

Contribution à la formulation d'un béton géopolymère à température ambiante : propriétés physico mécaniques

Yawo Daniel ADUFU ¹, Seick Omar SORE ², Philbert NSHIMIYIMANA ¹, Adamah MESSAN ¹, Gilles ESCADEILLAS ³,

¹ Laboratoire Eco-Matériaux et Habitats Durables (LEMHaD), Institut International d'Ingénierie de l'Eau et de l'Environnement (Institut 2iE), Rue de la Science, Ouagadougou 01 BP 594, Burkina Faso.

² Département Génie Civil, Institut Universitaire de Technologie, Université Nazi Boni (UNB), 01 BP 1091, Bobo-Dioulasso, Burkina Faso

³ LMDC-INSA, Université de Toulouse ; UPS, INSA ; Laboratoire Matériaux et Durabilité des Constructions ; 135, avenue de Rangueil ; F-31 077 Toulouse Cedex 04 ; France 04.

ABSTRACT Les géopolymères constituent l'une des alternatives au béton hydraulique à base de ciment Portland connu pour son aspect polluant. La présente étude a pour objectif d'étudier la faisabilité d'un béton géopolymère à base d'argile calcinée à température ambiante en l'activant par une solution de NaOH à 12 mol/l. Pour ce faire, une partie de l'argile calcinée a été remplacée par des composés riches en CaO notamment le carbure de calcium résiduel (CCR), une chaux commerciale éteinte (LME) et une chaux commerciale vive (LMA) aux taux massiques de 0 à 25%. Les aspects étudiés sont les propriétés à l'état frais (ouvrabilité et temps de prise), la masse volumique et la résistance en compression à 7 et 14 jours. Les résultats indiquent que le temps de prise augmente avec l'ajout du CCR. Comparé à ce dernier, l'ajout de la chaux industrielle (LME ou LMA) tend à diminuer le temps de prise. Par ailleurs, l'ouvrabilité du béton diminue avec l'ajout du CCR alors que l'ajout de la chaux industrielle n'a pas d'effet significatif sur l'ouvrabilité du béton géopolymère qu'elle soit sous forme vive (LMA) ou éteinte (LME). Les masses volumiques des bétons restent légèrement inférieures à ceux des bétons ordinaires. En ce qui concerne les résistances à la compression, il en ressort que les taux optimaux de substitution de l'argile calcinée sont de 15% pour le CCR et le LME et 5% pour le LMA. Les résistances augmentent avec l'âge pour toutes les formulations.

Mots clés : Béton géopolymère, chaux industrielle, carbure de calcium résiduel, cure ambiante, argile calcinée.

I. INTRODUCTION

Le béton à base du ciment Portland ordinaire s'est imposé depuis plus de deux siècles comme le matériau de construction par excellence et le plus utilisé. Plus un pays se développe, plus sa demande en béton augmente pour la construction des infrastructures et ouvrages tels que les ponts, les barrages, les bâtiments et autres Farooq *et al.*, (2021). Cependant, ce matériau est réputé non seulement pour son empreinte carbone assez élevé mais aussi pour la forte demande en énergie requise pour sa production. En effet, la production du ciment nécessite des températures

allant autour de 1450°C et émet près de 8% de la quantité totale de CO₂ issus des activités humaines Andrew (2018).

