

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

جامعة أبي بكر بلقايد - تلمسان

Université Abou Bekr Belkaïd – Tlemcen –

Faculté de TECHNOLOGIE



MEMOIRE

Présentée pour l'obtention du diplôme de MASTER

En : Génie Civil

Spécialité : Structures, Efficacité Energétique dans les Bâtiments de Construction

Thème

**Optimisation des Propriétés des Briques de Terre
Comprimée Modifiées par Poudre de Caroube et
Traitement au NaOH**

Présenté, le /06/2025 par :

-Mr. BELLAL IBRAHIM

-Mr. HAMMOUDI ILYES

Devant les jurys composés de :

Pr. Nabil ABOUBEKR

Président

Université Abou Bekr Belkaïd Tlemcen

Dr. Fatima AYAD

Examinatrice

Université Abou Bekr Belkaïd Tlemcen

Dr. hachimi DAHHAOUI

Encadrant

Université Abou Bekr Belkaïd Tlemcen

Dr. Ahmed Abdelmadjid AIT SALEM

Co-Encadrant

Université Abou Bekr Belkaïd Tlemcen

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

DEDICACE BELLAL

Je dédie ce mémoire à toutes les personnes qui m'ont soutenu durant mon parcours.

À mes parents, pour leur amour, leurs sacrifices et leurs prières.

Sans eux, je n'aurais jamais pu arriver jusqu'ici. Merci pour votre patience et votre confiance.

À ma sœur et mon frère, pour leur affection et leur présence rassurante.

À ma famille, pour leur présence, leurs encouragements et leur réconfort dans les moments difficiles.

À mes amis sincères, qui ont toujours été là pour moi, dans les bons comme dans les mauvais moments.

À HAMMOUDI ILYES pour sa collaboration, sa patience et son aide tout au long de ce projet.

Et à toutes les personnes qui, de près ou de loin, m'ont aidé, encouragé ou simplement cru en moi :

Merci du fond du cœur.

DEDICACE HAMMOUDI

Je dédie ce mémoire à ceux qui occupent une place précieuse dans mon cœur.

À mes parents, piliers de ma vie, pour leur amour inconditionnel, leurs sacrifices silencieux et leur soutien indéfectible.

À mon père, HAMMOUDI ABDELHAFID, pour sa sagesse et ses encouragements constants.

À ma mère, HAMMOUDI FATIMA, pour sa tendresse, sa patience et ses prières qui m'ont accompagné à chaque étape.

À mes frères et sœurs, pour leur affection et leur présence rassurante.

À toute ma famille, proche ou éloignée, merci pour l'amour, les paroles de réconfort et les gestes de soutien.

À mes amis sincères, qui ont partagé mes joies, mes doutes et mes longues journées de travail.

Et enfin, à mon binôme BELLAL IBRAHIM, pour cette belle collaboration faite de compréhension, de respect et de patience.

Ce travail est aussi le vôtre. Merci à chacun de vous.

REMERCIEMENTS

Avant toute chose, nous rendons grâce à Dieu, le Tout-Puissant, pour la force, la persévérance et la clarté d'esprit qu'Il nous a accordées durant cette aventure.

Nous exprimons notre profonde reconnaissance à nos encadreurs, **Dr. HACHIMI DAHHAOUI** et **Dr. ABDELMADJID AIT SALEM**, pour leur encadrement rigoureux, leurs conseils avisés et leur bienveillance tout au long de ce mémoire.

Nos remerciements s'étendent au **Pr. ASSIA BENCHOUK**, directeur du laboratoire EOLE, ainsi qu'à tous les membres du laboratoire pour leur accueil et leur soutien.

Nous adressons aussi nos sincères remerciements au président du jury et à l'ensemble des membres examinateurs pour l'honneur qu'ils nous font en évaluant notre travail.

À l'ensemble des enseignants du département de Génie Civil : merci pour votre engagement et votre transmission du savoir.

À nos amis et collègues, pour les moments partagés, les encouragements et le soutien moral.

Enfin, à toutes les personnes qui, de près ou de loin, ont contribué à la réalisation de ce mémoire, recevez nos remerciements les plus sincères.

Résumé

Cette étude explore la valorisation du tuf issu de la région de Beni Saf en Algérie, afin de produire des briques de terre comprimée (BTC) aux performances mécaniques et hydriques améliorées. L'approche adoptée associe un cadre théorique basé sur la stabilisation par géopolymérisation à l'utilisation de la poudre de caroube, un additif organique sensible aux solutions alcalines, précédemment identifié comme efficace à hauteur de 2,5 %.

Le principal défi scientifique abordé concerne la dégradation potentielle de la poudre de caroube lorsqu'elle est exposée à une activation alcaline par l'hydroxyde de sodium (NaOH). L'objectif central consiste donc à identifier les conditions optimales, soit en ajustant la concentration de NaOH, soit en modifiant l'ordre d'intégration de cet activateur alcalin, pour minimiser l'impact négatif sur la poudre de caroube tout en conservant ses propriétés bénéfiques.

Des essais expérimentaux ont été conduits selon deux protocoles (simultané et séquentiel) avec des concentrations variables de NaOH (1 mol et 8 mol). Les résultats montrent qu'une activation alcaline à 8 mol améliore considérablement la résistance mécanique et réduit significativement l'absorption d'eau. En particulier, le protocole séquentiel, intégrant la poudre de caroube après une réaction initiale entre le tuf et le NaOH, s'est avéré particulièrement efficace pour préserver les bénéfices de la poudre de caroube à 2,5 %, offrant ainsi un compromis optimal entre résistance mécanique et durabilité hydrique.

Mots-clés :

Brique de terre comprimée (BTC), géopolymérisation, activation alcaline, poudre de caroube, résistance mécanique, durabilité, matériau éco-responsable.

ملخص

تستكشف هذه الدراسة تئمين التوف من منطقة بني صاف في الجزائر، من أجل إنتاج طوب ترابي مضغوط مع تحسين الأداء الميكانيكي والمائي. النهج المتبع يجمع بين إطار نظري يعتمد على تثبيت الجيوبوليمر مع استخدام مسحوق الخروب، وهو مادة مضافة عضوية حساسة للمحاليل القلوية، والتي تم تحديدها سابقاً على أنها فعالة بنسبة 2.5%. التحدي العلمي الرئيسي الذي تمت معالجته يتعلق بالتحلل المحتمل لمسحوق الخروب عند تعرضه للتنشيط القلوي بواسطة هيدروكسيد الصوديوم (NaOH). لذلك فإن الهدف الرئيسي هو تحديد الظروف المثالية، إما عن طريق تعديل تركيز NaOH أو عن طريق تعديل ترتيب تكامل هذا المنشط القلوي، لتقليل التأثير السلبي على مسحوق الخروب مع الاحتفاظ بخصائصه المفيدة.

تم إجراء الاختبارات التجريبية وفقاً لبروتوكولين (متزامن ومتسلسل) مع تركيزات متفاوتة من NaOH (1 مول و 8 مول). وتظهر النتائج أن تنشيط القلوية بتركيز 8 مول يحسن بشكل كبير القوة الميكانيكية ويقلل بشكل كبير من امتصاص الماء. وعلى وجه الخصوص، أثبت البروتوكول المتسلسل، الذي يتضمن مسحوق الخروب بعد تفاعل أولي بين التوف وهيدروكسيد الصوديوم، فعاليته بشكل خاص في الحفاظ على فوائده مسحوق الخروب بنسبة 2.5%، وبالتالي توفير حل وسط مثالي بين القوة الميكانيكية واستدامة المياه.

الكلمات المفتاحية

طوب الأرض المضغوط، البوليمرات الجيوبوليمرية، التنشيط القلوي، مسحوق الخروب، المقاومة الميكانيكية، المتانة، المادة الصديقة للبيئة.

Abstract

This study explores the valorization of tuf from the Beni Saf region of Algeria to produce compressed earth bricks (CEBs) with improved mechanical and water performance. The approach adopted combines a theoretical framework based on geopolymerization stabilization with the use of carob powder, an organic additive sensitive to alkali solutions, previously identified as effective at 2.5%.

The main scientific challenge addressed concerns the potential degradation of carob powder when exposed to alkaline activation by sodium hydroxide (NaOH). The central objective is therefore to identify optimal conditions, either by adjusting the NaOH concentration or by modifying the order of integration of this alkaline activator, to minimize the negative impact on the carob powder while maintaining its beneficial properties.

Experimental tests were conducted using two protocols (simultaneous and sequential) with varying NaOH concentrations (1 mol and 8 mol). The results show that 8 mol of alkaline activation significantly improves mechanical strength and reduces water absorption. In particular, the sequential protocol, incorporating carob powder after an initial reaction between tuf and NaOH, proved particularly effective in preserving the benefits of 2.5% carob powder, thus providing an optimal compromise between mechanical strength and water sustainability.

Keywords:

Compressed earth brick (CEB), geopolymerization, alkaline activation, carob powder, mechanical strength, sustainability, eco-responsible material.

NOTATION

BTC : Brique de Terre Comprimée

DRX : Diffraction des Rayons X

TGA : Analyse Thermogravimétrique

FTIR : spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier

MEB : Microscopie Electronique à Balayage

MIP : Porosimétrie au mercure

ATD : Analyse Thermique Différentielle

Ca : Coefficient d'abrasion

RC : Résistance à la compression

Ip : indice de plasticité

WL : limite de liquidité

WP : limite de plasticité

VME : Valeur Moyenne d'Exposition

PEL : Permissible Exposure Limit

Table des matières

<i>DEDICACE BELLAL</i>	I
<i>DEDICACE HAMMOUDI</i>	II
<i>REMERCIEMENTS</i>	III
Résumé	IV
ملخص	V
Abstract.....	VI
NOTATION.....	VII
Table des matières.....	VIII
Liste des Figures.....	XII
Liste des Tableaux.....	XVII
Introduction générale	XVIII
Chapitre 1 : État de l’art et principes de géopolymérisation pour les briques de terre comprimée.	1
1.1 Introduction :	1
1.2. Principes fondamentaux de la géopolymérisation :	2
1.2.1. Définition et mécanisme de réaction :	2
1.2.2. Facteurs influençant le processus de géopolymérisation :.....	3
1.2.3. Avantages techniques et environnementaux :.....	4
1.3. Briques de terre comprimée : aspects généraux et limites.....	5
1.3.1. Fabrication traditionnelle des BTC :.....	5
1.4. Intérêt de la stabilisation géopolymère pour la terre comprimée :.....	7
1.4.1. Études existantes :.....	7
1.4.2. Limites et perspectives :	12
1.5. Propriétés mécaniques et durabilité des BTC géopolymérisées :.....	13
1.5.1. Résistance à la compression :	13
1.5.2. Résistance à l’eau et durabilité :	14
1.5.3. Microstructure et caractérisation :	15
1.6. Conclusion :	22
Chapitre 2 : Valorisation du tuf de Beni Saf en briques de terre comprimée : travaux antérieurs et perspectives.....	24
2.1. Introduction.....	24

2.2.	Nature et propriétés du tuf comme matériau de base	24
2.2.1.	Composition minéralogique et caractéristiques physiques.....	24
2.2.1.1.	La teneur en eau naturelle du sol	24
2.2.1.2.	Densité des grains solides	25
2.2.1.3.	La perte au feu	25
2.2.1.4.	La composition minéralogique	25
2.2.1.5.	Analyse thermique différentielle et analyse thermogravimétrique (ATD/ATG).....	26
2.2.2.	Comportement mécanique initial du matériau.....	27
2.2.2.1.	Immersion dans l'eau.....	27
2.2.2.2.	Absorption par Capillarité dans l'eau	28
2.2.2.3.	Résistance à la compression	29
2.3.	Stabilisation du tuf par traitements minéraux.....	30
2.3.1.	Effets de la fumée de silice et d'autres stabilisants minéraux.....	30
2.3.1.1.	Fumée de silice	30
2.3.1.2.	Pouzzolane	31
2.3.1.3.	Fines argileuses	31
2.3.2.	Influence sur les propriétés mécaniques et hydriques des BTC	32
2.3.2.1	Résistance à la compression	32
2.3.2.2	Comportement hydrique du matériau stabilisé	33
2.4.	Stabilisation du tuf par éco-liant : apport de la poudre de caroube	34
2.4.1.	Résultats expérimentaux obtenus précédemment avec diverses proportions de poudre de caroube.....	34
2.4.1.1.	Résistance à la Compression.....	34
2.4.1.2.	Résistance à l'abrasion.....	35
2.4.2.	Identification des limites observées en matière de durabilité hydrique .	36
2.4.2.1.	Résistance à l'immersion	36
2.5.	Conclusion	37

Chapitre 3 : Étude expérimentale des BTC à base de tuf modifiée par poudre de caroube et activées par NaOH	38
3.1. Introduction.....	38
3.2. Matériaux et protocoles expérimentaux	38
3.2.1. Caractéristiques des matériaux utilisés.....	39
3.2.1.1. Tuf avec Poudre de Caroube.....	39
a) Essai de Proctor.....	39
b) Essai de limites d'Atterberg.....	40
3.2.1.2. Hydroxyde de Sodium NaOH.....	42
3.2.2. Protocole et méthodologie d'essais.....	43
3.2.2.1. Protocole expérimental	43
3.2.2.2. Méthodologie d'essais	49
3.2.2.2.1. L'essai de compression	50
3.2.2.2.2. L'essai de front de remonté capillaire.....	50
3.2.2.2.3. L'essai d'abrasion	51
3.2.2.2.4. L'essai de l'immersion à l'eau.....	52
3.3. Résultats obtenus avec activation alcaline faible (NaOH à 1 mol).....	53
3.3.1. Résultats du groupe T : Protocole simultané (Tuf + NaOH 1 mol).....	53
3.3.1.1. Essais de compression	53
3.3.1.2. L'essai de front de remonté capillaire.....	54
3.3.1.3. L'essai de l'immersion à l'eau	56
3.3.1.4. L'essai d'abrasion	57
3.3.2. Résultats du groupe A : Protocole simultané (Tuf + Caroube + NaOH)....	58
3.3.2.1. Essais de compression	59
3.3.2.2. L'essai de front de remonté capillaire.....	60
3.3.2.3. L'essai de l'immersion à l'eau.....	61
3.3.2.4. L'essai d'abrasion	63
3.3.3. Résultats du groupe B : Protocole séquentiel (Tuf + NaOH, puis Caroube après 2h).....	64
3.3.3.1. Essais de compression	64
3.3.3.2. L'essai de front de remonté capillaire.....	65
3.3.3.3. L'essai d'abrasion	67
3.3.4. Analyse comparative des résultats pour l'activation alcaline faible (NaOH 1 mol)	69

• La Compression	69
• Remonté capillaire	70
• Tenue à l'immersion dans l'eau :	72
• Résistance à l'abrasion.....	73
3.4. Résultats obtenus avec activation alcaline élevée (NaOH à 8 mol)	76
3.4.1. Résultats du groupe R : Protocole simultané (Tuf + NaOH).....	76
3.4.1.1. L'essai de compression	76
3.4.1.2. L'essai de front de remonté capillaire.....	78
3.4.1.3. L'essai de l'immersion à l'eau.....	79
3.4.1.4. L'essai d'abrasion	80
3.4.2. Résultats du groupe P : Protocole simultané (Tuf + Caroube + NaOH) 81	
3.4.2.1. L'essai de compression	81
3.4.2.2. L'essai de front de remonté capillaire.....	83
3.4.2.3. L'essai de l'immersion à l'eau.....	84
3.4.2.4. L'essai d'abrasion	85
3.4.3. Résultats du groupe S : Protocole séquentiel (Tuf + NaOH, puis Caroube après 6h).....	85
3.4.3.1. L'essai de compression	86
3.4.3.2. L'essai de front de remonté capillaire.....	87
3.4.3.3. L'essai de l'immersion à l'eau.....	88
3.4.3.4. L'essai d'abrasion	89
3.3.5. Analyse comparative des résultats pour l'activation alcaline faible (NaOH 1 mol)	90
• Résistance à la compression	90
• Remonté capillaire	92
• Tenue à l'immersion dans l'eau :	94
• Resistance à l'abrasion :	95
Groupe Testé	95
3.5. Conclusion	97
Conclusion générale :.....	99
Reference.....	98

Liste des Figures

Figure 1-1 : géométries des BTC [1][2]	7
Figure 1-2 : Diagrammes de DRX d'échantillons témoins et activés de kaolinite, de montmorillonite, d'illite et d'un mélange des trois. Par souci de simplicité, seuls les minéraux argileux et les phases produites ont été indexés	8
Figure 1-3 : masse volumique sèche et résistance à la compression sèche pour différentes températures de durcissement.....	10
Figure 1-4 : résistance à la compression humide pour différentes températures de durcissement	10
Figure 1-5 : Résistance à la compression des géopolymères de kaolin durcis à différentes températures de durcissement pendant (a) 1 jour ; (b) 2 jours ; et (c) 3 jours.....	12
Figure 1-6 : variation de la résistance en fonction de la teneur en argile du sol et de la concentration de solution alcaline [2].	14
Figure 1-7 : Variations de l'absorption d'eau en fonction du liant géopolymère et du temps de durcissement [3].....	15
Figure 1- 8 : Image représentative du MEB des BTC géopolymérisés [81]	17
Figure 1-9 : Exemple de diagrammes de DRX des sols argileux (CS) et pouzzolane (PZ) [80].	17
Figure 1-10 : Exemple d'une courbe spectre FTIR des BTC stabilisés en milieu alcalin après 28 jours et durcis à température ambiante faite par Rolande Aurelie et al [3].....	18
Figure 1-11 : Courbes d'intrusion et d'extrusion de mercure pour des expériences de porosimétrie sur des échantillons avec des pressions ultimes de 414 MPa (◇ intrusion, □ extrusion) et 48,2 MPa (Δ intrusion, × extrusion). Les lignes indiquées servent de guide visuel [78].	19
Figure 1-12 : Exemple des valeurs de la Résistance à la flexion des BTC stabilisés à différentes températures [80].....	19
Figure 1-13 : Exemple des valeurs de la Résistance à la compression des BTC stabilisés à différentes températures [80].	20
Figure 1-14 : Exemple d'un diagramme Thermogrammes TGA/DTG pour différents composites géopolymères dans différentes conditions de durcissement [79].	21
La figure 2.1 : Diffractogramme DRX du tuf de Béni-Saf [9]	26
Figure 2.2: Analyse thermo gravimétrique tuf de Béni-Saf [9]	27
Figure 2.3: Evolution de la masse en fonction des cycles (immersion) [9].....	28

Figure 2.4: Dégradation des échantillons suivant les cycles (immersion) [9]	28
Figure 2.5: Evolution de la masse en fonction des cycles (absorption) [9]	29
Figure 2.6: Dégradation des échantillons suivant les cycles (absorption)	29
Figure 2.7: Microscopie électronique à balayage, (a)Tuf, (b) Tuf+8% FS, (c) Tuf+10% FS [9].....	30
Figure 2.8: Microscopie électronique à balayage, (a)Tuf, (b) Tuf+8% PZ, (c) Tuf+10% PZ [9]	31
Figure 2.9: Microscopie électronique à balayage, (a)Tuf, (b) Tuf+20% AR, (c) Tuf+30% AR [9].....	32
Figure 2.10: Résistance à la compression à 28 jours [9]	33
Figure 2.11: coefficient d'absorption par capillarité [9]	34
Figure 2.12: Résistance à La Compression En Fonction Du Pourcentage De Caroube [38]	34
Figure 2.13: Coefficient de l'abrasion en fonction du pourcentage de Caroube [38]	35
Figure 2.15: pourcentage de la perte de masse en fonction du Pourcentage de Caroube [38]	36
Figure 2.16: état des briques après l'essai de tenue à l'eau par immersion [38] ..	37
Figure 3.1 : Essai de compactage Proctor.....	39
Figure 3.2 : Courbe de compactage Proctor standard de Tuf + Caroub	40
Figure 3.4: Essai de limites d'Atterberg	41
Figure 3.5 : Diagramme de la limite de liquidité de Tuf (WL) [77]	41
Figure 3.6 : Diagramme de la limite de liquidité de Tuf + Caroub (WL)	41
Figure 3.7 : hydroxyde de sodium utilisé dans notre étude (NaOH).....	42
Figure 3.8 : mettre du Tuf dans l'étuve à 105°C	45
Figure 3.9 : tamisage de tuf avec un tamis de 2mm.....	45
Figure 3.10 : Préparation de solution d'hydroxyde de sodium	46
Figure 3.11 : Le processus de mélange.....	47
Figure 3.12 : Emballage du mélange	47
Figure 3.13 : Les moules utiliser pour la confection des briques (a) moule pour brique prismatique (b) moule pour brique cylindrique	48
Figure 3.14 : presse hydraulique	48
Figure 3.15 : Séchage des éprouvettes dans une étuve à 40 °C	49
Figure 3.16 : Machine d'essai de compression	50
Figure 3.17 : Détermination du front de remonté capillaire	51

Figure 3.18 : Essai d'abrasion.....	51
Figure 3.19 : Illustration de l'essai d'immersion	52
Figure 3.20 : Stabilisation massique des BTC par activation alcaline faible (NaOH 1 mol).....	53
Figure 3.21 : Résistance à la compression du groupe T	54
Figure 3.22 : Diagramme force-déplacement du groupe T	54
Figure 3.23 : Courbes de front capillaire du groupe T.....	55
Figure 3.24 : État de l'échantillon du groupe T après 2h	55
Figure 3.25 : pourcentage de la perte de masse du groupe T	56
Figure 3.26 : état de brique du groupe T après l'essai de tenue à l'eau par immersion.	57
Figure 3.27 : état de brique du groupe T après l'essai d'abrasion.....	57
Figure 3.28 : coefficient de l'abrasion du groupe T.....	58
Figure 3.29 : Résistance à la compression du groupe A	59
Figure 3.30 : Diagramme force-déplacement du groupe A.....	59
Figure 3.31 : Courbes de front capillaire du groupe	60
Figure 3.32 : État de l'échantillon du groupe A après 2h	61
Figure 3.33: état de brique de group A après l'essai de tenue à l'eau par immersion.	62
Figure 3.34 : pourcentage de la perte de masse de groupe A	62
Figure 3.35 : état de brique de group A après l'essai d'abrasion.....	63
Figure 3.36 : pourcentage de la perte de masse du groupe A	63
Figure 3.37 : Résistance à la compression du groupe B	65
Figure 3.38 : Diagramme force-déplacement du groupe B.....	65
Figure 3.39: Courbes de front capillaire du groupe B.....	66
Figure 3.40 : État de l'échantillon du groupe B après 2h	66
Figure 3.41 : état de brique du groupe B après l'essai d'abrasion.....	67
Figure 3.42: coefficient de l'abrasion du groupe B.....	68
Figure 3.43 : Récapitulatif des Résistances à la Compression à 28 jours (NaOH 1 mol).....	69
Figure 3.44 : Récapitulatif des Évaluation de l'absorption d'eau par capillarité après 2 heures d'essai pour les différentes formulations (NaOH 1 mol)	71
Figure 3.45 : Récapitulatif de la Perte de Masse après Essai d'Immersion (NaOH 1 mol).....	72

Figure 3.46 : Récapitulatif de la Perte de masse par abrasion et classification normative des formulations à base de NaOH 1 mol	74
Figure 3.47 : Stabilisation massique des BTC par activation alcaline faible (NaOH 8 mol).....	76
Figure 3.48 : Résistance à la compression du groupe R.....	77
Figure 3.49 : Diagramme force-déplacement du groupe R.....	77
Figure 3.50 : Courbes de front capillaire du groupe R	78
Figure 3.51 : État de l'échantillon du groupe R après 2h	78
Figure 3.52 : état de brique du groupe R après l'essai de tenue à l'eau par immersion.	79
Figure 3.53: pourcentage de la perte de masse du groupe R.....	80
Figure 3.54 : état de brique du groupe R après l'essai d'abrasion	80
Figure 3.55 : coefficient de l'abrasion du groupe R.....	81
Figure 3.56: Résistance à la compression du groupe P	82
Figure 3.57 : Diagramme force-déplacement du groupe P	82
Figure 3.58 : Courbes de front capillaire du groupe P.....	83
Figure 3.59 : État de l'échantillon du groupe P après 2h.....	83
Figure 3.60 : état de brique	84
Figure 3.61 : pourcentage de la perte de masse du groupe P	84
Figure 3.62 : état de brique du groupe P après l'essai d'abrasion.....	85
Figure 3.63 :	85
Figure 3.64: Résistance à la compression du groupe S.....	86
Figure 3.65 : Diagramme force-déplacement du groupe S	87
Figure 3.66 : Courbes de front capillaire du groupe S.....	87
Figure 3.67 : État de l'échantillon du groupe S après 2h.....	88
Figure 3.68 : état de brique du groupe S après l'essai de tenue à l'eau par immersion.	88
Figure 3.69 : pourcentage de la perte de masse du groupe S.....	89
Figure 3.70 : état de brique du groupe S après l'essai d'abrasion	89
Figure 3.71 : coefficient de l'abrasion du groupe S	90
Figure 3.72 : Récapitulatif des Résistances à la Compression à 28 jours (NaOH 8 mol)	91
Figure 3.73 : Récapitulatif des Évaluation de l'absorption d'eau par capillarité après 2 heures d'essai pour les différentes formulations (NaOH 8 mol)	93

Figure 3.74 : Récapitulatif de la Perte de Masse après Essai d'Immersion (NaOH 8 mol).....	94
Figure 3.75 : Récapitulatif de la Perte de masse par abrasion et classification normative des formulations à base de NaOH 8 mol	96

Liste des Tableaux

Tableau 1-1 : Influence des paramètres sur la géopolymérisation des BTC.....	3
Tableau 1-2 : Avantages techniques de la géopolymérisation	4
Tableau 1-3 : Avantages environnementaux de la géopolymérisation.	5
Tableau 1-4 : Limites des BTC géopolymérisés :.....	12
Tableau 1-5 : Perspectives des BTC géopolymérisés.....	13
Tableau 1-6 : Microstructure des BTC géopolymérisés.....	15
Tableau 2.1 : analyse minéralogique de tuf de Béni-Saf [9]	26
Tableau 3.1: caractéristiques chimiques de l'hydroxyde de sodium (NaOH).....	42
Tableau 3.2 : les méthodes utilisées pour la fabrication des échantillons.....	44
Tableau 3.3 : Répartition des Quantités de Masse	46
Tableau 3.4 : Comparaison des Résistances à la Compression à 28 jours (NaOH 1 mol).....	69
Tableau 3.5 : Évaluation de l'absorption d'eau par capillarité après 2 heures d'essai pour les différentes formulations	70
Tableau 3.6 : Comparaison de la Perte de Masse après Essai d'Immersion (NaOH 1 mol).....	72
Tableau 3.7 : Perte de masse par abrasion et classification normative des formulations à base de NaOH 1 mol	73
Tableau 3.8 : Comparaison des Résistances à la Compression à 28 jours (NaOH 1 mol).....	90
Tableau 3.9 : Perte de masse par abrasion et classification normative des formulations à base de NaOH 8 mol	92
Tableau 3.10 : Comparaison de la Perte de Masse après Essai d'Immersion (NaOH 8 mol)	94
Tableau 3.11 : Perte de masse par abrasion et classification normative des formulations à base de NaOH 1 mol	95

Introduction générale

Face aux enjeux environnementaux actuels liés à l'impact écologique croissant du secteur de la construction, le développement de matériaux durables, locaux et écologiques constitue une priorité stratégique à l'échelle mondiale. Les briques de terre comprimée (BTC) représentent une alternative prometteuse aux matériaux conventionnels grâce à leur faible empreinte carbone, leur potentiel de recyclabilité et leur performance thermique adaptée aux climats chauds. Cependant, leur généralisation est freinée par des limitations importantes en matière d'étanchéité à l'eau, particulièrement lorsqu'elles ne sont pas stabilisées [63] [67].

La stabilisation par géopolymérisation se présente comme une solution innovante permettant d'améliorer significativement ces propriétés. Ce procédé repose sur des réactions chimiques activées par des solutions alcalines, formant ainsi un liant alternatif aux ciments traditionnels avec des bénéfices environnementaux reconnus, tels que la réduction des émissions de CO₂ et la valorisation de ressources locales ou de déchets industriels [64] [63]. Plusieurs études ont déjà démontré la capacité des liants géopolymères à améliorer considérablement les performances mécaniques et hydriques des BTC, atteignant par exemple jusqu'à 16,5 MPa en résistance à la compression, dépassant ainsi les exigences normatives traditionnelles [64] [67].

Toutefois, l'intégration d'additifs organiques biosourcés, tels que la poudre de caroube, dans ces matrices géopolymériques représente un défi majeur en raison du risque de dégradation chimique en milieu alcalin fort. Plusieurs recherches ont exploré l'ajout de fibres naturelles telles que le sisal, le chanvre, le lin et la fibre de coco, démontrant leur potentiel pour améliorer la résistance à la flexion et la ténacité des géopolymères malgré les défis d'adhérence et de durabilité en milieu alcalin [65]. En revanche, les études spécifiques intégrant la poudre de caroube avec des solutions alcalines demeurent rares, même si certaines ont souligné son potentiel comme agent consolidant dans les matériaux de construction en terre [38].

Ce travail vise précisément à combler cette lacune scientifique en étudiant l'utilisation du tuf de Beni Saf, disponible localement en Algérie, combiné à une activation alcaline

par hydroxyde de sodium (NaOH) et à la poudre de caroube, dont l'efficacité à une proportion de 2,5 % a été confirmée l'an dernier au sein du laboratoire EOLE via [38]. L'objectif central est d'identifier les conditions optimales, notamment la concentration en NaOH et le protocole d'intégration (simultané ou séquentiel), permettant de préserver les effets bénéfiques de la poudre de caroube tout en limitant sa dégradation.

La méthodologie adoptée inclut une série expérimentale plus ou moins approfondie comparant deux concentrations différentes de NaOH (1 mol et 8 mol) selon deux protocoles d'intégration distincts. Le présent document est structuré en trois chapitres : un état de l'art sur les principes de la géopolymérisation et leur application aux BTC, une analyse des caractéristiques du tuf de Beni Saf avec une synthèse des résultats des recherches précédentes, et une étude expérimentale détaillée sur l'effet combiné du NaOH et de la poudre de caroube.

Par cette recherche, nous entendons fournir une solution technique novatrice et ouvrir une brèche méthodologique innovante, visant spécifiquement l'amélioration des propriétés des briques de terre comprimée à base de tuf, en comparaison avec les nombreux travaux déjà réalisés sur ce matériau au sein du laboratoire EOLE de l'université de Tlemcen [38] [9]. Cette démarche s'inscrit dans une perspective d'amélioration de la résistance à l'eau, en réponse aux exigences du développement durable, et en vue de favoriser une adoption plus large et plus efficace des BTC stabilisées.

Chapitre 1

État de l'art et principes de
géopolymérisation pour les
briques de terre comprimée

Chapitre 1 : État de l'art et principes de géopolymérisation pour les briques de terre comprimée.

1.1. Introduction :

L'urgence de développer des matériaux de construction durables met en lumière les briques de terre comprimée (BTC) comme une option écologique pertinente. Toutefois, leurs performances mécaniques et leur durabilité limitées, surtout face à l'eau, nécessitent des améliorations [69]. La géopolymérisation, un procédé d'activation alcaline de matériaux aluminosilicatés, émerge comme une voie technologique d'avenir pour optimiser significativement les propriétés des BTC, tout en permettant la valorisation de ressources naturelles locales.

L'objectif central de ce premier chapitre est de constituer un état de l'art approfondi, centré sur les principes de la géopolymérisation et son application spécifique à l'amélioration des briques de terre comprimée. Cette revue critique de la littérature établira les fondations théoriques indispensables à la compréhension des choix méthodologiques et des travaux expérimentaux qui seront présentés dans la suite de ce mémoire, notamment ceux relatifs à la valorisation du tuf de Béni saf.

À cette fin, le chapitre s'attachera initialement à détailler les aspects fondamentaux de la géopolymérisation, couvrant sa définition, ses mécanismes de réaction, les facteurs l'influençant et ses avantages intrinsèques. Il portera ensuite son attention sur les briques de terre comprimée, en rappelant leurs méthodes de fabrication traditionnelles et en soulignant les limitations des BTC non stabilisées. Par la suite, il explorera l'intérêt de la stabilisation par voie géopolymère pour la terre comprimée, analysant les principes d'activation, les travaux de recherche existants, ainsi que les défis et perspectives actuels. Enfin, une discussion sera menée sur les propriétés mécaniques, la durabilité et les caractéristiques microstructurales attendues des BTC géopolymérisées, afin de bien situer le cadre de l'étude expérimentale entreprise.

1.2.2. Facteurs influençant le processus de géopolymérisation :

Le tableau 1-1 résume les principaux paramètres de formulation et de cure, ainsi que leur influence sur la formation du gel géopolymérique et les performances finales du matériau

Tableau 1-1 : Influence des paramètres sur la géopolymérisation des BTC.

Paramètre clé	Rôle dans la réaction	Effet principal observé	Références
Nature du précurseur (SiO ₂ , Al ₂ O ₃ , CaO, degré d'amorphie)	Fournit les espèces aluminosilicatées solubles	↑ Réactivité avec fraction amorphe élevée ; CaO favorise gels hybrides (N,C)-A-S-H	[29]
Type & concentration de l'activateur (NaOH, Na ₂ SiO ₃)	Contrôle dissolution initiale & rapport Si/Al	Résistance max pour ratio Na ₂ SiO ₃ /NaOH optimisé ; surdosage → retrait/exsudation	[32]
Rapport liquide/solide (L/S)	Viscosité de la pâte & compacité finale	L/S ≈ 0,35–0,45 : pâte homogène, porosité réduite	[33]
Température & durée de cure	Activation cinétique & développement du réseau	Cure 40–80 °C accélère prise & Rc précoce ; > 80 °C risque micro-fissures	[7]

pH du milieu (> 11)	Maintien des espèces solubles	pH < 11 freine polycondensation, Rc plus faible	[17]
Ions Ca ²⁺ et additifs (fibres, superplastifiants)	Noyaux de précipitation, amélioration mécanique	Ca ²⁺ densifie gels ; fibres ↑ ténacité mais demandent pré-traitement	[15]
Conditions ambiantes (HR, T° air)	Séchage, retrait & microstructure	Faible HR → fissuration ; HR ≥ 90 % favorise développement uniforme	[32]

1.2.3. Avantages techniques et environnementaux :

Tableau 1-2 : Avantages techniques de la géopolymérisation

Avantages techniques	Références
Excellente résistance mécanique (>100 MPa)	[59]
Résistance au feu remarquable (jusqu'à 800–1000 °C)	[60]
Bonne résistance chimique (milieux acides, salins, sulfatiques)	[61]
Faible retrait thermique (réduction du risque de fissuration)	[62]
Bonne adhérence aux fibres (basalte, verre, carbone)	[62]

Stabilité dimensionnelle (bonne tenue en flexion après feu)	[62]
---	------

Tableau 1-3 : Avantages environnementaux de la géopolymérisation.

Avantages environnementaux	Références
Faible empreinte carbone (jusqu'à 9 fois moins de CO ₂ que le ciment Portland)	[30]
Valorisation de déchets industriels (cendres volantes, laitier, métakaolin)	[60]
Processus de fabrication à faible consommation énergétique (à température ambiante ou modérée)	[61]
Longévité accrue (réduction des besoins en entretien)	[58]
Amélioration du bilan environnemental à long terme	[58]
Encapsulation de polluants et stabilisation de déchets dangereux	[58]

1.3. Briques de terre comprimée : aspects généraux et limites

1.3.1. Fabrication traditionnelle des BTC :

Les briques de terre comprimée (BTC) sont obtenues par un compactage statique de la terre, qu'elle soit stabilisée ou non, à l'aide d'une presse appliquant différentes intensités d'énergie de compactage. En général, ces blocs ne présentent pas de perforations, et

leurs dimensions standards sont de $15 \times 9,5 \times 31,5$ cm et $22 \times 9,5 \times 22$ cm, conformément à la norme NF XP P13-901(Figure 1-1).

Divers chercheurs ont exploré différentes géométries de BTC, notamment cubiques et rectangulaires. Cependant, les essais effectués sur des échantillons de forme carrée ou cylindrique révèlent des résultats variables [75]. En effet, la forme de l'échantillon influence les conditions de traitement et, par conséquent, la qualité du matériau obtenu. Par exemple, le compactage est souvent moins efficace dans les coins des blocs rectangulaires, ce qui pourrait expliquer des résistances mécaniques inférieures à celles mesurées sur des cylindres de même rapport hauteur/diamètre [70].

Par ailleurs, l'utilisation de moules de qualités différentes lors de la fabrication des échantillons peut introduire des variations dans les mesures. La qualité du moule ou du coffrage joue un rôle non négligeable dans le traitement du matériau [71].

