier sous chargement axiale pour différents études est analysé et discuté. Une synthèse globale sur la fissuration des tirants, la liaison acier-béton et les mécanismes d'adhérence entre ces deux matériaux est exposée.

Le troisième chapitre expose les différents protocoles expérimentaux suivis pour la formulation des mortiers et du béton géopolymère. Il décrit également les matériaux utilisés ainsi que les différentes méthodes et techniques mises en œuvre pour leur caractérisation. Ce chapitre détaille également les procédures et approches utilisées pour analyser le comportement à la fissuration des tirants en béton armé.

Le quatrième chapitre a pour objectif d'identifier la formulation optimale d'un géopolymère en utilisant plusieurs proportions des matériaux locaux (laitier de haut fourneau et métakaolin). Il analyse également les caractéristiques du géopolymère en termes de durabilité face aux attaques acides en le comparant au mortier Portland. L'objectif ici est de formuler un béton géopolymère à la fois performant et résistant.

Le cinquième chapitre a pour objectif d'évaluer de manière approfondie le comportement à la fissuration des tirants en béton armé géopolymère, en le comparant avec ceux fabriqués à partir de béton ordinaire à base de ciment Portland.

La thèse se conclut par une synthèse générale des principaux résultats obtenus.



CHAPITRE 1: LES GEOPOLYMERES : HISTOIRE, COMPOSITION, PROPRIETES ET USAGES

1.1 Introduction

Les géopolymères peuvent être élaborés à partir de diverses matières premières aluminosilicates. Ces matières ou matériaux concernent notamment les cendres volantes, les argiles calcinées, le laitier de haut fourneau, le métakaolin, les déchets de verre, la fumée de silice, les résidus miniers, la zéolite et la balle de riz. Leurs performances mécaniques, physiques et thermiques dépendent de la nature et la composition des matières premières, les concentrations des activateurs ainsi que les conditions de cure. Ce chapitre propose une revue sur la composition, les caractéristiques et la formulation des géopolymères, en examinant leurs propriétés, les paramètres qui les affectent, ainsi que leurs avantages et inconvénients, ainsi que leurs applications.

1.2 HISTORIQUE DES GEOPOLYMERES

Pendant la période allant de 1970 à 1973, la France a été touchée par une série d'incendies catastrophiques impliquant des plastiques organiques courants [1]. Parmi ces incidents, l'incendie horrible du dancing "Cinq/Sept" en 1970, qui démontre clairement que les matériaux de décoration de type polyester représentent un danger invraisemblable. À cette époque, le chimiste français Joseph Davidovits, qui travaillé dans un laboratoire de textiles, a été confronté plusieurs fois au danger d'inflammabilité des blouses et de bas en nylon, qui a provoqué de graves accidents en entreprise. Devant ce problème, il était nécessaire de mettre sur le marché des matériaux ininflammables. La possibilité de réaliser cela était bien connue dans le secteur de l'industrie chimique, grâce à l'incorporation de phosphines dans le matériau. En revanche, les phosphines constituent des produits toxiques, ce qui rend leur utilisation inacceptable, car cela reviendrait à remplacer un danger par un autre. Dans les incendies, la flamme n'est pas le plus dangereux, mais le dégagement de fumées toxiques [2]. Pour ces raisons, Davidovits a concentré ses travaux sur la recherche de plastiques ininflammables et incombustibles [1], [2]. La solution réside dans l'exploitation d'éléments minéraux, comme la silice. Mais il faut surmonter une difficulté, celle d'effectuer l'opération de transformation à basse température [2]. Dans ce contexte qui est axé sur le développement de nouveaux matériaux polymères inorganiques, il a été remarqué que les conditions hydrothermales simples régissent la synthèse de certains plastiques organiques ainsi que de feldspathoïdes minéraux résistants à la chaleur et de zéolites. Durant cette période, la littérature scientifique indiquait que la géochimie permettant la synthèse des zéolithes et des tamis moléculaires n'avait pas été étudiée pour la production de liants inorganiques et de polymères. Davidovits a commencé de développer des

matériaux silico-aluminates tridimensionnels amorphes à semi-cristallins, qu'il a nommés "géopolymères" [1].

Les premières utilisations des géopolymères dans le domaine de construction été dans les années entre 1973 à 1976. Ces applications consistent en des panneaux géopolymères agglomérés résistants au feu (Figure 1 1), composés d'une âme en bois et de deux revêtements nano composites SILIFACE [1].

Les premiers ciments géopolymères ont été développés en 1983. Composé de 80% de ciment Portland et de 20% de laitier de haut fourneau, ce ciment dispose d'une bonne résistance aux acides et durcit rapidement à température ambiante, atteignant environ 20 MPa en compression après seulement 4 heures à 20°C. A 28 jours, sa résistance augmente pour atteindre entre 70 et 100 MPa. L'ajout de laitier de haut fourneau au géopolymère a réduit le temps de prise et en même temps augmenté significativement les résistances mécaniques (flexion et compression) [1].

À partir de 1979, les liants géopolymères ont été développés et leurs domaines d'application se sont progressivement diversifiés. Ils sont aujourd'hui utilisés dans plusieurs secteurs, tels que l'industrie nucléaire (pour la stabilisation et l'immobilisation des déchets radioactifs), la reproduction d'objets d'art et de sculptures historiques, l'isolation thermique des bâtiments, la fabrication de matériaux réfractaires pour les fours, ainsi que dans le moulage et l'emboutissage de pièces techniques. Par ailleurs, ces liants ont également trouvé des applications en recherche archéologique, notamment pour la reconstitution de matériaux anciens [1].



Figure 1 1 : Géopolymère-aggloméré [1].

1.3 TERMINOLOGIE ET STRUCTURE DES GEOPOLYMERES

Le géopolymère est reconnu comme un liant de troisième génération, succédant à la chaux et au ciment Portland traditionnel. Ce terme est généralement employé pour désigner un aluminosilicate alcalin amorphe. Il est également utilisé pour décrire divers matériaux tels que les « polymères inorganiques » et les « ciments activés par des alcalis » [3] introduit par Davidovits en 1979 [1]. Ils sont généralement fabriqués par l'activation de matières premières aluminosilicates à l'aide d'une solution alcaline de silicates et/ou d'hydroxydes de sodium qui durcit à température ambiante ou légèrement élevée [4], [5], [6], [7] (Figure 1 2). Ce processus de formation du liant géopolymère est désigné sous le terme « géopolymérisation » [8].

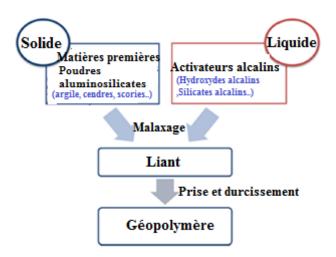


Figure 1 2 : Schéma illustrant la formation du géopolymère [8].

Les géopolymères sont classés en trois catégories selon leurs ratios Si/Al : poly(sialate), poly(sialate-siloxo), et poly(sialate-disiloxo) (voir figure 1 3). Ces géopolymères possèdent une structure amorphe à semi-cristalline constituée de réseaux tridimensionnels Si-O-Al où les tétraèdres SiO₄ et AlO₄ sont liés en alternance, partageant des atomes d'oxygène. Les charges négatives de l'Al sont équilibrées par des cations (Na⁺, K⁺, Li⁺, Ca₂⁺, Ba₂⁺, NH₄⁺, et H₃O⁺) qui maintiennent la neutralité et l'intégrité structurelle des géopolymères [8].

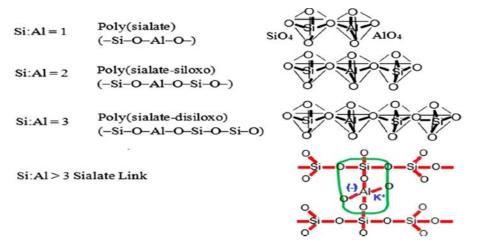


Figure 1 3 : Différents systèmes géopolymères en fonction du nombre d'unités siloxo SiAO [8].

La formule empirique des géopolymères est exprimée par :

Mn
$$\{ (SiO_2) z_AlO_2 \}.wH_2O.....[8].$$

M représente un cation comme K^+ , Na^+ ou Ca_2^+ ; n indique le degré de polycondensation ; z peut être 1, 2 ou 3 ; et w correspond à la quantité d'eau liante [8].

1.4 Composition des geopolymeres

Les géopolymères sont constitués de deux principaux composants : poudres aluminosilicates et solutions alcalines activantes [4].

1.4.1 Poudres aluminosilicates

Les précurseurs aluminosilicates jouent un rôle essentiel dans la fabrication des géopolymères. Leur composition chimique joue un rôle crucial dans le processus de géopolymérisation. Ces précurseurs sont généralement composés principalement de silicates et d'aluminates qui se dissolvent en milieu alcalin pour former un gel dur. Les tailles des particules des précurseurs est aussi importante et constitue un facteur déterminant, car elle influe sur la vitesse de la mise en solution des monomères [3]. Le choix entre les différentes poudres précurseurs dépend de divers facteurs tels que leur disponibilité, leur coût et le leur type d'application [9]. Il est à noter que la plupart de ces précurseurs proviennent de déchets générés par divers processus industriels, les plus couramment utilisées sont présentés ci-après.

1.4.1.1 Cendre volante

Les cendres volantes également connues sous le nom de "cendres de combustible pulvérisé" [3], [10], [11], sont des sous-produits provenant de la combustion du charbon des centrales électriques. Elles sont généralement composées d'aluminates, de silicates et de fer [3], [5]. La granulométrie montre que les particules des cendres ont une surface Blaine et une taille moyenne de 0,37 m²/g et 9 µm, respectivement. Ces particules ont une forme circulaire, comme illustré dans la figure 1 4 [3]. Ce matériau présente de nombreux avantages environnementaux en réduisant la mise en décharges des cendres, la consommation d'énergie nécessaire au transport et traitement, la consommation d'eau ainsi que les émissions de CO2. Toutefois, les cendres volantes replacent une partie de la quantité de clinker ce qui permet de réduire l'utilisation de ce produit dans la fabrication du ciment. Il faut préciser que la production d'une tonne de ciment génère environ une tonne de CO2. Les cendres ont été adoptées récemment comme matériau alternatif pour produire des géopolymères [5]. Ce matériau est facilement disponible dans le monde entier et est généralement classé en deux catégories [12], [13] à savoir :

Les cendres volantes de classe F provenant de la combustion de charbons bitumineux et qui se distinguent par leur très faible teneur en CaO (oxyde de calcium) [13], [14]. Sa composition est similaire à celle des cendres volcaniques naturelles [13], [15]. Ce dernier présente les avantages d'un prix bas, d'une disponibilité facile, d'une bonne structure sphérique, riche en aluminate de haute activité et en silicate amorphe...etc [13]. Ce type est largement employé dans la fabrication des géopolymères à cause de sa faible teneur en chaux [5], [3], [16], [17].

Les cendres volantes de classe C provenant du lignite et le charbon sous-bitumineux et qui se distinguent par une haute teneur en calcium [13], [14].

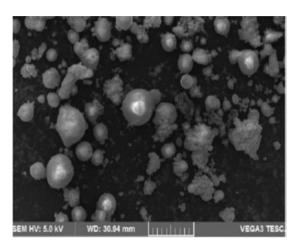


Figure 1 4 : Images MEB de cendres volantes [3].

1.4.1.2 Métakaolin

Le métakaolin (MK) est considéré comme une nouvelle génération de matériau cimentaire supplémentaire, appartenant à la catégorie des additions pouzzolaniques. Ces matériaux cimentaires supplémentaires sont des poudres fines utilisées en substitution partielle du ciment dans le béton [18]. L'incorporation du MK dans les matériaux cimentaires améliore diverses propriétés des bétons et présent des avantages environnementaux considérables [19], [20]. Contrairement à d'autres matériaux cimentaires supplémentaires, le métakaolin n'est pas un sous-produit industriel. Il provient de minéraux naturels et est produit dans des conditions rigoureusement contrôlées afin d'améliorer ses propriétés physiques, telles que la couleur, la taille des particules, avec un haut degré de pureté et une réactivité pouzzolanique optimale [20]. Généralement, Le métakaolin est obtenu par traitement thermique, c'est-à-dire par calcination d'argiles kaoliniques dans une plage de température spécifique de 500 à 900 °C, afin d'améliorer sa réactivité (comme le montre la figure 1 5) [20], [21]. Ce processus est communément appelé déshydroxylation [22] et peut être représenté par une équation simple :

 $Al_2O_3.2SiO_2.2H_2O \rightarrow Al_2O_3.2SiO_2+2H_2O...$ [22].

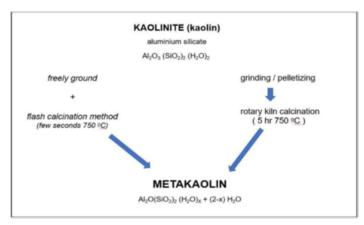


Figure 1 5 : Organigramme illustrant le processus de fabrication du métakaolin [20].

Dans la kaolinite, les ions hydroxyles sont fortement liés à la structure en aluminosilicate, et leur élimination ne se produit qu'à des températures supérieures à 550 °C [20], [23]. Lorsque la kaolinite est exposée à des températures plus élevées, une déshydroxylation se produit, conduisant à la perte des molécules d'eau structurelle disponibles. Cette perte d'eau structurelle entraîne la formation d'une structure moléculaire fortement désordonnée (Figure 1 6), le processus mène à la formation de métakaolin. La différence fondamentale entre les matériaux ainsi obtenus réside dans leur nature : le métakaolin est hautement amorphe, tandis que la kaolinite présente une structure cristalline [20], [24], [25], [26]. La nature amorphe du métakaolin est considérée comme très réactive lorsqu'elle est exposée à une solution alcaline/alcaline [20]. De plus, c'est un excellent adjuvant minéral puisqu'il dispose d'une teneur élevée en silice et en alumine.

Le métakaolin peut être incorporé dans les mélanges de béton traditionnel pour améliorer ses performances mécaniques et sa durabilité [20]. Cette amélioration est principalement due à sa forte réactivité pouzzolanique, qui favorise la formation de produits hydratés (aluminates de calcium et de silicium) au moment de sa réaction avec l'hydroxyde de calcium (Ca(OH)₂) [20].

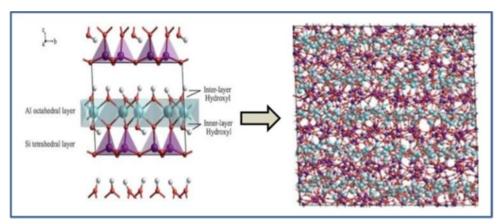


Figure 1 6: Transformation de la kaolinite en métakaolin par élimination de l'hydroxyle [20-27].

De nombreuses études ont porté sur la transformation thermique du kaolin. Il a été montré que des facteurs tel que la température, la durée de chauffage et la vitesse, ainsi que les conditions de refroidissement et les conditions ambiantes, ont une influence significative sur le processus de déshydroxylation [28-29].

Le métakaolin s'est imposé comme le précurseur privilégié des précurseurs en raison de sa richesse en aluminosilicates, de sa forte réactivité et de sa faible teneur en impuretés. Des travaux antérieurs ont indiqué que la réactivité du métakaolin est optimale lorsque le rapport molaire Si/Al est faible, tandis que la présence d'impuretés dans sa composition comme le quartz, diminue l'ampleur de la géopolymérisation et par conséquence la résistance à la compression. Il a été constaté aussi que la densité de la matrice géopolymère et la résistance à la compression augmentent lorsque la taille des particules de métakaolin est réduite [30].

1.4.1.3 Laitier de haut fourneau

Le laitier de haut fourneau (GBFS) est un sous-produit industriel constitué principalement de silicates de calcium, de silicates d'alumine. Il est produit au moment de la fusion des minerais

de fer, de coke et de calcaire dans un haut fourneau, cela entraîne la production de fer fondu et de scories fondues à une température d'environ 1500 °C conformément à la norme ASTM C 125-16 [31]. Il existe trois types essentiels de BFS, à savoir les scories granulées, les scories refroidies à l'air et les scories expansées peuvent être obtenus selon les méthodes de refroidissement et de solidification des scories fondues [31].

- Le GBFS est produit en refroidissant rapidement le laitier fondu en le projetant avec de l'eau sous haute pression. Il se présente sous forme de particules granulaires vitreuses, généralement de taille inférieure à 5 mm, similaire au sable. Après un traitement supplémentaire, comprenant le séchage suivi du broyage pour obtenir une fine poudre, le GBFS peut être directement utilisé en substitution du ciment ordinaire [31] dans le but d'améliorer ses caractéristiques à long terme des bétons (résistance aux sulfates, porosité et réactivité des silicates alcalins, réduction de la demande en eau, la perméabilité et la chaleur d'hydratation [3], [13], [32]). Sa forte teneur en oxyde de calcium (chaux CaO) favorise la réaction de géopolymérisation et améliore la résistance initiale. En outre, plusieurs recherches ont ajouté le GBFS dans la composition des géopolymères à base de cendres volantes pour optimiser leurs performances au jeune âge [3]. L'utilisation du GBFS est très répandue dans la production des géopolymères en raison de sa réactivité élevée, et il est même possible d'obtenir une bonne vitesse de réaction à une température aussi basse que 0 °C [13]. La masse volumique spécifique du GBFS est d'environ 2,90 tonnes/m³, tandis que sa surface spécifique peut varier d'un pays à l'autre, se situant généralement entre 375 à 450 m²/kg. La forme des particules du GBFS peut aller de sous-angulaire à sous-ronde [31].
- Laitier de haut fourneau refroidi à l'air (ABFS): Ce type de laitier est refroidi naturellement à l'air. Lorsque les scories fondues sont dirigées vers des fosses ou des baies souterraines où elles solidifient dans les conditions atmosphériques prédominantes, elles se transforment en laitier de haut fourneau refroidi à l'air (ABFS) qui présente une structure cristalline solide similaire à celle d'une roche. L'ABFS est un matériau résistant et compact, employé dans diverses applications telles que le ballast ferroviaire, le traitement des matériaux routiers, remplacement du sable dans le béton, ou en général, partout où une base lourde et solide est requise [31].
- Le laitier expansé est fabriqué à l'aide d'un appareil mécanique, avec une quantité limitée d'eau de refroidissement, ce qui permet d'obtenir un matériau léger et sec. Ce matériau est fréquemment utilisé dans les briques d'isolation, de blocs légers ainsi dans le béton léger [31].

1.4.1.4 Poudre de verre

La poudre de verre est un matériau polyvalent en raison de ses propriétés non métallique, de sa faible perméabilité, de sa grande durabilité et de sa ductilité [33]. Elle est obtenue en broyant des déchets de verre pour produire un matériau réactif [3]. Cette poudre est composée principalement de silice, avec une proportion élevée de (72 % de SiO₂), et elle contient également une quantité significative de calcium, représentant (10 % de CaO), Ce qui en fait une

matière première essentielle d'aluminosilicate pour la fabrication de liants géopolymères. Ses propriétés physiques et chimiques sont comparables à celles du ciment [33].

La figure 1 7 présente l'analyse morphologique et microscopique de la poudre, Elle met en évidence la présence de particules irrégulières et anguleuses. Ces caractéristiques sont en grande partie responsables de leur dissolution rapide dans un environnement alcalin, ce qui en fait une source abondante de silice pour les liants géopolymères [33].

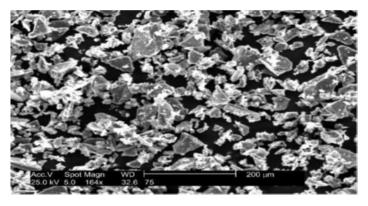


Figure 17: Image MEB de la poudre de verre de 75 µm [33-34].

1.4.1.5 Autres matières premières

Les divers minéraux naturels comme la bentonite, la diatomite, l'halloysite, la bauxite, la mullite, les cendres volcaniques, les fumées de silice, les cendres de balle de riz, la boue rouge, la gangue de charbon et les scories de nickel à haute teneur en magnésium sont clairement des matériaux aluminosilicates et servent de précurseurs aux géopolymères [13]. Cependant, en raison de la faible teneur en phase amorphe de certains de ces minéraux naturels, ce qui entraîne une activité insuffisante, certains d'entre eux doivent subir un prétraitement à haute température et un traitement d'activation mécanique [13].

En résumé, les matières premières peuvent être des minéraux naturels classés parmi les aluminosilicates, composés de silicium, d'aluminium, d'oxygène et d'autres éléments possibles. Elles doivent présenter des caractéristiques amorphes et une grande facilité à libérer l'aluminium. Dans les futures recherches, il est impératif de développer des matériaux géopolymères à faible consommation d'énergie [13].

1.4.2 Activateurs alcalins

De nombreuses études ont démontré que les matériaux géopolymères sont généralement activés par des activateurs alcalins, qui peuvent se présenter sous forme liquide ou solide [13]. Cependant, les alcalis très corrosifs sont rarement employés comme activateurs et sont progressivement remplacés par divers activateurs solides [13].

Des chercheurs ont examiné différents activateurs alcalins pour la fabrication des géopolymères parmi eux on a le silicate de sodium (Na₂SiO₃), le carbonate de sodium (Na₂CO₃), l'hydroxyde de sodium (NaOH) ou de potassium (KOH), le verre soluble de sodium, la chaux hydratée, la solution d'hydroxyde de lithium, le carbonate de lithium, l'oxyde de calcium, le sulfate de sodium et l'aluminate de calcium l'aluminate de sodium [13]. Dans certains cas, les

géopolymères sont activés à l'aide d'activateurs acides comme l'acide phosphorique [13]. Les silicates et les hydroxydes sont les activateurs les plus couramment employés. Parmi eux, le silicate de sodium (NaOH) est le plus fréquemment utilisé en raison de son coût plus abordable par rapport aux solutions à base de potassium. Ces composants peuvent être appliqués de manière individuelle ou en combinaison [35]. En outre, leur choix dépend des caractéristiques des poudres aluminosilicates utilisées [13].

1.4.2.1 Hydroxyde alcalin

Les solutions de NaOH ou de KOH sont les plus répondu comme activateur des matériaux aluminosilicates. Généralement, une concentration élevée de la solution alcaline augmente la dissolution des aluminosilicates, ce qui peut avoir un impact significatif sur la résistance finale des géopolymères. Cependant, la plupart des chercheurs sont d'accord pour dire que les aluminosilicates se dissolvent plus facilement dans la solution de NaOH que dans celle de KOH. La dissolution plus rapide des aluminosilicates dans la solution de NaOH favorise généralement le développement d'une résistance à la compression plus élevée par rapport à celle obtenue avec la solution de KOH [8].

a) Hydroxyde de sodium

Le NaOH appelé également « soude caustique » se présente comme un solide blanc (figure 1 8). À température et pression normales il se présente sous forme cristalline d'un solide ionique et fond à 315°C. Ce composé est obtenu par électrolyse du chlorure de sodium (NaCl) et se présente sous forme de pastilles, de paillettes ou de billes blanches. En raison de sa nature corrosive, l'hydroxyde de sodium est considéré comme un produit dangereux. Sa masse volumique est de 2,1 g/cm³ et sa masse molaire est de 39,99 g/mol [36].



Figure 1 8: NaOH sous forme de pastilles [36].

Sa solubilité dans l'eau dépend de la température (figure 1 9). A titre d'exemple, à une température de 80°C et pression constante, la solubilité peut atteindre 3137 g/L alors qu'à 20°C, cette solubilité est réduite à 1090 g/L [36].

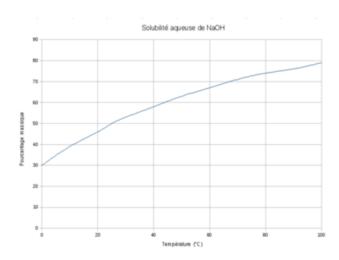


Figure 1 9: Evolution de la solubilité du NaOH dans l'eau en fonction de la température [36].

b) Hydroxyde de potassium

Le KOH connu sous le nom « potasse caustique », est une substance chimique qui se présente sous forme de solide blanc à température et pression ambiante (figure 1 10). Son point de fusion est inférieur à 400°C sans décomposition. Hautement soluble dans l'alcool et dans l'eau, il est également très hygroscopique, déliquescent à l'air humide, corrosif et fortement basique. En raison de ces propriétés, l'hydroxyde de potassium est considéré comme un produit dangereux. Sa masse volumique est de 2,044 g/cm³ et sa masse molaire est de 56,105 g/mol [36].



Figure 1 10: Pastilles d'hydroxyde de potassium (KOH) [36].

Le KOH a une solubilité dans l'eau inférieure que celle du NaOH. À 15 °C, sa solubilité est de 107 g pour 100 g d'eau. Cette solubilité augmente légèrement avec la température (figure 1 11), atteignant 178 g pour 100 g d'eau à 100 °C [36].

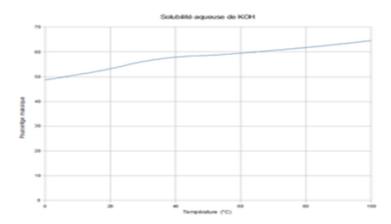


Figure 1 11: Evolution de la solubilité de KOH dans l'eau en fonction de la température [36].

1.4.2.2 Silicate alcalin

a) Silicate de sodium

Le Na₂SiO₃ est un composé chimique sous forme de poudre blanche, très soluble dans l'eau. Il agit en tant que base forte, générant des solutions extrêmement alcalines dont le pH peut atteindre 13 en solution à 1 %. Ce composé est aussi désigné sous le nom de méta-silicate de sodium. D'autre part, ces solutions se révèlent corrosives pour la peau. Il peut également se former de manière naturelle lorsque le dioxyde de silicium réagit avec du carbonate de sodium en fusion, selon l'équation chimique suivante [36] :

$$SiO_2+ Na_2CO_3 \rightarrow Na_2SiO_3+ CO_2....$$
 [36].

Il existe deux formes principales de silicate de sodium :

- La forme anhydre, qui se présente comme un solide cristallin translucide à blanc avec la formule Na₂SiO₃.
- La forme hydratée, représentée par Na₂SiO₃.nH₂O, est parfois désignée sous le nom de "verre liquide".

Le Na₂SiO₃ se compose généralement de dioxyde de silicium (SiO₂) et de dioxyde de sodium (Na₂O) avec des proportions variables exprimées par la formule générale SiO₂.n Na₂O, où "n" représente le rapport molaire entre SiO₂ et Na₂O. Dans les solutions commerciales, le rapport molaire du silicate de sodium varie généralement entre 1,60 et 3,85 [37]. La composition de ces solutions peut être caractérisée par deux paramètres : le rapport molaire SiO₂/Na₂O et la quantité de SiO₂ ou Na₂O présente. Le rapport molaire SiO₂/Na₂O choisi pour formuler un liant géopolymère dépend largement de la matière première activée. En conséquence, l'ajustement de ce rapport dans une solution commerciale de Na₂SiO₃ est plus souvent réalisé en ajoutant du NaOH. La figure 1 12 présente une courbe illustrant la méthode pour atteindre un rapport molaire spécifique en ajoutant du NaOH à des silicates solubles commercialisés [38].

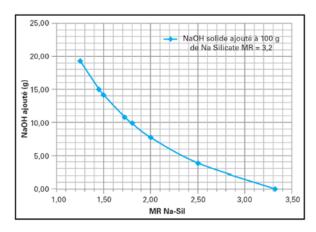


Figure 1 12: Evolution du rapport molaire de silicate soluble commercialisé en fonction de NaOH ajouté [38].

b) Silicate de potassium

Le K₂SiO₃ est un composé soluble dans l'eau. Il est couramment employé dans la production de peintures minérales utilisées pour des murs couverts de mortier de ciment ou de chaux. Il se présente généralement sous forme de poudre blanche, avec une masse molaire de 155 g/mol. Il est synthétisé par la réaction entre l'hydroxyde de potassium (KOH) et le dioxyde de silicium (SiO₂) [36]. Cependant, son utilisation dans le domaine des géopolymères reste très limitée en raison de sa disponibilité restreinte sur le marché ainsi que de son coût relativement élevé.

1.5 MECANISME DE GEO-POLYMERISATION

La géopolymérisation est un processus chimique qui implique la formation d'un liant géopolymère. Les étapes de ce processus sont les suivantes :

Lors du mélange de la poudre aluminosilicate avec la solution alcaline, celle-ci se dissout et forme probablement des monomères. Par la suite, ces espèces sont intégrées dans la phase aqueuse, qui pourrait déjà comporter du silicate, entraînant ainsi la formation d'une solution d'aluminosilicate sursaturée (À un pH élevé, les aluminosilicates amorphes se dissolvent rapidement, ce qui favorise la formation d'une solution d'aluminosilicate sursaturée). Cette sursaturation entraîne la formation d'un gel, puisque les oligomères dissous dans la phase aqueuse se condensent en grands réseaux par condensation. Une fois le gel formé, le système continue à se réarranger et à se réorganiser, ce qui mène à une croissance de la connectivité du réseau de gel. Par conséquence, cela conduit à la formation du réseau tridimensionnel d'aluminosilicate généralement attribué aux géopolymères (figure 1 13) [39].

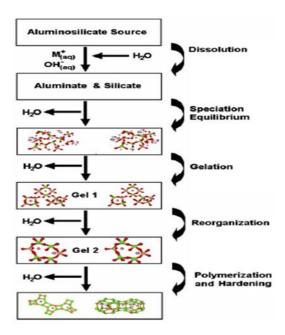


Figure 1 13: Processus de géopolymérisation [39].

1.6 PARAMÈTRES DE FORMULATION DES LIANTS GÉOPOLYMÈRES

La mise au point des liants géopolymères est un processus complexe qui nécessite de prendre en compte de nombreuses étapes et paramètres clés. Cette complexité découle principalement de la diversité des matières premières employées, lesquelles sont issues de diverses origines et présentent des compositions minérales variées, ce qui entraîne une variation de leurs propriétés d'une formulation à l'autre [4], [40]. La littérature propose diverses méthodes de formulation qui reposent sur une gamme de paramètres, notamment le ratio SiO₂/Al₂O₃, le ratio M₂O/Al₂O₃, et le ratio H₂O/M₂O, où M₂O représente soit Na soit K [40], [41], [42].

Kamallo et al. [45] ont étudié comment les rapports molaires R₂O/Al₂O₃ (R représentant K ou Na), Na₂O/K₂O, SiO₂/Al₂O₃ et H₂O/R₂O influencent la résistance à la compression de géopolymère produit à base de métakaolin. Ils ont compilé plus de quarante ensembles de données issus de publications scientifiques et ont complété leur étude par des expériences supplémentaires. Ces données ont ensuite servi à entraîner et tester un réseau neuronal artificiel (ANN) à trois couches. Pour l'entraînement, ils ont utilisé la méthode de régularisation bayésienne et les techniques d'arrêt précoce avec algorithme de rétropropagation, ce qui a permis d'éviter le surapprentissage. Les analyses ont révélé que les rapports molaires optimaux pour maximiser la résistance à la compression sont situés entre 3,6 et 3,8 pour SiO₂/Al₂O₃, entre 1,0 et 1,2 pour R₂O/Al₂O₃, entre 0,6 et 1 pour Na₂O/K₂O, et entre 10 et 11 pour H₂O/R₂O (figure 1 14).

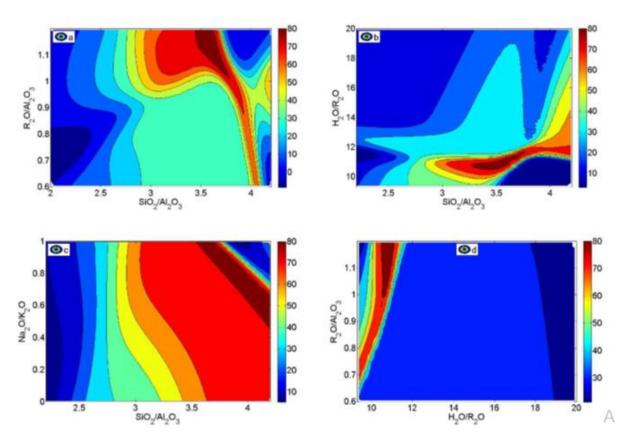


Figure 1 14: Effet du rapport molaire sur la résistance à la compression des géopolymères à base de MK [42].

Silva et al. [43] ont étudié l'effet du rapport Si/Al variant entre 2.5 et 3.81, tout en maintenant un rapport H₂O/Na₂O constant à 13,6 sur l'évolution de la résistance et la composition des géopolymères à base de métakaolin. Les résultats ont révélé que l'augmentation du ratio SiO₂/Al₂O₃ de 2,5 à 3,81 entraînant une amélioration des résistances mécaniques initiales des géopolymères. Une résistance mécanique de 22 MPa est atteinte avec des ratios SiO₂/Al₂O₃ compris entre 3,0 et 3,81 et un ratio Na₂O/Al₂O₃ d'environ 1. Ces ratios optimaux ont été également validés par Duxson et al. [44].

Davidovits [38] a mis en évidence que, pour produire un liant géopolymère aux propriétés mécaniques et physiques optimales. Il est préférable d'utiliser entre 55% et 70% de matières aluminosilicates et entre 25% et 35% de solution alcaline. Cela correspond à un rapport (matière première aluminosilicate / activateur) compris entre 3,1 et 5,6. De plus, un rapport molaire SiO₂/Na₂O (RM) compris entre 1,45 et 1,95 [45].

Les propriétés finales des géopolymères sont fortement influencées par les teneurs en Si, Al et Na, qui varient selon les types d'aluminosilicates utilisés. Bien que divers chercheurs aient modifié la composition initiale des mélanges, l'étendue de la réaction chimique joue un rôle clé dans les performances obtenues, Cela s'explique par les différences dans les phases réactives des matières premières et par la capacité de chaque composant à contribuer à la formation d'un réseau rigide [8].

1.7 FACTEURS INFLUENÇANT LES PROPRIETES DES GEOPOLYMERES

Les propriétés des géopolymères sont influencées par plusieurs facteurs ; la concentration de l'activateur alcalin, la composition la solution alcaline, le rapport molaire, les rapports solides/liquides ainsi que la quantité d'eau ajoutée et les conditions de durcissement.

1.7.1 Concentration de l'activateur alcalin

La concentration en alcalis joue un rôle crucial sur les propriétés physiques et mécaniques des géopolymères. En effet, la présence d'alcalis chimique permet la dissolution des aluminosilicates, accélérant ainsi le processus de géopolymérisation [8], [46]. De plus, une concentration plus élevée en alcalis entraîne un dégagement thermique plus important, ce qui indique une alcalinité optimale pour la dissolution des matériaux aluminosilicates [8], [46]. Cette concentration, influencée par le pH, détermine la quantité d'ions nécessaires à la dissolution. Par ailleurs, les analyses diffraction en rayons X (XRD) des géopolymères révèlent que l'augmentation de la concentration du NaOH favorise la formation de phases amorphes [8].

Pour les échantillons présentant une faible teneur en sodium, la réaction géopolymérique est entravée par une insuffisance d'ions OH⁻ pour dissoudre complètement les aluminosilicates (Si₄⁺ et Al₃⁺) et une quantité limitée d'ions Na⁺ nécessaire à une géopolymérisation complète, conduisant à une diminution de la résistance à la compression du matériau géopolymère [8].

Plusieurs études ont montré que l'augmentation de la concentration de la solution alcaline améliore la résistance mécanique du géopolymère jusqu'à d'un seuil optimal, puis elle tend à la diminuer due à l'effet négatif de la surconcentration [8].

Les travaux de Zuhua et al. [47] ont montré que la concentration 9 Mole du NaOH est optimale pour la production de composé géopolymère à partir de métakaolin. Au-delà de cette valeur optimale, le processus de polymérisation est ralenti. En effet, la solution de NaOH très concentrée présente une viscosité élevée ce qui affecte la lixiviation des ions Si et Al des précurseurs et entraîne une précipitation prématurée des gels géopolymères. Par conséquence, les caractéristiques mécaniques du produit géopolymère final sont dégradées à cause des résidus de matériau précurseur [8].

Le taux de géopolymérisation est aussi lié au temps de prise du géopolymère. Selon Steveson et Sagoe-Crentsil [48], les géopolymères de métakaolin ne durcissent pas dans 6 M alors qu'ils durcissent instantanément dans 13 M de solution de NaOH. Les géopolymères deviennent plus denses et présentent une surface plus lisse avec une concentration en alcalis croissante (7 à 12 Mole) ce qui entraîne une augmentation de la résistance. Une alcalinité élevée favorise la prise rapide, et par conséquent, fournit un temps de dissolution insuffisant et une grande quantité de matière n'ayant pas réagi dans le gel géopolymère final. De plus, il a été montré que l'augmentation de la concentration du NaOH augmente le temps de prise et en même réduit la viscosité du système géopolymère [8]. Une concentration plus élevée en alcali diminue la maniabilité et accélère le temps de prise du géopolymère [8].

1.7.2 Rapports solides/liquides

Le rapport S/L joue un rôle déterminant dans le processus de formation des géopolymères, en ajustant la proportion entre les matières solides (aluminosilicates) et le liquide réactif (solution alcaline) nécessaires pour assurer un mélange homogène. Cette proportion influence directement la résistance, la dissolution, l'ouvrabilité et la réaction de géopolymérisation [8].

D'après Xiao et al. [46], un rapport solide/liquide (S/L) dépassant 2,0 réduit la maniabilité des géopolymères produits à base de métakaolin. Par contre, une diminution de ce ratio entraîne un ralentissement du processus de géopolymérisation.