Les géopolymères constituent l'une des alternatives au béton hydraulique compte tenu de leur faible impact environnemental Habert *et al.* (2011). Les bétons géopolymère sont fabriqués à partir des matières riches en Al₂O₃ et SiO₂ amorphes (précurseurs) en combinaison avec un activateur alcalin. Les précurseurs les plus utilisés sont entre autres les cendres volantes, les laitiers de hauts fourneaux, et les argiles calcinées. La plupart des études se focalisent sur les deux premiers précurseurs qui sont plus abondants dans les pays développés car ce sont des sous-produits industriels (Nedeljković, Ghiassi and Ye, 2021). L'argile calcinée représente par contre le précurseur le plus accessible dans les pays au sud du Sahara. La demande en eau des précurseurs conduit couramment à l'emploi d'additifs comme les superplastifiants afin d'obtenir l'ouvrabilité requise tout en réduisant le ratio eau/liant (E/L) Ramujee *et al.* (2017) ; Kumar *et al.* (2018) ; Zannerni, *et al.* (2020). Il est également très courant que ces additifs soient couplés aux silicates de sodium pour atteindre de bonnes performances mécaniques Li *et al.* (2021) ; Refaie, *et al.* (2020) ; Pouhet *et al.* (2016). Ces différents ajouts peuvent constituer des facteurs augmentant de coût global des bétons obtenus ; les rendant ainsi moins compétitif vis-à-vis du béton hydraulique déjà bien maîtrisé dans les pays en développement. Il a également été démontré dans les études antérieures que le béton géopolymère atteint de meilleures performances lorsque les températures de cure sont autour de 60°C Ibrahim *et al.*, (2019) limitant ainsi les applications où le coulage du béton a lieu in-situ (cas le plus courant dans les pays en développement). Afin d'aboutir à des bétons géopolymères assez résistants à température ambiante, certains chercheurs ont fait usage d'ajouts minéral (substituant) riche en CaO comme le ciment portland, la chaux ou des ciments alumineux. De ces études, il est difficile d'en déduire le meilleur substituant tant les précurseurs utilisés ne sont pas les mêmes, mais aussi les formulations utilisées sont différentes.

La présente étude se propose d'étudier une formulation simplifiée d'un béton géopolymère à base de l'argile calcinée à température ambiante. Pour ce faire, l'argile calcinée a été substituée par des composés riches en CaO notamment une chaux commerciale éteinte (LME), une chaux commerciale vive (LMA), et un déchet industriel à savoir le résidu de carbure de calcium (CCR). Les aspects qui seront évalués sont les propriétés à l'état frais (ouvrabilité, temps de prise) et les propriétés à l'état durci (la densité apparente, la résistance mécanique à 7 et 14 jours).

II. MATERIAUX ET METHODES EXPERIMENTALES

A. Matériaux

Le précurseur a été produit par calcination d'une terre argileuse riche en kaolin prélevée dans une carrière située à la périphérie de la ville de Ouagadougou au Burkina Faso aux coordonnées 12°22'44.9"N 1°24'38.1"W. Il a déjà fait l'objet d'une précédente étude sur l'élaboration d'un liant géopolymère pour la stabilisation de brique en terre comprimées (Sore *et al.*, 2016). L'analyse thermogravimétrique (ATG) révèle que le taux de kaolinite contenu dans l'argile est de l'ordre de 67% (FIGURE 1). Le passage du kaolin, phase cristalline peu réactive, au métakaolin, phase amorphe et réactive, s'est fait par traitement thermique à 700°C dans un four à moufle à une vitesse de 10 °C/min sur la poudre de kaolin préalablement tamisé à 80µm. L'argile calcinée est

essentiellement composée de SiO_2 et de Al_2O_3 à hauteur de 96%**Erreur! Source du renvoi introuvable.** (TABLEAU 1). Sa composition chimique a été déterminée par Spectrométrie d'émission optique avec plasma à couplage inductif (ICP-OES) à l'aide de l'équipement optima TM 7000 DV ICP-OES (PerkinElmer) équipé d'un capteur CCD. Le CCR est majoritairement composé de CaO . Sa composition chimique a été déterminée par la technique de fluorescence aux rayons X (XRF) à l'aide de l'équipement ARL Perform'X Sequential XRF (Nshimiyimana *et al.*, 2019).

La solution alcaline est de l'hydroxyde de Sodium de concentration 12M. Elle est obtenue par dissolution de cristaux de NaOH de degré de pureté 99% dans de l'eau distillée 24h avant son utilisation. Le sable utilisé est un sable local, de granulométrie 0/5 et de module de finesse 2,28. Le gravier utilisé a été tamisé afin d'obtenir des granulats de diamètre 5/10 (FIGURE 2). Le TABLEAU 2 présente les caractéristiques des granulats.

TABLEAU 1. Composition chimique de l'argile calcinée et du CCR

Oxydes (%wt)	SiO_2	Al_2O_3	CaO	Fe_2O_3	K_2O	Na_2O	MgO	MnO_3	TiO_2	P_2O_3	LOI	Total
Argile	57,85	38,3	0,05	2,3	0,2	0,11	0,09	0,01	0,09	0,02	1,01	100,0
CCR	4,7	1,7	66,3	0,7	0,1	0	0,3	0	0	0	26,2	100,0

La perte au feu de 26% du CCR est dû à la déshydratation de la portlandite (entre 425 et 550°C) et à la décomposition du calcite (entre 675 et 875°C).