Selon Collet [74], lorsque la taille de l'échantillon est trop réduite, la densité apparente mesurée s'écarte de celle obtenue sur des blocs de dimensions plus importantes. Cela souligne l'importance de considérer un volume suffisant pour une évaluation précise des propriétés du matériau.

Le compactage reste la méthode de stabilisation des sols la plus couramment utilisée, visant à améliorer la résistance mécanique et à réduire la porosité du matériau. Ce procédé permet de transformer un sol meuble en un matériau dense grâce à l'apport d'énergie de compactage. On distingue principalement deux types de compactage : le compactage statique et le compactage dynamique. Pour une présentation détaillée de ces deux méthodes, le lecteur est invité à se référer aux travaux de [68]

L'efficacité du compactage dépend de plusieurs facteurs, tels que la composition du sol, la teneur en eau au moment du moulage, ainsi que l'intensité de l'énergie de compactage appliquée. La pression exercée sur le sol à l'intérieur du moule est appelée pression de moulage. Deux types de presses sont généralement utilisés :

Les presses manuelles, avec des pressions de moulage variant de 1,38 à 3,45 MPa

Les presses hydrauliques, pouvant atteindre des pressions de 13,8 à 17,2 MPa

Des pressions de moulage plus élevées permettent en général d'obtenir des BTC plus résistants [72].

Selon Venkatarama Reddy [73], le rapport de compactage (H/T) ne doit pas être inférieur à 1,70, où H représente la hauteur du mélange dans le moule avant compactage, et T l'épaisseur finale du bloc, qui ne doit pas dépasser 100 mm. En effet, une épaisseur supérieure pourrait entraîner une variation de densité au sein du bloc lors d'un compactage statique.

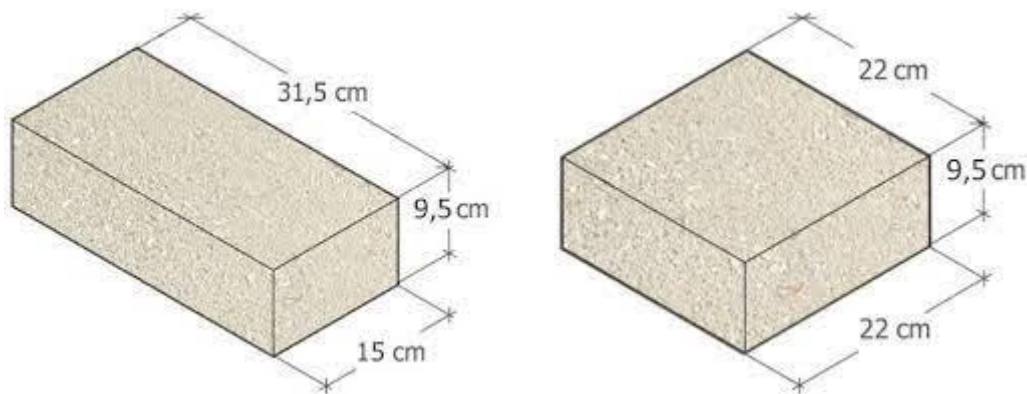


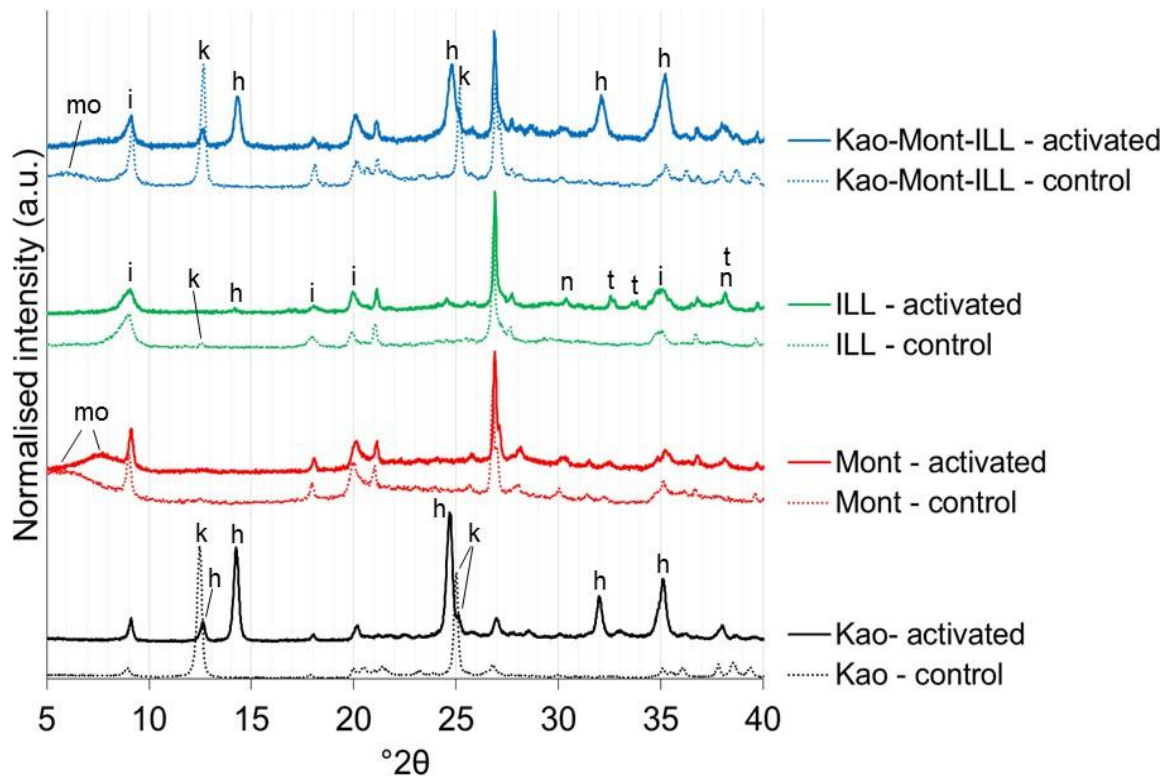
Figure 1-1 : géométries des BTC [1][2]

1.4. Intérêt de la stabilisation géopolymère pour la terre comprimée :

1.4.1. Études existantes :

Marsh et Al [4] ont examiné l'influence des minéraux argileux sur l'activation alcaline des sols. Pour ce faire, des échantillons de sols naturels provenant de trois sites distincts ont été sélectionnés. À partir de la composition chimique de ces sols, des sols synthétiques ont été élaborés afin de les comparer aux sols naturels soumis à une activation alcaline. Les produits formés au cours de cette activation ont été caractérisés à l'aide de différentes techniques analytiques : diffraction des rayons X (XRD), spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), analyse thermogravimétrique

(TGA) et microscopie électronique à balayage (SEM). Les résultats de l'étude indiquent que seuls les minéraux argileux contenus dans les sols participent à la formation des produits issus de l'activation alcaline. Par ailleurs, il a été constaté que les sols naturels et synthétiques donnent naissance à des produits géopolymères similaires, notamment des sodalites et des hydroxysodalites.



Clay minerals: k = kaolinite; mo = montmorillonite; i = illite.
 Product phases: h = hydrosodalite; n = natrite; t = thermonatrite

Figure 1-2 : Diagrammes de DRX d'échantillons témoins et activés de kaolinite, de montmorillonite, d'illite et d'un mélange des trois. Par souci de simplicité, seuls les minéraux argileux et les phases produites ont été indexés [4].

Muñoz et Al [5] ont étudié l'effet de la géopolymérisation sur un mélange de sols constitué de sous-produits de carrières associés à des minéraux argileux purs tels que le kaolin, la montmorillonite et le feldspath. Les principaux paramètres examinés dans cette recherche comprenaient le type et la concentration de l'activateur alcalin, définis par le rapport molaire $\text{SiO}_2/\text{M}_2\text{O}$ ($r = 0,2$) et le nombre de moles d'alcali pour 100 g de fines ($m = 0,22$), ainsi que la teneur en eau optimale et le régime de durcissement. Des éprouvettes cylindriques de 152,4 mm de diamètre et 101,6 mm de hauteur ont été utilisées pour les essais. L'étude a déterminé des conditions optimales avec $r = 0,2$, $m =$

0,22, une humidité de moulage de 11 % en masse, et un durcissement à 65 °C pendant 7 jours. L'ajout de 4 % en masse de nano-calcite et de 0,25 % en masse de nano-aluminosilicates synthétiques a permis d'améliorer significativement la résistance à la compression, respectivement d'environ 60 % et 80 %. Les échantillons contenant des nano-aluminosilicates ont présenté une réduction du volume poreux ainsi qu'une structure de pores plus fine, avec une prédominance de pores fins et très peu de pores grossiers, ce qui a entraîné une diminution de la sorptivité.

Maskell et Al [6] ont analysé l'influence de la température et de la durée de durcissement sur la fabrication d'unités de maçonnerie stabilisées par géopolymérisation, à partir de sols initialement utilisés pour la production de briques d'argile. Les activateurs alcalins employés comprenaient un mélange de solutions d'hydroxyde de sodium (NaOH) et de silicate de sodium (Na_2SiO_3), dans un rapport NaOH : Na_2SiO_3 de 2. Des échantillons cylindriques de 18 mm de diamètre et 36 mm de hauteur ont été confectionnés pour les essais. Après coulage, les spécimens ont été conservés dans les moules à 21 °C pendant deux jours. Ensuite, une série a été démoulée et séchée à température ambiante, tandis qu'une autre a été soumise à un durcissement à 105 °C pendant deux jours, avant d'être replacée en condition ambiante. Les échantillons ont été testés à 28 jours, dans des conditions sèches et humides à 21 °C. Les résultats ont montré que la résistance à la compression à l'état sec atteignait 10,4 MPa pour les échantillons durcis à 105 °C, contre seulement 2,5 MPa pour ceux durcis à 21 °C. En conditions humides, les spécimens durcis à 105 °C présentaient une résistance inférieure à 0,2 MPa, tandis que ceux durcis à 21 °C se désintégraient complètement après immersion dans l'eau. L'étude conclut que la température et la durée de durcissement sont des facteurs déterminants dans l'efficacité du processus de géopolymérisation.

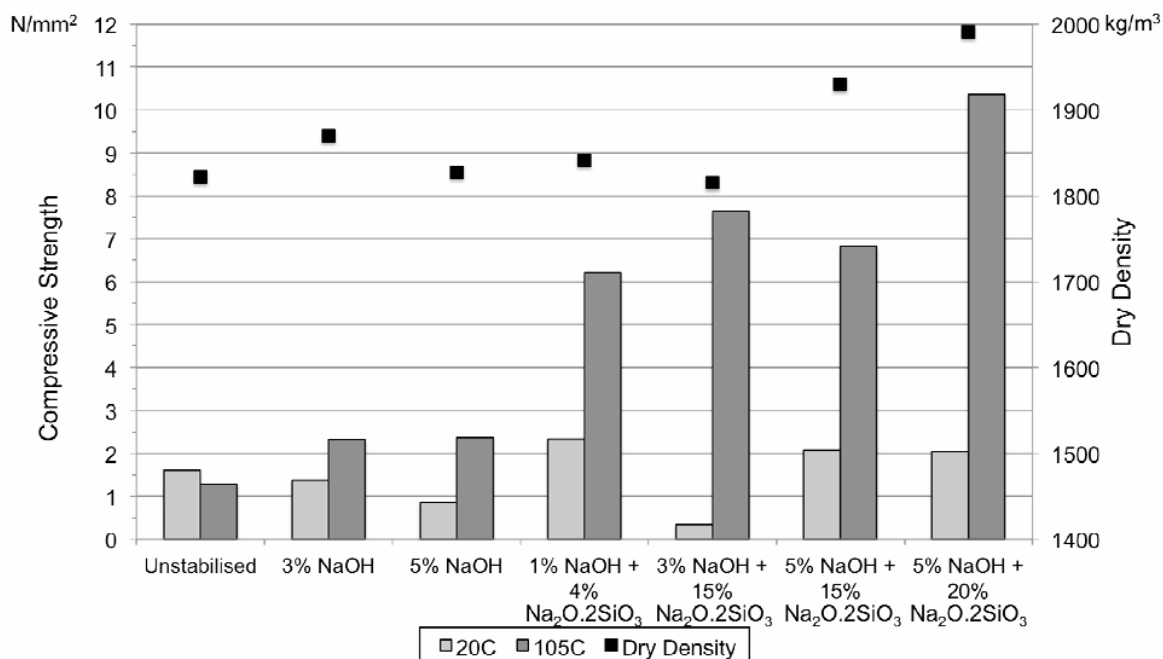


Figure 1-3 : masse volumique sèche et résistance à la compression sèche pour différentes températures de durcissement [6]

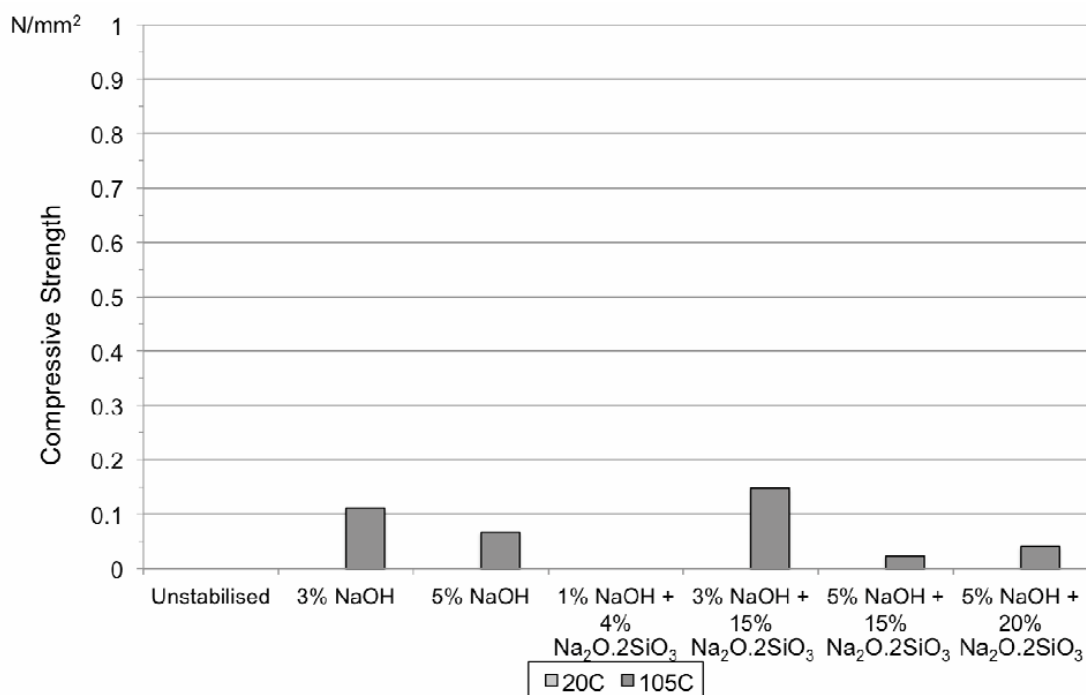


Figure 1-4 : résistance à la compression humide pour différentes températures de durcissement [6]

Pavel Rovnanik [7] a étudié l'influence de la température (10, 20, 40, 60 et 80 °C) et de la durée de durcissement (1, 2, 3 et 4 heures) sur la résistance mécanique, la distribution de la taille des pores et la microstructure d'un matériau activé par voie alcaline. Après le durcissement, les échantillons ont été conservés à température ambiante jusqu'aux essais, réalisés aux âges de 1, 3, 7 et 28 jours. Il a été observé que des températures de durcissement élevées (>80 °C) favorisaient un gain de résistance plus rapide du métakaolin activé par l'alcali. Toutefois, les échantillons soumis à ces températures élevées ont montré une dégradation de leurs propriétés mécaniques après 28 jours, en comparaison avec ceux durcis à température ambiante ou à des températures modérées (<80 °C). L'étude conclut que le durcissement des géopolymères en présence de métaux alcalins est optimal dans une plage de température comprise entre 20 et 80 °C.

Heah et Al [8] ont examiné l'effet de la température et de la durée de durcissement sur les propriétés mécaniques des géopolymères formulés à partir de kaolin. Les échantillons ont été soumis à différentes conditions de durcissement : température ambiante, 40, 60, 80 et 100 °C, pendant des durées de 1, 2 et 3 jours, puis stockés à température ambiante jusqu'au jour de l'essai. Les éprouvettes compactées ont été testées à 1, 3, 7 et 28 jours après durcissement. Il a été observé que les durcissements à 40 °C et 60 °C permettaient un gain de résistance similaire, sans perte significative à long terme. En revanche, un durcissement prolongé à des températures plus élevées (>100 °C) a entraîné une réduction de la résistance mécanique, due à l'évaporation partielle de l'eau et à la formation de microcavités, compromettant ainsi la microstructure. Le durcissement à 60 °C a donné lieu à une résistance à la compression nettement supérieure à celle obtenue à 30 °C pour une même durée de traitement.

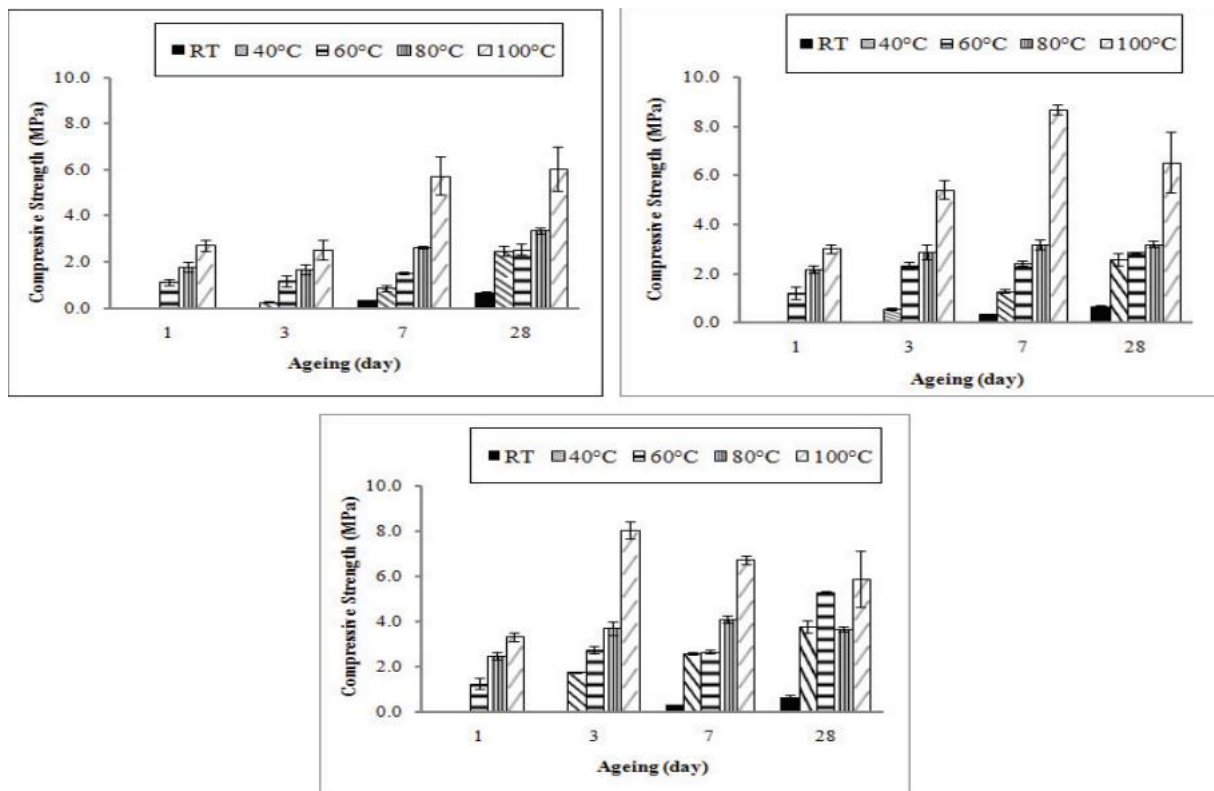


Figure 1-5 : Résistance à la compression des géopolymères de kaolin durcis à différentes températures de durcissement pendant (a) 1 jour ; (b) 2 jours ; et (c) 3 jours.

[8]

1.4.2. Limites et perspectives :

Tableau 1-4 : Limites des BTC géopolymérisés :

Limites	Références
Variabilité des matières premières	[41], [42]
Optimisation du mélange et du processus	[43]
Durabilité à long terme	[44]
Transfert de technologie et adoption	[45]
Coût des activateurs alcalins	[17], [46]
Manque de normes et de réglementations	[47]
Comportement au feu	[48], [49]

Tableau 1-5 : Perspectives des BTC géopolymérisés

Perspectives	Références
Alternative durable au ciment	[50], [51]
Valorisation des ressources locales	[52], [53]
Amélioration des propriétés	[26], [27]
Adaptabilité aux contextes locaux	[54]
Recherche et développement	[55]
Développement de normes et de réglementations	[56], [57]
Potentiel d'innovation	[58]

1.5. Propriétés mécaniques et durabilité des BTC géopolymérisées :

1.5.1. Résistance à la compression :

Les géopolymères, formés par l'activation alcaline de matériaux alumino-silicatés peuvent offrir une résistance à la compression prometteuse. L'influence des géopolymères sur la résistance dépend fortement de la formulation spécifique du géopolymère (type et concentration des activateurs alcalins, rapport Si/Al), du type de terre utilisée, du processus de compactage et des conditions de cure. Des études montrent que la résistance à la compression sèche du matériau augmente avec le temps de cure, Cette augmentation est due aux liants géopolymères dont les liaisons se développent et se renforcent avec le temps [3].

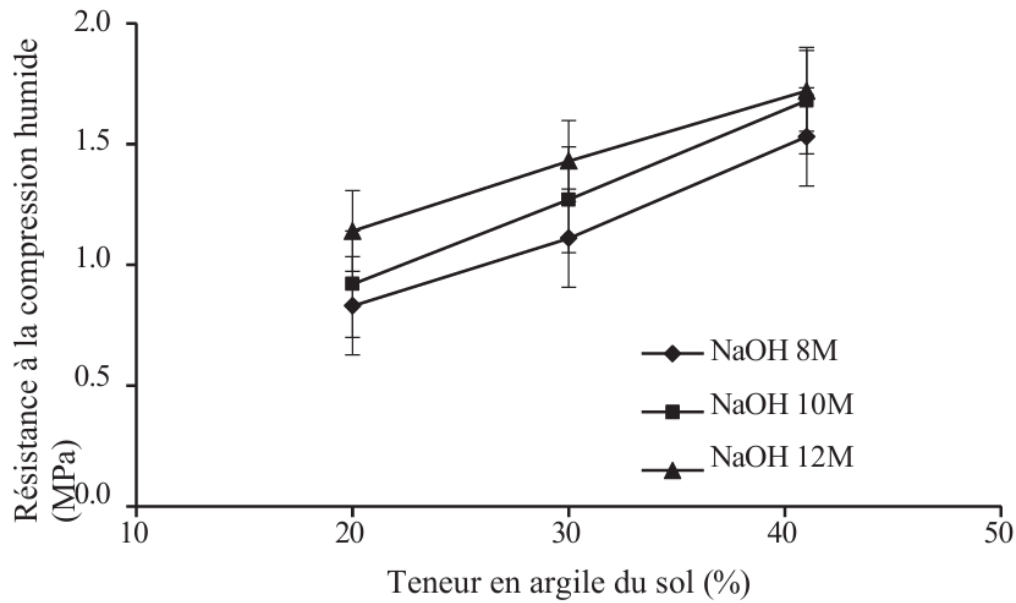


Figure 1-6 : variation de la résistance en fonction de la teneur en argile du sol et de la concentration de solution alcaline [2].

1.5.2. Résistance à l'eau et durabilité :

Les BTC non stabilisées se désintègrent complètement dans l'eau en raison de la formation de fissures.

L'ajout d'un géopolymère alcalin NaOH améliore considérablement la résistance à l'absorption d'eau des briques de terre comprimées (BTC) au fil du temps.

Le temps est un facteur clé pour le développement de la matrice géopolymérisée, assurant des liaisons fortes au sein du matériau et réduisant l'absorption d'eau [3].

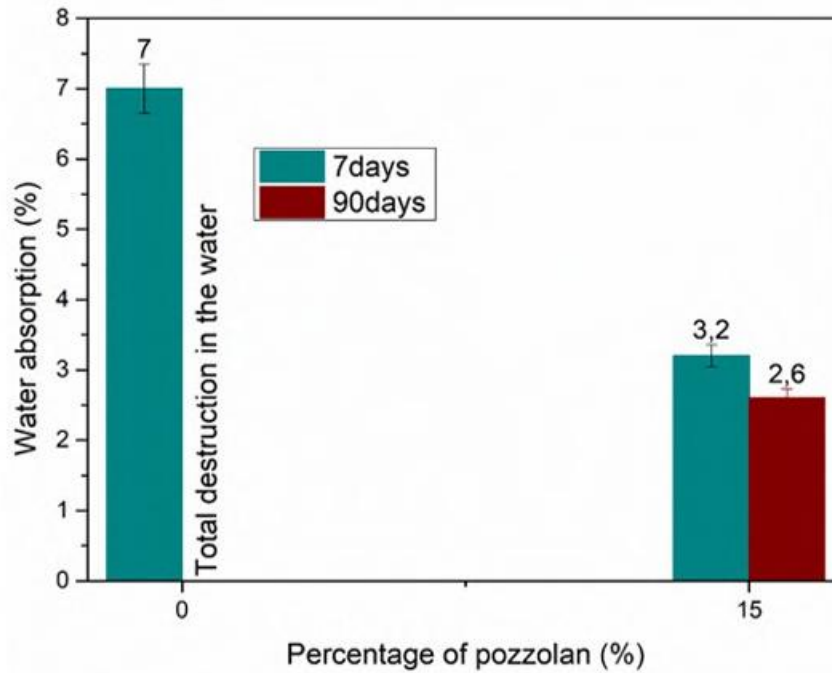


Figure 1-7 : Variations de l'absorption d'eau en fonction du liant géopolymère et du temps de durcissement [3].

1.5.3. Microstructure et caractérisation :

La microstructure des BTC géopolymérisés est significativement différente de celle des BTC stabilisés au ciment. Elle est principalement caractérisée par :

Tableau 1-6 : Microstructure des BTC géopolymérisés

Microstructure	Références
Une matrice géopolymérique dense : Le liant géopolymérique forme une structure compacte qui enrobe et lie les particules de terre. Cette matrice est responsable de la résistance mécanique et de la durabilité du matériau.	[27]
Des pores plus petits et moins interconnectés : Comparés aux BTC cimentaires, les BTC géopolymérisés tendent à présenter une porosité réduite avec des pores de plus petite taille et moins connectés, améliorant la résistance à la pénétration de l'eau et des agents agressifs.	[28]

L'absence d'hydrates de ciment (C-S-H, CH) : Contrairement aux BTC au ciment, les BTC géopolymérisés ne contiennent pas ces phases d'hydratation. La résistance est développée par la formation du gel de silicoaluminate alcalin (N-A-S-H ou K-A-S-H).	[29]
La présence de particules de matière première non réagies ou partiellement réagies : Selon la réactivité des précurseurs et les conditions de géopolymérisation, des particules peuvent rester non réagies, influençant les propriétés finales.	[30]
Une interface matrice-granulat : La qualité de l'adhérence entre la matrice géopolymérique et les particules de terre est cruciale pour les performances mécaniques, assurant un bon transfert de charge.	[31]

La caractérisation des BTC géopolymérisés implique l'utilisation de diverses techniques pour évaluer leurs propriétés physiques, mécaniques et durables. Les méthodes couramment utilisées comprennent :

Microscopie électronique à balayage (MEB) et microscopie optique : Ces techniques permettent d'observer la microstructure, la morphologie des pores, la distribution des phases et l'interface matrice-granulat. L'analyse MEB peut être couplée à la spectroscopie de dispersion d'énergie (EDS) pour identifier la composition élémentaire des différentes phases [21] [22].

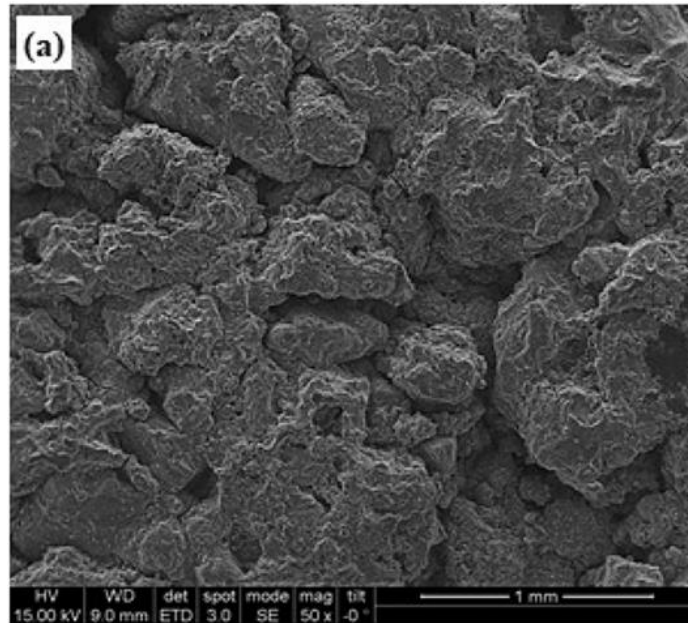


Figure 1- 8 : Image représentative du MEB des BTC géopolymérisés [81]

Diffraction des rayons X (DRX) : La DRX est utilisée pour identifier les phases cristallines présentes dans le matériau et pour évaluer le degré d'amorphousation lié à la formation du gel géopolymérique [15] [16].

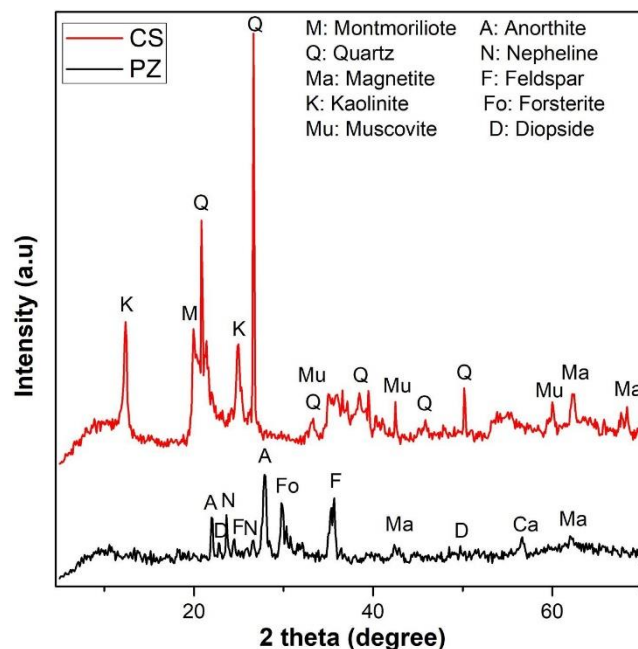


Figure 1-9 : Exemple de diagrammes de DRX des sols argileux (CS) et pouzzolane (PZ) [80].

Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) : La FTIR permet d'identifier les liaisons chimiques caractéristiques du gel géopolymérique (Si-O-Si, Al-O-Si, etc.) et de suivre l'évolution de la réaction de géopolymérisation [17] [18].

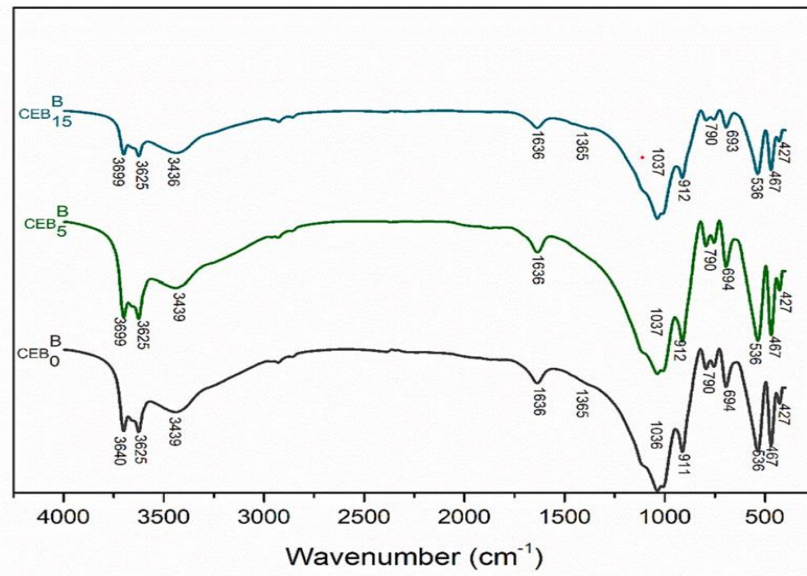


Figure 1-10 : Exemple d'une courbe spectre FTIR des BTC stabilisés en milieu alcalin après 28 jours et durcis à température ambiante faite par Rolande Aurelie et al [3].

Porosimétrie au mercure (MIP) : Le MIP est utilisé pour déterminer la distribution de la taille des pores, le volume total des pores et la porosité apparente du matériau [23] [24].

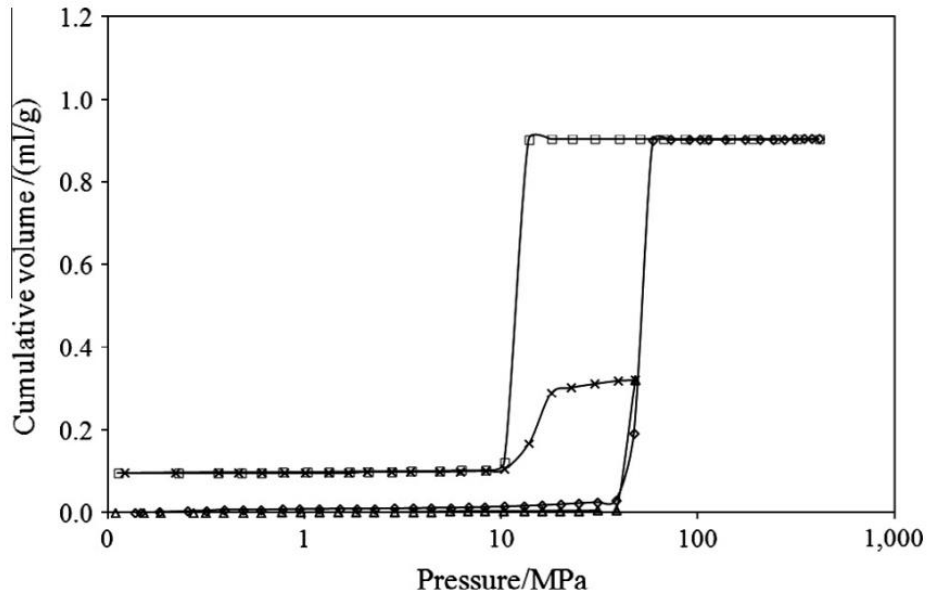


Figure 1-11 : Courbes d'intrusion et d'extrusion de mercure pour des expériences de porosimétrie sur des échantillons avec des pressions ultimes de 414 MPa (\diamond intrusion, \square extrusion) et 48,2 MPa (Δ intrusion, \times extrusion). Les lignes indiquées servent de guide visuel [78].

Essais mécaniques : Des essais de compression simple, de flexion et de cisaillement sont réalisés pour évaluer la résistance mécanique des BTC géopolymérisés [34].

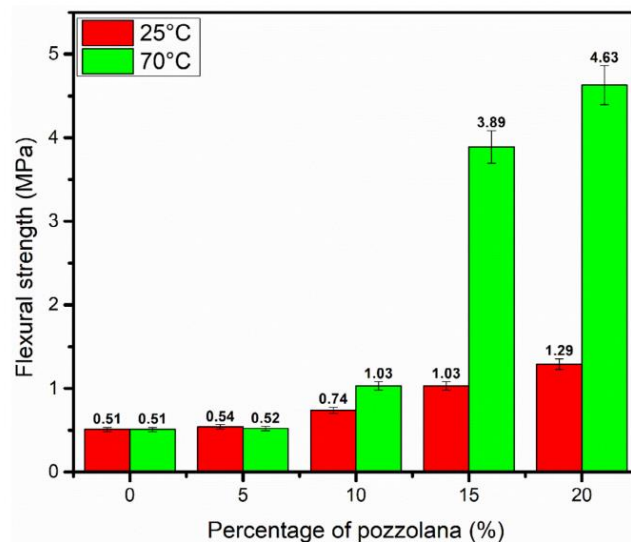


Figure 1-12 : Exemple des valeurs de la Résistance à la flexion des BTC stabilisés à différentes températures [80].