Par ailleurs, la quantité d'eau nécessaire pour produire de géopolymère dépend de la courbe granulométrique des matières premières employées. Le métakaolin nécessite plus d'eau que les cendres volantes en raison de leurs différences dans leur structure (le métakaolin a une structure en couches tandis que les cendres volantes ont une forme sphérique), ce qui influence les ratios solide/liquide nécessaires pour obtenir un mélange homogène de géopolymères [8].

Un ratio solide/liquide (S/L) plus faible favorise la dissolution rapide des aluminosilicates. Comme mentionné par Zuhua et al. [47]. Bien qu'une concentration élevée de NaOH favorise la lixiviation des aluminosilicates, elle est limitée par le ralentissement du processus de polycondensation pour des concentrations très élevées. Malgré cela, des ratios S/L plus élevés jusqu'à 3 ont été signalés [49], tandis que certains suggèrent des ratios S/L allant de 1 à 5 [50].

1.7.3 Rapports de réactifs alcalins

La quantité relative de solution Na₂SiO₃ liquide et de NaOH joue un rôle déterminant dans la production des gels géopolymères due à leurs fonctions de dissolvant et de liant. Dans les travaux de la littérature, il a été déterminé que les rapports Na₂SiO₃/NaOH peuvent varier considérablement, allant de 0,24 à 2,2 [8].

Wang et al. [49] ont conclu qu'un rapport de 0,24 de Na₂SiO₃/NaOH permet d'atteindre 59 MPa en résistance à la compression pour des géopolymères à base de métakaolin. D'après Pinto [8], [51], il est difficile de mélanger les géopolymères à base de métakaolin avec un rapport inférieur à 0,85, probablement en raison de la viscosité élevée du Na₂SiO₃ liquide, ce qui entraîne une pâte géopolymère collante [8]. Cependant, Pelisser et al. [52] ont étudié l'impact de rapports plus élevés du rapport Na₂SiO₃/NaOH (1,0, 1,6 et 2,2) sur la résistance à la compression des géopolymères de métakaolin. Les résultats montrent que la résistance maximale, atteignant 64 MPa après 7 jours, a été obtenue avec un rapport de 1,6. Par contre, le rapport de 1,0 a conduit à la résistance la plus faible (figure 1 15). Ce résultat a été confirmé par Poowancum et Horpibulsuk [53].

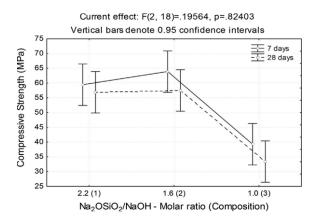


Figure 1 15: Influence des rapports molaires des alcalins sur la résistance à la compression des géopolymères de métakaolin [8], [52].

Globalement, on peut également exprimer le rapport des réactifs alcalins à travers le rapport molaire SiO₂/Na₂O. Une élévation de ce rapport améliore la résistance des géopolymères, mais elle ralentit aussi leur réaction et le temps de prise [8].

La vitesse de la géopolymérisation est fortement influencée par le taux des activateurs alcalins. Par ailleurs, les géopolymères contenant une solution de Na₂SiO₃ présentent une réactivité plus lente que ceux formulés avec une solution de silicate de potassium. Toutefois, lorsque ces ratios sont trop élevés, la maniabilité de la pâte diminue, ce qui peut réduire sa résistance finale [8].

1.7.4 Rapports molaires (teneurs en Si, Al, Na et H_2O)

Dans un système géopolymère, les teneurs en sodium (Na), silicium (Si), aluminium (Al) et eau proviennent de la solution de Na₂SiO₃ et de NaOH, des aluminosilicates, ainsi que de l'eau de gâchage. La concentration en NaOH, le ratio solide/liquide et le rapport Na₂SiO₃/NaOH, impactent les rapports molaires au sein du système géopolymère. La proportion de chaque composant est grandement influencée par le temps de réaction, la réactivité des phases des aluminosilicates et leur qualité pour former un réseau géopolymère [8].

Les teneurs initiales en silicium (Si), aluminium (Al) et sodium (Na) influencent la transformation amorphe-cristalline. Les rapports Si/Al et Na/Al sont particulièrement importants. Davidovits [54] a conclu que les rapports idéaux de Na₂O/Al₂O₃ et SiO₂/Al₂O₃ pour obtenir des géopolymères résistants et durables sont d'environ 1,00 et 4,00 respectivement (comme indiqué dans le tableau 1 1). Selon la littérature, la majorité des chercheurs ont noté que les rapports optimaux de SiO₂/Al₂O₃ se situent généralement entre 3 et 3,8, ce qui est légèrement inférieur à ceux indiqués par Davidovits [8] (voir tableau 1 1).

Oxide molar ratios	Range
SiO ₂ /Al ₂ O ₃ Na ₂ O/Al ₂ O ₃ H ₂ O/Na ₂ O	3.50-4.50 0.80-1.20 15-17.50
Na ₂ O/SiO ₂	0.20-0.28

Tableau 1 1: Rapports molaires d'oxydes recommandés pour les géopolymères [8], [54].

Le ratio entre le silicium et l'aluminium (Si/Al) joue un rôle crucial dans la réaction des géopolymérisation. Dans un rapport élevé de SiO₂/Al₂O₃ silice joue un rôle crucial dans l'améliore les propriétés mécaniques, tandis que l'alumine influence le processus de prise des géopolymères. Cela peut être expliqué par une dissolution accrue des composés aluminosilicates, ce qui favorise la formation de géopolymères avec une plus grande concentration en silicium. En outre, l'augmentation des ratios Si/Al et Na/Al conduit à une structure plus homogène de géopolymère [8].

L'augmentation de la teneur en K₂O ou Na₂O contribue dans l'accroissement de la résistance mécanique, accélère leur prise et réduit la formation de fissures dans les géopolymères. Un rapport élevé de SiO₂/Na₂O favorise une formation accrue de produits géopolymères amorphes. À l'inverse, des ratios faibles de SiO₂/Na₂O favorisent la cristallisation des matériaux zéolitiques. Une élévation du rapport SiO₂/Na₂O de 2,5 à 3 entraîne une matrice géopolymère plus fine et plus dense, comme indiqué par Provis et al dans le contexte des géopolymères à base de cendres volantes [8], [55].

1.7.5 Teneur en eau

L'eau joue un rôle essentiel dans la formation des géopolymères. Elle améliore la fluidité du mélange. Une quantité d'eau suffisante facilite la dissolution et le transport des ions dissous, ainsi que l'hydrolyse des oligomères et la polycondensation des oligomères selon les réactions chimiques illustrées dans la figure 1 16 [8].

$$-Si-O-Si-+H_2O \rightarrow 2-Si-OH$$
 $-Al-O-Al-+H_2O \rightarrow 2-Al-OH$
 $-Si-O-Al-+H_2O \rightarrow Si-OH+Al-OH$

OH OH

OH OH

Si-OH + Al-OH \rightarrow HO-Si-O-Al-OH + H₂O

OH OH

Figure 1 16 : Effet de l'eau ajoutée sur le processus de géopolymérisation [8], [50].

Pendant la préparation du géopolymère, il est souvent question de la quantité d'eau ajoutée. Il était craint que trop d'eau dilue l'alcalinité du système et éloigne les ions de la zone de réaction. Un excès d'eau pourrait également entraver la progression de la géopolymérisation, étant donné que ce processus implique la libération d'eau [8].

D'après Rahier et al [56], la quantité d'eau présente joue un rôle déterminant dans la vitesse de réaction des géopolymères. Une proportion d'eau trop élevée peut ralentir cette réaction, car elle dilue les ions hydroxyde (OH), réduisant ainsi leur concentration. À l'inverse, une faible teneur en eau pourrait aussi ralentir la géopolymérisation à cause de la diminution des espèces réactives (le monomère monodéprotoné H₃SiO₄) nécessaire à la réaction entre les oligomères silicatées. Cependant, la quantité d'eau nécessaire varie généralement selon les caractéristiques des matières premières utilisées dans la formation du géopolymère. Cette quantité doit être équilibrée avec d'autres paramètres de mélange comme le rapport solide/liquide, la concentration en alcalis et leurs ratios. En général, un faible rapport Na/Al nécessite une plus grande quantité d'eau, ce qui peut augmenter le risque de fissuration durant la cure et le durcissement [8]. En outre, la teneur en eau impacte directement la densité et la porosité ouverte des matériaux produits. Une teneur élevée en eau entraîne généralement une porosité ouverte plus importante [8].

1.7.6 Régime de durcissement

Le durcissement des géopolymères après leur mélange se produit généralement à température ambiante ou légèrement plus élevée, de préférence inférieure à 100 °C [8].

En général, un durcissement approprié est un facteur déterminant pour améliorer les propriétés mécaniques et de durabilité des géopolymères [8]. La chaleur facilite la dissolution des composés silico-alumineux, ce qui accélère la géopolymérisation. De plus, l'augmentation de la température améliore la résistance initiale mais peut entraîner une détérioration à long terme si la température est excessive ou si la durée d'exposition est prolongée [8]. Par ailleurs, le durcissement à haute température accroît la propension aux fissures des produits géopolymères en raison de la perte rapide d'eau, ce qui réduit la porosité ouverte [8].

Davidovits [54] a indiqué que le durcissement des géopolymères soit effectué entre 60°C et 95°C. À 75°C, le processus de formation du géopolymère est typiquement terminé après 4 heures de cure permettant ainsi d'atteindre une résistance à la compression de 39,8 MPa, rendant inutile tout traitement additionnel [8].

Selon Xiao et al [46], une température de durcissement comprise entre 20 °C et 50 °C a accéléré la réaction de géopolymérisation. À température ambiante, le processus de durcissement progresse lentement, alors qu'à 50 °C, il n'entraîne pas une amélioration significative des résistances mécaniques. Ce phénomène pourrait s'expliquer par la formation rapide de matrice géopolymère à la surface externe des particules, limitant ainsi la dissolution ultérieure des aluminosilicates. L'optimum a été déterminé à une température de 35 °C.

Rovnanik [57] a observé que le recours à des températures élevées pendant le durcissement des géopolymères provoquait l'apparition de pores dilatés et avait un impact négatif sur leur résistance (voir la figure 1 17 pour les résultats de Rovnanik [60]). Les géopolymères durcis à

60 °C et 80 °C montrent une résistance initiale élevée, mais cette résistance diminue après 28 jours. En revanche, le durcissement à 20 °C ou 40 °C montre une augmentation de la résistance entre 1 et 28 jours, comme également confirmé par Zuhua et al [47]. Cependant, lorsque les géopolymères sont durcis dans l'eau à 20 ± 2 °C, ils présentent une résistance plus faible, attribuée au lessivage des espèces dissoutes à la surface des géopolymères [47].

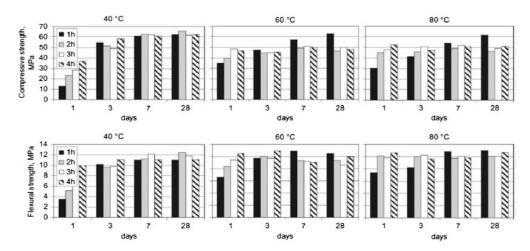


Figure 1 17: Résistances mécaniques des géopolymères de MK en fonction de la température et la durée de durcissement [57].

D'après la littérature, les géopolymères à base d'argile nécessitent des températures élevées et des durées prolongées afin d'optimiser leur résistance mécanique. Ces deux paramètres varient en fonction de la réactivité des aluminosilicates et des proportions des différents constituants [8]. Par ailleurs, plusieurs études indiquent qu'une température et une durée élevées de durcissement ont un impact négatif sur les résistances mécaniques et cela pour les géopolymères de cendres volantes, de métakaolin ou de zéolites naturelles [8].

Pour avoir une résistance mécanique optimale des géopolymères, le choix des températures de durcissement doit se faire en fonction de la nature des matériaux précurseurs et du type et la concentration des activateurs alcalins [8].

1.8 A VANTAGES ET INCONVENIENTS

Les activités humaines augmentent les émissions de CO₂, ce qui accentue le réchauffement climatique. La production de ciment Portland contribue de manière significative à ce phénomène [58], chaque tonne fabriquée générant environ une tonne de CO₂ et consommant près de 4700 MJ d'énergie [59], [60], [61]. Pour réduire l'impact environnemental associé à la production de ciment, les chercheurs se sont tournés vers des matériaux plus écologiques qui demandent moins d'énergie pour leur fabrication ou leur extraction. Les ciments géopolymères font une bonne alternative ciment Portland en offrant de nombreux avantages pour le secteur de la construction, des travaux publics et d'hydraulique [5], [62], [63]. Ils apportent des bénéfices majeurs, comme une diminution notable des émissions de CO₂, pouvant atteindre entre 40 et 80% par rapport à celles générées par la fabrication du ciment Portland [61], [62], [64], [65]. Toutefois, les ciments géopolymères nécessitent une certaine quantité d'énergie,

principalement lors de la calcination des aluminosilicates naturels tels que la kaolinite et l'halloysite, avec une consommation moyenne d'environ 2715 MJ/tonne. L'utilisation de laitier GBFS permet de réduire cette consommation d'énergie d'environ 1965 MJ/tonne [61].

L'étude approfondie réalisée par Turner et al. [66], a analysé les émissions de CO₂ produites par la fabrication et la mise en œuvre de béton de ciment et de béton géopolymère de cendres volantes. Cette étude prend en compte l'ensemble du cycle, de l'extraction des matières premières jusqu'à la production et la mise en œuvre d'un mètre cube de béton. Les résultats révèlent que le ciment est le principal contributeur aux émissions de gaz carbonique avec 76,4% des émissions totales. Les émissions ont été estimées à 354 kg CO₂-e/m³ pour le béton à base de ciment Portland et à 320 kg CO₂-e/m³ pour le béton géopolymère. Ainsi, le béton géopolymère présente une empreinte carbone environ 9 % inférieure à celle du béton traditionnel à base de ciment Portland (voir Figure 1 18) [66].

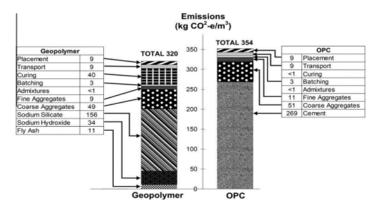


Figure 1 18: Comparaison d'émission de CO₂ entre le béton de ciment et le béton géopolymère [66].

En outre, les géopolymères présentent d'excellentes caractéristiques mécaniques remarquables, telles qu'une bonne résistance au feu et aux attaques chimiques, une grande durabilité, et une disponibilité facile. Cependant, comme tous les matériaux, ils ont aussi des inconvénients. Par exemple, les géopolymères ont un coût élevé et nécessitent des conditions spécifiques de cure pour atteindre des propriétés optimales, ce qui complique leur utilisation sur certains chantiers, surtout lorsque la cendre volante est utilisée comme matière première aluminosilicate. De plus, le béton géopolymère frais à haute résistance perd rapidement sa maniabilité en raison de sa prise rapide, ce qui complique la mise en œuvre sur le chantier. Les adjuvants chimiques efficaces pour le béton classique ne fonctionnent pas bien avec le béton géopolymère, limitant ainsi son utilisation commerciale [67], [68]. La seule solution pour gérer la prise et l'ouvrabilité est d'optimiser la formulation du liant géopolymère. Cette formulation est plus complexe que celle du béton classique, ce qui mène à un processus de conception et de mise en place plus complexe.

1.9 LES BETONS GEOPOLYMERES

Le béton géopolymère a été étudié ces dernières décennies comme une solution durable aux bétons ordinaires à base de ciment Portland, permettant ainsi de diminuer les émissions CO₂ jusqu'à 80% grâce à l'utilisation de sous-produits industriels.

Les recherches montrent que le béton géopolymère (GPC) possède des propriétés égales ou supérieures à celles du béton traditionnel (OPC). Parmi ces propriétés, on trouve une résistance similaire, une meilleure résistance au feu ainsi qu'une bonne résistance contre les attaques de chimiques (sulfates et chlorures). Ces avantages faites peu à peu des géopolymères une solution adoptée dans le secteur de la construction. En revanche, son usage en tant que matériau dans les ce secteur reste encore limité à cause de l'absence de normes et de règlements de conception adaptés à ce nouveau matériau. La figure 1 19 montre comment le GPC est produit à partir de déchets et d'une solution alcaline, et la figure 1 20 montre la durabilité garantie par le béton géopolymère [63].

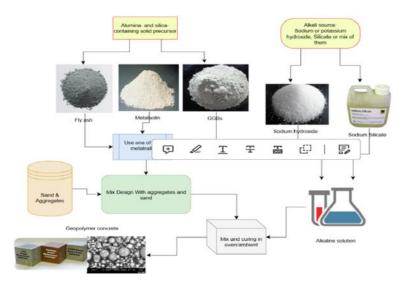


Figure 1 19: Processus de production du géopolymère [63].

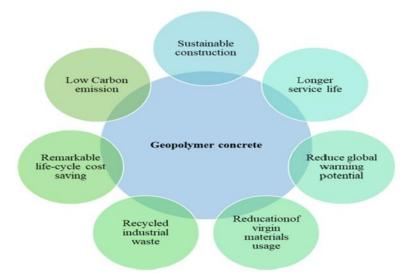


Figure 1 20: Schéma de l'utilité du béton géopolymère dans la construction durable [63].

1.9.1 Propriétés

1.9.1.1 A l'état frais

Les propriétés à l'état frais des bétons géopolymères sont primordiales pour garantir la qualité et la performance du matériau lors de son application. Cela comprend notamment sa stabilité, son temps de prise et sa maniabilité.

a) La maniabilité

La maniabilité est une caractéristique récente des matériaux cimentaires. La quantité d'eau requise pour atteindre la maniabilité souhaitée du béton géopolymère dépend de la quantité et la finesse des précurseurs, la concentration des activateurs et le rapport solides / liquides [63].

Chindaprasirt et al. [69] ont examiné la maniabilité et la résistance du béton géopolymère (GPC) fabriqué à partir de cendres volantes. Leurs expérimentations ont révélé que la valeur d'affaissement du GPC varie entre 115 et 135 mm, influencée par le rapport Na₂SiO₃/NaOH et la concentration d'activateur alcalin NaOH. Lorsque les niveaux de calcium soluble dans les alcalis sont bas, la perte d'affaissement du GPC, fabriqué à partir de cendres volantes ou de scories à faible teneur en calcium, est comparable voire inférieure à celle du béton OPC.

Shadnia et al. [70] ont observé que la maniabilité du GPC s'améliore lorsque la concentration du NaOH diminue, en fonction des différents rapports de solution d'activateur alcalin par rapport aux cendres volantes. Lokuge et al. [71] ont rapporté des résultats similaires où l'augmentation de la molarité du NaOH conduit à une diminution de l'affaissement du GPC [63].

Ramujee et Potharaju [72] ont indiqué que la faisabilité du béton géopolymère (GPC) est influencée par plusieurs facteurs. Les figures 1 21 et 1 22 illustrent l'impact significatif de ces facteurs, notamment le rapport solution alcaline/cendres volantes, la finesse des cendres volantes, le rapport Na₂SiO₃/NaOH et le rapport liquide/cendres volantes, sur la maniabilité du GPC [63].

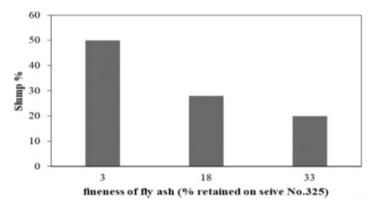


Figure 1 21: Effet de la finesse des cendres volantes sur l'affaissement du GPC [63].

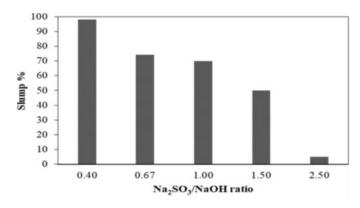


Figure 1 22: Effet du rapport Na₂SO₃/NaOH sur l'affaissement du GPC [63].

Mehta et Siddique [63] ont examiné la maniabilité de la pâte géopolymère et du béton géopolymère (GPC) en fonction de différentes concentrations d'activateur alcalin (NaOH) et de différents rapports massiques SiO₂/Al₂O₃, comme illustré à la figure 1 23. Les résultats montrent que la concentration d'hydroxyde de sodium (NaOH) a un impact significatif sur la maniabilité du GPC. Cela a été attribué à l'augmentation de la quantité des solides dans la solution d'activateur lorsque la concentration de d'hydroxyde de sodium (NaOH) augmente.

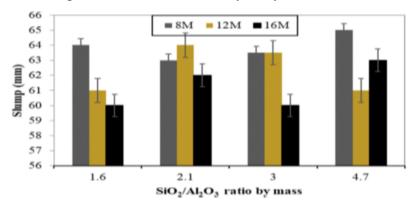


Figure 1 23: Influence des différents rapports massiques SiO2/Al2O3 sur la maniabilité du GPC [63].

b) Temps de prise

Pour mesurer le temps de prise, on utilise l'appareil à aiguille Vicat, conformément aux normes ASTM C807-08 (2008) [63].

Le temps de prise des matériaux géopolymères est généralement influencé par la composition du mélange, les conditions de préparation, la finesse des précurseurs utilisés ainsi que la concentration de NaOH, le ratio Na₂SiO₃/NaOH [5].

D'après Malkawi et al. [73], le temps de prise dépend principalement de la quantité de « Na » présente dans la solution de Na₂SiO₃. Ils ont constaté également que l'augmentation de la quantité du GBFS diminue à la fois le temps de début et fin de prise.

Antoni et al. [74] ont observé que la concentration de NaOH affecte le temps de prise du béton géopolymère. Ils ont également constaté qu'une diminution de cette concentration pouvait entraîner un allongement du temps de prise du GPC. Des résultats comparables ont été obtenus par Phoo Ngernkham et al. [75] (figure 1 24).

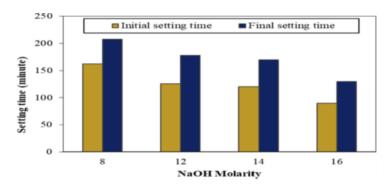


Figure 1 24: Influence de la molarité du NaOH sur le temps de début et fin de prise [76].

Musaddiq Laskar et Talukdar [77] ont conclu que l'utilisation de NaOH seul comme solution d'activateur alcalin pour la production du géopolymère peut considérablement retarder le temps de prise par rapport à l'utilisation d'une solution activatrice composée de NaOH et Na₂SiO₃.

Huseien et al. [78] ont examiné l'effet du remplacement partiel du laitier GBFS par le métakaolin (de 0 à 15%) tout en ajustant le rapport molaire de SiO₂ entre 1,08 et 1,26, sur les propriétés des géopolymères. Leurs résultats indiquent que les géopolymères fabriqués à partir de systèmes binaires, incluant à la fois du GBFS et du MK permettent d'augmenter le temps de début de prise. Le replacement du GBFS par 15% de MK double le temps de début de prise du géopolymère (Figure 1 25).

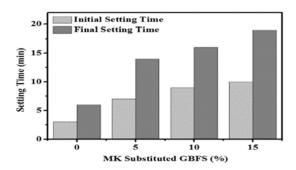


Figure 1 25: Influence du replacement du GBFS par le MK sur le temps de début de prise [78].

1.9.1.2 A l'état durci

a) Propriétés physiques

Les propriétés physiques du béton géopolymère sont influencées par plusieurs facteurs, tels que la proportion de liant, de sable, d'agrégats, d'eau et de solutions alcalines. Parmi ces propriétés, on peut citer le retrait, la densité, la porosité.

Densité

La quantité d'agrégats dans le béton géopolymère influence principalement sa densité, notamment la teneur en agrégats fins qui augmente la densité lorsque leur volume est plus important dans la matrice. Les essais d'affaissement du béton géopolymère indiquent des valeurs variant autour de $80 \text{ mm} \pm 20 \text{ mm}$, ces résultats sont influencés par les dimensions et la

densité des granulats. La densité moyenne du béton géopolymère (selon la norme ASTM C 567) varie de 2020 kg/m³ à 2700 kg/m³ en fonction des composants utilisés [5].

La proportion totale des agrégats dans le béton représente entre 75% et 80% de sa masse. L'ajout de solution de silicate de sodium augmente la densité relative du GPC en passant de 79% à 93% [5].

Le béton géopolymère formulés à partir de GBFS et de particules fines présente une densité environ 7,5% plus élevée par rapport au GPC de cendres de combustible de l'huile de palme. Par contre, les bétons géopolymères élaborés avec du GBFS ou des cendres volantes présentent des densités similaires à celles des bétons ordinaires [5].

Il a été montré dans d'autres études que le GPC de MK peut atteindre une résistance et une microstructure plus élevées. Par conséquent, il est utilisé pour former des géopolymères avec une densité cible de 1450 kg/m³ [5]. En outre, il a été constaté que l'ajout de cendres de fumée de silice et de particules d'aluminium a réduit d'environ 15,5% la densité apparente du béton géopolymère. En comparaison, la densité moyenne du béton géopolymère se rapproche de celle du béton traditionnel [5].

Selon la littérature, les bétons géopolymères contenant du métakaolin présentent une densité inférieure à celle de ceux formulés à partir du GBFS et des cendres volantes à cause de la faible densité du MK comparativement aux autres précurseurs [79], [80].

La porosité

La porosité est un paramètre physique essentiel pour les bétons, car elle affecte leur résistance et leur durabilité. Le volume des pores, ainsi que leur taille et leur répartition caractérisent la qualité du béton et de la pâte de ciment [81]. Cette porosité est influencée par les propriétés des précurseurs, la formulation, le rapport E/liant, les conditions de durcissement ainsi que la méthode de mise en œuvre.

Diverses études ont indiqué que, quelle que soit la matière première utilisée dans la fabrication des bétons géopolymères, l'augmentation du rapport eau/liant conduit généralement à une expansion de la structure poreuse de ces bétons [82], [83].

Y. Luna-Galiano et al. [84] ont étudié l'effet du type d'activateur, proportion du GBFS et la température de durcissement sur à la porosité et à la résistance à la compression des géopolymères. Les résultats ont montré que pour une même température de durcissement et un dosage similaire, les géopolymères activés par des hydroxydes de sodium et de potassium présentent une répartition des tailles de pores semblable. En revanche, ces géopolymères donnent une porosité totale plus élevée et des volumes et des diamètres de pores plus importants que ceux préarés par des silicates de sodium et de potassium. De plus, l'ajout du GBFS diminue la porosité par rapport aux formulations sans laitier. Enfin, les géopolymères durcis à une température de 60°C se distinguent par des pores de taille moyenne plus réduite et un volume total de pores plus important que ceux durcis à température ambiante.

Provis et al. [85] ont constaté que les géopolymères fabriqués avec du laitier (GBFS) présentent une porosité réduite par rapport à ceux fabriqués avec des cendres volantes, probablement en raison des différences chimiques entre les deux matériaux (figure 1 26).

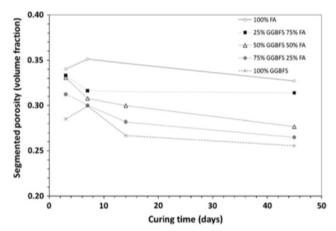


Figure 1 26: Relation entre la porosité segmentée et le temps de durcissement d'échantillons étudiés [85].

Kriven et Bell [86] ont examiné des géopolymères de MK et de silicate de sodium contenant du NaOH, du KOH, où une combinaison des deux dans différentes proportions. Leurs conclusions indiquent que, en substituant le sodium par du potassium, la taille moyenne des pores des géopolymères est réduite.

Hasnaoui et al. [87] ont étudié l'influence des proportions de GBFS et de MK ainsi que du rapport molaire SiO₂/Na₂O (de 1 à 2) sur la porosité des mortiers géopolymères. Les résultats montrent des porosités des mortiers géopolymères inférieures à celles des mortiers à base de ciment seul et l'augmentation de la proportion en MK réduit la porosité. En ce qui concerne l'effet du rapport molaire, une variation de 1,0 à 1,4 a réduit la porosité, tandis qu'une augmentation de 1,4 à 2,0 a conduit à une porosité accrue, cette augmentation devenant particulièrement notable lorsque le rapport molaire atteint 2,0 (figure 1 27).

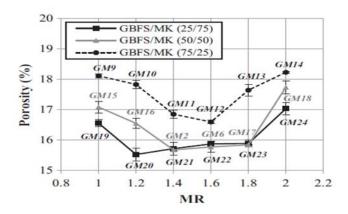


Figure 1 27: Impact des rapports GBFS/MK et molaire (MR) sur la porosité ouverte [87].

* Retrait

Le retrait est la diminution de volume à température constante sans application de charge externe. C'est une caractéristique matérielle cruciale, influençant de manière notable la

durabilité des structures. Il y a trois types principaux de retrait : le retrait autogène, le retrait par carbonatation et le retrait de séchage [88].

Le retrait autogène est des variations de volume induites par le processus d'hydratation du ciment. Le retrait par carbonatation est le résultat de la réaction entre les éléments formés au cours de l'hydratation du liant et le CO₂ présent dans l'air. Par ailleurs, l'évaporation de l'eau contenue dans le ciment et les autres composants du béton est la source du retrait de séchage [88]. Ce dernier est un phénomène crucial car il peut entraîner des fissures ou des déformations dans les éléments en béton. Ce retrait est causé par la perte d'humidité. Sa relation avec l'humidité relative se décompose en trois phases distinctes, comme illustré à la figure 1 28. En général, on considère que la première phase est liée à la perte de l'eau de capillarité, la seconde est la libération de l'eau adsorbée à la surface des C-S-H et la dernière est l'élimination de l'eau intégrée dans la structure des C-S-H [88].

Divers facteurs internes et externes peuvent influencer le retrait de séchage. Les facteurs internes comprennent le choix des précurseurs, le type et la concentration des activateurs, le rapport eau/solide ainsi que le degré d'hydratation. Les facteurs externes concernent la température, la nature des additifs, l'humidité relative et la durée du processus de séchage [88].

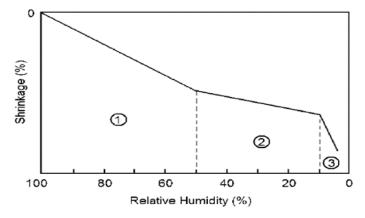


Figure 1 28: Relation entre le retrait au séchage et l'humidité relative [88].

Deb et al. [89] ont étudié l'effet du remplacement des cendres volantes par du GBFS en utilisant des rapports d'activateurs (silicate et hydroxyde de sodium) de 1,5 à 2,5 en durcissant le mélange à température ambiante. Leur analyse a révélé que le retrait du béton géopolymère diminuait à mesure que la proportion de GGBS augmentait et que le rapport SS/SH était réduit. Ce comportement est similaire à celui du béton traditionnel de résistance comparable (comme illustré à la figure 1 29).

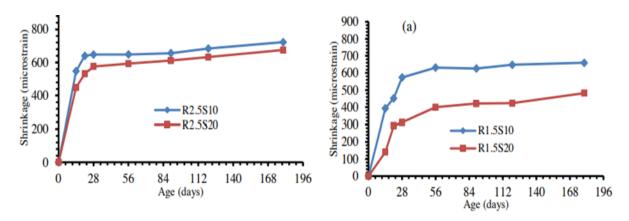


Figure 1 29: Retrait au séchage du béton géopolymère avec différentes teneurs teneur en GBFS [89].

Tchakoute Kouamo et al. [90] ont examiné comment l'ajout de MK influence le retrait linéaire des GPC de cendres volantes (figure 1 30). Leur travail a révélé que le retrait linéaire des géopolymères augmente avec le temps. Les éprouvettes contenant une proportion plus élevée de MK présentent un retrait considérablement réduit par rapport à ceux contenant moins de MK, car un dosage élevé de MK entraîne la formation d'un gel plus épais. Ces résultats ont été confirmés par Al-Mashhadani et al. [63], [91].

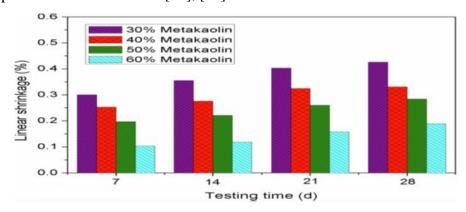


Figure 1 30: Effet du métakaolin sur le retrait linéaire du béton géopolymère [90].

Une autre recherche sur le béton géopolymère, réalisée avec divers rapports de teneur en MK et GBFS, a montré que la combinaison la plus favorable pour minimiser le retrait de séchage se situait entre 25% à 30% de MK et 70% à 75% de GBFS après 28 jours de cure [92].

Ye et Radlińska [93] ont examiné le retrait des géopolymères à base de laitier sous diverses conditions d'humidité relative. Leur étude a montré que le taux de retrait au séchage est fortement influencé par l'humidité relative. Ainsi, le retrait le plus important a été observé à 50 % d'humidité relative (16 500 mm/m), tandis que des valeurs inférieures ont été enregistrées à 70 % (13 000 mm/m), 30 % (10 500 mm/m) et 11 % (9 000 mm/m), comme illustré à la figure 1 31.

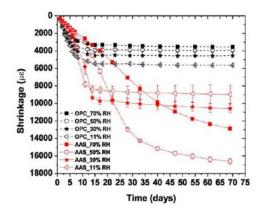


Figure 1 31: Influence de l'humidité relative sur le retrait des liants géopolymères et du ciment Portland [93].

Kuenzel et al. [94] ont examiné l'impact des ions potassium et sodium sur le retrait au séchage des mortiers géopolymères. Leur recherche a montré que les mortiers activés avec une solution contenant du potassium présentent de meilleures performances en termes de retrait.

***** Efflorescence

L'efflorescence est un facteur clé dans le développement des géopolymères [13]. Elle se présente sous forme de dépôts surfacique de sels de couleur blanche. Contrairement au béton ordinaire de ciment Portland où des carbonates de calcium se forment, le dépôt est constitué de Na₂CO₃ nH₂O sur les géopolymères [4]. La figure 1 32 illustre le mécanisme de l'efflorescence [13]. Les composants de cette efflorescence sont le Na₂CO₃, le NaHCO₃ ainsi que divers résidus de silicate de sodium qu'il n'a pas réagi avec le béton [13].

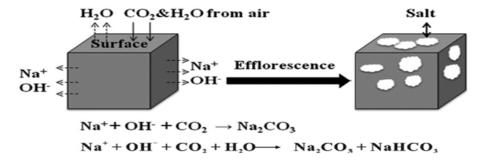


Figure 1 32: Mécanisme de l'efflorescence dans les géopolymères [13].

L'efflorescence dans les bétons géopolymères se manifeste spontanément sous des conditions normales en raison de l'alcalinité élevée et la grande mobilité des alcalis présents dans les matériaux. Ce phénomène ne se limite pas uniquement à un problème esthétique de surface ; il peut également entraîner des modifications structurelles importantes. En effet, l'efflorescence peut réduire la résistance des matériaux et affecter leur durabilité [4].

Dans une étude de Xiao et al. [95], les systèmes contenant une grande quantité de silicium et des concentrations élevées d'activateurs alcalins peuvent provoquer une efflorescence significative. Cependant, l'efflorescence diminue avec l'augmentation de la teneur en alumine [13].

Dans une autre recherche, Wang et al. [13] Ont constaté que l'efflorescence dans les géopolymères est réduite lorsque le pourcentage de silice augmente et la taille des particules de silice diminue.

b) Propriétés mécaniques

Les résistances à la compression, à la traction et à la flexion, le module d'élasticité ainsi que le comportement contrainte-déformation des bétons géopolymères dépendent de la nature des matériaux composants le mélange et leurs proportions ainsi que et des conditions de durcissement [5], [63]. Ces propriétés sont essentielles à connaître afin de garantir un niveau de sécurité et de durabilité convenable des structures.

* Résistance à la compression

L'évaluation du comportement du béton en compression repose principalement sur sa résistance à la compression. Cette résistance est influencée par divers éléments, y compris les matériaux employés, la formulation, la courbe granulométrique, les types d'activateurs et les conditions de cure. Une grande partie des recherches sur les bétons géopolymères se sont focalisées sur leur résistance à la compression, en raison de son importance fondamentale. Globalement, les bétons géopolymères ont des résistances similaires à celles des bétons Portland [5], [63].

Collins et Sanjayan [63], [96] ont constaté que le béton géopolymère à base de laitier GBFS présente une résistance à la compression similaire à celle du béton ordinaire à base de ciment Portland. D'autre part, Wallah et Rangan [63], [97] ont constaté que les bétons géopolymères fabriqués à partir de cendres volantes présentent un mode de rupture et un comportement presque identique à ceux du béton ordinaire formulé à base de ciment Portland.

Pernà et al. [63], [98] ont révélé que, pour atteindre la résistance maximale en compression du béton géopolymère à base de métakaolin, il est important d'augmenter la concentration de l'activateur NaOH ainsi que d'allonger la durée de durcissement.

