UQAC
Université du Québec
à Chicoutimi

Béton géopolymère électriquement conducteur à base de résidu de bauxite: développement, caractérisation et application

par João Augusto Lago Araújo Seixas

Thèse présentée à l'Université du Québec à Chicoutimi en vue de l'obtention du grade de Philosophiæ Doctor (Ph. D.) en Ingénierie

Québec, Canada

© João Augusto Lago Araújo Seixas, 2026

RÉSUMÉ

Dans les pays nordiques, l'entretien hivernal des infrastructures routières, aéroportuaires et piétonnières représente un défi majeur. L'accumulation de neige et de verglas nuit à la sécurité et nécessite des opérations de déglaçage coûteuses et chronophages. L'utilisation de bétons électriquement conducteurs pour le développement de revêtements chauffants constitue une alternative prometteuse aux méthodes traditionnelles qui sont basées sur l'application de produits de déglaçage et sur l'utilisation de machineries lourdes. Toutefois, les formulations existantes, bien que performantes, restent onéreuses, limitant ainsi leur déploiement à grande échelle. Ce projet vise à développer un béton géopolymère électriquement conducteur intégrant du résidu de bauxite afin de proposer une solution plus économique et durable. L'approche adoptée repose sur l'optimisation de la formulation par l'analyse quantitative de l'influence de chaque composant sur les propriétés clés du matériau, notamment la résistance à la compression, l'ouvrabilité et la conductivité électrique. Une formulation optimale a été élaborée et validée à travers des essais en laboratoire, ainsi que par la fabrication de prototypes de dalles chauffantes testées sous conditions contrôlées de neige et de verglas. Les résultats obtenus démontrent le fort potentiel du résidu de bauxite dans la conception de bétons géopolymères conducteurs, tout en présentant une performance mécanique comparable au béton conventionnel à base de ciment portland. Ces matériaux pourraient être intégrés dans les futures infrastructures de transport comme solution auto-dégivrante, réduisant ainsi l'utilisation de produits chimiques et améliorant la sécurité des usagers en période hivernale.

ABSTRACT

In Nordic countries, maintaining roadways, airports, and pedestrian infrastructures during winter poses a major challenge. Snow and ice accumulation create safety hazards and requires costly and time-consuming de-icing operations. The use of electrically conductive concrete for the development of heated pavements offers a promising alternative to traditional methods, which rely on the application of de-icing chemicals and mechanical interventions. However, existing formulations, while effective, remain expensive, limiting their large-scale deployment. This project aims to develop a conductive geopolymer concrete incorporating bauxite residues to provide a more cost-effective and sustainable solution. The adopted approach focuses on optimizing the formulation through a quantitative analysis of the influence of each component on the material's key properties, including compressive strength, workability, and electrical conductivity. An optimal formulation was developed and validated through laboratory tests, as well as the fabrication of heated slab prototypes tested under real snow and ice conditions. The results obtained demonstrate the strong potential of bauxite residues in the design of conductive geopolymer concrete while maintaining mechanical performance comparable to conventional portland cement-based concrete. These materials could be integrated into future transport infrastructures as a self-deicing solution, thereby reducing the use of chemical de-icers and enhancing user safety during winter conditions.

Table des matières

Résumé ii
Abstract iii
Liste des figures viii
Liste des tableaux xv
Remerciements xvii
Avant-Propos xviii
CHAPITRE 1 INTRODUCTION 1
1.1 Contexte et problématique 1
1.2 Objectifs 2
1.3 Originalité du projet de recherche 3
1.4 Retombés du projet de recherche 6
1.5 Méthodologie générale de la thèse 7
1.6 Structure de la thèse 8
CHAPITRE 2 REVUE DE LA LITTÉRATURE 11
2.1 La définition des géopolymères 11
2.2 La réaction de géopolymérisation 14
2.2.1 La solution alcaline 16
2.2.2 Rôle de l'eau 18
2.2.3 Les conditions de cure 19
2.2.4 Différence entre géopolymère et les matériaux alcalis-activés 20
2.3 Le géopolymère à base de résidu de bauxite 22
2.3.1 L'utilisation du résidu de bauxite pour la production des géopolymères 24
2.3.2 L'effet du fer 25
2.3.3 L'effet sur la maniabilité et le temps de prise 26
2.3.4 La lixiviation de contaminants 26
2.4 Méthodes de dosage existantes 27
2.4.1 Méthode de Davidovits 27
2.4.2 Méthodes de performance cible 30
2.4.3 Méthode basée sur le plan d'expériences de Taguchi 31
2.5 Plan d'expériences 33
2.5.1 Plan factoriel complet 35

2.5.2 Plan de Taguchi 35
2.5.3 Effet des interactions 38
2.5.4 Prédiction de réponse et résidus 38
2.6 Concepts électriques 42
2.6.1 Conduction électrolytique 42
2.6.2 Conduction électronique 43
2.6.3 Conduction dans un diélectrique 44
2.6.4 Résistance, résistivité et conductivité électrique 45
2.6.5 Effet Joule 46
2.7 Le béton électriquement conducteur 47
2.7.1 Conduction électrique à travers le béton 48
2.7.2 Conductivité électrique dans le béton géopolymère 52
2.8 L'utilisation de la magnétite dans le béton 53
2.9 Les sous-produits carbonés et du LCLL graphite 54
2.10 L'analyse de la maniabilité béton 57
CHAPITRE 3 MÉTHODOLOGIE 63
3.1 Dosage du géopolymère 63
3.1.1 Dosage de la pâte 64
3.1.2 Ajout des granulats et des matériaux conducteurs 67
3.1.3 Optimisation des conditions de cure 68
3.2 Essais de caractérisation détaillée 69
3.2.1 Analyse de la microstructure 69
3.2.2 Analyse minéralogique 70
3.2.3 Temps de prise 70
3.2.4 Résistance à l'écaillage 71
3.2.5 Cycles de séchage et humidification 72
3.2.6 Essai d'absorption 73
3.2.7 Essais avec prototype de dalle 74
3.3 Description des matériaux utilisés 78
3.3.1 Cendre volante de type F 78
3.3.2 Résidu de bauxite 78
3.3.3 Solution alcaline 79
3.3.4 Granulats ordinaires 79
3.3.5 Granulats de magnétite 81

3.3.6 Graphite fabriqué à partir du procédé de lixiviation à faible causticité et chaulage (LCLL graphite) 82
3.3.7 Pile 0 83
3.4 Préparation des éprouvettes 84
3.4.1 Malaxage du géopolymère 84
3.4.2 Préparation des éprouvettes cylindriques 85
3.4.3 Préparation des prototypes de dalle chauffante 85
3.5 Procédures expérimentales 87
CHAPITRE 4 DÉVELOPPEMENT ET CARACTÉRISATION DES PÂTES GÉOPOLYMÈRES 89
4.1 Résistance à la compression des pâtes géopolymères 89
4.1.1 Évaluation de la résistance à la compression 89
4.1.2 Analyse statistique 94
4.1.3 Prédiction de la résistance à la compression 98
4.2 Rhéologie des pâtes à l'état frais 103
4.2.1 Évaluation de la contrainte de seuil 103
4.2.2 Analyse statistique 106
4.2.3 Prédiction de la contrainte de seuil 108
4.3 Conductivité électrique des pâtes géopolymères 110
4.4 Analyse minéralogique 113
4.4.1 Les matières premières 113
4.4.2 Le géopolymère 115
CHAPITRE 5 DÉVELOPPEMENT ET CARACTÉRISATION DES FORMULATIONS AVEC DES GRANULATS ET DES PARTICULES CONDUCTRICES 121
5.1 Résistance à la compression des bétons et mortiers géopolymères 121
5.1.1 Formulations avec granulats ordinaires 121
5.1.2 Influence de l'âge sur la résistance à la compression des formulations avec granulats ordinaires 126
5.1.3 Formulations avec granulats de magnétite 129
5.1.4 Formulations avec LCLL graphite 132
5.1.5 Influence des conditions de cure sur la résistance à la compression . 135
5.2 Maniabilité des mélanges de béton géopolymères 140
5.2.1 Formulations avec granulats ordinaires 140
5.2.2 Formulations avec granulats de magnétite 143
5.2.3 Formulations avec LCLL graphite 145

5.3 Conductivité électrique des formulations avec granulats de magnétite et LCLL graphite 147
5.4 Essais de cycles de séchage et d'hydratation 155
5.4.1 Cycles courts 156
5.4.2 Cycle long 159
5.5 Absorption 163
5.6 Analyse de la microstructure avec le microscope électronique à balayage 165
5.6.1 Matières premières 165
5.6.2 Microstructure du géopolymère 166
5.7 Temps de prise 174
5.8 Essai de durabilité 175
CHAPITRE 6 ESSAIS AVEC PROTOTYPE DE DALLE 178
6.1 Essais de conductivité électrique 178
6.2 Chauffage sans accumulation à puissance constante 182
6.2.1 Chauffage à puissance de 400 W 182
6.2.2 Chauffage à puissance de 1000 W 195
6.3 Chauffage sans accumulation à tension constante 201
6.4 Essai de dégivrage avec neige 205
6.4.1 Dégivrage avec neige à puissance cible de 400 W 206
6.4.2 Dégivrage avec neige à puissance cible de 1000W 216
6.5 Essai de déglaçage 221
CHAPITRE 7 CONCLUSION ET TRAVAUX FUTURS 224
7.1 Synthèse et conclusion 224
7.2 Recommandations et travaux futurs 227
RÉFÉRENCES 231
Annexe A – Tables de Snedecor 245
Annexe B – Article publié: Estimation of Compressive Strength of Bauxite Residue and Fly Ash Based Geopolymer Binder Using Taguchi Method 248
Annexe C – Article publié: Development of bauxite residue and class F fly ash based geopolymer concrete 268
Annexe D – Formulations de géopolymère développées 280
Annexe E – Fiches des matériaux utilisés 284

LISTE DES FIGURES

Figure 1 : Applications du géopolymère selon le rapport atomique Si/Al 13
Figure 2 : Étapes de la géopolymérisation 15
Figure 3 : Géopolymérisation 18
Figure 4 : Proportions de publications liées au résidu de bauxite sur divers matériaux dans l'industrie de la construction et de la chimie (%) basées sur une recherche de publications de 2019 dans Web of Science. 23
Figure 5 : Séquence des étapes requises pour la préparation du géopolymère recommandée par Davidovits 30
Figure 6 : Modèle de régression linéaire 39
Figure 7 : Notion de l'hypothèse nulle 40
Figure 8 : Modèle de conduction électrique à travers le béton électriquement conducteur. 49
Figure 9 : Courant en fonction de la tension appliquée dans un béton de ciment conducteur typique 50
Figure 10 : Essai de dégivrage d'un béton géopolymère conducteur en chambre climatique mené à une température ambiante de -15°C 52
Figure 11 : Schémas du procédé LCLL 55
Figure 12 : Essai d'affaissement avec le cône d'Abrams 57
Figure 13 : Essai d'étalement 58
Figure 14 : Écoulement par cisaillement d'un fluide sous l'effet d'une force de cisaillement 59
Figure 15 : Types de courbes d'écoulement 61
Figure 16 : Schéma général du plan expérimental 63
Figure 17 : Microscope électronique à balayage du laboratoire CURAL (MEB) 69
Figure 18 : Congélateur instrumenté pour la réalisation des essais sur prototype de dalle . 75
Figure 19 : Position des thermocouples sur la surface supérieure du prototype de dalle 77
Figure 20 : Analyse granulométrique du sable utilisé 80
Figure 21 : Analyse granulométrique du gros granulat utilisé 80
Figure 22 : Granulométrie du gros granulat à base de magnétite 81
Figure 23 : Granulométrie du sable à base de magnétite 82
Figure 24 : Distribution granulométrique du LCLL graphite 83
Figure 25 : Courbe de distribution granulométrique de la pile 0 84
Figure 26 : Schémas de la géométrie du prototype de dalle (vue en plan) 86
Figure 27 : Schémas de la disposition des électrodes dans le prototype de dalle de géopolymère conducteur (vue en coupe) 87
Figure 28 : Banc de mesure de la conductivité électrique 88
Figure 29 : Résistance à la compression des géopolymères après 24 heures de cure à 60°C pour les mélanges préparés avec le plan factoriel complet 89
Figure 30 : Résistance à la compression des géopolymères après 24 heures de cure à 60°C pour les mélanges préparés selon le plan de Taguchi 90
Figure 31 : Effets sur la résistance à la compression après 24 heures obtenus avec le plan complet 91
Figure 32 : L'effet de l'interaction entre les facteurs A et B (b_{AB}) 92
Figure 33 : L'effet de l'interaction entre les facteurs A et D (b_{AD}) 92

Figure 34 : Résistances à la compression moyenne obtenue avec le plan de Taguchi à chaque niveau, comparé avec le plan complet, pour (a) m_{RB} / m_{CV} (b) m_{SHS} / $m_{Na2SiO3}$, (c) m_{SA} / (m_{CV} + m_{RB}), et (d) M_{NaOH} 93
Figure 35 : Rapport signal-bruit (S/B) pour maximiser la résistance à la compression obtenue avec les résultats des mélanges préparées avec le plan de Taguchi..... 95
Figure 36 : Diagramme Q-Q des résultats de résistance à la compression après 24 heures des mélanges préparés avec le plan de Taguchi..... 98
Figure 37 : Prédiction des résistances à la compression des mélanges de pâte géopolymère effectué à partir des effets calculés avec le plan factoriel complet..... 99
Figure 38 : Prédiction des résistances à la compression des mélanges de pâte géopolymère effectué à partir des effets calculés avec le plan de Taguchi 100
Figure 39 : Résistance à la compression obtenue en laboratoire pour les mélanges T17, T18 et T19, ainsi que les prédictions avec les plans complet et de Taguchi..... 102
Figure 40 : Écarts absolus moyens obtenus pour les prédictions de résistance à la compression pour les mélanges T17, T18 et T19 102
Figure 41 : Contrainte de seuil obtenue pour les pâtes géopolymères préparées avec le plan de Taguchi..... 104
Figure 42 : Effets des facteurs A, B, C et D sur la contrainte de seuil, obtenus avec le plan de Taguchi 105
Figure 43 : Rapport signal-bruit pour minimiser la contrainte de seuil obtenue pour les résultats des mélanges préparés avec le plan de Taguchi 106
Figure 44 : Diagramme Q-Q des résultats de contrainte de seuil des mélanges préparés avec le plan de Taguchi..... 108
Figure 45 : Comparaison entre la contrainte de seuil moyenne obtenue en laboratoire et prédite par le modèle basé sur le plan de Taguchi, avec et sans les effets d'interactions, pour les pâtes T17, T18 et T19..... 109
Figure 46 : Écart absolu entre la contrainte de seuil moyenne mesurée en laboratoire et celle prédite par le modèle basé sur le plan de Taguchi, pour les pâtes T17, T18 et T19..... 109
Figure 47 : Conductivité électrique à 7 jours pour les pâtes produites avec le plan factoriel complet..... 110
Figure 48 : Effets sur la conductivité électrique après 7 jours pour des tensions appliquées de 30 V et 120 V obtenus avec le plan factoriel complet 111
Figure 49: Courbe typique de conductivité électrique en fonction de la tension appliquée, obtenue avec la formulation C6 112
Figure 50 : Résultats de diffraction des rayons X de la cendre volante..... 114
Figure 51 : Résultats de diffraction des rayons X du résidu de bauxite 114
Figure 52 : Résultats de diffraction des rayons X des pâtes géopolymères T17 et T18, testées à différentes conditions de cure 117
Figure 53 : Résultats de diffraction des rayons X des pâtes géopolymères T17 et T18, soumises à différentes conditions de cure, comparés à ceux des matières premières 118
Figure 54 : Résistance à la compression moyenne obtenue expérimentalement après l'ajout de granulats aux mélanges de pâte T17, T18 et T19, pour une cure à 60 °C pendant 24 heures, et déterminée après 24 heures, 28 jours et 56 jours 122
Figure 55 : Ratio entre la résistance à la compression moyenne du béton et celle de la pâte, déterminés à 24 heures..... 123
Figure 56 : Ratio entre la résistance à la compression moyenne du béton (après l'ajout des granulats) par rapport à celle de la pâte (sans granulat), déterminés à 24 heures..... 124

Figure 57 : Moyenne des ratios entre la résistance à la compression après l'ajout des granulats et la résistance à la compression initiale de la pâte, déterminés à 24 heures, pour chaque niveau du facteur A 125
Figure 58 : Moyenne des rapports entre la résistance à la compression du béton (après l'ajout des granulats) et la résistance à la compression de la pâte, déterminés à 24 heures, pour chaque niveau du facteur B 126
Figure 59: Ratio de la résistance à la compression obtenue après 28 jours par rapport à celle obtenue après 24 heures 127
Figure 60: Rapport moyen obtenu entre la résistance à la compression après 28 jours et celle obtenue après 24 heures par niveau du facteur A 128
Figure 61: Rapport moyen obtenu entre la résistance à la compression après 28 jours et celle obtenue après 24 heures par niveau du facteur B 128
Figure 62: Ratio de la résistance à la compression déterminée à 56 jours par rapport à celle déterminée à 28 jours 129
Figure 63 : Résistance à la compression du béton fait de pâte T19 avec les proportions A1, A2 A3 et A4 de granulats ordinaires et à base de magnétite pour une cure à 60°C pendant 24 heures, déterminée à 24 heures et à 28 jours 130
Figure 64 : Effets des facteurs A et B sur le gain de résistance à la compression après l'ajout de granulats ordinaires ou de magnétite à la pâte T19 131
Figure 65: Moyenne des ratios entre la résistance à la compression du béton (après l'ajout des granulats ordinaires ou de magnétite) et la résistance à la compression de la pâte T19, déterminés à 24 heures, pour chaque niveau du facteur A 131
Figure 66: Moyenne des ratios entre la résistance à la compression du béton (après l'ajout des granulats ordinaires ou de magnétite) et la résistance à la compression de la pâte T19, déterminés à 24 heures, pour chaque niveau du facteur B 132
Figure 67: Résistance à la compression déterminée à 24h et 28 jours des mélanges de béton constitués de granulat fait de LCLL graphite et de la pâte T19 (cure à 60°C pendant 24 heures) 133
Figure 68: Résistance à la compression moyenne déterminée à 24h et à 28 jours pour les mélanges de béton A3(T19), A3(T19)MG et A3(T19L75)MG contenant respectivement des granulats ordinaires, des granulats de magnétite et un remplacement de 7,5% de la teneur en pâte par du LCLL graphite, pour une cure à 60°C pendant 24 heures 135
Figure 69: Résistance à la compression déterminée pour le mélange A4(T17) pour différentes conditions de cure 136
Figure 70: Résistance à la compression obtenue en fonction de la maturité pour différentes conditions de cure 137
Figure 71: Le rapport entre la résistance à la compression obtenue pour différentes durées et températures de cure par rapport au résultat obtenu avec la condition de cure initiale (60°C pendant 24 heures) 138
Figure 72: Résistance à la compression obtenue pour les mélanges A2(T17) et A2(T18) pour différentes conditions de cure 139
Figure 73: Résistance à la compression obtenue pour les mélanges A3(T19), A3(T19)MG et A3(T19L75)MG pour différentes conditions de cure 139
Figure 74: Résultats de l'essai d'affaissement obtenu après l'ajout des granulats aux mélanges de liant T17, T18 et T19 140
Figure 75: Moyenne des affaissements obtenus en fonction de la fraction volumique de pâte (facteur A) 141