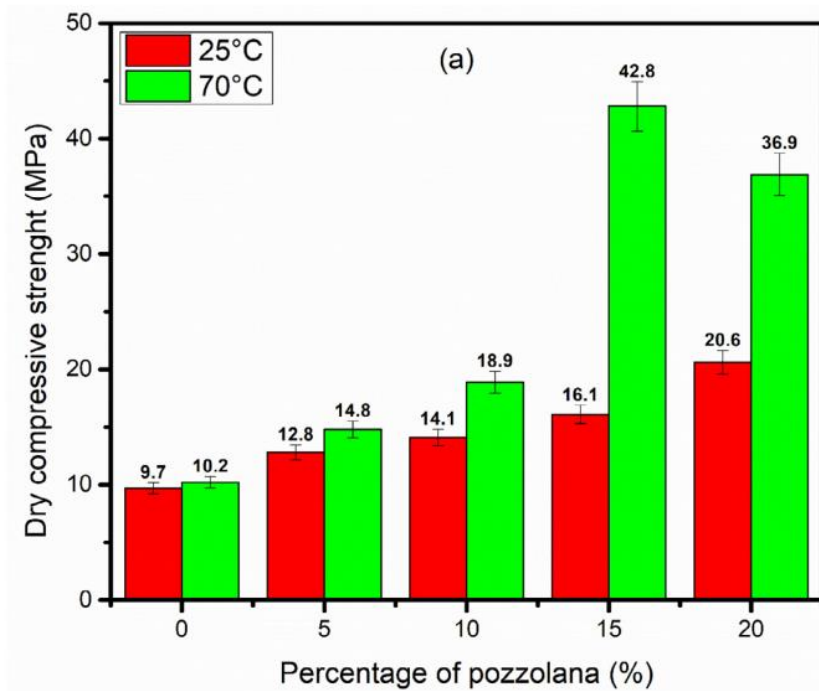


Figure 1-13 : Exemple des valeurs de la Résistance à la compression des BTC stabilisés à différentes températures [80].

Essais de durabilité : Pour évaluer la résistance aux conditions environnementales et aux agents agressifs, on effectue des essais de cycle de gel-dégel, de résistance à la pénétration d'eau, d'attaque chimique (acides, sulfates), et d'efflorescence [35].

Analyse thermogravimétrique (ATG) et analyse thermique différentielle (ATD) : Ces techniques permettent d'étudier la stabilité thermique du matériau et d'identifier les pertes de masse et les transformations de phases en fonction de la température [25] [26].

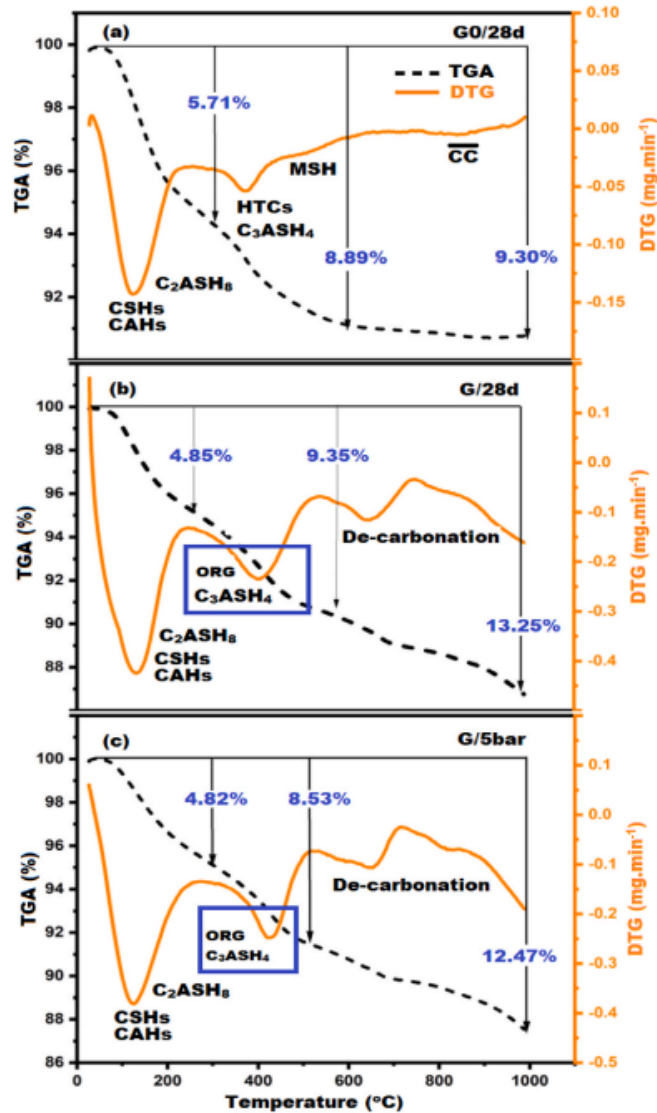


Figure 1-14 : Exemple d'un diagramme Thermogrammes TGA/DTG pour différents composites géopolymères dans différentes conditions de durcissement [79].

En combinant ces techniques de microstructure et de caractérisation, il est possible de comprendre en profondeur les propriétés des BTC géopolymérisés et d'optimiser leur formulation et leur processus de fabrication pour des applications de construction durables et performantes.

1.6. Conclusion :

La technologie des BTC géopolymérisées est encore en développement et nécessite une optimisation plus poussée pour une application à grande échelle, notamment en termes de coût, de reproductibilité et de normalisation. La compréhension approfondie de l'interaction entre le géopolymère et la terre spécifique utilisée est cruciale pour maximiser la résistance à la compression et la durabilité des briques [19] [20].

La géopolymérisation reste un domaine de recherche actif. Des défis persistent, notamment en ce qui concerne la variabilité des matières premières, la compréhension fine des mécanismes de réaction. Ainsi, des études approfondies restent nécessaires pour optimiser les formulations, améliorer la reproductibilité des performances et faciliter l'intégration industrielle de ces nouveaux matériaux [82].

Chapitre 2

Valorisation du tuf de Beni Saf
en briques de terre comprimée
: travaux antérieurs et
perspectives

Chapitre 2 : Valorisation du tuf de Beni Saf en briques de terre comprimée : travaux antérieurs et perspectives

2.1. Introduction

La valorisation de matériaux locaux et naturels dans le domaine de la construction durable représente aujourd'hui une priorité stratégique, tant sur le plan économique qu'environnemental. En Algérie, le tuf constitue une ressource abondante, particulièrement dans la région de Beni Saf, et présente des caractéristiques géotechniques intéressantes qui en font un bon candidat pour la fabrication de briques de terre comprimée (BTC). Toutefois, comme beaucoup de matériaux terreux, le tuf utilisé seul dans la confection des BTC peut présenter certaines limites en termes de résistance mécanique, de durabilité à l'eau et de stabilité dimensionnelle.

Plusieurs travaux de recherche ont été menés afin d'améliorer les propriétés du tuf à travers différents procédés de stabilisation. Ceux-ci incluent l'ajout de liants minéraux tels que la chaux, le ciment, ou encore des additions pouzzolaniques comme la fumée de silice. Plus récemment, l'attention s'est portée sur l'utilisation d'éco-liants et d'additifs naturels, à l'instar de la poudre de caroube, dans une logique de développement durable et d'optimisation des ressources locales.

Ce chapitre a pour objectif d'examiner la nature et les propriétés du tuf de Beni Saf en tant que matériau de base pour les BTC, de présenter les différentes méthodes de stabilisation minérales déjà expérimentées, ainsi que les apports potentiels de la poudre de caroube comme stabilisant écologique. Les résultats issus de la littérature et des travaux antérieurs permettront d'identifier les limites observées et d'ouvrir la voie à de nouvelles perspectives d'amélioration, notamment à travers une approche combinée de stabilisation géopolymère.

2.2. Nature et propriétés du tuf comme matériau de base

2.2.1. Composition minéralogique et caractéristiques physiques

2.2.1.1. La teneur en eau naturelle du sol

La teneur en eau est évaluée selon la norme NF P 94-050, un standard de référence dans le secteur. La teneur en eau naturelle de sol tuf séparable à W égal 2,95 % [9].

2.2.1.2. Densité des grains solides

La densité des grains solides est déterminée selon la norme en vigueur NF P 94-054 par le biais de la technique de pycnomètre. La moyenne de trois essais effectués permet de déterminer G_s à 2,75 [9].

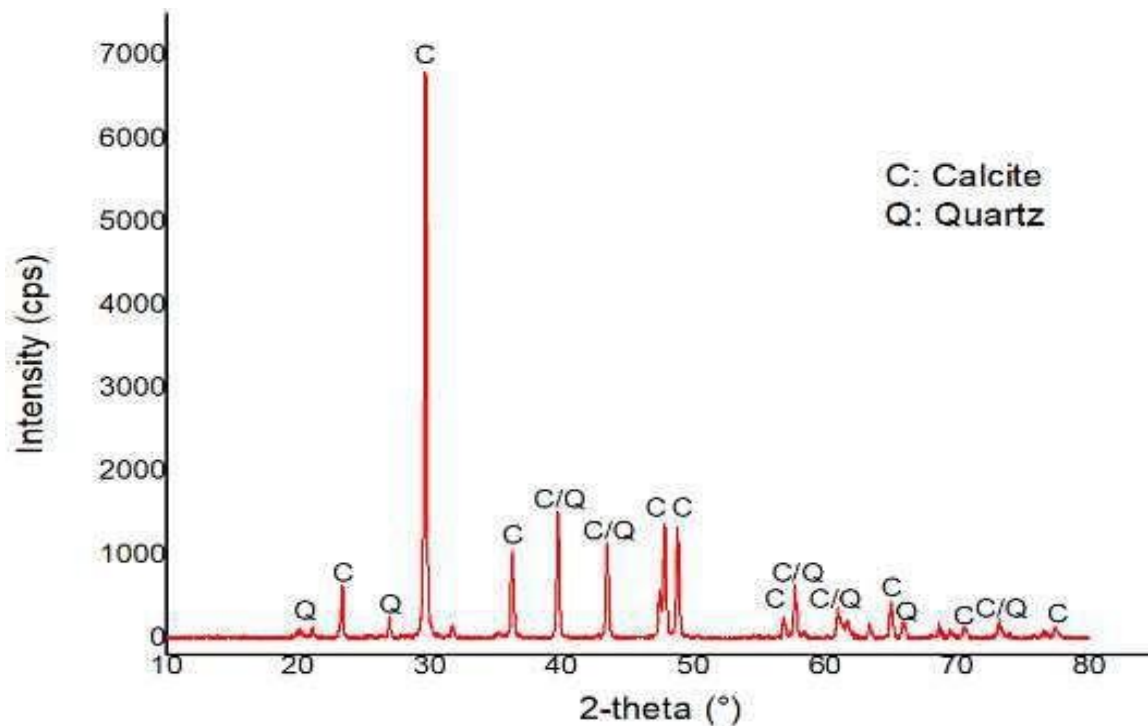
2.2.1.3. La perte au feu

La perte de poids d'un échantillon suite à la calcination à 1000 °C, exprimée en pourcentage, est désignée sous le terme de perte au feu (PF). Lors de processus de calcination, plusieurs étapes de déshydratation des minéraux sont observées, entraînant une perte d'eau d'hydratation et de matière organique. La perte au feu à 1000 °C s'établit à 4,3 % [9].

2.2.1.4. La composition minéralogique

La diffraction des rayons X (DRX) est une technique d'analyse puissante et polyvalente permettant d'identifier et de caractériser la structure cristalline des matériaux. Elle repose sur le principe de la diffraction des rayons X par les plans cristallins d'un échantillon [39].

La figure 2.1 présente le diffractogramme DRX du tuf de Béni-Saf, révélant la présence de différentes phases minérales. L'analyse minéralogique, résumée dans le **tableau 2.1**, met en évidence la présence de quartz et de calcite en proportions variables



La figure 2.1 : Diffractogramme DRX du tuf de Béni-Saf [9]

Tableau 2.1 : analyse minéralogique de tuf de Béni-Saf [9]

Composition minéralogique	Tuf de Beni-Saf
Quartz	52,4 %
Calcite	47,6 %

2.2.1.5. Analyse thermique différentielle et analyse thermogravimétrique (ATD/ATG)

L'Analyse Thermique Gravimétrique (ATG) et l'Analyse Thermique Différentielle (ATD) sont deux techniques complémentaires utilisées pour étudier le comportement thermique des matériaux. L'ATG mesure la variation de masse d'un échantillon soumis à une programmation de température, sous atmosphère contrôlée ; cette variation peut se traduire par une perte de masse (émission de vapeurs) ou un gain de masse (fixation de gaz). De son côté, l'ATD permet de mesurer la différence de température entre un échantillon et une référence thermiquement inerte, en fonction du temps ou de la température, également sous atmosphère contrôlée. Ces techniques permettent ainsi de caractériser les transformations physiques ou chimiques se produisant au cours de l'échauffement [40].

L'analyse réalisée avec l'appareil SDT Q600 (20°C - 1250°C) montre une faible teneur en quartz, comme l'indique l'absence du pic à 400°C. La calcite est dominante (pic à 748°C) **Figure 2.2** [9].

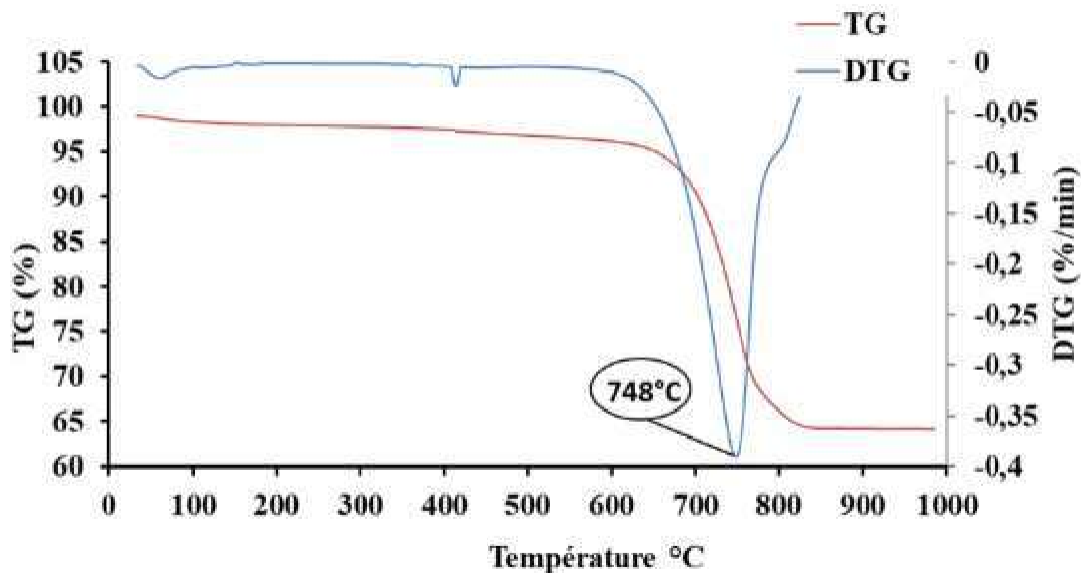


Figure 2.2: Analyse thermo gravimétrique tuf de Béni-Saf [9]

2.2.2. Comportement mécanique initial du matériau

2.2.2.1. Immersion dans l'eau

Le comportement des matériaux soumis à des cycles de mouillage et de séchage a été largement étudié dans la littérature en raison de son impact sur leur durabilité et leur stabilité mécanique. Il a été montré que les variations de masse au cours des cycles sont un indicateur clé des altérations subies par les matériaux poreux. Des études ont démontré que les roches calcaires, comme le tuf, présentent des fluctuations de masse similaires jusqu'à un certain nombre de cycles, au-delà duquel des dégradations structurelles sont observées **Figure 2.4** [9].

Cette étude examine l'évolution de la masse des éprouvettes de tuf non stabilisé soumises à des cycles de mouillage-séchage. **La figure 2.3** illustre cette évolution, Montrant que les variations de masse demeurent dans une fourchette similaire jusqu'au 14^e cycle.

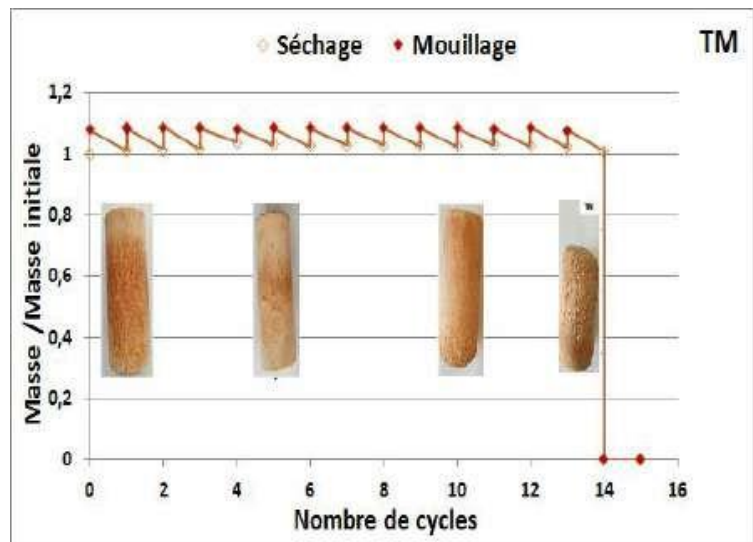


Figure 2.3: Evolution de la masse en fonction des cycles (immersion) [9]

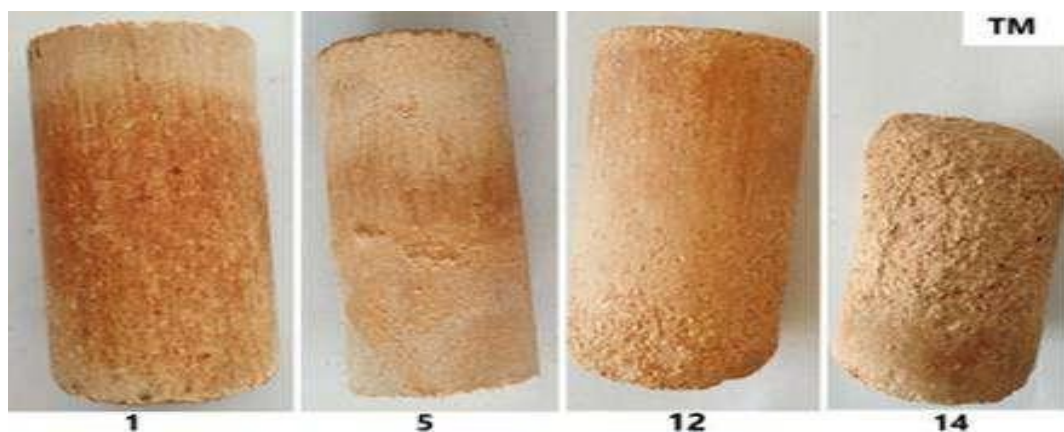


Figure 2.4: Dégradation des échantillons suivant les cycles (immersion) [9]

2.2.2.2. Absorption par Capillarité dans l'eau

La **figure 2.5** illustre la variation de la masse en fonction du nombre de cycles pour les échantillons ayant absorbé l'eau par capillarité. Il est observé que l'absorption par capillarité est aussi agressive que l'immersion totale. L'échantillon a d'abord gagné du poids après avoir été immergé dans l'eau, puis a perdu du poids lors du séchage, ce phénomène ayant persisté pendant 12 cycles. L'argile semble jouer un rôle crucial en comblant les vides, ce qui réduit la porosité de l'échantillon et améliore ainsi son pouvoir d'absorption **Figure 2.6** [9].

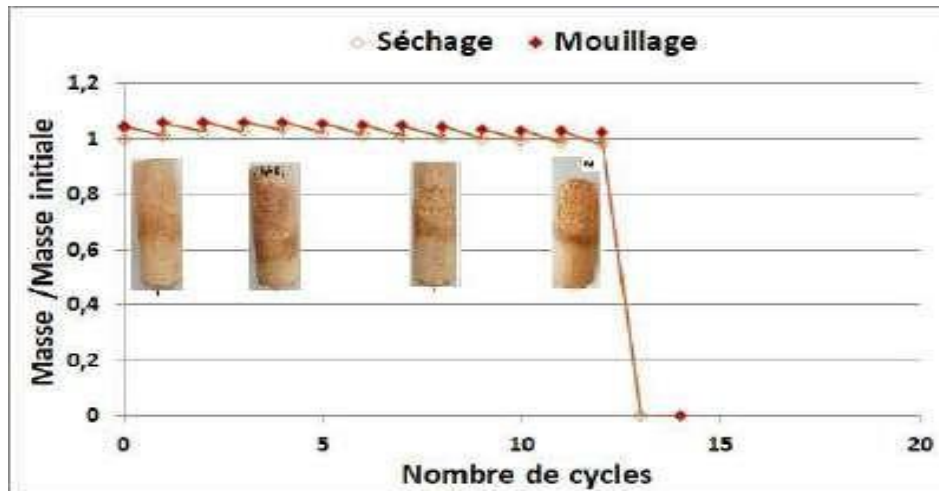


Figure 2.5: Evolution de la masse en fonction des cycles (absorption) [9]

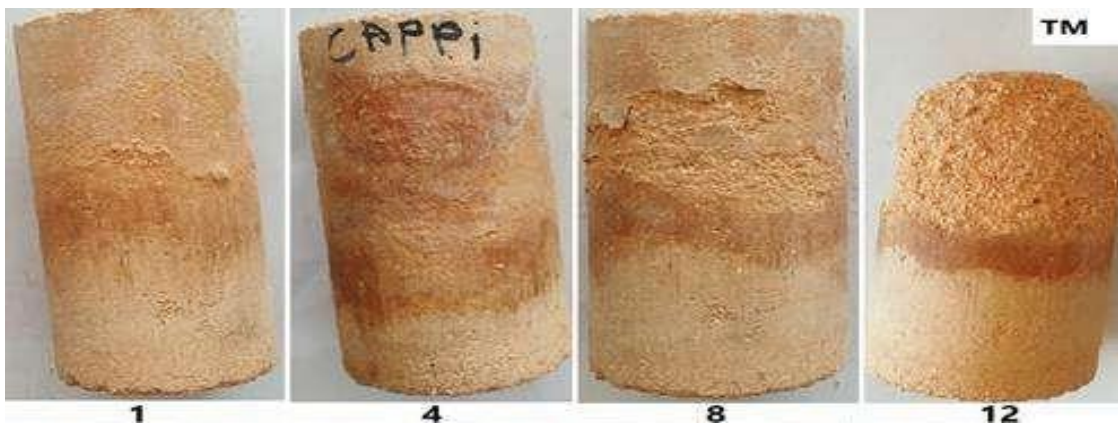


Figure 2.6: Dégradation des échantillons suivant les cycles (absorption)

2.2.2.3. Résistance à la compression

Les résultats de la résistance à la compression de l'échantillon de tuf indiquent 5,1 MPa [9].

2.3. Stabilisation du tuf par traitements minéraux

2.3.1. Effets de la fumée de silice et d'autres stabilisants minéraux

Cette section examine l'impact de l'incorporation de différents stabilisants sur la porosité des échantillons à l'aide de la microscopie électronique à balayage.

2.3.1.1. Fumée de silice

La figure 2.7 montre des images par microscopie électronique de différents échantillons après un séchage de 28 jours. La taille des pores baisse progressivement : 38,3 μm pour l'échantillon sans fumée de silice (a) et 14,6 μm pour l'échantillon avec 8 % de fumée de silice (b). Avec 10 % de fumée de silice, on observe une réduction encore plus marquée, avec une taille des pores de 6,02 μm . Cela montre que la formation du gel C-S-H est importante pour réduire la taille des pores [9].

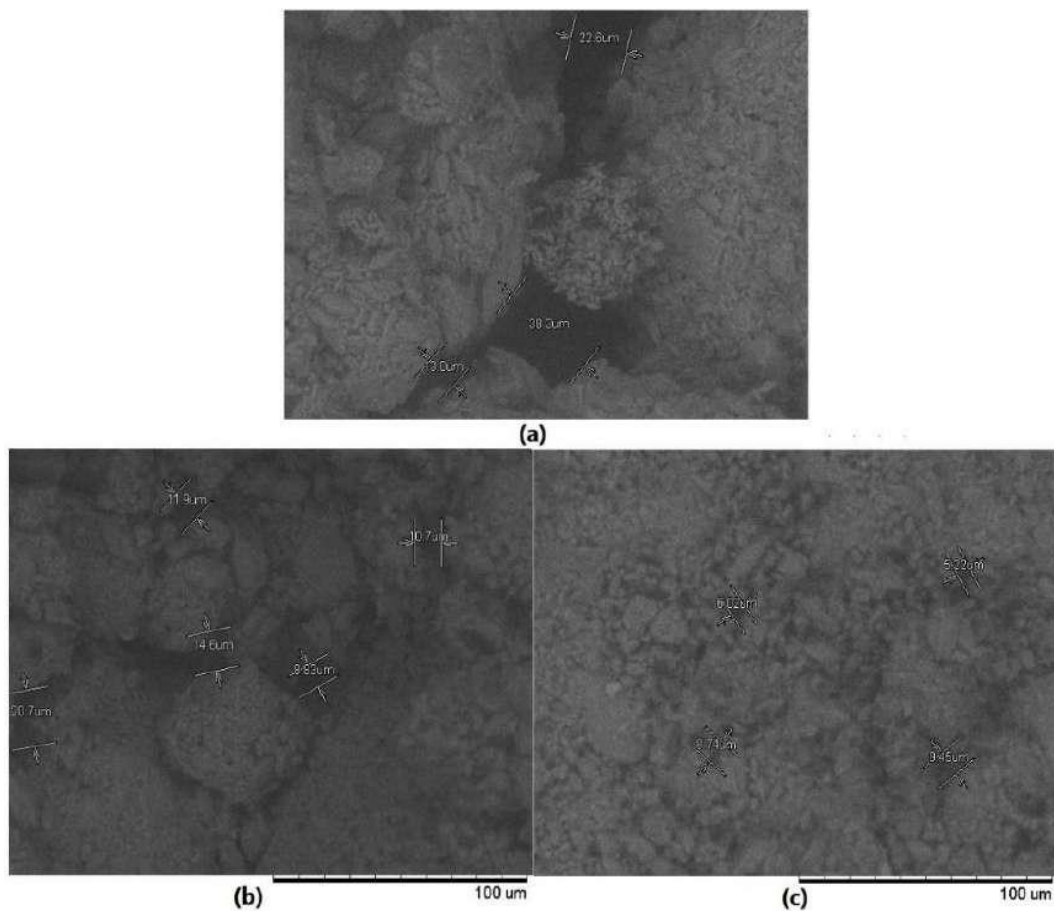


Figure 2.7: Microscopie électronique à balayage, (a) Tuf, (b) Tuf+8% FS, (c) Tuf+10% FS [9]

2.3.1.2. Pouzzolane

La figure 2.8 montre des images de l'échantillon stabilisé avec de la pouzzolane sous un microscope électronique. L'image (a) montre que les pores de l'échantillon de tuf sans pouzzolane ont une taille de $38,3 \mu\text{m}$. Avec 8 % de pouzzolane, on passe à $31,1 \mu\text{m}$. Avec 10 % de pouzzolane, on observe une réduction plus significative, avec une taille des pores de $21,5 \mu\text{m}$ [9].

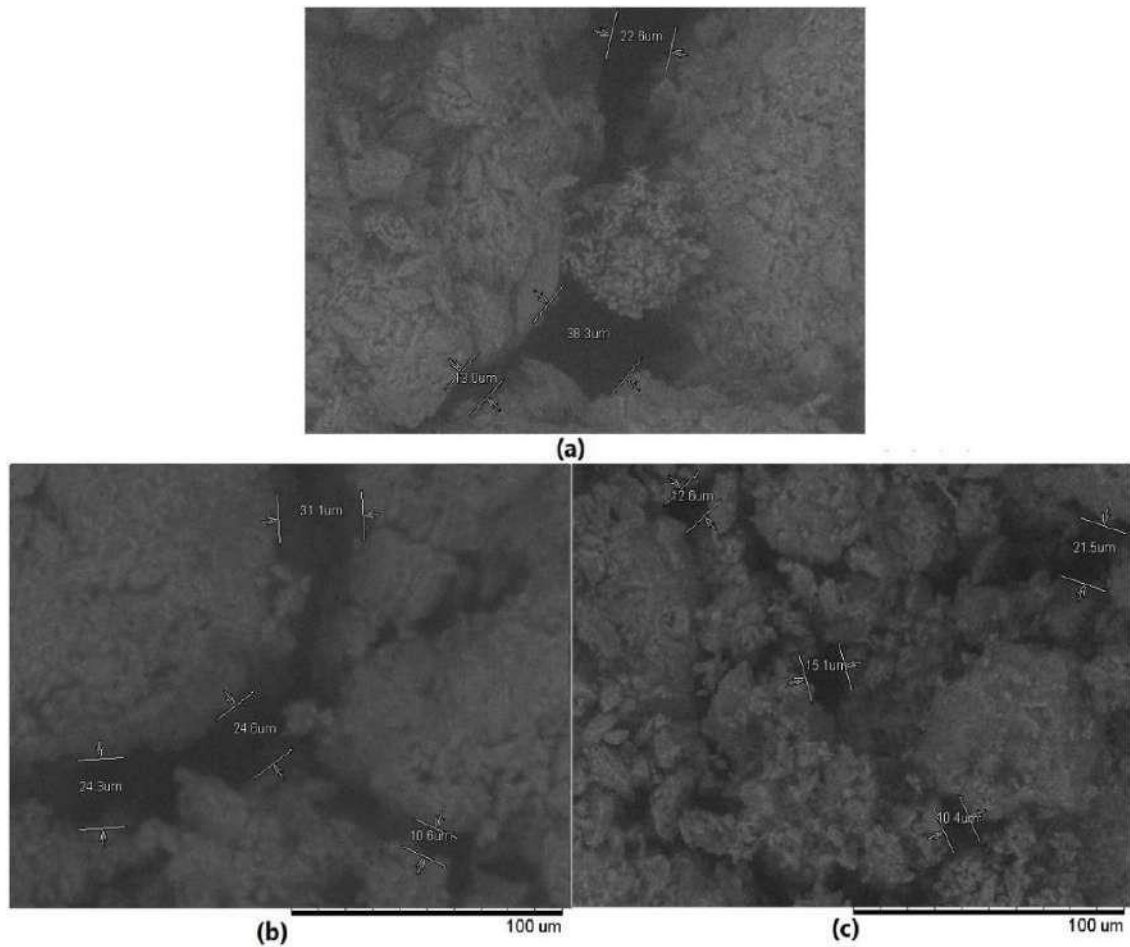


Figure 2.8: Microscopie électronique à balayage, (a)Tuf, (b) Tuf+8% PZ, (c) Tuf+10% PZ [9]

2.3.1.3. Fines argileuses

La figure 2.9 montre la taille des pores des échantillons non stabilisés et stabilisés avec de l'argile, observée avec un microscope électronique à balayage. On voit que la taille des pores de l'échantillon de tuf sans argile est de $38,3 \mu\text{m}$. Avec 30 % d'argile, on obtient $21 \mu\text{m}$. Avec 10 % d'argile, on atteint $14,9 \mu\text{m}$. Cette diminution s'explique par

la finesse de l'argile qui remplit les vides entre les grains du sol, réduisant ainsi la porosité globale du matériau [9].

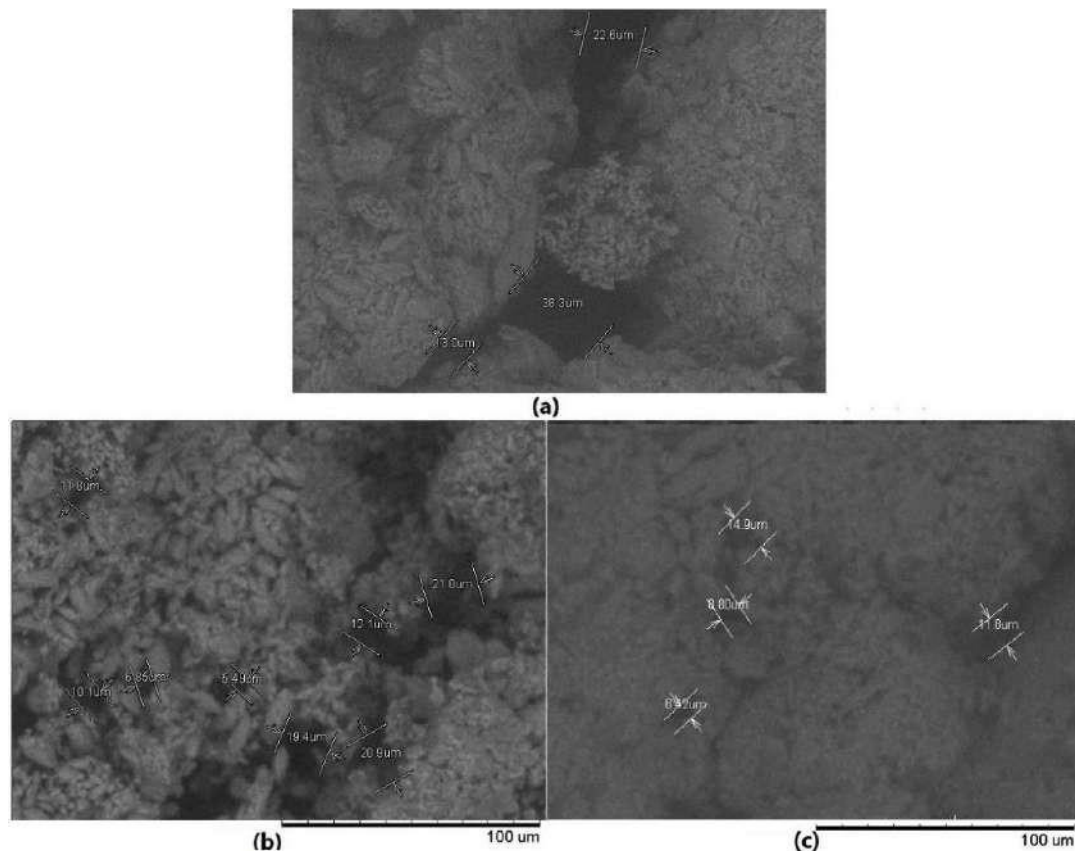


Figure 2.9: Microscopie électronique à balayage, (a)Tuf, (b) Tuf+20% AR, (c) Tuf+30% AR [9]

2.3.2. Influence sur les propriétés mécaniques et hydriques des BTC

Cette étude examine les caractéristiques mécaniques et hydrauliques du stabilisateur. Pour ce faire, trois types de stabilisateurs ont été utilisés : pouzzolane naturelle, fumée de silice et argile fine, appliqués à différents pourcentages.

2.3.2.1 Résistance à la compression

La figure 2.10 présente les résultats des résistances à la compression à 28 jours. Les observations suivantes peuvent être formulées :

L'incorporation de stabilisants à différentes teneurs a entraîné une amélioration significative de la résistance à la compression des échantillons étudiés. En particulier, l'ajout de fumée de silice et de pouzzolane a permis une augmentation modérée de cette résistance. Toutefois, il a été observé qu'un taux d'incorporation de 8 % était suffisant

pour atteindre la valeur seuil de 2 MPa imposée par la norme en vigueur. Par ailleurs, l'ajout d'argile s'est révélé plus efficace en termes d'amélioration de la résistance à la compression par rapport aux ajouts de pouzzolane et de fumée de silice, confirmant ainsi son rôle potentiel en tant qu'agent stabilisant dans les formulations étudiées [9].

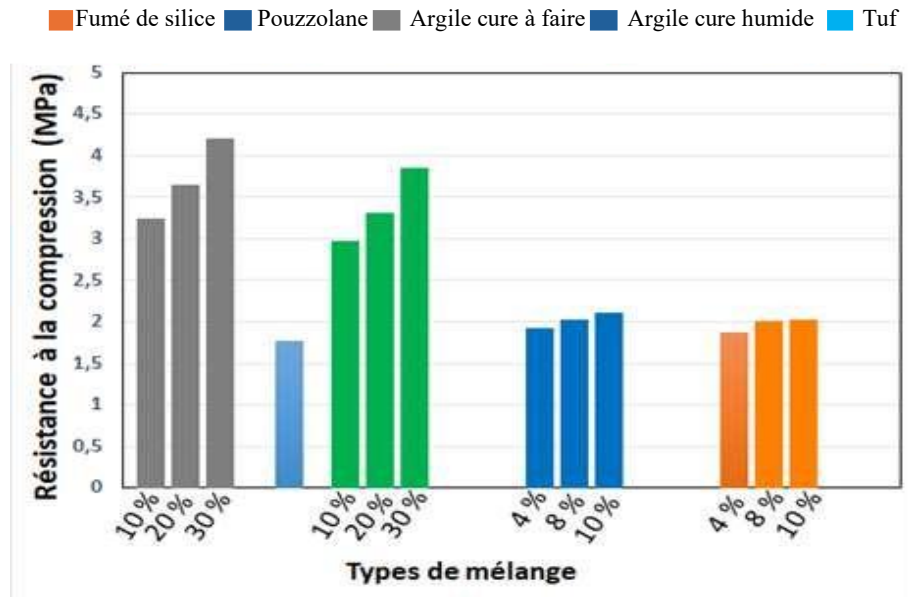


Figure 2.10: Résistance à la compression à 28 jours [9]

2.3.2.2 Comportement hydrique du matériau stabilisé

La figure 2.11 présente le coefficient d'absorption par capillarité pour l'ensemble des mélanges. L'analyse comparative des diagrammes en bâtonnets permet de constater que :

Selon la norme XP P13-901 sur les briques de terre comprimée, il y a deux types de capillarité : faible et peu capillaire. Les briques peu capillaires sont celles faites avec du tuf et de la pouzzolane ou de la fumée de silice. Les autres formulations sont classées parmi les briques faiblement capillaires, avec un coefficient d'absorption inférieur à $20 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{s}^{-1/2}$ [9].