TABLEAU 2. Caractéristiques des granulats

Propriété	Sable	Gravier
Coefficient d'uniformité (CU)	D60 = 0,602 ; D10 = 0,209 CU = 1,2	D60 = 7,673 ; D10 = 5,188 CU = 1,5
Masse volumique apparente (g/cm^3)	1,55	1,47

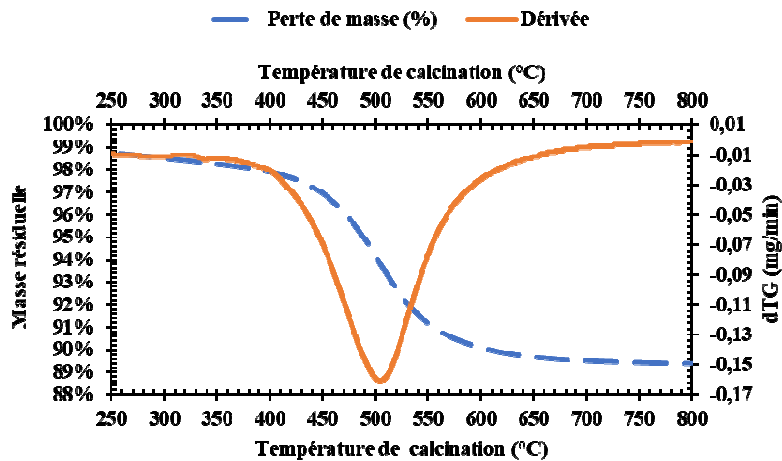


FIGURE 1. ATG de l'argile

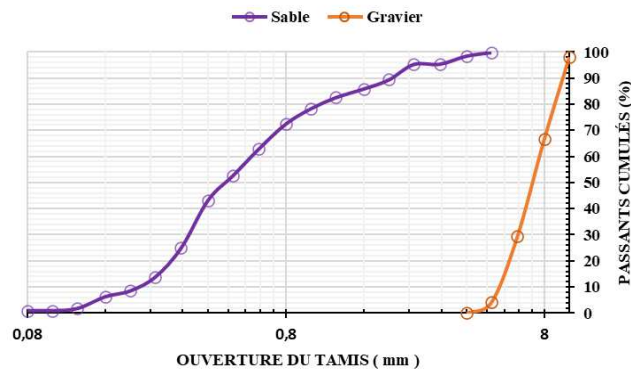


FIGURE 2. Courbe granulométrique des granulats

B. Méthodes expérimentales

La composition du béton géopolymère est présentée au Tableau 3. Une formulation similaire a été utilisée par Pouhet *et al.* (2016) et (Cao *et al.*, 2018). La formulation de base est un béton géopolymère dont le précurseur est uniquement composé de poudre de métakaolin (argile calcinée) activé avec du NaOH ; du sable et du gravier et est notée 100%MK. Par la suite, une partie du métakaolin est substituée par un composé riche en CaO réactif à savoir le carbure de calcium résiduel (CCR), une chaux commerciale éteinte (LME) ou une chaux commerciale vive (LMA). Les taux (en masse) de substitution varient de 5 à 25%, 5 à 20% et 5 à 15% respectivement pour le CCR, le LME et le LMA.

La première étape de la formulation des bétons consiste à mélanger ensemble les granulats (gravier + sable) ainsi que le précurseur (MK+X). Après homogénéisation du mélange, la solution d'hydroxyde de sodium est ajoutée progressivement pendant que le malaxage se poursuit dans le malaxeur électrique. Le temps de malaxage est de cinq minutes suivies de la détermination de la consistance des différentes formulations.