Figure 76: Moyenne des affaissements obtenus en fonction de la proportion du granulat occupée par le gros granulat (facteur B) 141
Figure 77: Effets de l'ajout des granulats ordinaires aux pâtes T17, T18 et T19 sur l'affaissement 142
Figure 78: Effet de l'ajout des granulats sur l'affaissement en fonction de la contrainte de seuil de la pâte 142
Figure 79: Effet de différentes contraintes de seuil sur l'affaissement pour les proportions de pâte et granulats A1, A2, A3 et A4 143
Figure 80: Résultats d'affaissement pour la pâte T19 avec différentes proportions de granulats ordinaires et de magnétite 144
Figure 81: Effets de l'ajout des granulats ordinaires et à base de magnétite à la pâte T19 sur l'affaissement 145
Figure 82: Comparatif entre les mélanges avec des granulats ordinaires ou de magnétite et du LCLL graphite 146
Figure 83: Effet de l'ajout du LCLL graphite sur la conductivité électrique des pâtes géopolymères 148
Figure 84: Conductivité électrique pour les mélanges de béton incorporant différentes proportions de granulats dans la pâte T19, pour une tension appliquée de 30 V 150
Figure 85: Conductivité électrique pour les mélanges de béton incorporant différentes proportions de granulats dans la pâte T19, pour une tension appliquée de 120 V 150
Figure 86: Ratio entre la conductivité électrique de la pâte T19L75 par rapport à celle de la pâte T19 déterminées à 28 jours 151
Figure 87: Effets de l'ajout des granulats ordinaires et de magnétite à la pâte T19 sur la conductivité électrique à 28 jours 153
Figure 88: Conductivité électrique moyenne déterminée à 28 jours pour les fractions volumiques de pâte étudiées (facteur A) 153
Figure 89: Conductivité électrique moyenne déterminée à 28 jours pour les rapports entre les volumes de gros granulat et total de granulat étudiés (facteur B) 154
Figure 90: Courant mesuré à 28 jours en fonction de la tension appliquée pour chacune des éprouvettes constituées du mélange optimal de béton A3(T19L75) 155
Figure 91: Conductivité électrique mesurée à 28 jours en fonction de la tension appliquée pour chacune des éprouvettes constituées du mélange optimal de béton A3(T19L75)..... 155
Figure 92: Conductivité électrique sous une tension appliquée de 30 V mesurée à chaque cycle court pour le mélange A3 (T19L75) MG dans la condition a) sèche et b) humide.. 157
Figure 93: Évolution de la conductivité électrique et du pH de l'eau mesurés avant et après le trempage des éprouvettes A et B pour le mélange A3 (T19L75) MG, cycle court : a) conductivité électrique de l'eau avant et après le trempage de l'éprouvette A ; b) conductivité électrique de l'eau avant et après le trempage de l'éprouvette B ; c) pH de l'eau avant et après le trempage de l'éprouvette A ; d) pH de l'eau avant et après le trempage de l'éprouvette B. 158
Figure 94 : Formation de rouille sur l'électrode d'un des échantillons soumis aux essais de cycles de séchage et d'hydratation 159
Figure 95 : Évolution de la conductivité électrique mesurée sous une tension appliquée de 30 V à chaque cycle long pour le mélange A3 (T19L75) MG, selon différentes conditions d'essai : a) condition 1 – état sec à +20 °C ; b) condition 2 – état humide à +20 °C ; c) condition 3 – état humide à −15 °C ; d) condition 4 – état sec à −15 °C..... 160

Figure 96 : Évolution de la conductivité électrique et du pH de l'eau mesurés avant et après le trempage des éprouvettes A et B pour le mélange A3 (T19L75) MG, cycle long : a) conductivité électrique de l'eau avant et après le trempage de l'éprouvette A ; b) conductivité électrique de l'eau avant et après le trempage de l'éprouvette B ; c) pH de l'eau avant et après le trempage de l'éprouvette A ; d) pH de l'eau avant et après le trempage de l'éprouvette B 162
Figure 97: Perte de conductivité électrique après les cycles de séchage et humidification163
Figure 98: Gain de masse observé après immersion dans l'eau des cylindres du mélange A3(T19L75)MG..... 164
Figure 99: Perte de masse observé après séchage au four à 105°C des cylindres du mélange A3(T19L75)MG..... 164
Figure 100: Particules de cendre volante observées au microscope électronique à balayage à un grossissement de 1000X 165
Figure 101: Particules de résidu de bauxite observées avec le microscope électronique à balayage à un grossissement de 1000X 166
Figure 102: Microstructure du mélange A2(T18) prise 1 jour après la culée (cure à 60°C pendant 24 heures) à un grossissement de 200X (a) et 900X (b) 168
Figure 103: Microstructure du mélange A2(T17) prise 1 jour après la culée (cure à 60°C pendant 24 heures) à un grossissement de 200X (a) et 900X (b) 169
Figure 104: Microstructure du mélange A2(T18) observée au MEB 28 jours après la culée (cure à 60°C pendant 24 heures) à un grossissement de 200X (a) et 1000X (b)..... 172
Figure 105: Microstructure du mélange A2(T17) observée au MEB 28 jours après la culée (cure à 60°C pendant 24 heures) à un grossissement de 200X (a) et 1000X (b)..... 173
Figure 106: Pénétration avec aiguille de Vicat pour les mélanges A2(T17) et A2(T18) .. 174
Figure 107: Masse cumulative d'écaillage du béton A4(T17) (cure à 80°C durant 48h) et d'un béton de ciment à air entraîné de référence déterminée jusqu'à 50 cycles conformément à ASTM C672 et comparaison à la limite d'acceptabilité prescrite par norme 3101 du MTMD et MTO LS-412 pour les surfaces exposées 176
Figure 108: Surface de certaines des éprouvettes écaillées après 0, 25 et 50 cycles des mélanges de mortier géopolymère a) A4(T17) et b) de béton de ciment avec air entraîné177
Figure 109 : Conductivité électrique obtenue pour la dalle D2 à +20°C et à -20°C après respectivement 28 et 30 jours 179
Figure 110: Conductivité électrique obtenue pour la dalle D3 à +20°C et à -20°C après respectivement 28 et 30 jours 180
Figure 111: Courant électrique obtenu pour la dalle D2 à +20°C et à -20°C après respectivement 28 et 30 jours 181
Figure 112: Courant électrique obtenu pour la dalle D3 à +20°C et à -20°C après respectivement 28 et 30 jours 182
Figure 113: Puissance appliquée lors de l'essai de chauffage ciblé à 400W pour la dalle D2 183
Figure 114: Puissance appliquée lors de l'essai de chauffage ciblé à 400W pour la dalle D3 183
Figure 115: Température pour la dalle D2 mesurée lors de l'essai de chauffage à une puissance cible de 400 W pour l'option 1 d'électrode (AB) 185
Figure 116: Température pour la dalle D2 mesurée lors de l'essai de chauffage à une puissance cible de 400 W pour l'option 2 d'électrode (AC) 185

Figure 117: Température pour la dalle D2 mesurée lors de l'essai de chauffage à une puissance cible de 400 W pour l'option 3 d'électrode (BC)..... 186
Figure 118: Température pour la dalle D3 mesurée lors de l'essai de chauffage à une puissance cible de 400 W pour l'option 1 d'électrode (AB) 186
Figure 119: Température pour la dalle D3 mesurée lors de l'essai de chauffage à une puissance cible de 400 W pour l'option 2 d'électrode (AC) 187
Figure 120: Température pour la dalle D3 mesurée lors de l'essai de chauffage à une puissance cible de 400 W pour l'option 3 d'électrode (BC)..... 187
Figure 121: Taux de chauffage moyen jusqu'à 5°C à une puissance cible de 400 W pour les dalles D2 et D3 188
Figure 122 : Conductivité électrique lors de l'essai de chauffage à puissance cible de 400W des dalles (a) D2 et (b) D3 193
Figure 123 : Courant électrique lors de l'essai de chauffage à puissance cible de 400W des dalles (a) D2 et (b) D3 194
Figure 124 : Tension appliquée lors de l'essai de chauffage à puissance cible de 400W des dalles (a) D2 et (b) D3 195
Figure 125: Puissance mesurée lors de l'essai de chauffage avec puissance cible de 1000W 196
Figure 126: Courant électrique et tension appliquée pendant l'essai de chauffage à une puissance cible de 1000 W pour les dalles D2 et D3..... 197
Figure 127: Conductivité électrique calculée pendant l'essai de chauffage à une puissance cible de 1000 W pour les dalles D2 et D3 197
Figure 128 Température mesurée lors de l'essai de chauffage à puissance cible de 1000 W avec configuration d'électrodes AC pour la dalle D2..... 198
Figure 129: Température mesurée lors de l'essai de chauffage à puissance cible de 1000 W avec configuration d'électrodes AC pour la dalle D3..... 199
Figure 130: Courant électrique pour les dalles D2 et D3 et les électrodes en option 2 (AC) lors de l'essai chauffage à tension constante de 120 V..... 202
Figure 131: Conductivité électrique pour les dalles D2 et D3 et les électrodes en option 2 (AC) lors de l'essai chauffage à tension constante de 120 V 202
Figure 132: Température mesurée lors de l'essai de chauffage à tension constante de 120 V de la dalle D2 avec l'option 2 d'alimentation d'électrodes (AC)..... 203
Figure 133: Température mesurée lors de l'essai de chauffage à tension constante de 120 V de la dalle D3 avec l'option 2 d'alimentation d'électrodes (AC)..... 204
Figure 134: Puissance pour les dalles D2 et D3 lors de l'essai de chauffage à tension constante (120 V) avec l'option 2 d'alimentation électrique (AC)..... 205
Figure 135: Montage expérimental pour l'essai de dégivrage avec (a) vue d'ensemble de la dalle dans le congélateur et (b) couche de neige déposée sur la dalle..... 205
Figure 136: Température mesurée pour la dalle D2 lors de l'essai de dégivrage avec neige à une puissance cible de 400 W, pour l'option 1 d'électrodes (AB)..... 206
Figure 137: Température mesurée pour la dalle D2 lors de l'essai de dégivrage avec neige à une puissance cible de 400 W, pour l'option 2 d'électrodes (AC)..... 207
Figure 138: Température mesurée pour la dalle D2 lors de l'essai de dégivrage avec neige à une puissance cible de 400 W, pour l'option 3 d'électrodes (BC) 207
Figure 139: Température mesurée pour la dalle D3 lors de l'essai de dégivrage avec neige à une puissance cible de 400 W, pour l'option 1 d'électrodes (AB)..... 208

Figure 140: Température mesurée pour la dalle D3 lors de l'essai de dégivrage avec neige à une puissance cible de 400 W, pour l'option 2 d'électrodes (AC) 208
Figure 141: Température mesurée pour la dalle D3 lors de l'essai de dégivrage avec neige à une puissance cible de 400 W, pour l'option 3 d'électrodes (BC) 209
Figure 142: Surface latérale et supérieure de la dalle D3 à l'intérieur du congélateur avant et après la fonte de 1,3 cm d'épaisseur de neige, pour l'essai à puissance cible de 400 W et la configuration d'électrodes AB 209
Figure 143: Surface de la dalle D3 lors d'un essai caractéristique de fonte de 1,3 cm d'épaisseur de la neige alimentée à une puissance cible de 400 W (électrodes AB) 210
Figure 144: Température mesurée par le thermocouple T3 (centre du prototype de dalle) lors de l'essai de dégivrage avec neige à une puissance cible de 400 W pour les trois configurations d'électrodes et la dalle D2 213
Figure 145: Température mesurée par le thermocouple T3 (centre du prototype de dalle) lors de l'essai de dégivrage avec neige à une puissance cible de 400 W pour les trois configurations d'électrodes et la dalle D3 213
Figure 146: Temps nécessaire pour fondre la couche de neige par chaque option d'électrodes pour une puissance constante de 400W 214
Figure 147: Courant électrique et tension appliquée lors de l'essai de dégivrage avec neige à 400W pour la dalle D2 215
Figure 148: Courant électrique et tension appliquée lors de l'essai de dégivrage avec neige à 400W pour la dalle D3 215
Figure 149: Température mesurée lors de l'essai de dégivrage avec neige, à une puissance cible de 1000 W et les électrodes AC alimentés pour la dalle D2 217
Figure 150: Température mesurée lors de l'essai de dégivrage avec neige, à une puissance cible de 1000 W et les électrodes AC alimentés pour la dalle D3 217
Figure 151: Température mesurée par le thermocouple T3 des dalles D2 et D3 lors de l'essai de dégivrage avec neige, électrodes AC alimentées à une puissance cible de 1000 W..... 218
Figure 152: Début et fin de la fonte de neige pour un dégivrage à 1000W (électrodes AC alimentés) 218
Figure 153: Courant électrique et de la tension appliquée lors de l'essai de dégivrage avec neige à 1000W (électrodes AC alimentées) 220
Figure 154: Conductivité électrique obtenue lors des essais de dégivrage avec neige 1000 W (électrodes AC alimentées) 221
Figure 155: Température mesurée lors de l'essai de déglaçage, pour les électrodes AC alimentées à une puissance cible de 1000 W et pour la dalle D3 222
Figure 156: Température mesurée lors de l'essai de déglaçage, pour les électrodes AC alimentées à une puissance constante de 1000 W et pour la dalle D3 222
Figure 157: Surface à différents moments lors de l'essai de déglaçage de la dalle D3, lorsque les électrodes AC sont alimentées avec une puissance cible de 1000 W 223

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1:Unités répétitives créées par le processus de géopolymérisation 11
Tableau 2 : Terminologie selon le rapport atomique Si:Al 12
Tableau 3 : Rapports molaires recommandés pour la solution alcaline 28
Tableau 4 : Sommaire des principales propriétés déterminées sur le mélange de béton géopolymère de résidu de bauxite développé par Seixas 53
Tableau 5 : Dosage de la pâte avec le plan factoriel complet 65
Tableau 6 : Dosage de la pâte avec le plan de Taguchi 65
Tableau 7 : Table de Taguchi L16(4^4) 66
Tableau 8 : Ajout des matériaux conducteurs 67
Tableau 9 : Ajout des granulats 68
Tableau 10 : Identification de la proportion de pâte et granulats utilisés préparés à partir d'un plan factoriel complet 68
Tableau 11 : Optimisation des conditions de cure 68
Tableau 12 : Composition et caractéristiques du mélange de référence utilisé pour l'essai d'écaillage 72
Tableau 13 : Cycle court 73
Tableau 14 : Cycle long 73
Tableau 15 : Essais à effectuer avec le prototype de dalle 76
Tableau 16 : Composition chimique (p/p) de la cendre volante de type F 78
Tableau 17 : Composition chimique (p/p) du résidu de bauxite 79
Tableau 18 : Caractéristiques des granulats à base de magnétite 81
Tableau 19 : Composition du LCLL graphite 82
Tableau 20 : Effets obtenus avec le plan de Taguchi 93
Tableau 21 : Mélange optimal théorique (T17) calculé à partir du plan de Taguchi 94
Tableau 22 : Analyse de la variance des résistances à la compression des mélanges préparées avec le plan de Taguchi 96
Tableau 23 : Paramètres descriptifs de l'exactitude des deux modèles de prédiction de résistance à la compression des pâtes géopolymères 100
Tableau 24 : Formulations T17, T18 et T19 101
Tableau 25 : Analyse de la variance des contraintes de seuil des mélanges préparées avec le plan de Taguchi 107
Tableau 26 : Phases minéralogiques détectées dans la cendre volante et résidu de bauxite 115
Tableau 27 : Composition des formulations avec les pâtes T17, T18 et T19 avec les proportions de pâte et granulats A1, A2, A3 et A4 122
Tableau 28 : Rapport et effets obtenus avec le plan d'expériences factoriel complet pour l'analyse de l'ajout des granulats, déterminée 24 heures après la coulée des échantillons, pour une cure à 60 °C pendant 24 heures 123
Tableau 29: Pourcentage massique des mélanges préparés pour étudier l'effet de l'ajout du LCLL graphite 133
Tableau 30 : Temps de chauffage et énergie consommée par configuration d'électrodes pour la dalle D2 lors de l'essai de chauffage à puissance cible de 400 W 190

Tableau 31: Temps de chauffage et énergie consommée par option d'électrodes pour la dalle D3 lors de l'essai de chauffage à puissance cible de 400 W 191
Tableau 32: Temps de chauffage et énergie consommée pour les dalles D2 et D3 alimentées avec la configuration d'électrodes AC lors de l'essai de chauffage à puissance cible de 1000 W..... 199
Tableau 33: Comparaison du temps nécessaire pour atteindre 0 °C et 5 °C à la surface de la dalle recouverte de neige comparativement à l'essai de chauffage sans neige à puissance cible de 400W..... 211
Tableau 34: Synthèse des mesures réalisées lors de l'essai de dégivrage avec neige à puissance cible de 400W..... 216
Tableau 35: Synthèse des mesures réalisées lors de l'essai de dégivrage avec neige à puissance cible de 1000W (électrodes AC alimentées)..... 219
Tableau 36 : Synthèse des mesures réalisées lors de l'essai de dégivrage avec glace à puissance cible de 1000W (électrodes AC alimentées)..... 223

REMERCIEMENTS

Au terme de cette thèse de doctorat, je souhaite exprimer ma profonde gratitude à toutes les personnes qui ont contribué, de près ou de loin, à la réussite de ce projet. Tout d'abord, je tiens à remercier sincèrement mon directeur de recherche, Ahmed Rahem, et mes codirecteurs, Christophe Volat et Mathieu Fiset, pour leur encadrement rigoureux, leur disponibilité et leurs conseils avisés tout au long de mon parcours. Leur expertise et leur soutien ont été essentiels à l'avancement de cette recherche.

Je remercie également Reza Jafari, Pascal Vandal et Véronique Savard, responsables du partenariat Rio Tinto/UQAC sur le traitement des matières premières, pour leur accompagnement et leur engagement envers ce projet. Un merci également au professeur Guy Simard, dont la disponibilité, les précieux conseils et l'accès aux équipements et matériaux nécessaires ont grandement facilité la réalisation des essais expérimentaux.

Je tiens aussi à exprimer ma reconnaissance envers mes collaborateurs de Rio Tinto et Mitacs, dont le soutien financier et le suivi efficace de l'avancement des travaux ont joué un rôle clé dans la concrétisation de cette recherche. Je remercie également Béton Préfabriqué du Lac (BPDL) pour les échanges de connaissances enrichissants, qui ont contribué à élargir ma réflexion et à approfondir certains aspects techniques du projet.