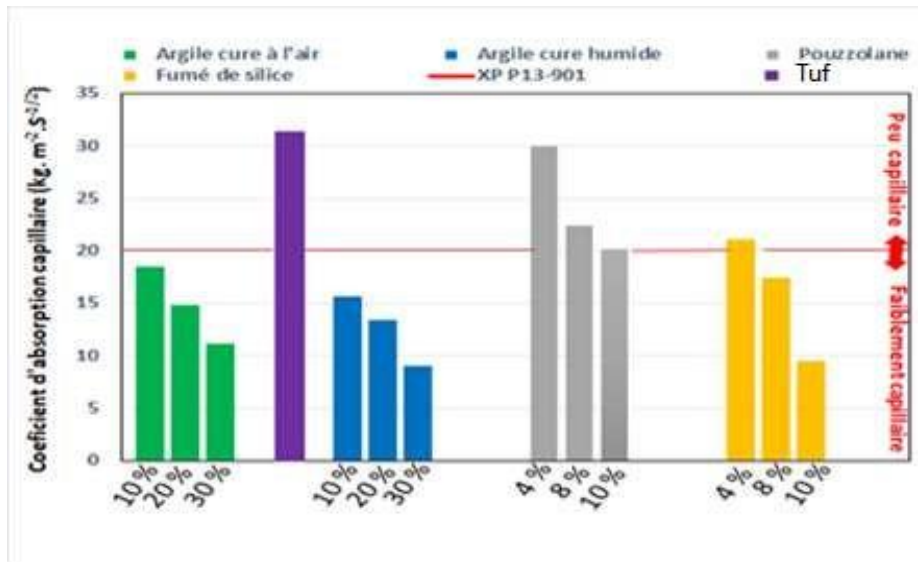


Figure 2.11: coefficient d'absorption par capillarité [9]

2.4. Stabilisation du tuf par éco-liant : apport de la poudre de caroube

2.4.1. Résultats expérimentaux obtenus précédemment avec diverses proportions de poudre de caroube

2.4.1.1. Résistance à la Compression

Les données indiquent que l'intégration de 2,5% de poudre de caroube renforce la résistance des briques, atteignant jusqu'à 5,3 MPa. Plus on en ajoute, moins c'est durable.

Cela démontre que 2,5% constitue la quantité appropriée [38]. **Figure 2.12**

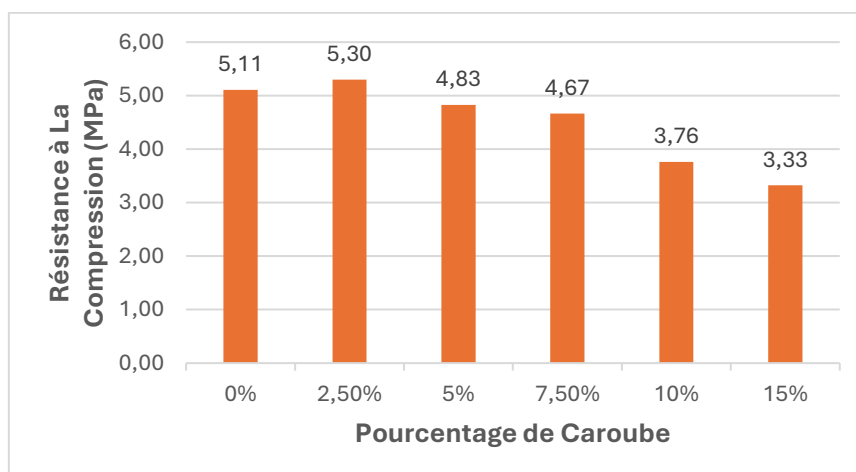


Figure 2.12: Résistance à La Compression En Fonction Du Pourcentage De Caroube [38]

2.4.1.2. Résistance à l'abrasion

Les briques non stabilisées (0 % de caroube) montrent un indice d'abrasion de 0,58 g/cm², ce qui indique une faible résistance à l'abrasion. La poudre de caroube fait baisser ce chiffre. À 7,5 %, il est de 0,28 g/cm², et à 2,5 %, il est le plus bas (0,28 g/cm²). Mais si on en met plus (10 % ou 15 %), ça augmente beaucoup le coefficient d'abrasion, ce qui montre que la résistance à l'abrasion baisse [38]. **Figure 2.13, Figure 2.14**

L'essai d'abrasion a montré que la poudre de caroube (jusqu'à 7,5 %) rend les briques de terre comprimée plus résistantes à l'usure. Mais si on en met plus (10 % ou 15 %), ça abîme plus vite [38].

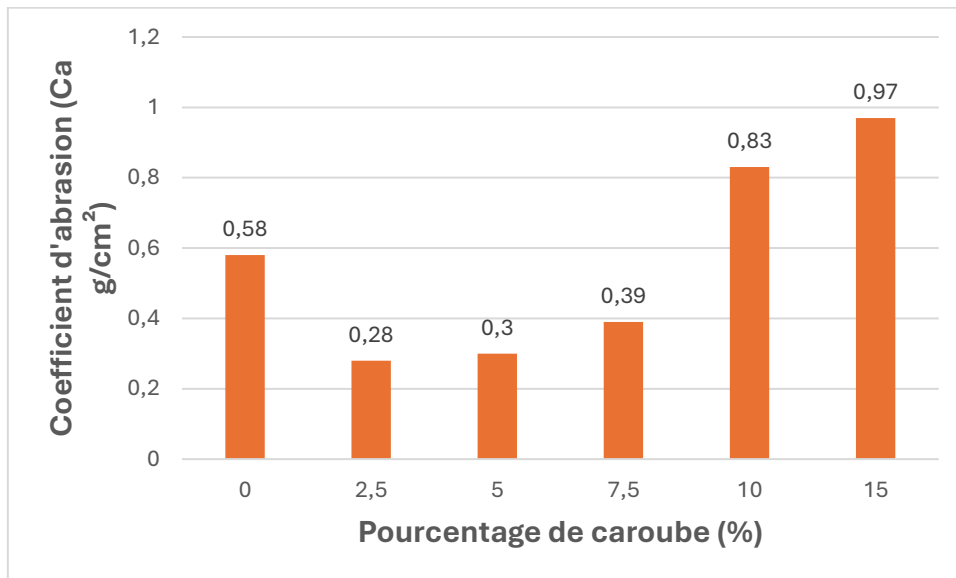


Figure 2.13: Coefficient de l'abrasion en fonction du pourcentage de Caroube [38]

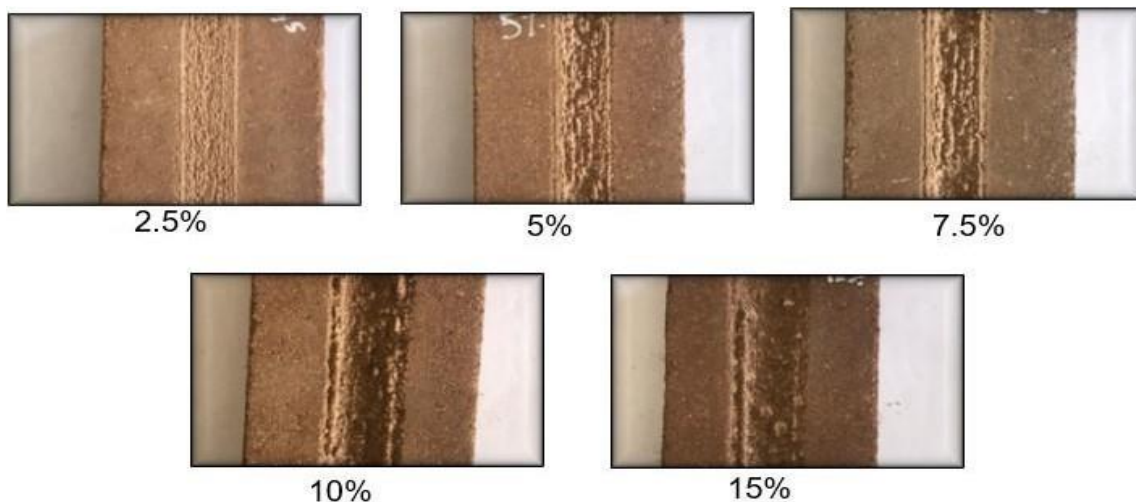


Figure 2.14 : état des briques après l'essai d'abrasion [38]

2.4.2. Identification des limites observées en matière de durabilité hydrique

2.4.2.1. Résistance à l'immersion

Les essais ont révélé que la brique non stabilisée (0 % de poudre de caroube) subit une perte de masse significative, comprise entre 9,59 % et 10,44 %, ce qui témoigne de sa faible résistance à l'humidité. L'incorporation de 2,5 % de poudre de caroube entraîne une réduction notable de cette perte, atteignant des valeurs comprises entre 2,09 % et 2,13 %, indiquant ainsi une amélioration marquée de la résistance à l'eau. Toutefois, une augmentation de la teneur en poudre de caroube à 10 % et 15 % engendre une hausse significative de la perte de masse, traduisant une détérioration de la résistance de la brique à l'humidité [38]. **Figure 2.15**

La poudre de caroube a des propriétés qui permettent de comprendre ces résultats. Elle absorbe l'eau et forme des substances visqueuses. Dans les briques, elle agit comme un liant qui rend la structure plus solide et réduit la porosité, ce qui améliore la résistance à l'eau et réduit la perte de masse lors de l'exposition à l'humidité. Mais si elle est trop concentrée, elle peut rendre le mélange moins résistant à l'eau [38].

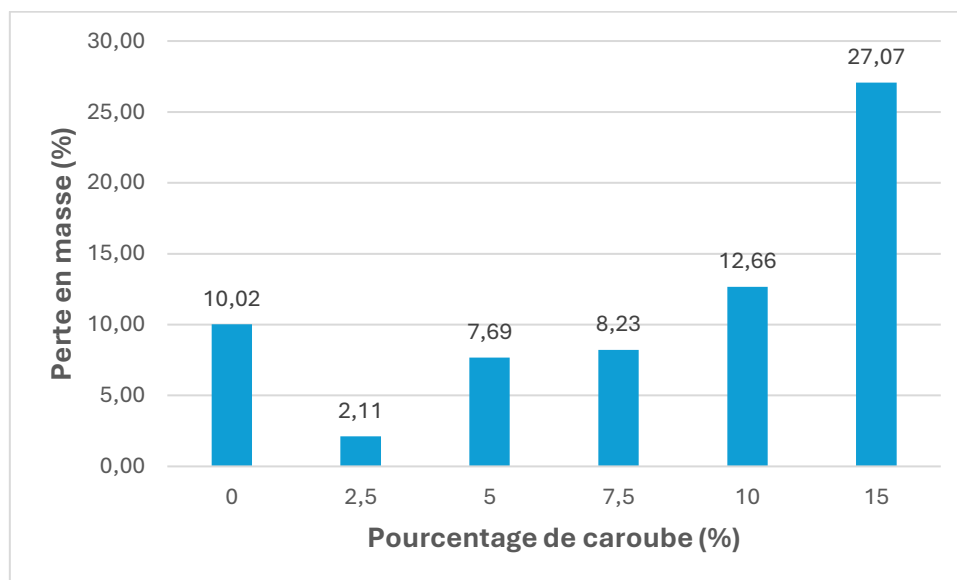


Figure 2.15: pourcentage de la perte de masse en fonction du Pourcentage de Caroube [38]

La figure 2.16 montre l'état des briques après les avoir mises dans l'eau. Les briques comprimées avec 2,5 % de poudre de caroube montrent des changements légers ou même pas de changement du tout. Cela montre que la résistance à l'humidité est

meilleure. En revanche, les briques non stabilisées et celles avec 10 % et 15 % de poudre de caroube se dégradent beaucoup. Cela montre qu'elles résistent peu à l'eau [38].



Figure 2.16: état des briques après l'essai de tenue à l'eau par immersion [38]

Ces observations mettent en évidence que l'incorporation d'une faible quantité de poudre de caroube (2,5 %) améliore la résistance à l'humidité des briques comprimées, tandis que des proportions plus importantes (10 % et 15 %) réduisent à cette même résistance. Ainsi, identifier le taux idéal de stabilisant est crucial pour garantir la pérennité des briques dans des conditions humides [38].

2.5. Conclusion

Après avoir étudié ce qui a été fait avant sur la façon d'utiliser le tuf de Beni Saf pour faire des briques de terre compressée, on peut dire ce qu'on peut faire comme recherches. Les caractéristiques du tuf, comme sa composition minérale et physique, sont bonnes pour fabriquer des briques.

Les traitements avec des minéraux comme la silice ont amélioré les propriétés mécaniques et hydriques des briques. Mais ces effets varient selon la méthode. L'utilisation de la poudre de caroube comme éco-liant donne aussi de bons résultats, mais il reste des défis, surtout pour la durabilité hydrique de ces matériaux.

Il faut chercher les meilleures solutions. Par exemple, les briques de terre sont sensibles à l'humidité. Il faut donc trouver des techniques pour améliorer ça, comme utiliser des mélanges de stabilisants ou changer les proportions des matériaux. Les prochains chapitres vont donc parler de l'amélioration des propriétés mécaniques et hydriques des BTC fabriquées à partir de tu

Chapitre 3

Étude expérimentale des BTC
à base de tuf modifiée par
poudre de caroube et activées
par NaOH

Chapitre 3 : Étude expérimentale des BTC à base de tuf modifiée par poudre de caroube et activées par NaOH

3.1. Introduction

Faisant suite à l'état de l'art (Chapitre 1) et à l'étude préalable du tuf de Beni Saf (Chapitre 2), ce troisième chapitre expose la démarche expérimentale. Il vise à optimiser les briques de terre comprimée (BTC) issues de ce tuf par une activation alcaline à l'hydroxyde de sodium (NaOH), en intégrant un taux fixe de 2.5% de poudre de caroube, dosage reconnu pour son apport positif.

L'enjeu principal est d'amplifier les bénéfices de l'activation alcaline sur les BTC tout en préservant l'intégrité de la caroube. Ce chapitre investigate donc si différentes concentrations de NaOH (1 mol et 8 mol) et des protocoles d'incorporation variés (simultané ou séquentiel avec repos de 2h/6h) modulent différemment la synergie tuf-caroube-NaOH. L'hypothèse centrale est qu'un protocole séquentiel, retardant l'ajout de caroube après la réaction initiale tuf-NaOH, maximisera les performances mécaniques et hydriques en protégeant l'additif organique.

Ce chapitre détaille ainsi les matériaux et la méthodologie, puis présente l'analyse des résultats des essais normalisés (compression, abrasion, immersion, capillarité). Cette évaluation permettra de répondre à la question posée, de statuer sur l'hypothèse et d'identifier la formulation optimale des BTC."

3.2. Matériaux et protocoles expérimentaux

Afin d'assurer la reproductibilité des résultats et la fiabilité des résultats, cette section expose avec précision la nature et les propriétés des matériaux utilisés dans cette investigation. Elle détaille également l'ensemble des protocoles expérimentaux suivis, depuis la préparation des matières premières jusqu'aux essais de caractérisation mécanique et hydrique des briques de terre comprimée.

3.2.1. Caractéristiques des matériaux utilisés

La compréhension des performances finales des briques de terre comprimée requiert une connaissance approfondie des matières premières. Leurs caractéristiques respectives sont donc décrites ci-après.

3.2.1.1. Tuf avec Poudre de Caroube

Le tuf et la poudre de caroube ayant été préalablement étudiés individuellement, cette section se focalise sur le matériau composite 'tuf + caroube'. Un dosage fixe de 2.5% de poudre de caroube est adopté, son efficacité ayant été mise en évidence par des travaux antérieurs menés au sein du laboratoire EOLE (Hamzaoui & Khelifi, 2024). L'incorporation de cet additif organique est connue pour modifier la plasticité et le comportement hydrique du sol support ; ainsi, ce mélange est considéré comme un nouveau matériau de base. Sa caractérisation géotechnique initiale (essais Proctor normal et limites d'Atterberg) est donc présentée ci-après, avant d'évaluer l'impact des traitements au NaOH.

a) Essai de Proctor

L'essai a été réalisé conformément à la norme NF P 94-093, dans le but de déterminer la densité sèche maximale du matériau composite (matrice tuf + 2,5 % caroube) soumis à un compactage standard. À cet effet, la méthode de Proctor standard a été employée, permettant d'évaluer les caractéristiques de compactage de matériau à une énergie donnée.



Figure 3.1 : Essai de compactage Proctor

Les résultats de l'essai de compactage dynamique Proctor normal sont illustrés à la figure 3.2.

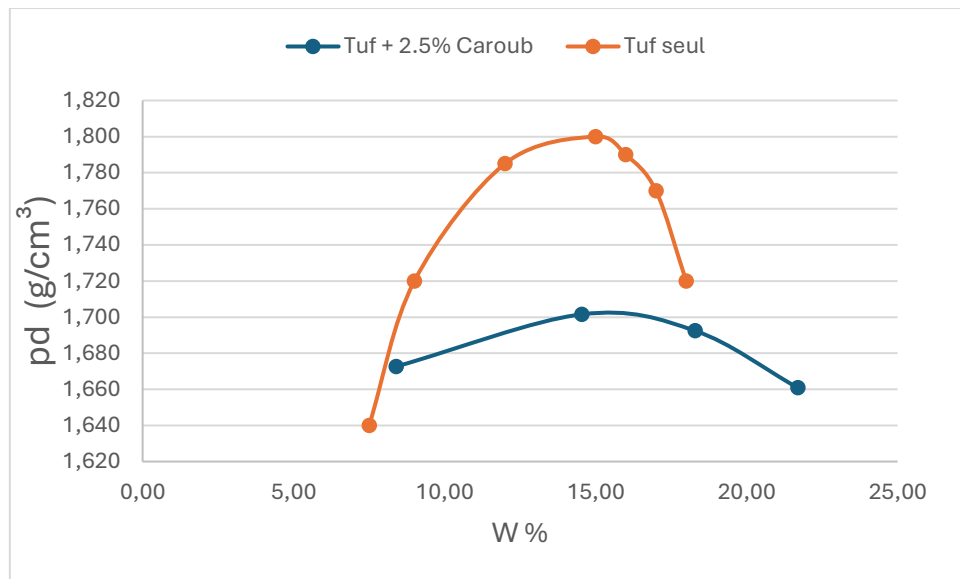


Figure 3.2 : Courbe de compactage Proctor standard de Tuf + Caroub

Selon les résultats de l'essai Proctor standard, la teneur en eau optimale est fixée à 15 %, avec une masse volumique maximale de 1,702 g/cm³.

L'ajout de 2.5% de poudre de caroube, en raison de sa plus faible densité et de sa forte capacité d'absorption d'eau, devrait logiquement conduire à une masse volumique maximale Proctor légèrement inférieure pour le composite "tuf + caroube" (1,7 g/cm³) par rapport au tuf seul (1,8 g/cm³), soit une différence de 0,1 g/cm³. Et à une teneur en eau optimale élevée.

b) Essai de limites d'Atterberg

Les limites d'Atterberg pour le matériau composite 'tuf + 2.5% caroube' ont été déterminées conformément à la norme NF P 94-051. La méthode expérimentale employée est illustrée en Figure 3.3, et le diagramme de la limite de liquidité (WL) est présenté en Figure 3.4. Les valeurs obtenues pour ce composite sont :

Limite de Liquidité (WL) : 36 %

Indice de Plasticité (IP) : 25 %

Limite de Plasticité (WP), calculée par différence (WL - IP), est de 10 %.

La figure 3.5 illustre la méthode de détermination des limites d'Atterberg



Figure 3.4: Essai de limites d'Atterberg

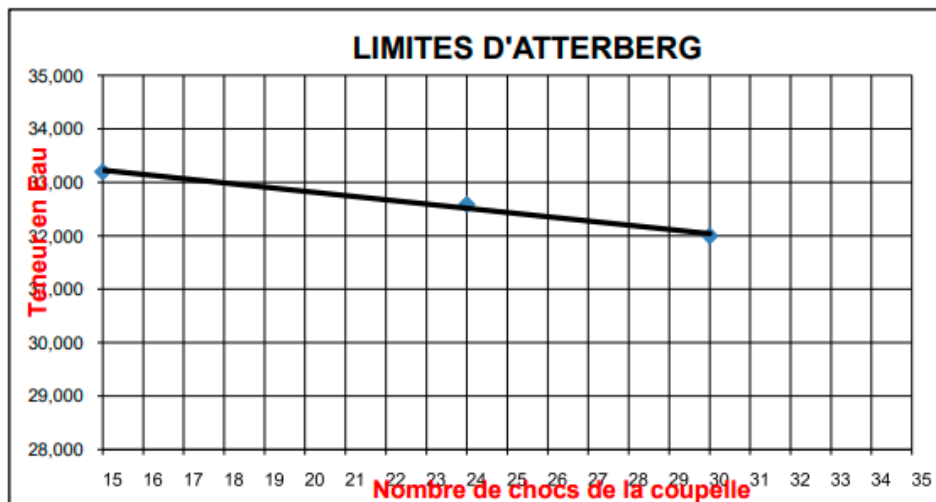


Figure 3.5 : Diagramme de la limite de liquidité de Tuf (WL) [77]

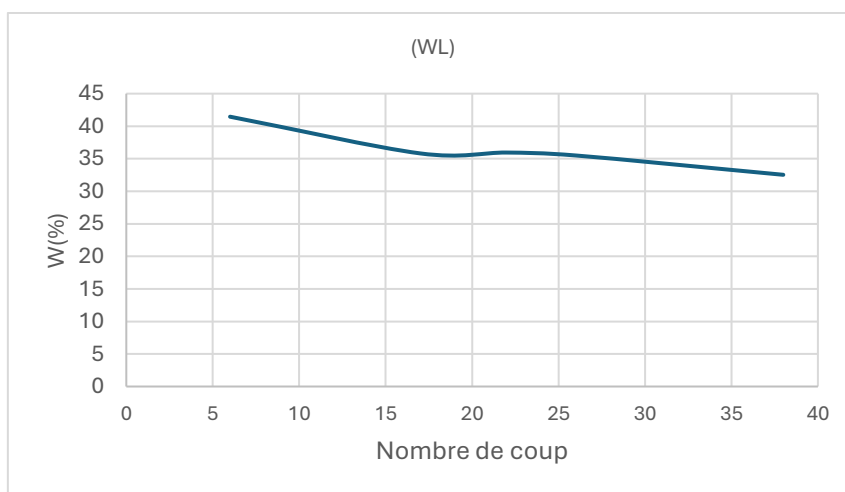


Figure 3.6 : Diagramme de la limite de liquidité de Tuf + Caroub (WL)

L'ajout de 2,5 % de poudre de caroube conduit à une augmentation des limites d'Atterberg : la limite de liquidité (WL) passe de 32,5 % pour le tuf seul à 35 % pour le mélange tuf + caroube, traduisant ainsi une légère élévation des états liquide et plastique du matériau.

3.2.1.2. Hydroxyde de Sodium NaOH

L'hydroxyde de sodium, de formule chimique NaOH, est une base et un alcali très caustique, composé ionique formé d'un cation sodium (Na^+) et d'un anion hydroxyde (OH^-). Couramment appelé soude caustique, ce corps solide blanc est extrêmement hygroscopique et très soluble dans l'eau, avec un fort dégagement de chaleur lors de la dissolution. Sa production industrielle repose principalement sur le procédé d'électrolyse de la saumure (solution aqueuse de chlorure de sodium), qui permet également la co-production de chlore (Cl_2) et d'hydrogène (H_2) [11][12][13]. Figure 3.7



Figure 3.7 : hydroxyde de sodium utilisé dans notre étude (NaOH)

Les caractéristiques chimiques de l'hydroxyde de sodium (NaOH) sont présentées dans le **tableau 3.1**.

Tableau 3.1: caractéristiques chimiques de l'hydroxyde de sodium (NaOH)

Masse molaire	40 g.mol ⁻¹
Température d'ébullition	1390°C
Température de fusion	318°C

Tension de vapeur	0,13 kPa à 739°C 2,67 kPa à 953°C 13,3 kPa à 1 111°C 53,3 kPa à 1 286°C
Densité	2,13
Solubilité dans l'eau (20°C)	109 g/100 ml
VME	2 mg/m ³
PEL (TWA)	2 mg/m ³

Le monohydrate cristallise dans le système orthorhombique, groupe spatial **Pbca**, avec des paramètres de maille **a = 1,1825 nm**, **b = 0,6213 nm**, et **c = 0,6069 nm**. Sa structure est organisée en **couches**, similaires à celles de l'hydrargillite, où chaque atome de sodium est **coordonné à six atomes d'oxygène** : trois provenant d'anions hydroxyles (HO⁻) et trois de molécules d'eau. Les **liaisons hydrogène**, notamment entre les hydroxyles et les molécules d'eau, assurent la **cohésion intra- et inter-couche**, conférant à l'ensemble une structure cristalline stable. [14].

3.2.2. Protocole et méthodologie d'essais

3.2.2.1. Protocole expérimental

Cette section détaille la conception des différents groupes expérimentaux et la méthodologie générale de préparation des éprouvettes. Pour chaque groupe expérimental défini (voir Tableau 3.2), un total de (104) éprouvettes a été confectionné, incluant (78) échantillons de forme cylindrique (destinés principalement aux essais de compression et de remontée capillaire) et (26) échantillons de forme prismatique (utilisés pour les essais d'abrasion, d'immersion et certains essais de compression). Tous les mélanges ont pour base le tuf de Beni Saf, avec un ajout systématique de 2.5% de poudre de caroube, et ont été soumis à une activation alcaline par une solution d'hydroxyde de sodium selon les modalités spécifiques à chaque série. Le Tableau 3.2

ci-dessous récapitule les différentes séries d'échantillons élaborées et la finalité de chacune.

Tableau 3.2 : les méthodes utilisées pour la fabrication des échantillons

Groupe	Composition	Paramètre investigué	Nombre des échantillons
Groupe H	2.5% Caroube + 0% NaOH (Malaxage manuel 10 min)	Reference sans géopolymère	P : 0 C : 8
Activation alcaline faible (NaOH à 1 mol)			
Groupe T	0% Caroube + 2.5% NaOH (Malaxage manuel 10 min)	Performance du géopolymère pur	P : 12 C : 3
Groupe A	2.5% Caroube + 2.5% NaOH (Mélange standard malaxage manuel 10 min)	Voir si une dégradation de la caroube en présence de NaOH	P : 12 C : 4
Groupe B	2.5% Caroube + 2.5% NaOH (Protocole séquentiel light repos 2H + malaxage manuel 10 min)	Préservation de la caroube via ordre de mélange prolongé	P : 10 C : 3
Activation alcaline élevée (NaOH à 8 mol)			
Groupe R	0% Caroube + 16% NaOH (Malaxage manuel 10 min)	Performance du géopolymère pur	P : 12 C : 3
Groupe P	2.5% Caroube + 16% NaOH (Mélange standard malaxage manuel 10 min)	Voir si une dégradation de la caroube en présence de NaOH	P : 12 C : 3
Groupe S	2.5% Caroube + 16% NaOH (Protocole séquentiel light repos 6H + malaxage manuel 10 min)	Préservation de la caroube via ordre de mélange prolongé	P : 12 C : 3

La confection de l'ensemble de ces éprouvettes, quelle que soit leur série, a suivi un processus de préparation commun, détaillé ci-après :

Le processus initial inclut la déshumidification du tuf dans une étuve à une température de 105 °C. Figure 3.8



Figure 3.8 : mettre du Tuf dans l'étuve à 105°C

L'étape suivante consiste à tamiser le sol à l'aide d'un tamis de 2 mm, Figure 3.9



Figure 3.9 : tamisage de tuf avec un tamis de 2mm

Par la suite, une solution d'hydroxyde de sodium a été préparée selon deux concentrations distinctes, à savoir 2,5 % et 16 %, en procédant à un mélange manuel jusqu'à dissolution complète du soluté. Figure 3.10



Figure 3.10 : Préparation de solution d'hydroxyde de sodium

Après avoir tamisé et séché le tuf, ainsi que la préparation de la solution de NaOH, les quantités de tuf et de caroube nous avons pesé conformément aux indications du **tableau 3.3**.

Tableau 3.3 : Répartition des Quantités de Masse

Tuf	97.5%
Caroube	2.5%
Eau traitée avec NaOH	15%

Une fois les matériaux pesés, le mélange est réalisé avec précaution en incorporant progressivement l'eau, afin d'éviter la formation des grumeaux. L'opération de malaxage est poursuivie pendant 10 min afin d'assurer une homogénéisation optimale du mélange. **Figure 3.11**



Figure 3.11 : Le processus de mélange

À l'issue du processus de mélange, le matériau est enveloppé afin de limiter la déshumidification et de le protéger contre toute interaction avec des facteurs externes susceptibles d'altérer ses propriétés. Figure 12

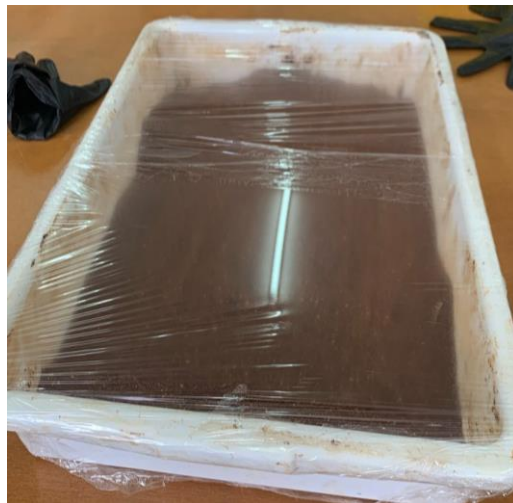


Figure 3.12 : Emballage du mélange

Les moules utiliser pour la confection des briques. Figure 3.13



(a)



(b)

Figure 3.13 : Les moules utiliser pour la confection des briques (a) moule pour brique prismatique (b) moule pour brique cylindrique

Nous avons utilisé une presse hydraulique pour fabriquer des briques d'une résistance maximale de 8 tonnes. Figure 3.14



Figure 3.14 : presse hydraulique

Une fois les échantillons préparés, ils sont enveloppés dans un film plastique et mis dans une étuve à une température de 40°C. Figure 3.15



Figure 3.15 : Séchage des éprouvettes dans une étuve à 40 °C

3.2.2.2. Méthodologie d'essais

Pour évaluer l'efficacité des différents protocoles de stabilisation et l'influence des paramètres étudiés sur la qualité des briques de terre comprimée (BTC), une série d'essais de caractérisation a été entreprise. Ces essais, menés conformément aux normes en vigueur ou à des méthodologies éprouvées, visent à quantifier les performances mécaniques clés ainsi que le comportement hydrique des échantillons confectionnés.

Après une phase de cure des éprouvettes en étuve à 40°C (comme illustré à la Figure 3.13 et décrit précédemment), les caractérisations ont été principalement effectuées à l'échéance de 28 jours. Des essais de résistance à la compression ont également été réalisés à 14 jours pour suivre l'évolution des performances. La gamme des essais conduits comprend :

- L'essai de compression simple : pour déterminer la résistance mécanique des BTC, critère essentiel de leur capacité portante.
- L'essai de front de remontée capillaire : pour évaluer l'absorption d'eau par capillarité, un indicateur important de la durabilité en milieu humide.

- L'essai d'abrasion : pour estimer la résistance superficielle à l'usure.
- L'essai d'immersion dans l'eau : pour apprécier la cohésion de la brique et sa tenue face à une exposition directe à l'eau.

Les méthodologies spécifiques appliquées pour chacun de ces essais sont détaillées dans les sous-sections qui suivent.

3.2.2.2.1. L'essai de compression

Cet essai est un élément clé pour déterminer la capacité des briques à supporter des charges sans se déformer, conformément à la norme NF XP P13-901 (AFNOR 2022), qui stipule que la résistance à la compression à sec de BTC doit être d'au moins 2 MPa.



Figure 3.16 : Machine d'essai de compression

$$R_C = \frac{F}{S}$$

RC : Résistance à la compression des éprouvettes cylindriques en (MPa).

F : Force maximal en (N).

S : La section en (mm²).

La résistance à la compression trouvée est calculée en moyenne sur deux tests faits sur les mêmes échantillons.

3.2.2.2.2. L'essai de front de remonté capillaire

L'essai d'absorption par capillarité a été réalisé selon la méthodologie adoptée par Mekaideche en 2021[76]. Pour ce faire, un échantillon cylindrique de 10 cm de hauteur est soumis à une absorption capillaire pendant une durée de 02 h. À l'issue de cette

période, l'échantillon est découpé en 5 disques de 2cm de hauteur, comme le montre la figure 3.17. La teneur en eau de chaque disque est ensuite déterminée, ce qui permet d'évaluer la répartition de l'humidité en fonction de la hauteur dans l'échantillon.



Figure 3.17 : Détermination du front de remonté capillaire

3.2.2.2.3. L'essai d'abrasion

Un essai a été réalisé afin d'évaluer la résistance de la surface des blocs à l'abrasion mécanique. Pour cela, une brosse métallique normalisée, conformément à la norme NF XP P13-901, est utilisée. L'essai consiste à broser la surface du bloc en appliquant une pression verticale constante de 3 kg. Le mouvement de brossage est effectué à raison de allers-retours par seconde, pendant une durée totale d'une minute, soit un total de 60 allers-retours. Figure 3.18

$$C_a = \frac{m_0 - m_1}{L * l}$$

C_a : Coefficient d'abrasion en (g/cm²).

m_0 : Masse initiale de la brique.

m_1 : Masse après brossage.

L : Longueur de la face brossées du bloc.

l : Largeur de la brosse.

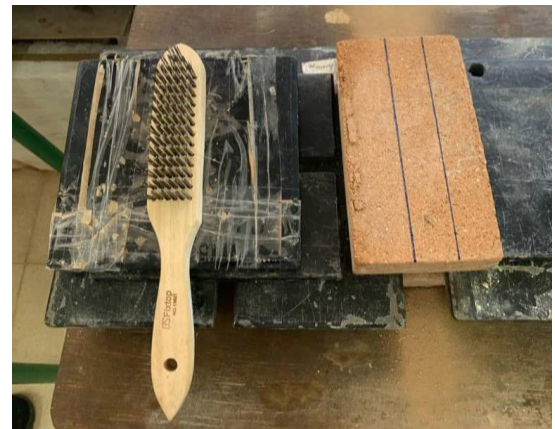


Figure 3.18 : Essai d'abrasion

3.2.2.2.4. L'essai de l'immersion à l'eau

L'essai de tenue à l'eau par immersion a été réalisé afin d'évaluer la résistance à l'humidité des briques de terre comprimée, conformément à la norme XP P13-901 (AFNOR, 2022). Il simule les conditions d'exposition à l'humidité rencontrés dans les régions à climat humide.

Cet essai consiste à immerger 10 cm de la brique verticalement dans de l'eau pendant 10 minutes pour mesurer sa perte de masse figure 3.19. La perte de masse est déterminée par le rapport entre la masse des résidus et la masse initiale de la brique selon l'équation suivante :

$$P = \frac{M_2 * 100}{M_0}$$

Avec :

P : la perte de masse en pourcentage %

M2 : la différence entre la masse de la brique séchée avant l'essai et après l'essai

M0 : la masse initiale de la brique avant l'essai

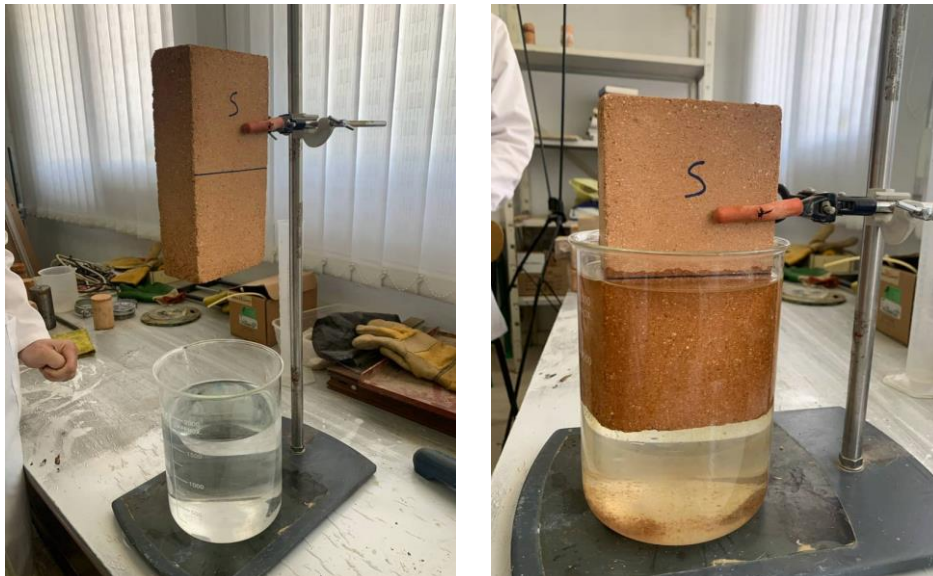


Figure 3.19 : Illustration de l'essai d'immersion

3.3. Résultats obtenus avec activation alcaline faible (NaOH à 1 mol)

Cette partie représente les performances des échantillons activés avec une solution faiblement alcaline (NaOH à 1 mol). Deux protocoles d'activation ont été appliqués : simultané et séquentiel. Les résultats sont analysés en termes de propriétés physiques et mécaniques, afin de mieux comprendre l'effet de chaque méthode d'activation dans le contexte d'une activation alcaline douce.