TABLEAU 1. Composition des bétons

Matériaux (kg/m ³)	100%MK	5%X	10%X	15%X	20%X	25%X
Métakaolin (MK)	350	333	315	298	280	263
X ∈ {CCR ; LME ; LMA}	0	18	35	53	70	88
Cristaux NaOH	126	126	126	126	126	126
Eau	229	229	229	229	229	229
Sable	723	723	723	723	723	723
Graviers	958	958	958	958	958	958

La consistance du béton a été déterminée par la mesure de l'affaissement au mini-cône d'Abram's conformément à la norme française NF EN 12350-2 Avril 2012. Les essais de mesure de la résistance en compression sont réalisés sur des éprouvettes cylindriques de 50mm×100mm conformément à la norme NF EN 12390-1 juillet 2021. La mise en place dans les moules a lieu par vibration sur une table à choc en deux couches de 60 coups chacune. Le démoulage des bétons se fait 24h après la prise. Le temps de prise considéré correspond au temps de fin de prise observé sur l'appareil de VICAT. Les éprouvettes sont ensuite conservées au laboratoire et recouvertes d'une bâche pour limiter les déperditions d'eau jusqu'à la date de maturation souhaitée. La température moyenne et l'humidité relative moyenne sous la bâche d'entreposage sont respectivement de 34°C et 50% représentant l'ambiance hygrothermique de la ville de Ouagadougou. La détermination du temps de prise s'effectue sur les pâtes du liant par l'appareil de VICAT dans les mêmes conditions de température et d'humidité.

III. Résultats et discussions

A. Temps de prise

La [FIGURE 3](#) présente les résultats de prise à l'aiguille de VICAT. Il en résulte que la pâte témoin (100%MK) commence à faire prise au bout de 545 minutes. Pour cette pâte, la prise finit au bout de 745 minutes soit un peu plus de 12 heures. Lorsqu'on substitue 15% de la masse de métakaolin par le LME, le début de prise est réduit de 285 minutes (52%) tandis que le temps de fin de prise est réduit de 325 minutes (44%). On observe globalement une réduction des temps de prise lorsque le taux de substitution par le LME augmente. Le LMA a un effet similaire sur le temps de prise : plus le taux de substitution de l'argile calciné augmente, plus les temps de prise sont réduits. Ainsi, en substituant 15% de la masse de métakaolin par la chaux vive, le temps de prise initial est réduit de 400 minutes (-73%) alors que le temps de prise final est réduit de 530 minutes (-71%). L'apport d'un matériau riche en CaO dans une pâte géopolymère est connu pour son rôle accélérateur de prise. Askarian *et al.*, (2018) ont montré qu'en augmentant la quantité de ciment portland dans la pâte géopolymère, le temps de prise pouvait passer de plus de 24h à moins d'une heure. En effet, l'addition de composé riche en calcium favorise une dissolution plus rapide de l'aluminosilicate dans un milieu alcalin. Par conséquent, la géopolymérisation est accélérée. Dans le cas de figure où la prise a lieu trop rapidement, l'auteur a démontré que l'utilisation de l'acide citrique permettrait d'augmenter le temps de prise. La substitution du métakaolin par le CCR a un effet contraire sur les temps de prise des pâtes de géopolymère. En substituant 15% de la masse de métakaolin par le CCR, le temps de début de prise passe de 545 minutes à 1821 minutes (+234%) ; tandis que le temps de fin prise passe de 745 minutes à 2110 minutes (+184%).

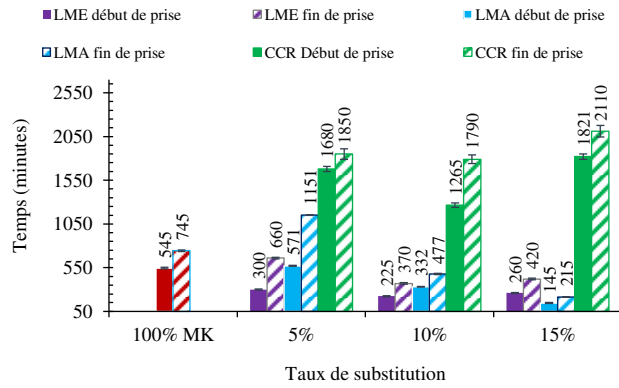


FIGURE 3. Temps de prise des pâtes

B. Ouvrabilité

La FIGURE 4 présente les résultats des essais de mesure de l'affaissement du béton. Il en découle que la substitution du métakaolin par la chaux commerciale (LME et LMA) a peu d'effet sur l'ouvrabilité du béton. Cependant le CCR a un impact notable sur l'ouvrabilité du béton : en substituant 15% de la masse de métakaolin par le CCR, la consistance du béton passe de 55 à 26 mm (-52%). Des résultats similaires sur l'effet de la substitution du métakaolin par le CCR ont été observés dans d'autres études où il en ressort que l'apport de composé riche en CaO dans les géopolymères tend généralement à réduire leur ouvrabilité Nath et al. (2012)(Askarian et al., 2018).