Un immense merci aux techniciens de l'UQAC, David Villeneuve, Catherine Riverin, Joëlle Lachance et Jean-Philippe Gagné, ainsi qu'aux techniciens de Rio Tinto, Guillaume Garneau et Marie Côté, pour leur aide précieuse dans la mise en place des expérimentations. Je remercie également Andrie Harmaji, dont l'inestimable contribution a été déterminante tout au long du projet. Ma gratitude s'étend aussi aux étudiants chercheurs Frédérique Belley, Alhassane Sylla et Charles Simard, pour leur précieuse collaboration dans les mesures électriques et l'analyse des résultats.

Enfin, je souhaite exprimer ma reconnaissance la plus sincère à ma conjointe, Marília Fernandes, pour son aide constante au quotidien, sa patience et sa compréhension tout au long de cette aventure. Un merci du fond du cœur à ma famille au Brésil, qui, malgré la distance, m'a apporté tout le soutien nécessaire pour réussir ce projet.

Avant-Propos

Cette thèse part d'une idée simple : transformer un résidu de l'industrie de l'aluminium produit au Saguenay–Lac-Saint-Jean en ressource utile. Ma motivation est double. D'un côté, je veux proposer une façon de recycler et valoriser ce résidu et ainsi contribuer à l'économie circulaire de la région. De l'autre, je cherche une alternative plus efficace aux méthodes classiques de dégivrage. Pour cela, j'ai choisi d'étudier et de développer un béton géopolymère électriquement conducteur.

Cette thèse est la suite directe de mon projet de maîtrise. Ma maîtrise portait déjà sur des bétons électriquement conducteurs comme méthode de dégivrage. Les résultats étaient prometteurs, mais les formulations de géopolymères étudiées avaient encore besoin d'optimisation, surtout pour améliorer les performances mécaniques. Nous avons aussi identifié qu'il manquait une méthode de dosage adaptée aux géopolymères à base de résidu de bauxite, afin d'assurer une bonne résistance à la compression, maniabilité et conductivité électrique.

Certaines étapes du projet ont été présentées à la communauté scientifique. À l'ACI/RILEM International Conference on Cementitious Materials and Alternative Binders for Sustainable Concrete (ICCM 2024), deux articles ont été acceptés. Le premier, dont je suis premier auteur, est intitulé "Estimation of Compressive Strength of Bauxite Residue and Fly Ash Based Geopolymer Binder Using Taguchi Method" (présenté à l'annexe B). Il présente l'utilisation de plans factoriels complets et de Taguchi pour étudier l'effet des matières premières sur la résistance à la compression de pâtes géopolymères. Le deuxième, intitulé "Development of Bauxite Residue and Class F Fly Ash Based Geopolymer Concrete" (présenté à l'annexe C), dont je suis coauteur, présente les performances mécaniques de différentes formulations de mortiers et de bétons géopolymères, à diverses teneurs en résidu de bauxite et sous différentes conditions de cure.

Au final, je vise une alternative durable pour les résidus du Saguenay–Lac-Saint-Jean et de développer des outils de conception qui rendent les géopolymères utilisables comme technologie de dégivrage. Si ces objectifs sont atteints, la thèse aura rempli sa mission.

CHAPITRE 1
INTRODUCTION

1.1 Contexte et problématique

L'industrie de la construction est vaste et diversifiée et contribue à environ 24% de l'excavation mondiale de matières premières (Blankendaal et al., 2014). Le béton est le matériau de construction le plus répandu et le plus utilisé. Certaines études suggèrent même qu'à l'avenir, il pourrait y avoir une augmentation rapide de la demande de béton qui pourrait atteindre un pic de 20 milliards de tonnes par an d'ici 2050 (Mehta & Monteiro, 2014). Cependant, le procédé de fabrication du ciment portland émet une grande quantité de gaz à effet de serre (GES), ce qui entre directement en contradiction avec l'urgence climatique actuelle et les principes du développement durable. Le développement d'un béton écologique, durable avec une faible émission de GES, voire d'une séquestration de dioxyde de carbone, devient donc essentiel à la croissance de l'industrie du béton.

En parallèle, le marché de l'aluminium est en pleine croissance et la quantité de résidu de bauxite générée lors de la production d'aluminium via le procédé Bayer est très importante. En effet, entre 0,8 et 1,5 tonne de résidu de bauxite est générée pour chaque tonne d'alumine produite (Nath et al., 2015). La réduction et la gestion de ce sous-produit demeurent l'un des problèmes les plus difficiles auxquels est confrontée l'industrie de l'aluminium, en raison du volume et de l'impact environnemental y étant associé. Le recyclage et la mise en valeur de ce résidu sont devenus essentiels pour atténuer l'impact environnemental causé par l'industrie de l'aluminium.

Dans ce contexte, il est intéressant de constater que plusieurs des pays développés dans le monde, grands utilisateurs de matériaux de construction ou producteur d'aluminium, sont sujets à des conditions hivernales. En ces périodes hivernales, l'entretien des infrastructures routières, aéroportuaires ou même piétonnières en béton représente un défi important. La qualité du déneigement est un gage de succès de l'opération de déglaçage des routes, trottoirs ou pistes aéroportuaires (Norrman et al., 2000). Une des avenues prometteuses qui permettrait à la fois de mettre fin aux accumulations de neige et de glace et aux problématiques d'entretien qui y sont associées réside dans l'utilisation de béton électriquement conducteurs pour le développement de revêtements chauffants. Des

recherches antérieures ont permis de proposer des formulations de béton efficaces, mais dont les coûts d'installation et de fabrication restaient encore élevés, les rendant donc moins concurrentiels que les méthodes traditionnelles basées sur l'utilisation conjointe de produits de déglaçage et de méthodes mécaniques (Barnard, 1965; Sassani et al., 2018; Tuan, 2008).

L'alternative à la fois économique et environnementale proposée dans le cadre du présent projet de recherche est d'utiliser le résidu de bauxite et des sous-produits carbonés issus de la production de l'aluminium pour la fabrication d'un béton géopolymère électriquement conducteur. Les liants géopolymères, qui résultent généralement de la réaction chimique entre le résidu riche en aluminosilicate et une solution alcaline. Ce type de liant pouvant être utilisé avec des granulats pour former un béton géopolymère est actuellement considérés comme une des alternatives plus prometteuses pour pallier les émissions de GES associées au béton à base de ciment portland (Ouellet-Plamondon & Habert, 2015). L'utilisation de liant géopolymère contribuerait également à atteindre la cible de réductions de 31% des GES (réduction de 219 Mt $CO_{2,eq}$) d'ici 2030 établie par le plan climatique renforcé du Canada (Environnement et changement climatique Canada, 2021) . Dans cette optique, la recherche de technologies plus durables et économiquement viables, comme celle étudiée dans cette thèse, est essentielle. Afin d'accroitre l'utilisation de béton géopolymère fait de résidu de bauxite et de sous-produits carbonés à l'échelle canadienne, l'effet de ces ajouts sur la maniabilité et sur la résistance mécanique actuellement mal compris doit être quantifié précisément, tout comme les effets sur la conductivité électrique. À terme, une meilleure compréhension de l'effet de ces ajouts dans un béton géopolymère et le développement d'une méthode de dosage donneront la possibilité de produire un matériau à faible coût, tout en valorisant et recyclant un résidu industriel généré lors de la production d'aluminium, tout en contribuant à la réduction des émissions des GES.

1.2 Objectifs

Le principal objectif de ce projet de doctorat est de développer un béton géopolymère électriquement conducteur chauffant valorisant des sous-produits de l'industrie de l'aluminium issus de la région du Saguenay–Lac-Saint-Jean. Le béton géopolymère conducteur ainsi développé est destiné à agir comme revêtement chauffant, de façon à limiter

l'accumulation de neige et de verglas et à faciliter le dégivrage en période hivernale. Plus particulièrement, les objectifs spécifiques de ce projet sont :

- Analyser quantitativement l'influence de chaque matière première utilisée dans le géopolymère sur la résistance à la compression, la maniabilité et la conductivité électrique du géopolymère;
- Développer un outil de prédiction pour prévoir les caractéristiques finales de résistance à la compression, la maniabilité et la conductivité électrique du géopolymère à partir des composants du mélange et des conditions de cure utilisés;
- Cibler les sous-produits de la production d'aluminium dans la région du Saguenay–Lac-Saint-Jean offrant le meilleur potentiel d'utilisation pour la fabrication de bétons géopolymères électriquement conducteurs;
- Comprendre l'effet de chaque matière première utilisée dans le mélange sur les propriétés du géopolymère (résistance à la compression, maniabilité et conductivité électrique), afin de pouvoir élaborer des formulations de béton électriquement conducteur;
- Mieux comprendre l'évolution de la conductivité électrique des meilleures formulations de béton géopolymère en fonction du temps de vieillissement ainsi que des cycles de chauffage;
- Démontrer le potentiel d'application du béton géopolymère électriquement conducteur développé comme surface dégivrante en évaluant, à l'échelle d'un prototype de dalle, les performances thermiques et l'efficacité de dégivrage sous des conditions contrôlées de neige et de verglas en laboratoire.

1.3 Originalité du projet de recherche

Pour chaque type de matériau utilisé, il existe des proportions optimales pour ses constituants pour atteindre des caractéristiques spécifiques, répondant aux exigences d'une application particulière. Tout comme le béton à base de ciment portland, la formulation dite optimale utilisée par un producteur de béton est fonction d'une multitude de paramètres, tel que l'application visée, la disponibilité des composants et leur coût, l'expérience du producteur, les équipements utilisés, le mode de livraison, le volume produit et les choix du client. Il n'existe donc pas une formulation optimale unique pouvant être appliquée dans tous

les cas. Pour trouver la proportion optimale répondant aux différentes exigences, les producteurs de béton utilisent des méthodes de dosages qui permettent de prédire les propriétés d'un mélange produit.

Les méthodes de dosage des bétons géopolymères disponibles dans la littérature sont actuellement adaptées pour des applications similaires au béton à base de ciment portland (Li et al., 2019a) pour lesquelles les auteurs cherchent à obtenir des résultats de résistance et d'ouvrabilité acceptables. La recherche indique cependant qu'il est peu probable que des études aient exploré les effets des résidus de l'industrie de l'aluminium sur la performance électrique des géopolymères, car, à la connaissance de l'auteur, aucune information à ce sujet n'a été trouvée dans les recherches disponibles. À cet effet, il est possible d'affirmer qu'il n'existe pas de méthode de dosage propre aux géopolymères électriquement conducteurs en vue de développer des revêtements chauffants. La recherche indique par ailleurs que l'évaluation des propriétés électriques des géopolymères, telles que la conductivité électrique dans différentes conditions d'humidité et de température ainsi que sa stabilité à long terme, n'ont jamais été étudiées en profondeur.

Il est également important de mentionner que l'ajout du résidu de bauxite dans le géopolymère est souvent réalisé en maintenant fixe la quantité des autres composants. L'étude des effets de chaque composant ainsi que leurs interactions s'avère nécessaire pour produire un géopolymère performant. La proportion des composants de ce dernier doit être contrôlée et ajustée en fonction du résidu de bauxite utilisé et les propriétés désirées pour le géopolymère final. Cependant, cet ajout a un impact sur le dosage des autres composants. Les plans factoriels proposés dans cette recherche permettront d'évaluer l'effet individuel de chaque constituant sur les propriétés du géopolymère ainsi que l'effet de leurs interactions. Cela permettra ainsi de développer une meilleure compréhension du dosage des géopolymères. En résumé, les recherches proposées dans le cadre de ce projet permettront d'améliorer les connaissances entourant le développement des géopolymères conducteurs à base de résidu de bauxite, sous-produits carbonés de l'industrie de l'aluminium et cendre volante. Les effets sur les propriétés du produit final seront quantifiés, permettant ainsi un dosage optimal du géopolymère à partir de ces composants. De plus, la caractérisation

électrique des formules retenues aidera à mieux comprendre le comportement thermoélectrique de ce matériau et à vérifier sa performance comme méthode de dégivrage.

De plus, les propriétés des résidus de bauxite, telles que la composition chimique, la granulométrie et la teneur en eau, varient en fonction du type de bauxite utilisé ainsi que de l'usine de production. La littérature scientifique présente très peu d'études portant sur la valorisation des résidus de bauxite produits dans la région du Saguenay–Lac-Saint-Jean pour la fabrication de géopolymères. Une étude ciblée sur ces résidus spécifiques est donc essentielle afin de développer des applications de recyclage adaptées au contexte local.

Les recherches proposées dans le cadre de ce projet contribueront à améliorer la compréhension et le développement des géopolymères conducteurs à base de résidus de bauxite, de sous-produits carbonés et de cendre volante, en explorant leurs propriétés et en ouvrant la voie à de nouvelles applications dans des domaines comme les matériaux de construction écologiques et avancés. Plus particulièrement, ce projet de recherche vise à faire progresser les connaissances sur les aspects suivants :

- À la connaissance de l'auteur, ce projet de doctorat est la première étude à caractériser en détail le béton géopolymère électriquement conducteur produit à partir du résidu de bauxite provenant de la région du Saguenay–Lac-Saint-Jean, au Québec (Canada);
- Développement d'une nouvelle méthode de dosage permettant la valorisation des résidus issus de la production d'aluminium dans la région du Saguenay–Lac-Saint-Jean, au Québec (Canada), pour la fabrication de bétons géopolymères conducteurs;
- Selon les connaissances actuellement disponibles, il s'agit de la première étude quantifiant l'effet individuel des principaux constituants du mélange sur le comportement électrique du géopolymère, notamment le résidu de bauxite, la cendre volante, les granulats ordinaires et de magnétite, la solution alcaline ainsi que le LCLL graphite, un concentré de carbone issu du procédé « Low-Caustic Leaching and Liming » (LCLL) (décrit plus en détail à la section 2.9);
- D'après l'état actuel des connaissances, il s'agit de la première étude intégrant le LCLL graphite et des granulats de magnétite comme particules conductrices dans la formulation d'un béton géopolymère électriquement conducteur destiné à des applications de dégivrage.

1.4 Retombés du projet de recherche

Les travaux réalisés dans le cadre de ce projet ont permis de générer des retombées scientifiques, technologiques et environnementales. Au-delà du développement d'un béton géopolymère électriquement conducteur intégrant des sous-produits de l'industrie de l'aluminium, cette recherche a contribué à l'avancement des connaissances sur la méthode de dosage, les propriétés mécanique et thermoélectriques, ainsi que le potentiel d'application de ces matériaux. Les résultats obtenus permettent également de mieux comprendre l'influence des différents constituants sur la performance du matériau et ouvrent de nouvelles perspectives pour la valorisation de résidus industriels dans le domaine des infrastructures durables. Les principales retombées de ce projet sont présentées ci-dessous.:

- Le plan expérimental développé permet de mieux comprendre les effets de chaque composant du mélange sur les propriétés finales du béton géopolymère. Plus particulièrement, ce projet apporte des connaissances supplémentaires sur les effets de l'ajout des résidus issus de l'industrie de l'aluminium, tels que le résidu de bauxite et le LCLL graphite. Le plan expérimental permet également d'évaluer l'influence de la cendre volante et des granulats de magnétite sur les propriétés physicochimiques, mécaniques et fonctionnelles des bétons géopolymères développés;
- Développement d'outils et d'approches permettant la valorisation de résidus industriels de l'industrie de l'aluminium, notamment le résidu de bauxite et le LCLL graphite;
- Création d'opportunités de recyclage et de valorisation pour le résidu de bauxite produit dans la région du Saguenay–Lac-Saint-Jean;
- Approfondissement des connaissances sur le comportement thermoélectrique des bétons géopolymères électriquement conducteurs, notamment ceux incorporant du LCLL graphite et des granulats de magnétite comme particules conductrices;
- Démonstration du potentiel des bétons géopolymères électriquement conducteurs pour le développement d'infrastructures auto-dégivrantes;

- Réduction potentielle de l'utilisation des sels de déglaçage et des opérations de déneigement conventionnelles, contribuant ainsi à diminuer les coûts d'entretien et les impacts environnementaux associés.

1.5 Méthodologie générale de la thèse

La méthodologie adoptée dans le cadre de cette recherche vise à développer, optimiser et valider un béton géopolymère électriquement conducteur intégrant du résidu de bauxite et des sous-produits de l'industrie de l'aluminium pour des applications de dégivrage. L'approche proposée repose sur une démarche progressive combinant des plans d'expériences, des essais de caractérisation, des analyses statistiques et la validation du matériau à l'échelle d'un prototype.

Dans un premier temps, une revue de la littérature a permis d'établir l'état actuel des connaissances sur les géopolymères et les mécanismes de la réaction de géopolymérisation. Cette revue a également permis de recenser les principales méthodes de dosage des géopolymères, les plans d'expériences ainsi que les concepts électriques, statistiques et rhéologiques nécessaires à la compréhension du comportement des matériaux étudiés dans le cadre de ce projet.

La première phase expérimentale consiste au développement et à l'optimisation des pâtes géopolymères. Des plans d'expériences factoriels complets et de Taguchi sont utilisés afin de quantifier les effets des principaux paramètres de formulation (facteurs), notamment la teneur en résidu de bauxite et cendre volante, la composition de la solution alcaline, le rapport solution alcaline/précurseur aluminosilicate solide et la concentration en hydroxyde de sodium. Les performances des pâtes sont évaluées à l'aide d'essais de résistance à la compression, de conductivité électrique, de rhéologie et d'analyses minéralogiques.

Dans une deuxième phase, trois formulations de pâtes sont sélectionnées afin de développer des mortiers et des bétons géopolymères conducteurs incorporant différents matériaux conducteurs et granulaires. Cette étape vise notamment à étudier l'influence du LCLL graphite, des granulats ordinaires et des granulats de magnétite sur la résistance à la compression, la maniabilité et la conductivité électrique du matériau. Une analyse de l'effet de la température et de la durée de cure sur la résistance à la compression est également

réalisée. Enfin, des essais de caractérisation détaillée sont effectués sur des formulations sélectionnées afin d'évaluer leur durabilité, leur temps de prise et leur absorption d'eau, ainsi que pour analyser leur microstructure. La stabilité de la conductivité électrique est également évaluée au moyen de cycles de séchage et d'humidification réalisés sous différentes températures, afin d'analyser le comportement électrique à long terme des bétons géopolymères conducteurs;

Finalement, la dernière phase consiste à valider le potentiel d'utilisation du béton géopolymère électriquement conducteur développé comme revêtement chauffant. Des prototypes de dalles avec trois configurations d'électrodes distinctes sont fabriqués et soumis à des essais de conductivité électrique, de chauffage, de dégivrage de neige et de déglaçage de glace dans des conditions contrôlées. Les performances électriques, thermiques et énergétiques des prototypes sont ensuite analysées afin d'évaluer leur efficacité comme technologie de dégivrage pour les surfaces exposées aux conditions hivernales.

1.6 Structure de la thèse

Cette thèse est composée de sept chapitres principaux qui couvrent successivement le contexte scientifique, la méthodologie de recherche et les résultats obtenus.