La figure 3.20 suivante montre la stabilisation de masse des briques de terre comprimée avec activation alcaline faible (NaOH à 1 mol).

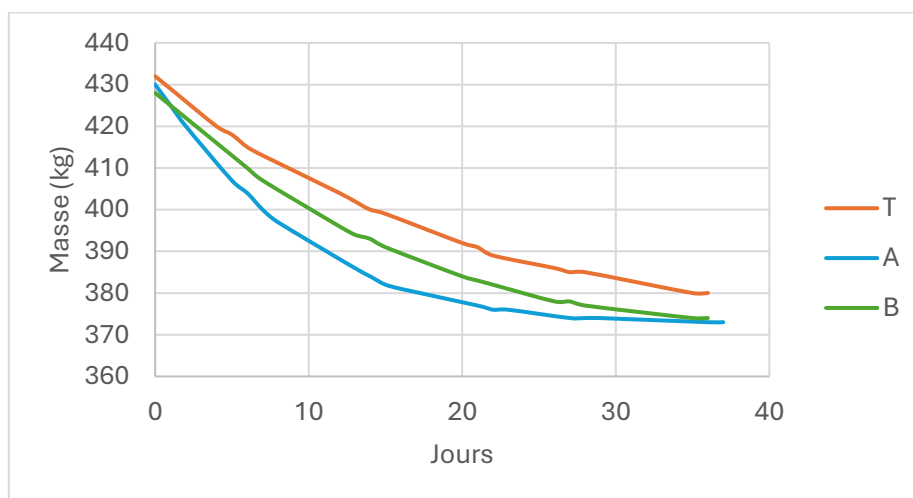


Figure 3.20 : Stabilisation massique des BTC par activation alcaline faible (NaOH 1 mol)

3.3.1. Résultats du groupe T : Protocole simultané (Tuf + NaOH 1 mol)

3.3.1.1. Essais de compression

Les essais de compression sur le Groupe T (Tuf + NaOH 1 mol) ont été réalisés sur des éprouvettes de formes cylindrique et prismatique.

Pour les éprouvettes cylindriques, les résistances à la compression (illustrées par la Figure 3.21) sont de 3,57 MPa à 14 jours et atteignent 4,41 MPa à 28 jours.

Concernant les éprouvettes prismatiques, une résistance moyenne à la compression de 5,9 MPa a été obtenue à 28 jours.

La Figure 3.22 présente un exemple typique de diagramme force-déplacement obtenu lors de ces essais obtenu lors des essais sur éprouvettes prismatiques.

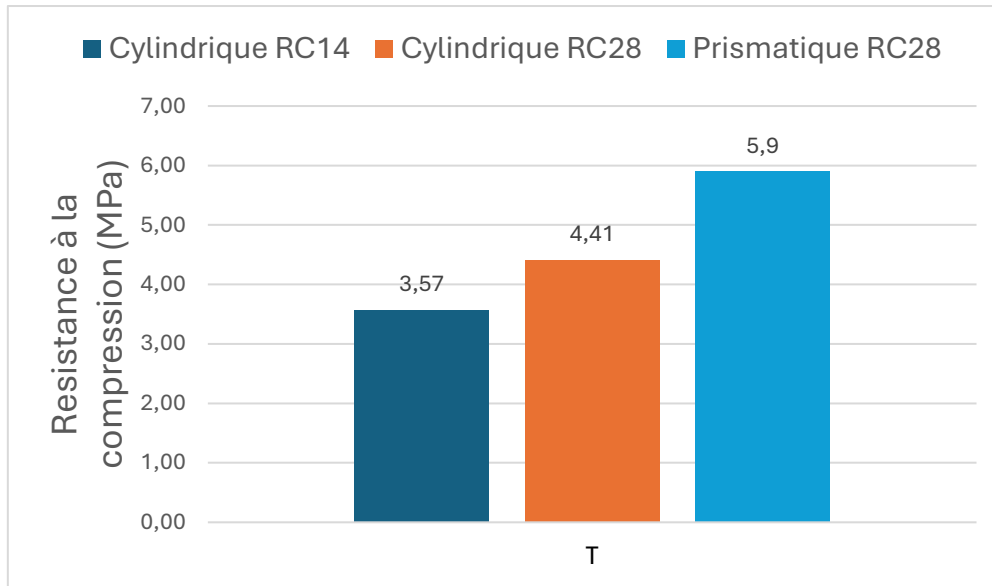


Figure 3.21 : Résistance à la compression du groupe T

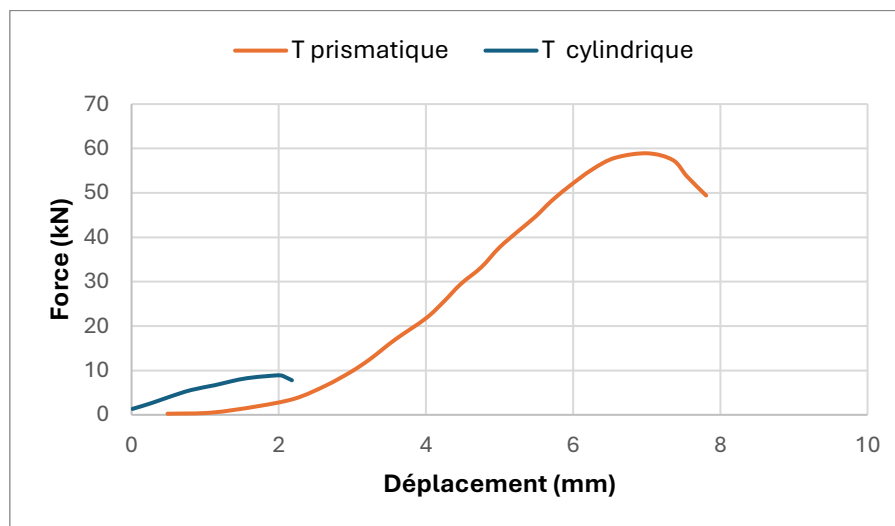


Figure 3.22 : Diagramme force-déplacement du groupe T

3.3.1.2. L'essai de front de remonté capillaire

La figure 3.23 illustre la répartition de la teneur en eau en fonction de la hauteur dans les échantillons du Groupe T de format cylindrique (Tuf + NaOH 1 mol), après 2 heures d'essai d'absorption par remontée capillaire. Les données indiquent une teneur en eau maximale à la base de l'échantillon, s'élevant à 8,67 % à 1 cm de hauteur, puis diminuant progressivement pour atteindre 7,00 % à 9 cm.

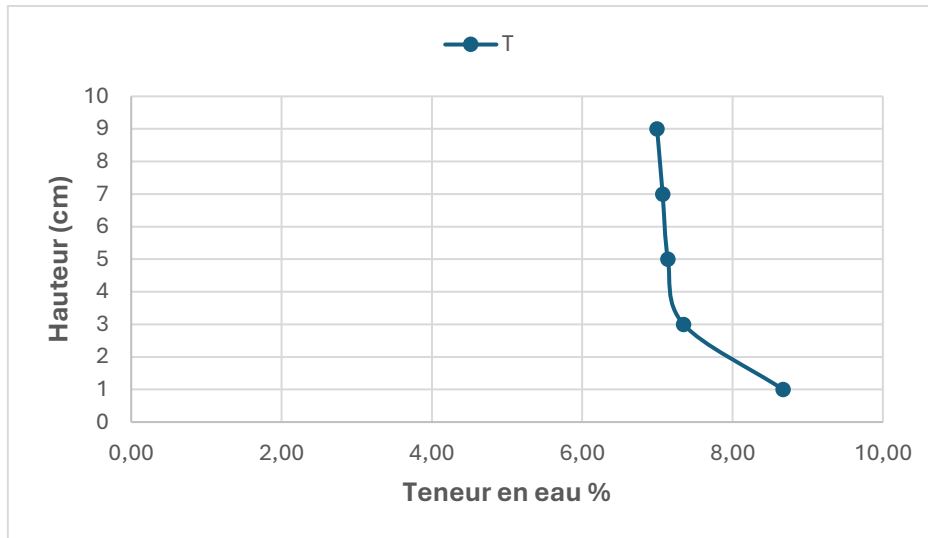


Figure 3.23 : Courbes de front capillaire du groupe T

La différence de teneur en eau entre la base et le sommet de la zone mouillée reste ainsi relativement limitée. L'état visuel de l'échantillon après l'essai est présenté en Figure 3.24.



Figure 3.24 : État de l'échantillon du groupe T après 2h

Ce comportement capillaire est directement lié à la microstructure spécifique du Groupe T (Tuf activé par NaOH 1 mol, sans caroube). La faible concentration de l'activateur (NaOH 1 mol) n'entraîne qu'une géopolymérisation partielle du tuf. En conséquence, la dissolution des précurseurs aluminosilicatés et la formation de gel géopolymère de type N-A-S-H sont limitées. Ce faible volume de gel est insuffisant pour densifier significativement la matrice ou pour obturer efficacement la porosité interconnectée héritée du tuf brut. Ainsi, les voies pour l'ascension capillaire de l'eau demeurent largement ouvertes, expliquant la remontée observée. Ce résultat est cohérent avec une

activation alcaline douce, qui ne confère pas encore une forte résistance à la pénétration hydrique, en l'absence d'autres agents modificateurs.

3.3.1.3. L'essai de l'immersion à l'eau

L'état des éprouvettes prismatique du Groupe T (Tuf + NaOH 1 mol) après l'essai d'immersion dans l'eau est illustré par la Figure 3.25. Ce groupe a enregistré une perte de masse significative de 10,92 %, ce qui témoigne d'une faible résistance à la dégradation par l'eau.

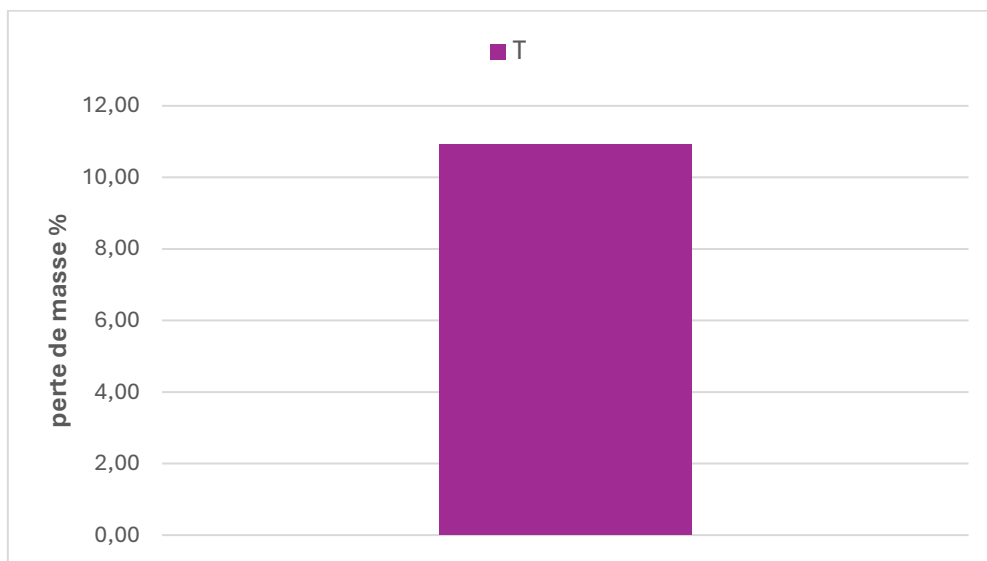


Figure 3.25 : pourcentage de la perte de masse du groupe T

Cette vulnérabilité hydrique prononcée s'explique principalement par l'inefficacité de la stabilisation obtenue avec une faible concentration de NaOH (1 mol) en l'absence de tout additif complémentaire, tel que la poudre de caroube. La géopolymérisation partielle induite par cette activation alcaline douce ne génère qu'une quantité limitée de gel géopolymère. Ce dernier ne suffit pas à former une matrice cimentaire suffisamment dense et cohésive pour lier solidement les particules de tuf entre elles et les protéger efficacement contre l'action désagrégante de l'eau. En conséquence, lors de l'immersion, les liaisons interparticulaires cèdent facilement, conduisant à la perte de matière observée.



Figure 3.26 : état de brique du groupe T après l'essai de tenue à l'eau par immersion.

3.3.1.4. L'essai d'abrasion

La Figure 3.27 montre l'aspect de l'éprouvette du Groupe T (Tuf + NaOH 1 mol) après avoir subi l'essai d'abrasion. Ce groupe a enregistré une perte de masse par abrasion de $0,73 \text{ g/cm}^2$. Une telle valeur classe l'échantillon comme "hors catégorie" au regard des exigences de la norme NF XP P13-901, indiquant une très faible résistance à l'usure superficielle et une inaptitude pour des applications exposées.



Figure 3.27 : état de brique du groupe T après l'essai d'abrasion

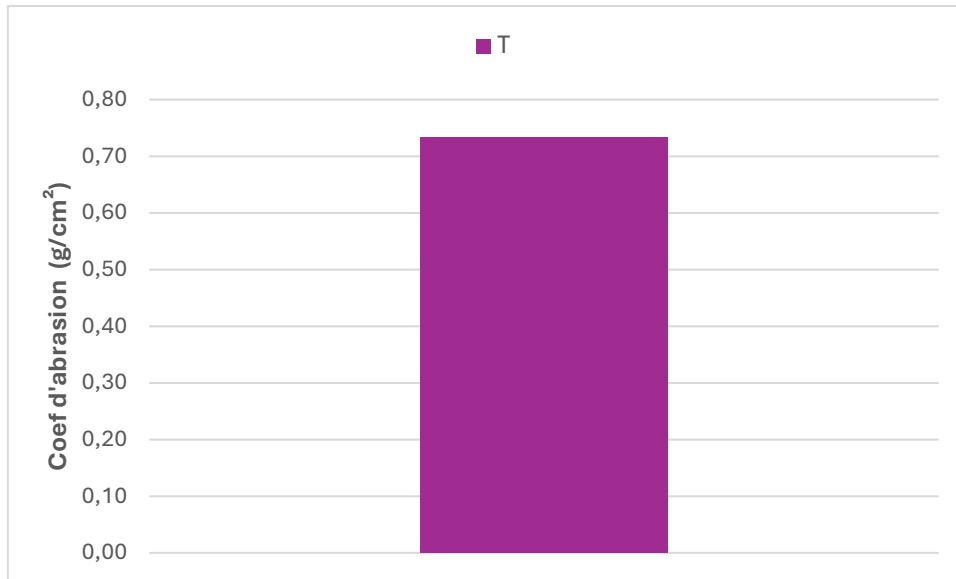


Figure 3.28 : coefficient de l'abrasion du groupe T

Cette performance médiocre est une conséquence directe de l'activation alcaline limitée au sein du Groupe T. La faible concentration de NaOH (1 mol), en l'absence de tout autre agent liant comme la poudre de caroube, conduit à une géopolymérisation partielle et insuffisante pour développer une matrice cimentaire robuste en surface. La quantité de gel géopolymère (N-A-S-H) formée est trop restreinte pour assurer une cimentation efficace des particules de tuf exposées. De ce fait, la cohésion superficielle de la brique est faible, et sa surface demeure friable, les grains se détachant aisément sous l'action mécanique de la brosse métallique. L'intégrité de la surface repose donc exclusivement sur ce réseau géopolymérique peu développé, expliquant cette faible résistance à l'abrasion."

3.3.2. Résultats du groupe A : Protocole simultané (Tuf + Caroube + NaOH)

Après avoir caractérisé le comportement du tuf activé uniquement par une solution de NaOH à 1 mol (Groupe T), cette section présente les résultats obtenus pour le Groupe A. Pour cette série, la poudre de caroube (à un taux fixe de 2.5%) a été incorporée simultanément au tuf et à la solution d'hydroxyde de sodium (NaOH à 1 mol). L'objectif principal est d'évaluer l'influence de cet ajout organique direct sur les propriétés finales des BTC et d'observer les éventuelles interactions ou dégradations de la caroube au contact de l'activateur alcalin durant le malaxage.

3.3.2.1. Essais de compression

Les essais de compression menés sur les éprouvettes du Groupe A (Tuf + Caroube + NaOH 1 mol, protocole simultané) ont donné les résultats suivants :

Pour les éprouvettes cylindriques, la résistance à la compression (Figure 3.29) a évolué de 2,38 MPa à 14 jours de cure à 4,17 MPa à 28 jours.

Les éprouvettes de forme prismatique ont présenté une résistance moyenne à la compression de 4,9 MPa à 28 jours.

La Figure 3.30 illustre un diagramme type force-déplacement enregistré lors de ces essais.

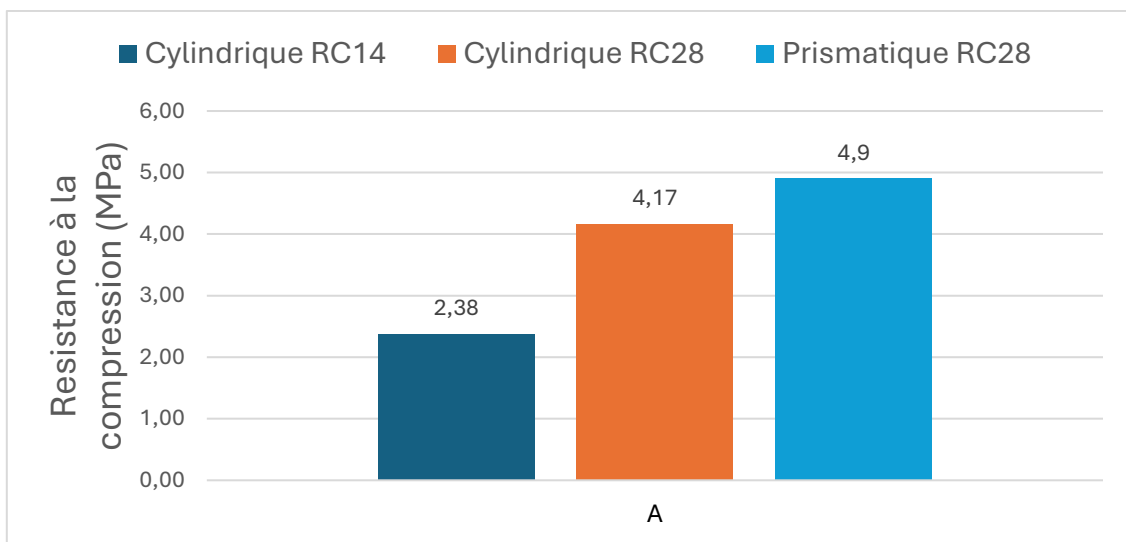


Figure 3.29 : Résistance à la compression du groupe A

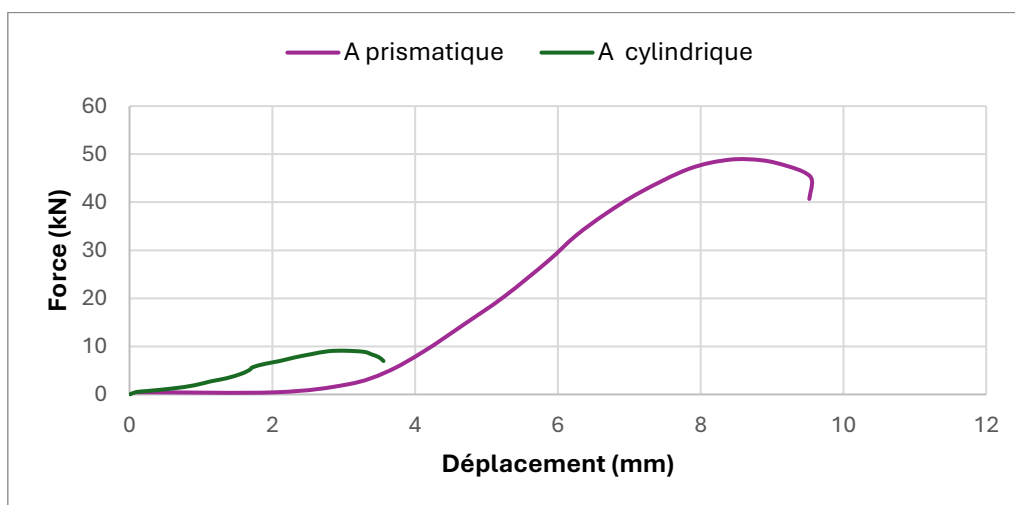


Figure 3.30 : Diagramme force-déplacement du groupe A

L'ajout simultané de caroube et de NaOH a permis une interaction homogène entre les composants. Le mucilage de caroube a pu jouer un rôle dans l'adhésion et la cohésion des particules de tuf, contribuant ainsi à une amélioration des propriétés mécaniques. Cependant, l'effet de la caroube reste limité par la faible concentration de NaOH utilisée, ce qui a probablement restreint l'activation maximale des matériaux aluminosilicatés présents dans le tuf. Ce résultat suggère qu'une optimisation de la concentration de l'activateur pourrait améliorer la résistance du matériau.

3.3.2.2. L'essai de front de remonté capillaire

La Figure 3.31 présente la répartition de la teneur en eau en fonction de la hauteur pour les échantillons du Groupe A (Tuf + Caroube + NaOH 1 mol, protocole simultané), après 2 heures d'essai d'absorption capillaire. Les données révèlent une absorption d'eau initiale très élevée à la base de l'échantillon, atteignant 13,9 % à 1 cm de hauteur, avant de diminuer rapidement pour se stabiliser autour de 2 % dans les couches supérieures (respectivement 3,4 % à 3 cm, 2,41 % à 5 cm, 1,989 % à 7 cm et 1,695 % à 9 cm). L'état de l'échantillon post-essai est visible sur la Figure 3.32.

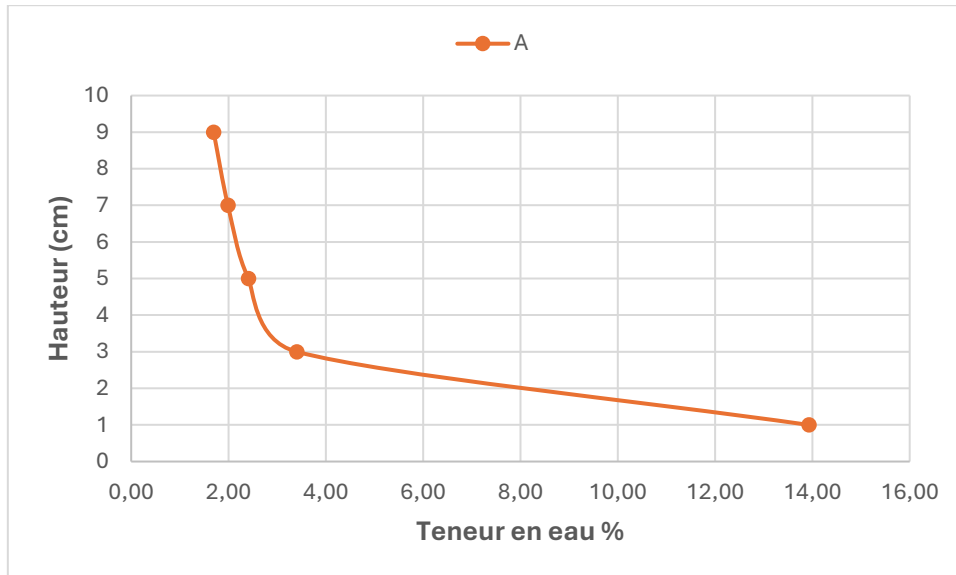


Figure 3.31 : Courbes de front capillaire du groupe



Figure 3.32 : État de l'échantillon du groupe A après 2h

Cette forte absorption d'eau initiale, particulièrement à la base, indique une porosité accessible importante et une faible résistance à la pénétration de l'eau pour le Groupe A. Ce comportement s'explique par plusieurs facteurs liés à la formulation et au protocole :

- La faible concentration de NaOH (1 mol) ne permet qu'une géopolymérisation limitée du tuf, résultant en une matrice minérale peu consolidée et intrinsèquement poreuse.
- Dans ce protocole simultané, la poudre de caroube est mise en contact direct avec la solution alcaline de NaOH en même temps que le tuf. Il est probable que cette exposition immédiate à un pH élevé ait pu altérer les propriétés gélifiantes et liantes des mucilages de la caroube, ou que la caroube ait interféré avec les premières étapes de la réaction de géopolymérisation. Ainsi, au lieu de contribuer à une réduction de la porosité ou à une amélioration de la cohésion, la caroube n'a pas pu exercer son rôle bénéfique potentiel dans ces conditions, et la structure globale est restée très perméable. Cette configuration conduit à une faible durabilité hydrique pour les BTC de ce groupe.

3.3.2.3. L'essai de l'immersion à l'eau

La Figure 3.33 illustre l'état des éprouvettes du Groupe A (Tuf + Caroube + NaOH 1 mol, protocole simultané) après l'essai d'immersion. Ce groupe a enregistré une perte de masse de 2,69 %.

Cette valeur de perte de masse, bien que non négligeable, est sensiblement inférieure à celle du Groupe T (activé au NaOH seul) (Figure 3.34). Cela indique que l'incorporation simultanée de poudre de caroube a conféré une certaine cohésion à la matrice, limitant la désintégration immédiate au contact de l'eau. Cet effet peut être attribué aux propriétés liantes naturelles des mucilages de la caroube qui, même en présence de NaOH à faible concentration, semblent avoir maintenu une certaine capacité à lier les particules de tuf en surface, au moins pour la durée de cet essai.



Figure 3.33: état de brique de group A après l'essai de tenue à l'eau par immersion.

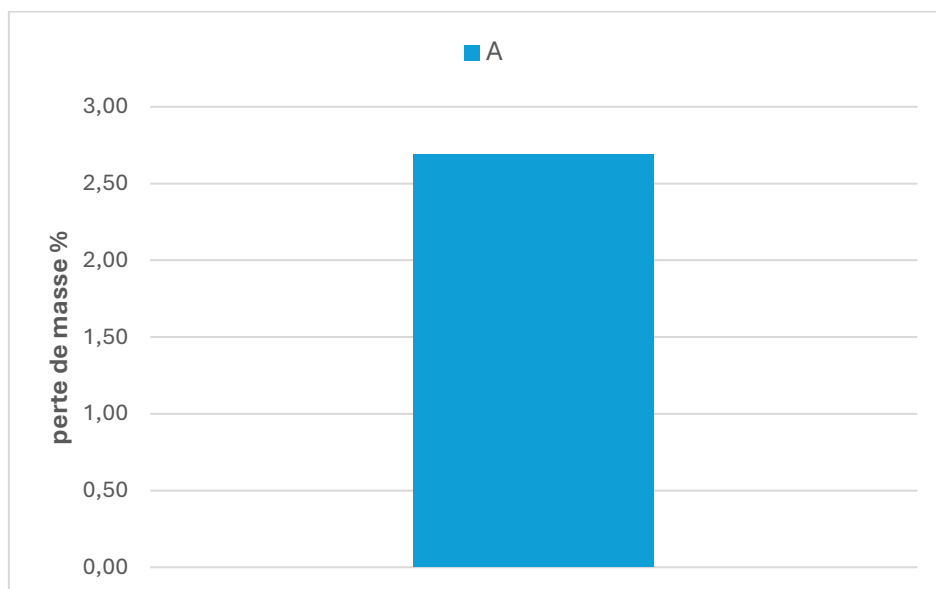


Figure 3.34 : pourcentage de la perte de masse de groupe A

Il est important de noter que cette résistance apparente à l'immersion contraste avec la forte capillarité observée précédemment pour ce même groupe (section 3.3.2.2), qui suggérait une porosité interne élevée. Ainsi, si la caroube dans ce protocole simultané

semble améliorer la tenue superficielle à court terme face à une agression hydrique directe, la faible consolidation de la matrice due à la géopolymérisation limitée (NaOH 1 mol) demeure une faiblesse structurelle quant à la résistance globale à l'eau sur le long terme. L'effet de la caroube est donc partiel et ne supprime pas la nécessité d'une matrice géopolymérique bien développée pour une durabilité hydrique optimale.

3.3.2.4. L'essai d'abrasion

La Figure 3.35 montre l'aspect de l'éprouvette du Groupe A (Tuf + Caroube + NaOH 1 mol, protocole simultané) après l'essai d'abrasion. Ce groupe a présenté une perte de masse par abrasion de 0,43 g/cm². Cette valeur permet de classer l'échantillon dans la catégorie Ab3 de la norme NF XP P13-901, ce qui correspond à une résistance à l'usure superficielle qualifiée de modérée, soit la performance minimale acceptable pour des briques de terre comprimée.



Figure 3.35 : état de brique de groupe A après l'essai d'abrasion

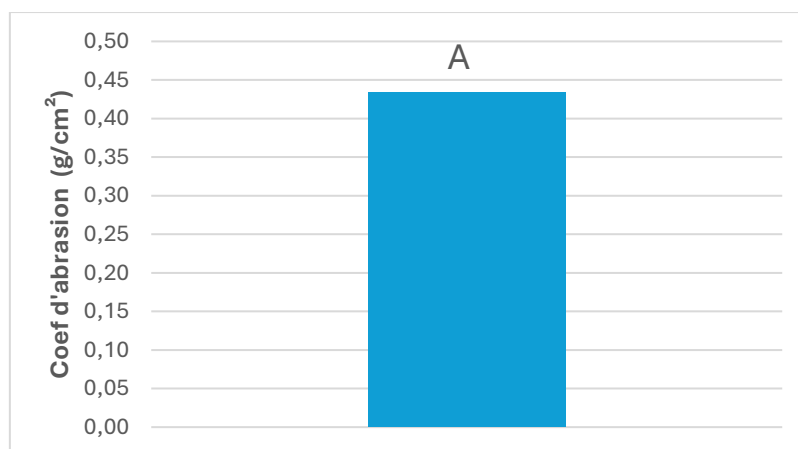


Figure 3.36 : pourcentage de la perte de masse du groupe A

Cette résistance modérée à l'abrasion, bien que supérieure à celle du Groupe T ("hors catégorie"), reste limitée. Elle s'explique par une cohésion superficielle améliorée par la présence de la poudre de caroube, dont les mucilages ont pu exercer un effet liant sur les particules de tuf en surface, même lors d'une incorporation simultanée avec la solution de NaOH (1 mol). Cependant, la géopolymérisation demeure partielle en raison de la faible concentration de l'activateur. Il ne se forme donc pas une matrice géopolymérique suffisamment dure et continue en surface pour offrir une haute résistance à l'usure. L'interaction directe de la caroube avec le NaOH lors du mélange a pu également limiter l'efficacité optimale de l'un ou l'autre des composants pour le développement d'une surface très résistante.

3.3.3. Résultats du groupe B : Protocole séquentiel (Tuf + NaOH, puis Caroube après 2h)

3.3.3.1. Essais de compression

Les essais de compression ont été conduits sur les éprouvettes du Groupe B (Tuf + NaOH 1 mol, puis Caroube après 2h, protocole séquentiel). Les résistances obtenues sont les suivantes :

Pour les éprouvettes de forme cylindrique, la résistance à la compression, illustrée par la Figure 3.31, a atteint 3,56 MPa à 14 jours et 4,32 MPa à 28 jours de cure.

Pour les éprouvettes prismatiques, la résistance moyenne à la compression s'est élevée à 5,2 MPa à 28 jours. [fig 3.37]

La Figure 3.38 présente un diagramme type force-déplacement caractéristique de ces essais.

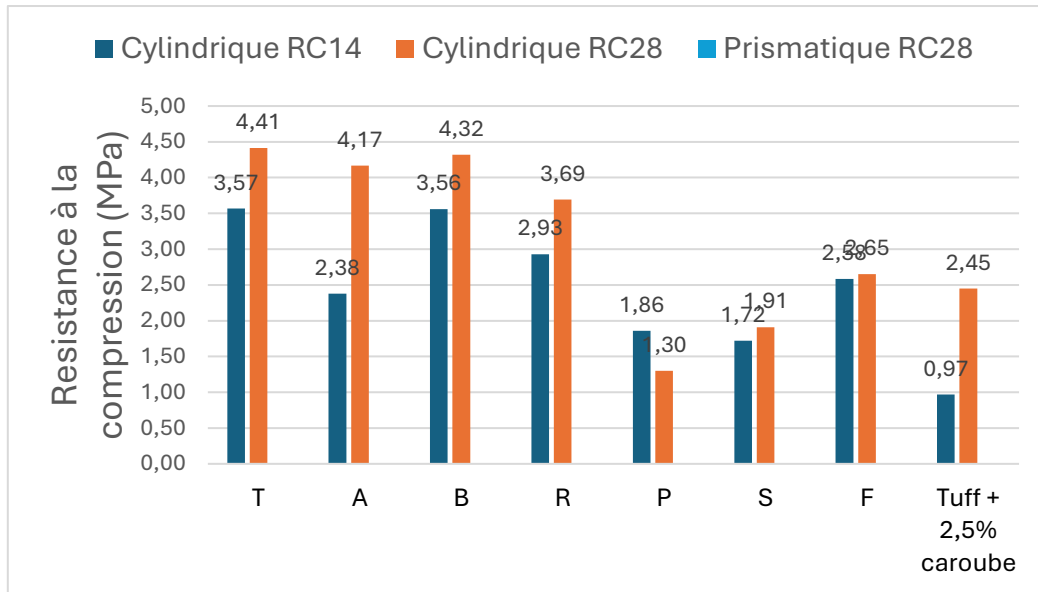


Figure 3.37 : Résistance à la compression du groupe B

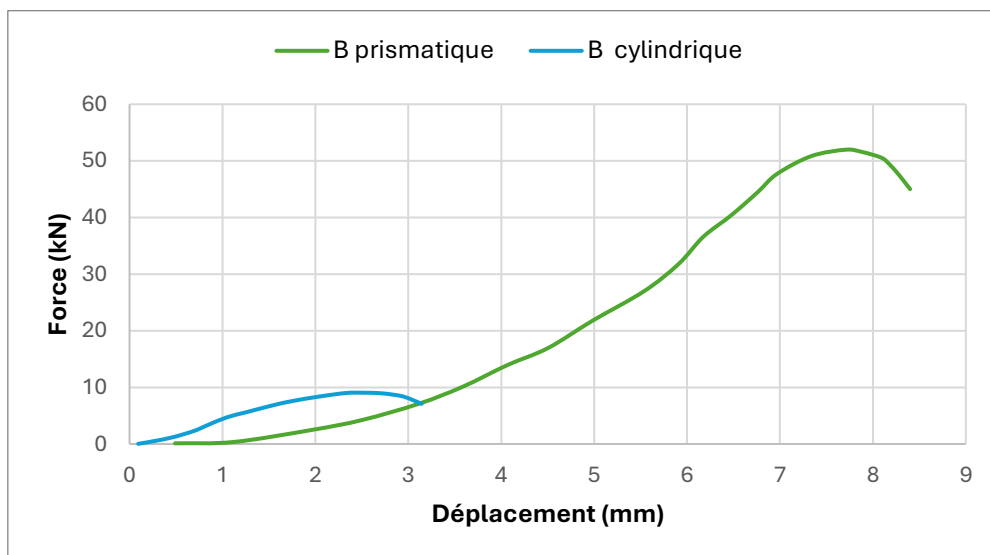


Figure 3.38 : Diagramme force-déplacement du groupe B

3.3.3.2. L'essai de front de remonté capillaire

La Figure 3.39 détaille la répartition de la teneur en eau en fonction de la hauteur pour les échantillons du Groupe B (Tuf + NaOH 1 mol, puis Caroube après 2h, protocole séquentiel), après 2 heures d'essai d'absorption capillaire.