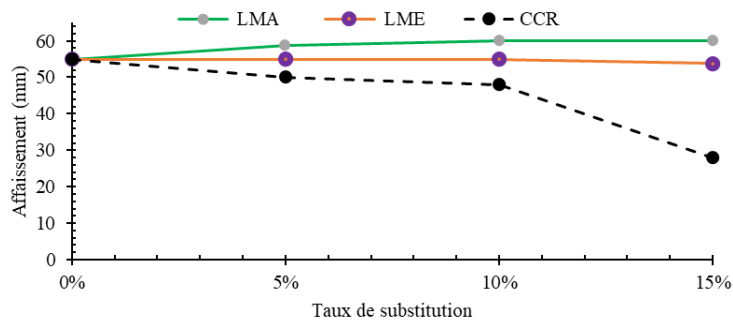


FIGURE 4. Ouvrabilité des bétons

C. Masse volumique apparente des échantillons de béton géopolymère

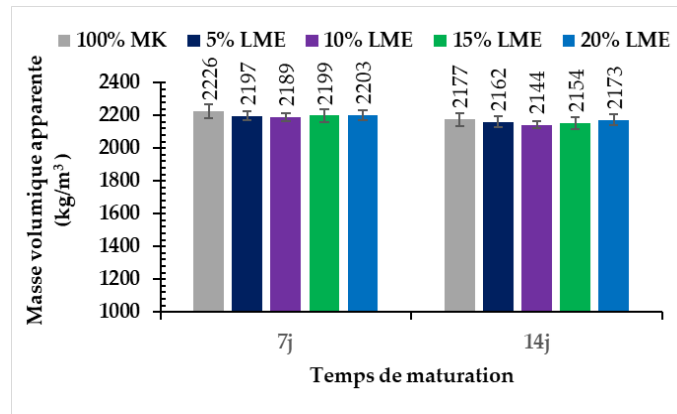


FIGURE 5. Masse volumique apparente : LME

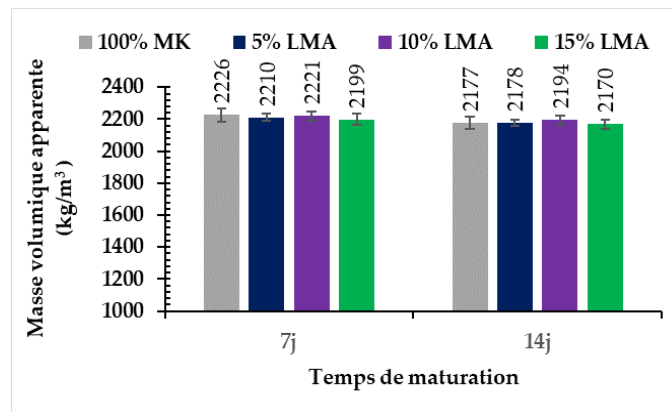


FIGURE 6. Masse volumique apparente : LMA

La masse volumique reste sensiblement constante avec le temps. Les pertes de masse entre le 7^e et 14^e jours se situent entre 1 et 2% pour toutes les formulations. Cette baisse serait due au départ d'eau de la matrice des bétons. Les masses volumiques observées sont relativement moins élevées que ceux du béton ordinaire à base de ciment portland. Joshi et al. (2012) ont obtenu des résultats similaires.