- Le chapitre 1 présente le contexte général de la recherche, la problématique associée à la valorisation des résidus de bauxite et au développement de revêtements chauffants, les objectifs visés, l'originalité du projet ainsi que les principales retombées scientifiques, technologiques et environnementales attendues;
- Le chapitre 2 présente une revue de la littérature portant sur les géopolymères, les mécanismes de la réaction de géopolymérisation ainsi que les méthodes de dosage actuellement proposées dans la littérature. Ce chapitre aborde également les plans d'expériences utilisés dans le cadre de ce projet de recherche, de même que les concepts électriques nécessaires à la compréhension des mécanismes de conduction électrique et de génération de chaleur dans les bétons électriquement conducteurs. Une présentation des matériaux conducteurs étudiés, notamment le LCLL graphite et les granulats

de magnétite, y est également réalisée. Enfin, les principales méthodes de caractérisation de la maniabilité des pâtes, mortiers et bétons sont présentées et discutées;

- Le chapitre 3 décrit les matériaux utilisés ainsi que la méthodologie expérimentale adoptée. Les différentes étapes du développement des formulations y sont présentées, notamment l'utilisation de plans d'expériences pour le dosage des pâtes géopolymères, l'ajout des matériaux conducteurs et des granulats, ainsi que l'optimisation des conditions de cure. Ce chapitre détaille également les procédures expérimentales pour la caractérisation mécanique, électrique et rhéologique des matériaux développés, de même que les essais de caractérisation approfondie visant à évaluer leurs propriétés physicochimiques, microstructurales, thermiques et de durabilité;
- Le chapitre 4 est consacré au développement et à la caractérisation des pâtes géopolymères. Les résultats relatifs à la résistance à la compression, à la rhéologie, à la conductivité électrique ainsi qu'aux analyses minéralogiques sont présentés et discutés afin d'identifier les paramètres influençant le comportement du matériau;
- Le chapitre 5 présente le développement et la caractérisation des formulations de béton géopolymère incorporant des granulats ordinaires, des granulats de magnétite et du LCLL graphite, à partir de trois formulations de pâtes géopolymères développées et sélectionnées au chapitre 4. Les propriétés mécaniques, la maniabilité, la conductivité électrique, la microstructure, la durabilité, l'absorption d'eau ainsi que le temps de prise sont évaluées et analysées afin de déterminer l'influence de ces ajouts sur les performances du matériau;
- Le chapitre 6 porte sur l'évaluation du potentiel du béton géopolymère électriquement conducteur développé comme surface dégivrante. Les performances des prototypes de dalles chauffantes sont évaluées au moyen d'essais de conductivité électrique, de chauffage, de dégivrage de neige et de glace réalisés dans des conditions contrôlées en laboratoire. Les résultats

obtenus permettent d'analyser le comportement thermoélectrique du matériau, son efficacité énergétique ainsi que son aptitude à fondre les accumulations de neige et de glace sur le prototype;

- Le chapitre 7 présente une synthèse des principaux résultats obtenus, les conclusions générales du projet ainsi que les recommandations de recherche permettant de poursuivre le développement des bétons géopolymères électriquement conducteurs;
- Enfin, la thèse est complétée par cinq annexes comprenant notamment les articles scientifiques publiés dans le cadre du projet, les formulations développées ainsi que les fiches techniques des matériaux utilisés.

CHAPITRE 2
REVUE DE LA LITTÉRATURE

2.1 La définition des géopolymères

À la fin des années 1970, Joseph Davidovits, a été le premier chercheur à proposer le terme géopolymère pour classer la géosynthèse qui produit les matériaux polymères inorganiques. Un géopolymère est un composé chimique minéral ou un mélange de composés constitué d'unités répétitives créées par le processus de géopolymérisation, tel que présenté au Tableau 1. Ce matériau peut être utilisé dans plusieurs applications, comme dans la fabrication des revêtements, des adhésifs, des céramiques et aussi comme substitut du ciment portland comme liant dans le béton (Davidovits, 2020).

Tableau 1:Unités répétitives créées par le processus de géopolymérisation (Davidovits, 2020)

Terminologie	Unité répétitive
Poly(siloxonate)	Silico-oxyde : (Na,K,Ca)(-Si-O-Si-O-)
Poly(sialate)	Silico-aluminate (Na,K,Ca)(-Si-O-Al-O-)
Poly(ferro-sialate)	Ferro-silico-aluminate (Na,K,Ca)(-Fe-Si-O-Al-O-)
Poly(alumino-phospho)	Aluminophosphate (-Al-O-P-O-)

Malgré quelques problèmes reliés à l'application pratique des géopolymères, tels que l'évaluation efficace des résidus utilisés comme source d'aluminosilicates, une mauvaise maniabilité et la présence d'efflorescence dans les produits finaux, de nombreux types de béton géopolymère présentent des propriétés mécaniques similaires aux mélanges de béton conventionnel à base de ciment portland (Zhang et al., 2018). Lorsqu'il est soumis aux mêmes conditions d'essai, le béton géopolymère présente des performances supérieures à celles du béton à base de ciment portland, notamment en ce qui concerne la résistance chimique (Li et al., 2017; Zhang et al., 2017), une plus haute résistance mécanique à des températures élevées (Abed. Turkey et al., 2021; Barbosa & MacKenzie, 2003; Luhar et al., 2021), ainsi qu'une meilleure résistance à la pénétration des ions chlorures (Shi, 2003) et la résistance au gel-dégel (Fu et al., 2011). Les avantages du béton géopolymère incluent la réduction des émissions de CO_2 et l'avantage incontournable de pouvoir utiliser des résidus industriels comme matières premières (précurseur) (Li et al., 2019a). Ces caractéristiques

peuvent également être considérées comme importantes pour assurer l'intégration du béton géopolymère dans l'industrie du bâtiment et de la construction, dans une perspective de développement durable.

Le géopolymère peut être synthétisé à partir des hydroxydes et alcali-silicates de milieu alcalin (Na, K, Ca) donnant des poly(siloxonates) et des poly(sialates), ou par la voie acide (acide phosphorique) donnant des poly(phospho-siloxo) et poly(alumino-phospho) (Davidovits, 2020). Pour la production de béton géopolymères, la voie alcaline est souvent utilisée. Joseph Davidovits a également établi une terminologie scientifique basée sur différentes unités chimiques, essentiellement pour les matériaux silicates et aluminosilicates, classés selon le rapport atomique Si:Al qui participe à la réaction (présenté au Tableau 2). Davidovits a établi que la proportion atomistique Si:Al dans le système polysialate contrôle les caractéristiques et l'utilisation du géopolymère (voir Figure 1). Par exemple, un rapport Si:Al entre 1 et 3 initie un système 3D qui est extrêmement fort. L'auteur suggère qu'un rapport molaire Si/Al de 2 doit être rencontré afin que le liant géopolymère d'un béton soit suffisamment robuste pour que le béton géopolymère produit rencontre les exigences typiques de construction.

Tableau 2 : Terminologie selon le rapport atomique Si:Al (Davidovits, 2020)

Rapport	Terminologie
Si:Al=0	Siloxo
Si:Al = 1	Sialate (acronyme de silicium-oxo-aluminate de Na, K, Ca, Li)
Si:Al = 2	Sialate-siloxo
Si:Al = 3	Sialate-disiloxo
Si:Al > 3	Lien sialate

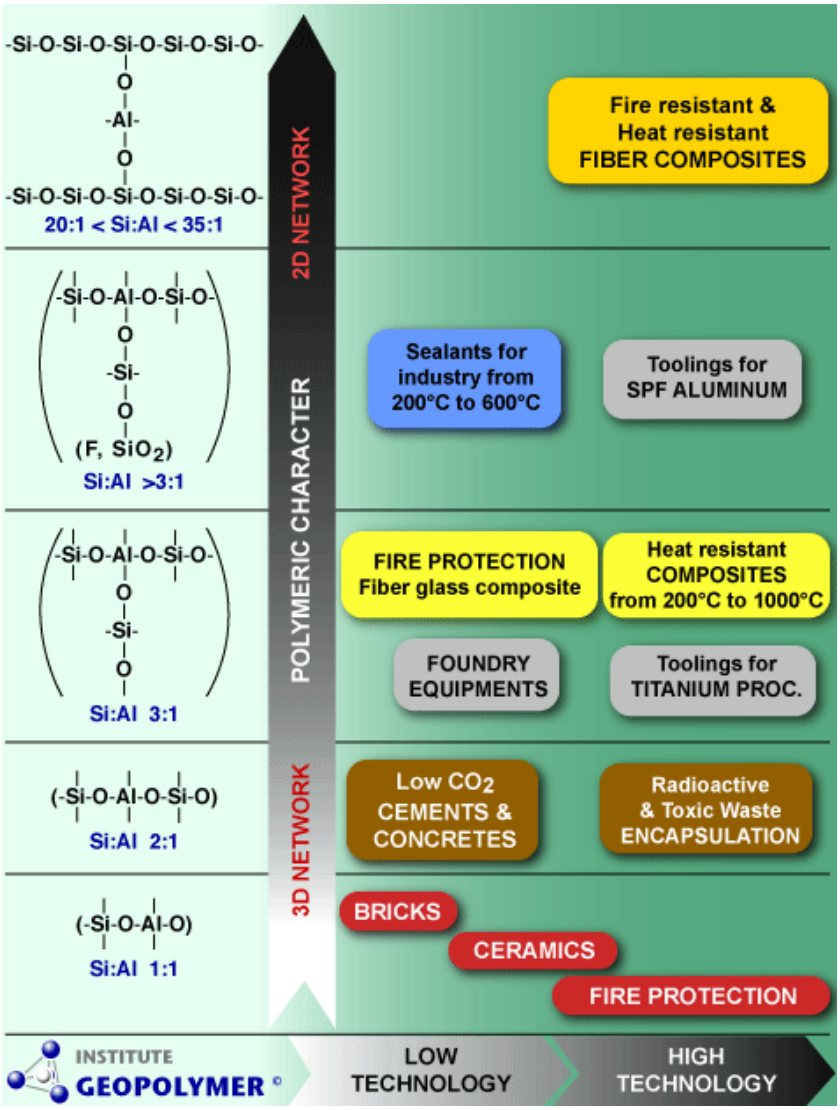


Figure 1 : Applications du géopolymère selon le rapport atomique Si/Al (Geopolymer Institute, 2006)

La liaison formée entre les espèces silicatées elles-mêmes (Si-O-Si) est plus forte que celle entre les espèces silicate et aluminate (Si-O-Al). Par conséquent, le rapport silice sur alumine est un paramètre essentiel influençant la résistance d'un géopolymère (Davidovits, 1991; Xiao & Lasaga, 1994). Cependant, des chercheurs (Duxson et al., 2005b; Qaidi et al., 2022; Xiao & Lasaga, 1994; Ye et al., 2014; Zheng et al., 2010) ont déterminé que le géopolymère avec la résistance la plus élevée se produit à un rapport Si/Al intermédiaire. La résistance à la compression augmente donc avec l'augmentation du rapport Si/Al, jusqu'à une valeur limite à partir de laquelle elle chute. L'explication de ce phénomène semble provenir d'une surabondance de silice qui inhibe les interactions des monomères tétraédriques,

empêchant ainsi la production de molécules de silicate cycliques (Qaidi et al., 2022; Ye et al., 2014). Dans une même optique, Zheng *et al* (2010) ont observé que la distribution des pores des géopolymères tend à se déplacer vers des pores plus grands à mesure que le rapport Si/Al augmente. Au regard de ces résultats, il apparaît que la teneur excessive en silicium soluble peut réduire la quantité et la qualité du géopolymère, affaiblissant ainsi la liaison dans la matrice. Ceci peut être observé par l'intermédiaire de la résistance la compression (Zheng et al., 2010).

Toute source de silicate d'aluminium réactif (par exemple, le métakaolin, du laitier ou la cendre volante) avec une solution alcaline, principalement des hydroxydes et silicates de sodium ou potassium peuvent être utilisés pour fabriquer des géopolymères (Ahmed et al., 2021; Davidovits, 1991; Khale & Chaudhary, 2007; Qaidi et al., 2022). Les proportions entre les composants chimiques réactifs ont un fort impact sur les caractéristiques du produit final. Les propriétés du géopolymère sont principalement affectées par les rapports SiO_2/Al_2O_3, [Na_2O ou K_2O]/SiO_2, [Na_2O ou K_2O]/Al_2O_3 et H_2O/[Na_2O ou K_2O], ainsi que la température de cure (Khale & Chaudhary, 2007). Cependant, des aspects tels que la granulométrie, la minéralogie et la micro-structure des matériaux peuvent également influencer la réactivité et, par conséquent, les rapports optimaux des réactifs utilisés. Par exemple, Davidovits (2020) a déterminé que, pour la cendre volante, la réaction de géopolymérisation se produit seulement à la surface des microsphères. Environ 20 % de l'aluminium présent dans ce matériau participe donc à la réaction de géopolymérisation. Zhang *et al* (2014a) ont également affirmé que les composants cristallisés dans les matières premières sont plus difficiles à dissoudre et, par conséquent, ces cristaux non réactifs restent en tant que fillers dans les composites géopolymères résultants. Ces résultats indiquent donc qu'il est préférable de ne considérer que les composants amorphes pour la réaction de géopolymérisation (Davidovits, 2020; Geopolymer Institute, 2024).

2.2 La réaction de géopolymérisation

La géopolymérisation est le processus exothermique consistant à combiner de nombreuses petites molécules appelées oligomères dans un réseau lié de manière covalente. Les synthèses géochimiques sont réalisées au travers d'oligomères (dimère, trimère, tétramère, pentamère) qui fournissent les véritables structures unitaires de l'édifice

macromoléculaire tridimensionnel (Davidovits, 1999; Davidovits, 2020), tel que présenté à l'équation (1) (Hardjito & Rangan, 2005b) :

$$Mn\ [-\ (SiO_2)\ z - AlO_2]\ n.\ wH_2O \qquad (1)$$

Où *M* représente l'élément ou le cation alcalin (potassium, sodium ou calcium), le symbole –, entre $(SiO_2)\ z - AlO_2$, indique la présence d'une liaison, *n* représente le degré de polycondensation ou de polymérisation et z vaille de 1 à 32.

Selon Davidovits (2020), la géopolymérisation suit les étapes suivantes présentées à la Figure 2, soient :

i. Alcalinisation;
ii. Dépolymérisation des silicates;
iii. Formation des gels des oligo-sialates;
iv. Polycondensation (correspondant au début du durcissement);
v. Réticulation (se produisant durant la cure);
vi. Solidification du géopolymère.

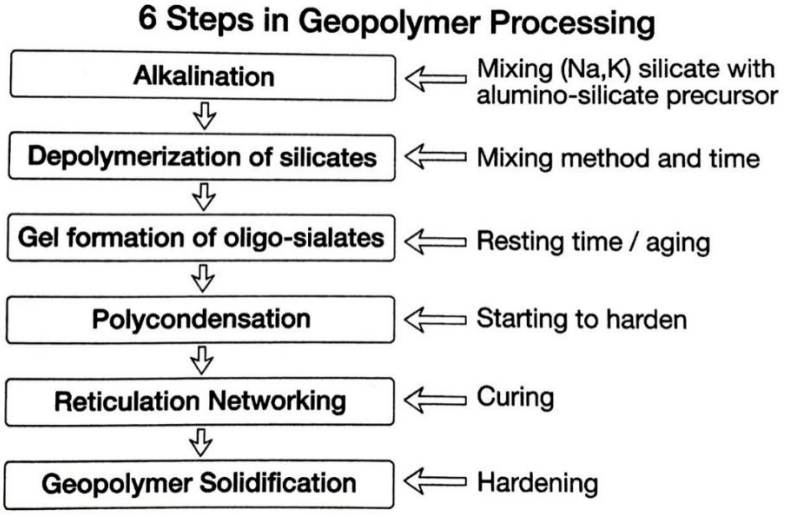


Figure 2 : Étapes de la géopolymérisation (Davidovits, 2020)

Dans l'étape d'alcalinisation, des oxydes solides d'alumino-silicate sont dissous dans une solution de MOH (M : métal alcalin). Les silicates sont dépolymérisés et transportés vers l'espace inter-particulaire. Des gels oligo-sialates se forment à partir de la polymérisation entre la solution de silicate ajoutée et les complexes d'Al et de Si. La polycondensation marque le début du durcissement et la transformation des monomères en structures

polymériques. Pendant la cure, la réticulation se produit et conduit à la formation d'un réseau tridimensionnel. Dans l'étape d'alcalinisation des oxydes solides d'alumino-silicate dissolu dans une solution de MOH (M : métal alcalin), l'espace inter-particules de la polymérisation entre la solution de silicate ajoutée et les complexes, la polycondensation est caractérisée par le début du durcissement et la polymérisation de monomères en structures polymériques pendant la cure, la réticulation a lieu et le réseau tridimensionnel est formé (Komnitsas & Zaharaki, 2007).

Les équations de réactions (2), (3), et (4) sont proposés par Xu et Van Deventer (2000) pour expliquer la polycondensation se produisant lors de la géopolymérisation des minéraux.

$$\text{Matériau Al–Si}_{(s)} + \text{MOH}_{(aq)} + \text{Na}_2\text{SiO}_{3(s\text{ ou }aq)} \quad (2)$$

$$\text{Matériau Al–Si}_{(s)} + [\text{M}_z(\text{AlO}_2)_x(\text{SiO}_2)_y * n\text{MOH} * m\text{H}_2\text{O}]_{(gel)} \quad (3)$$

$$\text{Matériau Al–Si}_{(s)}\ [\text{M}_a((\text{AlO}_2)_a(\text{SiO}_2)_b)n\text{MOH} * m\text{H}_2\text{O}] \quad (4)$$

Dans les équations (2) et (3), la quantité de matériau Al-Si utilisée dépend de la taille des particules, du degré de dissolution des matériaux Al-Si et de la concentration de la solution alcaline. La formation du gel $[\text{M}_z(\text{AlO}_2)_x(\text{SiO}_2)_y \cdot n\text{MOH} \cdot m\text{H2O}]$ repose essentiellement sur le degré de dissolution des matériaux aluminosilicatés, tandis que des géopolymères à structure amorphe se forment au cours de la réaction de l'équation (4). Le temps nécessaire à la solution d'aluminosilicate pour former un gel continu dépend des conditions de traitement de la matière première (Ivanova et al., 1994). Dans la plupart des cas, les particules d'aluminosilicate ne peuvent pas être converties totalement de la phase solide à la phase de gel. Les solides aluminosilicates non dissous contenus dans un géopolymère peuvent alors se comporter comme un renforcement de la matrice (Palomo et al., 1992).