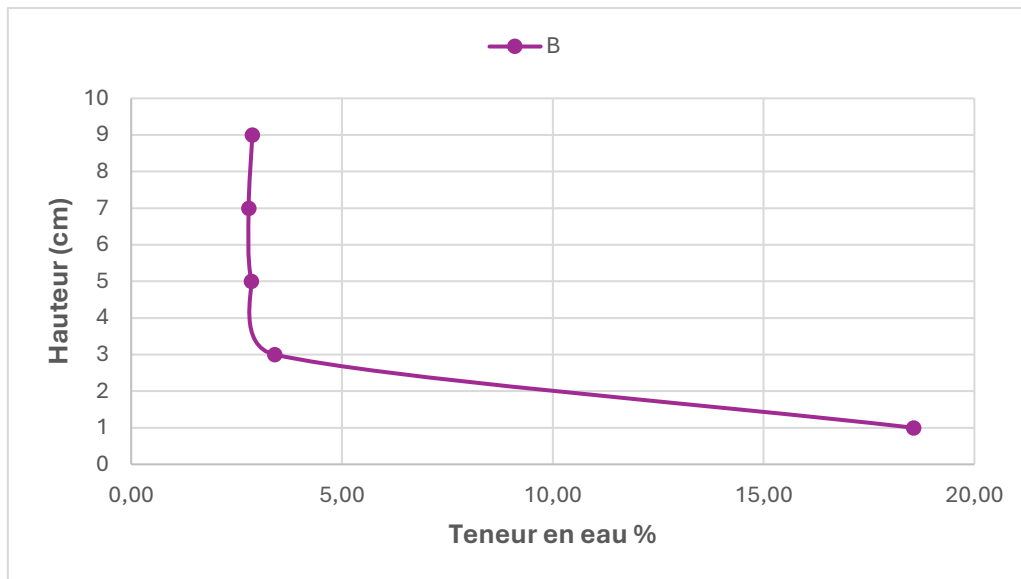


Figure 3.39: Courbes de front capillaire du groupe B

Une absorption d'eau particulièrement élevée est constatée à la base de l'échantillon, avec 18,56 % à 1 cm de hauteur. Cette teneur chute ensuite significativement à 3,40 % à 3 cm, puis se stabilise autour de 2,8 % pour les hauteurs supérieures (2,85 % à 5 cm, 2,79 % à 7 cm, et 2,87 % à 9 cm). L'état de l'échantillon après cet essai est visible sur la Figure 3.40.



Figure 3.40 : État de l'échantillon du groupe B après 2h

L'échantillon montre une absorption d'eau fortement croissante vers la base, atteignant 18,56 % à 1 cm, ce qui traduit une remontée capillaire très importante et une porosité significative. Ce comportement suggère que, malgré le protocole séquentiel visant à optimiser l'interaction des composants, la faible concentration de NaOH (1 mol) n'a permis qu'une géopolymérisation limitée de la matrice de tuf. Par conséquent, le réseau géopolymère formé est insuffisant pour réduire de manière drastique la porosité interconnectée du matériau. L'ajout de caroube après un délai de 2 heures n'a pas non plus conduit à un colmatage efficace des pores ou à une hydrophobation significative de la matrice dans ces conditions de faible activation. La structure demeure donc perméable, expliquant cette forte pénétration initiale de l'eau.

3.3.3.3. L'essai d'abrasion

La Figure 3.41 présente l'aspect de l'éprouvette du Groupe B (Tuf + NaOH 1 mol, puis Caroube après 2h, protocole séquentiel) après l'essai d'abrasion. Ce groupe a subi une perte de masse par abrasion de 0,57 g/cm². Cette valeur, supérieure au seuil de 0,50 g/cm², classe l'échantillon comme "Non Classé" (NC) ou "hors catégorie" selon la norme NF XP P13-901, ce qui indique une très faible résistance à l'usure superficielle, ne satisfaisant pas les exigences minimales pour les BTC.



Figure 3.41 : état de brique du groupe B après l'essai d'abrasion

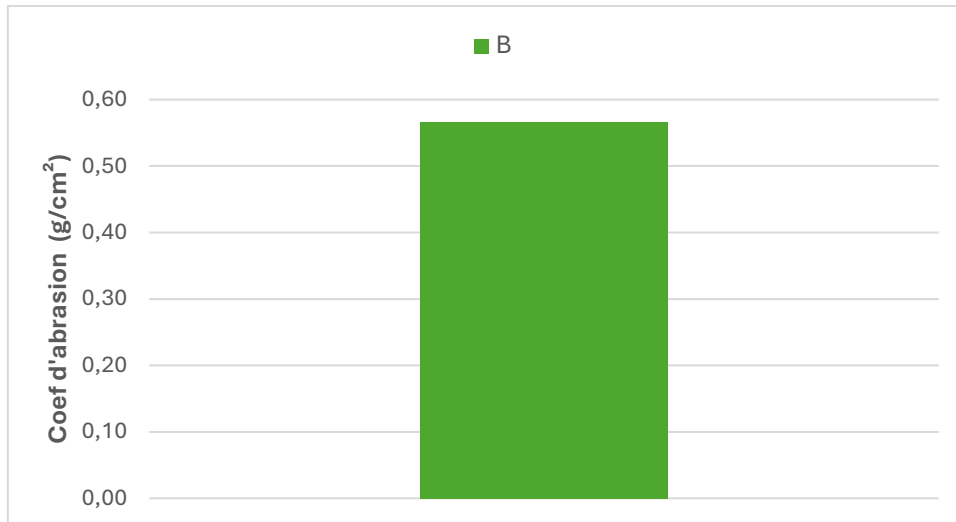


Figure 3.42: coefficient de l'abrasion du groupe B

Malgré l'application d'un protocole séquentiel – conçu pour permettre une activation initiale du tuf par la solution de NaOH (1 mol) pendant 2 heures avant l'introduction de la poudre de caroube, et ainsi potentiellement optimiser l'action de chaque composant – la résistance à l'abrasion de ce groupe demeure très insuffisante. L'explication réside vraisemblablement dans le fait que la géopolymérisation induite par une faible concentration de NaOH (1 mol) est trop limitée pour développer une matrice superficielle suffisamment dure et cohésive, même après le délai de réaction initial. Par conséquent, bien que la caroube ait pu être mieux préservée des réactions potentiellement négatives avec le NaOH et agir comme un liant secondaire, elle s'est incorporée à une surface minérale déjà intrinsèquement peu résistante et friable. La faible consolidation de la matrice géopolymérique primaire n'offre donc pas un support adéquat pour que l'effet liant de la caroube se traduise par une bonne tenue à l'abrasion.

3.3.4. Analyse comparative des résultats pour l'activation alcaline faible (NaOH 1 mol)

Cette section vise à comparer les performances des différentes formulations testées avec une faible concentration d'hydroxyde de sodium (1 mol) : le Groupe T (Tuf + NaOH seul), le Groupe A (Tuf + Caroube + NaOH, protocole simultané) et le Groupe B (Tuf + NaOH, puis Caroube après 2h, protocole séquentiel). Pour chaque propriété évaluée, un tableau synthétisant les résultats clés précédera l'analyse comparative.

- **La Compression**

Le Tableau 3.4 ci-dessous récapitule les valeurs de résistance à la compression obtenues à 28 jours pour les différents groupes.

Tableau 3.4 : Comparaison des Résistances à la Compression à 28 jours (NaOH 1 mol)

Type d'Éprouvette	Groupe T (Tuf + NaOH)	Groupe A (Tuf + Caroube + NaOH sim.)	Groupe B (Tuf + NaOH + Caroube séq.)	Référence : Tuf + 2.5% Caroube seule
Cylindrique (MPa)	4,41	4,17	4,32	2,45
Prismatique (MPa)	5,9	4,9	5,2	5,31

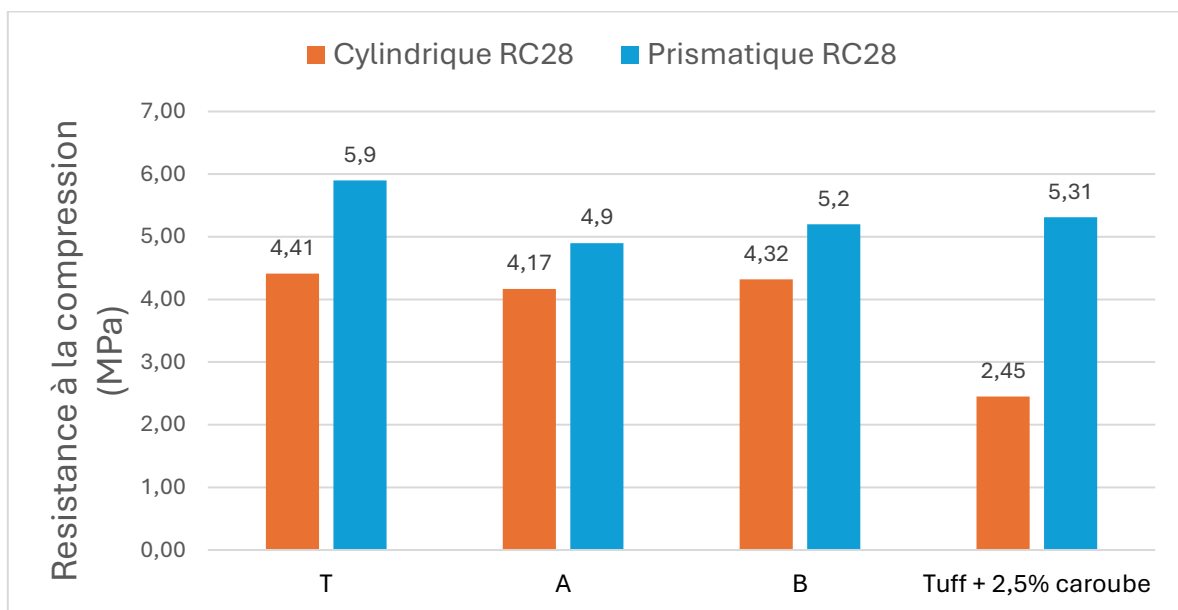


Figure 3.43 : Récapitulatif des Résistances à la Compression à 28 jours (NaOH 1 mol)

L'examen comparatif des résistances à la compression à 28 jours (Tableau 3.4) indique que le Groupe T (Tuf + NaOH seul) affiche la performance la plus élevée sur éprouvettes prismatiques (5,9 MPa), et une des meilleures sur éprouvettes cylindriques (4,41 MPa). Les groupes intégrant la caroube, que ce soit en protocole simultané (Groupe A : 4,17 MPa cylindrique, 4,9 MPa prismatique) ou séquentiel (Groupe B : 4,32 MPa cylindrique, 5,2 MPa prismatique), présentent des résistances légèrement inférieures ou comparables à celles du Groupe T.

Il est à noter que toutes ces formulations avec NaOH à 1 mol offrent des résistances à la compression inférieures à celle obtenue avec le tuf stabilisé uniquement par 2.5% de poudre de caroube (référence à 5,31 MPa sur éprouvettes cylindriques). Cela suggère que, dans les conditions d'une faible activation alcaline, l'hydroxyde de sodium à 1 mol, seul ou en interaction avec la caroube selon les protocoles testés, n'optimise pas la résistance mécanique autant que la caroube seule. L'effet de l'activation alcaline avec NaOH seul (Groupe T) pour cette concentration semble être la plus avantageuse parmi les options testées avec NaOH, indiquant que l'ajout de caroube dans ces conditions spécifiques (faible alcalinité) n'apporte pas d'amélioration substantielle à la résistance à la compression, et pourrait même légèrement

- **Remonté capillaire**

L'évaluation du comportement des différentes formulations face à l'absorption d'eau par capillarité est présentée dans le Tableau 3.5. Ce tableau indique la teneur en eau mesurée à différentes hauteurs de l'échantillon après 2 heures d'essai.

Tableau 3.5 : Évaluation de l'absorption d'eau par capillarité après 2 heures d'essai pour les différentes formulations

Hauteur	Groupe T (Tuf + NaOH)	Groupe A (Tuf + Caroube + NaOH sim.)	Groupe B (Tuf + NaOH + Caroube séq.)
1 cm	8,67	13,9	18,56
3 cm	7,35	3,40	3,40
5 cm	7,14	2,41	2,85
7 cm	7,07	1,989	2,79

9 cm	7,00	1,695	2,87
------	------	-------	------

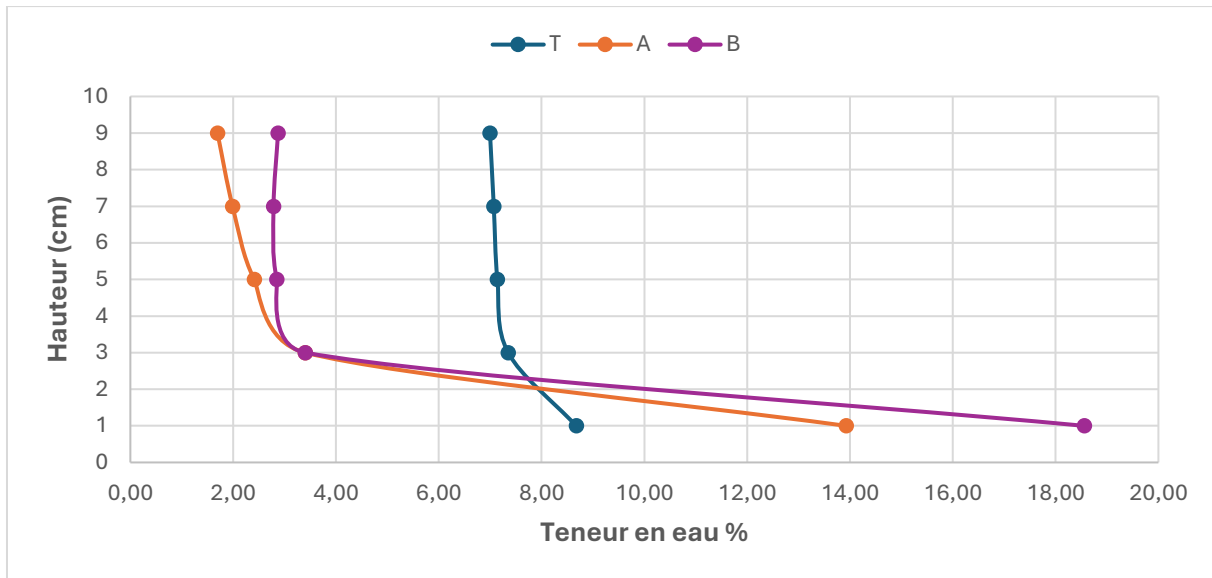


Figure 3.44 : Récapitulatif des Évaluation de l'absorption d'eau par capillarité après 2 heures d'essai pour les différentes formulations (NaOH 1 mol)

L'analyse des résultats de remontée capillaire (Tableau 3.5) pour les essais avec NaOH à 1 mol met en lumière des différences notables entre les groupes. Le Groupe T (Tuf + NaOH seul) présente la plus faible absorption d'eau à la base (8,67 % à 1 cm) et une distribution de l'humidité relativement uniforme sur la hauteur testée. En revanche, l'introduction de la poudre de caroube, que ce soit en protocole simultané (Groupe A) ou séquentiel (Groupe B), conduit à une absorption d'eau initiale à la base significativement plus élevée (respectivement 13,9 % et 18,56 %). Pour ces deux groupes, la teneur en eau chute ensuite rapidement avec la hauteur.

Ce comportement suggère que, pour une faible activation alcaline (NaOH 1 mol), la présence de caroube augmente la susceptibilité du matériau à l'absorption d'eau par capillarité, particulièrement au contact initial. La géopolymérisation limitée induite par la faible concentration de NaOH ne semble pas suffire à créer une matrice suffisamment dense et imperméable pour contrer l'effet hydrophile ou la modification structurelle apportée par la caroube dans ces conditions. Le protocole séquentiel (Groupe B) montre même la plus forte absorption à la base, indiquant que le délai de 2 heures avant l'introduction de la caroube n'a pas, dans ce cas, amélioré la résistance à la pénétration

capillaire par rapport au mélange simultané (Groupe A) ou à l'activation simple (Groupe T) pour cette propriété.

- **Tenue à l'immersion dans l'eau :**

L'aptitude des différentes formulations à résister à une immersion directe dans l'eau est évaluée par la perte de masse après 10 minutes. Le Tableau 3.6 compile ces résultats.

Tableau 3.6 : Comparaison de la Perte de Masse après Essai d'Immersion (NaOH 1 mol)

Groupe Testé	Perte de Masse (%)	Référence : Tuf + 2.5% Caroube seule
Groupe T (Tuf + NaOH)	10,92	{~2,13}
Groupe A (Tuf + Caroube + NaOH sim.)	2,69	
Groupe B (Tuf + NaOH + Caroube séq.)	(Non testé)	

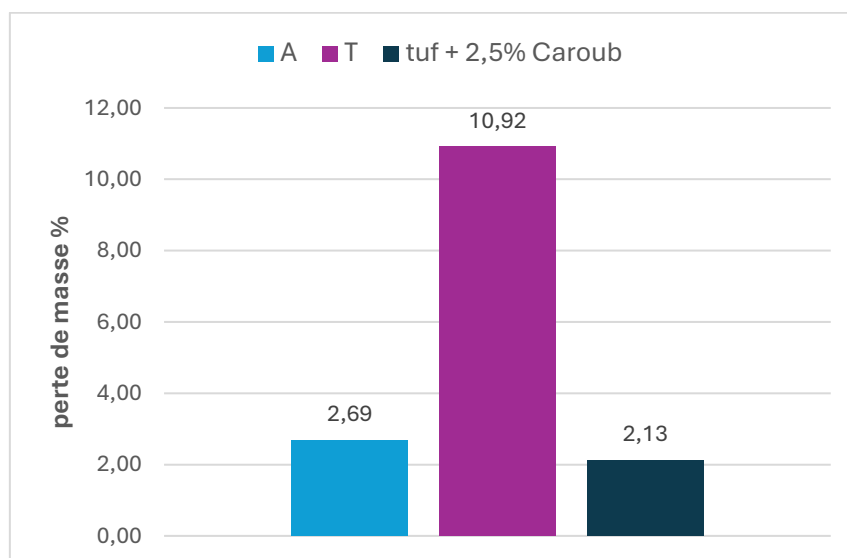


Figure 3.45 : Récapitulatif de la Perte de Masse après Essai d'Immersion (NaOH 1 mol)

L'analyse comparative de la tenue à l'immersion (Tableau 3.AA) révèle des comportements distincts pour les essais avec NaOH à 1 mol. Le Groupe T (Tuf + NaOH seul) affiche une perte de masse très élevée de 10,92 %, confirmant sa faible cohésion

et sa vulnérabilité à l'action directe de l'eau, comme discuté précédemment. En revanche, le Groupe A (Tuf + Caroube + NaOH, protocole simultané) présente une perte de masse de seulement 2,69 %. Cette valeur est non seulement significativement meilleure que celle du Groupe T, mais elle se rapproche également de la performance du tuf stabilisé uniquement avec 2,5% de poudre de caroube (environ 2,13 %).

Cela suggère fortement que, pour l'essai d'immersion de courte durée, l'effet liant de la poudre de caroube est prédominant et bénéfique, même lorsqu'elle est mélangée simultanément avec une faible concentration de NaOH. La caroube semble améliorer la cohésion superficielle et interparticulaire, limitant la désagrégation immédiate du matériau. Les résultats pour le Groupe B n'étant pas disponibles pour cet essai, une comparaison complète de l'effet du protocole d'ajout de la caroube sur l'immersion ne peut être effectuée ici. Néanmoins, la performance du Groupe A indique que l'interaction directe de la caroube avec le NaOH 1 mol dans le mélange n'a pas annulé son potentiel de stabilisation pour cet essai spécifique.

- **Résistance à l'abrasion**

La résistance à l'usure superficielle des différentes formulations, évaluée par l'essai d'abrasion, est un indicateur important de leur durabilité en conditions d'usage. Le Tableau 3.7 synthétise les pertes de masse et les classifications obtenues.

Tableau 3.7 : Perte de masse par abrasion et classification normative des formulations à base de NaOH 1 mol

Groupe Testé	Perte de Masse (g/cm ²)	Classification (NF XP P13-901)	Référence : Tuf + 2.5% Caroube seule
Groupe T (Tuf + NaOH)	0,73	Non Classé (NC) / Hors catégorie	~0,3 (Classe Ab2)}
Groupe A (Tuf + Caroube + NaOH sim.)	0,43	Ab3 (Modérée)	
Groupe B (Tuf + NaOH + Caroube séq.)	0,57	Non Classé (NC) / Hors catégorie	

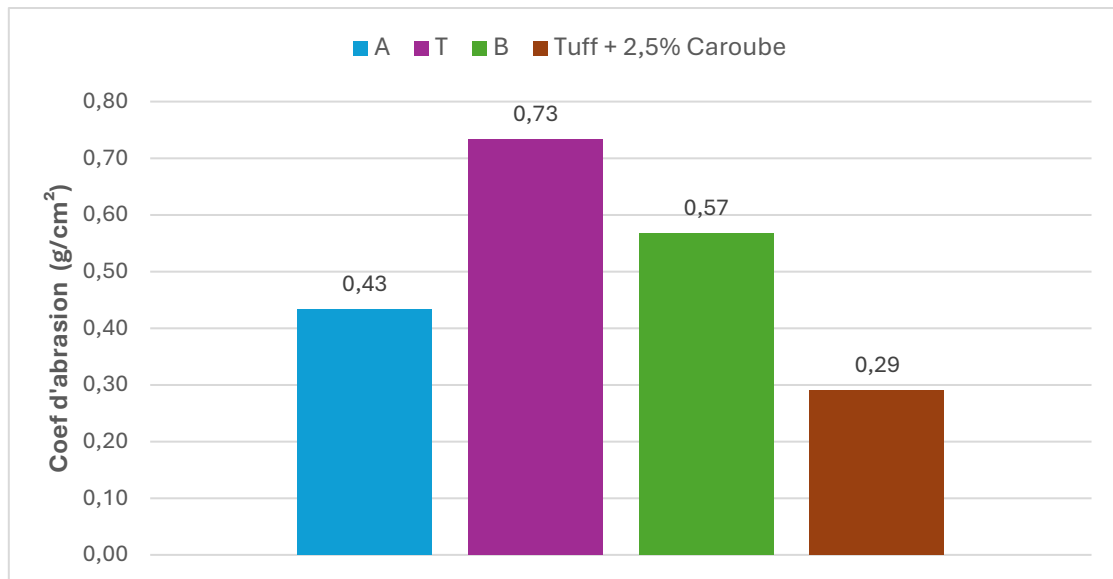


Figure 3.46 : Récapitulatif de la Perte de masse par abrasion et classification normative des formulations à base de NaOH 1 mol

L'examen des résultats de l'essai d'abrasion (Tableau 3.) pour les formulations avec NaOH à 1 mol indique des performances globalement faibles. Le Groupe T (Tuf + NaOH seul) et le Groupe B (Tuf + NaOH, puis Caroube après 2h) présentent des pertes de masse élevées, respectivement 0,73 g/cm² et 0,57 g/cm², les classant tous deux comme "Non Classés" (NC) ou "hors catégorie", ce qui signifie qu'ils ne répondent pas aux exigences minimales de la norme.

Seul le Groupe A (Tuf + Caroube + NaOH, protocole simultané) atteint une classification, Ab3 (0,43 g/cm²), correspondant à une résistance à l'usure "modérée", soit le seuil minimal acceptable. Cette performance, bien que modeste, est supérieure à celle des Groupes T et B. Cela suggère que l'incorporation simultanée de caroube avec le NaOH à 1 mol a pu conférer une certaine cohésion superficielle grâce à l'effet liant de la caroube, qui n'est pas observée de manière aussi efficace avec le NaOH seul ou avec le protocole séquentiel dans ces conditions de faible alcalinité.

Toutefois, il est important de souligner que toutes ces formulations avec NaOH à 1 mol présentent une résistance à l'abrasion inférieure à celle du tuf stabilisé uniquement par 2.5% de poudre de caroube (environ 0,30 g/cm², Classe Ab2). Cela indique que la faible activation alcaline, même combinée à la caroube selon les protocoles testés, n'est pas

suffisante pour développer une surface très résistante à l'usure, et que l'interaction avec le NaOH pourrait même nuire à l'efficacité optimale de la caroube observée lorsqu'elle est utilisée seule.

3.4. Résultats obtenus avec activation alcaline élevée (NaOH à 8 mol)

Cette partie représente les performances des échantillons activés avec une solution faiblement alcaline élevée (NaOH à 8 mol). Deux protocoles d'activation ont été appliqués : simultané et séquentiel. Les résultats sont analysés en termes de propriétés physiques et mécaniques, afin de mieux comprendre l'effet de chaque méthode d'activation dans le contexte d'une activation alcaline douce.

La figure 3.47 suivante montre la stabilisation de masse des briques de terre comprimée avec activation alcaline faible (NaOH à 8 mol).

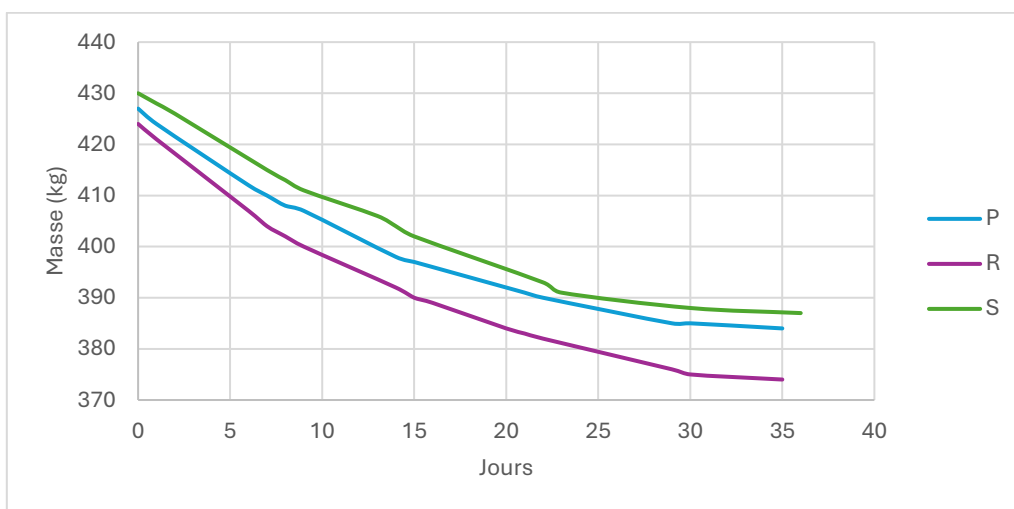


Figure 3.47 : Stabilisation massique des BTC par activation alcaline faible (NaOH 8 mol)

3.4.1. Résultats du groupe R : Protocole simultané (Tuf + NaOH)

Cette première série d'essais sous forte activation alcaline se concentre sur le Groupe R, où le tuf est traité uniquement avec une solution d'hydroxyde de sodium à 8 mol, sans ajout de poudre de caroube. L'objectif est d'évaluer la performance intrinsèque du matériau tuf géopolymérisé à cette concentration élevée d'activateur.

3.4.1.1. L'essai de compression

Les essais de compression sur le Groupe R (Tuf + NaOH 8 mol) ont été réalisés sur des éprouvettes de formes cylindrique et prismatique.

Pour les éprouvettes cylindriques, les résistances à la compression (illustrées par la Figure 3.48) sont de 2,93 MPa à 14 jours et atteignent 3,69 MPa à 28 jours.

Concernant les éprouvettes prismatiques, une résistance moyenne à la compression de 6,7 MPa a été obtenue à 28 jours.

La Figure 3.49 présente un exemple typique de diagramme force-déplacement obtenu lors de ces essais.

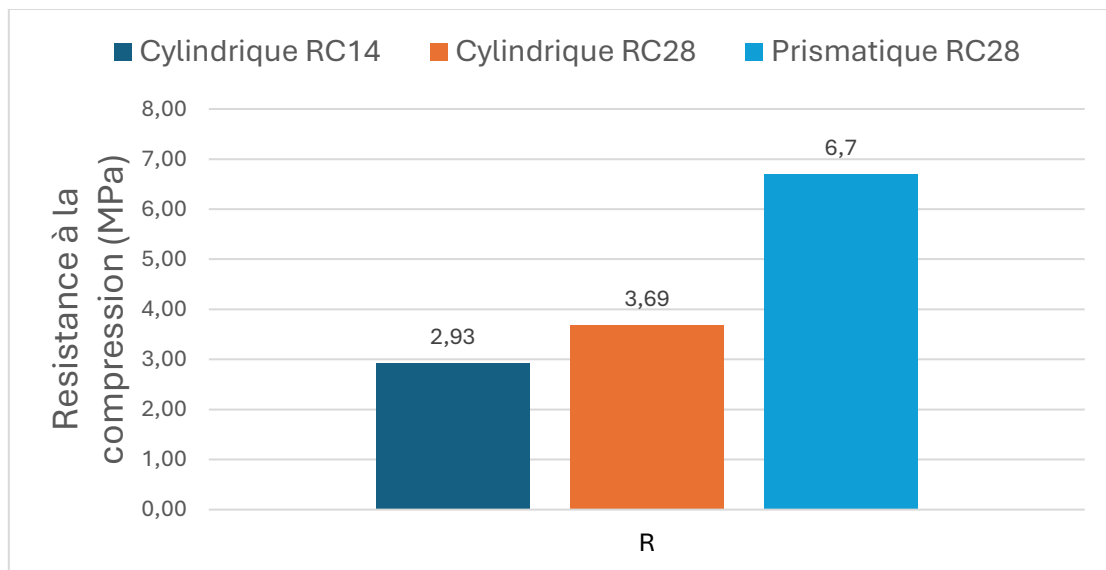


Figure 3.48 : Résistance à la compression du groupe R

La figure 3.49 représente l'évolution de la force en fonction du déplacement.

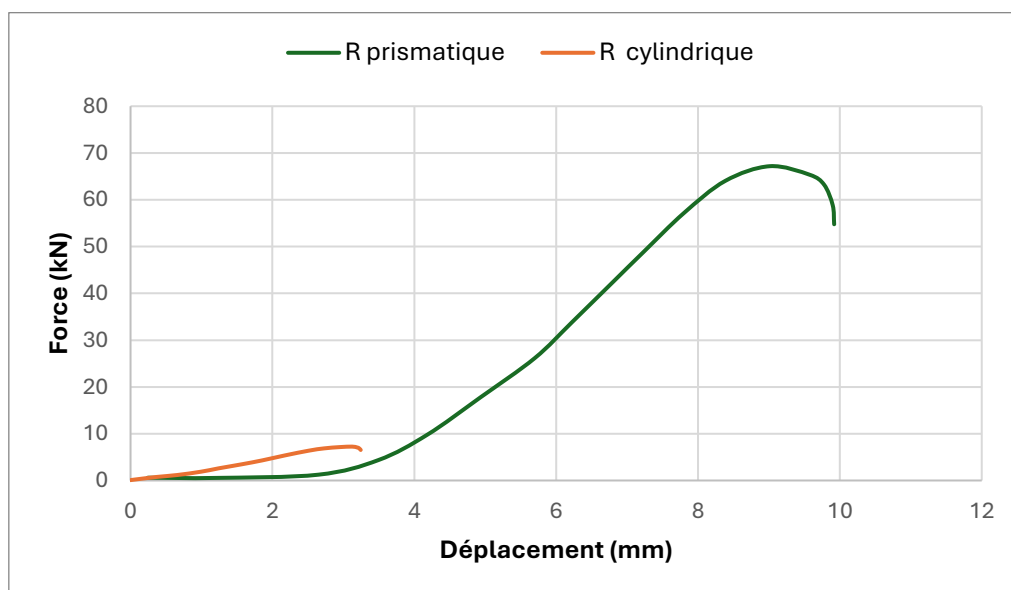


Figure 3.49 : Diagramme force-déplacement du groupe R

3.4.1.2. L'essai de front de remonté capillaire

La figure 3.50 illustre la répartition de la teneur en eau en fonction de la hauteur dans les échantillons du Groupe R de format cylindrique (Tuf + NaOH 8 mol), après 2 heures d'essai d'absorption par remontée capillaire. Les données indiquent une teneur en eau maximale à la base de l'échantillon, s'élevant à 5,92 % à 1 cm de hauteur, puis diminuant progressivement pour atteindre 2,37 % à 9 cm.

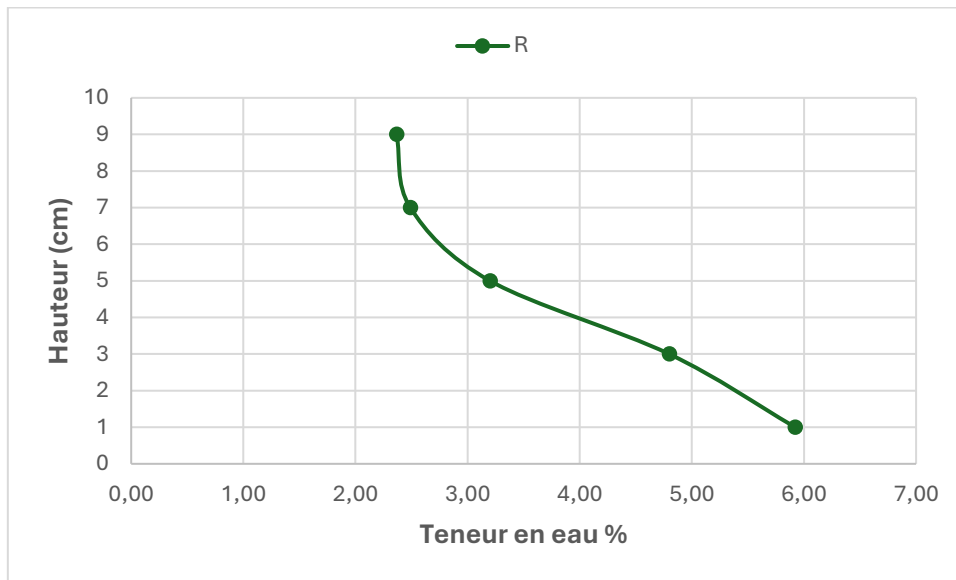


Figure 3.50 : Courbes de front capillaire du groupe R

La différence de teneur en eau entre la base et le sommet de la zone mouillée reste ainsi relativement limitée. L'état visuel de l'échantillon après l'essai est présenté en Figure 3.51.



Figure 3.51 : État de l'échantillon du groupe R après 2h

La répartition de la teneur en eau observée dans le Groupe R est caractéristique d'une microstructure modifiée par l'activation alcaline à haute concentration (NaOH 8 mol). Cette forte teneur en hydroxyde de sodium favorise une réaction de géopolymérisation plus complète, entraînant une dissolution accrue des précurseurs aluminosilicatés et la formation d'une quantité importante de gel géopolymère de type N-A-S-H. Ce gel comble efficacement une partie de la porosité interconnectée du tuf, réduisant ainsi les voies disponibles pour la remontée capillaire de l'eau.

3.4.1.3. L'essai de l'immersion à l'eau

L'état des éprouvettes prismatique du Groupe R (Tuf + NaOH 8 mol) après l'essai d'immersion dans l'eau est illustré par la Figure 3.52. Ce groupe a enregistré une perte de masse significative de 4,12 %, ce qui témoigne d'une forte résistance à la dégradation par l'eau.

La résistance à la dégradation hydrique observée dans le Groupe R résulte de l'efficacité du processus de stabilisation par la solution concentrée de NaOH (8 mol). Cette activation alcaline intense favorise une géopolymérisation plus complète du tuf, conduisant à la formation d'une quantité importante de gel géopolymère. Ce gel développe une matrice cimentaire dense et fortement cohésive, capable d'assurer une liaison robuste entre les particules de tuf.



Figure 3.52 : état de brique du groupe R après l'essai de tenue à l'eau par immersion.

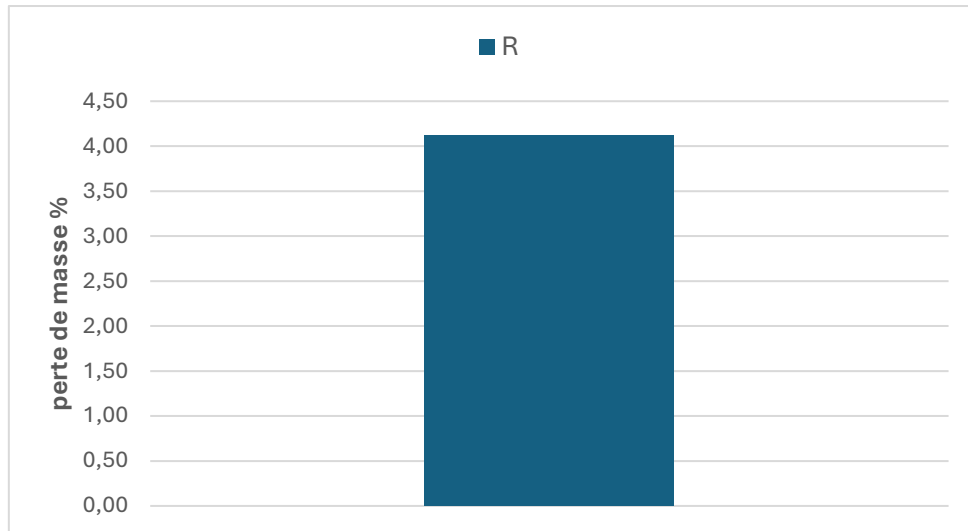


Figure 3.53: pourcentage de la perte de masse du groupe R

3.4.1.4. L'essai d'abrasion

La Figure 3.54 présente l'aspect de l'éprouvette du Groupe R (Tuf + NaOH 8 mol) après l'essai d'abrasion. Avec une perte de masse de 0,20 g/cm², cet échantillon se classe dans la catégorie ab 2 de la norme NF XP P13-901, ce qui indique une bonne résistance à l'usure superficielle et une aptitude aux applications soumises à des sollicitations mécaniques modérées.