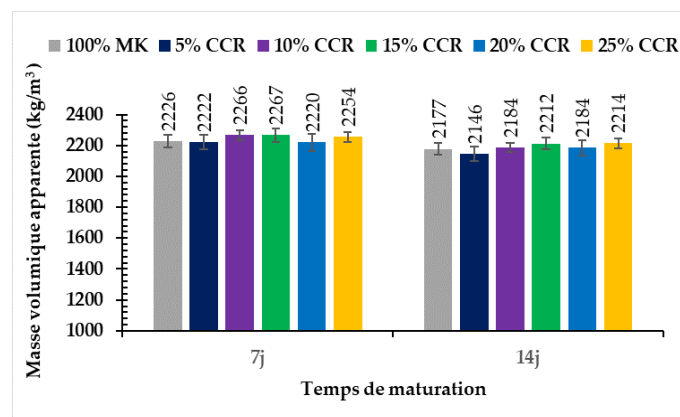


FIGURE 7. Masse volumique apparente : CCR

D. Résistance en compression

Les Figures 8, 9 et 10 présentent les résistances en compression à 7 et 14 jours des bétons géopolymères. Le béton de référence 100%MK atteint sa résistance maximale autour du 14^e jours. Au-delà du 14^e jour, une légère baisse de la résistance a été observée. Un résultat similaire a été obtenu par Ibrahim et al. (2019). A 7 jours, à partir de 15%, la substitution massive du métakaolin par le LME (FIGURE 8) permet d'augmenter la résistance en compression du béton. La substitution de 20%LME a engendré une augmentation de 32% sur la résistance du béton de référence. Un remplacement de l'argile calcinée à hauteur de 5% entraîne une baisse de la résistance de 23% par rapport au béton de référence. Au 14^e jour, à l'exception de 10LME, tous les bétons contenant du LME atteignent des résistances supérieures à celle du béton témoin. La résistance maximale obtenue au 14^e jour est de 18MPa correspondant à une augmentation de 24% par rapport au béton de référence du même âge.

Lorsqu'elle utilisée sous sa forme vive LMA (FIGURE 9), la chaux commerciale permet d'atteindre des résistances supérieures à celle du béton de référence dès le 7^e jours. A 7 jours d'âge, la substitution de 10% LMA entraîne une augmentation de 52% sur la résistance du béton de référence. Au 14^e jours, 5%LMA et 10%LMA atteignent pratiquement les mêmes résistances de 22 MPa correspondant à une augmentation de 52% sur la résistance du béton de référence à la même date. Par ailleurs, la substitution de 15%LMA ne montre pas d'amélioration significative par rapport au béton de référence à partir du 14^e jour. Ceci pourrait indiquer que le taux optimal de remplacement de l'argile calcinée par la chaux vive se situerait entre 5 et 10%. Comparé au LME, la chaleur d'hydratation du LMA servirait donc à accélérer la géopolymérisation.

Lorsque le métakaolin est substitué par le CCR (FIGURE 10), les résultats à 7 jours montrent que les échantillons contenant du CCR ont des résistances plus faibles que le béton de référence 100%MK. Ces résultats sont en concordance avec les observations faites sur le temps de prise à la FIGURE 3. Un temps de prise plus long (+24h dans certains cas) traduirait une réactivité lente à jeune âge et donc des résistances plus faibles. On note également une augmentation progressive de la résistance avec le temps pour tous les échantillons contenant du CCR à l'opposé de la référence 100%MK dont les résistances ne croient plus au-delà du 14^e jour. Au-delà de 15% de substitution, les résistances restent inférieures à celle du béton de référence du même âge.