2.2.1 La solution alcaline

La solution alcaline est souvent composée par des hydroxydes et silicates alcalins. Cependant, il a été observé que le géopolymère qui ne contient que des hydroxydes dans la solution présente des mauvaises propriétés mécaniques, ainsi que des pores et des fissures de retrait (Hu et al., 2018; Imtiaz et al., 2020; Kumar et al., 2010; Panias et al., 2007; Ravikumar & Neithalath, 2012). L'inclusion de silicate de sodium ou potassium en combinaison avec une source d'hydroxyde améliore donc la géopolymérisation. Palomo *et al*. (1999) ont

observé que les réactions se produisent à une vitesse élevée lorsque le liquide alcalin contient du silicate soluble par rapport à l'utilisation d'hydroxydes alcalins uniquement. Xu et Van Deventer (2000) ont confirmé que l'ajout d'une solution de silicate de sodium à la solution d'hydroxyde de sodium en tant que liquide alcalin améliorait la réaction entre le matériau source et la solution. Dans le procédé de géopolymérisation, la solution alcaline joue un rôle essentiel puisqu'elle permet à la fois de dissoudre les précurseurs aluminosilicatés solides et de fournir les espèces chimiques nécessaires à la formation du réseau géopolymère. Un milieu fortement alcalin est indispensable pour favoriser la dissolution des aluminosilicates présents dans les matières premières. À cet égard, l'hydroxyde de sodium (NaOH) contribue principalement à l'augmentation du pH de la solution et à l'accélération de la dissolution des précurseurs. Toutefois, lorsque le NaOH est utilisé seul, la quantité de silicate disponible pour la reconstruction du réseau géopolymère peut être insuffisante, ce qui peut conduire à la formation d'un gel moins polymérisé, à une porosité plus élevée et à des résistances mécaniques, particulièrement à jeune âge, plus faibles. L'ajout de silicate de sodium soluble (Na_2SiO_3) permet de pallier cette limitation en fournissant directement des espèces silicatées réactives qui participent à la formation du gel géopolymère. La présence de ces espèces favorise la polycondensation des unités dissoutes, augmente le degré de polymérisation du réseau et contribue à l'obtention d'une matrice plus homogène et plus dense. En conséquence, les zones sous-réagies sont réduites, la microstructure devient plus raffinée et la porosité diminue généralement, ce qui se traduit par une amélioration des propriétés mécaniques et de la durabilité du matériau.

Après une étude de la géopolymérisation de seize minéraux naturels d'Al-Si, Hardjito et Rangan ont constaté que généralement la solution de NaOH provoquait une plus grande dissolution des minéraux que la solution de KOH (Hardjito & Rangan, 2005b). Cela est principalement dû à la plus petite taille des ions Na+ qui permet de mieux stabiliser les monomères et dimères de silicate présents dans la solution, améliorant ainsi la vitesse de dissolution des minéraux (Panagiotopoulou et al., 2007).

Les aluminosilicates sont très réactifs dans des conditions alcalines et plusieurs chercheurs (Davidovits & Comrie, 1988; Phair et al., 2000; Yip et al., 2005) s'accordent sur le fait que le processus de dissolution est initié par la présence d'ions hydroxyle. Des quantités

plus élevées d'ions hydroxyle facilitent la dissociation des différentes espèces de silicate et d'aluminate, favorisant ainsi une polymérisation supplémentaire. Cependant, si l'environnement est trop alcalin, la connectivité des anions silicates peut être réduite, entraînant ainsi une mauvaise polymérisation et une faible résistance du produit final (Komnitsas & Zaharaki, 2007; Lin et al., 2020; Qaidi et al., 2022; Sagoe-Crentsil & Weng, 2007; Singh et al., 2005). De façon similaire, l'augmentation de la teneur en silice catalyse les processus de géopolymérisation et se traduit par des caractéristiques de résistance accrues, mais l'utilisation excessive de silicates inhibe la géopolymérisation (Imtiaz et al., 2020; Mpofu et al., 2003; Qaidi et al., 2022; Reddy et al., 2018). Par conséquent, pour chaque source de matière première, il existe un rapport SiO_2/Al_2O_3 optimal pour une plage d'alcalinité donnée (Sagoe-Crentsil & Weng, 2007).

2.2.2 Rôle de l'eau

La Figure 3 présente la formation de la structure du géopolymère. Le dernier terme de l'équation révèle que l'eau est libérée pendant la réaction chimique qui se produit lors de la formation des géopolymères. L'eau ne participe pas directement à la réaction de géopolymérisation; elle fournit simplement l'ouvrabilité du mélange pendant la manipulation et fonctionne comme mécanisme de transport des ions (Davidovits, 2020). Cela contraste avec la réaction d'hydratation dans un mélange de ciment portland pendant le processus d'hydratation (Hardjito & Rangan, 2005b).

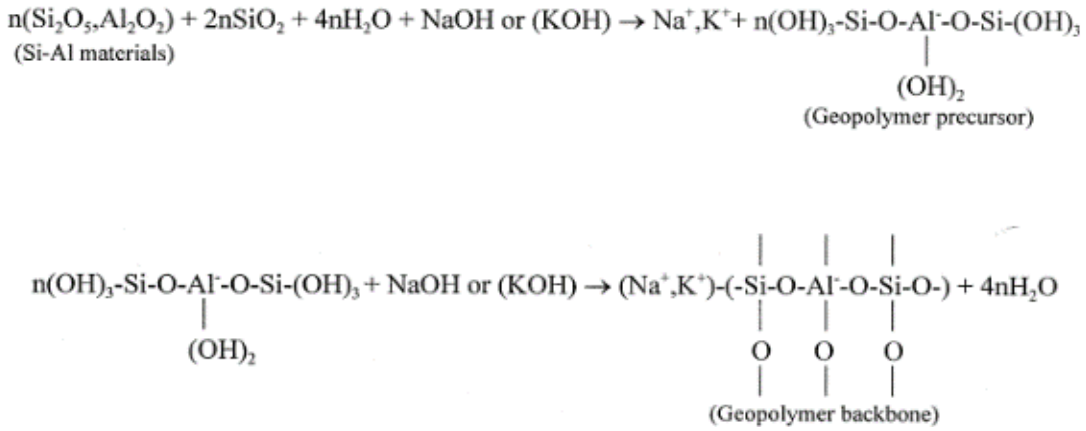


Figure 3 : Géopolymérisation (Hardjito & Rangan, 2005b)

Une plus grande quantité d'eau augmente les espaces interparticulaires, ce qui réduit la résistance du matériau final. Un rapport eau/solide plus élevé a donc pour conséquence de diminuer la résistance mécanique. D'autre part, une teneur en eau trop faible peut s'avérer

insuffisante pour garantir une répartition homogène des particules, lesquelles tendent alors à s'agglomérer. Cette mauvaise dispersion perturbe la coulée du mélange et empêche une consolidation adéquate lors de la mise en place. Par conséquent, le géopolymère risque de présenter des défauts de compacité, tels que la présence de vides internes, lesquels compromettent ses performances mécaniques et sa durabilité (Bajpai et al., 2020).

2.2.3 Les conditions de cure

L'étape de cure réalisée à la bonne température pendant le temps approprié est une phase décisive du procédé. C'est au cours de cette phase que la réticulation se produit afin de créer le réseau géopolymère distinctif (Davidovits, 2020). Au cours de cette étape de durcissement, les cations sodium ou potassium du silicate et des oligo-sialates continuent d'être transportés de molécule en molécule. L'eau est le milieu qui transporte ces cations jusqu'à ce qu'ils se fixent définitivement au réseau silico-aluminate. Il est donc primordial d'éviter toute évaporation de l'eau lors de cette étape. L'évaporation de l'eau à ce stade pourrait empêcher tout silicate alcalin de réagir avec leurs homologues aluminosilicates. En conséquence, la géopolymérisation sera incomplète et les cations libres restants vont ainsi générer une migration du sel alcalin en excès (Davidovits, 2020).

La durée et la température de cure qui définissent le processus de maturation du géopolymère sont des facteurs importants pour le développement de la résistance en compression. Plusieurs travaux de recherche démontrent qu'un durcissement sous une température supérieure à la température ambiante (traitement thermique) améliore la réaction de géopolymérisation (Hardjito & Rangan, 2005b; Toufigh & Jafari, 2021). Généralement, le durcissement d'un mélange soumis à des températures variant entre 40°C et 95°C permet d'obtenir une réaction de géopolymérisation plus efficace (Hanjitsuwan et al., 2011; Hardjito et al., 2003; Hassan et al., 2019). D'autres recherches montrent qu'une maturation réalisée à la température ambiante, sous micro-ondes (Singh & Middendorf, 2020) ou encore et même soumise à une cure solaire permettent d'obtenir une géopolymérisation satisfaisante (Dong et al., 2017).

Cependant, les conditions de cure optimales peuvent varier selon le matériau précurseur utilisé. Une étude sur les effets de la température de cure (10 à 80 °C) et du temps (1 à 4 h) a permis de démontrer que le traitement thermique du géopolymère à base de

métakaolin à des températures élevées accélère le développement de la résistance. Cependant, les résistances à la compression après 28 jours des géopolymères traités thermiquement sont plus faibles que dans les mélanges traités à température ambiante (Rovnaník, 2010). Cela est dû à l'étendue de la réaction limitée du métakaolin à haute température. D'autre part, la cure à température élevée est préférée pour les géopolymères à base de cendre volante en raison de la réactivité relativement plus faible de ces dernières par rapport au métakaolin (Zhang et al., 2014b).

Palomo et *coll*. (Palomo & Fernández-Jiménez, 2011) et Shalaby (Shalaby, 2023a; Shalaby et al., 2024) ont mis au point un géopolymère à base de cendre volante à différentes températures. Ils ont étudié l'effet de la durée de maturation sur les propriétés mesurées. Les résultats ont permis de mettre en évidence que le matériau développait une résistance mécanique élevée en un période de temps relativement court lorsque la cure était réalisée à une température supérieure à 90 °C. Par exemple, Palomo et *coll*. (Palomo & Fernández-Jiménez, 2011) ont obtenu 30 MPa après 6 heures à 95 °C et 40 MPa après 10 heures à 115 °C. Ces résultats montrent que la température de cure joue un rôle significatif sur le mûrissement. De surcroît, la durabilité de ce nouveau matériau n'a pas été affectée par les variations de température, ce qui diffère du béton de ciment portland conventionnel. Ceci constitue un avantage supplémentaire pour ce type de géopolymère dans la perspective d'une fabrication standardisée et d'une productivité potentiellement plus élevée. D'autres recherches ont également démontré qu'il est aussi possible de produire un géopolymère à base de cendre volante avec une température de cure plus faible. Dans ce cas, il est nécessaire de compenser par une période de cure plus longue (entre 24 et 48 heures) (Hardjito et al., 2003; Shalaby, 2023a; Shalaby et al., 2024).En effet, les échantillons de géopolymère étudiés par ces chercheurs et soumis à une température de cure de 60°C pour 48 heures ont obtenu une résistance à la compression jusqu'à environ 10 MPa plus grande que la valeur mesurée à 24h.

2.2.4 Différence entre géopolymère et les matériaux alcalis-activés

Il existe une dissension dans la littérature scientifique concernant la terminologie utilisée pour désigner les matériaux à base d'aluminosilicates et solution alcaline. Certains auteurs emploient indifféremment les termes matériaux alcalis-activés et géopolymères (Kriven et al., 2024; Leong et al., 2016; Nematollahi & Sanjayan, 2014; Provis, 2018; Ryu

et al., 2013) , alors que d'autres considèrent les géopolymères comme une sous-catégorie des matériaux alcalis-activés (Marvila et al., 2021; Torres-Carrasco & Puertas, 2017). Toutefois, selon Davidovits (2020), cette assimilation est scientifiquement erronée. Premièrement, il n'y a d'ailleurs pas de véritable activation alcaline. Les précurseurs aluminosilicatés utilisés dans les formulations géopolymériques sont intrinsèquement très réactifs : il s'agit donc d'une réaction chimique proprement dite, et non d'une activation au sens classique du terme, c'est-à-dire la transformation d'un matériau d'un état stable vers un état non stable, étant donné qu'un matériau réactif est déjà dans un état instable, prêt à réagir chimiquement (Geopolymer Institute, 2024). Deuxièmement, les chercheurs de matériaux alcalis-activés décrivent le produit final des produits de type N-A-S-H (sodium aluminosilicate hydrate) ou K-A-S-H (potassium aluminosilicate hydrate) (Kriven et al., 2024; Provis & Bernal, 2013), qui sont des gels d'hydratation structurés autour de l'aluminium, du silicium et d'un cation alcalin (Na^+ ou K^+). Ces phases sont analogues aux hydrates calciques formés dans les ciments portland et caractérisent le mécanisme d'hydratation des matériaux alcalis-activés. Selon Davidovits (2020), le N-A-S-H ou K-A-S-H se forme lors de l'étape de polycondensation (voir équation (3) à la section 2.2) qui correspond au durcissement du géopolymère. Si les proportions du mélange ainsi que les conditions de cure sont appropriées, le géopolymère subit un processus de réticulation (voir Figure 2), et le gel N-A-S-H ou K-A-S-H se transforme progressivement en un réseau tridimensionnel amorphe, dense et interconnecté, caractéristique des géopolymères. Ce réseau confère au matériau ses propriétés mécaniques et chimiques distinctives, notamment sa résistance, sa durabilité et sa faible perméabilité. Le N-A-S-H ou K-A-S-H constitue donc une phase intermédiaire de la réaction de géopolymérisation, et non le produit final. Par souci de simplicité, le terme « géopolymère » sera employé dans cette thèse pour désigner le produit issu de la réaction entre les aluminosilicates solides et la solution alcaline. Le géopolymère à base de cendre volante

Plusieurs travaux de recherche montrent que la cendre volante présente un énorme potentiel pour synthétiser des géopolymères. Le béton constitué d'un liant géopolymère à base de cendre volante présente une très bonne durabilité face aux milieux agressifs tels que les acides, les sulfates et l'eau de mer. Il a été rapporté que cette durabilité est bien meilleure que celle observée pour le béton traditionnel à base de ciment portland (Hardjito et al., 2004c; Kong & Sanjayan, 2010; Pascual et al., 2014; Raijiwala & Patil, 2011; Wongpa et al., 2010).

La cendre volante se compose essentiellement de silicium, d'aluminium et d'oxyde de fer (Pascual et al., 2014). Les autres caractéristiques qui influencent l'aptitude de la cendre volante à être un matériau précurseur pour les géopolymères sont la taille des particules, leur teneur en particules amorphes ainsi que la morphologie et l'origine de la cendre volante (Hardjito & Rangan, 2005b).

La cendre volante peut être classée en différentes catégorie, soit les types F (faible teneur en calcium) et C (haute teneur en calcium). Van Jaarsveld *et al* (2003) ont observé que la présence du calcium contribuait à la formation d'aluminate-hydrate de calcium et d'autres composés de calcium, en particulier dans les premiers âges, ce qui augmentait la résistance mécanique du géopolymère. Cependant, d'autres chercheurs (Fernández-Jiménez & Palomo, 2003; Gourley, 2003; Hardjito & Rangan, 2005b) semblent s'accorder sur le fait que la cendre volante de type F est préférable comme matériau précurseur. Selon Gourley (2003), la présence de calcium en grande quantité peut interférer avec le processus de polymérisation et altérer la microstructure (Hardjito & Rangan, 2005b). En plus et selon ce même auteur, le temps de prise peut être attribué à la teneur en oxyde de calcium (CaO) et au pH de la cendre volante (Antoni et al., 2020; Bajpai et al., 2020; Davidovits, 2020; Wijaya & Hardjito, 2016). Des valeurs de pH et CaO élevées peuvent provoquer une prise éclair dans le béton géopolymère (Wijaya & Hardjito, 2016). La cendre volante dont le pH est supérieur à 11 a tendance à durcir très rapidement. Certains auteurs ont en effet observé une prise éclaire après environ 5 minutes de malaxage (Davidovits, 2020). Il a également été relevé que la valeur du pH est étroitement associée à la teneur en CaO de la cendre volante (Antoni et al., 2015; Izquierdo & Querol, 2012) et que le béton géopolymère frais a tendance à avoir un temps de prise court, en particulier avec l'utilisation de cendre volante à haute teneur en calcium (Wijaya & Hardjito, 2016).

2.3 Le géopolymère à base de résidu de bauxite

Au cours des 10 dernières années, de nombreuses recherches ont été menées sur l'utilisation du résidu de bauxite comme matière première pour différentes gammes de produits. La Figure 4 par exemple, présente les proportions de publications liées au résidu de bauxite sur divers matériaux dans l'industrie de la construction et de la chimie. Le résidu de bauxite a une grande quantité d'oxydes métalliques, en particulier des oxydes de fer et

d’aluminium. Ce résidu présente une bonne dispersion des particules et une surface spécifique élevée. Il possède également une excellente stabilité dans la solution, ce qui signifie qu'il ne coagule pas facilement. De plus, le résidu de bauxite présente d'autres caractéristiques comparables aux matériaux poreux, telles qu'une faible densité et une gamme de propriétés dans les domaines thermique, physique et mécanique(Wang et al., 2019b). Toutes ces propriétés font du résidu de bauxite une alternative potentielle pour de nombreuses applications, telles que présentées à la Figure 4. Cette figure montre notamment que le géopolymère, le ciment et le béton représentent environ 34 % des efforts de recherche, ce qui suggère que la communauté scientifique et l’industrie considèrent cette voie de valorisation comme particulièrement prometteuse.

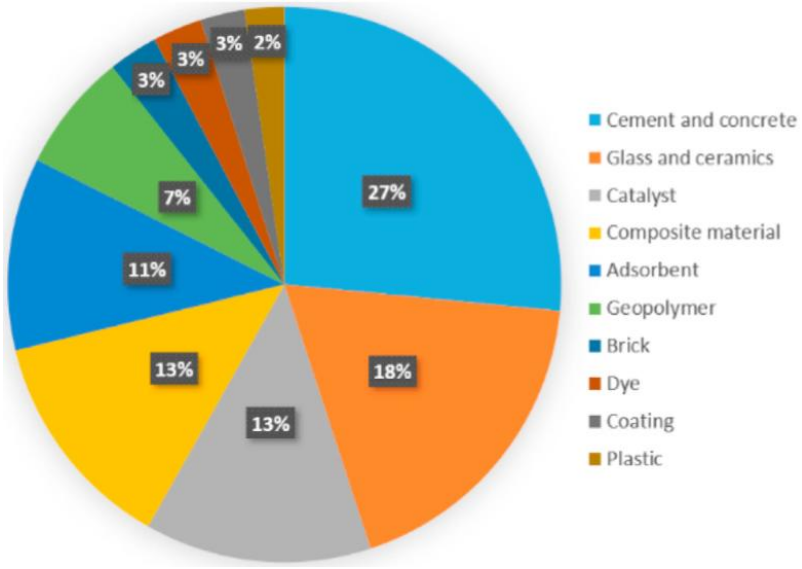


Figure 4 : Proportions de publications liées au résidu de bauxite sur divers matériaux dans l'industrie de la construction et de la chimie (%) basées sur une recherche de publications de 2019 dans Web of Science (Wang et al., 2021).