Thaarrini et Ramasamy [63], [99] ont analysé l'influence du rapport molaire SiO₂/Na₂O, du ratio Na₂SiO₃/NaOH, ainsi que des conditions de durcissement (à température ambiante ou sous traitement à la vapeur à 60 °C) sur la résistance à la compression des mortiers géopolymères de cendres volantes. Les résultats ont révélé que l'impact du rapport molaire SiO₂/Na₂O et du ratio Na₂SiO₃/NaOH sur la résistance à la compression est totalement différent. Par ailleurs, le ratio Na₂SiO₃/NaOH influence de manière significative la résistance en compression du béton géopolymère, comme l'illustre la figure 1 33. Lorsque le rapport Na₂SiO₃/NaOH est égal à 1 ou 2 (voir figures 1 33 (a) et (c)), la résistance à la compression diminue en fonction de l'augmentation du rapport SiO₂/Na₂O. Cependant, lorsque le rapport Na₂SiO₃/NaOH est de 1,5 (figure 1 33 (b)), une augmentation progressive de la résistance est observée avec l'augmentation du rapport molaire. En revanche, lorsqu'un rapport Na₂SiO₃/NaOH de 2,5 est atteint (figure 1 33 (d)), Aucune amélioration notable de la résistance en compression du béton géopolymère n'a été constatée.

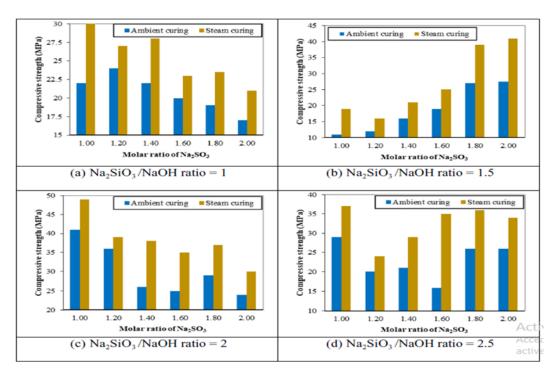


Figure 1 33: Impact du ratio Na₂SiO₃/NaOH sur la résistance en compression du béton géopolymère [1], [99].

Wazien et al. [63], [100] ont étudié l'impact des différents rapports liant/sable sur la résistance à la compression des mortiers géopolymères de cendres volantes. Les résultats montrent que l'ajout de sable entraîne une légère amélioration de la résistance en compression. Plus précisément, cette résistance augmente lorsque le rapport liant/sable passe de 0,25 à 0,5. Audelà de ce rapport, la résistance commence à diminuer si le rapport liant/sable dépasse 0,5(figure 1 34).

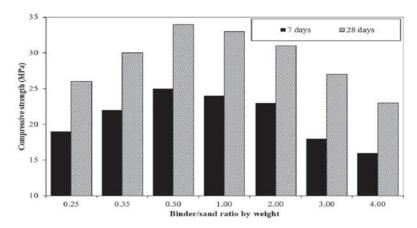


Figure 1 34: Résistance à la compression du mortier géopolymère pour divers rapports liant/sable [63], [100].

* Résistance à la traction

A cause de sa nature fragile, le béton a une faible résistance à la traction. Cependant, son comportement à la traction dépend du départ de la création des fissures dans la matrice du béton [5], [63]. Cette résistance est influencée par les mêmes paramètres de formulation que la résistance en compression [101].

Lee et al. [63], [102] ont examiné l'impact de divers rapports sable/cendres volantes sur la résistance à la traction du béton géopolymère à différents temps de cure. Les résultats montrent une diminution de la résistance à la traction avec l'augmentation du rapport sable/cendres volantes (voir figure 1 35).

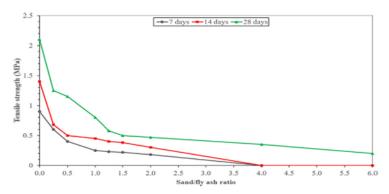


Figure 1 35: La résistance à la traction du GPC à différents rapports sable/cendres volantes [63], [102].

Zhuang et al. [103] ont comparé la résistance à la traction du béton géopolymère, mesurée expérimentalement, avec les valeurs de conception spécifiées par le code standard ACI. Cette étude a indiqué que la résistance du béton géopolymère est en accord avec les valeurs de conception établies par la norme ACI.

Al-Majidi et al. [104] ont étudié l'effet du GBFS à la matrice géopolymère composée de cendres volantes sur la résistance à la traction. Leur recherche a montré que l'ajout de GBFS améliore la résistance. Comme l'indique la figure 1 36, l'incorporation de 30 % de GBFS entraı̂ne une amélioration notable de cette résistance.

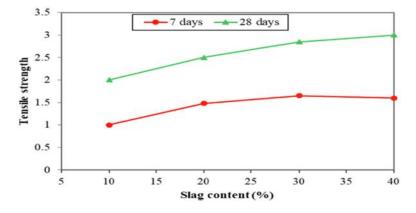


Figure 1 36: Résistance à la traction de béton géopolymère en fonction du taux de GBFS [104].

❖ Module d'élasticité

Le module d'élasticité est une caractéristique mécanique de rigidité qui est fortement lié à la résistance à la compression de béton [63]. Un degré plus élevé de géopolymérisation entraîne une augmentation du module d'élasticité. Le module d'élasticité n'est pas seulement influencé par le dosage de l'activateur chimique mais également par la proportion d'agrégats dans les mélanges de béton géopolymère [5].

Dans de nombreuses études, il a été constaté que, pour une résistance à la compression donnée, le béton géopolymère présente généralement un module d'élasticité inférieur à celui du béton à base de ciment Portland [63].

Haq et al. [105] ont présenté les résultats expérimentaux concernant l'influence des concentrations d'activateur alcalin (NaoH) sur le module d'élasticité du béton géopolymère à base de cendres résiduelles, comme illustré dans la figure 1 37. Les tests ont révélé que le module d'élasticité augmente graduellement en fonction des concentrations de l'activateur.

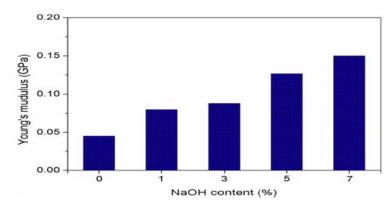


Figure 1 37: Influence des concentrations de NaOH sur le module d'élasticité du béton géopolymère de cendres résiduelles [105].

D'autres études sur le béton géopolymère produit à base des cendres volantes (FA) ont montré que son module d'élasticité était inférieur de 15 à 28% par rapport à celui du béton conventionnel. Cette diminution est due à l'inclusion d'une petite quantité de silicate et de solution d'hydroxyde de sodium dans la composition du géopolymère. En outre, lorsque les FA et le laitier GBFS sont combinés dans le béton géopolymère à température ambiante, le module d'élasticité varie entre 10 GPa et 21 GPa, ce qui est comparable à une résistance à la compression de 30 MPa. Cependant, le module d'élasticité du béton géopolymère atteint près de 90 % de ceux du béton traditionnel [5].

1.10 Usages des geopolymeres

Les géopolymères présentent une large gamme d'applications dans plusieurs secteurs, grâce à la diversité de leurs caractéristiques physiques, chimiques et mécaniques [13]. Ils peuvent être utilisés pour des éléments structurels dans la construction et les structures marines [3], [106]. En préfabriqué, ils sont d'usage pour la fabrication de traverses de chemin de fer, de poteaux, de poutres et de sections de tunnel, et cela grâce à leur facilité de mise en œuvre [3]. Ils sont aussi utilisés dans la restauration de bâtiments historiques et dans les environnements agressifs, comme les sols acides [4]. De plus, ils peuvent utiliser comme matériaux absorbants, d'isolation thermique, de réparation, l'impression 3D, et comme liant écologique pour la construction de routes [13].

Les matériaux géopolymères ont trouvé plusieurs applications réelles. Dans les années 60, à Marioupol, en Ukraine, deux immeubles résidentiels de 9 étages ont été construits en géopolymère. Plus de 50 ans plus tard, ces bâtiments sont toujours debout. De plus, en 1989, un immeuble résidentiel de 20 étages a été édifié en Russie en béton géopolymère à base de laitier, sans utiliser de ciment Portland (figure 1 38) [3].



Figure 1 38: Le bâtiment résidentiel en béton géopolymère à Lieptsk, en Fédération de Russie [3].

Dans les années 80, Lone Star Industries Inc. a produit un nouveau ciment appelé « ciment PYRAMENT » qui est un mélange innovant de géopolymère et de ciment Portland. Ce produit a été utilisé dans les pistes d'aérodromes des bases aériennes (figure 1 39) [107].



Figure 1 39: Construction des pistes des bases aériennes en utilisant le ciment PYRAMENT [5].

En Australie (en 2013), l'entreprise Wagners a construit un institut de recherche et d'innovation (GCI) à l'Université du Queensland. Ce bâtiment comprend trois étages suspendus avec des poutres préfabriquées en géopolymères à base de GBFS et de cendres volantes (figure 1 40) [108].



Figure 1 40 : Bâtiment de (GCI) à l'Université du Queensland [108].

1.11 Synthese bibliographique sur les geopolymeres de MK et GBFS

D'après la littérature, le major parti des chercheurs ont focalisé leurs études sur les géopolymères élaborés à partir de cendres volantes [40], [106]. À température ambiante, ces géopolymères présentent une faible résistance mécanique et un durcissement lent. Cependant, lorsqu'ils sont exposés à des températures élevées, ils démontrent une résistance mécanique accrue [109]. Par ailleurs, certaines études ont partiellement ou totalement remplacé les cendres volantes par d'autres matériaux riches en aluminosilicates comme le laitier de haut fourneau et le métakaolin [40]. Les géopolymères à base de GBFS offrent d'excellente résistance mécanique, de bonne résistance aux attaques chimiques et de longue durabilité ainsi qu'un temps de prise très rapide [110], [111]. D'autre part, les géopolymères à base de métakaolin sont connus pour leurs meilleures propriétés mécaniques. Cependant, ils nécessitent une quantité importante d'eau, ce qui influence négativement leur comportement rhéologique en raison de leur surface spécifique très élevée, entraînant une mauvaise ouvrabilité [39], [112]. Des études récentes indiquent que la combinaison du GBFS et du MK permet de réduire ces problèmes [113].

Huseien et al. [114] ont examiné l'effet du remplacement du GBFS par du MK jusqu'à 15% sur les propriétés des mortiers géopolymères à l'état frai et durci. Ces mortiers ont été préparés avec un rapport molaire variable (SiO₂/Na₂O) allant de 1,08 à 1,26. L'évaluation des propriétés mécaniques a été réalisée à température ambiante. Les résultats obtenus montrent que le remplacement du GGBFS par du MK améliore l'ouvrabilité des mortiers géopolymères et augmente les résistances mécaniques (figure 1 41).

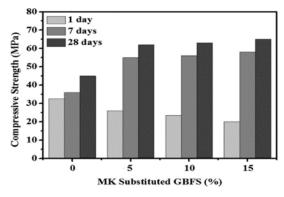


Figure 1 41: Résistance à la compression des mortiers géopolymères formulés à partir de MK et de GBFS [114].

Borges et al. [115] ont exploré l'impact du GBFS en remplacement du MK sur les propriétés physiques et mécaniques ainsi que la durabilité des mortiers géopolymères. Des mélanges composés de 60% de MK et 40% de GBFS ont été comparés à un mélange de référence composé de 100% de MK. Dans leur étude, différents rapports molaires pour la solution de silicate de sodium ont été testés. Les résultats montrent que l'ajout de GBFS améliore la résistance mécanique des mortiers et réduit leur porosité.

Hasnaoui et al. [87] ont étudié l'impact de différents pourcentages de laitier GBFS et de MK sur les performances de mortier géopolymère. Trois combinaisons ont été testés : 25% MK / 75% GBFS, 50% MK / 50% GBFS, et 75% MK / 25% GBFS, avec des rapports molaires de la solution de silicate de sodium (RM = SiO2/Na2O) allant de 1,0 à 2,0. L'étude a permet également de tester quatre rapports de matériaux aluminosilicates/activateur (2, 3, 4 et 5). Ces mélanges ont été évalués en comparaison avec un mortier à base de ciment Portland. Les résultats ont montré que le mélange optimal, composé de 50 % MK / 50 % GBFS, avec un rapport aluminosilicate/activateur de 3 et un rapport RM entre 1,6 et 1,8, offrait les meilleures performances, ces mortiers présentant des propriétés supérieures par rapport au mortier de ciment Portland.

Khalil et al. [116] ont analysé l'effet de la combinaison de 50% de MK et 50% de GBFS sur les propriétés de mortier géopolymère. Des rapports molaires de la solution d'activateur variant de 1,1 à 1,7, ainsi que deux rapports eau/liant (0 % et 15 %) ont été testés. Ces formulations ont été comparées à un mortier constitué uniquement de 100 % de GBFS. Les résultats ont montré que le mélange 100 % laitier avec un rapport molaire de 1,7 présente une bonne résistance à la compression et une maniabilité acceptable.

Susan A. Bernal et al. [117] ont examiné les propriétés mécaniques et la durabilité de béton géopolymère formulé à partir de GBFS et MK et activés par des silicates alcalins. Leur analyse a focalisé sur l'impact des paramètres de formulation comme les rapports activateur + précurseur solide (SiO₂/Al₂O₃ (S/A)) allant de 3,6, 4,0 et 4,4, les proportions GBFS/ (GBFS + MK) variant de 0,8, 0,9 et 1,0 (soit 20 %, 10 % et 0 % MK respectivement), ainsi qu'un rapport molaire constant de Na₂O/SiO₂ de 0,25. Les échantillons ont été durcis à une à une température constante de 25°C avec une humidité relative de 90%. Les résultats indiquent qu'à une concentration élevée d'activateur, l'inclusion de métakaolin dans le liant améliore les résistances à la compression à un âge précoce (figure 1 42). Un comportement similaire a été observé pour la résistance à la flexion. En outre, l'augmentation de la proportion de MK et de la concentration de l'activateur a entraîné une réduction de la perméabilité au chlorure et de la sorptivité de l'eau.

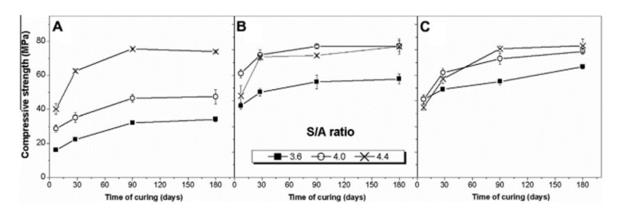


Figure 1 42: Résistance à la compression des bétons formulés avec différentes proportions de GBFS/ (GBFS + MK): A – 1,0, B – 0,9, et C – 0,8 [117].

1.12 Conclusion

Les recherches présentées dans ce chapitre mettent en évidence les nombreux avantages des géopolymères. Ces matériaux sont intéressants pour leur faible impact environnemental, leurs bonnes performances mécaniques et leur bonne durabilité. Leur performance, comparable à celle des bétons traditionnels, les rend adaptés à divers secteurs de la construction et en fait une alternative prometteuse au ciment Portland.

Cependant, les caractéristiques des géopolymères varient d'une étude à l'autre, influencées par les propriétés chimiques et physiques des matières premières aluminosilicates notamment les rapports Si/Al et Na₂O/Al₂O₃, les types et concentrations d'activateurs pour une performance optimale, et les conditions de durcissement telles que la température optimale pour accélérer la réaction des matières premières aluminosilicates. Ces matières proviennent de diverses sources et contiennent des pourcentages variables de minéraux aluminosilicates, ce qui rend difficile la prédiction du mélange optimal et du comportement futur des matériaux géopolymères. La formulation de ces matériaux est donc plus complexe que celle du béton conventionnel, ce qui complique le processus de formulation et de mise en œuvre.

Cependant, les recherches sur la combinaison de métakaolin et de laitiers de haut fourneau pour la fabrication de géopolymère sont encore limitées. De plus, il n'existe pas de recherches spécifiques sur l'utilisation de ces matériaux locaux en Algérie. Cela souligne la nécessité de poursuivre les investigations pour mieux comprendre et optimiser l'utilisation des géopolymères à base de ressources locales dans notre pays.

2 : COMPOR ANTS EN BET TR		

CHAPITRE 2: COMPORTEMENT A LA FISSURATION DES TIRANTS EN BETONS ARMES SOUMIS A LA TRACTION

2.1 Introduction

Ce chapitre propose une synthèse sur le comportement mécanique du béton et de l'acier soumis à la traction pure. Il traite également la liaison acier-béton et le comportement à la fissuration des tirants en béton armé. En effet, les tirants en béton prennent la forme de sections prismatiques ou cylindriques, avec une barre d'acier placée au centre de la matrice en béton. Cette barre, qu'elle soit nervurée ou lisse, subit des efforts de traction appliqués aux extrémités. Ces forces sont ensuite transmises au béton grâce à l'adhérence entre les deux matériaux.

2.2 COMPORTEMENT MECANIQUE DU BETON ET DE L'ACIER

2.2.1 Béton en traction pure

Le comportement mécanique du béton est caractérisé par les résistances à la compression et la traction. En compression, le béton dispose d'une bonne résistance mécanique, avec une capacité de déformation notable, variant de 2 à 4 ‰ selon les conditions. Cependant, en traction, sa résistance est très faible, environ dix fois inférieure à celle en compression, avec une capacité de déformation très limitée qui est de l'ordre de 0,1 pour mille. Le mode de la rupture du béton en traction est fragile, brutale, et sans signe avant-coureur. Contrairement à un matériau élastique, sa courbe déformation-contrainte n'est linéaire que dans un intervalle de traction très rétréci [118]. En plus, les essais de résistance à la traction du béton indiquent une dispersion notable des résultats obtenus.

L'analyse du comportement du béton soumis à une traction uni axiale est cruciale pour mieux compréhension son comportement. La résistance à la traction du béton peut être mesurée expérimentalement par des essais de traction, des essais de fendage ou de flexion. Lors d'un essai de traction directe, l'évaluation du comportement d'un élément est indispensable en contrôlant la déformation. Lors de l'évaluation d'un élément en traction directe, il est crucial de réaliser l'essai en contrôlant la déformation [118].

Les machines modernes permettent désormais non seulement de quantifier la résistance, mais aussi de tracer les courbes non linéaires contrainte-déformation jusqu'à la rupture du matériau. Cette approche permet d'analyser le comportement du matériau au-delà du pic de contrainte et d'évaluer par conséquence sa ductilité relative.

L'exemple illustré à la figure 2 1 montre le comportement du béton en traction directe, basé sur les premiers essais réalisés par Terrien [119]. Le diagramme obtenu révèle deux phases très distinctes :

- Lors de la phase pré-pic (σ < f_t), la courbe est maintenue relativement proche de la droite élasticité. D'après les observations de Terrien, les premières détériorations se manifestent lorsque la contrainte atteint environ 50 % de sa valeur maximale.
- La phase post-pic, la courbe révèle une chute brutale de la contrainte, avant qu'elle ne se stabilise.

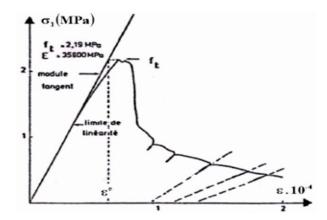


Figure 2 1: Comportement expérimentale du béton en traction directe selon Terrien [119].

Des recherches expérimentales réalisées par l'Hermite [120] sur des éprouvettes soumis à des essais de flexion à trois points révèlent que la résistance à la flexion du béton tendu diminue de manière significative à mesure que les dimensions augmentent (voir figure 2 2).

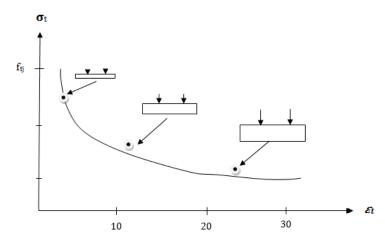


Figure 2 2: Impact des dimensions des éprouvettes sur la résistance du béton tendu en flexion [120].

Un autre auteur, Mazars [121], a démontré que l'effet d'échelle dans le béton est attribué à deux phénomènes distincts liés à sa nature hétérogène. L'effet de volume de l'éprouvette est originaire de la variation aléatoire des résistances locales qui montrent la répartition imprévisible des défauts dans le matériau. L'effet de structure est lié à la taille des agrégats ce qui influe la longueur caractéristique des zones fissurées.

2.2.2 Acier en traction

Contrairement au béton, les aciers présentent un comportement symétrique, où la courbe de déformation - contrainte est théoriquement la même en compression et en traction. De plus, ils affichent un comportement linéaire élastique sur grande partie de leur domaine de fonctionnement [118].

Pour les aciers à béton, le comportement est évalué par des essais de traction, où la déformation est mesurée sur une section cinq fois le diamètre de la barre d'acier utilisée, autour de la zone de striction. A noter que la striction est un amincissement localisé qui précède et localise la rupture de la barre [118].

La Figure 2 3 présente le dispositif expérimental pour les aciers, tandis que les Figures 2 4 et 2 5 illustrent le comportement de ces aciers ayant une limite d'élasticité f_{yk} 500 MPa. Elles montrent la courbe déformation-contrainte en fonction du mode de laminage (à chaud ou à froid) et les diverses phases de l'essai de traction [118].

- Phase de comportement élastique : la déformation est réversible dans l'intervalle de variation de cette phase. Lorsque l'élément est déchargé la déformation devient nulle. Elle est caractérisée par un module d'élasticité d'environ 205 GPa (arrondi à 200 GPa dans les règlements). Cette phase se termine à la limite d'élasticité fy, avec un allongement correspondant de 2,5 à 3 pour mille [118].
- Limite d'élasticité de l'acier :

Cas de laminage à chaud : la limite d'élasticité est caractérisée par une transition brutale de la phase élastique à une phase plastique, avec un palier de plasticité clairement défini [118].

Cas de laminage à froid : le comportement des aciers ne montre pas de palier de plasticité. Le passage entre la phase élastique et d'écrouissage se fait progressivement, car le laminage à froid a déjà écroui les aciers, rendant le palier de plasticité inexistant [118].

Pour les aciers de béton armé, l'Eurocode définit la limite d'élasticité conventionnelle à 2‰ de déformation résiduelle [118].

Palier de plasticité (spécifique pour le cas de laminage à chaud) : l'étendu du palier de plasticité s'accroit avec la diminution de la dureté de l'acier. Dans le cas des aciers durs de type aciers à béton, le palier de plasticité s'étend généralement jusqu'à environ 8 à 15‰. Pendant cette phase, un allongement significatif provoque l'écaillage de la couche de calamine sur la barre. Cependant les dimensions de la barre d'acier ne changent pas encore de manière visible. Les aciers laminés à froid, qui ne présentent pas de palier de plasticité, montrent également ce phénomène d'écaillage à un niveau d'allongement similaire [118].

Phase d'écrouissage : Elle est caractérisée par une modeste augmentation de la résistance mécanique de l'acier, par contre la déformation augmente de manière plus significative. On observe l'apparition d'un rétrécissement localisé de la section de la barre, appelé striction, qui s'accentue progressivement et finit par localiser la rupture [118].

Allongement à la rupture : pour les aciers laminés à froid, l'allongement à la rupture se situe généralement entre 30 et 100 ‰, tandis que pour les aciers laminés à chaud, il varie entre 60 et 150‰ [118].

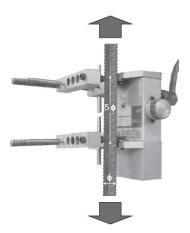


Figure 2 3: Dispositif d'essai de traction des aciers [118].

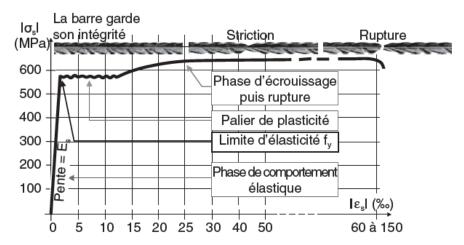


Figure 2 4 : Comportement en traction des aciers à béton laminés à chaud (exemple d'aciers de f_{yk} =500MPa) [118].

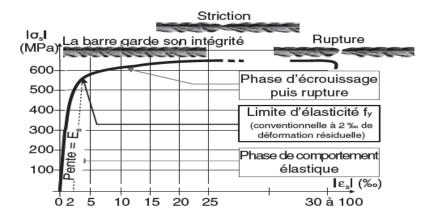


Figure 2 5: Comportement en traction des aciers à béton laminés à froid (exemple d'aciers de fyk =500MPa) [118].

2.3 FISSURATION DES TIRANTS EN BETON ARME

Le béton armé est une combinaison de deux matériaux, l'acier et le béton. Ce matériau composé possède des caractéristiques mécaniques distinctes. L'acier est considéré comme homogène, ce qui facilite la définition de ses propriétés mécaniques mais le béton a un comportement hétérogène dont les propriétés varient et sont plus difficiles à définir. Pour simplifier la conception, le béton est souvent considéré comme homogène à une échelle macroscopique.

L'objectif d'associer le béton et l'acier est que le béton supporte les efforts de compression, tandis que l'acier prend en charge les efforts de traction. Cette association est rendue possible grâce à l'adhérence entre l'acier et le béton, qui facilite un transfert efficace des efforts de traction de l'acier vers le béton [118]. Ce qui influence directement la fissuration de la structure. Cette influence peut être observée en analysant le comportement d'un tirant en béton armé. À titre d'exemple, considérons un élément en béton armé d'une structure constitué d'une barre d'acier traversant le centre de gravité de la section transversale du béton. Lorsqu'une force est appliquée aux extrémités de cette barre, le béton se fissure sous l'effet des efforts transmis par la liaison entre le béton et l'armature (voir figure 2 6).

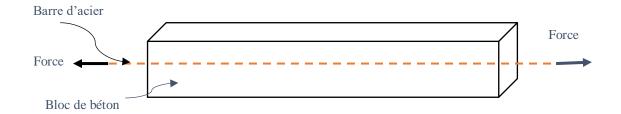


Figure 2 6: Principe de l'essai de traction d'un tirant en béton armé.

2.3.1 Comportement expérimental

Le comportement d'une poutre en béton armé, lorsqu'elle est soumise à une traction pure, est appelé tirant. Ce comportement global se caractérise par la relation entre la contrainte dans l'acier « $\sigma_s = N/A_s$ » (N est l'effort normal appliqué et A_s est la section d'acier) et la déformation moyenne du tirant « ϵ » (acier + béton) mesurée sur une longueur suffisante. Cette relation peut être illustrée à l'aide du diagramme (σ_s - ϵ) obtenu lors d'un essai de fissuration en béton armé sous déformation maitrisée. D'après TRINH [122], les principales phases du comportement à la traction d'un tirant en béton armé sont présentées figure 2 7.

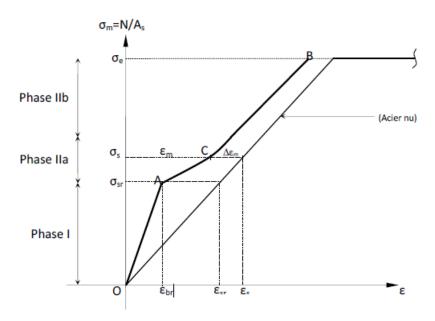


Figure 27: Comportement d'un tirant en béton armé soumis à la traction selon TRINH [122].

Le comportement du tirant à la traction est divisé en trois grandes phases :

Phase I (droite 0A, élastique linéaire) :

Dans cet intervalle, le comportement du tirant est homogène, les deux matériaux (acier + béton) travaillent ensemble pour supporter l'effort interne normal « N ». Les déformations sont compatibles, et la structure reste dans un état élastique linéaire sans fissures. On peut écrire l'expression suivante pour une section droite quelconque du tirant :

$$N = \sigma_b(B - A_s) + n\sigma_b A_s$$

Avec

$$n = \frac{E_s}{E_h}$$
, B section droite du tirant

Le rapport entre l'effort normal exercé sur le tirant et la section de l'acier est donné par :

$$\frac{N}{A_s} = \sigma_s = \sigma_b (n + \frac{1 - \rho}{\rho}) \ Avec \ \rho = \frac{A_s}{B}$$

Phase IIa (courbe AC, développement des fissures):

Cette phase commence à partir de l'apparition de la première fissure qui se développe généralement dans la zone la plus faible de la résistance à la traction du béton. Cela est dû à la dispersion de cette résistance dans le volume du tirant. Lorsque on séloigne de chaque côté de cette fissure initiale où $\sigma_{sr}=N_r/A_s$, l'effort « N_r » est progressivement transféré au béton par l'adhérence entre les deux matériaux. Par la suite, d'autres fissures apparaissent à cause de l'augmentation de l'effort « N ». Cette phase se termine lorsque la fissuration se stabilise et que le nombre de fissures devient constant.

Phase IIb : (courbe CB, phase de fissuration stabilisée)

Au cours de cette phase, les fissures principales se stabilisent. Une augmentation de l'effort « N » entraîne l'élargissement des fissures existantes. Pendant cette phase, le tirant présente un comportement considéré d'élastique fissuré.

2.3.2 Les lois de comportement

Plusieurs relations mathématiques reliant la contrainte dans l'acier à la déformation relative ont été développées pour exprimer physiquement le comportement des tirants en béton armé soumis à la traction. Ces relations s'appuient principalement sur les propriétés mécaniques du béton et de l'acier (résistance à la compression, module d'élasticité, résistance à la traction, pourcentage d'armature). Certains chercheurs ont représenté le comportement des tirants à l'aide de diagrammes σ_s =f(ϵ) où « ϵ » est la déformation relative moyenne de l'acier à proximité des fissures. Cette déformation devient plus élevée que la déformation relative totale du tirant pendant la phase de formation des fissures. Ci-dessous, nous exposons les lois de comportement proposés dans les travaux de recherche existants.

2.3.2.1 Lois avec $\Delta_{\varepsilon m}$ constant

Cette loi a été proposée par JOHNSON [126] (voir figure 2 8). L'expression de la variation de la déformation s'écrit comme suit :

$$\Delta \varepsilon = \frac{K\sigma_{br}}{E_s \rho}$$

Avec K variant entre $\frac{1}{3}$ et $\frac{2}{3}$, et ρ représentant le pourcentage d'acier.

Cette variation de la déformation a été modifiée par le code européen du béton en 1967 [124] et en 1973 [125]. Elle est désormais exprimée par :

$$\Delta \varepsilon = \frac{K_3}{E_s \rho}$$
 et le $K_3 \approx 3$ MPa

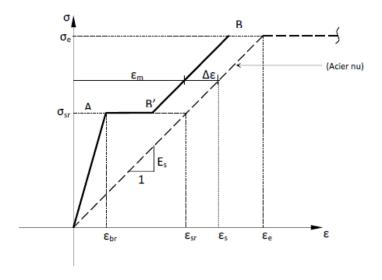


Figure 2 8: Loi de comportement avec $\Delta \epsilon m$ constant selon JOHNSON [123].

BRUGGELING [126] et VAN DER VEEN [127] ont adopté une approche qui propose d'augmenter la contrainte de 20% au moment de l'apparition de la première fissure (point « A »). De plus, ils ont simplifié le modèle en établissant un palier horizontal à ce niveau de contrainte qui correspond à la stabilisation des fissures (palier « AC »). Cette approche permet de simplifier le modèle en négligeant la phase de propagation des fissures (figure 2 9) [128]. Audelà de ce point « C », la contribution du béton tendu, supposée constante en phase de fissuration stabilisée ($\sigma_{sy} = 1,2\sigma_{sr}$) est définie en fonction de l'exposant « b » dans la relation d'adhérence (τ =as^b). À ce niveau cette contribution du béton tendu est alors exprimée par :

$$\Delta \varepsilon = \frac{(1+b)(5+b)}{12}.(\varepsilon_{sr} - \varepsilon_{cr})$$

Pour b=0.18 et σ_{sy} =1.2 σ_{sr}

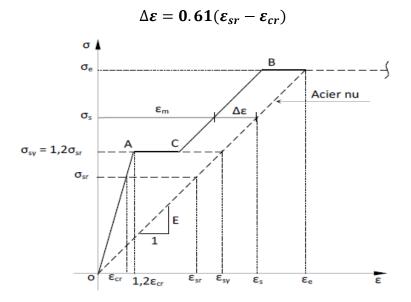


Figure 2 9: Loi de comportement d'après VAN DER VEEN et BRUGGELING [127].

2.3.2.2 Loi avec variation linéaire de Δε

RABICH [129] propose un modèle géométrique de variation linéaire de $\Delta\epsilon$ entre le point A et B, où les coordonnées du point B sont (ϵ e, ϵ e) de l'acier (comme illustré dans la figure 2 10). Ce modèle simplifie l'observation des courbes expérimentales en montrant une réduction progressive de $\Delta\epsilon$ jusqu'à atteindre zéro lorsque la contrainte de l'acier atteint sa limite. Cependant, la formule de $\Delta\epsilon$ néglige l'adhérence résiduelle entre l'acier et le béton, qui a été observée expérimentalement même après que l'acier dépasse sa limite élastique.

$$\Delta \varepsilon = (\varepsilon_e - \varepsilon) \frac{(\varepsilon_{sr} - \varepsilon_{cr})}{(\varepsilon_e - \varepsilon_{cr})}$$

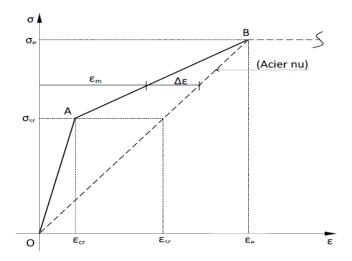


Figure 2 10: Loi de comportement du tirant d'après RABICH [129].

2.3.2.3 Loi avec variation multi linéaire de Δε

ESPION [130] et [131] a développé un modèle de comportement multilinéaire pour les tirants avec un pourcentage d'armatures $\rho \geq 1\%$ et un modèle de comportement bilinéaire pour ceux qui ont un pourcentage d'aciers $\rho \leq 1\%$, selon les principes de la loi RABICH [129]. Il a été constaté que les fissures se stabilisent après un chargement équivalent à deux fois σ sr. Lorsque le pourcentage d'armatures est supérieur à 1%, le point de stabilisation des fissures « C » (figure 2 11), se situe entre les points A et B. Après la fissuration, la variation $\Delta \epsilon_{IIa}$ devient linéaire, par contre $\Delta \epsilon_{IIb}$ reste constante, conformément à la loi de RABICH, recommandée par ESPION pour les pourcentages inférieurs à 1%.

$$\Delta \varepsilon_{IIa} = (\varepsilon_{sr} - \varepsilon_{cr}) - \frac{(\varepsilon_{sr} - \varepsilon_{cr}) - \Delta \varepsilon_{IIb}}{(\varepsilon_{s}(c))} (\varepsilon - \varepsilon_{sr}) \qquad Si \ \varepsilon_{cr} \leq \varepsilon \leq [\varepsilon_{s}(c) - \Delta \varepsilon_{IIb}]$$

$$\Delta \varepsilon_{IIb} = \left(18 + \frac{3.55}{\rho}\right) 10^{-6} \qquad Si \ [\varepsilon_{s}(c) - \Delta \varepsilon_{IIb}] \leq \varepsilon \leq [\varepsilon_{e} - \Delta \varepsilon_{IIb}]$$

$$Avec \ \varepsilon_{s}(c) = \frac{2\sigma_{sr}}{E_{s}} et \ \rho > 1\%.$$

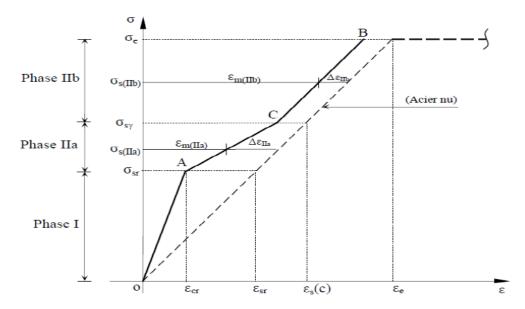


Figure 2 11 : Loi de comportement multi linéaire selon ESPION [130].

Le code modèle 90 [132] a établi une loi multilinéaire qui propose que le point de stabilisation des fissures soit celui de l'apparition de la dernière fissure ($\sigma_{srn} = 1,3 \sigma_{sr1}$). Il considère que la contribution du béton soit constante pendant la phase de fissuration stabilisée ($\sigma_{s2} \ge \sigma_{srn}$), (figure 2 12).

$$\Delta \varepsilon_{s,n} = \beta_n (\varepsilon_{s2,r1} - \varepsilon_{s1,r1})$$

 $\beta_n = 0.4$ cas de charge instantanée.

 $\beta_n = 0.25$ cas de charge de longue durée.

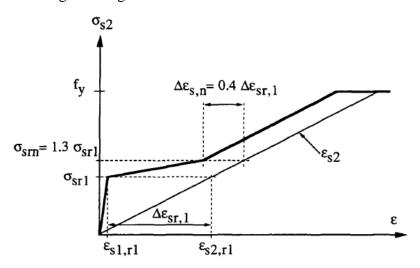


Figure 2 12: Loi de comportement multi linéaire selon le code modèle 90 [132].

2.3.2.4 Loi hyperbolique

Le CEB [133] a proposé une loi contrainte - déformation hyperbolique, comme celle adoptée dans le code modèle 90. Cette loi, comparable à la relation moment-courbure d'une poutre en flexion, est illustrée à la figure 2 13. Bien que ce modèle soit efficace pour représenter cette

évolution sous sollicitation à court terme, il ne distingue pas clairement les phases de fissuration.

La déformation relative du tirant est exprimée par :

$$egin{aligned} oldsymbol{arepsilon} & oldsymbol{arepsilon} & oldsymbol{arepsilon} & oldsymbol{arepsilon}_{s2} - \Delta oldsymbol{arepsilon}_{s} & - \Delta oldsymbol{arepsilon}_{s1} - oldsymbol{arepsilon}_{s1,r1} ig). \ \hline oldsymbol{\sigma}_{s2} & oldsymbol{\sigma}_{s2} & - \Delta oldsymbol{arepsilon}_{s2} & - \Delta oldsymbol{arepsilon}_{s2} & - \Delta oldsymbol{arepsilon}_{s1} & - \Delta oldsymbol{arepsilon}_{s1,r1} ig). \end{aligned}$$

 $\Delta \varepsilon_s$: contribution de la rigidité du tirant du béton tendu entre les fissures.