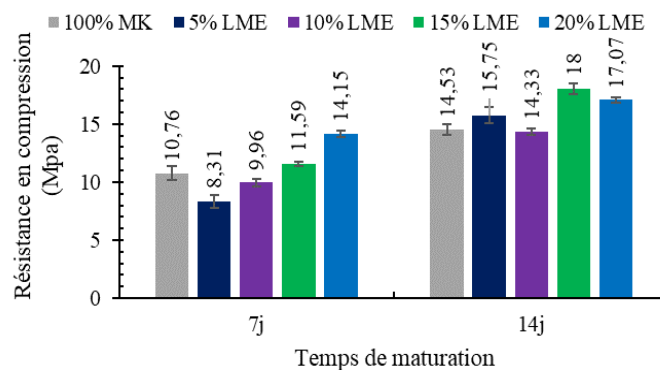


FIGURE 8. Résistance en compression : LME

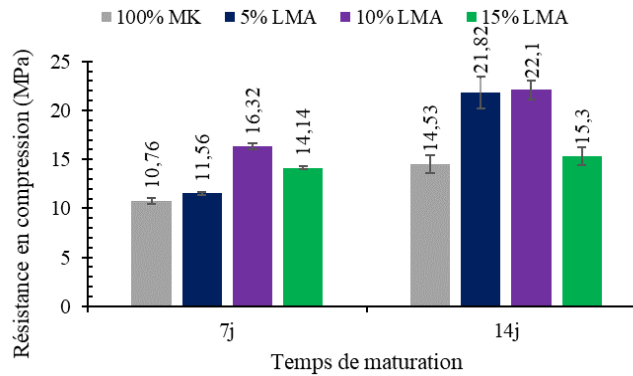


FIGURE 9. Résistance en compression : LMA

De précédentes recherches ont également montré qu'à partir d'un seuil de substitution de précurseur de géopolymère par un matériau riche en CaO, les résistances mécaniques connaissent une baisse dues soit à des phénomènes de dessiccation excessifs ou à une inhibition de la réaction de géopolymérisation Chen *et al.* (2021). Cong *et al.* (2021) ont par ailleurs montré que pour ce qui concerne la résistance mécanique, le taux de substitution optimal du CCR et d'une chaux éteinte se situe autour de 12%.

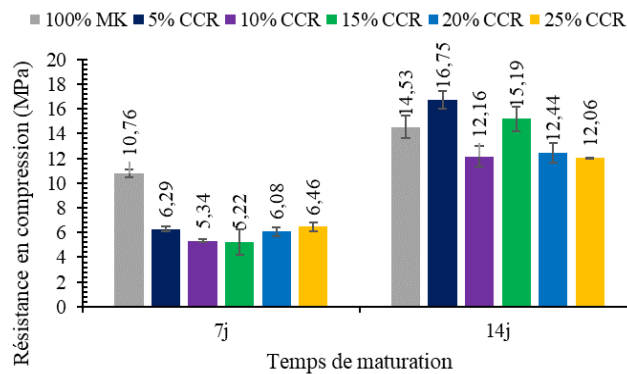


FIGURE 10. Résistance en compression : CCR

IV. Conclusion et perspectives

Cette étude avait pour objectif d'étudier la faisabilité d'un béton géopolymère à température ambiante à base d'argile calcinée en utilisant un seul activateur à savoir le NaOH à 12mol/l. A cet effet l'argile calcinée a été remplacée en partie par une chaux commerciale sous forme éteinte (LME) et sous forme vive (LMA) ainsi que par un sous-produit industriel à savoir le CCR. Les résultats ont montré que lorsque l'argile calcinée est remplacée par le LME ou le LMA, les temps de prises sont réduits, l'ouvrabilité reste presque inchangée et la résistance en compression est améliorée. La chaux vive a néanmoins permis d'atteindre des résistances relativement supérieures à ceux de la chaux éteinte ; laissant présager un effet bénéfique de sa chaleur d'hydratation dans le processus de géopolymérisation lorsque le taux de remplacement ne dépasse pas 10%.

L'analyse microstructurale permettrait d'élucider les réactions qui pourraient entraîner ces différentes observations. Par ailleurs, le remplacement de l'argile calcinée par le CCR a engendré une augmentation des temps de prise, une baisse de l'ouvrabilité ainsi que des résistances à jeune âge plus faibles que le béton de référence. Une augmentation progressive de la résistance s'observe au 14^e jour. Les résultats à long terme (28 et 90 jours) couplés aux essais de caractérisation microstructurales permettront une meilleure analyse des résultats obtenus.