Figure 3.54 : état de brique du groupe R après l'essai d'abrasion

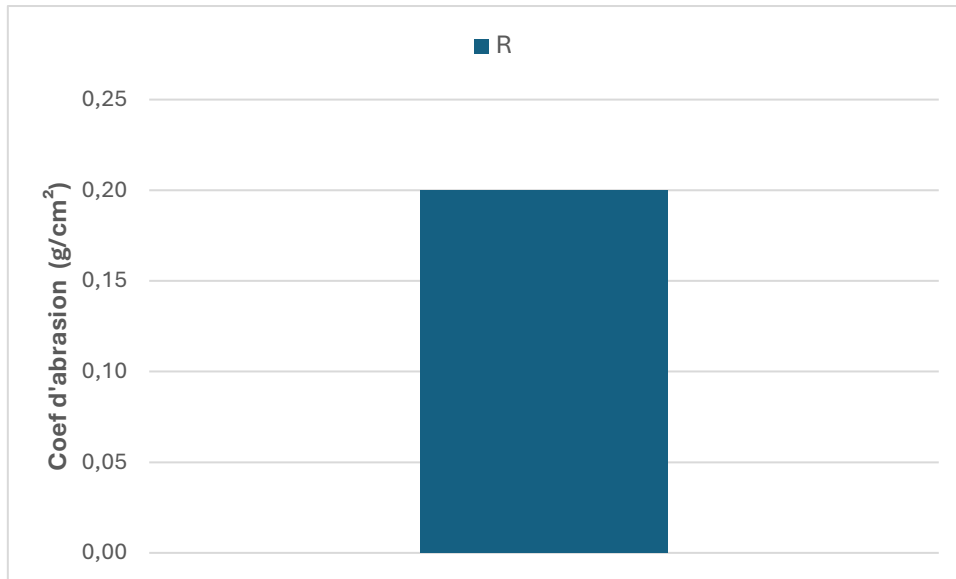


Figure 3.55 : coefficient de l'abrasion du groupe R

Cette performance améliorée résulte directement de l'activation alcaline poussée appliquée au Groupe R. La concentration élevée de NaOH (8 mol) favorise une géopolymérisation complète et homogène, générant une quantité significative de gel géopolymère (N-A-S-H) au sein de la matrice. Ce gel agit comme un liant efficace, cimentant les particules de tuf et renforçant la cohésion superficielle de l'échantillon.

3.4.2. Résultats du groupe P : Protocole simultané (Tuf + Caroube + NaOH)

Après avoir examiné les performances du tuf activé uniquement par une forte concentration de NaOH (Groupe R), cette section se penche sur les résultats du Groupe P. Dans cette configuration, la poudre de caroube (2.5%) a été incorporée simultanément au tuf et à la solution d'hydroxyde de sodium à 8 mol. L'objectif est d'étudier l'effet de cet ajout organique dans des conditions d'activation alcaline élevée et d'évaluer l'interaction entre la caroube et une forte concentration de NaOH lors d'un mélange direct.

3.4.2.1. L'essai de compression

Les essais de compression menés sur les éprouvettes du Groupe A (Tuf + Caroube + NaOH 8 mol, protocole simultané) ont donné les résultats suivants :

Pour les éprouvettes cylindriques, la résistance à la compression (Figure 3.56) a évolué de 1,86 MPa à 14 jours de cure à 1,30 MPa à 28 jours.

Les éprouvettes de forme prismatique ont présenté une résistance moyenne à la compression de 3,8 MPa à 28 jours (figure 3.56).

La Figure 3.57 illustre un diagramme type force-déplacement enregistré lors de ces essais cylindrique et prismatique.

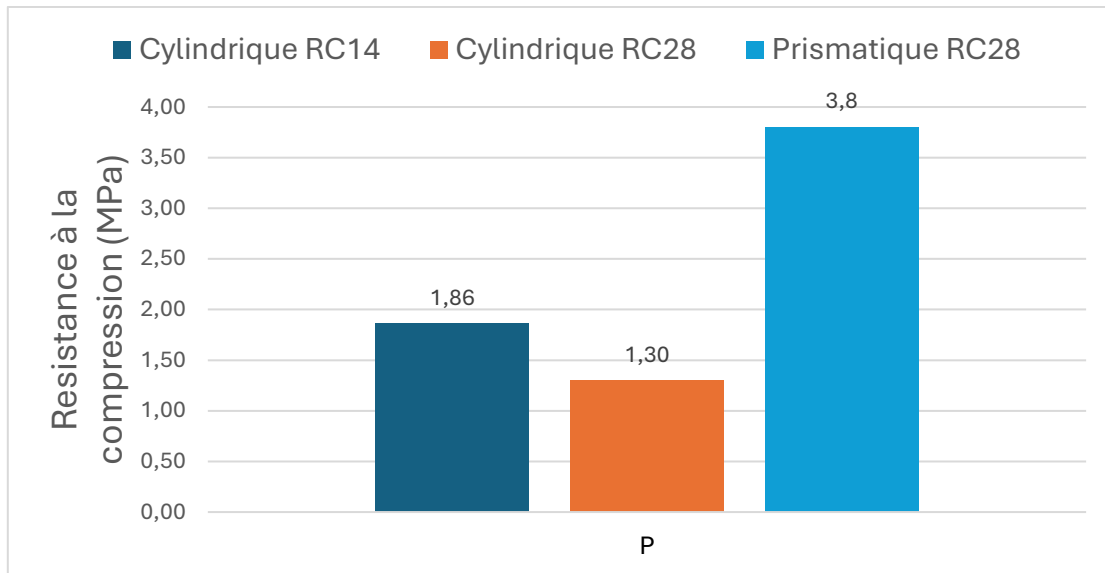


Figure 3.56: Résistance à la compression du groupe P

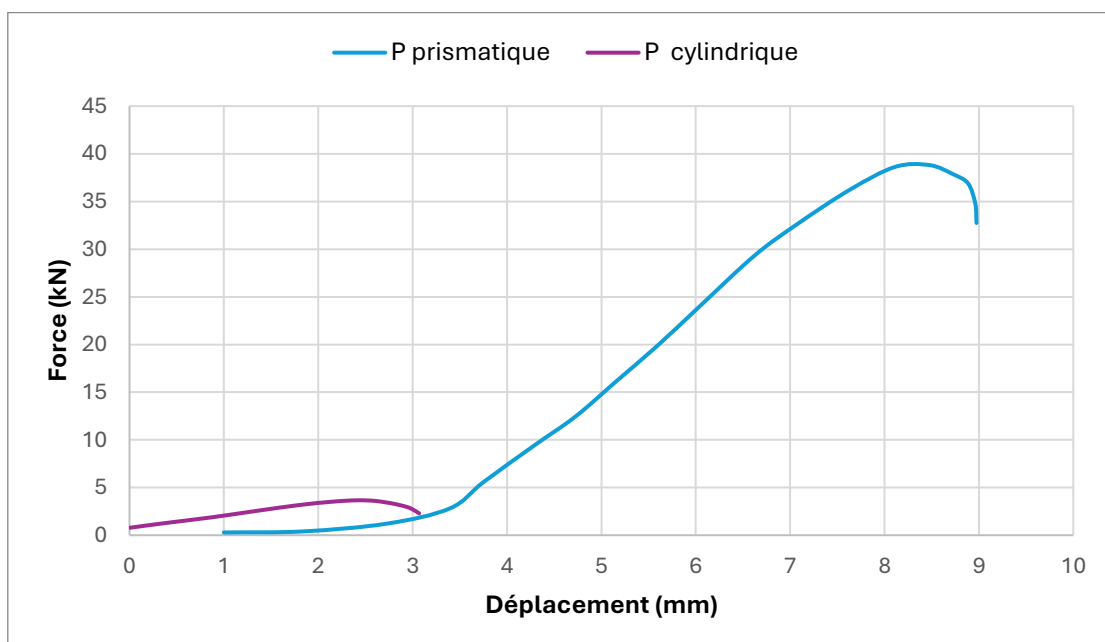


Figure 3.57 : Diagramme force-déplacement du groupe P

3.4.2.2. L'essai de front de remonté capillaire

La Figure 3.58 présente la répartition de la teneur en eau en fonction de la hauteur pour les échantillons du Groupe P (Tuf + Caroube + NaOH 8 mol, protocole simultané), après 2 heures d'essai d'absorption capillaire. Les données révèlent une absorption d'eau initiale faible à la base de l'échantillon, atteignant 3,95 % à 1 cm de hauteur, avant de diminuer pour se stabiliser autour de 2 % dans les couches supérieures (respectivement 1,32 % à 3 cm, 1,20 % à 5 cm, 1,18 % à 7 cm et 1,15 % à 9 cm). L'état de l'échantillon post-essai est visible sur la Figure 3.55.

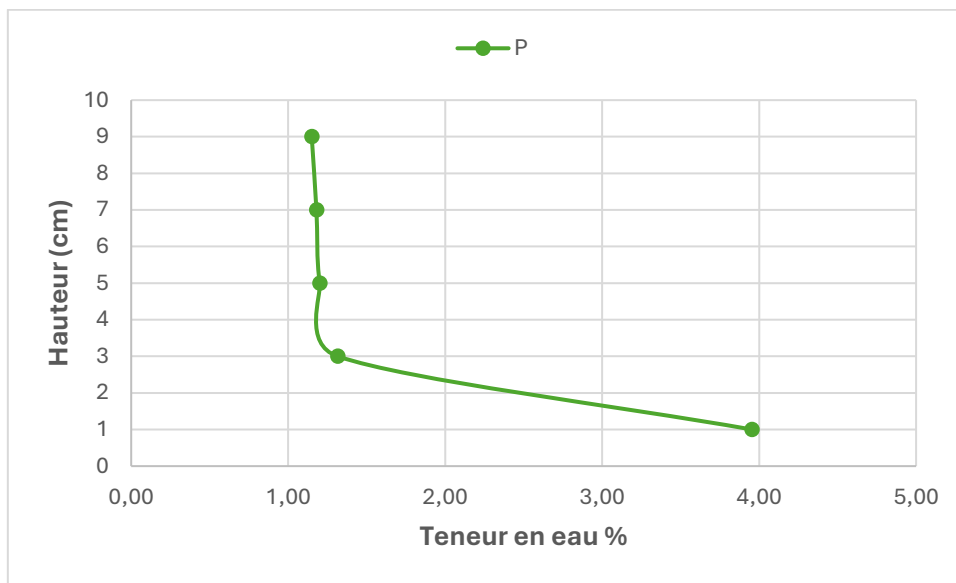


Figure 3.58 : Courbes de front capillaire du groupe P



Figure 3.59 : État de l'échantillon du groupe P après 2h

3.4.2.3. L'essai de l'immersion à l'eau

La Figure 3.60 illustre l'état des éprouvettes du Groupe P (Tuf + Caroube + NaOH 8 mol, protocole simultané) après l'essai d'immersion. Ce groupe a enregistré une perte de masse de 3,44 %.

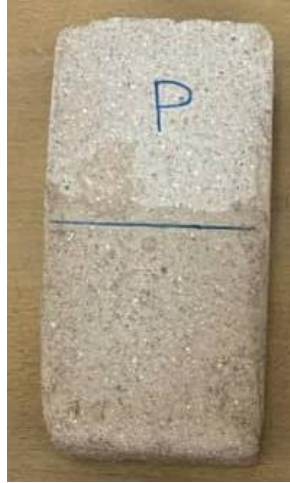


Figure 3.60 : état de brique du groupe P après l'essai de tenue à l'eau par immersion.

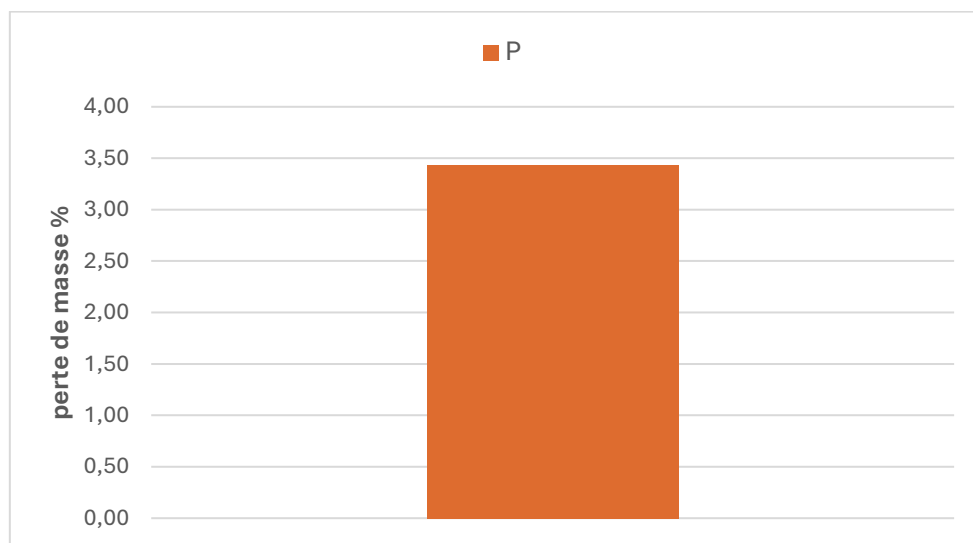


Figure 3.61 : pourcentage de la perte de masse du groupe P

Avec une perte de 3,44 %, ce groupe montre une bonne performance, meilleure que le groupe R. La caroube, ajoutée en même temps que l'activateur alcalin, interagit avec la matrice dès le début, ce qui favorise l'adhérence, mais peut aussi perturber légèrement la formation du réseau géopolymérique si les composés organiques interfèrent avec la réaction.

3.4.2.4. L'essai d'abrasion

La Figure 3.62 illustre l'état de l'éprouvette du Groupe P (Tuf + Caroube + NaOH 8 mol, protocole simultané) après essai d'abrasion. Avec une perte de masse de 0,93 g/cm², cet échantillon se situe hors des catégories acceptables selon la norme NF XP P13-901, révélant une résistance à l'usure superficielle inadéquate pour des applications en construction, même non exposées à des contraintes mécaniques sévères.



Figure 3.62 : état de brique du groupe P après l'essai d'abrasion

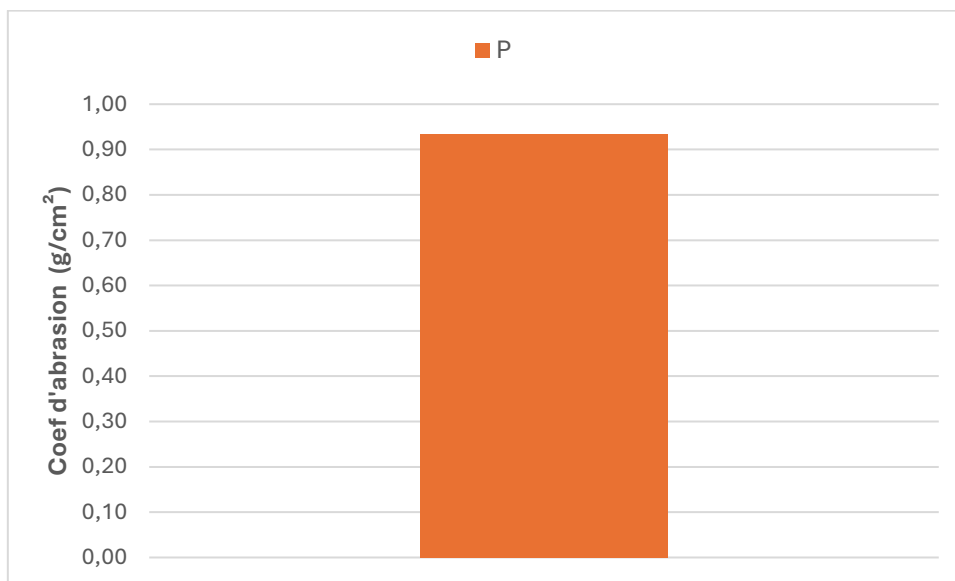


Figure 3.63 : pourcentage de la perte de masse du groupe P

3.4.3. Résultats du groupe S : Protocole séquentiel (Tuf + NaOH, puis Caroube après 6h)

Après l'étude des protocoles simultanés avec une forte concentration de NaOH (Groupes R et P), cette section est consacrée aux résultats du Groupe S. Pour cette série, un protocole séquentiel a été mis en œuvre : le tuf a d'abord été mélangé avec la solution d'hydroxyde de sodium à 8 mol et laissé au repos pendant 6 heures. Ce délai de repos,

volontairement prolongé par rapport aux 2 heures utilisées pour le protocole séquentiel avec NaOH à 1 mol (Groupe B), a été jugé nécessaire. L'objectif était de laisser suffisamment de temps à la solution de NaOH, ici fortement concentrée (8 mol), pour réagir de manière substantielle avec le tuf avant l'introduction de la poudre de caroube (2.5%). Cette approche vise à évaluer si une maturation plus poussée de la matrice tuf-NaOH avant l'ajout de l'additif organique favorise une meilleure synergie et une préservation accrue de la caroube.

3.4.3.1. L'essai de compression

Les essais de compression ont été conduits sur les éprouvettes du Groupe B (Tuf + NaOH 1 mol, puis Caroube après 2h, protocole séquentiel). Les résistances obtenues sont les suivantes :

Pour les éprouvettes de forme cylindrique, la résistance à la compression, illustrée par la Figure 3.31, a atteint 1,72 MPa à 14 jours et 1,91 MPa à 28 jours de cure.

Pour les éprouvettes prismatiques, la résistance moyenne à la compression s'est élevée à 6 MPa à 28 jours. [Fig3.64]

La Figure 3.65 présente un diagramme type force-déplacement caractéristique de ces essais cylindrique ou prismatique.

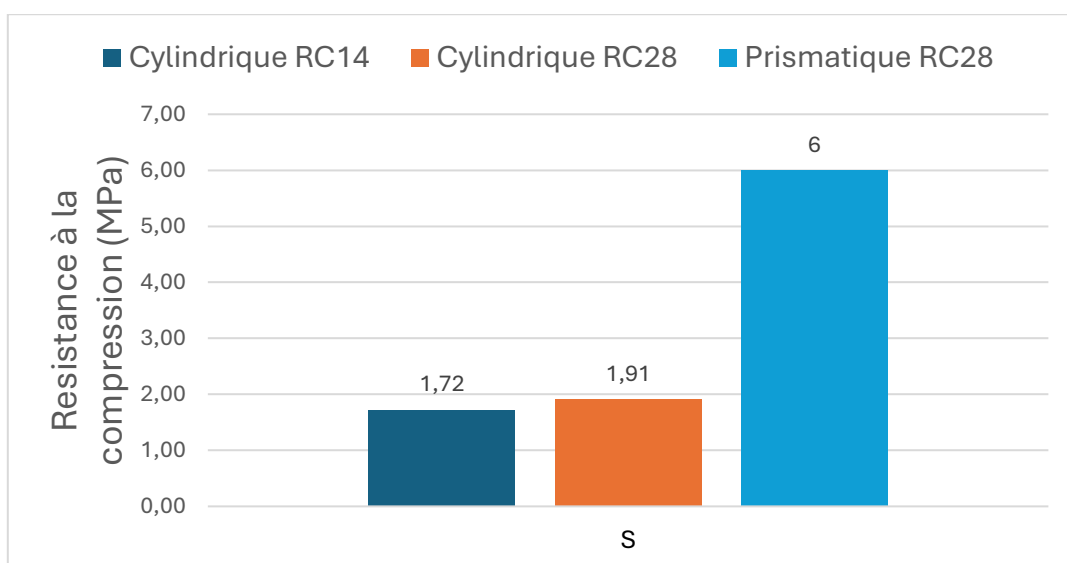


Figure 3.64: Résistance à la compression du groupe S

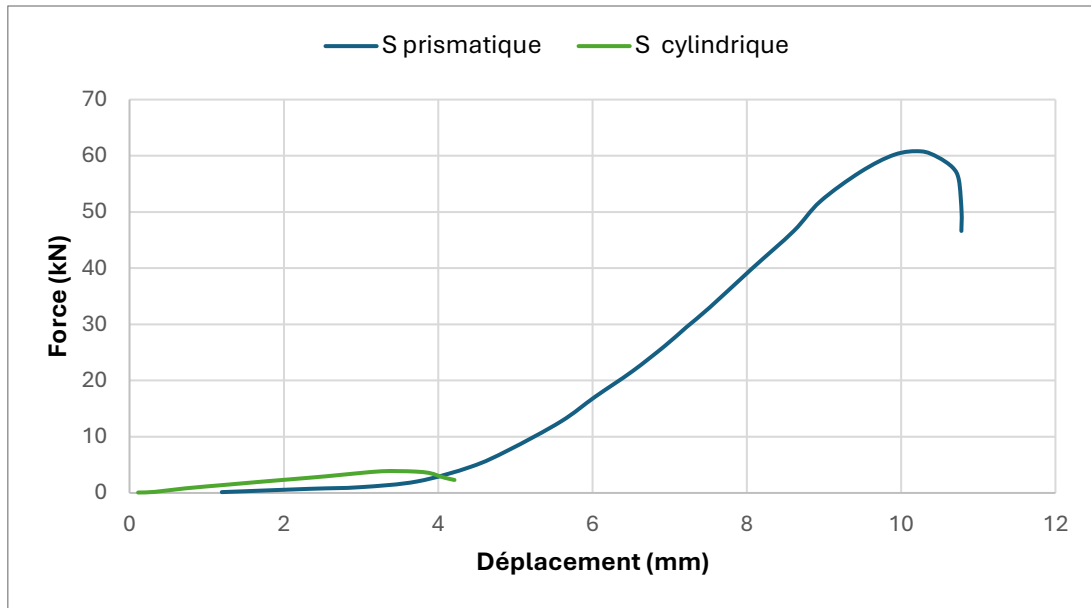


Figure 3.65 : Diagramme force-déplacement du groupe S

3.4.3.2. L'essai de front de remonté capillaire

La Figure 3.66 détaille la répartition de la teneur en eau en fonction de la hauteur pour les échantillons du Groupe R (Tuf + NaOH 1 mol, puis Caroube après 6h, protocole séquentiel), après 2 heures d'essai d'absorption capillaire.

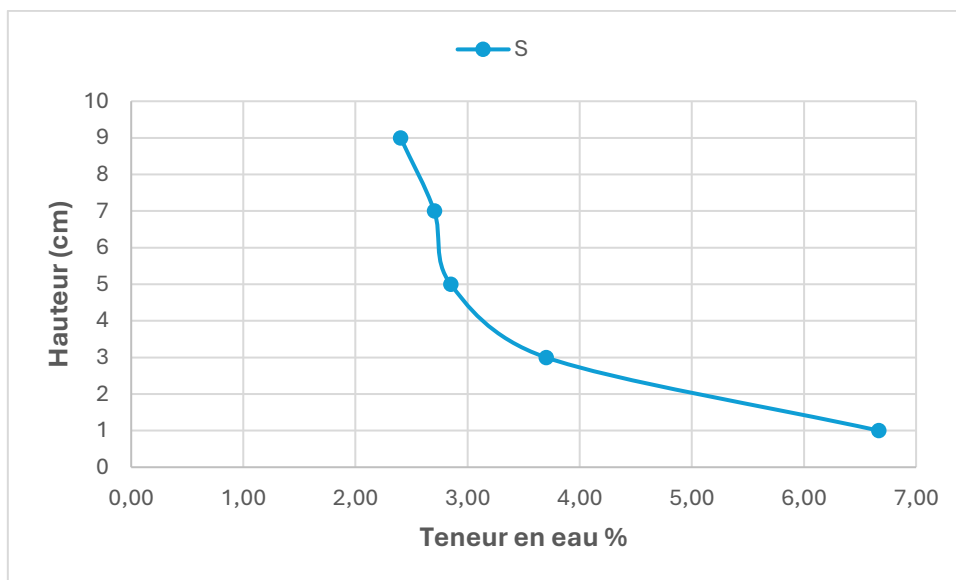


Figure 3.66 : Courbes de front capillaire du groupe S

Une absorption d'eau hétérogène est observée sur la hauteur de l'échantillon S, avec une teneur maximale à la base (6,67 % à 1 cm), suivie d'une décroissance

progressive vers le haut (3,70 % à 3 cm, 2,85 % à 5 cm, 2,70 % à 7 cm, et 2,40 % à 9 cm). L'état de l'échantillon après essai est présenté dans la Figure 3.67.



Figure 3.67 : État de l'échantillon du groupe S après 2h

3.4.3.3. L'essai de l'immersion à l'eau

La Figure 3.68 illustre l'état des éprouvettes du Groupe S (Tuf + Caroube + NaOH 8 mol, protocole séquentiel) après l'essai d'immersion. Ce groupe a enregistré une perte de masse de 2,42 %.



Figure 3.68 : état de brique du groupe S après l'essai de tenue à l'eau par immersion.

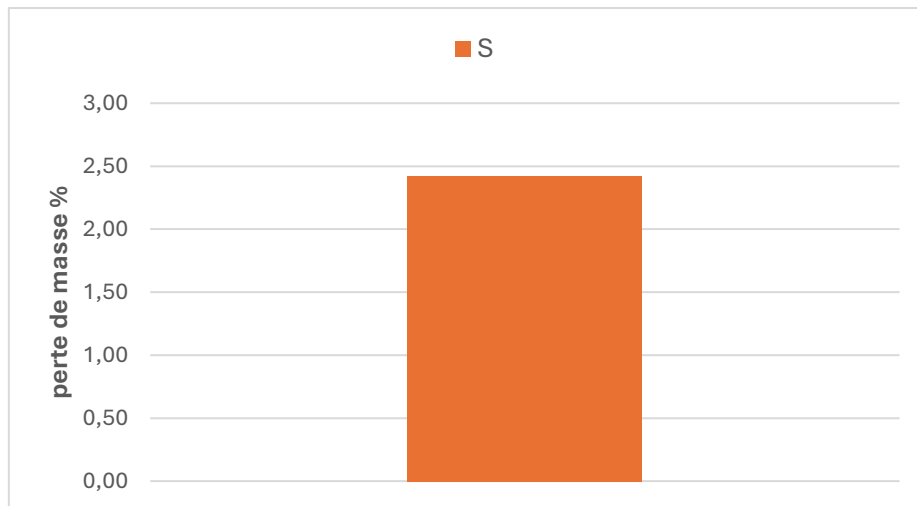


Figure 3.69 : pourcentage de la perte de masse du groupe S

Le groupe S présente la perte de masse la plus faible avec seulement 2,42 %, ce qui indique une meilleure stabilité à l'eau. Le protocole séquentiel permet à la géopolymérisation de bien démarrer avant l'ajout de caroube, ce qui évite l'interférence du mucilage dans la réaction alcaline initiale. La caroube agit ensuite comme renfort secondaire, améliorant la résistance à la dissolution.

3.4.3.4. L'essai d'abrasion

La figure 3.70 illustre l'état de l'échantillon de briques après l'essai d'abrasion.



Figure 3.70 : état de brique du groupe S après l'essai d'abrasion

La Figure 3.71 présente l'état de l'éprouvette du Groupe S (Tuf + NaOH 8 mol + Caroube, protocole séquentiel avec délai de 6 heures) après essai d'abrasion. Avec une perte de masse de **0,63 g/cm²**, cet échantillon se situe **hors catégorie** selon les exigences de la norme NF XP P13-901.

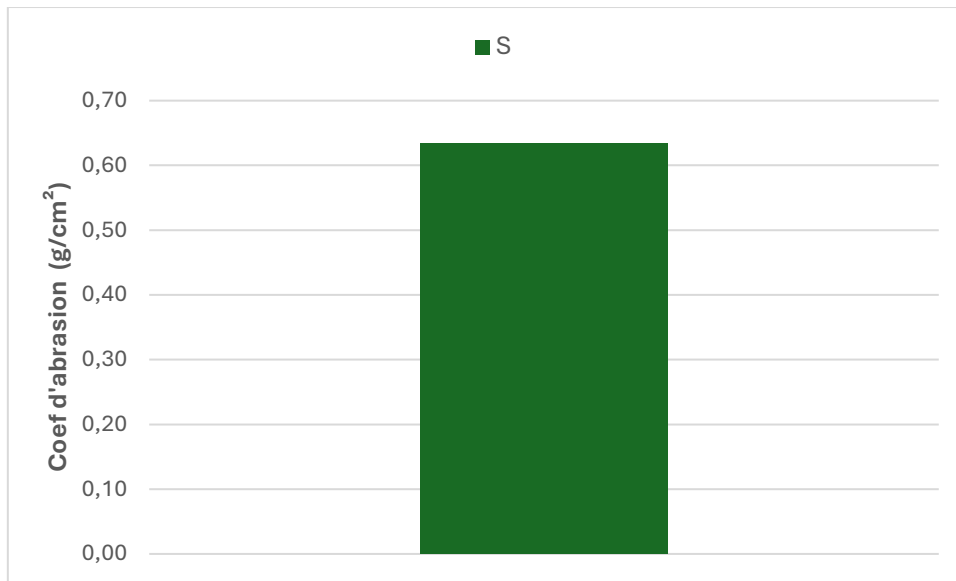


Figure 3.71 : coefficient de l'abrasion du groupe S

3.3.5. Analyse comparative des résultats pour l'activation alcaline faible (NaOH 1 mol)

Cette section vise à comparer les performances des différentes formulations testées avec une forte concentration d'hydroxyde de sodium (8 mol) : le Groupe R (Tuf + NaOH seul), le Groupe P (Tuf + Caroube + NaOH, protocole simultané) et le Groupe S (Tuf + NaOH, puis Caroube après 2h, protocole séquentiel). Pour chaque propriété évaluée, un tableau synthétisant les résultats clés précédera l'analyse comparative.

- **Résistance à la compression**

Le Tableau 3.8 ci-dessous récapitule les valeurs de résistance à la compression obtenues à 28 jours pour les différents groupes.

Tableau 3.8 : Comparaison des Résistances à la Compression à 28 jours (NaOH 1 mol)

Type d'Éprouvette	Groupe R (Tuf + NaOH)	Groupe P (Tuf + Caroube + NaOH sim.)	Groupe S (Tuf + NaOH + Caroube séq.)	Référence : Tuf + 2.5% Caroube seule
Cylindrique (MPa)	3,69	1,3	1,91	2,45

Prismatique (MPa)	6,7	3,8	6,0	5,31
-------------------	-----	-----	-----	------

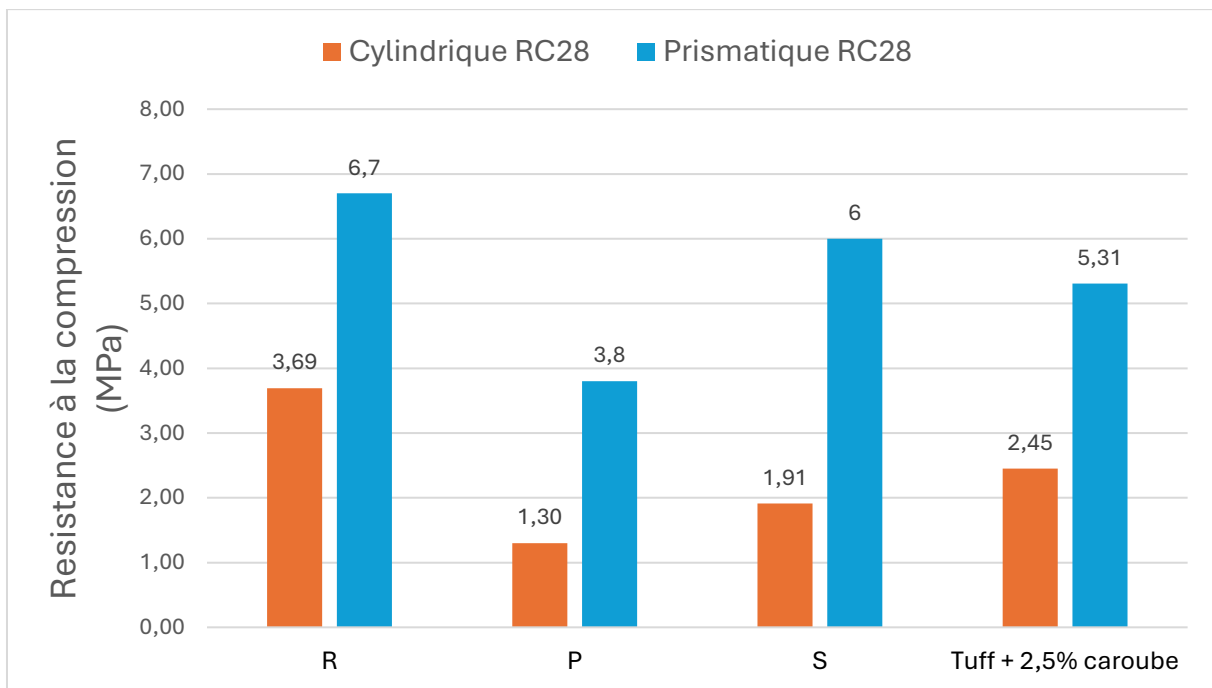


Figure 3.72 : Récapitulatif des Résistances à la Compression à 28 jours (NaOH 8 mol)

L'analyse comparative des résistances à la compression à 28 jours (Tableau 3.8) pour les formulations avec NaOH à 8 mol met en évidence des différences significatives. Le Groupe R (Tuf + NaOH seul) présente les résistances les plus élevées, atteignant 3,69 MPa sur éprouvettes cylindriques et 6,7 MPa sur éprouvettes prismatiques. L'introduction de la poudre de caroube, que ce soit en protocole simultané (Groupe P) ou séquentiel (Groupe S), conduit à une diminution de ces performances. Le Groupe P (Tuf + Caroube + NaOH, protocole simultané) affiche les résistances les plus faibles (1,30 MPa cylindrique, 3,8 MPa prismatique), avec même une baisse de résistance sur éprouvettes cylindriques entre 14 et 28 jours. Le Groupe S (protocole séquentiel avec 6h de repos) montre une amélioration par rapport au Groupe P, avec des résistances de 1,91 MPa (cylindrique) et 6,0 MPa (prismatique), se rapprochant des performances du Groupe R pour les éprouvettes prismatiques.

Ces résultats suggèrent que, pour une forte concentration de NaOH (8 mol), l'ajout de caroube, particulièrement en mélange simultané (Groupe P), interfère négativement

avec le processus de géopolymérisation ou subit une dégradation qui affecte la résistance mécanique. Le délai de 6 heures dans le protocole séquentiel (Groupe S) semble atténuer cette interférence, permettant à la géopolymérisation de s'initier plus complètement avant l'introduction de la caroube, bien que les résistances n'atteignent pas celles du tuf activé seul (Groupe R). Toutes ces formulations à 8 mol de NaOH, à l'exception du Groupe R sur éprouvettes prismatiques, restent inférieures en performance de compression cylindrique par rapport à la référence du tuf stabilisé par 2.5% de caroube seule (5,31 MPa).

- **Remonté capillaire**

L'évaluation du comportement des différentes formulations face à l'absorption d'eau par capillarité est présentée dans le Tableau 3.9. Ce tableau indique la teneur en eau mesurée à différentes hauteurs de l'échantillon après 2 heures d'essai.