 ε : déformation relative du tirant.

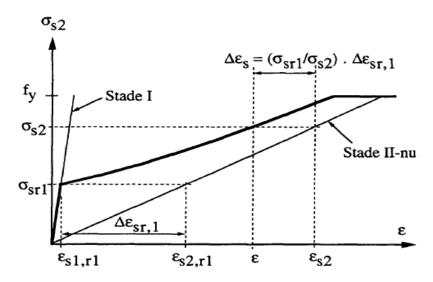


Figure 2 13: Loi hyperbolique du CEB d'un tirant [133].

2.4 NORMES DE CALCUL ET INTERACTION ACIER-BETON

Les normes de calcul, comme l'Eurocode 2 (2007) [134], détaillent les phénomènes de détérioration sous influence des interactions acier-béton le long de l'interface du tirant. Ces interactions jouent un rôle clé dans le comportement observé lors des essais expérimentaux. Pendant la phase élastique, le tirant s'allonge et cet allongement est associé à une augmentation progressive de l'effort appliqué à la structure. L'effort est totalement appuyé par l'acier au niveau des extrémités du tirant. Les sections droites d'extrémités de béton fonctionnent comme étant des bords libres de l'élément structural. En effet, la transmission des efforts entre les deux matériaux se fait progressivement dans une partie transitoire, jusqu'à ce que la charge soit uniformément répartie qui sera atteinte lorsque les déformations axiales du béton et de l'acier sont identiques (voir la figure 2 14).

Au cours des essais de traction sur un tirant, les contraintes appliquées augmentent progressivement avec la force appliquée jusqu'à ce que le béton atteigne sa résistance limite en

traction (f_t). Cette limite est obtenue dans la zone de plus faible de résistance en traction, au centre du tirant (par exemple, entre les points A et B de la figure 2 15). À ce stade, une fissure se crée et apparaît sur le tirant, annulant localement les contraintes dans le béton, et l'acier reprend seul la charge. Autour de la fissure, l'effort se transfère de nouveau progressivement de l'acier vers le béton par adhérence, et par conséquence les contraintes augmentent dans le béton jusqu'à ce qu'elles redeviennent homogènes et maximales. Une nouvelle fissure se forme lorsque la contrainte atteint de nouveau la limite élastique du béton.

Une fois l'ensemble des fissures apparaissent dans le béton (fissuration stabilisée), la barre d'acier prend en charge la majorité des efforts, et dans ce cas le comportement du tirant est essentiellement gouverné par celui-ci (figure 2 16).

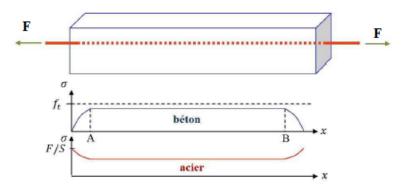


Figure 2 14: Répartition des contraintes dans l'acier et le béton durant la phase élastique.

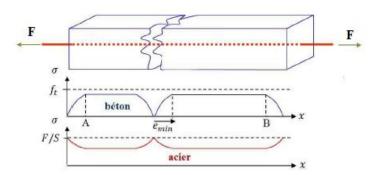


Figure 2 15 : Phase d'apparition de la première fissure.

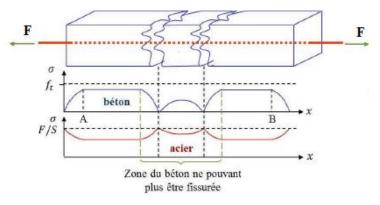


Figure 2 16: Phase de stabilisation des fissures.

2.5 Liaison acier-beton et repartition de la fissuration

La liaison acier-béton gouverne le comportement des structures en béton armé. Cette liaison assure la transmission efficace des efforts entre l'armature et la matrice liante béton. Le mécanisme de transmission des efforts entre les deux matériaux se base sur l'action de l'adhérence. Cette action correspond aux contraintes de liaison s'opposant aux déplacements relatifs entre l'acier et le béton. Ces contraintes permettent non seulement la transmission des efforts, mais influencent également le développement des fissures dans la structure. Cette interaction peut être étudiée à travers l'analyse expérimentale du comportement des tirants. Le comportement de la liaison dépend fortement de la rugosité des barres d'acier, leur diamètre, ainsi que la dégradation progressive du béton à leur surface [135].

De nombreuses études expérimentales ont été menées pour analyser le comportement des tirants. Parmi celles-ci, Goto a conduit une recherche sur la dégradation du béton des tirants de forme prismatique (10x10x100 cm). Ces tirants sont composés d'une barre nervurée de ϕ =19mm. Chaque tirant est soumis à la traction, avec un chargement approchant la résistance maximale de l'acier. Une technique d'injection d'encre a été utilisée pour visualiser les fissures se formant autour des armatures. Cette étude a mis en évidence l'importance cruciale de la liaison entre les deux matériaux dans le transfert des efforts ainsi que l'influence mécanique des nervures des barres sur la propagation des fissures. Cette étude a permis de montrer l'existence des diverses modes de rupture du tirant comme la formation de fissures inclinées à 45° et l'apparition de zones de décohésion complète entre les deux matériaux (voir figure 2 17) [136].

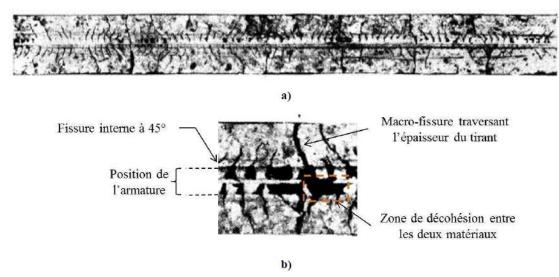


Figure 2 17: Fissuration interne du tirant, a) Vue d'ensemble de la structure, b) zoom sur une section du tirant [136].

Selon Lutz et Gergely, cette dégradation est causée par trois phénomènes principaux : l'adhésion chimique entre l'acier et le béton, sous influence de leur composition et de leur mode de mise en œuvre, le frottement des surfaces de contact, et les interactions mécaniques dus à la présence de nervures sur les barres d'armature [137].

2.6 Influence de la liaison sur l'ouverture des fissures

La liaison acier - béton permet le contrôle de l'ouverture des fissures dans les éléments structuraux en béton armé. Son impact est direct sur l'espacement des fissures et par conséquent sur leur ouverture. Une bonne adhérence entre ces deux matériaux assure une répartition uniforme des efforts appliqués, ce qui limite la propagation des fissures. En revanche, une adhérence insuffisante, liée à une rugosité insuffisante des surfaces des matériaux ou à une détérioration des interfaces acier-béton, peut conduire à une augmentation significative des ouvertures des fissures [118].

L'ouverture des fissures notée « W_k » dépend principalement de la densité d'acier efficace « $\rho_{p.eff}$ » et du diamètre des barres de renfort. En effet, une densité élevée et une barre de petit diamètre réduisent « W_k ». En revanche, un enrobage important est défavorable, car il entraîne une diminution de ($\rho_{p.eff}$), ce qui augmente W_k [118].

Selon le modèle Eurocode 2, l'ouverture moyenne des fissures (W_k) est la multiplication de la distance moyenne entre deux fissures (sr, max) avec la déformation relative moyenne entre l'acier (ε_{sm}) et le béton (ε_{cm}) , selon la formule : [118].

$$W_k = sr, max. (\varepsilon_{sm} - \varepsilon_{cm})$$

2.6.1 Fissuration du béton

Les fissures dans le béton armé sont un phénomène imprévisible. Elles peuvent apparaître sous l'effet d'application de charges externes, de facteurs physiques (retrait ou gradient de température et de facteurs chimiques comme la réaction chimique entre les composants du béton et les agents extérieurs [138]. La figure 2 18 présente les causes de fissuration du béton à l'état frais et l'état durci [138]. Elles se forment principalement aux endroits où les contraintes de traction atteignent ou dépassent la résistance du béton [139]. Ces fissures peuvent nuire à l'esthétique et la durabilité des éléments structuraux en exposant l'acier à la corrosion, entraînant une corrosion progressive qui réduit la durabilité de l'ensemble et compromet sa solidité à long terme.

Les microfissures internes sont également classées parmi les fissures générées par l'application de charges externes. Elles apparaissent sous l'effet des contraintes importantes exercées sur le béton à proximité des nervures des barres déformées et demeurent localisées autour de l'acier, sans être visibles en surface. Ces microfissures jouent un rôle dans le mécanisme d'adhérence [140], [141].

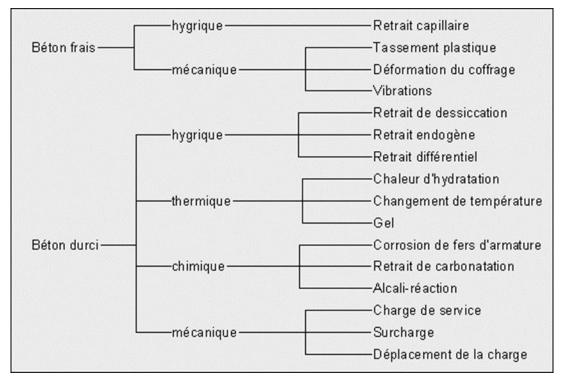


Figure 2 18 : Facteurs responsables de la fissuration du béton [140].

2.6.2 Adhérence acier – béton

Les efforts appliqués directement au béton dans les structures sont généralement transmises vers les armatures en acier grâce au phénomène d'adhérence, qui représente une liaison tangentielle essentielle à l'interface entre le béton et l'acier. Cette liaison résulte de plusieurs mécanismes, notamment le frottement généré par la pression du béton sur les barres d'armatures et l'appui des bielles de béton contre les nervures des barres d'acier [142].

Les études de la littérature montrent que les contraintes d'adhérence entre l'acier et le béton sont influencées par plusieurs facteurs. En particulier, l'état de surface, la géométrie, la position des barres d'acier et l'espacement entre elles jouent un rôle majeur. En effet, une surface rugueuse favorise considérablement l'adhérence [143], tandis que l'inclinaison et la position des barres dans le coffrage impactent également cette propriété [144]. Par ailleurs, la résistance du béton ainsi que l'enrobage des armatures jouent un rôle essentiel dans l'évaluation de l'adhérence [145].

Daoud a réalisé une étude expérimentale comparative entre le béton autoplaçant (BAP) et le béton ordinaire (BO) pour évaluer les performances de la liaison béton - acier (figure 2 19). Ses essais d'adhérence ont permis de tester deux types de barres, lisses et haute adhérence (nervurés), de diamètres allant de 8 à 20 mm. Les résultats ont montré que la rugosité de la surface des barres joue un rôle déterminant dans l'adhérence. Une surface plus rugueuse renforce l'interaction mécanique avec le béton, augmentant ainsi la résistance à l'arrachement. Toutefois, la fluidité du BAP le rend particulièrement sensible à l'absence de rugosité, ce qui peut affecter la qualité de la liaison béton - acier. Il a été montré aussi que les barres de plus grand diamètre augmentent l'effort maximal d'arrachement (figure 2 20) [135].

De plus, la résistance à la traction du béton varie proportionnellement avec la racine carrée de la résistance à la compression. Cela explique pourquoi les formules utilisées pour calculer l'adhérence se basent sur cette dernière. En règle générale, l'adhérence béton-acier tend à augmenter avec la résistance à la compression du béton, ce qui souligne l'importance des bonnes performances mécaniques du béton pour assurer une liaison efficace entre les deux matériaux.



Figure 2 19: Tirants testés par Daoud avec différents diamètres [135].

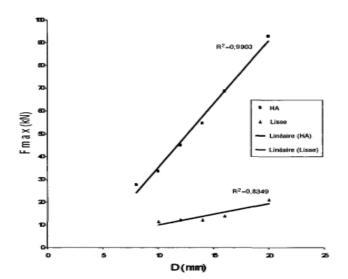


Figure 2 20 : Variation de l'effort maximal d'arrachement en fonction du diamètre pour les barres Lisses et HA [135].

2.7 CONCLUSION

Le comportement à la fissuration des tirants en béton armé soumis à l'effort de traction est un phénomène complexe résultant de l'interaction entre l'acier et le béton. Ces deux matériaux ont des performances mécaniques différentes ; le béton prend en charge les efforts de compression,

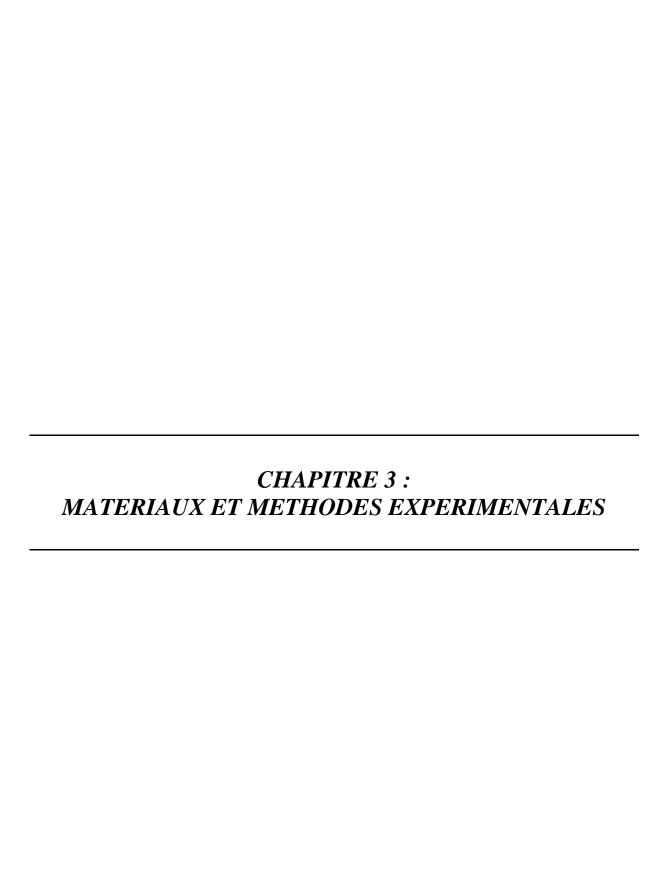
tandis que l'acier, grâce à sa haute résistance à la traction, supporte les forces de traction. Cette interaction est caractérisée par l'adhérence entre ces deux matériaux ce qui permet le transfert des efforts par la rugosité des barres et la composition du béton. Cette adhérence constitue un facteur clé dans le développement des fissures dans le béton armé.

Le comportement des tirants en béton armé soumis à une traction pure se divise généralement en trois phases. La première phase, dite élastique linéaire, le tirant se déforme de manière proportionnelle à l'effort appliqué, sans fissuration. Cependant, à partir d'une certaine limite de contrainte dans le béton, la phase de développement des fissures débute et les fissures commencent à se former dans le béton. Enfin, lors de la phase de fissuration stabilisée, les fissures existantes se stabilisent, et leur élargissement est directement lié à l'augmentation de l'effort appliqué. Ce phénomène donne lieu à un comportement « élastique fissuré » du tirant, dans lequel les fissures se développent sans impacter immédiatement la rigidité globale des éléments structuraux.

La liaison acier - béton est indispensable pour transmettre les efforts et l'évolution de la fissuration (y compris leur apparition, répartition et ouverture) dans les structures en béton armé. Cette liaison, basée sur l'adhérence, est fortement influencée par la rugosité et le diamètre des barres d'armature, ainsi que par la dégradation progressive du béton. Les études expérimentales sur les tirants en béton armé montrent la manière dont les nervures des d'armature de haute adhérence et la dégradation du béton influencent la propagation des fissures, ainsi que les différents modes de rupture observés.

Une bonne adhérence entre l'acier et le béton assure une répartition uniforme des efforts et limite la propagation des fissures. Par contre, une adhérence insuffisante conduit à une ouverture plus importante des fissures. Il faut préciser que l'ouverture des fissures influencée par la densité d'acier et le diamètre des barres d'armature. Une densité élevée et des barres de petit diamètre contribuent à limiter l'ouverture des fissures, tandis qu'un enrobage plus épais à l'effet inverse, augmentant l'ouverture des fissures.

Ainsi, l'adhérence acier - béton assure la transmission des efforts dans les éléments structuraux en béton armé. Elle dépend de la rugosité des surfaces des barres, leur diamètre, leur position, leur espacement ainsi que la résistance et l'enrobage du béton. Une meilleure adhérence, favorisée par des résistances mécaniques élevées du béton, limite la propagation des fissures et assure ainsi la pérennité de la structure.



CHAPITRE 3: MATERIAUX ET METHODES EXPERIMENTALES

3.1 Introduction

Le but de ce chapitre est de présenter en détail la méthodologie expérimentale utilisée dans le cadre de cette thèse. Dans la première partie, nous exposons les matériaux employés pour la formulation des mortiers et du béton, en mettant en évidence leurs propriétés physicochimiques. La deuxième partie sera ensuite dédiée aux méthodes et techniques de formulation des divers mortiers, ainsi qu'aux procédures utilisées pour caractériser les mortiers à l'état frais et durci. Enfin, la dernière partie se concentre sur les techniques employées pour la formulation et la caractérisation des bétons. Les méthodes employées sont exposées afin d'analyser le comportement à la fissuration des tirants en béton armé ordinaire et géopolymère.

3.2 CARACTERISTIQUES DES MATERIAUX

Les échantillons de mortiers et de béton, à base de liant géopolymère ou de ciment portland, ont été fabriqués à partir de plusieurs matériaux. Ces matériaux ainsi que leurs principales caractéristiques sont détaillés ci-après.

3.2.1 Ciment

Le ciment Portland de type CEMII/A, classe 42.5, commercialisé par la cimenterie GICA située à Skikda (Algérie), est utilisé pour la fabrication du mortier et du béton de référence. Ce ciment à une surface spécifique de 3371 cm²/g et sa composition chimique est fourni dans le tableau 3 1.

Composants	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	MnO	TiO ₂	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	SrO	BaO	PAF
MK	40.803	49.619	0.462	7.037	0.584	0.409	0.170	0.554	0.133	0.132	0.015	-	-
GBFS	37.4	9.2	40.6	3.93	0.45	2.32	0.306	1.3	0.968	0.290	0.350	2.69	-
CEM II/A 42,5	24.92	6.58	58.6	1.21	3.65	'	,	2.17	0.85	0.08	,	,	1.7

Tableau 3 1 : Composition chimique du MK, GBFS et ciment.

3.2.2 Laitier granulé de haut fourneau (GBFS)

Le laitier granulé de haut fourneau (GBFS) a été fourni par l'unité métallurgique d'El Hadjar, située dans la ville d'Annaba. Après avoir été séché dans un four à 105°C pendant 24 heures, il a été broyé avec la machine Micro-Deval pendant 12 heures (Figure 3 1) pour obtenir une finesse d'environ 5388 cm²/g [146]. Ce matériau a été utilisé comme matière première

aluminosilicate pour la préparation des mortiers et bétons géopolymères. Les caractéristiques chimiques du laitier ont été établies par spectroscopie de fluorescence X (XRF), comme indiqué dans le tableau 3 1. Les particules du laitier sont de forme irrégulière et anguleuse, comme illustré par l'image obtenue au microscope électronique à balayage (SEM) (Figure 3 2).

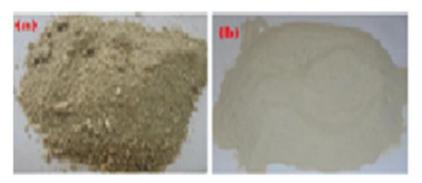


Figure 3 1 : Processus de préparation du GBFS : (a) état initial (avant broyage), (b) après broyage.

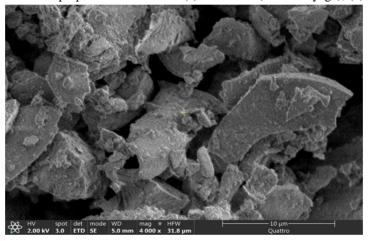


Figure 3 2: Images SEM de GBFS.

3.2.3 Métakaolin (MK)

Le métakaolin (MK) a été produit par calcination de l'argile DD3 (kaolin de classe 3) provenant de Djebel Debagh, situé dans la wilaya de Guelma. L'argile (DD3) a d'abord été séchée à 105°C pendant 24 heures, puis broyée avec la machine Micro-Deval. Après broyage, le DD3 a été tamisé à 80 µm et calciné à 750°C pendant 5 heures [147]. Les images de la transformation du kaolin DD3 en métakaolin sont présentées dans la Figure 3 3. Le métakaolin obtenu à une finesse d'environ 5521 cm²/g, et sa composition chimique, déterminée par XRF, est indiquée dans le tableau 3 1. Le MK présente des particules de forme feuilletée, comme illustré par l'image obtenue au microscope électronique à balayage (SEM) (Figure 3 4). Elle a été utilisée comme matière première aluminosilicate pour la préparation des mortiers et bétons géopolymères.

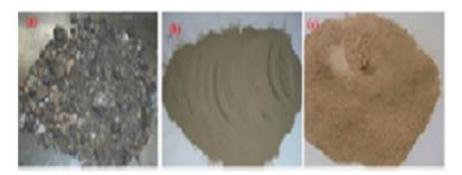


Figure 3 3 : Etapes de transformation du kaolin DD3 en métakaolin : (a) avant broyage, (b) après broyage, (c) après calcination.

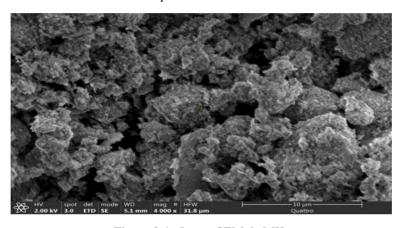


Figure 3 4 : Image SEM de MK.

3.2.4 Solution de silicate de sodium

Une solution commerciale de silicate de sodium (SS) avec un rapport molaire (RM=SiO₂/Na₂O) de 2.06 a été employée comme activateur des matériaux aluminosilicate dans la préparation des liants géopolymères. Cette solution contient 45% de silicate et 55% d'eau.

3.2.5 L'hydroxyde de sodium (NaOH)

Des pastilles d'hydroxyde de sodium ont été ajoutées à la solution de silicate de sodium pour ajuster les rapports molaires dans les différentes formulations des géopolymères (mortiers ou béton).

3.2.6 Sable

Un sable siliceux naturel, extrait de la sablière d'Oum Ali située dans la région de Tébessa, a été employé pour la formulation des différents mélanges. Sa granulométrie correspond à celle d'un sable standard (0/2mm).

3.2.7 Eau

L'eau utilisée est de l'eau du robinet avec un pH proche de 7.

3.2.8 Granulats pour béton

Pour la formulation de tous les bétons (ordinaire et géopolymère), trois types de granulats ont été combinés. Ces granulats, provenant d'une carrière locale, incluent : du sable de dune naturel (S) 0/5mm du gravier moyen (G1) 5/15 mm, et de gravier grossier (G2) 10/25mm. Les courbes granulométriques ainsi que les caractéristiques physiques de ces granulats sont respectivement illustrés dans la figure 3 5 et le tableau 3 2.

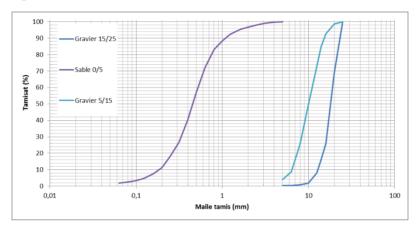


Figure 3 5 : Courbes granulométriques des granulats (sable et gravillon).

Caractéristiques	Sable (S) 0/5mm	Gravier moyen (G1) 5/15mm	Gravier grossier (G2) 15/25mm		
Densité (g/cm³)	2.54	2.62	2.62		
Equivalent de sable	81	/	/		
Module de finesse	1.94	/	/		
Valeur Los Angeles	/	24 (<30)	26 (<30)		

Tableau 3 2 : Caractéristiques physiques des granulats.

3.3 METHODOLOGIE DE L'ETUDE EXPERIMENTALE

L'étude expérimentale est structurée en trois grandes parties, la deuxième et troisième partie étant divisées en deux phases, comme le montre la figure 3 6. La première partie est concentrée sur le choix et la caractérisation des matériaux employés. La deuxième partie porte sur l'optimisation et la durabilité des mortiers, divisée en deux phases. La première phase vise à déterminer la formulation idéale du géopolymère, en optimisant les proportions des matériaux aluminosilicates, ainsi que le rapport molaire et le ratio solide/liquide (matériaux aluminosilicates/solution alcaline). Cette phase prend en compte les propriétés des mélanges à l'état frais et durci. La deuxième phase porte sur l'évaluation de la durabilité de cette

formulation à l'agression des attaques de l'acide sulfurique, en mesurant la perte de masse, la résistance à la compression et l'alcalinité du mortier géopolymère. La comparaison des résultats avec ceux de mortiers de référence de ciment Portland permet de mieux comprendre les différences entre ces deux types de liants (ciment Portland et géopolymère à base de matériaux locaux). La formulation optimale obtenue est ensuite utilisée dans la troisième phase pour fabriquer un béton géopolymère. Cette troisième phase est scindée en deux parties ; la première étudie la formulation et la caractérisation des différents bétons, tandis que la seconde analyse l'effet du type de liant sur le comportement de fissuration des tirants en béton armé sous déformation imposée.

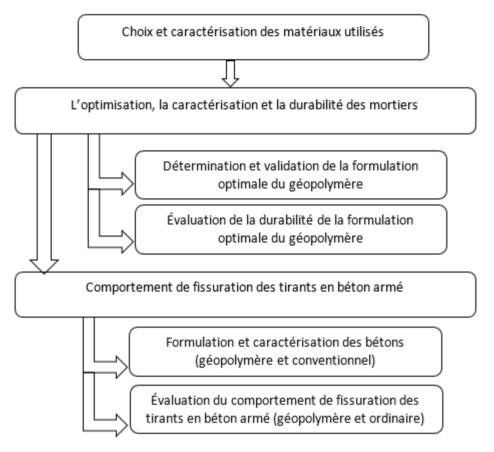


Figure 3 6 : Démarche de l'étude expérimentale.

3.4 Optimisation et durabilite des mortiers GÉOPOLYMÈRES

3.4.1 Formulation des mortiers géopolymères

Les mortiers géopolymères (MG) et Portland (MP) ont été élaborés conformément à la norme NF EN 196-1 [148]. Chaque formulation se compose de 450 g de liant, 1350 g de sable et 225 g d'eau avec un rapport E/C égale à 0,5. Dans le cas des MG, le ciment Portland a été remplacé par un liant composé de métakaolin (MK), de laitier de haut fourneau (GBFS), de solution de silicate de sodium (SS) et d'hydroxyde de sodium (NaOH). Ces mortiers géopolymères sont composés de 50% de MK et de 50% de GBFS avec un rapport liquide/solide constant de 0,5.

Trois proportions variables entre les matières premières aluminosilicates (MA) et la solution alcaline (SA) sont utilisées : 70% MA - 30% SA, 75% MA - 25% SA, et 80% MA - 20% SA. En outre, cinq rapports molaires différents pour le rapport SiO₂/Na₂O de l'activateur sont testés : 1,2 ; 1,4 ; 1,6 ; 1,8 ; et 2. Le choix de ces paramètres de formulation des mortiers géopolymères repose sur les travaux de Davidovits et al. [45], [61] qui ont montré qu'un liant géopolymère atteint des performances mécaniques et physiques optimales lorsque la formulation comprend entre 55 et 70 % de matériaux aluminosilicates, 25 à 35 % de solution alcaline, et un rapport molaire SiO₂/Na₂O variant de 1,45 à 1,95. Les diverses compositions des mélanges de mortiers évalués sont indiquées dans le tableau 3 3.

Mé- langes	Combinations MA%+ SA%	RM	MA (g)	SS (g)	NaOH (g)	Eau	Sable	Ciment
MG1		1.2		246.33	31.92	89.5		
MG2	70% MA	1.4		267.9	22.9	77.7		
MG3	+30%SA	1.6	315	286.8	15	67.3	1350	0
MG4	130703A	1.8	-	303.4	8.00	58.13		
MG5		2		318.2	1.83	50		
MG6		1.2		205.3	26.6	112.1		
MG7	75%MA +25%SA	1.4	337.5	223.3	19.1	102.2		0
MG8		1.6		239	12.5	93.55	1350	
MG9	125/05A	1.8		252.9	6.7	85.9		
MG10		2		265.2	1.5	79.2		
MG11		1.2		164.2	21.3	134.7		
MG12	80%MA	1.4		178.6	15.25	126.8		
MG13	+20%SA	1.6	360	191.2	9.98	119.84	1350	0
MG14	120/0011	1.8		202.3	5.33	113.74	1	
MG15		2		212.2	1.2	108.3		
MP	0	0	0	0	0	225	1350	450
SA=SS+Na	OH		•			•	•	•

Tableau 3 3 : Composition des mortiers Portland et géopolymère.

3.4.2 Préparation et durcissement des éprouvettes

La préparation et le malaxage des mélanges ont un impact significatif sur la qualité du produit final. Ces mélanges ont été réalisés à l'aide d'un malaxeur à axe verticale, en respectant la méthode de malaxage définie par la norme EN 196-1 [148].

Pour les mélanges géopolymères, la procédure de malaxage est la suivante : les composants secs (MK, GBFS) ont été introduits dans le malaxeur et mélangés durant 1 minute à vitesse lente pour garantir une homogénéité optimale. Ensuite, l'eau et la solution alcaline ont été ajoutées et l'ensemble des composés sont mélangés durant 3 minutes à vitesse lente. Le sable a été ajouté par la suite et malaxé pendant 2 minutes supplémentaires à vitesse lente. Enfin, un

malaxage à vitesse rapide a été effectué jusqu'à obtenir un mélange homogène, ce qui a pris environ 2 à 3 minutes.

Après malaxage, le moulage a été effectué immédiatement dans des éprouvettes prismatiques de dimensions $40\times40\times160$ mm³ et des éprouvettes cubiques de dimensions $50\times50\times50$ mm³ préalablement enduits d'huile. Le remplissage de ces éprouvettes a été réalisé en deux couches où chaque couche est vibrée pendant 1 minute à l'aide d'une table vibrante. Après le remplissage des éprouvettes, la surface du mortier a été lissée à l'aide d'une truelle. Enfin, les éprouvettes ont été durcies dans des conditions de laboratoire (figure 3 7). Après 24 heures, elles ont été démoulées et stockées dans des boîtes fermées à température ambiante jusqu'à l'âge de l'essai. Pour chaque mélange de mortier, trois éprouvettes ont été préparées pour chaque essai.



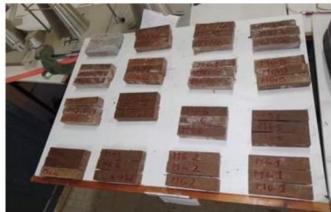


Figure 3 7 : Moulage et démoulage des éprouvettes des mortiers.

3.4.3 Formulation optimale

Pour déterminer la formulation optimale du géopolymère, divers essais de caractérisation ont été réalisés sur les MG et MP à l'état frais et durci.

3.4.3.1 Essais à l'état frais

a) Maniabilité

L'essai de maniabilité du mortier, réalisé conformément à la norme NF P18-452 [149], est utilisé pour évaluer la consistance des mortiers frais en mesurant leur temps d'écoulement dans un couloir vibrant. Cet essai permet d'étudier l'effet des différents constituants et des paramètres de formulation sur la fluidité du mortier. Le mortier est d'abord introduit dans le cône en quatre couches successives, chaque couche étant compactée par six coups de piquage pour éliminer les bulles d'air. Une fois le cône rempli, la surface est nivelée avec soin à l'aide d'un outil à bord droit. Ensuite, la cloison amovible est retirée, le vibrateur est activé, et le chronomètre est déclenché en même temps. Le temps nécessaire au mortier pour atteindre le trait-repère constitue le résultat de l'essai.

b) Temps de prise

L'essai de temps de début et de fin de prise des mortiers, qui a été effectué selon la norme NF EN 480-2 [150] (figure 3 8), permet de déterminer les moments où le mortier commence à durcir et atteint sa rigidité finale. Ce test utilise un appareil de type Vicat, qui mesure la pénétration d'une aiguille dans le mortier. Après le malaxage, le mortier est immédiatement introduit dans le moule, sans tassement ni vibration, et rempli à refus. L'excès de mortier est ensuite enlevé avec un outil à bord droit pour obtenir une surface aussi plane que possible. Le temps de début de prise est mesuré lorsque l'aiguille du Vicat pénètre dans le mortier jusqu'à une profondeur de 4,0 mm. Le temps de fin de prise est déterminé lorsque l'aiguille ne pénètre plus que de 2,5 mm dans le mortier. Les mesures doivent être effectuées à des positions espacées dans le moule et à intervalles réguliers, par exemple toutes les 10 minutes, pour obtenir une évaluation précise.



Figure 3 8 : Test de détermination du temps de prise du mortier.

3.4.3.2 Essais à l'état durci

a) Porosité

L'essai de porosité accessible à l'eau a été réalisé conformément à la norme NF EN 18-459 [151]. Cette méthode vise à mesurer la porosité interne du matériau en quantifiant l'eau absorbée par des éprouvettes de mortier après immersion. L'essai a été effectué sur des éprouvettes prismatiques de dimensions $40x40x160 \text{ mm}^3$. Les éprouvettes ont d'abord été séchées à l'étuve à $105 \, ^{\circ}\text{C}$ jusqu'à masse constante. Elles ont ensuite été immergées dans de l'eau à $20 \pm 2 \, ^{\circ}\text{C}$ pendant au moins 48 heures, jusqu'à saturation. Avant la pesée, chaque éprouvette a été essuyée pour éliminer l'eau superficielle. La quantité d'eau absorbée a été déterminée en comparant la masse sèche initiale (Ms) avec la masse saturée (Ma). La porosité est exprimée en pourcentage selon l'équation ci-dessous, et est calculée en prenant la moyenne des trois mesures effectuées sur trois éprouvettes.

$$porosité en \% = \frac{Ma - Ms}{Ms} \times 100$$

b) Résistances mécaniques

Les résistances mécaniques des mortiers sont évaluées sur des éprouvettes prismatiques de $40\times40\times160~\text{mm}^3$ après une cure de 28 jours, conformément à la norme NF EN 196-1 [148]. Pour chaque formulation, trois échantillons ont été soumis à des essais de flexion à trois points ainsi qu'à des tests de compression.

Les essais de flexion sont réalisés avec une machine « CONTROLS » d'une capacité de 50 kN et une vitesse de charge de 50 N/s. La disposition de la charge est illustrée a la figure 3 9. La résistance est calculée selon la formule suivante :

$$Rf = \frac{1.5 F_f \cdot L}{h^3}$$

Avec

F_f: charge appliquée au moment de la rupture, en (N).

L : distance entre les appuis.

b : dimension du côté de l'éprouvette.

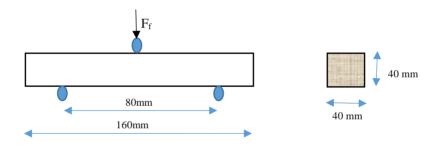


Figure 3 9 : Essai de résistance à la flexion

Les essais de compression ont été effectuée à l'aide d'une presse « CONTOLAB » de 1500 kN avec une vitesse de charge de 2400 N/s \pm 200 N/s. Les demi-prismes issus des essais de flexion sont placés au centre du plateau de la presse, avec une surface de contact de 1600 mm² (Figure 3 10). La résistance a été exprimée en divisant la charge de rupture par la section transversale de l'éprouvette, selon l'expression suivante :

$$Rc = \frac{Fc}{b^2}$$



Figure 3 10 : Essai de résistance à la flexion et à la compression du mortier.

c) Auscultation dynamique

Le module d'élasticité dynamique a été mesuré conformément à la norme NF EN 12504-4 [152]. L'essai a été réalisé sur des éprouvettes prismatiques de 40x40x160 mm³. La technique employée permet de mesurer le temps de propagation des ondes ultrasoniques à travers le mortier en utilisant l'appareil ultrason composé d'un générateur et un récepteur d'impulsion.

Le test exige une surface de contact lisse et une mince couche de gel de contact. Un transducteur émetteur génère un train d'ondes longitudinales (54 kHz) qui traverse le mortier. Ces ondes sont ensuite converties en signal électrique par un transducteur récepteur après avoir parcouru une distance connue (largeur de l'éprouvette). Le temps de propagation de l'impulsion est exprimé en microsecondes (µs) et distance entre les têtes doit être mesurée avec une précision de 1% pour déterminer la vitesse de propagation. Le module d'élasticité dynamique (Ed) est ensuite calculé à partir de cette vitesse de propagation, selon la formule suivante :

$$Ed = V^{2} \rho \frac{(1+v)(1-2v)}{(1-v)}$$
$$V = \frac{L}{T}$$

V : La vitesse de l'impulsion ultrasonore (m/s)

L : La longueur de l'éprouvette (160 mm)

T : Le temps de propagation en μ_{sec} .

P : masse volumique apparente des éprouvettes (kg/m³).