REFERENCES

- Andrew, R.M. (2018) 'Global CO₂ emissions from cement production', *Earth System Science Data*, 10(1), pp. 195–217. doi:10.5194/essd-10-195-2018.
- Askarian, M. *et al.* (2018) 'Mechanical properties of ambient cured one-part hybrid OPC-geopolymer concrete', *Construction and Building Materials*, 186, pp. 330–337. doi:10.1016/j.conbuildmat.2018.07.160.
- Cao, Y.F. *et al.* (2018) 'Effect of calcium aluminate cement on geopolymer concrete cured at ambient temperature', *Construction and Building Materials*, 191, pp. 242–252. doi:10.1016/j.conbuildmat.2018.09.204.
- Chen, K. *et al.* (2021) 'Mechanical and durability properties of metakaolin blended with slag geopolymer mortars used for pavement repair', *Construction and Building Materials*, 281. doi:10.1016/j.conbuildmat.2021.122566.
- Cong, P. and Mei, L. (2021) 'Using silica fume for improvement of fly ash/slag based geopolymer activated with calcium carbide residue and gypsum', *Construction and Building Materials*, 275, p. 122171. doi:10.1016/j.conbuildmat.2020.122171.
- Farooq, F. *et al.* (2021) 'Geopolymer concrete as sustainable material: A state of the art review', *Construction and Building Materials*, 306, p. 124762. doi:10.1016/J.CONBUILDMAT.2021.124762.
- Habert, G., D'Espinose De Lacaillerie, J.B. and Roussel, N. (2011) 'An environmental evaluation of geopolymer based concrete production: Reviewing current research trends', *Journal of Cleaner Production*, 19(11), pp. 1229–1238. doi:10.1016/j.jclepro.2011.03.012.
- Ibrahim, M. *et al.* (2019) 'Influence of composition and concentration of alkaline activator on the properties of natural-pozzolan based green concrete', *Construction and Building Materials*, 201, pp. 186–195. doi:10.1016/j.conbuildmat.2018.12.117.
- Joshi, S. V. and Kadu, M.S. (2012) 'Role of Alkaline Activator in Development of Eco-friendly Fly Ash Based Geo Polymer Concrete', *International Journal of Environmental Science and Development*, 3(5), pp. 417–421. doi:10.7763/ijesd.2012.v3.258.
- Kumar, P. *et al.* (2018) 'Study of mechanical and microstructural properties of geopolymer concrete with GGBS and Metakaolin', *Materials Today: Proceedings*, 5(14), pp. 28127–28135. doi:10.1016/j.matpr.2018.10.054.
- Li, Z. *et al.* (2021) 'Effect of metakaolin on the autogenous shrinkage of alkali-activated slag-fly ash paste', *Construction and Building Materials*, 278, p. 122397. doi:10.1016/j.conbuildmat.2021.122397.
- Nath, P. and Sarker, P.. . (2012) 'Geopolymer concrete for ambient curing condition', *Australasian Structural Engineering Conference 2012: The past, present and future of Structural Engineering*, (January), pp. 1–9.
- Nedeljković, M., Ghiassi, B. and Ye, G. (2021) 'Role of curing conditions and precursor on the microstructure and phase chemistry of alkali-activated fly ash and slag pastes', *Materials*, 14(8).

doi:10.3390/ma14081918.

Nshimiyimana, P. *et al.* (2019) 'Chemico-microstructural changes in earthen building materials containing calcium carbide residue and rice husk ash', *Construction and Building Materials*, 216, pp. 622–631. doi:10.1016/j.conbuildmat.2019.05.037.

Pouhet, R. and Cyr, M. (2016) 'Formulation and performance of flash metakaolin geopolymer concretes', *Construction and Building Materials*, 120, pp. 150–160. doi:10.1016/j.conbuildmat.2016.05.061.

Ramujee, K. and Potharaju, M. (2017) 'Mechanical Properties of Geopolymer Concrete Composites', *Materials Today: Proceedings*, 4(2), pp. 2937–2945. doi:10.1016/j.matpr.2017.02.175.

Refaie, F.A.Z., Abbas, R. and Fouad, F.H. (2020) 'Sustainable construction system with Egyptian metakaolin based geopolymer concrete sandwich panels', *Case Studies in Construction Materials*, 13. doi:10.1016/j.cscm.2020.e00436.

Sore, S.O. *et al.* (2016) 'Synthesis and characterization of geopolymer binders based on local materials from Burkina Faso – Metakaolin and rice husk ash', *Construction and Building Materials*, 124, pp. 301–311. doi:10.1016/j.conbuildmat.2016.07.102.

Zannerni, G.M., Fattah, K.P. and Al-Tamimi, A.K. (2020) 'Ambient-cured geopolymer concrete with single alkali activator', *Sustainable Materials and Technologies*, 23, p. e00131. doi:10.1016/j.susmat.2019.e00131.