Le développement de technologies basées sur l’utilisation du résidu de bauxite doit être économique, sûr, durable et à grande échelle afin de correspondre aux niveaux de production actuels. Cependant, Lima et *al.* (2017) ont souligné que la neutralisation du résidu de bauxite n'est pas suffisante pour assurer une application sûre et durable. Au lieu de cela, il doit être utilisé dans des applications où il agit comme un matériau inerte afin d’éviter la lixiviation. En plus, le résidu de bauxite est fortement alcalin et de composition complexe, ce qui rend difficile le développement de technologies de recyclage à grande échelle. Ceci n'est pas surprenant puisque l'utilisation du résidu de bauxite pour produire des matériaux de

construction a longtemps été considérée comme le moyen le plus efficace pour le recycler. Certaines recherches récentes ont ainsi utilisé ce matériau pour préparer des liants géopolymères, des céramiques, des ajouts cimentaires alternatifs pour le béton à base de ciment portland (Bajpai et al., 2020; Chen et al., 2019; Choo et al., 2016; Dena Shalaby, 2024; Gass, 2020; He et al., 2013; He et al., 2012; Hoang & Do, 2020; Hu et al., 2018; Hu et al., 2019; Kanyal, 2021; Kim et al., 2017; Kim et al., 2018; Koshy et al., 2019; Krivenko et al., 2017; Kumar & Kumar, 2013; Kumar et al., 2021; Li et al., 2021a; Li et al., 2019b; Li et al., 2021c; Liu & Poon, 2016; Muraleedharan & Nadir, 2021; Nie et al., 2016; Qaidi et al., 2022; Shalaby, 2023a; Singh et al., 2018; Tang et al., 2018; Tang et al., 2019; van Riessen et al., 2013; Wang et al., 2019a; Wang et al., 2017; Wang et al., 2019b; Wang et al., 2021; Ye et al., 2014; Zhang et al., 2014a; Zhang et al., 2016; Zhao et al., 2019).

2.3.1 L'utilisation du résidu de bauxite pour la production des géopolymères

La composition et les propriétés du résidu de bauxite dépendent des sources de minéraux de bauxite et des procédés de production. Les principaux constituants chimiques du résidu de bauxite sont : CaO, Al_2O_3, Fe_2O_3, SiO_2, TiO_2 et Na_2O (Wang et al., 2019b). La présence des aluminosilicates et alcalis fait que le résidu de bauxite est une matière première potentielle pour la production des géopolymères. Cependant, la faible réactivité et son faible rapport SiO_2/Al_2O_3 (souvent inférieur à 2) sont les paramètres clés empêchant que ce dernier puisse être utilisé efficacement comme seul matériau précurseur pour la production de géopolymères. Par conséquent, le résidu de bauxite doit être combiné avec d'autres minéraux aluminosilicates qui ont un rapport SiO_2/Al_2O_3 plus élevé (Qaidi et al., 2022).

Des chercheurs (Choo et al., 2016; He et al., 2012; Hu et al., 2018; Li et al., 2019b; Nie et al., 2016) ont remarqué que les phases cristallines du résidu de bauxite ne participaient pas à la réaction de géopolymérisation, mais agissaient comme des charges inactives dans le liant géopolymère. Pour cette raison, des méthodes telles que le pré-traitement alcalino-thermique, la calcination et la pulvérisation ont été utilisées pour augmenter la réactivité du résidu de bauxite. Ces méthodes ont permis d'améliorer les caractéristiques mécaniques et microstructurales des géopolymères à base de résidu de bauxite (Qaidi et al., 2022). Cependant, ces dernières demandent un apport d'énergie supplémentaire, augmentant ainsi

le coût du produit final. Dans leur forme brute, les particules de résidu de bauxite jouent principalement le rôle de filler (Ye et al., 2014) et de source d'alcalis (Kumar et al., 2021) . L'ajout de ce matériau permettait d'atténuer le coût de la solution alcaline en raison de sa concentration élevée en NaOH (Kumar et al., 2021) et d'augmenter la conductivité électrique du géopolymère (Gass, 2020; Seixas, 2021).

Dans d'autres études, des chercheurs ont pu observer des effets différents avec l'ajout du résidu de bauxite sur la résistance à la compression. El Gass (2020), Kim et *al.* (2017), Shalaby *et al.* (2024) et Chen *et al.* (2019) ont ainsi trouvé que la résistance à la compression diminuait avec l'augmentation de la teneur en résidu de bauxite. Kumar et Kumar (2013), Li *et al.* (2019b) et Hu *et al.* (2019) ont observé une augmentation de la résistance à la compression avec l'augmentation de la teneur en résidu de bauxite en remplaçant une partie de la teneur en cendre volante. Les valeurs optimales ont été obtenues pour une substitution de 10%, 30% et 50% de la masse de cendre volante, respectivement. Tang *et al.* (2018) ont également observé que le résidu de bauxite n'affecte pas les résistances mécaniques du béton. Au contraire, l'augmentation de la teneur en résidu de bauxite entraînerait de légères augmentations de la résistance à la compression et du module d'élasticité, ainsi qu'une légère diminution de la résistance à la traction. Les auteurs (He et al., 2012; Koshy et al., 2019) ont observé que la résistance à la compression des échantillons augmentait avec une augmentation du rapport molaire Si/Al.

Toutes ces différentes observations issues des recherches antérieures tendent à démontrer que l'influence du résidu de bauxite sur la résistance à la compression des géopolymères peut varier dépendamment des matières premières utilisées et de la proportion des autres composants.

2.3.2 L'effet du fer

Les recherches précédentes (Hu et al., 2019; Toufigh & Jafari, 2021) ont permis de mettre en évidence que le fer peut également participer à la réaction de géopolymérisation, mais son comportement dépend de son état chimique et minéralogique dans les matières premières. Les études réalisées par Lemougna *et al.(2013)*, Malden *et al.* (1967), Kaze *et al.* (2017) et Davidovits (2020) ont démontré que le fer sous la forme Fe^{3+} est l'équivalent à Al^{3+} dans le réseau alumino-silicate, donnant ainsi une séquence ferro-silico-aluminate. De plus,

il a également été démontré que ces géopolymères ainsi développés avec une bonne résistance à la compression.

Hu *et al.* (2019) ont trouvé que les espèces de fer dans le résidu de bauxite à l'état brut existaient sous forme d'hématite et Fe^{3+} octaédrique dans les aluminosilicates. L'application d'un traitement thermique transformait une partie du Fe^{3+} en hématite. Au contraire du Fe^{3+}, l'hématite ne semble pas participer à la géopolymérisation, mais semble plutôt jouer un rôle de filler inerte (Hu et al., 2019).

2.3.3 L'effet sur la maniabilité et le temps de prise

Il a été observé que l'ajout du résidu de bauxite diminuait la maniabilité du mélange (Bajpai et al., 2020; Gass, 2020; Li et al., 2021c; Qaidi et al., 2022; Tang et al., 2018). Le caractère poreux du résidu de bauxite et sa grande surface spécifique augmentent sa capacité d'adsorption et ses comportements d'adhésion interfaciale (Qaidi et al., 2022), ce qui impacte négativement la maniabilité. Ces résultats peuvent également être attribués à la plus petite taille des particules présentes dans le résidu de bauxite ainsi que par leur morphologie rugueuse, ce qui peut accroître la friction interne et ainsi entraver le mouvement des particules de la pâte. Ainsi, la valeur d'affaissement de la pâte diminue avec l'augmentation de la teneur en résidu de bauxite (Bajpai et al., 2020).

Ainsi, dû à la faible réactivité du résidu de bauxite, il retarde le processus de durcissement à mesure que sa concentration augmente. Le résidu de bauxite agit alors comme un retardateur de prise lorsqu'incorporé dans le géopolymère (Hu et al., 2018; Li et al., 2021c; Qaidi et al., 2022).

2.3.4 La lixiviation de contaminants

En raison de la teneur élevée en alcalis et en métaux lourds dans le résidu de bauxite, ces derniers sont classés comme déchets toxiques qui peuvent polluer les sols et l'eau en cas d'élimination inappropriée (Raja et al., 2013; Yoon et al., 2019). Par conséquent, il est nécessaire que la lixiviation de contaminants soit évitée pour le développement des géopolymères durables. Dans ce contexte, des études récentes (Kim et al., 2017; Kumar & Kumar, 2013; Kumar et al., 2021; Li et al., 2019b; Zhang et al., 2016; Zheng et al., 2010) ont mesuré la lixiviation des échantillons de géopolymère à base de résidu de bauxite.

Selon Kumar *et al.* (2021), les échantillons de géopolymère préparés en utilisant du résidu de bauxite ont présenté une bonne adsorption des métaux lourds. De plus, il a été constaté que les métaux lourds étaient stables dans les géopolymères synthétisés, indiquant ainsi un risque moindre des géopolymères sur l'environnement (Kumar et al., 2021). Li *et al.* (2019b) ont obtenu des résultats inférieurs aux limites spécifiées par l'USEPA pour les essais de lixiviation des métaux lourds des échantillons de géopolymères. De plus, le résultat obtenu avec le spécimen en géopolymère était inférieur à celui des matières premières. Cette baisse de la lixiviation des métaux lourds a indiqué que la formation des géopolymères a aidé à solidifier et emprisonner ces derniers. En plus, Zhang et *al.* (Zhang et al., 2016)ont constaté que le géopolymère synthétisé présentait une meilleure immobilisation de l'arsenic que les autres métaux lourds. Ainsi, le géopolymère peut également agir comme un filtre pour les métaux lourds et les empêche de pénétrer dans les eaux souterraines.

2.4 Méthodes de dosage existantes

Malgré le nombre croissant de travaux de recherche portant sur les propriétés des géopolymères et l'existence de normes (British Standard, 2016; Chinese standard, 2012; Ukrainian Standard, 1984) et d'applications réelles (Davidovits, 2022; Marina Dudnikova, 2022; Ouellet-Plamondon & Habert, 2015; Palomo et al., 2007; Provis & Van Deventer, 2013; Reggiani, 2022) en Europe, Asie et Océanie, le dosage du béton géopolymère est encore difficile à standardiser et à répliquer. La complexité du dosage des géopolymères est principalement attribuée au nombre élevé de variables dans le processus, telles que les conditions de cure, les types de sources d'aluminosilicate utilisées et les solutions alcalines (Li et al., 2019a). Actuellement, les méthodes de dosages des mélanges de béton géopolymère reposent principalement sur la composition chimique des matières premières, les performances ciblées ou sur les effets des constituants sur la performance globale du béton géopolymère, tel que présenté respectivement aux sections 2.4.1, 2.4.2 et 2.4.3.

2.4.1 Méthode de Davidovits

Davidovits (2020) a proposé une méthode de dosage des géopolymères basée sur la composition des précurseurs, des rapports moléculaires cibles et une séquence de fabrication préalablement établie.

Pour cet auteur, la chimie des géopolymères est l'outil pour concevoir et développer de nouveaux produits ainsi que pour comprendre leurs implications holistiques. Sans une compréhension approfondie de la chimie des géopolymères, tous les efforts de recherche et développement sont arbitraires. Il critique le fait que plusieurs auteurs ne respectent pas l'ordre exact de mélange des composants et les ratios chimiques ainsi que l'inutilisation de conditions optimales de cure. Ces méthodes de production entraîneraient une fluctuation des résultats de résistance et de durabilité ainsi obtenus.

Également, Davidovits (Davidovits, 1991; Davidovits, 1999; Davidovits, 2020) souligne l'importance d'avoir une connaissance détaillée des matières premières de départ pour comprendre les mécanismes de réaction impliqués dans la production du produit final souhaité. Très souvent, les données disponibles se limitent principalement à la composition chimique qui est exprimée en oxydes, sans donner de l'importance à la composition minéralogique et à la structure moléculaire qui est déterminante dans la réactivité des minéraux impliqués dans la géopolymérisation.

Pour le dosage des géopolymères, Davidovits (2020) utilise des rapports atomiques prédéterminés, selon le type de matériau. Il recommande également d'utiliser des silicates peu corrosifs sécuritaires pour les utilisateurs. Les solutions alcalines doivent être préparées adéquatement afin d'avoir les rapports molaires décrits au Tableau 3.

Tableau 3 : Rapports molaires recommandés pour la solution alcaline (Davidovits, 2020)

Matériau	Rapport molaire	Valeur
Solution de silicate de sodium	$SiO_2 : Na_2O$	Entre 1,7 et 1,9
Solution de silicate de potassium	$SiO_2 : K_2O$	Entre 1,5 et 1,7

Les quantités des précurseurs solides et solution alcaline doivent être ajustées afin que la pâte respecte les rapports atomiques Si:Al selon l'application (voir Figure 1). Pour une structure 3D macro moléculaire rigide, un rapport Si:Al de 2 doit être ciblé. Pour que la réaction de géopolymérisation soit complète et le produit final ne présente pas d'efflorescence, c'est le rapport (Na ou K):Al qui doit être considéré. Pour le métakaolin, le rapport (Na ou K):Al cible doit être de 1, mais pour le laitier sidérurgique de haut fourneau,

seulement 50% de l'aluminium participe à la réaction. Par conséquent, un rapport (Na ou K):Al = 0,5 doit être ciblé. Avec de la cendre volante, la réaction se produit seulement à la surface des micro sphères d'aluminosilicates et le rapport cible (Na ou K):Al devient égal 0,2.

L'utilisation des fillers minéraux est extrêmement importante pour éviter la fissuration du géopolymère. Cependant, le choix des fillers réactifs favorise la fabrication des produits finaux avec des résistances mécaniques plus élevées. Par exemple, il existe de nombreuses charges minérales à base de SiO_2. Le sable de quartz est cristallin et chimiquement inerte. Il n'apporte aucune liaison chimique entre sa surface et le réseau poly(sialate). Les propriétés mécaniques résultantes du composé seront arbitraires. En revanche, le quartz broyé ou les fillers qui possèdent une surface amorphe, comme la cristobalite de type SiO_2 ou les aluminosilicates géologiques (feldspath, basalte), induisent la formation de cette liaison chimique (Si-O-Al-O). Le composé géopolymère final fabriqué avec ces charges présente ainsi des résistances mécaniques plus élevées.

La séquence recommandée par Davidovits (2020) pour la fabrication d'un géopolymère est présentée à la Figure 5. Comme illustré, l'auteur recommande de préparer la solution alcaline au moins 24 heures avant la préparation de la pâte géopolymère. La dissolution du NaOH est fortement exothermique et cette réaction ne se termine pas instantanément. Un temps de repos permet donc la stabilisation thermique de la solution ainsi que l'hydratation complète des ions Na^+ et OH^-. L'eau est ainsi correctement intégrée, ce qui limite les réactions exothermiques pendant le malaxage avec les aluminosilicates, réduisant la formation de macroporosité et la fissuration de la matrice durcie. À l'inverse, si la solution alcaline est mélangée trop tôt avec les aluminosilicates, l'hydratation des ions reste incomplète et se poursuit durant le malaxage, provoquant des dégagements de chaleur localisés.

La pâte géopolymère (constituée des matériaux précurseurs et de la solution alcaline) doit d'abord être préparée et malaxée afin de favoriser les réactions de géopolymérisation pour le rapport de formulation visé. Cette étape permet de limiter l'interférence des autres constituants du mélange, lesquels pourraient réagir avec certains composés chimiques essentiels ou les absorber, réduisant ainsi leur disponibilité pour la réaction de

géopolymérisation. Lors ce de malaxage initial, une énergie d'agitation élevée (environ 350 RPM) pendant un temps minimum de 10 minutes est recommandée par l'auteur afin de favoriser le contact entre le silicate alcalin et les particules des précurseurs afin offrir un temps suffisant au processus de dépolymériser des aluminosilicates. Une fois la pâte géopolymère préparée, les additifs, les fillers et les granulats, si présents, doivent être ajoutés selon l'ordre du moins réactif au plus réactif. Enfin, la durée et la température de cure optimales sont obtenus empiriquement par des tests répétitifs. Compte tenu de la variété de réactivité chimique des minéraux impliqués dans la production d'un composé géopolymère, cette méthode de tests répétitifs est la seule qui fournit l'information souhaitée.

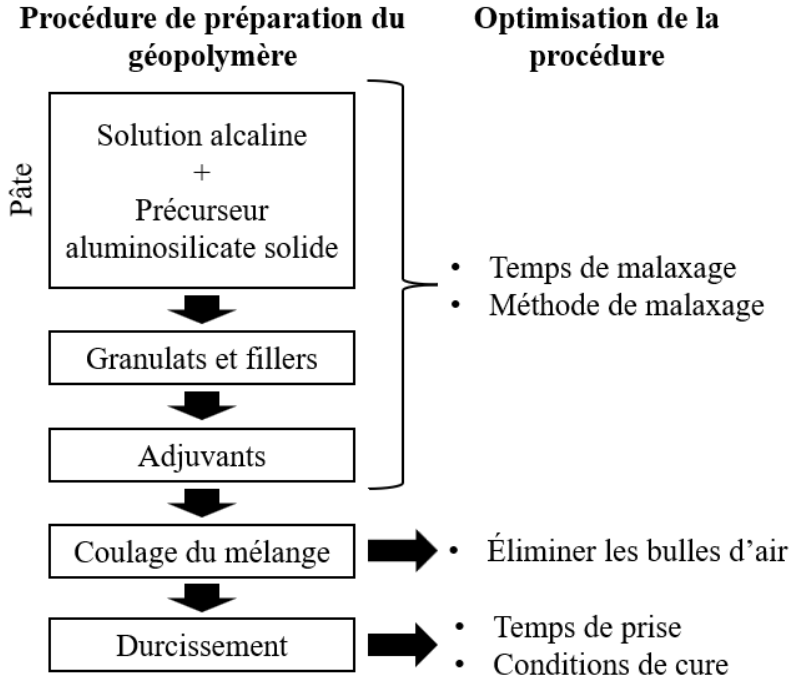


Figure 5 : Séquence des étapes requises pour la préparation du géopolymère recommandée par Davidovits (2020)

2.4.2 Méthodes de performance cible

Les méthodes de performance cible consistent à déterminer les quantités des composants pour atteindre les caractéristiques souhaitées, principalement la résistance mécanique (plus particulièrement la résistance à la compression) et la maniabilité (Junaid et al., 2015; Patankar et al., 2015; Pavithra et al., 2016; Phoo-ngernkham et al., 2018; Shi, 1989). Néanmoins, le temps de prise (Rafeet et al., 2017) ainsi que sa résistance à l'exposition aux chlorures (Bondar et al., 2018) ont également été utilisés comme critères cibles pour le dosage des formulations de géopolymère.

La procédure de dosage de performance cible est souvent basée sur une approche empirique par essai et erreur. Elle comprend les étapes suivantes (Li et al., 2019a) :

i. Sélectionner des valeurs préliminaires des rapports solution alcaline/matériau précurseur et eau/solides en fonction du critère de performance cible, sur la base de l'expérience antérieure;
ii. Déterminer la teneur en eau ou en liant géopolymère en fonction des propriétés requises du composé (béton ou mortier géopolymère);
iii. Déterminer la proportion des granulats fins et grossiers en fonction de l'ouvrabilité ciblée et de la granulométrie;
iv. Déterminer les quantités (masse ou volume) des constituants selon le volume ou la masse de la gâchée de béton ou de mortier;
v. Procéder aux essais de caractérisation afin d'évaluer le respect de la propriété cible;
vi. Répéter les étapes 1 à 5 en ajustant le dosage des constituants jusqu'à ce que la performance cible soit atteinte.