Y : le coefficient de Poisson a été estimé à 0,2, correspondant à la valeur moyenne rapportée dans la littérature, qui se situe entre 0,15 et 0,25 [153].

d) Efflorescence

Pour évaluer l'efflorescence des mortiers géopolymères (MG), une méthode quantitative basée sur une observation visuelle a été employée. Le test a été réalisé en immergeant partiellement des échantillons cubiques de mortier de dimensions 50x50x50 mm³, dans 40 g d'eau distillée. Ces échantillons ont ensuite été conservés à une température ambiante pour favoriser l'apparition de l'efflorescence. Ce dernier résulte de la réaction de l'hydroxyde de calcium avec l'eau et le dioxyde de carbone, provoquant la formation de dépôts carbonatés qui apparaissent sous forme de résidus poudreux et blanchâtres à la surface des échantillons [154], [155]. L'efflorescence peut provoquer une légère diminution des propriétés mécaniques des géopolymères [156].

e) Analyse microstructurale par MEB

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une méthode d'imagerie haute résolution permettant d'observer la topographie des surfaces des matériaux avec une grande précision. Cette technique repose sur l'interaction entre les électrons émis par une cathode et la matière de l'échantillon placé sous vide. Les spectres générés par cette interaction sont détectés et analysés, ce qui permet de reconstruire une image en trois dimensions de la surface observée. Dans ce travail, l'analyse de la microstructure du mortier géopolymère optimal a été réalisée au sein de la Plateforme Technologique « Elaboration des Matériaux et de Fabrication de l'Ecole Nationale Polytechnique de Constantine ».

f) Durabilité

Une fois le durcissement terminé à température ambiante durant 28 jours, des spécimens de la formulation optimale du mortier géopolymère et du mortier de référence, de dimensions $50\times50\times50$ mm³ (figure 3 11), ont été immergés dans trois solutions d'acide sulfurique de diverses concentrations (1%, 3% et 5%) pour une durée de 28 jours. La préparation et le durcissement de ces éprouvettes ont été effectués conformément aux méthodes précédemment décrites. Les essais ont été réalisés selon la norme ASTM C267 [157].

Pour chaque formulation de mortier, au moins trois éprouvettes ont été exposées à l'acide sulfurique afin de compenser les variations de mesure. Ces mortiers ont été comparés à des échantillons témoins non exposés à l'acide. Tous les 14 jours, les éprouvettes ont été retirées de la solution acide, leurs surfaces ont été nettoyées, et leurs masses ont été mesurées pour évaluer la perte de masse. Ensuite, les solutions acides ont été renouvelées et les éprouvettes ont été immergées de nouveau dans la nouvelle solution.

La résistance à la compression des spécimens a été évaluée après 28 jours d'exposition à l'acide. Parallèlement, la perte de l'alcalinité a également été évaluée pour les mortiers géopolymères et de référence exposés à une solution à 5 % de concentration. L'essai, réalisé selon la méthode utilisant la phénolphtaléine [158], consiste à découper les éprouvettes en deux parties. Une solution de phénolphtaléine à 1% est ensuite appliquée sur les surfaces internes pour mesurer la profondeur de pénétration de l'acide dans la profondeur des éprouvettes. Cette solution induit

un changement de couleur violet permettant de distinguer les zones saines (pH \geq 9) de zones surfaciques dégradées (pH < 9) [158], [159]. Par la suite, l'épaisseur de la zone dégradée par l'acide sulfurique est mesurée dans les deux directions. Enfin, le rapport entre l'épaisseur dégradée et l'épaisseur totale de l'éprouvette est calculé.



Figure 3 11 : Echantillons testés pour la durabilité

3.5 FORMULATION ET CARACTERISATION DES BETONS

3.5.1 Formulation

3.5.1.1 Béton ordinaire BO (béton de référence)

Le béton Portland ordinaire (BO) employé dans cette étude a été formulé conformément à la norme 206-1, pour une classe d'exposition XC4, qui correspond à des environnements où le béton est exposé à une humidité modérée, comme dans le cas des structures soumises à l'humidité ambiante. Ce béton est conçu pour atteindre une classe de résistance C30/37. La formulation exige une teneur minimale en ciment de 300 kg/m³, et le rapport eau/ciment (E/C) est maintenu à un maximum de 0,5.

Ce béton se compose de ciment de classe 42.5, de type CEMII/A, avec une proportion minimale de 330 kg pour chaque mètre cube. Il comprend trois catégories de granulats : du sable ayant une granulométrie de 0/5 mm, du gravier moyen avec une granulométrie de 5/15 mm et de gravier grossier a la granulométrie de 15/25mm. Le mélange est complété par de l'eau de gâchage avec un rapport eau/ciment (E/C) égale à 0,5 afin d'atteindre la classe de résistance C30/37. Selon la norme, lorsque le diamètre de granulats atteint de 25 mm, le dosage de ciment doit être réduit de 5%. Dans ce cas, le dosage devient 313,5 kg/m³, ce qui reste supérieur au dosage minimal de 300 kg/m³. Le tableau 3 4 fournit une composition détaillée de ce béton.

3.5.1.2 Béton géopolymère (BG)

La préparation du béton géopolymère (BG) repose sur des principes similaires à ceux du béton Portland ordinaire. Dans cette formulation, le volume de la pâte de liant du BO, constituée de ciment et d'eau, est substitué par un volume équivalent de pâte de liant géopolymère, comprenant le MK, le GBFS, le SS et NaOH. L'ajout d'eau est ajusté en tenant compte de l'eau

totale, moins celle présente dans la solution de silicate de sodium. Le volume de granulat est calculé par soustraction du volume de la pâte de liant et le volume d'air du volume total.

Les tests d'air occlus ont montré que le béton géopolymère présente un volume d'air inférieur à celui du béton ordinaire, ce qui peut être attribué à la finesse plus grande du MK et du GBFS.

Le liant géopolymère employé dans cette étude est celui déterminé lors de la première phase. Il est constitué de 75 % de matériaux aluminosilicates est de 25% de solution alcaline, avec un ratio molaire de 1.8. En outre, le rapport entre le liquide et les solides (E/S) est fixé à 0.5, où le « S » inclut l'ensemble des constituants solides (GBFS, MK, les particules solides de SS et le NaOH).

La figure 3 12 illustre la méthode employée, tandis que le tableau 3 4 présente en détail la composition de cette formulation.

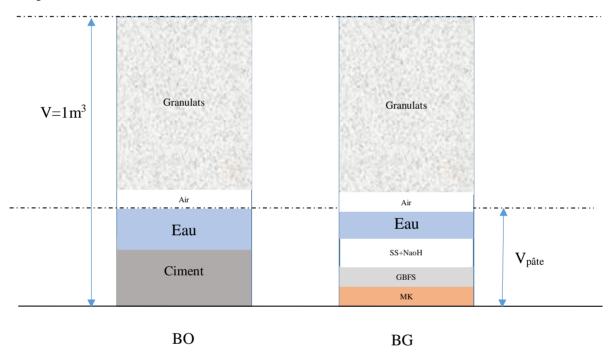


Figure 3 12 : Méthodologie adoptée pour la formulation du béton géopolymère.

Compositions	Béton or	dinaire	Béton géopolymère			
Compositions	Masse (kg/m ³)	Volume (m ³)	Masse (kg/m ³)	Volume (m ³)		
Ciment	313.5	0.01011	/	/		
MK	/	/	110.55	0.045		
GBFS	/	/	110.55	0.038		
SS	/	/	165.68	0.117		
NaoH	/	/	4.369	0.0021		
Eau	156.75	0.15675	56.27	0.563		
Sable	631.78	0.248	650.85	0.256		
G1	577.21	0.224	594.62	0.227		
G2	633.06	0.242	652.17	0.248		
Compacité	0.82	25	0.825			
Vair	0.01	16	0.01			
V pate	0.25	78	0.2578			
V _{Total} (1m ³ -Vair)	0.98	34	0.99			
E/S	0.5	5	0.5			
A_{ff}	1 cı	n	3.5 cm			

Tableau 3 4 : Formulations des bétons.

3.5.1.3 Malaxage et conditions de durcissement

Les bétons ont été préparés à l'aide d'un malaxeur en suivant les étapes suivantes : les composants secs ont d'abord été introduits dans le malaxeur et mélangés pendant 1 minute pour assurer une homogénéité optimale. Ensuite, les liquides ont été ajoutés, et le mélange a été malaxé pendant 6 minutes jusqu'à obtenir un béton homogène.

Le moulage a été réalisés dans sur des éprouvettes cubiques de dimensions $100 \times 100 \times 100 \times 100 \times 100 \times 100 \times 100 \times 150 \times 150$





Figure 3 13 : Moulage des éprouvettes de béton.

3.5.2 Protocoles d'essais

3.5.2.1 Essais d'affaissement

L'affaissement du béton ordinaire et du béton géopolymère a été mesuré à l'aide de l'essai au cône d'Abrams conformément à la norme EN 12350-2 [160]. Cet essai a permis d'évaluer l'ouvrabilité des bétons. L'essai consiste à remplir un moule conique avec du béton en trois couches successives, chacune étant compactée par 25 coups à l'aide d'une tige métallique. Une fois la dernière couche compactée, la surface du béton est nivelée au bord supérieur du moule à l'aide de la tige de compactage. Ensuite, le cône est retiré en le soulevant verticalement de manière uniforme, et l'affaissement « h » est mesuré en calculant l'écart entre la hauteur initiale du cône et le sommet le plus élevé de béton affaissé.

3.5.2.2 Essai de la teneur en air

La mesure de la teneur en air occlus dans le béton a été réalisée conformément à la norme NF EN 12350-7 [161], en utilisant un aéromètre. La procédure consiste à remplir un moule cylindrique de béton frais en trois couches successives, chaque couche étant compactée avec une tige métallique par 25 coups. Ensuite, le couvercle de l'aéromètre est fixé sur le récipient pour garantir une étanchéité parfaite et éviter toute fuite d'air durant la mesure. Une fois le couvercle correctement fixé, la pression est appliquée sur le récipient contenant le béton, permettant ainsi de lire directement la teneur en air occlus en pourcentage sur le manomètre ou l'indicateur de l'aéromètre (Figure 3 14).



Figure 3 14 : Essai de la teneur en air occlus.

3.5.2.3 Essais de compression et traction par fendage

Ces tests sont réalisés sur des éprouvettes des bétons cubiques qui ont durci pendant 28 jours en laboratoire à température ambiante. La résistance à la compression est mesurée sur des éprouvettes de taille $100\times100\times100$ mm³, tandis que la résistance à la traction par fendage est déterminée à l'aide d'éprouvettes de $150\times150\times150$ mm³, conformément à la norme NF EN 12390-6. Trois échantillons sont testés pour chaque essai (Figure 3 15).





Figure 3 15 : Essai de résistance à la compression à et traction par fendage du béton.

3.5.2.4 Essai de traction sur tirants en béton armé : comportement à la fissuration

Un essai de traction a été réalisé sur des échantillons de béton armé de dimensions $70x70x280mm^3$ pour évaluer le comportement mécanique ainsi que le comportement à la fissuration du béton géopolymère en comparaison avec celui du béton ordinaire. Cette expérimentation a été réalisée au laboratoire des matériaux de l'Institut Pascal à l'Université Clermont Auvergne, en France. Deux diamètres de barres d'armature ont été utilisés : 12 mm et 14 mm. Chaque tirant est constitué d'une seule barre d'acier à haute adhérence de type S500,

placée au centre de la section carrée de 70x70 mm² (Figure 3 16). Pour chaque diamétre d'armature et chaque type de béton, trois tirants ont été testés, soit un total de 12 essais.

Les tirants ont été durcis à température ambiante jusqu'à l'âge de 28 jours avant d'être soumis à l'essai. Les tests ont été effectués à l'aide d'une machine de traction sous une déformation imposée (Figure 3 17). Des caméras hautes résolution ont été employées pour enregistrer des images de l'échantillon avant et au cours de l'application des efforts, à divers intervalles dans le but d'observer l'évolution des fissures Au cours de l'essai, la charge de traction est appliquée directement sur la barre d'acier à l'aide des mâchoires de la machine. L'acier constitue donc l'élément effectivement tendu. Cependant, en raison de l'adhérence entre l'acier et le béton, une partie de cet effort est transmise au béton, provoquant sa mise en traction et l'apparition progressive de fissures. L'allongement total du tirant a été mesuré sur une longueur de 280 mm. La machine d'essai a enregistré automatiquement les efforts normaux à chaque lecture, ainsi que les autres paramètres nécessaires, tels que les déplacements relatifs, la force, les diagrammes contrainte-déformation dans l'acier, qui ont ensuite été transmis directement à l'ordinateur pour analyse.

L'ouverture des fissures a été mesurée à l'aide du logiciel MatchID, qui est spécifiquement conçu pour l'analyse des déformations et des déplacements en utilisant la Corrélation d'Images Numériques (DIC). Ce logiciel est reconnu pour sa grande précision et ses capacités avancées dans l'analyse des données expérimentales. La méthode de mesure implique l'analyse d'images capturées avant et après l'application des forces, ce qui permet de suivre les déplacements et les déformations des surfaces testées. Le processus commence par l'importation de ces images dans MatchID, qui les analyse afin de déterminer les zones de déformation et d'établir les champs de déplacement. Cette étude facilite la visualisation et l'évaluation des ouvertures des fissures. En se concentrant sur les zones critiques, le logiciel mesure l'écartement entre les points situés de chaque côté des fissures, fournissant ainsi une évaluation précise de leur ouverture.

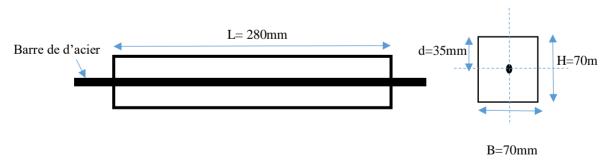
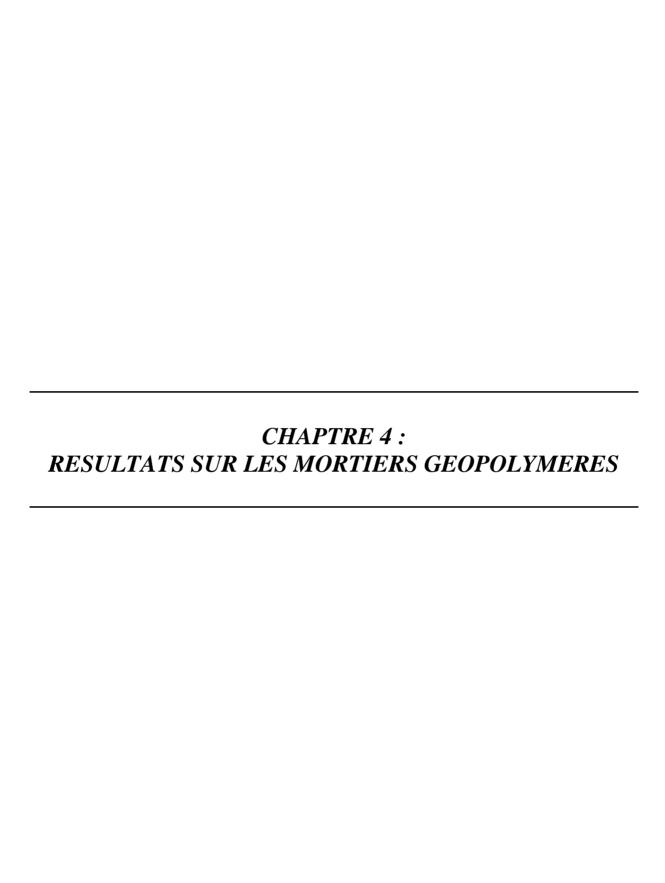


Figure 3 16 : Schéma de l'essai de tirant en béton armé



Figure 3 17 : Les tirants testés



CHAPITRE 4: RESULTATS SUR LES MORTIERS GEOPOLYMERES

4.1 Introduction

Le but du travail exposé dans ce chapitre est d'identifier la formulation optimale d'un géopolymère, en ajustant les proportions des matériaux et en évaluant ses performances mécaniques et de durabilité vis-à-vis l'agression à des attaques acides, comparativement aux mortiers de ciment Portland, afin de produire un géopolymère performant. La recherche se divise en deux phases : la première vise à établir la formulation idéale en optimisant les proportions des matériaux aluminosilicates, ainsi que le rapport molaire et le ratio solide/liquide (matériaux aluminosilicates/solution alcaline), tout en considérant les propriétés des mélanges à l'état frais et à l'état durci. La deuxième phase évalue la durabilité de la formulation optimale vis-à-vis l'agression des attaques d'acide sulfurique en mesurant la perte de poids des éprouvettes, leur résistance à la compression et la diminution de l'alcalinité du mortier géopolymère avant et après exposition à l'acide. Les résultats ont été comparés avec un mortier de référence à base de ciment Portland pour mieux comprendre les différences entre ces deux types de liants. La formulation optimale obtenue sera ensuite utilisée pour produire un béton géopolymère dans la partie suivante (chapitre 5).

4.2 DETERMINATION DE LA FORMULATION OPTIMALE

4.2.1 Maniabilité

Les résultats présentés dans la Figure 4 1 démontrent clairement l'influence des différents rapports molaires (RM) et des proportions des matériaux d'aluminosilicate (MA) et de solution alcaline (SA) sur le temps d'écoulement des mortiers géopolymères (MG) comparativement au mortier de ciment Portland (PM). Ils indiquent que le rapport molaire (RM) ainsi que les proportions de matériaux d'aluminosilicate (MA) et de solution alcaline (SA) sont des paramètres clés de la formulation des mortiers géopolymères.

On observe que l'augmentation du rapport molaire (RM) entraîne une augmentation du temps d'écoulement des mortiers géopolymères (MG). Pour un MR de 1,2, les temps d'écoulement des mortiers géopolymères sont relativement courts, autour de 5 secondes, ce qui indique une bonne fluidité. Cependant, à mesure que le RM augmente à 1,4, 1,6, 1,8, et finalement à 2, les temps d'écoulement augmentent progressivement, atteignant près de 25 secondes pour un RM de 2. Cette tendance suggère que l'augmentation du RM conduit à une concentration accrue de

la solution d'activateur, ce qui élève la viscosité du mélange géopolymère et réduit sa fluidité en raison de la diminution de la quantité d'eau ajoutée. Par conséquent, l'augmentation de la viscosité de la solution alcaline entraîne ainsi une baisse de la maniabilité des mortiers géopolymères.

En outre, les différentes proportions de MA et SA montrent des impacts significatifs sur les temps d'écoulement. Pour un mélange contenant 70% MA et 30% SA, les temps d'écoulement sont les plus bas pour chaque RM, ce qui indique une fluidité relativement plus élevée. Lorsque la proportion de MA augmente à 75% et celle de SA diminué à 25%, les temps d'écoulement augmentent légèrement, montrant une augmentation de la viscosité. Finalement, pour un mélange contenant 80% MA et 20% SA, les temps d'écoulement sont les plus élevés, indiquant une viscosité maximale parmi les mélanges étudiés. Cette tendance montre que l'augmentation de la proportion de matériaux d'aluminosilicate (MA) par rapport à solution alcaline (SA) réduit la maniabilité des mortiers géopolymères. Cette diminution est attribuable à la grande consommation d'eau requise par les matériaux aluminosilicates (MK et GBFS) [39], [87].

Le mortier de ciment Portland (MP) présente un temps d'écoulement nettement plus élevé que tous les mélanges géopolymères étudiés, dépassant les 25 secondes. Cela traduit une viscosité beaucoup plus élevée pour le MP. Cette viscosité accrue est due à la formation d'un réseau plus dense et moins fluide par le liant de ciment Portland. En revanche, les géopolymères (MG) montrent des temps d'écoulement plus courts, indiquant une fluidité accrue qui peut être avantageuse pour certaines applications de construction.

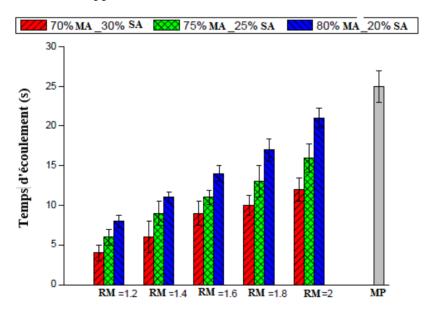


Figure 4 1 : Temps d'écoulement des mortiers.

4.2.2 Temps de prise

Les résultats illustrés par la figure 4 2 révèlent des variations importantes du début et de fin de prise des mortiers de géopolymères, liées à la teneur en aluminosilicates (MA) et en solution alcaline (SA), ainsi que des ratios molaires RM.

Les mélanges formés de 70% de MA et 30% de SA avec des RM allant de 1,2 à 2, indiquent des temps de début et de fin de prise compris entre 130 et 160 minutes et entre 160 et 190 minutes respectivement. En outre, les formulations contentant 75% de MA et 25% de SA ayant les mêmes ratios molaires affichent des temps de prise de début et de fin courts, allant de 120 à 150 minutes et de 150 et 180 minutes respectivement. Enfin, les mélanges qui sont composés de 80% de MA et 20% de SA contenant les même RM, donnent des temps de début et de fin de prise qui sont légèrement très court, entre 110 et 140 minutes et entre 140 et 170 minutes respectivement.

Globalement, une augmentation de la proportion de MA par rapport à SA tend à réduire les temps de prise. Ainsi, des rapports molaires plus élevés, compris entre 1,2 et 2, tendent à réduire légèrement ces temps. Cela s'explique par l'augmentation de la concentration en SiO₂ et Al₂O₃, qui favorise une accélération du processus de géopolymérisation et permet un développement rapide de la matrice de liaison du géopolymère. Ces observations sont cohérentes avec celles mentionnées dans la littérature [162], [163].

L'analyse comparative des deux mortiers indique que le MP possède des durées de prise supérieurs à celles du MG, avec 190 minutes pour le début et 260 minutes pour la fin de prise. Cette différence peut être attribuée à la plus grande rapidité de réactivité et les propriétés chimiques des géopolymères. Les durés de prise des mélanges MG (70% MA 30% SA, 75% MA 25% SA, 80% MA 20% SA) étaient respectivement 1,4 1,8 2,1 fois plus rapides comparativement à celles du MP. En outre, pour l'ensemble des MG, la durée moyenne entre le début et la fin de prise était d'environ 25 minutes, alors qu'il atteint 74 minutes pour le mortier de ciment Portland, ce qui représente environ trois fois plus long que le GM.

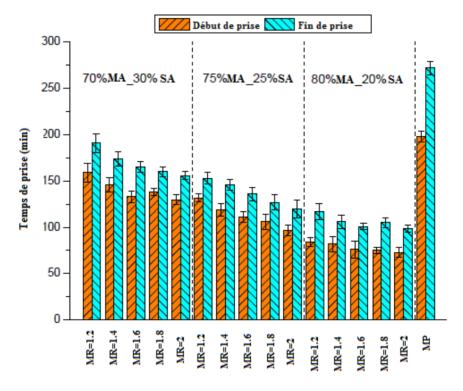


Figure 4 2 : Temps de début et de fin de prise des mortiers.

4.2.3 Porosité

La figure 4 3 présente les résultats de la porosité des mortiers avec différentes proportions de matériaux aluminosilicates (MA) et de la solution alcaline (SA), ainsi que différents ratios molaires (RM).

Les résultats montrent que la porosité du MP est significativement plus élevée, atteignant environ 20%, comparée à celle des mortiers géopolymères, qui varient entre 16,96% et 18,63%. Cette différence peut être attribuée à la structure poreuse du ciment Portland, en contraste avec la structure plus compacte des géopolymères. Ces résultats sont conformes aux études antérieures [87], [115].

Les mortiers composés de 70% de MA et 30% de SA présentent une porosité légèrement inférieure, se situant entre 16% et 17%, indépendamment du ratio molaire (RM). Les formulations avec 75% de MA et 25% de SA montrent une porosité légèrement plus élevée, autour de 17% à 18%, quel que soit le RM. En revanche, les mortiers contenant 80% de MA et 20% de SA affichent la porosité la plus élevée, variant entre 17% et 19%, indépendamment du RM. L'augmentation de la quantité de MA pourrait expliquer cette tendance, puisque cela entraine une réduction de l'alcalinité du mélange. Ceci indique que la teneur accrue en solution améliore la compacité de la matrice de liant géopolymère.

Pour l'effet du RM, les résultats montrent que la porosité des mortiers géopolymères reste relativement stable pour des RM variant de 1.2 à 2.0, avec une légère tendance à augmenter à mesure que le RM augmente. Cette stabilité relative indique que, dans la plage de MR étudiée, la variation du ratio molaire n'a pas d'impact significatif sur la porosité. Par conséquent, d'autres facteurs, tels que les proportions de MA et SA, peuvent influencent également la porosité des géopolymères.

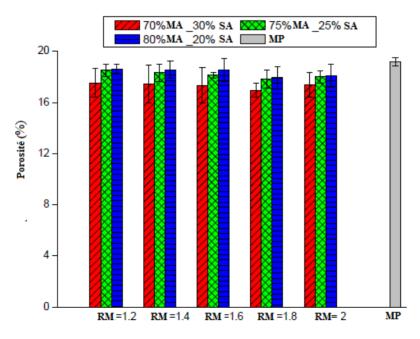


Figure 4 3 : Porosité des mortiers.

4.2.4 Résistances mécaniques

Les figures 4 4 et 4 5 représentent les résistances mécaniques des mortiers à 28 jours. Ces figures montrent les résultats obtenus avec diverses proportions de matériaux aluminosilicates (MA) et de solution alcaline (SA), ainsi que différents ratios molaires (RM).

Les résultats montrent que les formulations géopolymères contenant 70% et 75% de MA présentent des résistances mécaniques nettement supérieures à celles du MP, avec des valeurs de R_C atteignant jusqu'à 45,80 MPa et de R_f allant jusqu'à 6,65 MPa pour le mélange GM5 (70% MA 30% SA, RM = 2). Cependant, les formulations contenant 80% de MA montrent une diminution des résistances mécaniques, quelle que soit le RM, ce qui suggère qu'une proportion excessive de matériaux aluminosilicates peut entraı̂ner une dégradation des performances mécaniques. Ce phénomène pourrait être lié à une surabondance de MA, entraı̂nant une distribution inégale dans le mélange, ou à une structure de géopolymère moins dense et moins résistante.

L'augmentation du ratio molaire (RM) de 1,2 à 2 conduit à une amélioration des résistances mécaniques (R_C et R_f) des mortiers. Ce phénomène peut être attribué à une dissolution plus complète des matériaux aluminosilicates, ce qui favorise la formation d'un réseau géopolymère plus efficace et résistant. En effet, une dissolution accrue des matières premières aluminosilicates semble catalyser le processus de géopolymérisation, renforçant ainsi les propriétés mécaniques des mortiers [164], [165]. Cette tendance est tendance est conclusions de la littérature [87]

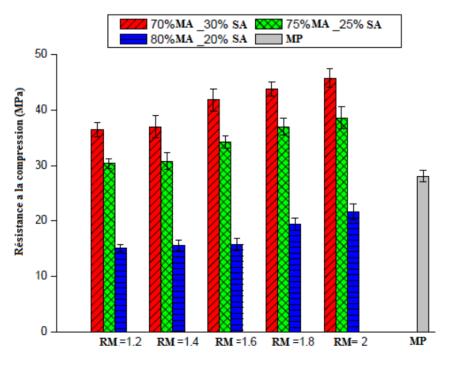


Figure 4 4 : Résistances à la compression (R_c) des mortiers.

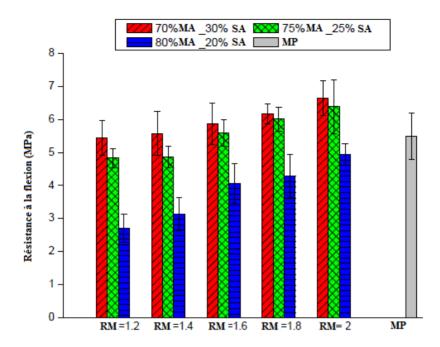


Figure 4 5 : Résistances à la flexion (R_f) des mortiers.

4.2.5 Le module dynamique (E_d)

La figure 4 6 représente le module d'élasticité dynamique (Ed) des divers mortiers en rapport avec les pourcentages de MA et SA, ainsi que le RM, après une cure de 28 jours.

Les résultats indiquent qu'avec la formulation 70% MA + 30% SA, le module dynamique augmente de 19,94 à 21,66 avec l'augmentation du RM de 1 à 2, ce qui indique une rigidité accrue du mortier avec des concentrations élevées d'activateur. Ce phénomène est également observé pour la formulation 75% MA + 25% SA, où le module dynamique passe de 19,7 à 20,63, bien que les valeurs restent globalement inférieures à celles de la formulation 70% MA + 30% SA. En revanche, la formulation 80% MA + 20% SA affiche des modules dynamiques plus bas, allant de 18,9 à 19,55, Cela implique que la réduction de la teneur d'activateur permet de limiter la formulation de structures de liaison rigides. Ces observations sont cohérentes avec les résultats de résistance mécanique, parce que le E_d est lié à la R_c [166]

L'analyse comparative des deux mortiers révèle que le mortier de ciment Portland affiche un module dynamique de 25 qui est nettement supérieur à celui des mortiers géopolymères. Cette observation est en accord avec la littérature, qui indique que les mortiers géopolymères présentent généralement une rigidité inférieure à celle des mortiers à base de ciment Portland [167], [168].

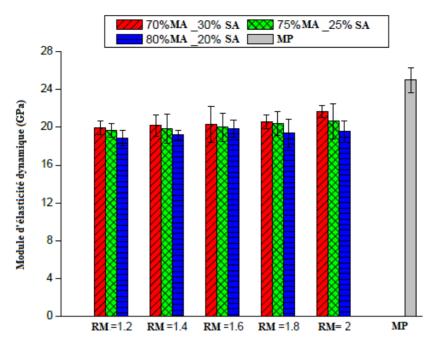


Figure 4 6 : Module d'élasticité dynamique (Ed) des MG et MP.

4.2.6 Efflorescence

La Figure 4 7 présente des photos illustrant la formation d'efflorescence sur divers mortiers géopolymères, en fonction des proportions variables de matériaux aluminosilicates (MA) et de solution alcaline (SA), ainsi que des différents ratios molaires (RM), après une période de cure de 28 jours.

L'analyse visuelle révèle que l'efflorescence est apparente sur les surfaces extérieures des échantillons de MG. Plusieurs éléments influencent la formulation de l'efflorescence, y compris la porosité, l'absorption d'eau et le degré d'alcalinité des matériaux géopolymères [168]. En général, il est observé que l'efflorescence est plus marquée pour les formulations contenant 80% de matériaux aluminosilicates (MA), tels que MG1, MG12, MGM13, MG14 et MG15, comparativement aux autres combinaisons. Cette tendance est attribuée à la porosité plus élevée de ces formulations qui favorise la migration des ions solubles vers la surface du mortier ce qui entraîne une augmentation de l'efflorescence. De plus, il est constaté que l'efflorescence diminue avec l'augmentation du ratio molaire. Cela peut être attribué à la teneur plus grande de silice dans le gel de la matrice du liant géopolymère. Cette teneur permet de diminuer la porosité et la perméabilité du matériau, ce qui ralentit le processus de lixiviation et diminue ainsi la formation d'efflorescence [168].

Les formulations contenant 75% de MA, telles que MG6, MG7, MG8, MG9 et MG10, montrent une efflorescence moins importante. Ceci peut être du a la structure de la matrice liante et sa composition chimique, qui présentent une meilleure résistance à l'efflorescence grâce à des propriétés optimisées en termes de porosité avec un pourcentage plus bas de MA.

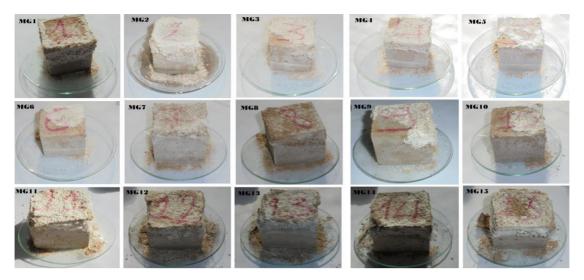


Figure 47: Formation visible d'efflorescence sur les surfaces extérieures des échantillons des MG.

4.2.7 Caractérisation microstructurale

La figure 4 8 présente une image obtenue par microscopie électronique à balayage (MEB) du mortier géopolymère MG9, formulé avec 75 % de matériaux aluminosilicates (MA) et 25 % d'activateur alcalin (SA), et ayant un ratio molaire (RM) de 1,8 après 28 jours de cure.

L'analyse révèle plusieurs caractéristiques significatives de la microstructure du mortier. En premier lieu, l'image montre la présence de microspores dans la matrice du mortier. Ces microspores résultent probablement d'un compactage insuffisant et d'un RM élevé, qui favorise une réaction plus rapide des composants mais peut aussi entraîner une structure plus poreuse. Le RM élevé accélère la formation du gel de géopolymère mais cette réactivité accrue peut limiter le temps disponible pour la réaction complète entre les matériaux, provoquant la formulation des pores au sein de la matrice [115].

En revanche, des particules de MK et de GBFS qui n'ont pas complétement réagi avec l'activateur ont été observées. Ce phénomène est cohérent avec l'effet d'un RM élevé, qui bien que favorisant une réaction rapide, peut également restreindre l'achèvement complet de la réaction des particules, laissant des résidus non réactifs dans le mélange [115]. En général, le mortier MG9 présente une bonne homogénéité et une liaison microstructurale satisfaisante, indiquant une cohésion globale entre les phases du matériau.

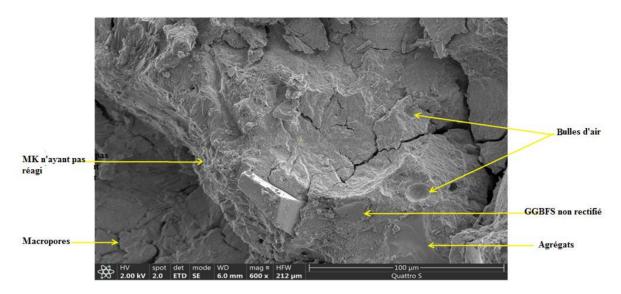


Figure 4 8 : Micrographie électronique à balayage d'un mortier géopolymère MG9.

4.2.8 Formulation optimale

Les résultats obtenus au cours de la première phase de l'étude montrent que, les mélanges MG8, MG9, et MG10, qui contiennent 75% de (MA) et 25% de (SA), ainsi que 50% de GBFS et 50% de MK, avec un rapport molaire (RM) variant entre 1,6 et 2 (tableau 4 1), ont montré une stabilité à l'efflorescence. Ces formulations se distinguent par leurs excellentes performances mécaniques, leur bonne maniabilité, et un temps de prise acceptable. En outre, la faible porosité observée dans ces mélanges contribue non seulement à la réduction de l'efflorescence, mais également à l'amélioration de la durabilité globale du matériau.

Parmi ces formulations, le mélange MG9, composé de la combinaison (75% MA - 25% SA), avec un ratio molaire de 1,8 et un rapport E/S de 0,5, s'est avéré être la formulation optimale. Ce mélange a montré un équilibre parfait entre les diverses caractéristiques examinées, (maniabilité et durée de prise, stabilité de l'efflorescence, résistance mécanique)

En conclusion, ce mélange a été utilisé pour les essais approfondis lors de la deuxième phase de l'étude, visant notamment à évaluer sa durabilité face à des environnements agressifs, tels que l'attaque par l'acide sulfurique. Le tableau 4 2 présente la formulation optimale du mortier géopolymère qui sera utilisée dans la phase de durabilité décrite dans la phase suivante.

Mélanges	Combinaisons MA% + SA%	MK/GBFS	RM
MG8			1.6
MG9	75% MA + 25% SA	50% MK + 50% GBFS	1.8
MG10			2

Tableau 4 1 : Formulations optimales des liants géopolymères.

Mélanges	Combinaisons	MK/GBFS	RM	L/S	MA	SS	NaOH	Eau	Sable
	MA%+SA%								
MG9	75%MA+25 % SA	50%MK+50%GBFS	1.8	0.5	337.5	252.9	6.7	85.9	1350

Tableau 4 2 : La Formulation idéale du MG.

4.2.9 La durabilité

4.2.9.1 Aspect visuel

La Figure 4 9 illustre l'impact de l'exposition à l'acide sulfurique sur le MG9 et le mortier de ciment Portland (MP) après 28 jours, à différentes concentrations d'acide : 1%, 3%, et 5%. Avant l'exposition, les échantillons de mortiers, tant MG9 que MP, présentent une surface uniforme et intacte. Après 28 jours d'immersion dans une solution d'acide sulfurique, les changements deviennent significatifs. À une concentration de 1%, les deux types de mortiers subissent une dégradation physique légère. Bien que le mortier géopolymère MG9 ait subi une légère dégradation, il maintient une cohésion relative, contrairement au mortier de ciment Portland qui, bien que présentant une détérioration comparable, affichent des signes de faiblesse plus prononcés. Lorsque la concentration d'acide augmente à 3%, la dégradation devient plus apparente dans les deux types de mortiers. Le MG9 montre une détérioration plus prononcée avec la formation d'une pâte non cohésive, tandis que le mortier de ciment Portland présente une dégradation encore plus évidente et étendue. À 5%, la situation se détériore considérablement. Les MG9 affichent des signes de déformation importants, avec une pâte non cohésive plus développée. Les échantillons de mortier de ciment Portland montrent une dégradation plus avancée et généralisée, avec une pâte non cohésive largement étendue. En résumé, la figure démontre que la dégradation physique des mortiers augmente avec la concentration d'acide sulfurique.