Tableau 3.9 : Perte de masse par abrasion et classification normative des formulations à base de NaOH 8 mol

Hauteur	Groupe R (Tuf + NaOH)	Groupe P (Tuf + Caroube + NaOH sim.)	Groupe S (Tuf + NaOH + Caroube séq.)
1 cm	5.92	3.95	6.67
3 cm	4.80	1.32	3.70
5 cm	3.20	1.20	2,85
7 cm	2.49	1.18	2.70
9 cm	2.37	1,15	2.40

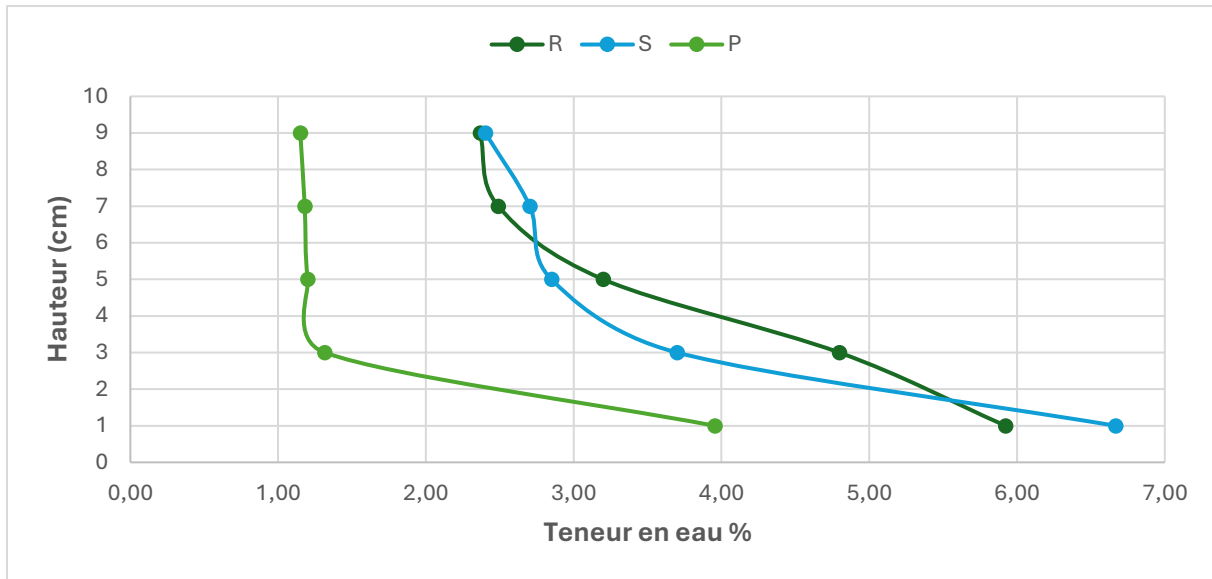


Figure 3.73 : Récapitulatif des Évaluation de l'absorption d'eau par capillarité après 2 heures d'essai pour les différentes formulations (NaOH 8 mol)

L'analyse des résultats de remontée capillaire pour les essais avec NaOH à 8 mol (Tableau 3.AD) indique que le Groupe P (Tuf + Caroube + NaOH, protocole simultané) présente l'absorption d'eau la plus faible à la base (3,95 % à 1 cm) et sur l'ensemble du profil, atteignant seulement 1,15 % à 9 cm. Le Groupe R (Tuf + NaOH seul) montre une absorption initiale plus élevée (5,92 % à 1 cm) mais une bonne diminution avec la hauteur (2,37 % à 9 cm). Le Groupe S (Tuf + NaOH, puis Caroube après 6h) affiche l'absorption la plus forte à la base (6,67 % à 1 cm) parmi ces trois groupes, avec une teneur en eau à 9 cm (2,40 %) comparable à celle du Groupe R.

Ces résultats suggèrent que, sous forte activation alcaline (NaOH 8 mol), l'incorporation simultanée de caroube (Groupe P) est la plus efficace pour limiter la remontée capillaire. Cela pourrait indiquer une synergie où la caroube, possiblement modifiée par la forte alcalinité, contribue à une meilleure structuration ou à un colmatage partiel des pores en conjonction avec la géopolymérisation avancée. Le protocole séquentiel (Groupe S), bien que conçu pour protéger la caroube, ne se traduit pas ici par une meilleure performance en termes de capillarité par rapport au mélange simultané (Groupe P) ou même par rapport à l'activation alcaline seule (Groupe R) sur l'absorption initiale. La forte activation alcaline (Groupe R) semble déjà conférer une bonne limitation de la

progression de l'eau en hauteur par rapport aux activations faibles, mais l'ajout simultané de caroube (Groupe P) améliore encore ce comportement.

- **Tenue à l'immersion dans l'eau :**

La résistance des différentes formulations activées avec NaOH à 8 mol à une immersion directe dans l'eau est évaluée par la perte de masse. Le Tableau 3.10 compile ces résultats, en les comparant également à la référence du tuf avec caroube seule.

Tableau 3.10 : Comparaison de la Perte de Masse après Essai d'Immersion (NaOH 8 mol)

Groupe Testé	Perte de Masse (%)	Référence : Tuf + 2.5% Caroube seule
Groupe R (Tuf + NaOH)	4,12	{~2,13}
Groupe P (Tuf + Caroube + NaOH sim.)	3,44	
Groupe S (Tuf + NaOH + Caroube séq.)	2,42	

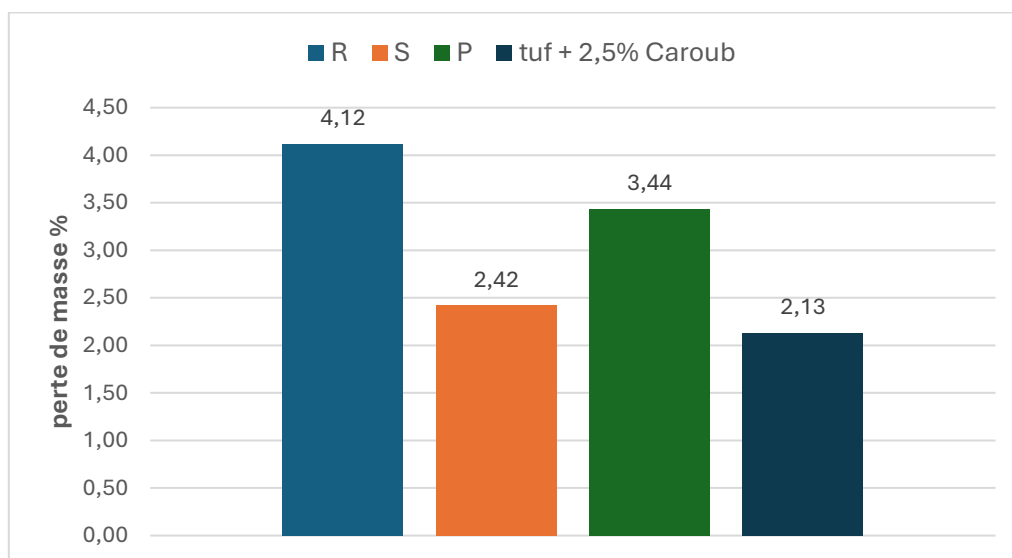


Figure 3.74 : Récapitulatif de la Perte de Masse après Essai d'Immersion (NaOH 8 mol)

L'analyse des résultats de l'essai d'immersion pour les formulations avec NaOH à 8 mol (Tableau 3.X) montre des performances globalement améliorées par rapport à l'activation à 1 mol. Le Groupe R (Tuf + NaOH seul) affiche une perte de masse de 4,12 %. L'ajout de caroube en protocole simultané (Groupe P) réduit légèrement cette perte à 3,44 %. Cependant, la performance la plus notable est celle du Groupe S (protocole séquentiel avec 6h de repos), qui présente la perte de masse la plus faible avec seulement 2,42 %.

Cette valeur de 2,42 % pour le Groupe S est non seulement la meilleure parmi les groupes activés à 8 mol, mais elle se rapproche également, et est même légèrement meilleure dans ce contexte, que la référence du tuf stabilisé par 2.5% de caroube seule (environ 2,13 %). Cela suggère que le protocole séquentiel, en permettant une géopolymérisation initiale substantielle du tuf par la forte concentration de NaOH avant l'introduction de la caroube, optimise l'effet de cette dernière. La caroube agit alors probablement comme un renfort secondaire efficace, améliorant la résistance à la dissolution et la cohésion de la matrice déjà fortement consolidée, sans subir les interférences potentiellement négatives d'un contact direct immédiat avec le NaOH à 8 mol. Le Groupe P, bien que performant, pourrait souffrir d'une légère perturbation de la caroube ou de la géopolymérisation due au mélange simultané.

- **Resistance à l'abrasion :**

Capacité des différentes formulations activées à 8 mol de NaOH à résister à l'usure superficielle est un critère déterminant pour leur durabilité. Le Tableau 3.X présente les pertes de masse et les classifications normatives obtenues lors de l'essai d'abrasion.

Tableau 3.11 : Perte de masse par abrasion et classification normative des formulations à base de NaOH 1 mol

Groupe Testé	Perte de Masse (g/cm ²)	Classification (NF XP P13-901)	Référence : Tuf + 2.5% Caroube seule
Groupe R (Tuf + NaOH)	0,2	Ab2 (Modérée)	~0,30 (Classe Ab2)}
Groupe P (Tuf + Caroube + NaOH sim.)	0,93	Non Classé (NC) / Hors catégorie	

Groupe S (Tuf + NaOH + Caroube séq.)	0,63	Non Classé (NC) / Hors catégorie	
--------------------------------------	------	----------------------------------	--

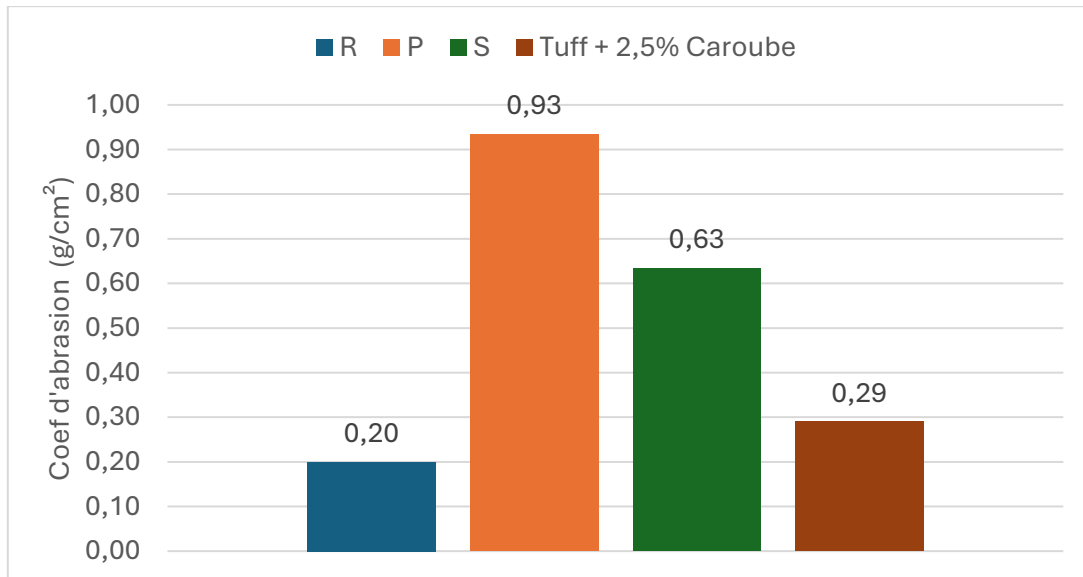


Figure 3.75 : Récapitulatif de la Perte de masse par abrasion et classification normative des formulations à base de NaOH 8 mol

L'examen des résultats de l'essai d'abrasion pour les formulations avec NaOH à 8 mol (Tableau 3.X) révèle des comportements très contrastés. Le Groupe R (Tuf + NaOH seul) se distingue par une excellente performance, avec une perte de masse de seulement 0,20 g/cm², ce qui le classe dans la catégorie Ab1 (très bonne résistance à l'usure). Cela démontre qu'une forte activation alcaline du tuf seul permet de développer une surface très dure et cohésive.

En revanche, l'introduction de la poudre de caroube dans les protocoles avec NaOH à 8 mol a un effet négatif sur cette propriété. Le Groupe P (Tuf + Caroube + NaOH, protocole simultané) affiche la plus mauvaise performance avec une perte de masse de 0,93 g/cm², le classant "Non Classé" (NC). Le Groupe S (protocole séquentiel avec 6h de repos), avec une perte de 0,63 g/cm², est également "Non Classé", bien que légèrement meilleur que le Groupe P.

Ces résultats suggèrent que, pour la résistance à l'abrasion, l'ajout de caroube en présence d'une forte concentration de NaOH (8 mol) est préjudiciable, quel que soit le

protocole d'incorporation (simultané ou séquentiel). Il est possible que la forte alcalinité dégrade la caroube ou modifie ses interactions avec la matrice de manière à affaiblir la cohésion superficielle, ou que la caroube, même si elle n'est pas dégradée, interfère avec la formation d'une couche géopolymère de surface extrêmement dure que le NaOH à 8 mol seul est capable de produire. La performance du Groupe R est même supérieure à celle de la référence tuf + caroube seule (environ 0,30 g/cm², Classe Ab2).

3.5. Conclusion

L'étude expérimentale détaillée dans ce chapitre a permis d'évaluer de manière comparative l'influence de la concentration de l'activateur alcalin (NaOH à 1 mol et 8 mol) et de différents protocoles d'incorporation de la poudre de caroube à 2.5% (simultané et séquentiel) sur les propriétés physiques, mécaniques et hydriques des briques de tuf de Beni Saf.

Les résultats ont clairement indiqué que l'activation alcaline avec une faible concentration de NaOH (1 mol) n'a apporté que des améliorations limitées aux propriétés des BTC. Souvent, les performances obtenues avec ces formulations (Groupes T, A, et B) n'ont pas surpassé celles d'une stabilisation par la poudre de caroube seule. Bien que l'ajout simultané de caroube (Groupe A) ait montré un effet bénéfique sur la tenue à l'immersion (perte de masse de 2,69 %) et ait permis d'atteindre la classe d'abrasion minimale Ab3 (0,43 g/cm²), les performances globales de ces groupes à 1 mol de NaOH restent modestes.

En revanche, l'utilisation d'une concentration élevée de NaOH (8 mol) a eu un impact plus significatif sur la consolidation de la matrice géopolymère. Le Groupe R (Tuf + NaOH 8 mol seul) s'est distingué par une excellente résistance à l'abrasion (Ab1, 0,20 g/cm²) et une bonne résistance en compression prismatique (6,7 MPa), confirmant l'efficacité d'une forte activation alcaline pour la consolidation purement minérale.

L'introduction de la poudre de caroube dans ce contexte de forte alcalinité a produit des résultats contrastés. Le protocole simultané (Groupe P) a généralement dégradé les performances mécaniques, bien qu'il ait montré une capillarité réduite (3,95 % à 1 cm), justifiant ainsi l'intérêt d'explorer des approches alternatives comme le protocole

séquentiel. C'est effectivement le Groupe S (Tuf + NaOH 8 mol, puis Caroube incorporée séquentiellement après 6 heures) qui s'est révélé le plus prometteur pour une approche combinant forte activation alcaline et additif organique. Cette formulation a atteint la meilleure tenue à l'immersion (perte de masse de 2,42 %) de toutes les séries testées avec NaOH, tout en maintenant une bonne résistance en compression prismatique (6,0 MPa).

Ces résultats suggèrent que si une résistance à l'eau maximale est l'objectif principal, le protocole séquentiel du Groupe S offre une base de travail très intéressante. Ce chapitre a ainsi démontré le potentiel de l'activation alcaline forte du tuf et, de manière cruciale, a identifié le protocole séquentiel avec ajout différé de caroube comme une voie particulièrement pertinente pour permettre l'intégration efficace d'un additif organique, comme la caroube, dans un milieu fortement alcalin tout en améliorant la durabilité hydrique des BTC. Cette approche ouvre des perspectives pour l'étude plus large de la combinaison d'additifs organiques avec des matrices géopolymères, en optimisant les interactions pour des performances ciblées. Les faiblesses du Groupe S, notamment en abrasion et en compression cylindrique, soulignent la nécessité de recherches futures pour affiner ce protocole prometteur, par exemple en variant les temps de repos ou les dosages de caroube, afin de parvenir à une formulation globalement optimisée.

Conclusion générale :

Ce mémoire s'est attaché à explorer des voies d'optimisation pour les briques de terre comprimée (BTC) à base de tuf de la région de Beni Saf, un matériau local abondant en Algérie. L'objectif était d'améliorer leurs propriétés mécaniques et leur durabilité hydrique, en s'inscrivant dans une démarche de construction durable et d'éco-conception. Pour ce faire, une double approche de stabilisation a été investiguée : l'activation alcaline par l'hydroxyde de sodium (NaOH) pour induire une géopolymérisation, et l'incorporation de poudre de caroube comme additif biosourcé.

L'état de l'art a d'abord permis de souligner les potentialités de la géopolymérisation pour l'amélioration des BTC, ainsi que de caractériser le tuf de Beni Saf et de passer en revue les travaux antérieurs sur sa stabilisation, qu'elle soit minérale ou par des additifs naturels comme la caroube. Cette revue a mis en évidence les performances intéressantes de la caroube utilisée seule, mais aussi les limites des BTC traditionnelles, justifiant la recherche de solutions de stabilisation plus performantes.

L'étude expérimentale menée au sein du laboratoire EOLE a constitué une étape clé pour évaluer l'interaction complexe entre le tuf, l'activateur alcalin (NaOH à 1 mol et 8 mol) et la poudre de caroube (2.5%), selon des protocoles d'incorporation simultanés et séquentiels. Les résultats ont montré qu'une faible concentration de NaOH (1 mol) n'apportait pas d'améliorations significatives par rapport à une stabilisation par caroube seule. En revanche, l'utilisation d'une forte concentration de NaOH (8 mol) a eu un impact plus notable. Le Groupe R (Tuf + NaOH 8 mol seul) a offert une excellente résistance à l'abrasion et une bonne compression prismatique. Concernant l'intégration de la caroube, le Groupe S (Tuf + NaOH 8 mol, puis Caroube incorporée séquentiellement après 6 heures) s'est particulièrement distingué par une excellente tenue à l'immersion (perte de masse de 2,42 %), la meilleure de toutes les formulations à base de NaOH testées.

Ce travail a donc permis d'identifier que le protocole séquentiel (Groupe S) représente une piste très prometteuse pour combiner efficacement un additif organique sensible, comme la poudre de caroube, avec un milieu fortement alcalin nécessaire à la géopolymérisation du tuf. Il offre une solution pour améliorer considérablement la

résistance à l'eau des BTC, un de leurs points faibles majeurs. Il est important de souligner que cette étude, bien qu'ayant ouvert des voies intéressantes, a été menée dans un cadre temporel contraint et constitue une première exploration. Beaucoup de travail reste à accomplir pour optimiser pleinement ces formulations. Les faiblesses du Groupe S, notamment en termes de résistance à l'abrasion et en compression cylindrique, nécessitent des investigations complémentaires spécifiques (ajustement du temps de repos séquentiel, variation du dosage de caroube).

En perspective, la valorisation du tuf par géopolymérisation, potentiellement en synergie avec des additifs naturels judicieusement incorporés via des protocoles optimisés comme le séquentiel, constitue une alternative crédible aux matériaux de construction conventionnels. Cependant, pour une application à plus grande échelle, des études futures devront impérativement se pencher sur :

L'analyse économique (coût des matières premières, notamment le NaOH, et du processus de fabrication).

La faisabilité industrielle et la reproductibilité des performances.

L'évaluation environnementale complète, incluant l'analyse du cycle de vie (ACV) et le bilan carbone (émissions de CO₂ comparées aux solutions traditionnelles).

La durabilité à long terme des briques optimisées dans des conditions d'exposition réelles.

Ces recherches complémentaires seront essentielles pour confirmer le potentiel de ces nouvelles briques de terre comprimée et favoriser leur adoption dans le secteur de la construction durable.

Reference

- [1] Riza. F.V, Rahman. I.A. A brief review of compressed Stabilised Earth Brick. Universiti Tun Hussein Onn Malaysia, Jalan, Malaysia. 2015.
- [2] R.K. Preethi, B.V. Venkatarama Reddy, Experimental investigations on geopolymer stabilised compressed earth products. Institut indien des sciences, département de génie civil, Bangalore, Inde).
- [3] Rolande Aurelie Tchouateu Kamwa “Effect of treated palm fibers on the mechanical properties of compressed earth bricks stabilized by geopolymer binder based natural pozzolan “University of Douala, April 22nd 2024
- [4] A. Marsh, A. Heath, P. Patureau, P. Evernden, P. Walker, Influence of clay minerals and associated minerals in alkali activation of soils, *Constr.Build. Mater.*229(2019), <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.116816>
- [5] J.F. Muñoz, T. Easton, J. Dahmen, using alkali-activated natural aluminosilicate minerals to produce compressed masonry construction materials, *Constr. Build. Mater.* 95 (2015) 86-95, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.07.144>.
- [6] Maskell, D., A. Heath, P. Walker, Geopolymer Stabilisation of Unfired Earth Masonry Units, *Key Engineering Materials.* 600 (2014) 175-185. doi:10.4028.
- [7] P. Rovnaník, Effect of curing temperature on the development of hard structure of metakaolin-based geopolymer, *Constr. Build. Mater.* 24 (2010) 1176-1183, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2009.12.023>.
- [8] C.Y. Heah, H. Kamarudin, A.M. Mustafa Al Bakri, M. Binhussain, M. Luqman, I. Khairul Nizar, C.M. Ruzaidi, Y.M. Liew, Effect of curing profile on kaolin-based geopolymers, in: *Physics Procedia*, Elsevier B.V., 2011, pp. 305-311, <https://doi.org/10.1016/j.phpro.2011.11.048>
- [9] AIT SALEM Ahmed Abdelmadjid, “Etude des comportements mécaniques et de durabilité : Valorisation du tuf en brique de terre compressée stabilisée (BTCs),” thèse de doctorat, 2024.

- [10] Cheng T.W & Chiu J.P. (2003). Fire-resistant geopolymer produced by granulated blast furnace slag. *Minerals engineering*, 16(3), p. 205–210.
- [11] B. Kumfer, C.Felch, et C.Maugans, "Wet Air Oxidation Treatment of Spent Caustic in Petroleum Refineries", Conférence de la National Petroleum Refiners Association Phoenix, AZ ; 21-23 mars 2010.
- [12] P. R. Siemens, William F. Giauque, "Entropies of the hydrates of sodium hydroxide. II. Low-temperature heat capacities and heats of fusion of NaOH-2H₂O and NaOH-3.5H₂O". *Journal of Physical Chemistry*, volume 73, numéro 1, pp. 149-1
- [13] Ahmadi, M., & Seyedin, S. H. (2019). Investigation of NaOH properties, production and sale mark in the world. *Journal of Multidisciplinary Engineering Science and Technology (JMEST)*, 6(10), 10809-10813.
- [14] W. A. Mohammed, N. M. T. Abbass, "Preparation of Sodium Hydroxide by Using Natron and Quick Lime". Diss. Université soudanaise des sciences et technologies, 2014.
- [15] Davidovits, J. (2008). *Geopolymer Chemistry and Applications*. Institut Géopolymère.
- [16] Zawrah, M. F., Gado, R. A., & El-Dakroury, A. (2016). "Effect of curing conditions on geopolymer properties." *Ceramics International*, 42(5), 6261-6270.
- [17] Duxson, P., Provis, J. L., Lukey, G. C., & van Deventer, J. S. J. (2005). "Understanding the relationship between geopolymer composition, microstructure and mechanical properties." *Colloids and Surfaces A : Physicochemical and Engineering Aspects*, 269(1-3), 47–58.
- [18] Fernández-Jiménez, A., Palomo, A. (2005). "Mid-infrared spectroscopic studies of alkali-activated fly ash structure." *Microporous and Mesoporous Materials*, 86(1-3), 207–214.
- [19] Rajamane, N. P., Nataraja, M. C., & Jeyalakshmi, R. (2017). "Development of geopolymer bricks using industrial by-products." *Materials Today: Proceedings*, 4(8), 7390–7399.

- [20] Kamseu, E., et al. (2017). "Sustainable geopolymer bricks produced from clay and waste materials: Mechanical properties, durability and economic feasibility." *Journal of Cleaner Production*, 142, 3571–3582.
- [21] Elimbi, A., Dika Manga, J., Tchakoute, H. K., & Cyr, M. (2014). "Thermal behavior and mechanical properties of metakaolin based geopolymer mortars containing recycled glass." *Ceramics International*, 40(6), 9333–9340.
- [22] Khalifa, A. E., et al. (2020). "Characterization of alkali-activated materials by SEM, EDS and optical microscopy." *Materials Today: Proceedings*, 33, 765–771.
- [23] Bakharev, T. (2005). "Geopolymeric materials prepared using Class F fly ash and elevated temperature curing." *Cement and Concrete Research*, 35(6), 1224–1232.
- [24] Temuujin, J., Williams, R. P., & van Riessen, A. (2009). "Effect of mechanical activation of fly ash on the properties of geopolymer cured at ambient temperature." *Journal of Materials Processing Technology*, 209(12-13), 5276–5280.
- [25] Barbosa, V. F. F., & MacKenzie, K. J. D. (2003). "Thermal behaviour of inorganic geopolymers and composites derived from sodium polysialate." *Materials Research Bulletin*, 38(2), 319–331.
- [26] Kumar, S., Kumar, R., & Mehrotra, S. P. (2010). "Influence of granulated blast furnace slag on the reaction, structure and properties of fly ash based geopolymer." *Journal of Materials Science*, 45(3), 607–615.
- [27] Zhang, M., & Zhao, T. (2016). "Effect of fly ash-based geopolymer on the mechanical properties and durability of concrete." *Materials Science and Engineering: A*, 674, 144–150.
- [28] Tchakouté, H. K., Elimbi, A., & Cyr, M. (2014). "Durability of metakaolin-based geopolymer mortar exposed to aggressive environments." *Construction and Building Materials*, 70, 48-56.
- [29] Provis, J. L., & van Deventer, J. S. J. (2009). *Geopolymers: Structures, Processing, Properties and Industrial Applications*. Woodhead Publishing.

- [30] Palomo, A., Grutzeck, M. W., & Blanco, M. T. (1999). "Alkali-activated fly ashes: A cement for the future." *Cement and Concrete Research*, 29(8), 1323–1329.
- [31] Zawrah, M. F., & Gado, R. A. (2016). "Influence of processing conditions and composition on geopolymer structure formed from metakaolin and ground granulated blast-furnace slag." *Ceramics International*, 42(6), 7152–7161.
- [32] Khale, D., & Chaudhary, R. (2007). Mechanism of geopolymerization and factors influencing its development: A review. *Journal of Materials Science*, 42(3), 729–746.
- [33] Lahoti, M., Tan, K. H., & Yang, E. H. (2019). A critical review of geopolymer properties for structural fire-resistance applications. *Construction and Building Materials*, 221, 514–526.
- [34] Ali İhsan Çelik, Ahmet Özbayrak, Ahmet Şener, & Mehmet Cemal Acar. (2022). Numerical analysis of flexural and shear behaviors of geopolymer concrete beams. *Journal of Sustainable Construction Materials and Technologies*, 7(2), 70–80.
- [35] Chithambar Ganesh, G., & al. (2022). Durability Performance of Geopolymer Concrete: A Review. *Polymers*, 14(5), 868.
- [36] Ahmed Hisseini, B. H. (2021). Traitement par alcali-activation et géopolymérisation de sols argileux : caractérisations physicochimique, géotechnique et environnementale [Thèse de doctorat, Université Gustave Eiffel]. Thèses.fr.
- [37] De Filippis, U. (2021). Stabilisation de la terre par activation alcaline : Étude des phénomènes physico-chimiques et de leur influence sur les propriétés d’usage [Thèse de doctorat, INSA Lyon]. Thèses.fr.
- [38] Hamzaoui, A., & Khelifi, I. (2024). Étude des propriétés mécaniques et de durabilité de brique de terre comprimée avec la poudre de caroube comme éco-liant (Mémoire de master, Université Aboubakr Belkaïd – Tlemcen, Faculté de Technologie).
- [39] N. Kolassa, C. Punzengruber, J. Suko, and M. Makinose, Mechanism of calcium-independent phosphorylation of sarcoplasmic reticulum ATPase by orthophosphate.

Evidence of magnesium-phosphoprotein formation, vol. 108, no. 2. 1979. doi: 10.1016/0014-5793(79)80596-7.

[40] Centre National des Recherches en Sciences des Matériaux (CNRSM), "Analyse Thermique ATD / ATG / DSC," p. 1750, 2013, [Online]. Available: <http://www.cnrsm.rnrt.tn/upload/files/ATD.pdf> NEW [15:16]

[41] Khater, H. M. (2012). "Effect of fly ash characteristics on the properties of geopolymer materials." *International Journal of Mineral Processing*, 110–111, 30–36.

[42] Walkley, B., & Sanjayan, J. G. (2015). "Re-evaluating the relationship between the 'degree of reaction' and compressive strength in geopolymers." *Construction and Building Materials*, 100, 361–369.

[43] Ali, M. M., Sabri, M. M. S., & Mustafa, A. M. (2019). "Effect of alkaline activator on the strength and microstructure of geopolymer stabilized soil." *International Journal of GEOMATE*, 17(63), 197–203.

[44] Bernal, S. A., & Provis, J. L. (2014). "Durability of alkali-activated materials: Progress and perspectives." *Journal of the American Ceramic Society*, 97(4), 997–1008.

[45] Habert, G., D'Espinose De Lacaillerie, J. B., & Roussel, N. (2011). "An environmental evaluation of geopolymer based concrete production: reviewing current research trends." *Journal of Cleaner Production*, 19(11), 1229–1238.

[46] Shi, C., Krivenko, P. V., & Roy, D. M. (2006). *Alkali-Activated Cements and Concretes*. Taylor & Francis.

[47] Hosseini, S. E., & Butler, R. M. (2020). "Challenges and opportunities of geopolymer-based construction materials: A critical review." *Construction and Building Materials*, 250, 118860.

[48] Rickard, W. D. A., Williams, R., & van Riessen, A. (2012). "Thermal character of geopolymers synthesized from class F fly ash containing high concentrations of iron and unburnt carbon." *Journal of Materials Science*, 47, 4876–4883.

- [49] Kong, D. L. Y., Sanjayan, J. G., & Sagoe-Crentsil, K. (2007). "Comparative performance of geopolymers made with metakaolin and fly ash after exposure to elevated temperatures." *Cement and Concrete Research*, 37(12), 1583–1589.
- [50] Turner, L. K., & Collins, F. G. (2013). "Carbon dioxide equivalent (CO₂-e) emissions: A comparison between geopolymer and OPC cement concrete." *Construction and Building Materials*, 43, 125–130.
- [51] McLellan, B. C., Williams, R. P., Lay, J., van Riessen, A., & Corder, G. D. (2011). "Costs and carbon emissions for geopolymer pastes in comparison to ordinary Portland cement." *Journal of Cleaner Production*, 19(9–10), 1080–1090.
- [52] Poulesquen, A., Cyr, M., & Ambroise, J. (2011). "Geopolymer binders: a suitable solution for the reuse of mineral wastes." *Waste and Biomass Valorization*, 2, 299–307.
- [53] Pacheco-Torgal, F., Labrincha, J. A., Leonelli, C., Palomo, A., & Chindaprasirt, P. (2014). *Handbook of Alkali-Activated Cements, Mortars and Concretes*. Woodhead Publishing.
- [54] Ismail, I., Bernal, S. A., Provis, J. L., & San Nicolas, R. (2016). "Understanding the role of local materials in geopolymer concrete production." *Cement and Concrete Research*, 85, 95-108.
- [55] Shi, C., & Day, R. L. (2000). "Chemical composition and microstructure of alkali-activated fly ash and slag blends." *Cement and Concrete Research*, 30(10), 1645-1651.
- [56] RILEM TC 247-DTA (2018). *Testing and Design Methods for Alkali-Activated Materials*. RILEM Publications.
- [57] Bentz, D. P., & Snyder, K. A. (2016). "Standardization in sustainable construction materials: Current challenges and future outlook." *Construction and Building Materials*, 123, 127-135.
- [58] Bai, X., Shi, Z., & Li, J. (2019). "Recent advances in nanomaterials for geopolymer composites." *Materials Science and Engineering: B*, 244, 1-11.

- [59] Davidovits, J. (2015). *Geopolymer Chemistry and Applications* (4th ed.). Institut Géopolymère.
- [60] Provis, J. L., & van Deventer, J. S. J. (2014). *Alkali Activated Materials: State-of-the-Art Report*. Springer.
- [61] Duxson, P., Fernández-Jiménez, A., Provis, J. L., Lukey, G. C., Palomo, A., & Van Deventer, J. S. J. (2007). Geopolymer technology: The current state of the art. *Journal of Materials Science*, 42(9), 2917–2933.
- [62] Shao, Y., & Kriven, W. M. (2014). Nanomaterials in geopolymer composites: Enhancing performance and durability. *Journal of Materials Science*, 49(19), 6590–6600.
- [63] Barbalho, E. et al. (2020). "Alkali activated compressed earth blocks –the one-part mixture method".
- [64] Belayali, F., Maherzi, W., Benzerzour, M., Abriak, N. E., & Senouci, A. (2022). Compressed earth blocks using sediments and alkali-activated byproducts. *Sustainability*, 14(6), 3158.
- [65] Huseien, G. F., Shah, K. W., Sam, A. R. M., & Asaad, M. A. (2020). Natural fiber reinforced geopolymer composites: A review. *Polymers*, 12(3), 541. <https://doi.org/10.3390/polym12030541>.
- [66] ROMERO, J. et BARBETA, Gabi. Stabilisation of earthen surfaces using carob (*Ceratonia siliqua* L.). In: *Vernacular and Earthen Architecture: Conservation and Sustainability*. CRC Press, 2017. p. 789-795.
- [67] SORE, Seick Omar, NSHIMIYIMANA, Philbert, OUEDRAOGO, Souleymane, et al. Improvement of the performance of compressed earth blocks (CEBs) through alkali-activation of lateritic earth cured in the ambient sub-Saharan climate. *MRS Advances*, 2025, p. 1-5.
- [68] Kazi Aoual, Mohammed Rafik et Kenadil, Abderrahmen. (2016). EFFET DU MODE DE COMPACTAGE SUR LE COMPORTEMENT MECANIQUE ET HYDRIQUE DES SOLS FINS (Comparaison entre les procédés statique et dynamique)

- [69] Ciancio, D., Beckett, C. T. S., & Carraro, J. A. H. (2013). Optimum lime content identification for lime-stabilised rammed earth. *Construction and Building Materials*, 43, 123–129.
- [70] Maniatidis, V., Walker, P.J. Structural capacity of rammed earth in compression. *Journal of Materials in Civil Engineering*, Vol. 20, N° 3, pp. 230 - 238, 2008.
- [71] Azeredo, G., Morel, J.C., Barbosa, N.P. Compressive strength testing of earth mortars. *Journal of Urban and Environmental Engineering*, Vol. 1, N° 1, pp. 26 - 35, 2007.
- [72] Adam, E.A. and Agib A.R. Compressed Stabilized Earth Block Manufacture in Sudan. United Nations Educational, Scientific and Cultural Organization, Paris, July 2001.
- [73] Venkatarama Reddy, B. V. and Jagadish, K. S., (1993), ‘The static compaction of soils’, *Geotechnique* 43(2), 337–341.
- [74] Collet, F. Caractérisation hydrique et thermique de matériaux de génie civil a faibles impacts environnementaux. Thèse, INSA Rennes, 252 p., 2004.
- [75] Walker, P., & Stace, T. (1997). Properties of some cement stabilised compressed earth blocks and mortars. *Materials and Structures*, 30(9), 545–551.
- [76] Mekaideche, A. (2021). Étude expérimentale du comportement hygrothermique des matériaux de construction en terre. [Thèse de doctorat, Université Abou Bekr Belkaïd - Tlemcen]. <http://dspace.univ-tlemcen.dz/bitstream/112/17926/1/Doct.GC.Mekaideche.pdf>
- [77] Bensalem, A. (2016). Étude d’un mélange tuf–sable concassée pour assise de chaussée : Application à la région d’Adrar [Mémoire de master, Université d’Adrar].
- [78] Buhari Bafarawa a, Artjom Nepryahin a, Lu Ji b, Elizabeth M. Holt c, Jiawei Wang d, Sean P. Rigby a, (2014) “Combining mercury thermoporometry with integrated gas sorption and mercury porosimetry to improve accuracy of pore-size distributions for disordered solids”

[79] M.S. Amin, M. Ramadan, Alaa Mohsen, Mostafa A. Sayed, Ahmed M. Abu-Dief ,Hoda A. Ahmed , Ali M. Abdel-Aziz (2024) “ Synthesis of multifunctional mesoporous geopolymer under hydrothermal curing: High mechanical resistance and efficient removal of methylene blue from aqueous medium “.

[80] Rolande Aurelie Tchouateu Kamwa , Sylvain Tome , Judicael Chongouang , Idriss Eguekeng , Alex Spieß ,Markus N.A. Fetzer , Kamseu Elie , Christoph Janiak , Marie-Annie Etoh (2022) “ Stabilization of compressed earth blocks (CEB) by pozzolana based phosphate geopolymer binder: Physico-mechanical and microstructural investigations “

[81] R.K. Preethi, B.V. Venkatarama Reddy, (2024) “Characteristics of geopolymer stabilised compressed earth bricks “

[82] Siyal, A. A., Radin Mohamed, R. M. S., Shamsuddin, R., & Ridzuan, M. B. (2024). A comprehensive review of synthesis kinetics and formation mechanism of geopolymers. RSC Advances, 14(1), 446–462.
<https://doi.org/10.1039/D3RA06205H>

Webographie:

[1] <https://www.cycle-terre.eu/wp-content/uploads/2022/05/ATEX-A-Cycle-Terre-Parement-BTC-2991.pdf>

[2] <https://www.cycle-terre.eu/wp-content/uploads/2022/05/ATEX-A-Cycle-Terre-Cloison-BTC-2911.pdf>