2.4.3 Méthode basée sur le plan d'expériences de Taguchi

Dans toutes les entreprises, et quel que soit le secteur d'activité, le technicien ou l'ingénieur est amené à comprendre comment réagit un système en fonction des différents facteurs (paramètres) qui sont susceptibles de le modifier. De façon générale, pour vérifier l'évolution du processus, il mesure une réponse, et, à partir de différents essais, il va tenter d'établir des relations de cause à effet entre la (ou les) réponse(s) et les différents facteurs. Il n'est pas simple de réaliser de telles relations entre réponses et facteurs, surtout s'il existe des interactions entre les facteurs. Les plans d'expériences permettent de réaliser ce type de relations, en minimisant le nombre d'expériences tout en maximisant la précision du résultat (Pillet, 2001).

Genichi Taguchi (Pillet, 2001) a travaillé dans le domaine de l'ingénierie, de la qualité et des statistiques industrielles. Il a notamment mis au point un type de plan expérimental nommé plan de Taguchi. Ce type de plan a été initialement développé pour mieux maîtriser l'optimisation des processus et la conception de produits. Cette méthode vise à réduire la variabilité des produits ou des processus en identifiant et en minimisant les sources de

variation dès la phase de conception. La méthode du plan de Taguchi repose sur l'utilisation de plans d'expériences factoriels orthogonaux, basés sur les tables orthogonales de Taguchi, qui permettent d'analyser l'effet de plusieurs facteurs simultanément tout en minimisant le nombre d'expériences requis. Les tables orthogonales de Taguchi sont conçues pour répartir de manière uniforme et indépendante les expériences requises. Cette méthode met également l'accent sur la robustesse des produits ou des processus, c'est-à-dire leur capacité à fonctionner de manière optimale malgré les variations des conditions environnementales ou des facteurs de perturbation.

Grâce au plan de Taguchi, l'expérimentateur dispose de la flexibilité nécessaire pour sélectionner les facteurs et les interactions à examiner, en fonction du modèle expérimental retenu et en parfaite cohérence avec les objectifs de l'étude (Sabre, 2007). Par ailleurs, l'utilisation des rapports signal/bruit constitue un outil pour évaluer la robustesse des réponses du système et prédire les conditions expérimentales menant au résultat optimal (Türkmen et al., 2008).

Les résultats obtenus dans des précédentes recherches (Hadi et al., 2017; Khalaj et al., 2014; Li et al., 2018; Mehta et al., 2017; Olivia & Nikraz, 2012; Riahi et al., 2012; Romagnoli et al., 2012; Yang et al., 2017) montrent que la conception de Taguchi peut être utilisée pour optimiser la performance des mélanges de béton géopolymère. Par exemple, Hadi *et al.* (2017) ont pu observer, à l'aide du plan de Taguchi, que la résistance à la compression maximale du béton géopolymère à base de laitier de haut fourneau, soit 60,4 MPa après 7 jours de cure à température ambiante, était obtenue avec une teneur en liant de 450 kg/m³, un rapport solution alcaline/liant de 0,35, un rapport silicate de sodium/solution d'hydroxyde de sodium de 2,5 et une concentration de la solution de NaOH de 14 M. Mehta *et al.* (2017) ont développé, à l'aide du plan de Taguchi, des modèles mathématiques présentant un coefficient de détermination supérieur à 97 %, ce qui témoigne d'une excellente précision dans la prédiction de la résistance à la compression et de l'absorption d'eau en fonction des facteurs étudiés. En exploitant les rapports signal/bruit, les auteurs ont également identifié la combinaison paramétrique optimale permettant d'obtenir simultanément une résistance à la compression maximale et une absorption d'eau minimale. Cette combinaison correspond à un remplacement de 20 % de cendre volante par du ciment portland ordinaire, à l'utilisation

d’une solution de soude caustique de 15 M et à une cure thermique réalisée à 80 °C pendant 24 heures.

La méthode de Taguchi présente de nombreux avantages tels que la rapidité et la rentabilité, la robustesse et la facilité d'explication du résultat. Cependant, cette méthode est limitée aux plages de niveaux choisis. Par conséquent, dans la méthode proposée par Li *et al. (*2018*)*, d'autres expériences ont été menées pour obtenir la relation entre les paramètres clés et les performances du béton géopolymère au-delà des niveaux sélectionnés.

2.5 Plan d’expériences

Une exploration systématique de l'impact des paramètres d’un processus sur les résultats peut être efficacement réalisée grâce aux plans d'expériences (PDE). Dans le cadre d’un PDE, les expériences sont distribuées de manière stratégique dans un espace de facteurs (paramètres d’influence étudiés), afin de minimiser le nombre d’expériences (essais ou tests) nécessaires pour établir une relation fonctionnelle statistiquement valide entre les facteurs et la réponse mesurée. Par exemple, un plan d’expérience pourrait permettre d’étudier l’effet de la quantité de ciment et le rapport Si:Al (facteurs) par le moyen d’essais de compression uniaxiale sur différents mélanges de béton (expérience) sur la résistance à la compression (réponse). L'analyse des données utilise des méthodes de régression pour établir un modèle liant les facteurs aux résultats, et la fiabilité des résultats est évaluée grâce à des mesures statistiques, telles que le coefficient de détermination (R^2) et des graphiques de probabilité normale (Box et al., 1978). Une valeur de R^2 de 1 signifie que le modèle permet de retrouver exactement la valeur des réponses mesurées, alors qu’une valeur de R^2 de 0 signifie que le modèle ne capte pas de relation de dépendance entre un facteur donné et la réponse, autrement dit que le modèle renvoie la moyenne des réponses. En revanche, un R^2 négatif indique que le modèle statistique ajuste les données moins bien que la moyenne des observations. Cela se produit généralement lorsque les prédictions du modèle sont très éloignées des valeurs réelles, signifiant que le modèle est inapproprié pour les données (Goupy & Creighton, 2006, p. 82). Un avantage notable de cette approche expérimentale est sa capacité à mettre en évidence des effets synergiques ou compétitifs entre les matières premières, une information précieuse qui peut être difficile à obtenir par des méthodes

expérimentales conventionnelles(Romagnoli & Andreola, 2007; Romagnoli et al., 2012). Plusieurs approches présentées dans les sous-sections suivantes peuvent être employées à mettre en place un plan d'expériences et développer un modèle prédictif.

Un plan à plusieurs niveaux consiste à tester chaque facteur à différentes valeurs, appelées niveaux, afin d'étudier leur influence sur les réponses du système. Un niveau correspond à une valeur spécifique d'un facteur dans l'expérience. Par exemple, dans un plan d'expérience, le facteur rapport Si:Al peut être testé à trois niveaux : 1,5 ; 2 ; et 2,5. Chaque combinaison de niveaux pour tous les facteurs constitue un essai unique du plan, permettant d'analyser quantitativement l'effet de chaque facteur ainsi que leurs interactions sur les propriétés finales étudiées.

Pour des plans factoriels à 2 ou 3 niveaux, l'utilisation de la notation de Yates est une stratégie souvent utilisée afin de simplifier les calculs mathématiques et l'interprétation des effets des facteurs lors de l'analyse des données expérimentales. Cette méthode consiste à attribuer des niveaux de codage spécifiques à chaque niveau des facteurs étudiés : le niveau inférieur du facteur est codé comme -1, et le niveau supérieur est codé comme +1. Si un facteur a 3 niveaux, le niveau intermédiaire est codé comme 0 (Douglas, 2001; Pillet, 2001; Yates, 1937).

L'originalité de la notation de Yates pour la matrice d'expériences est qu'elle permet de retrouver directement les formules générales des effets moyens. Lorsque cette méthode est utilisée, les effets moyens (E_{Ai}) de chaque facteur A sont calculés en sommant les réponses de tous les essais réalisés multipliés par le signe niveau i du facteur A correspondant à chaque essai, tel que présenté à l'équation (5). Le total est divisé par le nombre d'essais, tel que présenté à l'équation (5).

$$E_{Ai} = \frac{\sum Y_i * [niveau\ du\ facteur\ A]}{[nombre\ d'essais]} \qquad (5)$$

Cette notation est très pratique, mais difficile à généraliser simplement dans les cas où les facteurs étudiés ont plus de trois niveaux. Pour ces cas à plusieurs niveaux, la méthode générale de calcul des effets est souvent préconisée (Pillet, 2001). Avec cette méthode, l'effet

E_{Ai}, pour le facteur A au niveau *i*, est calculé en soustrayant la moyenne générale des réponses de la moyenne des réponses obtenues lorsque le facteur A est au niveau *i*, tel que présenté à l'équation (6). Pour déterminer les effets des facteurs entre les niveaux, une interpolation linéaire peut être réalisée.

$$E_{Ai} = [Moyenne\ des\ réponses\ lorsque\ le\ facteur\ A\ est\ au\ niveau\ i] - [Moyenne\ générale] \quad (6)$$

2.5.1 Plan factoriel complet

Un plan factoriel complet est un premier type de plan d'expérience qui permet d'établir un modèle mettant en relation les facteurs et les résultats observés. Ce type de plan consiste à tester expérimentalement toutes les combinaisons possibles des facteurs et de leurs niveaux respectifs pris en compte dans l'expérience. Ce type de plan permet donc d'explorer de manière exhaustive les effets des facteurs ainsi que leurs interactions. Ils sont donc souvent utilisés lorsqu'il est souhaité d'obtenir une compréhension approfondie des relations entre les paramètres d'intérêt. Il en résulte cependant que le nombre d'expériences à mener, *N*, atteint rapidement de grandes valeurs selon le nombre de facteurs, *k*, et le nombre de niveaux, *X*, tel que $N = X^k$. Ce type de plan peut donc s'avérer coûteux en termes de temps et de ressources, lorsque le nombre de facteurs ou de niveaux est élevé.

2.5.2 Plan de Taguchi

Le plan de Taguchi (Pillet, 2001) permet d'enrichir les méthodes de plans d'expériences en apportant une amélioration considérable aux plans factoriels complets et fractionnaires. Son principal avantage réside dans la réduction significative du nombre d'expériences nécessaires pour évaluer les effets des facteurs, tout en maintenant une précision statistique satisfaisante. Cette réduction est rendue possible grâce à l'utilisation des tables orthogonales de Taguchi, qui permettent de sélectionner un sous-ensemble d'essais représentatifs tout en assurant un équilibre et une indépendance entre les facteurs étudiés. En outre, la méthode introduit également la notion de rapport signal/bruit, qui permet non seulement d'identifier les conditions optimales, mais aussi d'évaluer la robustesse des résultats obtenus face aux variations non contrôlées.

Le plan de Taguchi repose sur l'idée que plus un produit ou un système est robuste, moins il perd de performance même face aux variations ou perturbations externes (appelées

« bruits »). La méthode utilise une fonction de perte pour quantifier l'impact de ces écarts par rapport à la valeur cible. En pratique, les « bruits » représentent toutes les sources de variations qui peuvent influencer le fonctionnement du système (conditions environnementales, matériaux, erreurs de manipulation, précision de l'équipement utilisé, etc.). Un système robuste est donc conçu pour que son fonctionnement reste stable malgré ces variations, c'est-à-dire pour que la dispersion de ses performances soit minimale.

Les bruits peuvent être catégorisés en trois types principaux : les bruits intérieurs, les bruits extérieurs et les bruits entre produits. Les bruits intérieurs englobent les variations causées par l'utilisation du système, tels que l'usure et les déréglages des équipements utilisés lors des expériences, représentant ainsi les variations des paramètres de contrôle ou mesure du système. Par exemple, un malaxeur à béton dont la vitesse de rotation est imprécise peut entraîner des conditions de mélange légèrement différentes pour chaque échantillon testé. Les bruits extérieurs, quant à eux, correspondent aux perturbations indépendantes du système, telles que la température ambiante et l'humidité de l'air. Enfin, les bruits entre produits correspondent aux différences qui peuvent être observées entre deux éléments fabriqués dans la même production, dues à des variations de fabrication ou de matériaux. Dans le cas du béton, par exemple, cela peut inclure des différences de granulométrie entre lots de sable ou des variations dans la composition chimique des ajouts cimentaires. Ces variations entraînent des différences de comportement entre les produits finis, telles que la résistance, la maniabilité ou le temps de prise. Dans ce cas, un système (ou une formulation de béton) est d'autant plus robuste que ces différences ont peu d'effet sur les performances finales.

Dans les plans de Taguchi, une des notions clés est le rapport signal/bruit (S/B), utilisé pour évaluer la robustesse des systèmes étudiés. Le terme signal désigne la réponse moyenne ou la tendance recherchée de la réponse (c'est-à-dire la performance visée). Ce rapport permet de mesurer la qualité d'une réponse en tenant compte à la fois de sa moyenne et de sa variabilité. En effet, l'objectif est d'optimiser la performance tout en minimisant l'effet des facteurs perturbateurs ou des variations. Le rapport S/B établit un rapport entre le signal (la moyenne de la réponse) et le bruit (la dispersion de la réponse en fonction du bruit). Ainsi, l'utilisation du rapport S/B dans les analyses permet de guider le choix des facteurs qui maximisent la performance tout en rendant le système moins sensible aux sources de

variabilité externes. Cette approche est particulièrement utile dans les environnements industriels où la stabilité et la qualité sont essentielles.

Les rapports signal/bruit (S/B) dans les plans de Taguchi sont adaptés à différents objectifs d'optimisation en fonction de la nature de la réponse à analyser. Le rapport appelé « l'optimum est un maximum » ou *type L* s'applique lorsqu'il est souhaité de maximiser une performance, comme la résistance à la compression d'un matériau, et favorise des réponses élevées. Le rapport appelé « l'optimum est un minimum ou *type S* » est utilisé pour minimiser des valeurs indésirables, telles que les défauts ou les pertes, ou lorsqu'il est nécessaire obtenir une valeur plus faible pour l'optimisation. Enfin, le rapport appelé « l'optimum est une nominale (*de types 1 ou 2*) » est employé lorsque l'objectif est d'atteindre une valeur précise, comme une densité ou une concentration, en minimisant simultanément la variabilité autour de cette cible. Ce rapport se décline en deux types : le *type 1*, où l'écart-type est indépendant de la valeur moyenne, et le *type 2*, où l'écart-type est proportionnel à la position de la moyenne. Ces quatre types de rapport S/B permettent d'adapter l'analyse à différents besoins et d'orienter efficacement les efforts d'optimisation.

Les rapports S/B sont calculés conformément à l'équation (7) pour « L'optimum est un maximum », à l'équation (8) pour « L'optimum est un minimum », et aux équations (9) et (10) pour « L'optimum est une nominale », respectivement pour les types 1 et 2. Dans ces équations, Y_{ij} représente la réponse obtenue pour la ligne *i* et la colonne *j*, où chaque ligne *i* correspond à une même combinaison de facteurs et de niveaux, et chaque colonne *j* représente les résultats obtenus pour cette ligne; *n* est le nombre total de colonnes, ou équivalemment le total des résultats pour une même combinaison. σ représente l'écart-type des réponses de la ligne *i*, et $\bar{Y}$ est la moyenne des réponses de la ligne *i*.

$$S/B_i = -10log\left[\frac{1}{n}\sum_{j=1}^{j=n}\left(\frac{1}{Y_{ij}^2}\right)\right] \tag{7}$$

$$S/B_i = -10log\left[\frac{1}{n}\sum_{j=1}^{j=n}\left(Y_{ij}^2\right)\right] \tag{8}$$

$$S/B_i = -10log[\sigma^2 + (\bar{Y} - cible)^2] \quad (9)$$

$$S/B_i = 10log\left[\frac{\overline{Y_i^2}}{\sigma^2}\right] \quad (10)$$

L'unité du rapport S/B est généralement exprimée en décibels (*dB*). Cela s'explique par le fait que le calcul du S/B utilise des logarithmes en base 10, et que le résultat est multiplié par 10 ou -10, selon la formule employée. L'utilisation des *dB* présente plusieurs avantages. Cela elle permet de comparer facilement des rapports très petits ou très grands, puisque l'échelle logarithmique réduit ces valeurs à une plage de valeurs plus gérable. De plus, cela reflète plus précisément les différences relatives, en particulier lorsque les valeurs des réponses varient sur des ordres de grandeur très différents. Pour plus d'informations concernant le développement d'un plan de Taguchi, le lecteur est invité à consulter la référence (Pillet, 2001).

2.5.3 Effet des interactions

Calculer l'interaction consiste à calculer la modification apportée à la réponse spécifique lorsque deux facteurs *A* et *B* sont évalués à des niveaux *i* et *j* (noté A_i et B_j), prennent des valeurs particulières, relativement à la moyenne générale des résultats de tout le plan expérimental, *M*. Cet effet d'interaction entre deux facteurs, I_{AiBj}, est calculé à partir de l'équation (11). Il s'obtient en soustrayant de la valeur moyenne des réponses obtenues lorsque les facteurs *A* et *B* sont respectivement de niveau *i* et *j*, noté $M_{AiBj,}$ la valeur de la moyenne générale, *M*, et les effets obtenus spécifiquement pour A_i et B_j dénotés E_{Ai} et E_{Bj}. En d'autres termes, cet effet d'interaction correspond à la différence entre la réponse moyenne lorsque les facteurs *A* et *B* sont à leurs niveaux combinés *i* et *j*, par rapport à la moyenne générale, en prenant en compte les effets individuels de chaque facteur à ces niveaux.

$$I_{AiBj} = M_{AiBj} - M - E_{Ai} - E_{Bj} \quad (11)$$

2.5.4 Prédiction de réponse et résidus

En sommant les effets moyens et les interactions déterminés précédemment, chacun des types de plan d'expérience permettent d'établir un modèle qui peut ensuite être utilisé

pour prédire une réponse en fonction des valeurs prises par les facteurs. Il est cependant probable que ce modèle ne soit pas en mesure de retourner exactement chacune des réponses à partir desquels il a été bâti. Cette différence entre la réponse prédite et la réponse réelle découlant de l'expérimentation est communément appelée résidu. La Figure 6 illustre la relation entre la réponse réelle et la réponse prédite d'un modèle de prédiction.

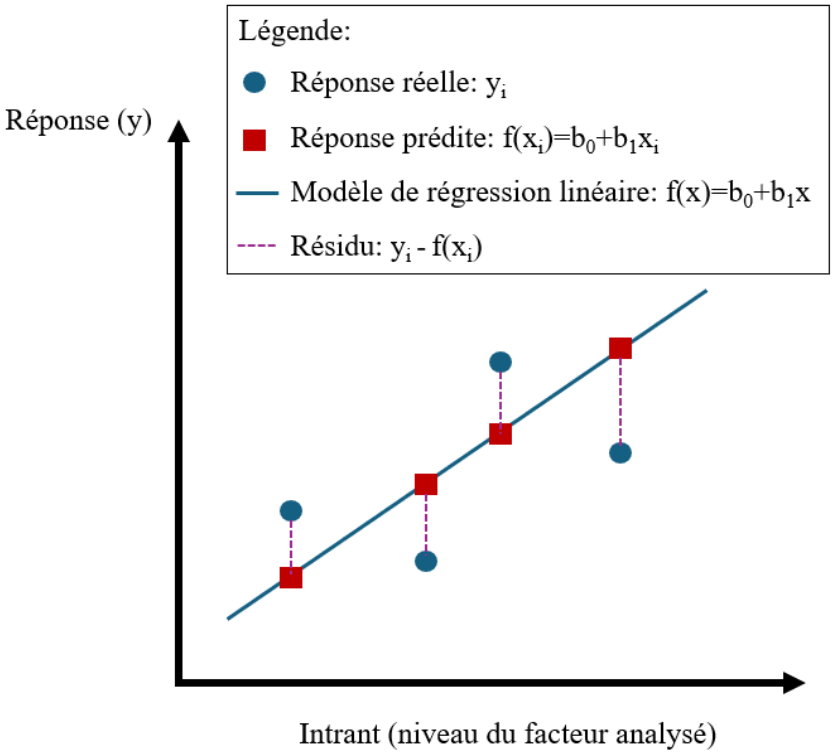


Figure 6 : Modèle de régression linéaire

Durant la réalisation des expériences associées à un procédé à l'étude, la variance naturelle de ce procédé peut se manifester sous trois types de facteurs : les facteurs étudiés qui sont explicitement modifiés et pris en compte dans le plan d'expériences, t les facteurs contrôlés qui sont fixés pendant le plan d'expériences, tel que le type de récipient et le type de malaxeur; et les facteurs non contrôlés correspondant aux autres facteurs agissants sur le procédé, à différentes échelles, qui ne sont pas mesurés ou contrôlés, telle que la composition de l'eau potable ou la pression atmosphérique lors d'un malaxage de béton. Ces trois types de facteurs sont l'origine de la variance naturelle du procédé.