Figure 4 9 : Aspect visuel d'effet de l'exposition à l'acide sulfurique sur les (MG9) et (MP) après 28.

4.2.9.2 Variation de la masse des éprouvettes

La variation du pourcentage de la masse des spécimens de MG9 et de MP en termes de durée d'exposition à l'acide sulfurique à 14 et 28 jours ainsi que les concentrations de solution acide est illustrée dans la figure 4 10.

Les résultats révèlent une élévation de la masse des échantillons (indiquée par des valeurs positives « + ») a une concentration de 1%, puis une diminution de masse (représentée par des valeurs négatives «-») aux concentrations de 3% et 5% pour tous les éprouvettes (MG et MP).

Concernant le MP, les écarts de masse à une concentration d'acide de 1% révèlent un certain gain de masse (+2 % à 14 jours et +2,5 % à 28 jours).

En comparaison, le mortier géopolymère MG9 présente un gain de masse beaucoup plus faible à la même concentration (+0,5 % à 14 jours et +0,75 % à 28 jours). Ces gains de masse sont attribués à l'infiltration de la solution d'acide sulfurique dans la porosité interne des spécimens, ce qui entraîne une augmentation de leur masse initiale.

A des concentrations accrues, les spécimens de MP ont des pertes de masse plus significatives : -2,5 % après 14 jours et -3,5 % après 28 jours pour une solution acide à 3%, et -6% après 14 jours, atteignant -11,5% après 28 jours pour une solution acide à 5%. Ces pertes traduisent une dégradation progressive du matériau, principalement due à la dissolution des produits d'hydratation du ciment. En revanche, le mortier géopolymère MG9 subit une perte de masse plus modérée : -1,5 % après 14 jours et -2,5 % après 28 jours pour une solution acide à 3%, et -7% après 14 jours, augmentant à -12% après 28 jours pour une solution acide à 5%. Les pertes de masse ont augmenté progressivement à mesure que la concentration en acide augmentait de 3% à 5%. Ces résultats sont conformes à ceux rapportés dans la littérature [169].

La variation de masse (gain ou perte) du mortier géopolymère MG9 et du mortier de ciment Portland MP était plus importante après 28 jours pour les trois concentrations d'acide. Le gain de masse était moins important pour les MG9 que pour les MP, un comportement similaire a également été noté en ce qui concerne la perte de masse à une concentration d'acide de 3%.

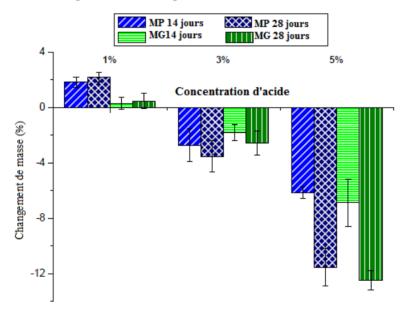


Figure 4 10 : Changement de masse des spécimens du MG9 et MP après une exposition à l'acide sulfurique pendant 14 et 28 jours, a des concentrations de 1%,3% et 5%.

4.2.9.3 Résistance à la compression

La variation de la résistance à la compression des spécimens du MG9 et de MP après 28 jours d'exposition à différentes concentrations d'acide sulfurique (1%, 3%, 5%) est illustrée dans la figure 4 11. Les résultats indiquent une réduction graduelle de la résistance des deux mortiers

avec la croissance de la concentration d'acide. Cette tendance indique que l'acide sulfurique a un impact défavorable sur la résistance mécanique des mortiers, et que cet effet est amplifié avec la concentration croissante d'acide.

La Figure 4 12 révèle que pour des niveaux d'attaque acide faibles et moyens (1% et 3%), les deux mortiers présentent des dégradations de résistance à la compression presque identiques, avec une diminution du MG9 d'environ 7% et du MP de 22%, par rapport à leur résistance initiale. Cependant, à des concentrations d'acide plus élevées (5%), la différence entre les résistances initiales et celles après l'attaque acide devient plus importante. En effet, les mortiers géopolymères montrent une diminution d'environ 39%, tandis que les mortiers ciment Portland enregistrent une diminution de 48%. Ainsi, à des niveaux élevés d'attaque acide, le mortier géopolymère présente une meilleure performance en termes de résistance à la compression comparé au mortier ciment Portland.

Cette meilleure performance du MG9 peut être attribuée à sa faible porosité par rapport au MP, ce qui confère au MG9 une microstructure plus dense et une meilleure protection contre la pénétration de l'acide sulfurique. En conséquence, le MG9 offre une résistance accrue à la corrosion du liant matriciel en comparaison avec le mortier ciment Portland conventionnel. Ces résultats sont cohérents avec ceux rapportés dans la littérature [170].

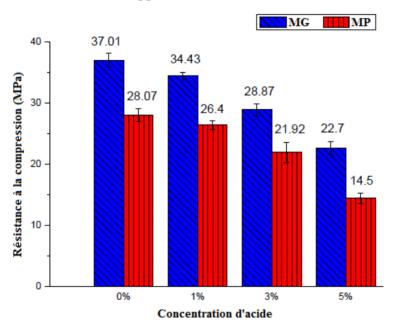


Figure 4 11 : Résistance à la compression de MG9 et MP après 28 jours d'exposition à l'acide sulfurique à 1%, 3% et 5%.

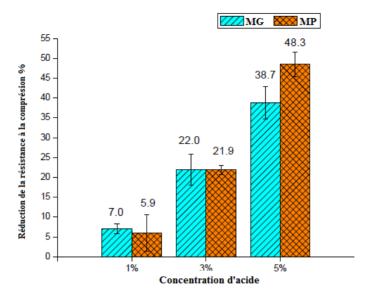


Figure 4 12 : Réduction en pourcentage de RC après une exposition a 1%,3% et 5% d'acide sulfurique.

4.2.9.4 Perte d'alcalinité

Les résultats des essais d'alcalinité effectués sur MG9 et MP sont présentés dans les figures 4 13 et 4 14, pour des spécimens non exposés ainsi que pour ceux immergés pendant 28 jours dans une solution d'acide sulfurique à 5%.

Les résultats indiquent une perte d'alcalinité significativement plus élevée pour les mortiers géopolymères, avec une diminution de 64%, comparée à une perte de seulement 16% pour les mortiers de ciment Portland. La perte d'alcalinité observée sur les éprouvettes de MG9 est en corrélation directe avec la réduction de leur résistance à la compression, comme le révèlent les tests précédents. En effet, la pénétration de l'acide sulfurique semble se concentrer sur la surface extérieure des échantillons de MG9, dégradant principalement la matrice cimentaire non protégée, ce qui indique que cette surface est particulièrement vulnérable aux attaques acides. Ce résultat est en accord avec les observations antérieures rapportées dans la littérature [154].

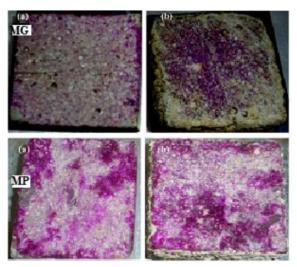


Figure 4 13 : Perte d'alcalinité dans les MG9 et les MP, (a) non exposés et (b) après 28 jours d'exposition à 5% d'acide sulfurique.

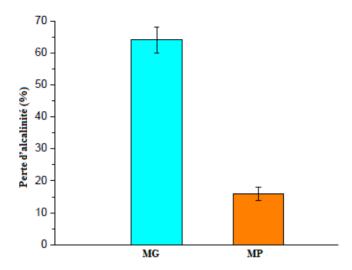


Figure 4 14 : Pourcentage de Perte d'alcalinité dans les MG et les MP après 28 jours d'exposition à l'acide sulfurique à une concentration de 5%.

4.3 CONCLUSION

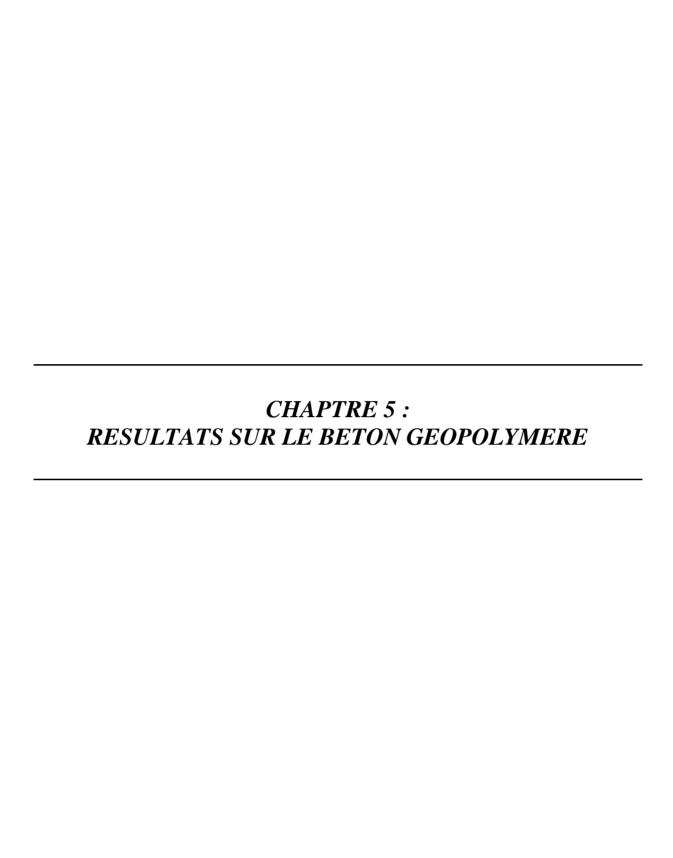
Ce travail expérimental a étudié les performances des mortiers géopolymères formulés à partir de matières premières locales, comme le métakaolin et le laitier granulé de haut fourneau, en termes de propriétés physiques, mécaniques et de durabilité. Les conclusions tirées à partir des résultats sont les suivantes :

- L'augmentation de la quantité d'aluminosilicate et du rapport molaire entraine une diminution de la fluidité des mortiers géopolymères comparativement au mortier Portland.
- Les temps de prise des mortiers géopolymères sont plus courts que celui du mortier portland, avec une accélération notable du processus de prise à mesure que la proportion de matériaux d'aluminosilicate (MA) augmente et que le rapport molaire (RM) est plus élevé.
- Les mortiers géopolymères (MG) présentent une porosité significativement plus faible que le mortier de ciment Portland (MP), cette porosité étant principalement influencée par la quantité d'aluminosilicate et de solution alcaline, tandis que le ratio molaire (RM) a un impact moindre.
- Les mortiers géopolymères (MG) avec une teneur de 70% et 75% en matériaux aluminosilicates (MA) montrent des performances meilleures que le mortier de ciment en termes des résistances mécanique. Néanmoins, une quantité trop élevée de MA associée à un faible ratio molaire (RM) peut entraîner une diminution de ces propriétés mécaniques.
 - Les mortiers géopolymères (MG) contenant 70% et 75% de matériaux aluminosilicates (AM) présentent des performances meilleures que le mortier de ciment Portland (MP) en termes de résistance à la compression et de résistance à la flexion. Néanmoins, une quantité trop élevée de MA combinée à un faible rapport molaire (RM) peut conduire à une réduction de ces propriétés mécaniques.

- Les mortiers géopolymères (MG) présentent un module d'élasticité dynamique (E_d) inférieur à celui du mortier de ciment Portland (MP), avec une rigidité accrue pour les formulations à plus forte proportion de solution alcaline, tandis qu'une réduction de cette proportion diminue la rigidité du matériau.
- L'efflorescence est plus prononcée dans les mortiers géopolymères contenant 80% de matériaux aluminosilicates (MA), en raison de leur porosité plus élevée. En revanche, une augmentation du ratio molaire (RM) réduit l'efflorescence, grâce à une réduction de la porosité et a une amélioration de la résistance à la lixiviation.
- Les formulations contenant 75% de MA présentent une efflorescence moins marquée en raison de leur porosité plus faible.
- Les mélanges MG8, MG9 et MG10, formés de 75% MA 25% SA, ayant un ratio molaire de 1,6 à 2, présentent une excellente stabilité contre l'efflorescence, de bonnes performances mécaniques et une faible porosité. Parmi ces mélanges, MG9 se distingue comme la formulation optimale. Ce mélange est constitué de 50% GBFS et 50% MK, avec des ratios liquide/solide et molaire de 0,5 et 1,8 respectivement. Le tableau 4 3 présente la formulation optimale du liant géopolymère pour 1 m³. Le béton géopolymère décrit dans le chapitre suivant est élaboré à partir de cette formulation.
- Le mortier géopolymère optimal (MG9) montre une dégradation physique et une perte de masse plus modérées que le mortier de ciment Portland lorsqu'ils sont exposés à des concentrations croissantes d'acide sulfurique. Toutefois, à des concentrations plus élevées d'acide, une détérioration plus marquée est observée pour les deux types de mortiers.
- La résistance à la compression des deux mortiers diminue à mesure que la concentration d'acide sulfurique augmente. Cependant, le MG9 affiche de meilleures performances, avec une réduction de résistance moindre à des niveaux élevés d'attaque acide, en raison de sa faible porosité et d'une microstructure plus dense qui offre une meilleure protection contre la corrosion. De plus, le mortier géopolymère optimal (MG9) présente une durabilité accrue dans des environnements corrosifs comparé au mortier Portland, grâce à sa composition chimique et sa structure, il a toujours besoin d'améliorations pour optimiser sa résistance dans des conditions extrêmes.
- Le mortier géopolymère optimal (MG9) subit une perte d'alcalinité significativement plus élevée que le mortier portland après une immersion à 5% d'acide sulfurique.

Matériaux	Masse en Kg	Volume m ³
MK	428,7	0,1736
GBFS	428,7	0,148
SS	642,5	0,4524
NaOH	16,95	0,008
Eau ajouté	218,22	0,218

Tableau 4 3 : Formulation de liant géopolymère optimal pour 1m³.



CHAPITRE 5 : RESULTATS SUR LE BETON GEOPOLYMERE

5.1 Introduction

Ce chapitre examine le comportement de fissuration des tirants en béton armé géopolymère, en comparaison avec ceux fabriqués à partir de béton ordinaire à base de ciment Portland. Il est essentiel d'étudier ce comportement sous des conditions de charge et de déformation imposées pour bien comprendre leur fonctionnement. Pour examiner ce phénomène, nous analysons l'impact de différents pourcentages d'armature, spécifiquement $\rho = 2,31\%$ et 3,14%, qui correspondent respectivement aux barres de 12 mm et 14 mm de diamètre.

5.2 RESISTANCE MECANIQUE DES BETONS

Les résistances à la compression et à la traction par fendage des bétons après 28 jours sont illustrées à la figure 5 1. À cet âge, les résistances à la compression du béton géopolymère et du béton ordinaire sont de 38,55 MPa et 35,18 MPa, respectivement. En revanche, leurs résistances à la traction par fendage sont 2,5 MPa et 3,42 MPa respectivement.

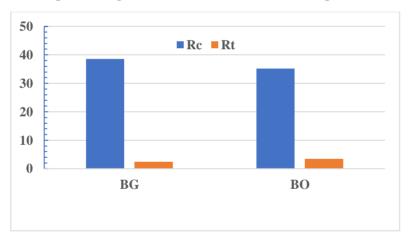


Figure 5 1 : Résistance mécanique du béton BG et BO.

5.3 COMPORTEMENT A LA FISSURATION

5.3.1 Béton armé ordinaire (BAO)

5.3.1.1 Relevé des fissures

a) Cas de tirant $BAO_{\phi 12}$

Les figures 5 2 représentent les images qui montrent l'apparition de fissure durant l'essai de traction pour le tirant du béton ordinaire armé $(BAO_{\phi12})$ en fonction de la déformation imposée. Les résultats indiquent l'apparition d'une seule fissure près du milieu de l'éprouvette avec une ouverture moyenne de fissure $(W_k=0.05 \text{ mm})$ lorsque la contrainte dans l'acier atteint 230.54 MPa qui correspondant à une déformation relative $(\epsilon=\Delta l/l=0.00018)$ et une déformation d'acier $\epsilon_{sm}=1.4\%$ ainsi qu'une déformation du béton $\epsilon_{cm}=1.19\%$.

L'ouverture moyenne des fissures selon l'Eurocode 2 [171] est déterminée par l'équation (1) par le produit de l'espacement moyen des fissures et de la déformation moyenne entre les aciers et le béton.

$$W_k = S_{r, max} \cdot (\epsilon_{sm} - \epsilon_{cm}) \dots (1)$$

$$S_{r, max} = W_k / (\epsilon_{sm} - \epsilon_{cm})$$

Avec

W_k: l'ouverture moyenne de la fissure.

 $S_{r, max}$: l'espacement maximum.

Dans notre cas, nous avons:

$$W_k = 0.05 \text{mm} \text{ et } (\epsilon_{sm} - \epsilon_{cm}) = 2.15 \times 10^{-4} \text{ donc } S_{r, max} = 233 \text{ mm}$$

La raison pour laquelle nous n'observons qu'une seule fissure est que, la deuxième fissure apparaissant à une distance de 233mm de la première, comme si la première fissure était apparue au centre de l'éprouvette, la longueur totale de l'éprouvette étant de 280 mm, l'apparition d'une deuxième fissure devient impossible. Une fois le tirant atteint la contrainte limite du béton, la fissure se crée dans la zone ou la résistance à la traction du béton est minimale.

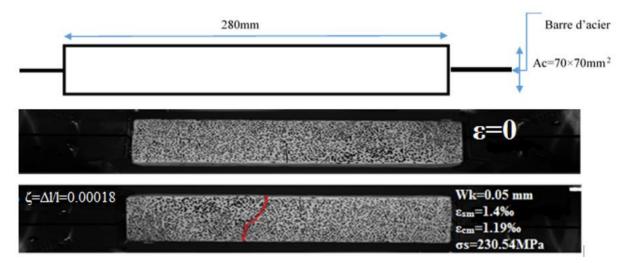


Figure 5 2 : L'apparition de fissure lors l'essai de traction pour le tirant du béton ordinaire armé (BOA_{\phi12}).

b) Cas de tirant $BAO_{\phi 14}$

Les images de l'apparition des fissures lors de l'essai de traction de tirant de béton armé ordinaire (BAO $_{\phi14}$), en fonction de la déformation imposée, est représenté sur la figure 5 3. On observe que le tirant BAO $_{\phi14}$ présente deux fissurations qui apparaissent simultanément et se propagent dans les tirants, avec un espacement moyen des fissures de 92 mm. La première fissure se manifeste quand la contrainte de l'acier atteint 470,70 MPa, correspondant à une déformation relative (ϵ =0.00042) avec une ouverture moyenne de fissure (W_1 =0.05 mm). La deuxième fissure apparait à une contrainte σ_s =496,80 MPa, correspondant à une ϵ =0.00044 avec une ouverture moyenne de fissure (W_2 =0.05 mm). La génération des fissures semble probablement être le résultat d'une bonne liaison entre l'armature et le béton, particulièrement quand l'aire de contact s'accroit (surface de la section de béton effective autour des armatures tendues $A_{c.eff}$). Cette augmentation favorise une meilleure adhérence entre l'armature et le béton.

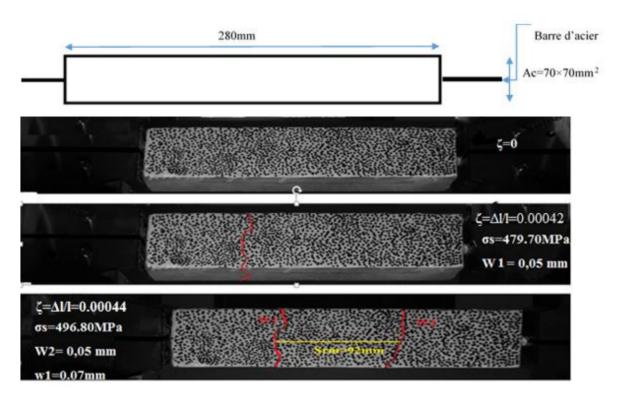


Figure 5 3 : Fissuration du tirant en BAO $_{\phi14}$ pendant le test de traction.

5.3.1.2 Ouvertures des fissures

a) Tirants avec armature ϕ 12

La figure 5 4(a, b, c) présentent respectivement le diagramme contrainte — déformation (σ_s - ϵ) et l'ouverture moyenne des fissures en fonction de contrainte dans l'acier (σ_s - W_k) et l'ouverture moyenne des fissures selon la déformation (W_k - ϵ) pour le tirant $BAO_{\varphi 12}$.

Les résultats montrent que l'ouverture moyenne de fissure (W_k) dans le tirant $BAO_{\phi 12}$ augmente progressivement avec l'augmentation de la déformation imposée. De plus, aucune fissuration

n'est observée dans le tirant lorsque la déformation augmente de 0 à 0,0002 (phase non fissurée). Une fois la déformation de 0,0002 est atteinte, l'apparition de la fissure se produit pour une contrainte dans l'acier de $\sigma_s=230$ MPa (initiation de fissure). Cette fissure se propage rapidement dans le tirant jusqu'à une déformation de 0,0012 (phase de formation de fissure). Après cette déformation jusqu'à 0,0016, une stabilisation de la fissure est observée (phase de stabilisation de fissure). Cependant, au-delà de cette déformation ($\epsilon=0,0016$), correspondant à une contrainte dans l'acier de $\sigma_s=550$ MPa, l'ouverture des fissures augmente plus rapidement (phase de rupture), en raison de la plastification de l'acier. Il est à noter que la pente du diagramme (W_k - ϵ) est légèrement plus faible pendant la phase de formation des fissures (ϵ < 0,0012) que pendant la phase de rupture (ϵ > 0.0016).

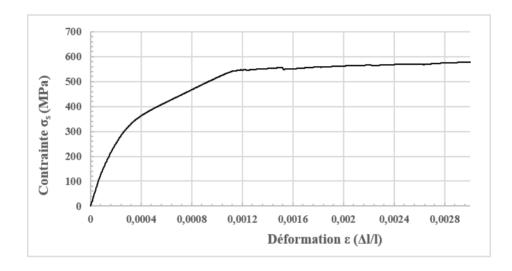


Figure 5 4 a : Diagramme contrainte - déformation $(\sigma_s - \varepsilon)$ de l'essai sur tirant BAO_{ϕ 12}:

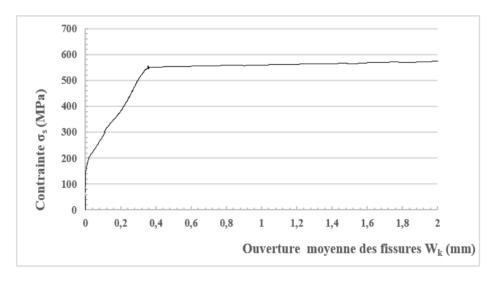


Figure 5 4 b : L'ouverture moyenne des fissures du tirant $BAO_{\phi12}$ lors de l'essai de traction en fonction de contrainte dans l'acier $(\sigma_s$ - $W_k)$.

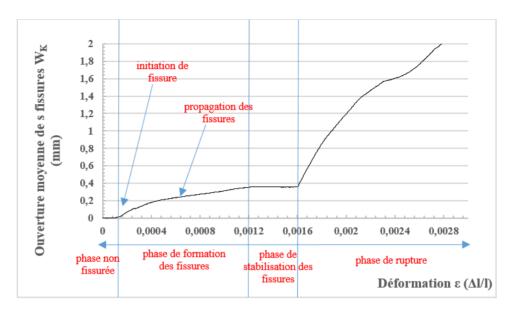


Figure 5 4 c : Diagramme (W_k - ε) de l'essai sur tirant BAO_{ϕ 12.}

b) Tirants avec armature \$\phi 14\$

Les graphes de la figure 5 5 (a, b, c et d) présentent respectivement : le diagramme (σ_s - ϵ), le diagramme (σ_s - σ_s), et le diagramme (σ_s - σ_s), ainsi que le diagramme (σ_s - σ_s) du tirant (BAO $_{\phi 14}$).

L'ensemble de ces résultats montrent que l'augmentation de la déformation imposée provoque l'apparition de fissures successives dans le tirant et l'apparition d'une nouvelle fissure entraı̂ne une chute de l'ouverture moyenne des fissures dans le tirant. Ce dernier constat est expliqué par la fermeture partielle des fissures existantes sous l'effet de l'apparition d'une nouvelle fissure. De plus, aucune fissuration n'est observée dans le tirant lorsque la déformation augmente de 0 à 0,0004 (phase non fissurée). Une fois la déformation de 0,00042 est atteinte, l'apparition de la fissure se produit pour une contrainte dans l'acier de σ_s = 479.70 MPa (initiation de fissure). Ces fissures se propagent rapidement dans le tirant jusqu'à une déformation de ϵ =0,001. Après cette déformation est jusqu'à 0,0014, une stabilisation de la fissure est constatée. A partir de ϵ =0,0014, correspondant à une contrainte dans l'acier de 650 MPa, l'ouverture de fissure augmente plus rapidement (phase de rupture), et est lié à la plastification de l'acier.

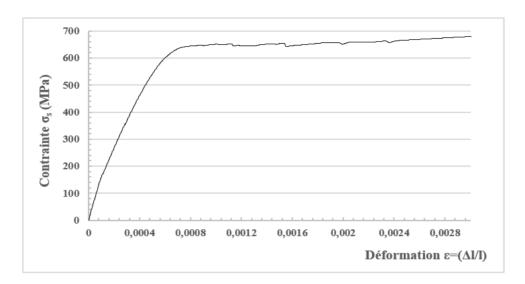


Figure 5 5 a : Diagramme $(\sigma_s - \epsilon)$ d'un essai de tirant BOA ϕ_{14} .

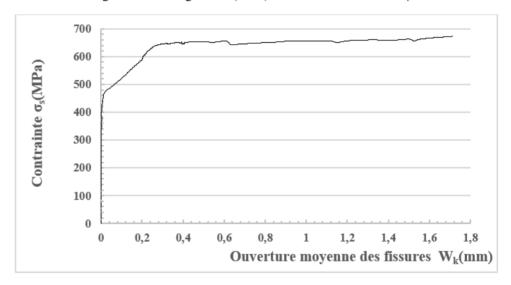


Figure 5 5 b : L'ouverture moyenne des fissures de tirant $BOA_{\phi14}$ en fonction de contrainte dans l'acier $(\sigma_s$ - $W_k)$

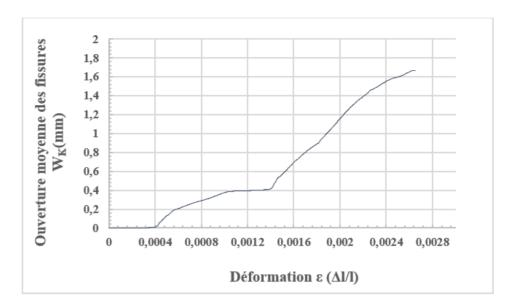


Figure 5 5 c : Diagramme (Wm - ε) d'un essai de tirant BOA $_{\phi 14}$.

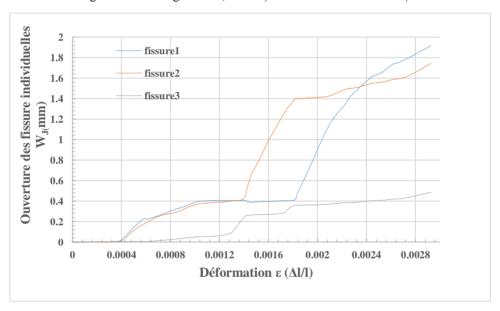


Figure 5 5 d : Diagramme $(W_j - \epsilon)$ d'un essai de tirant $BOA_{\phi 14}$.

5.3.1.3 Influence du diamètre des armatures sur l'ouverture des fissures

Les graphes de la figure 5 6 (a, b et c) présentent respectivement : le diagramme (σ_s - ϵ), le diagramme (σ_s - W_k), et le diagramme (W_k - ϵ) des tirants $BAO_{\phi 12}$, $_{\phi 14}$.

Les graphes de 6a et 6b ainsi que le tableau 5 1, montrent que l'augmentation de la section d'armature, qui est « 1.36 », conduit une augmentation de la contrainte dans l'acier à l'apparition des fissures, avec un rapport moyen d'environ « 2,36 ». De plus, cela augmente également la déformation à l'apparition des fissures, avec un rapport moyen d'environ « 2,43 ».

D'après la figure 6c, on remarque que le tirant $BAO_{\phi14}$ supporte une déformation plus importante (0,00042, correspondant à une contrainte dans l'acier de 479,70 MPa) avant l'apparition des fissures. En revanche, le tirant $BAO_{\phi12}$ se fissure à ϵ =0,0002, correspondant à

 σ_s =230 MPa dans l'acier. Par ailleurs, l'ouverture moyenne des fissures (W_K) de tirants $BAO_{\phi12}$ est plus grand que l'ouverture moyenne des fissures de tirants $BAO_{\phi14}$ avec un rapport moyen d'environ « 2.43 » lorsque la déformation imposée est inférieure à 0.0014, Cependant, ce comportement s'inverse lorsque la déformation imposée est supérieure à 0.0014 jusqu'à 0.0017, avec un rapport moyen « 1.3 ». Cela est probablement dû au nombre de fissures de $BAO_{\phi12}$ qui influencent (W_K). Ce comportement s'inverse à nouveau lorsque la déformation imposée est supérieure à 0.0017, avec un rapport moyen de « 1.38 ». Ces résultats sont conformes à ceux rapportés dans la littérature [135], [118], [140].

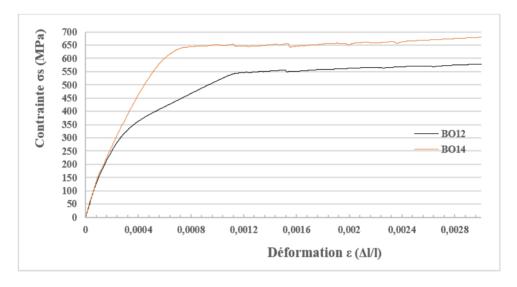


Figure 5 6 a : Diagramme $(\sigma_s - \epsilon)$ pour les tirants en béton ordinaire $\phi 12$ et $\phi 14$.

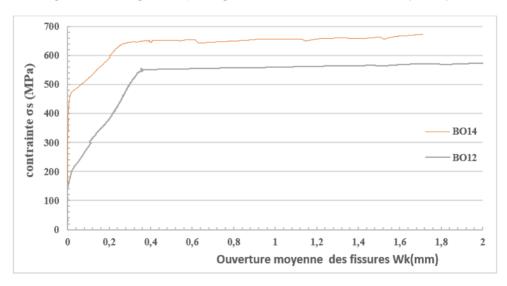


Figure 5 6 b : Ouverture moyenne des fissures des tirants BAO₆₁₂ BAO₆₁₄ en fonction de contrainte dans l'acier.

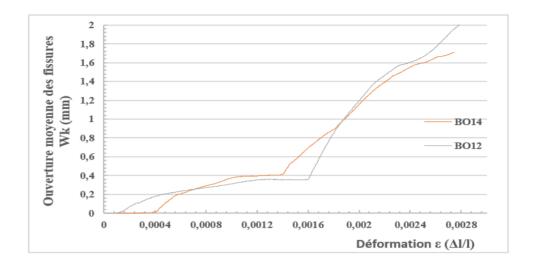


Figure 5 6 c: Ouverture moyenne des fissures- déformation (W_k - ε) pour les tirants BAO _{612 et 614}.

		W _k = 0.05mm	W _k = 0.1mm	W _k = 0.2mm	W _k = 0.3mm	W _k = 0.4mm
	σ _s (MPa)	230,54	285,068	379,99	502,206	551,23
ф12	3	0,000178	0,000243	0,000457	0,000943	0,00162
	σ _s (MPa)	489.53	522.25	590.74	644.81	645.44
ф14	3	0.000433	0.000475	0.00058	0.00083	0.00127

Tableau 5 1 : Comparaison de la fissuration sous déformation imposée des tirants BAO (ϕ_{12} , ϕ_{14}).

5.3.2 Béton armé géopolymère (BAG)

5.3.2.1 Relevé des fissures

a) Cas de tirant BAG \(\phi 12 \)

Les images illustrant l'apparition des fissures du tirant géopolymère BAG $_{\phi 12}$ pendant l'essai de traction sous de déformation imposé sont présentées dans la figure 5 7.

On observe que le tirant $BAG_{\phi12}$ présente trois fissurations qui apparaissent simultanément et se propagent dans les tirants, avec un espacement moyen de $S_{rmw1-w2} = 56$ mm entre la première et la deuxième fissure, ainsi qu'un espacement moyen de $S_{rmw1-w3} = 49$ mm entre la première et la troisième fissure.

Au début de l'essai, lorsque le tirant est soumis à une contrainte faible (σ_s < 90 MPa), aucune fissure n'est visible. Le béton et l'acier travaillent ensemble de manière homogène grâce à une adhérence initiale optimale. La première fissure apparaît lorsque la contrainte de l'acier atteint 92,72 MPa, correspondant à une déformation relative ($\epsilon = \Delta l/l = 0,00006$) et à une ouverture

moyenne de fissure ($W_1=0.05$ mm). Cette fissure se forme lorsque le béton atteint sa limite de résistance à la traction. À mesure que l'effort augmente, la deuxième fissure se crée à $\sigma_s=149 MPa$, correspondant à une $\epsilon=0.00009$ et à une ouverture moyenne de fissure ($W_2=0.05$ mm). À mesure que l'effort continue d'augmenter, la troisième fissure apparait à $\sigma_s=164$ MPa, correspondant à une $\epsilon=0.0001$ et à une ouverture moyenne de fissure ($W_3=0.05$ mm).

L'apparition successive de ces fissures semble être liée à une bonne adhérence entre l'acier et le béton géopolymère, permettant un transfert efficace des efforts. Cela favorise une répartition homogène des contraintes et limite l'élargissement des fissures, entraînant ainsi une apparition uniforme le long du tirant.

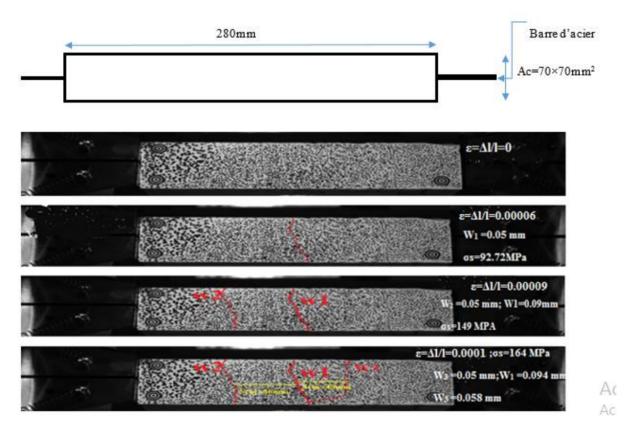


Figure 5 7 : Apparition des fissures du tirant BAG $_{\phi 12}$.

b) Cas de tirant BAG \(\phi 14 \)

La figure 5 8 montre l'apparition et la propagation des fissures du tirant $BAG_{\phi14}$ pendant l'essai de traction. On observe que le tirant $BAG_{\phi14}$ présente deux fissurations qui apparaissent simultanément et se propagent dans les tirants.

Lorsque le tirant en béton géopolymère armé est soumis à une contrainte inférieure à 400 MPa, aucune fissure n'est apparente au début, ce qui indique que le béton et l'acier fonctionnent ensemble de manière homogène, sans rupture visible du matériau. Cependant, lorsque la contrainte atteint 416 MPa, correspondant à une déformation relative ($\varepsilon = \Delta l/l = 0.0004$), une première fissure (W₁) apparaît, avec une ouverture de fissure de 0,05 mm, ce qui indique que le béton atteint sa limite de traction. À σ_s =492 MPa et ε = 0.0005, une deuxième fissure (W₂)

se forme, également avec une ouverture de 0,05 mm. L'espacement entre les fissures de 75 mm suggère que l'effort est réparti de manière homogène le long du tirant, ce qui permet une propagation progressive des fissures. Ce comportement montre que le béton géopolymère continue de se fissurer à mesure que la contrainte augmente, tout en maintenant une répartition efficace des efforts grâce à une bonne interaction entre l'acier et le béton. Cette interaction limite l'augmentation de la largeur des fissures.

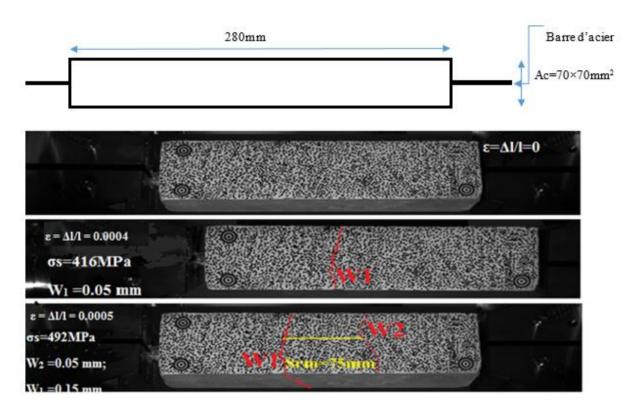


Figure 5 8 : Apparition des fissures du tirant en BAG ϕ_{14} pendant l'essai de traction.

5.3.2.2 Ouvertures des fissures

a) Tirants avec armature $\phi 12$

Les graphes de la figure 5 9 (a, b, c et d) présentent respectivement le diagramme (σ_s - ϵ), le diagramme (σ_s - σ_s), et le diagramme (σ_s - σ_s), et le diagramme (σ_s - σ_s) du tirant (BAG $_{\phi 12}$).

Ces résultats montrent que l'augmentation de la déformation provoque l'apparition progressive des fissures dans le tirant. Par ailleurs, la deuxième et la troisième fissures conduisent à une stabilisation de l'ouverture de la première fissure. Ce dernier constat est expliqué par fermeture partielle des fissures existantes sous l'effet de l'apparition d'une nouvelle fissure. De plus, aucune fissuration n'est observée dans le tirant lorsque la déformation augmente de 0 à 0,0001 (phase non fissurée). Une fois une déformation de 0,0001 est atteinte, l'apparition de la fissure se produit pour une $\sigma_s = 93$ MPa (initiation de fissure). Ces fissures se propagent rapidement dans le tirant jusqu'à une déformation de 0,00036. Après cette déformation et jusqu'à 0,0005, une stabilisation de la fissure est constatée. Après cette déformation, correspondant à une

contrainte dans l'acier de 570 MPa, l'ouverture de fissure augmente plus rapidement (phase de rupture), et cela est dû à la plastification de l'acier.

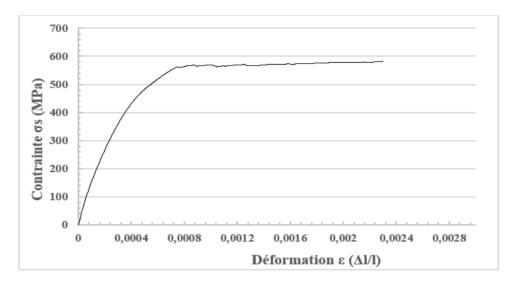


Figure 5 9 a : Diagramme contrainte - déformation $(\sigma_s$ - $\epsilon)$ de l'essai sur tirant BAG $_{\phi12}$.

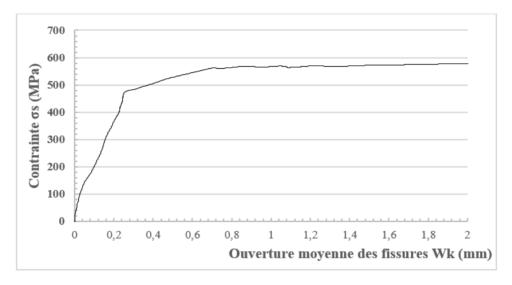


Figure 5 9 b : Ouverture moyenne des fissures lors de l'essai de traction du tirant BAG $_{\phi12}$.

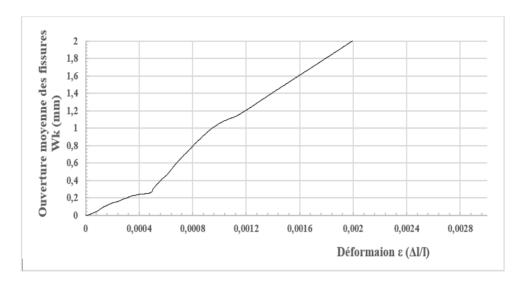


Figure 5 9 c : Diagramme (W_k - ϵ) de l'essai sur tirant BAG $_{\phi12}$.

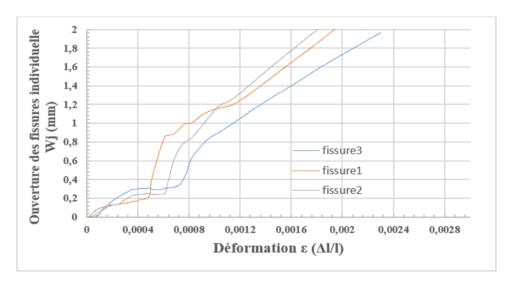


Figure 5 9 d : Diagramme (W_i - ϵ) d'un essai de tirant BAG $_{\phi 12}$.

b) Tirants avec armature \$\phi 14\$

Les graphes de la figure 5 10 (a, b, c et d) présentent respectivement le diagramme (σ_s - ϵ), le diagramme (σ_s - σ_s), le diagramme (σ_s - σ_s), et le diagramme (σ_s - σ_s) du tirant (BAG $_{\phi_1 4}$).

Les résultats montrent que l'augmentation de la déformation provoque l'apparition progressive des fissures dans le tirant. De plus, la plastification de la première fissure entraine une stabilisation pour la deuxième fissure. Ce dernier constat est expliqué par fermeture partielle des fissures existantes sous l'effet de l'apparition d'une nouvelle fissure. De plus, aucune fissuration n'est observée dans le tirant lorsque la déformation augmente de 0 à 0,0004 (phase non fissurée). Une fois une déformation de 0,0004 est atteinte, l'apparition de la fissure se produit pour une contrainte dans l'acier $\sigma_s = 415.5$ MPa (initiation de fissure). Ces fissures se propagent rapidement dans le tirant jusqu'à une déformation de 0,0009. Après cette déformation jusqu'à 0,014, une stabilisation de la fissure est constatée. Après cette déformation (0,0014),

correspondant à une contrainte dans l'acier de 530 MPa, l'ouverture de fissure augmente plus rapidement (phase de rupture), et cela est dû à la plastification de l'acier.

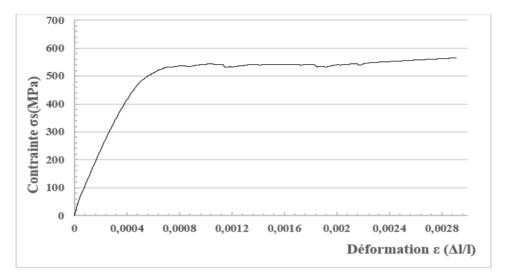


Figure 5 10 a : Diagramme contrainte - déformation de l'essai sur tirant $BAG_{\phi 14}$.

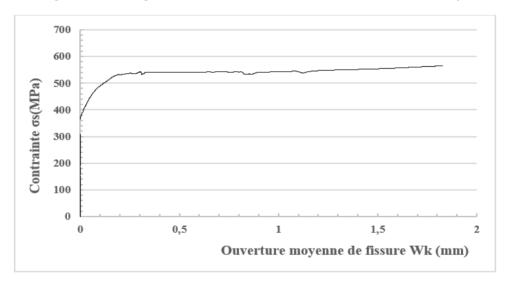


Figure 5 10 b : Ouverture moyenne des fissures du tirant BAG $_{\!\phi14}$ pendant l'essai de traction.

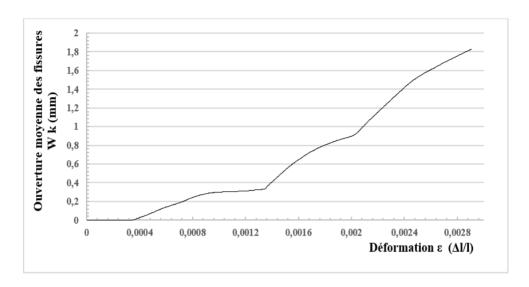


Figure 5 10 c : Diagramme (Wk - ϵ) de l'essai sur tirant BAG $_{\phi 14}$.

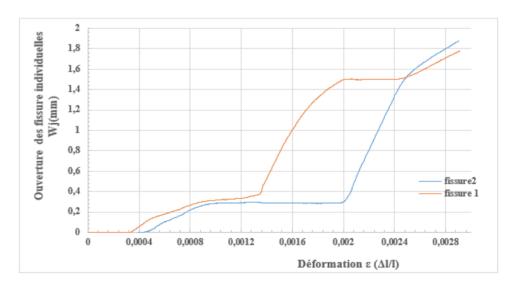


Figure 5 10 d : Diagramme ouvertures moyennes des fissures individuelles - déformation $(W_j$ - $\epsilon)$ d'un essai de tirant $BAG_{\phi 14}$.

5.3.2.3 Influence du diamètre des armatures sur l'ouverture des fissures

Les graphes de la figure 5 11 (a et b, c) présentent respectivement les diagrammes (σ_s - ϵ), et (σ_s - W_k), et (W_k - ϵ) des tirants $BAG_{\phi 12}$ et $BAG_{\phi 14}$.

D'après les graphes 5 11(a et b) et le tableau 5 2, une augmentation de 36% de la surface d'armature entraîne une augmente la contrainte dans l'acier au moment de l'apparition de fissures, avec un rapport moyen d'environ « 4.5 ». De plus, cette augmentation influence également la déformation à l'apparition des fissures, avec un rapport moyen d'environ « 4 ».

D'après de graphe de la figure 5 11c, on remarque que le tirant $BAG_{\phi14}$ supporte une déformation plus importante (0,0004, correspondant à une contrainte dans l'acier de 416 MPa) avant l'apparition des fissures alors que le tirant $BAG_{\phi12}$ se fissure à une ϵ =0,0001,

correspondant à σ_s =92.72 MPa. Par ailleurs, W_k de tirant BAG $_{\phi12}$ est plus grande que W_k de tirant BAG $_{\phi14}$ avec un rapport moyen d'environ « 3.67 » lorsque la déformation imposée est supérieure à 0.00115.

En outre, on observe une augmentation de l'espacement entre les fissures en fonction de l'augmentation du la surface d'armature.

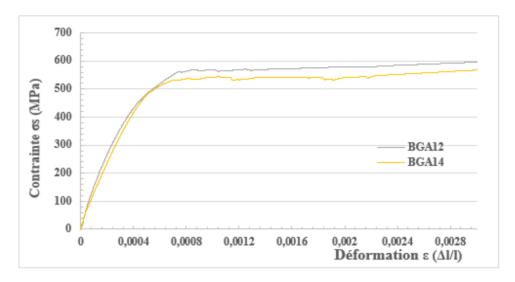


Figure 5 11 a : Diagramme (σ_s - ϵ) pour les tirants en béton géopolymère $\phi 12$ et $\phi 14$.

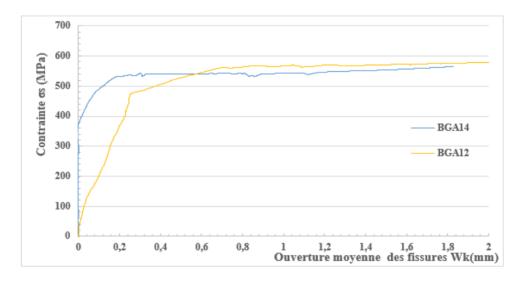


Figure 5 11 b : Ouverture moyenne (W_k) des fissures des tirants $BAG_{\phi 12}$ et $BAG_{\phi 14}$.

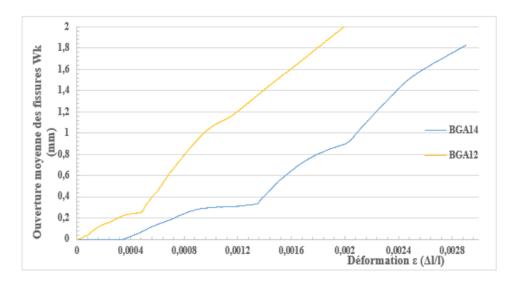


Figure 5 11 c : Diagramme (W_k - ε) pour les tirants en BAG_{ϕ 12} et BAG_{ϕ 14}.

	W _K (mm)	σ _s (MPa)	3
BAG _{φ 12}	0.05	92.72	0,0001
BAG _{\phi 14}	0,05	416	0.0004

Tableau 5 2 : Comparaison de la fissuration sous déformation imposée des tirants BAG (ϕ_{12} , ϕ_{14}).

5.4 Comparaison du comportement a la fissuration (BAO/BAG)

5.4.1 Influence du type de béton sur le comportement de fissuration

5.4.1.1 Cas BAO ϕ 12 vs BAG ϕ 12

Les figures (5 12a, 5 12b) présentent respectivement les diagrammes (σ_s - W_k) et (W_k - ϵ) des tirants BAG $_{\phi 12}$ et BAO $_{\phi 12}$.

Les résultats montrent qu'à faible contrainte (\leq 200 MPa), les deux tirants, BAO_{ϕ 12} et BAG_{ϕ 12}, présentent une faible ouverture des fissures, correspondant à une phase initiale où les fissures ne sont pas encore pleinement développées. À mesure que la contrainte augmente dans l'intervalle $200 < \sigma_s < 400$ MPa, l'ouverture des fissures progresse de manière graduelle, cette progression étant cependant plus marquée pour le BAG $_{\phi$ 12</sub> que pour le BAO $_{\phi$ 12</sub>. Lorsque la contrainte atteint $\sigma_s = 400$ MPa, les deux tirants affichent une ouverture de fissure équivalente de $W_k = 0.2$ mm. Cependant, dans la plage de contrainte $400 < \sigma_s < 550$ MPa, l'ouverture des fissures continue d'augmenter progressivement, avec une différence notable : cette augmentation reste moins prononcée pour le BAO $_{\phi$ 12</sub>. Enfin, au-delà de 500 MPa ($\sigma_s \ge 500$ MPa), une stabilisation progressive de l'ouverture des fissures est observée pour les deux tirants, traduisant une phase où le comportement des fissures devient moins influencé par l'évolution des contraintes.

D'après la figure 12 (b), on remarque que l'ouverture moyenne des fissures est plus importante dans le BAG $_{\phi12}$ que dans le BAO $_{\phi12}$, avec un rapport de 1,5 lorsque la déformation imposée est

inférieure à 0,0005. Au-delà de cette déformation (0,0005), l'ouverture moyenne des fissures devient significativement plus importante dans le $BAG_{\phi12}$ par rapport au $BAO_{\phi12}$, avec un rapport atteignant 3,5 (tableau 5 3).

De plus, le tirant $BAG_{\phi12}$ présente une multi fissuration, avec l'apparition simultanée de trois fissures qui se propagent dans le tirant, tandis que le tirant $BAO_{\phi12}$ ne présente qu'une seule fissure. Cette multi fissuration semble être liée à une bonne adhérence entre l'acier et le béton géopolymère.

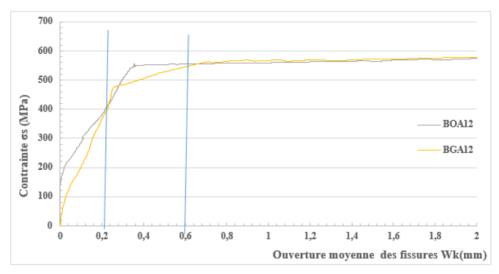


Figure 5 12 a : Ouverture moyenne des fissures des tirants BAO $_{\phi12}$ et BAG $_{\phi12}$.

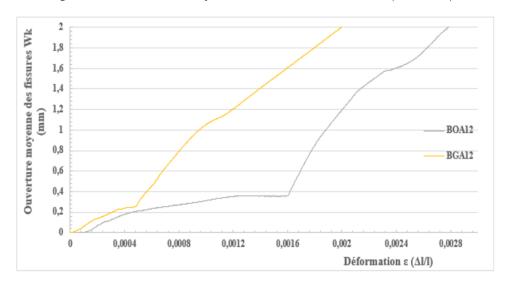


Figure 5 12 b : Diagramme (W_k - ϵ) pour les tirants BAG_{ϕ 12} et BAO_{ϕ 12}.

σ _s (MPa)		3		W _K (mm)	
BAO _{\$\phi12\$}	BAG _{\$\phi12\$}	BAO _{\$\phi12\$}	BAG _{\$\phi12\$}	BAO _{\$\phi12\$}	BAG _{\$\phi12\$}
213	92.72	0.00017	0.0001	0.05	0.05

Tableau 5 3 : Comparaison entre BAO $_{\phi12}$ et BAG $_{\phi12}$.

5.4.1.1 Cas BAO \(\phi 14 \) vs BAG \(\phi 14 \)

Les figures (5 13a, 5 13b) présentent respectivement les diagrammes (σ_s - W_k) et (W_k - ε) des tirants BAG $_{\phi 14}$ et BAO $_{\phi 14}$.

Les résultats montrent que la contrainte dans l'armature au moment de l'apparition de la première fissure dans le béton ordinaire (479.70 MPa) est supérieure à celle du béton géopolymère (416 MPa), avec un rapport de « 1,15 » (Tableau 5 4 et Figure 5 13). Cette observation peut s'expliquer par l'effet de la résistance à la traction du BG, qui est plus faible que celle du BO (2.5 MPa et 3.42 MPa à 28 jours pour le BG et le BO, respectivement). De même, la déformation imposée au moment de l'apparition de la première fissure dans le BO (0.00042) est similaire à celle du BG (0.0004).

Par ailleurs, l'ouverture moyenne des fissures (W_k) dans le tirant du béton géopolymère est inférieure à celle obtenue dans le tirant de béton ordinaire, avec un rapport de « 1,14 » lorsque la déformation augmente de 0.0004 à 0.0014. Lorsqu'on atteint la déformation de 0.0014, les W_k des deux tirants sont à peu près similaires. Après la déformation (0.0016), l'ouverture moyenne des fissures dans le tirant du béton géopolymère est inférieure à celle obtenue dans le tirant de béton ordinaire, avec un rapport de « 1,3 ». Le tirant géopolymère présente une stabilisation de la fissuration plus tardive par rapport au béton ordinaire.

Les deux tirants présentent une multi-fissuration avec le même nombre de fissures, soit deux fissures pour chacun, indiquant ainsi un mode de rupture similaire.

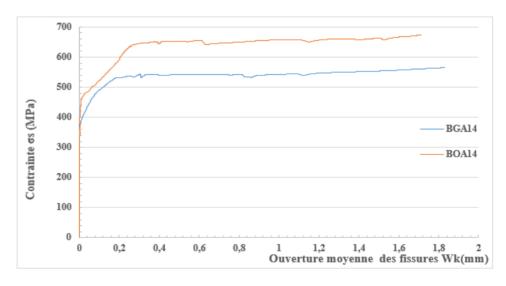


Figure 5 13 a : Ouverture moyenne des fissures des tirants BAO $_{\phi 14}$ et BAG $_{\phi 14}$.

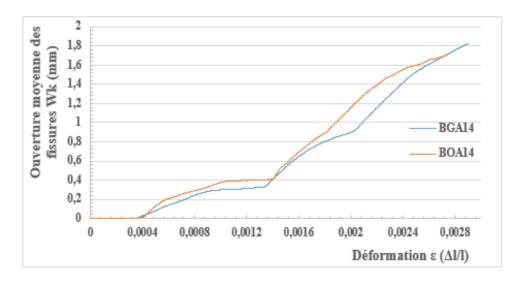


Figure 5 13 b : Diagramme (W_k - ϵ) pour les tirants BAG_{ϕ 14} et BAO_{ϕ 14}.

σ _s (I	σ _s (MPa)		ε		mm)
BAO _{\$\phi14\$}	BAG _{\$\phi14\$}	BAO _{\$\phi14\$}	BAG _{\$\phi14\$}	BAO _{\$\phi14\$}	BAG _{\$\phi14\$}
479.7	416	0.0042	0.004	0.05	0.05

Tableau 5 4 : Comparaison entre BAO₆₁₄ et BAG 614.

5.4.2 Influence du type de béton sur l'espacement des fissures

L'évolution de W_k des deux types de béton (ordinaire et géopolymère) est présentée dans le tableau 5 5. Les résultats révèlent que le béton armé géopolymère (BAG) se distingue par une fissuration multiple avec un espacement moyen des fissures plus réduit que celui observé dans le béton armé ordinaire (BAO). Ce comportement s'explique principalement par une meilleure adhérence entre l'armature et le béton géopolymère, qui favorise la formation d'un plus grand nombre de fissures rapprochées plutôt qu'une concentration des contraintes en une seule fissure dominante. Cette bonne adhérence pourrait être attribuée à la structure chimique et microstructurale du béton géopolymère, qui optimise l'interaction acier-béton.

Par ailleurs, comme l'indique la littérature [140], l'augmentation de la résistance mécanique du béton (f_{cm}) contribue à réduire l'espacement moyen des fissures. Ce phénomène est lié à une plus grande capacité du béton à transférer les efforts vers l'armature, favorisant ainsi une répartition homogène des contraintes dans la zone de traction.

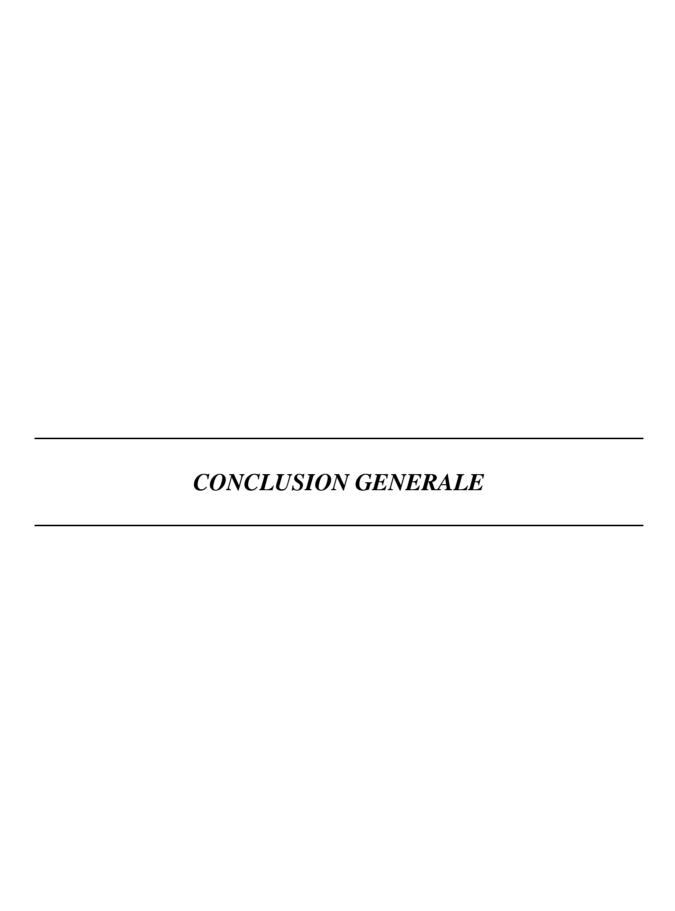
	BAO _{ϕ12}	BAG _{ϕ12}	BAO _{ϕ14}	BAG _{ф14}
N _b des fissures	1	3	2	2
Espacement moyen des fissures	/	49 mm et 56 mm	92 mm	75 mm

Tableau 5 5: Wk des tirants BAG et BAO.

5.5 CONCLUSION

Ce chapitre expose une étude comparative du comportement à la fissuration des tirants en béton armé géopolymère par rapport à ceux en béton armé ordinaire à base de ciment Portland. L'analyse a été menée pour deux diamètres d'armature, 12 mm et 14 mm. Les résultats obtenus révèlent les constats suivants :

- L'augmentation de 36 % de la section d'armature entraı̂ne une augmentation de la contrainte et de la déformation de l'acier au moment de l'apparition des fissures.
- L'ouverture des fissures diminue lorsque le diamètre de la barre augmente, car la surface de contact entre l'acier et le béton devient plus importante, ce qui améliore l'adhérence et la transmission des efforts.
- Les schémas et les distributions des fissures et les modes de rupture des tirants de BAG sont quasi-similaires à ceux des tirants de BAO. De plus le nombre des fissures constaté était presque identique pour tous les tirants.
- La largeur et l'espacement des fissures sont plus petits pour les tirants de BAG $_{\phi14}$ que celle des tirants de BAO $_{\phi14}$.
- Le béton géopolymère présente une matrice cimentaire plus adhérente avec l'acier que la matrice cimentaire du béton ordinaire.
- La contrainte dans l'acier lors de l'apparition des fissures dans le BAG φ14 était inférieure d'un facteur de 1,15 par rapport à celle du BAO φ14. Par ailleurs, l'ouverture moyenne des fissures dans le tirant en BAG était plus faible comparée à celle mesurée dans le tirant en BAO.
- Les tirants en BAG montrent une bonne liaison entre l'acier et le béton, grâce à la structure de la pâte de liant géopolymère, qui crée une matrice dense et cohésive, et assure une bonne adhérence. Cela garantit une meilleure transmission des efforts entre les deux matériaux, ce qui favorise la répartition homogène des contraintes et limite l'élargissement des fissures, entraînant ainsi une propagation uniforme des fissures le long du tirant.



CONCLUSION GENERALE

Ce travail de thèse se divise en deux parties :

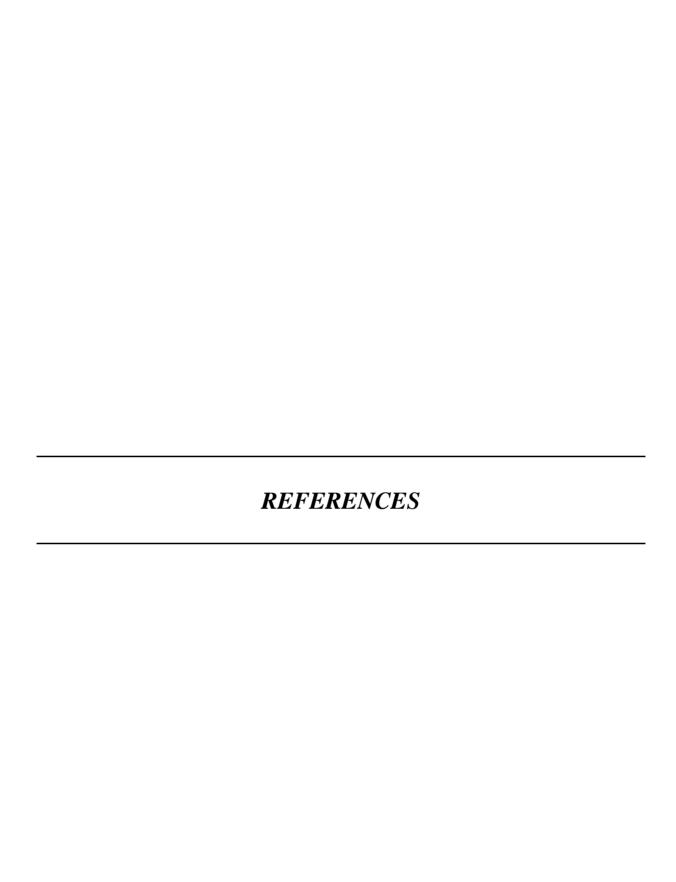
La première partie se concentre sur l'optimisation, la caractérisation et la durabilité des mortiers géopolymères produits à partir de matériaux locaux, tels que le laitier de haut fourneau et le métakaolin, activés par une solution alcaline à base de silicate de sodium. L'objectif est de définir la formulation idéale en optimisant les proportions des matériaux aluminosilicates, le rapport molaire ainsi que le ratio solide/liquide, tout en prenant en compte les propriétés des mélanges a l'état frais et durci.

Par la suite, cette formulation optimale est évaluée en termes de durabilité face aux attaques d'acide sulfurique. Une comparaison avec le mortier de ciment Portland est effectuée afin de mieux comprendre le comportement de ce liant. La formulation optimale obtenue sera ensuite utilisée pour produire un béton géopolymère dans la deuxième phase. Les principaux résultats obtenus peuvent être résumés comme suit :

- Les propriétés du mortier géopolymère, telles que la fluidité, le temps de prise, la porosité et les performances mécaniques, sont très influencées par le rapport molaire (RM) et la proportion de matériaux aluminosilicates (MA). Cette proportion réduit la fluidité et accélère le temps de prise, tout en améliorant la densité microstructurale et la résistance mécanique.
- Les mortiers géopolymères (MG) affichent une porosité significativement plus faible que le mortier portland (MP), ce qui influence positivement leurs propriétés mécaniques. Des formulations contenant 70 % à 75 % de MA ont montré des résistances mécaniques supérieures à celles des PM. En revanche, une proportion excessive de MA combinée à un faible RM peut compromettre ces performances.
- L'efflorescence est plus marquée dans les mortiers géopolymères composés de 80 % de matériaux aluminosilicates (MA), en raison de leur porosité plus élevée. Toutefois, l'augmentation du rapport molaire (RM) permet de réduire cette efflorescence.
- Lors d'expositions à l'acide sulfurique, le mortier géopolymère optimal montre une meilleure résistance à la dégradation physique et une perte de masse plus modérée que le mortier Portland. Cependant, il enregistre une diminution d'alcalinité plus significative que ce dernier.
- En résumé, les mortiers géopolymères, et particulièrement la formulation optimale, constituent une alternative viable et durable aux mortiers de ciment Portland, avec des avantages significatifs en termes de performances mécaniques, durabilité chimique. Ces résultats ouvrent la voie à une utilisation élargie des géopolymères dans les applications de construction, tout en nécessitant des études supplémentaires pour optimiser leur comportement dans des environnements particulièrement agressifs.

La deuxième partie de ce travail analyse le comportement de fissuration des tirants en béton armé géopolymère en comparaison avec ceux fabriqués en béton traditionnel à base de ciment Portland. Deux diamètres de barres d'acier 12 mm et 14 mm ont été testés. Les principaux résultats obtenus peuvent être résumés comme suit :

- L'augmentation de la surface de la barre d'acier influence la contrainte dans l'acier et la déformation au moment de l'apparition des fissures apparition. Lorsque la surface de la barre augmente, la contrainte dans l'acier à l'apparition des fissures et la déformation associée augmentent également.
- L'ouverture moyenne des fissures diminue avec l'augmentation du pourcentage d'armature, ou en d'autres termes, avec l'augmentation du diamètre des barres d'acier.
- Les schémas et les distributions de fissures observés pour les tirants en béton géopolymère sont quasi identiques à ceux des tirants en béton ordinaire, avec un nombre total de fissures de traction comparable.
- Le béton géopolymère présente une matrice cimentaire adhérente à l'acier, comparable à celle du béton ordinaire, ce qui améliore l'adhérence entre les deux matériaux.
- En résumé, les tirants en béton géopolymère armé montrent une excellente liaison entre l'acier et le béton, favorisée par la structure chimique de la pâte de liant géopolymère, qui crée une matrice dense et cohésive. Cela assure une meilleure répartition des contraintes et limitant en conséquence l'élargissement des fissures. Cette bonne liaison entre l'armature et la matrice géopolymère entraîne une propagation uniforme des fissures le long du tirant.
- Cette étude se limite à certains aspects spécifiques du problème complexe de la fissuration des structures en béton. Plusieurs questions pertinentes n'ont pas été abordées dans cette thèse, notamment l'influence des effets différés du retrait et du fluage sur l'ouverture des fissures et leur évolution sous charge ou déformation imposée à long terme. En outre, la fissuration des structures de grande épaisseur avec différents diamètres d'armature n'a pas été explorée dans ce travail.



REFERENCES

- [1] DAVIDOVITS J., (2002). GEOPOLYMER CONFERENCE: 30 YEARS OF SUCCESSES AND FAILURES IN GEOPOLYMER APPLICATIONS. MARKET TRENDS AND POTENTIAL BREAKTHROUGHS. OCTOBER 28-29, MELBOURNE (AUSTRALIA), 16 P.
- [2] J. DAVIDOVITS. DES BETONS ANTIQUES AUX GEOPOLYMERES, GEOPOLYMER INSTITUTE 1995, ARTS ET METIERS MAGAZINE N°180.SEPT.1993.p.8-1.
- [3] ALMUTAIRI, AHMAD L., ET AL. "POTENTIAL APPLICATIONS OF GEOPOLYMER CONCRETE IN CONSTRUCTION: A REVIEW." CASE STUDIES IN CONSTRUCTION MATERIALS 15 (2021): E00733.
- [4] SINGH, N. B, AND B. MIDDENDORF. "GEOPOLYMERS AS AN ALTERNATIVE TO PORTLAND CEMENT: AN OVER-VIEW." CONSTRUCTION AND BUILDING MATERIALS 237 (2020): 117455.
- [5] Amran, yh mugahed, et al. Clean production and properties of geopolymer concrete; a review. Journal of cleaner production 251 (2020): 119679.
- [6] VAN DEVENTER J.S.J., PROVIS J.L., DUXSON P., LUKEY G.C. REACTION MECHANISMS IN THE GEOPOLYMERIC CONVERSION OF INORGANIC WASTE TO USEFUL PRODUCTS. JOURNAL OF HAZARDOUS MATERIALS 139 (2007) 506-513.
- [7] A. GHARZOUNI, E. JOUSSEIN, B. SAMET, S. BAKLOUTI, S. ROSSIGNOL, EFFECT OF THE REACTIVITY OF ALKALINE SOLUTION AND METAKAOLIN ON GEOPOLYMER FORMATION, J. NON-CRYST. SOLIDS 410 (2015) 127–134.
- [8] Liew, Yun-ming, Cheng-Yong Heah, and Hussin Kamarudin. "Structure and Properties of Claybased Geopolymer Cements: A review." Progress in Materials Science 83 (2016): 595-629.
- [9] HARJITO D. AND RANGAN B. V. DEVELOPMENT AND PROPERTIES OF LOW-CALCIUM FLY ASH-BASED GEOPOL-YMER CONCRETE. RESEARCH REPORT GC1. FACULTY OF ENGINEERING, CURTIN UNIVERSITY OF TECHNOLOGY PERTH, AUSTRALIA (2005) 94P.
- [10] J. DAVIDOVITS, CHEMISTRY OF GEOPOLYMERIC SYSTEMS, TERMINOLOGY, GEOPOLYMER, SN (1999) 9–39.
- [11] M.Y.J. LIU, U.J. ALENGARAM, M. SANTHANAM, M.Z. JUMAAT, K.H. MO, MICROSTRUCTURAL INVESTIGATIONS OF PALM OIL FUEL ASH AND FLY ASH BASED BINDERS IN LIGHTWEIGHT AGGREGATE FOAMED GEOPOLYMER CONCRETE, CONSTR. BUILD. MATER. 120 (2016) 112–122.
- [12] J.G. SANJAYAN, A. NAZARI, H. POURALIAKBAR, FEA MODELLING OF FRACTURE TOUGHNESS OF STEEL FIBRE-REINFORCED GEOPOLYMER COMPOSITES, MATER. DES. 76 (2015) 215–222.
- [13] CONG, PEILIANG, AND YAQIAN CHENG. "ADVANCES IN GEOPOLYMER MATERIALS: A COMPREHENSIVE REVIEW." JOURNAL OF TRAFFIC AND TRANSPORTATION ENGINEERING (ENGLISH EDITION) 8.3 (2021): 283-314.
- [14] Guo, Xiaolu, huisheng shi, and xue wei. "Pore properties, inner chemical environment, and microstructure of nano-modified cfa-wbp (class c fly ash-waste brick powder) based geopolymers." cement and concrete composites 79 (2017): 53-61.
- [15] TEMUUJIN, JADAMBAA, ET AL. "PROCESSING AND USES OF FLY ASH ADDRESSING RADIOACTIVITY (CRITICAL REVIEW)." CHEMOSPHERE 216 (2019): 866-882.
- [16] Xu, hua, and jannie sj van deventer. "Geopolymerisation of multiple minerals." minerals engineering 15.12 (2002): 1131-1139.
- [17] R.R. BELLUM, K. MUNIRAJ, C.S. REDDY INDUKURI, S.R. CHAND MADDURI, INVESTIGATION ON PERFORMANCE ENHANCEMENT OF FLY ASH-GGBFS BASED GRAPHENE GEOPOLYMER CONCRETE, J. BUILD. Eng. 32 (2020), 101659.
- [18] ILIĆ, BILJANA R., ALEKSANDRA A. MITROVIĆ, AND LJILJANA R. MILIČIĆ. "THERMAL TREATMENT OF KAOLIN CLAY TO OBTAIN METAKAOLIN." HEMIJSKA INDUSTRIJA 64.4 (2010): 351-356.
- [19] MITROVIĆ, A., LJ MILIČIĆ, AND B. ILIĆ. "BENEFITS OF USE METAKAOLIN IN CEMENT-BASED SYSTEMS, TREĆI INTERNACIONALNI NAUČNO-STRUČNI SKUP GRAĐEVINARSTVO—NAUKA I PRAKSA." ZBORNIK RADOVA, ŽABLJAK (2010): 15-19.
- [20] JINDAL, BHARAT BHUSHAN, ET AL. "GEOPOLYMER CONCRETE WITH METAKAOLIN FOR SUSTAINABILITY: A COMPREHENSIVE REVIEW ON RAW MATERIAL'S PROPERTIES, SYNTHESIS, PERFORMANCE, AND POTENTIAL APPLICATION." ENVIRONMENTAL SCIENCE AND POLLUTION RESEARCH (2022): 1-26.
- [21] JINDAL, BHARAT BHUSHAN, ET AL. "GEOPOLYMER CONCRETE WITH METAKAOLIN FOR SUSTAINABILITY: A COMPREHENSIVE REVIEW ON RAW MATERIAL'S PROPERTIES, SYNTHESIS, PERFORMANCE, AND POTENTIAL APPLICATION." ENVIRONMENTAL SCIENCE AND POLLUTION RESEARCH (2022): 1-26.

- [22] MURAT, MICHEL, AND M. DRIOUCHE. "CHEMICAL REACTIVITY OF THERMALLY ACTIVATED CLAY MINERALS ESTIMATION BY DISSOLUTION IN HYDROFLUORIC ACID." CEMENT AND CONCRETE RESEARCH 18.2 (1988): 221-228
- [23] FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ A, MONZÓ M, VICENT M, BARBA A, PALOMO A (2008) ALKALINE ACTIVATION OF METAKAOLIN-FLY ASH MIXTURES: OBTAIN OF ZEOCERAMICS AND ZEOCEMENTS. MICROPOROUS MESOPOROUS MATER. HTTPS:// DOI. ORG/10.1016/j. MICRO MESO. 2007. 03. 024
- [24] Bheel N, Osman M, Ali A, Tafsirojjaman, Shabir Hussain Khahro, & Manthar, and ali Keerio. N.D. "Experimental study on Fresh, Mechanical properties and embodied carbon of concrete blended with sugarcane bagasse ash, Metakaolin, and Millet Husk ash as ternary cementitious material. Https://doi. Org/10.1007/s11356-021-15954-4.
- [25] KAKALI G, PERRAKI T, TSIVILIS S, BADOGIANNIS E (2001) THERMAL TREATMENT OF KAOLIN: THE EFFECT OF MINERALOGY ON THE POZZOLANIC ACTIVITY. APPL CLAY SCI. HTTPS:// DOI. ORG/ 10. 1016/ s0169- 1317(01) 00040-0
- [26] Sperinck S, raiteri P, marks N, wright K (2011) dehydroxylation of Kaolinite to Metakaolin a molecular dynamics study. J mater chem. Https://doi. Org/10.1039/c0jm01748e
- [27] SPERINCK S, RAITERI P, MARKS N, WRIGHT K (2011) DEHYDROXYLATION OF KAOLINITE TO METAKAOLIN A MOLECULAR DYNAMICS STUDY. J MATER CHEM. HTTPS:// DOI. ORG/ 10. 1039/ C0JM0 1748E
- [28] G. Kakali, T. Perraki, S. Tsivilis, E. Badogiannis, thermal treatment of kaolin: the effect of mineralogy on the pozzolanic activity, appl. Clay sci. 20(2001)73-80.
- [29] M. ARIKAN, K. SOBOLEV, T. ERTUN, A. YEGINOBALI, P. TURKER, PROPERTIES OF BLENDED CEMENTS WITH THERMALLY ACTIVATED KAOLIN, CONSTR. BUILD. MATER. 23 (2009) 62–70.
- [30] MA, SHANLIANG, ZENGQI ZHANG, AND XIAOMING LIU. "COMPREHENSIVE UNDERSTANDING OF ALUMINOSILI-CATE PHOSPHATE GEOPOLYMERS: A CRITICAL REVIEW." MATERIALS 15.17 (2022): 5961.
- [31] Yuksel, Isa. "blast-furnace slag." waste and supplementary cementitious materials in concrete. Woodhead publishing, 2018. 361-415.
- [32] ABDILA, SYAFIADI RIZKI, ET AL. "POTENTIAL OF SOIL STABILIZATION USING GROUND GRANULATED BLAST FURNACE SLAG (GGBFS) AND FLY ASH VIA GEOPOLYMERIZATION METHOD: A REVIEW." MATERIALS 15.1 (2022): 375.
- [33] Manikandan, P., and V. Vasugi. "A critical review of waste glass powder as an aluminosilicate source material for sustainable geopolymer concrete production." silicon 13.10 (2021): 3649-3663.
- [34] LETELIER, VIVIANA, ET AL. "USE OF WASTE GLASS AS A REPLACEMENT FOR RAW MATERIALS IN MORTARS WITH A LOWER ENVIRONMENTAL IMPACT." ENERGIES 12.10 (2019): 1974.
- [35] MENDES, BEATRYZ C., ET AL. "APPLICATION OF ECO-FRIENDLY ALTERNATIVE ACTIVATORS IN ALKALI-ACTIVATED MATERIALS: A REVIEW." JOURNAL OF BUILDING ENGINEERING 35 (2021): 102010
- [36] Rifaai, Yasser. "Rhéologie des matrices hybrides composées de ciment et d'ajouts cimentaires activés." (2020).
- [37] C. SHI, D. ROY, AND P. KRIVENKO, ALKALI-ACTIVATED CEMENTS AND CONCRETES. CRC PRESS, 2003.
- [38] J. Davidovits, "Geopolymer Cement," a rev. Geopolymer institute, tech. Pap., vol. 21, pp. 1–11, 2013.
- [39] Duxson, Peter, et al. "Geopolymer technology: the current state of the art." Journal of materials science 42.9 (2007): 2917-2933.
- [40] NG, CONNIE, ET AL. "A REVIEW ON MICROSTRUCTURAL STUDY AND COMPRESSIVE STRENGTH OF GEOPOLYMER MORTAR, PASTE AND CONCRETE." CONSTRUCTION AND BUILDING MATERIALS 186 (2018): 550-576.
- [41] POUHET, RAPHAËLLE, AND MARTIN CYR. "CARBONATION IN THE PORE SOLUTION OF METAKAOLIN-BASED GE-OPOLYMER." CEMENT AND CONCRETE RESEARCH 88 (2016): 227-235.
- [42] KAMALLOO, AMIR, ET AL. "MODELING OF COMPRESSIVE STRENGTH OF METAKAOLIN BASED GEOPOLYMERS BY THE USE OF ARTIFICIAL NEURAL NETWORK." (2010): 143-150.
- [43] De silva P, sagoe-crenstil K, dirivivatnanon V. Kinetics of Geopolymerization: role of al2o3 and sio2. Cem concr res 2007;37:512-8.
- [44] Duxson P et al. Understanding the relationship between geopolymer composition, microstructure and mechanical properties. Colloids surf, a: Physicochem 2005;269:47–58.
- [45] J. DAVIDOVITS, GEOPOLYMER CHEMISTRY AND APPLICATIONS. GEOPOLYMER INSTITUTE, 2008.
- [46] XIAO Y ET AL. GEOPOLYMERIZATION PROCESS OF ALKALI-METAKAOLINITE CHARACTERIZED BY ISOTHERMAL CALORIMETRY. THERMOCHIM ACTA 2009;493:49–54.
- [47] ZUHUA Z ET AL. ROLE OF WATER IN THE SYNTHESIS OF CALCINED KAOLIN-BASED GEOPOLYMER. APPL CLAY SCI 2009;43:218–23.

- [48] STEVESON M, SAGOE-CRENTSIL K. RELATIONSHIPS BETWEEN COMPOSITION, STRUCTURE AND STRENGTH OF INORGANIC POLYMERS. PART 1: METAKAOLIN-DERIVED INORGANIC POLYMERS. J MATER SCI 2005;40:2023—36.
- [49] WANG H, LI H, YAN F. SYNTHESIS AND MECHANICAL PROPERTIES OF METAKAOLINITE-BASED GEOPOLYMER. COLLOIDS SURF, A: PHYSICOCHEM ENG ASPECTS 2005;268 (1–3):1–6.
- [50] Shi C, Fernandez-Jimenez A, Palomo A. New Cements for the 21st century: the pursuit of an alternative to portland cement. Cem concr res 2011;41:750–63.
- [51] PINTO AT. UNIVERSITY OF MINHO. P. 2004.
- [52] Pelisser f et al. Micromechanical Characterization of Metakaolin-Based Geopolymers. Constr build mater 2013;49:547–53.
- [53] POOWANCUM A, HORPIBULSUK S. DEVELOPMENT OF LOW COST GEOPOLYMERS FROM CALCINED SEDIMENTARY CLAY. IN: KAREN SCRIVENER AF, EDITOR. CALCINED CLAYS FOR SUSTAINABLE CONCRETE: PROCEEDINGS OF THE 1ST INTERNATIONAL CONFERENCE ON CALCINED CLAYS FOR SUSTAINABLE CONCRETE. SPRINGER; 2015.
- [54] DAVIDOVITS J. MINERAL POLYMERS AND METHODS OF MAKING THEM. UNITED STATES; 1982.
- [55] PROVIS JL ET AL. CORRELATING MECHANICAL AND THERMAL PROPERTIES OF SODIUM SILICATE-FLY ASH GEO-POLYMERS. COLLOIDS SURF, A: PHYSICOCHEM ENG ASPECTS 2009;336(1–3):57–63.
- [56] RAHIER H ET AL. REACTION MECHANISM, KINETICS AND HIGH TEMPERATURE TRANSFORMATIONS OF GEOPOL-YMERS. J MATER SCI 2007;42:2982–96.
- [57] ROVNANIK P. EFFECT OF CURING TEMPERATURE ON THE DEVELOPMENT OF HARD STRUCTURE OF METAKAOLIN-BASED GEOPOLYMER. CONSTR BUILD MATER 2010;24:1176–83.
- [58] GIEC, "CHANGEMENTS CLIMATIQUES 2014: RAPPORT DE SYNTHESE," 2014.
- [59] M. CRIADO, A. PALOMO, A. FERNANDEZ-JIMENEZ, AND P. F. G. BANFILL, "ALKALI ACTIVATED FLY ASH: EFFECT OF ADMIXTURES ON PASTE RHEOLOGY," RHEOL. ACTA, VOL. 48, PP. 447–455, 2009.
- [60] E. Gartner, "industrially interesting approaches to 'low-co2' cements," cem. Concr. Res., vol. 34, no. 9, pp. 1489–1498, 2004.
- [61] J. Davidovits, "Geopolymer Cement," a rev. Geopolymer institute, tech. Pap., vol. 21, pp. 1–11, 2013.
- [62] DAVIDOVITS, J. (1994, OCTOBER). PROPERTIES OF GEOPOLYMER CEMENTS. IN FIRST INTERNATIONAL CONFERENCE ON ALKALINE CEMENTS AND CONCRETES (VOL. 1, Pp. 131-149).
- [63] HASSAN, AMER, MOHAMMED ARIF, AND MOHD SHARIQ. "USE OF GEOPOLYMER CONCRETE FOR A CLEANER AND SUSTAINABLE ENVIRONMENT—A REVIEW OF MECHANICAL PROPERTIES AND MICROSTRUCTURE." JOURNAL OF CLEANER PRODUCTION 223 (2019): 704-728.
- [64] NAIK, T. R. (2008). SUSTAINABILITY OF CONCRETE CONSTRUCTION. PRACTICE PERIODICAL ON STRUCTURAL DESIGN AND CONSTRUCTION, 13(2), 98-103. HTTPS://DOI.ORG/10.1061/(ASCE)1084-0680(2008)13:2(98)
- [65] O. S. Ohunakin, O. R. Leramo, O. A. Abidakun, M. K. Odunfa, and O. B. Bafuwa, "energy and cost analysis of cement production using the wet and dry processes in nigeria," energy power eng., 2003.
- [66] TURNER, L. K., AND F. G. COLLINS. CARBON DIOXIDE EQUIVALENT (CO2-E) EMISSIONS: A COMPARISON BETWEEN GEOPOLYMER AND OPC CEMENT CONCRETE. CONSTRUCTION & BUILDING MATERIALS, Vol. 43, 2013, PP. 125–130.
- [67] K. NEUPANE, D. CHALMERS, AND P. KIDD, "HIGH-STRENGTH GEOPOLYMER CONCRETE-PROPERTIES, ADVANTAGES AND CHALLENGES," ADV. MATER., VOL. 7, NO. 2, PP. 15–25, 2018.
- [68] LINGYU, TIAN, ET AL. "DURABILITY OF GEOPOLYMERS AND GEOPOLYMER CONCRETES: A REVIEW." REVIEWS ON ADVANCED MATERIALS SCIENCE 60.1 (2021): 1-14.
- [69] Chindaprasirt, P., Chareerat, T., Sirivivatnanon, V., 2007. Workability and Strength of Coarse high calcium fly ash geopolymer. Cement concr. Compos. Https://doi.org/10.1016/j.cemcon-comp.2006.11.002.
- [70] Shadnia, R., Zhang, L., Li, P., 2015. Experimental study of geopolymer mortar with incorporated PCM. Constr. Build. Mater. 84, 95e102. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.03.066.
- [71] Lokuge, W., Wilson, A., Gunasekara, C., Law, D.W., Setunge, S., 2018. Design of fly ash geopolymer concrete mix proportions using multivariate adaptive regression spline model. Constr. Build. Mater. 166, 472e481. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.01.175.
- [72] RAMUJEE, K., POTHARAJU, M., 2017. MECHANICAL PROPERTIES OF GEOPOLYMER CONCRETE COMPOSITES. MATER. TODAY PROC. 4, 2937E2945. HTTPS://DOI.ORG/10.1016/J.MATPR.2017.02.175.
- [73] Malkawi, A.B., Nuruddin, M.F., Fauzi, A., Almattarneh, H., Mohammed, B.S., 2016. Effects of alkaline solution on properties of the HCFA geopolymer mortars. In: procedia engineering. Https://doi.org/10.1016/j.proeng.2016.06.581.

- [74] Antoni Satria, J., Sugiarto, A., Hardjito, D., 2017. Effect of variability of FLY ash obtained from the same source on the characteristics of geopolymer. In: matec web conf. https://doi.org/10.1051/matecconf/20179701026.
- [75] Phoo-ngernkham, T., Sata, V., Hanjitsuwan, S., Ridtirud, C., Hatanaka, S., Chindaprasirt, P., 2016. Compressive strength, bending and fracture characteristics of high calcium fly ash geopolymer mortar containing portland cement cured at ambient temperature. Arabian J. Sci. Eng. Https://doi.org/10.1007/s13369-015-1906-4.
- [76] Umniati, B.S., Risdanareni, P., Zein, F.T.Z., 2017. Workability enhancement of geopolymer concrete through the use of retarder. Aip conf. Proc. 1887 https://doi.org/10.1063/1.5003516.
- [77] Musaddiq Laskar, S., Talukdar, S., 2017. Development of ultrafine slag-based geopolymer mortar for use as repairing mortar. J. Mater. Civ. Eng. Https://doi.org/10.1061/(asce)mt.1943-5533.0001824.
- [78] G. F. Huseien, J. Mirza, M. Ismail, S. K. Ghoshal, and M. A. M. Ariffin, "effect of metakaolin replaced granulated blast furnace slag on fresh and early strength properties of geopolymer mortar," ain shams eng. J., 2016.
- [79] W. Abbas, W. Khalil, and I. Nasser, "production of lightweight geopolymer concrete using artificial local lightweight aggregate," in matec web of conferences, 2018, vol. 162, p. 2024.
- [80] F. ASLANI AND Z. ASIF, "PROPERTIES OF AMBIENT-CURED NORMAL AND HEAVYWEIGHT GEOPOLYMER CONCRETE EXPOSED TO HIGH TEMPERATURES," MATERIALS (BASEL)., VOL. 12, NO. 5, P. 740, 2019.
- [81] I. SOROKA, PORTLAND CEMENT PASTE AND CONCRETE, MACMILLAN, LONDON, 1979.338PP.
- [82] LLOYD, REDMOND R., ET AL. "SPATIAL DISTRIBUTION OF PORES IN FLY ASH-BASED INORGANIC POLYMER GELS VISUALISED BY WOOD'S METAL INTRUSION." MICROPOROUS AND MESOPOROUS MATERIALS 126.1-2 (2009): 32-39.
- [83] A. B. Malkawi, M. F. Nuruddin, A. Fauzi, H. Almattarneh, and B. S. Mohammed, "effects of alkaline solution on properties of the hcfa geopolymer mortars," procedia eng., vol. 148, pp. 710–717, 2016.
- [84] Y. Luna Galiano, C. Fernandez Pereira, and M. Izquierdo, "Contributions to the study of porosity in fly ash-based geopolymers. Relationship between degree of reaction, porosity and compressive strength," mater. Construccion, 66, 2016.
- [85] Provis, J.L.; Myers, R.J.; White, C.E.; Rose, V.; Van Deventer, J.S.J. (2012) X-ray microtomography shows pore structure and tortuosity in alkali-activated binders. Cem. Concr. Res. 42, 855–864. Http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2012.03.004.
- [86] KRIVEN, W.M.; BELL, J.L. (2004) EFFECT OF ALKALI CHOICE ON GEOPOLYMER PROPERTIES. CERAM. ENG. SCI. PROC. 25 [3–4], 99–104. HTTP://dx.doi.org/10.1002/9780470291191.ch16.
- [87] HASNAOUI, A., GHORBEL, E., & WARDEH, G. (2019). OPTIMIZATION APPROACH OF GRANULATED BLAST FURNACE SLAG AND METAKAOLIN BASED GEOPOLYMER MORTARS. CONSTRUCTION AND BUILDING MATERIALS, 198, 10-26. Https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.11.251.
- [88] SHI, CAIJUN, DELLA ROY, AND PAVEL KRIVENKO. ALKALI-ACTIVATED CEMENTS AND CONCRETES. CRC PRESS, 2003 (PAGE 131).
- [89] Deb, P.S., Nath, P., Sarker, P.K., 2015. Drying shrinkage of slag blended fly ash geopolymer concrete cured at room temperature. Procedia eng. 125, 594–600. Https://doi.org/10.1016/j.pro-eng.2015.11.066.
- [90] TCHAKOUTE KOUAMO, H., MBEY, J.A., ELIMBI, A., KENNE DIFFO, B.B., NJOPWOUO, D., 2013. SYNTHESIS OF VOLCANIC ASH-BASED GEOPOLYMER MORTARS BY FUSION METHOD: EFFECTS OF ADDING METAKAOLIN TO FUSED VOLCANIC ASH. CERAM. INT.HTTPS://DOI.ORG/10.1016/J.CERAMINT.2012.08.003.
- [91] AL-MASHHADANI, M.M., CANPOLAT, O., AYG€ORMEZ, Y., UYSAL, M., ERDEM, S., 2018. MECHANICAL AND MI-CROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION OF FIBER REINFORCED FLY ASH BASED GEOPOLYMER COMPOSITES. CONSTR. BUILD. MATER. 167, 505E513. HTTPS://DOI.ORG/10. 1016/J.CONBUILDMAT.2018.02.061.
- [92] Sumesh, M., Alengaram, U.J., Jumaat, M.Z., Mo, K.H., Alnahhal, M.F., 2017. Incorporation of Nanomaterials in cement composite and geopolymer based paste and mortar e a review. Constr. Build. Mater. Https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.04.206.
- [93] H. YE AND A. RADLINSKA, "SHRINKAGE MECHANISMS OF ALKALI-ACTIVATED SLAG," CEM. CONCR. RES., VOL. 88, PP. 126–135, 2016.
- [94] C. Kuenzel, L. J. Vandeperre, S. Donatello, A. R. Boccaccini, and C. Cheeseman, "ambient temperature drying shrinkage and cracking in metakaolin-based geopolymers," J. Am. Ceram. Soc., vol. 95, no. 10, pp. 3270–3277, 2012.
- [95] XIAO, RUI, ET AL. "STRENGTH, MICROSTRUCTURE, EFFLORESCENCE BEHAVIOR AND ENVIRONMENTAL IMPACTS OF WASTE GLASS GEOPOLYMERS CURED AT AMBIENT TEMPERATURE." JOURNAL OF CLEANER PRODUCTION 252 (2020): 119610.

- [96] COLLINS, F., SANJAYAN, J.G., 1999. STRENGTH AND SHRINKAGE PROPERTIES OF ALKALI-ACTIVATED SLAG CONCRETE CONTAINING POROUS COARSE AGGREGATE. CEMENT CONCR. RES. 29,607e610.
- [97] WALLAH, STEENIE, AND B. VIJAYA RANGAN. "LOW-CALCIUM FLY ASH-BASED GEOPOLYMER CONCRETE: LONG-TERM PROPERTIES." (2006).
- [98] PERNA, IVANA, TOMAS HANZLICEK, AND MONIKA ŠUPOVA. "THE IDENTIFICATION OF GEOPOLYMER AFFINITY IN SPECIFIC CASES OF CLAY MATERIALS." APPLIED CLAY SCIENCE 102 (2014): 213-219.
- [99] Thaarrini, J., Ramasamy, V., 2015. Feasibility studies on compressive strength ofground coal ash geopolymer mortar. R period. Polytech. Civ. Eng. Https://doi.org/10.3311/ppci.7696.
- [100] WAZIEN, AZ WARID, ET AL. "STRENGTH AND DENSITY OF GEOPOLYMER MORTAR CURED AT AMBIENT TEMPERATURE FOR USE AS REPAIR MATERIAL." IOP CONFERENCE SERIES: MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING. Vol. 133. No. 1. IOP PUBLISHING, 2016.
- [101] P. Nath and P. K. Sarker, "flexural strength and elastic modulus of ambient-cured blended low-calcium fly ash geopolymer concrete," constr. Build. Mater., vol. 130, pp. 22–31, 2017.
- [102] Lee, B., Kim, G., Kim, R., Cho, B., Lee, S., Chon, C.M., 2017. Strength development properties of geopolymer paste and mortar with respect to amorphous si/al ratio of fly ash. Constr. Build. Mater. Https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.06.078.lloyd, R. R., 2008. University of melbourne. Phd thesis.
- [103] Zhuang, X.Y., Chen, L., Komarneni, S., Zhou, C.H., Tong, D.S., Yang, H.M., Yu, W.H., Wang, H., 2016. Fly ash-based geopolymer: clean production, properties and applications. J. Clean. Prod. Https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2016.03.019.
- [104] Al-Majidi, M.H., Lampropoulos, A., Cundy, A., Meikle, S., 2016. Development of geopolymer mortar under ambient temperature for in situ applications. Constr. Build. Mater. Https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.05.085.
- [105] HAQ, E.U., PADMANABHAN, S.K., ZUBAIR, M., ALI, L., LICCIULLI, A., 2016. INTUMESCENCE BEHAVIOUR OF BOTTOM ASH BASED GEOPOLYMER MORTAR THROUGH MICROWAVE IRRADIATION E AS AFFECTED BY ALKALI ACTIVATION. CONSTR. BUILD. MATER. HTTPS://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.08.135.
- [106] MA, C. K., AWANG, A. Z., & OMAR, W. (2018). STRUCTURAL AND MATERIAL PERFORMANCE OF GEOPOLY-MER CONCRETE: A REVIEW. CONSTRUCTION AND BUILDING MATERIALS, 186, 90-102. HTTPS://DOI.ORG/10.1016/J.CONBUILDMAT.2018.07.111
- [107] Geopolymer institut, "pyrament cement good for heavy traffic after 25 years geopolymer institute," 2011. [online]. Available: https://www.geopolymer.org/news/pyrament-cement-good-for-heavy-traffic-after-25- years/.
- [108] Geopolymer institut, "world's first public building with structural geopolymer concrete—geopolymer institute," 2013. [online]. Available: https://www.geopolymer.org/news/worlds-first-public-building-with-structural-geopolymer-concrete/.
- [109] Adam, A. A., & Horianto, X. X. X. (2014). The effect of temperature and duration of curing on the strength of fly ash based geopolymer mortar. Procedia engineering, 95, 410-414. Https://doi.org/10.1016/j.proeng.2014.12.199
- [110] Wang, S. D., Pu, X. C., Scrivener, K. L., & Pratt, P. L. (1995). Alkali-activated slag cement and concrete: a review of properties and problems. Advances in cement research, 7(27), 93-102. Https://doi.org/10.1680/adcr.1995.7.27.93
- [111] TENNAKOON, C., SAN NICOLAS, R., SANJAYAN, J. G., & SHAYAN, A. (2016). THERMAL EFFECTS OF ACTIVATORS ON THE SETTING TIME AND RATE OF WORKABILITY LOSS OF GEOPOLYMERS. CERAMICS INTERNATIONAL, 42(16), 19257-19268. HTTPS://doi.org/10.1016/j.ceramint.2016.09.092
- [112] Provis, J. L., duxson, P., & van deventer, J. S. (2010). The role of particle technology in developing sustainable construction materials. Advanced powder technology, 21(1), 2-7.https://doi.org/10.1016/j.apt.2009.10.006.
- [113] P.H.R. BORGES, N. BANTHIA, H.A. ALCAMAND, W.L. VASCONCELOS, E.H.M. NUNES, PERFORMANCE OF BLENDED METAKAOLIN/BLASTFURNACE SLAG ALKALI-ACTIVATED MORTARS, CEM. CONCR. COMPOS. 71 (2016) 42–52.
- [114] G.F. Huseien, J. Mirza, M. Ismail, S.K. Ghoshal, M.A.M. Ariffin, effect of metakaolin replaced granulated blast furnace slag on fresh and early strength properties of geopolymer mortar, ain shams eng. J. (2016).
- [115] Borges, P. H., Banthia, N., Alcamand, H. A., Vasconcelos, W. L., & nunes, E. H. (2016). Performance of blended metakaolin/blastfurnace slag alkali-activated mortars. Cement and concrete composites, 71, 42-52. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2016.04.008
- [116] Khalil, M. G., elgabbas, f., el-feky, M. S., & el-shafie, h. (2020). Performance of geopolymer mortar cured under ambient temperature. Construction and building materials, 242, 118090. Https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.118090

- [117] S.A. BERNAL, R.M. DE GUTIERREZ, J.L. PROVIS, ENGINEERING AND DURABILITY PROPERTIES OF CONCRETES BASED ON ALKALI-ACTIVATED GRANULATED BLAST FURNACE SLAG/ METAKAOLIN BLENDS, CONSTR. BUILD. MATER. 33 (2012) 99–108.
- [118] Granju, Jean-Louis. Beton arme: theorie et applications selon l'eurocode 2. Editions eyrolles, 2016.
- [119] TERRIEN, M. EMISSION ACOUSTIQUE ET COMPORTEMENT MECANIQUE POST-CRITIQUE D'UN BETON SOLLI-CITE EN TRACTION". BULL. LIAIS. 1980, 105, 65-72, ISSN 0458-5860.
- [120] L'HERMITE.R(1973), <<INFLUENCE DE LA DIMENSION ABSOLUE SUR LA RESISTANCE A LA FLEXION.>> ANNALES ITBTP, N° 309-310.PP39-41.
- [121] MAZARS J., «APPLICATION DE LA MECANIQUE DE L'ENDOMMAGEMENT AU COMPORTEMENT NON LINEAIRE ET A LA RUPTURE DU BETON DE STRUCTURE», THESE DE DOCTEUR D'ETAT. UNIVERSITÉ PIERRE ET MARIE CURIE (PARIS VI), FRANCE, 1984.
- [122] TRINH J., «COMPORTEMENT DE PANNEAUX DE BETON ARME SOLLICITE EN TRACTION SIMPLE DANS SON PLAN», ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE POUR L'E.D.F-S.E.P.E.N, RAPPORT DU S.E.S. DU C.E.B.T.P., FRANCE, 1986.
- [123] JOHNSON A. I., «DEFORMATION OF REINFORCED CONCRETE», INTERNATIONAL ASSOCIATION FOR BRIDGE AND STRUCTURAL ENGINEERING (IABSE) PUBLICATIONS, VOL. 11, PP. 253-290, 1951.
- [124] 66: COMITE EURO -INTERNATIONAL DU BETON, «FISSURATION», BULLETIN D'INFORMATION, n° 61, Paris, 1967.
- [125] COMITE EURO -INTERNATIONAL DU BETON, «FISSURATION», BULLETIN D'INFORMATION, N° 89, PARIS, 1973.
- [126] BRUGGELING A. S. G., «AN ENGINEERING MODEL FOR STRUCTURAL CONCRETE», IABSE COLLOQUIUM, PP 27-36, 1990.
- [127] VAN DER VEEN C. «CRYOGENIC BOND STRESS-SLIP RELATIONSHIP», PH. D. THESIS, DELFT UNIVERSITY OF TECHNOLOGY, 1990.
- [128] SAAD M, (2011) « INFLUENCE DU POURCENTAGE D'ACIER SUR LE COMPORTEMENT POST FISSURATION DU BETON ARME EN TRACTION » THESE DE DOCTEUR D'ETAT. UNIVERSITÉ MOULOUD MAMMERI DE TIZI OUZOU.
- [129] RABICH R., «BEITRAGE ZUR BERECHUNG DER FORMANDERUN -GEN VON STAHLBETONBAUTEILEN UNTER BERÜCKSICHTIGUNG DER RISSBILDUNG», HELFT 4, P. 184-187, 1969.
- [130] ESPION B., PROVOST M., HALLEUX P., «RIGIDITE D'UNE ZONE TENDUE DE BETON ARME», MATERIAUX DE CONSTRUCTION, VOL. 18, N° 105, PP. 185-191, MAI JUIN 1985.
- [131] ESPION B., «CONTRIBUTION A L'ANALYSE NON LINEAIRE DES OSSATURES PLANES. APPLICATION AUX STRUCTURES EN BETON ARME», THESE DE DOCTORAT ES SCIENCES, VOLS I ET II, UNIVERSITE LIBRE DE BRUXELLES, BELGIQUE, 1986.
- [132] COMITÉ EURO-INTERNATIONAL DU BÉTON, «CEB-FIP MODEL CODE 1990», (FINAL VERSION PUBLISHED BY THOMAS TELFORD LTD., LONDON), 465 P., 1993.
- [133] MANUAL, C. E. B. "FISSURATION ET DEFORMATIONS." BULLETION D" INFORMATION 158 (1983).
- [134] [17] EUROCODE 2. CALCUL DES STRUCTURES EN BETON; NF-EN-1992, 2007.
- [135] DAOUD, A., M. LORRAIN, AND M. ELGONNOUNI. "RESISTANCE A L'ARRACHEMENT D'ARMATURES ANCREES DANS DU BETON AUTOPLAÇANT." MATERIALS AND STRUCTURES 35.7 (2002): 395.
- [136] Y. Goto. « Cracks formed in concrete around deformed tension bars »; aci journal; vol 68, p. 244-251, april 1971
- [137] L.A. LUTZ, P. GERGELY. « DEFORMED BARS CONCRETE » ; ACI JOURNAL, VOL 64, P. 711-721, NOVEMBER 1967.
- [138] Base G. D. (1978), short course on design of concrete structures for serviceability, lecture notes, concrete institute of Australia, sydney.
- [139] Comite Euro-international du beton. Durable concrete structures: design guide. Vol. 183. Thomas telford, 1992.
- [140] FARRA, B. INFLUENCE DE LA RESISTANCE DU BETON ET DE SON ADHERENCE AVEC L'ARMATURE SUR LA FISSURATION, ECOLE POLYTECHNIQUE FEDERALE DE LAUSSANNE. DISS. THÈSE-1995.
- [141] WARNER, R. F., RANGAN B. V., HALL A. S. AND FAULKES, K.A. (1998), CONCRETE STRUCTURES, ADDISON WESLEY LONGMAN AUSTRALIA PTY. LTD., SOUTH MELBOURNE, AUSTRALIA.
- [142] « ADHERENCE ACIER-BETON » HTTP://PUBLIC.IUTENLIGNE.NET/GENIE-CIVIL/BETON-ARME/HI-VIN/BETON_ARME/DOCUMENTS/COURS_BA_ST2_CHAP3.PDF
- [143] Comité euro -international du béton, «bond action and bond behaviour of reinforced state of the art report», bulletin d'information, $n^{\circ}151$, avril 1982.

- [144] FERGUSON P.M., «BOND STRESS THE STATE OF THE ART», A.C.I JOURNAL, VOL.63, N°11, 1966.
- [145] GIURIANI E., «EXPERIMENTAL INVESTIGATION ON THE BOND-SLIP LAW OF DEFORMED BAR IN CONCRETE», I.A.B.S.E, COLLOQUIUM ON «ADVANCED MECHANICS OF REINFORCED CONCRETE», FIND REPORT, DELFT, HOLLAND, DECEMBER, PP.121, 141, 1981.
- [146] Bensaifi, E., Bouteldja, F., Nouaouria, M. S., & Breul, P. (2019). Influence of crushed granulated blast furnace slag and calcined eggshell waste on mechanical properties of a compacted marl. Transportation geotechnics, 20, 100244. https://doi.org/10.1016/j.trgeo.2019.100244
- [147] RABEHI, B., BOUMCHEDDA, K., & GHERNOUTI, Y. (2012). STUDY OF CALCINED HALLOYSITE CLAY AS POZZOLANIC MATERIAL AND ITS POTENTIAL USE IN MORTARS.
- [148] En, N. (2016). 196-1. Methodes d'essais des ciments—partie 1: determination des resistances. Afnor: paris, france.
- [149] AFNOR, N. (2017). P 18-452, CONCRETES-MEASURING THE FLOW TIME OF CONCRETES AND MORTARS USING A WORKABILITY METER. AFNOR, PARIS.
- [150] En, B. (2006). 480-2 ADMIXTURES FOR CONCRETE, MORTAR AND GROUT. TEST METHODS. DETERMINATION OF SETTING TIME.
- [151] NF EN. (MARCH 2010). 18-459. CONCRETE TEST FOR HARDENED CONCRETE: POROSITY AND DENSITY TEST
- [152] NF EN. (MAY 2005). 12504-4. TESTS FOR CONCRETE IN STRUCTURES-PART 4: DETERMINATION OF THE SPEED OF SOUND PROPAGATION.
- [153] LAMOND, J. F., & PIELERT, J. H. (2006). SIGNIFICANCE OF TESTS AND PROPERTIES OF CONCRETE AND CONCRETE-MAKING MATERIALS (VOL. 169). ASTM INTERNATIONAL.
- [154] Zhang, Z., Provis, J. L., Ma, X., Reid, A., & Wang, H. (2018). Efflorescence and subflorescence induced microstructural and mechanical evolution in fly ash-based geopolymers. Cement and concrete composites, 92, 165-177. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2018.06.010
- [155] Zhang, Z. H., Yang, T., & Wang, H. (2014, December). The effect of efflorescence on the mechanical properties of fly ash-based geopolymer binders. In 23rd australasian conference on the mechanics of structures and materials (acmsm23) (vol. 1, pp. 107-112).
- [156] KANI, E. N., ALLAHVERDI, A., & PROVIS, J. L. (2012). EFFLORESCENCE CONTROL IN GEOPOLYMER BINDERS BASED ON NATURAL POZZOLAN. CEMENT AND CONCRETE COMPOSITES, 34(1), 25-33.
- [157] ASTM C267 01(2012) STANDARD TEST METHODS FOR CHEMICAL RESISTANCE OF MORTARS, GROUTS, AND MONOLITHIC SURFACINGS AND POLYMER CONCRETES.
- [158] AIKEN, T. A., KWASNY, J., SHA, W., & SOUTSOS, M. N. (2018). EFFECT OF SLAG CONTENT AND ACTIVATOR DOSAGE ON THE RESISTANCE OF FLY ASH GEOPOLYMER BINDERS TO SULFURIC ACID ATTACK. CEMENT AND CONCRETE RESEARCH, 111, 23-40.
- [159] PARROTT, L. J., & KILLOH, D. C. (1989). CARBONATION IN A 36 YEAR OLD, IN-SITU CONCRETE. CEMENT AND CONCRETE RESEARCH, 19(4), 649-656.
- [160] "NF EN 12350-6., ESSAIS POUR BETON FRAIS PARTIE 2: ESSAIS D'AFFAISSEMENT," AFNOR, 2012.
- [161] "NF EN 12350-7., ESSAIS POUR BETONS FRAIS PARTIE 7: TENEUR EN AIR METHODE DE LA COMPRESSIBILITE," AFNOR, 2012.
- [162] Jumrat, S., Chatveera, B., Rattanadecho, P. (2011). Dielectric properties and temperature profile of fly ashbased geopolymer mortar. International communications in heat and mass transfer, 38(2): 242-248. https://doi.org/10.1016/j.icheatmasstransfer.2010.11.020
- [163] GADO, R.A., HEBDA, M., ŁACH, M., MIKUŁA, J. (2020). ALKALI ACTIVATION OF WASTE CLAY BRICKS: INFLUENCE OF THE SILICA MODULUS, SIO2/NA2O, H2O/NA2O MOLAR RATIO, AND LIQUID/SOLID RATIO. MATERIALS, 13(2): 383. HTTPS://DOI.ORG/10.3390/MA13020383
- [164] Muraleedharan, M., Nadir, Y. (2021). Factors affecting the mechanical properties and micro-structure of geopolymers from red mud and granite waste powder: a review. Ceramics international, 47(10): 13257-13279. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.02.009
- [165] GAO, K., LIN, K.L., WANG, D., HWANG, C.L., TUAN, B.L.A., SHIU, H.S., CHENG, T.W. (2013). EFFECT OF NANO-SIO2 ON THE ALKALI-ACTIVATED CHARACTERISTICS OF METAKAOLIN-BASED GEOPOLYMERS. CONSTRUCTION AND BUILDING MATERIALS, 48: 441-447. HTTPS://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.07.027
- [166] Zhang, P., Zheng, Y., Wang, K., Zhang, J. (2018). A review on properties of fresh and hardened geopolymer mortar. Composites part B: engineering, 152: 79-95. https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2018.06.031

- [167] Mobili, A., Giosuè, C., Bitetti, M., Tittarelli, F. (2016). Cement mortars and geopolymers with the same strength class. Proceedings of the institution of civil engineers, 169(1): 3-12. Https://doi.org/10.1680/coma.14.00063
- [168] LONGHI, M.A., RODRIGUEZ, E.D., WALKLEY, B., ZHANG, Z., KIRCHHEIM, A.P. (2020). METAKAOLIN-BASED GEOPOLYMERS: RELATION BETWEEN FORMULATION, PHYSICOCHEMICAL PROPERTIES AND EFFLORESCENCE FORMATION. COMPOSITES PART B: ENGINEERING, 182: 107671. Https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.107671
- [169] Chen, K., Wu, D., Yi, M., Cai, Q., Zhang, Z. (2021). Mechanical and durability properties of metakaolin blended with slag geopolymer mortars used for pavement repair. Construction and building materials, 281: 122566. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.122566
- [170] KHAWAJI, M. (2023). HYDRATION, MICROSTRUCTURE, AND PROPERTIES OF FLY ASH—BASED GEOPOLYMER: A REVIEW. MATERIALS SCIENCE-POLAND, 41(2): 263-287. HTTPS://DOI.ORG/10.2478/MSP-2023-0006
- [171] Eurocode 2. Calcul des structures en béton ; nf-en-1992, 2007.