L'analyse de la variance (ANOVA) permet de déterminer si les effets calculés sont significatifs (c'est-à-dire effectivement associés au facteur étudié), ou si ces effets ne sont

que la manifestation de la variabilité du système due aux facteurs non contrôlés (non étudiés dans le plan).

L'analyse de la variance (ANOVA) est une technique statistique utilisée pour comparer les moyennes de plusieurs groupes afin de déterminer s'ils sont statistiquement différents les uns des autres. L'ANOVA teste l'hypothèse nulle selon laquelle les moyennes des groupes sont égales, en se basant sur la variance observée dans les données, ce qui permet de rechercher les sources de variation des réponses (Goupy & Creighton, 2006; Pillet, 2001). Il est supposé que les réponses soient calculées avec le modèle postulé, à partir de l'équation de régression calculée en utilisant la méthode des moindres carrés, c'est-à-dire en minimisant la somme des carrés des écarts. Dans le cadre de cette méthode, la moyenne des réponses mesurées est égale à la moyenne des réponses calculées avec le modèle postulé (Goupy & Creighton, 2006) .

À partir du test de l'hypothèse nulle, l'ANOVA permet de différencier entre un facteur présentant un effet significatif (*Cas 1*) ou un effet non significatif (*Cas 2*), tel que présenté à la Figure 7. L'ANOVA divise la variation totale des données en deux composantes : la variation entre les groupes et la variation à l'intérieur des groupes. Si la variation entre les groupes est significativement plus grande que la variation à l'intérieur des groupes (*Cas 2* à la Figure 7), cela suggère que les moyennes des groupes sont différentes et que l'hypothèse nulle peut être rejetée, c'est-à-dire le facteur étudié a un effet significatif sur la réponse.

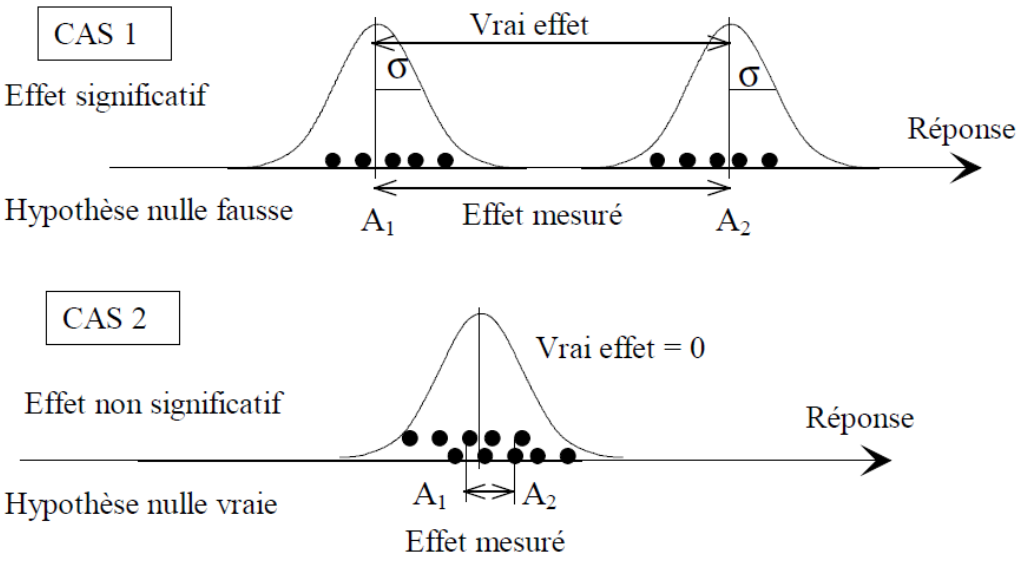


Figure 7 : Notion de l'hypothèse nulle (Pillet, 2001)

ANOVA utilise plusieurs concepts statistiques pour interpréter et valider les résultats expérimentaux. Ces concepts incluent le niveau de signification (α), la valeur de p et le test de Snedecor. Le niveau de signification est un seuil prédéfini qui détermine la probabilité maximale d'erreur pour rejeter l'hypothèse nulle. En général, ce seuil est fixé à 0,05, ce qui signifie qu'il est accepté un risque de 5 % de rejeter l'hypothèse nulle alors qu'elle est en réalité vraie.

Le test Snedecor est un test statistique utilisé par ANOVA qui utilise un indice statistique, appelé valeur de *F*, pour comparer la variabilité entre groupes et au sein des groupes. La valeur de *F* est calculée à partir de l'équation (12), où V_a répresente la variance inter-groupes et V_r la variance intra-groupe. Une valeur de *F* élevée indique que la variabilité entre les groupes est significativement plus grande que celle à l'intérieur des groupes, suggérant que les facteurs étudiés ont un effet significatif. Cette valeur de *F* est ensuite comparée à une valeur théorique de *F* ($F_{theorique}$), qui est déterminée en fonction des degrés de liberté des facteurs et des résidus, ainsi que du niveau de signification α à l'aide du tableau de la loi de Snedecor (présenté à l'annexe A). Si la valeur de *F* calculée dépasse $F_{theorique}$, l'hypothèse nulle est rejetée, suggérant que les facteurs ont un impact réel sur les résultats.

$$Valeur\ de\ F = \frac{V_a}{V_r} \tag{12}$$

La valeur de *p* représente la probabilité d'observer un résultat aussi extrême que celui obtenu, sous l'hypothèse nulle. En d'autres termes, elle indique la probabilité que les différences observées entre les groupes soient dues au hasard. Dans le cadre de l'ANOVA, la valeur de *p* est la probabilité d'observer une valeur de *F* supérieure à la valeur de *F* calculé. Donc, si la valeur de *F* augmente, la valeur de *p* diminue. Si la valeur de *p* est inférieure à α, cela implique que la valeur de *F* est supérieure à $F_{theorique}$, ce qui indique qu'il existe une différence significative entre les groupes. Par conséquent, l'hypothèse nulle peut être rejetée. Ainsi, l'analyse des valeurs de *F* et p sont complémentaires et permettent d'évaluer la validité des hypothèses testées dans une analyse statistique.

Le graphique de probabilité normale est un autre outil statistique utilisé pour vérifier la normalité des résidus dans une analyse ANOVA ou un modèle de régression. Ce graphique représente les résidus en fonction de leur pourcentage cumulatif, en considérant que la

normalité des résidus est une hypothèse essentielle pour garantir la validité des tests statistiques. Si les points du graphique suivent approximativement une ligne droite, cela suggère que les résidus suivent une distribution normale, ce qui confirme que les hypothèses du modèle sont respectées. En revanche, des écarts significatifs par rapport à cette ligne indiquent que le modèle ou ses hypothèses pourraient nécessiter une révision.

2.6 Concepts électriques

La compréhension des concepts électriques abordés dans cette thèse est essentielle pour analyser le comportement du béton électriquement conducteur. Le courant électrique se définit comme le déplacement de charges électriques sous l'effet de la force de Coulomb générée par la présence d'un champ électrique externe. La conduction électrique dans un matériau peut s'effectuer selon trois mécanismes distincts : la conduction électrolytique, électronique et diélectrique (Whittington et al., 1981b).

2.6.1 Conduction électrolytique

La conduction électrolytique, également appelée conduction ionique, est un processus par lequel le courant électrique est transporté à travers un matériau en solution ou un solide par le mouvement des ions. La conduction électrolytique repose sur le déplacement des cations et des anions sous l'effet d'un champ électrique. Selon la loi d'Archie, la résistivité électrolytique du matériau dépend de la porosité du matériau, du degré de saturation et de la résistivité de la solution interstitielle (Archie, 1942). Ce phénomène est couramment observé dans les solutions d'électrolytes, telles que l'eau salée ou des solutions acides, où les ions se déplacent librement dans le solvant.

Dans les solides, comme les céramiques ou certains types de polymères, ce type de conduction peut également se produire si la structure du matériau permet la migration ionique. Dans le cas du béton ordinaire réalisé à base de ciment portland, son squelette granulaire est un très mauvais conducteur (Telford et al., 1990). Par conséquent, la conduction électrolytique s'effectue principalement par l'intermédiaire de la solution interstitielle présente dans les pores (Lataste, 2002). Comme ce courant passe par le réseau poreux de la matrice cimentaire, sa transmission dépend de la porosité, de l'interconnectivité des pores, de la teneur en eau et de la concentration ionique de la solution interstitielle, comme rapportée par Andrade et Alonso (1996).

Dans les géopolymères, une étude approfondie sur l'influence des cations alcalins, tels que le sodium (Na^+) et le potassium (K^+), met en lumière leur rôle essentiel dans la structure et les propriétés des gels géopolymères (Duxson et al., 2005a; Duxson et al., 2005c; Park et al., 2004). Il a été démontré que la nature et la concentration des cations alcalins influencent directement le degré de réaction des aluminosilicates solides, ainsi que leur capacité à incorporer efficacement l'aluminium dans la structure géopolymérique (Cui et al., 2008; Duxson et al., 2005a; Duxson et al., 2005c). Ces cations, une fois intégrés, peuvent se déplacer à travers les pores du matériau sous l'effet de l'eau présente dans le système. Ce mouvement ionique contribue de manière significative à l'amélioration de la conductivité électrique des géopolymères, en établissant un réseau conducteur favorisant le transport des charges. Les résultats expérimentaux obtenus par Cui *et al*. (Cui et al., 2011) indiquent que les géopolymères présentent une conductivité électrique ionique élevée, atteignant environ $1{,}5 \times 10^{-6}$ $S \cdot cm^{-1}$ à température ambiante, tout en affichant une constante diélectrique faible et une perte diélectrique élevée. Ainsi, le rôle des cations alcalins ne se limite pas à leur participation chimique initiale, mais s'étend également à l'optimisation des propriétés fonctionnelles du matériau, telles que la conductivité ionique, essentielle pour des applications avancées, comme les conducteurs ioniques rapides pour batteries solides ou les capteurs électrochimiques.

2.6.2 Conduction électronique

La conduction électronique est un phénomène qui désigne le transport du courant électrique à travers des matériaux qui contiennent des électrons libres, tels que les métaux. Dans ces matériaux, les électrons libres se déplacent dans les niveaux d'énergie suffisamment élevés pour permettre une conduction facile. Ce processus est facilité par la bande de conduction, une région énergétique où ces électrons peuvent se déplacer librement à travers le matériau. Dans les conducteurs, la bande de conduction est déjà occupée par des électrons libres, ce qui permet une conduction électrique aisée. En revanche, dans les isolants et les semi-conducteurs, la bande de conduction est généralement vide à température ambiante. Les électrons sont alors liés dans la bande de valence et ne peuvent pas se déplacer, à moins qu'ils ne reçoivent suffisamment d'énergie pour franchir le gap énergétique, aussi appelé bande interdite, entre la bande de valence et la bande de conduction (Freedman, 2009; Kittel & McEuen, 2018).

La taille de ce gap énergétique détermine les propriétés électriques du matériau. Dans les isolants, ce gap est élevé (entre 3 et 5 eV), rendant difficile le passage des électrons dans la bande de conduction. Pour les semi-conducteurs, le gap est modéré (entre 1 et 2 eV), permettant aux électrons de franchir ce gap sous certaines conditions, comme une température élevée ou un dopage spécifique. Dans les conducteurs, le gap énergétique est pratiquement inexistant, ce qui permet aux électrons de se déplacer facilement entre les bandes de valence et de conduction (Chiu, 2014; Kittel & McEuen, 2018).

Dans les semi-conducteurs, la conduction électronique se réalise par le mouvement de porteurs de charge, notamment les électrons dans la bande de conduction et les trous dans la bande de valence. Ce phénomène dépend fortement de plusieurs facteurs, tels que la température, la pureté du matériau et le dopage (Jacoboni et al., 1977; Woo & Heeger, 2010). La conduction dans les semi-conducteurs repose sur le transport des électrons et des lacunes comme mécanismes principaux, contrairement aux conducteurs ioniques où c'est le mouvement des ions dans un électrolyte qui permet la conduction. La mobilité des porteurs de charge joue un rôle clé dans la conductivité globale du matériau (Selberherr, 2012).

Enfin, dans les isolants électriques, comme le béton et les granulats, l'énergie nécessaire pour exciter les électrons de la bande de valence vers la bande de conduction est très élevée, ce qui empêche la circulation d'un courant électrique significatif sous conditions normales. Cela signifie que très peu d'électrons se trouvent dans la bande de conduction à l'équilibre (Chiang & Wager, 2017). Par conséquent, dans des matériaux comme le béton armé, la conduction électronique est présente dans les barres d'armature en acier ou, éventuellement, dans les fibres métalliques pouvant être incorporées à la matrice de béton (Quan Nguyen, 2016).

2.6.3 Conduction dans un diélectrique

Les matériaux diélectriques se distinguent par leurs propriétés uniques, notamment leur forte résistance à la circulation des charges électriques. Dans ces matériaux, les électrons sont fortement liés à leurs atomes, ce qui empêche leur mouvement et limite considérablement la conductivité électrique. Cette caractéristique est associée à un large gap énergétique. Bien que tous les diélectriques ne soient pas strictement des isolants, le béton et

tous les isolants sont classés comme des diélectriques typiques en raison de leur faible conductivité électrique (Chiu, 2014).

Les charges électriques dans les diélectriques répondent à un champ électrique appliqué par une modification de leur polarisation, sans toutefois permettre un flux de charges significatif en conditions normales. Cependant, sous l'effet d'un champ électrique suffisamment intense, les matériaux diélectriques peuvent atteindre leur limite de résistance, appelée champ disruptif. À cette valeur critique, un phénomène de rupture diélectrique se produit, conduisant à l'établissement d'un court-circuit et au passage des charges à travers le matériau sous la forme d'un arc électrique. La rigidité diélectrique correspond donc à la valeur maximale de champ électrique qu'un matériau peut supporter avant cette rupture (Chiang & Wager, 2017; Halliday et al., 2000).

2.6.4 Résistance, résistivité et conductivité électrique

La densité de courant J dans un conducteur est déterminée par le champ électrique E appliqué et les propriétés intrinsèques du matériau. Pour certains matériaux, notamment les métaux, à une température donnée T est presque directement proportionnel à E, avec un rapport constant entre leurs modules. Cette relation, connue sous le nom de loi d'Ohm, a été formulée en 1826 par le physicien allemand Georg Simon Ohm (1787-1854). Elle constitue un modèle idéalisé qui décrit de manière fiable le comportement électrique de nombreux matériaux conducteurs (Freedman, 2009) .

La résistivité ρ d'un matériau est définie comme le rapport entre E et J (équation (13)). Une résistivité élevée indique qu'un matériau induit une faible densité de courant sous un champ électrique donné. Par ailleurs, la conductivité électrique σ est l'inverse de la résistivité, traduisant la facilité avec laquelle un matériau permet le passage du courant électrique. La résistance électrique R entre deux points traduit la propriété d'un composant à s'opposer au passage d'un courant électrique. Comme exprimée par l'équation (14), elle dépend de la résistivité ρ de la distance entre les deux points de mesure de la résistance L et de la section transversale de l'objet conducteur, S. Lorsque, ρ est constant, R peut être calculé en divisant la tension V par le courant électrique I tel qu'exprimé par l'équation (15).

$$\rho = \frac{E}{J} = \sigma^{-1} \tag{13}$$

$$R = \frac{\rho L}{S} \tag{14}$$

$$R = \frac{V}{I} \tag{15}$$

La résistivité électrique d'un matériau varie également en fonction de la température (Halliday et al., 2000). Pour les métaux, cette relation est généralement quasi linéaire sur une large plage de températures et est décrite par le coefficient de température de la résistivité, α, qui mesure l'évolution de la résistivité en fonction des variations de température. L'équation (16) permet d'évaluer empiriquement la résistivité à une température donnée $\rho(T)$, en fonction d'une résistivité de référence ρ_0 mesurée à une température de référence T_0 généralement fixée à la température ambiante (20 °C). Cette équation s'applique à la plupart des situations pratiques, fournissant une approximation fiable pour les métaux courants.

$$\rho(T) = \rho_0[1 + \alpha(T - T_0)] \tag{16}$$

Les matériaux conducteurs se caractérisent par un coefficient de température de la résistivité positif, ce qui signifie que leur résistivité augmente avec la température. Ce phénomène s'explique par l'augmentation de l'amplitude de vibration des ions dans le réseau cristallin à mesure que la température s'élève, augmentant ainsi la probabilité de collisions entre les électrons et les ions. Ces collisions réduisent la mobilité des électrons, rendant leur déplacement plus difficile et diminuant ainsi le courant électrique (augmentation de la résistivité). En revanche, pour la plupart des semi-conducteurs et certaines solutions électrolytiques, le coefficient α est généralement négatif, ce qui implique une diminution de la résistivité à mesure que la température augmente. Pour ce type de matériaux, ce phénomène s'explique par la réduction de l'attraction des électrons aux atomes à des températures plus élevées, u, gagnant ainsi une mobilité accrue, ce qui favorise la conduction électrique (réduction de la résistivité) (Freedman, 2009).

2.6.5 Effet Joule

L'effet Joule, nommé d'après le physicien anglais James Prescott Joule qui l'a découvert en 1840, désigne la manifestation thermique résultant de la résistance électrique

dans un matériau conducteur traversé par un courant électrique (Joule, 1841). Lorsque les électrons se déplacent à travers le réseau cristallin du matériau, ils subissent des collisions élastiques avec les atomes du réseau. Ces collisions augmentent les oscillations des atomes, provoquant une dissipation d'énergie sous forme de chaleur. L'énergie thermique, Q, peut être déterminée par l'équation (17) à partir de la résistance électrique du matériau, de l'intensité du courant électrique et du temps, *t*. Ce phénomène, essentiel pour de nombreuses applications technologiques, illustre la conversion d'énergie électrique en énergie thermique dans les systèmes résistifs (Freedman, 2009).

$$Q = R \int_{t_1}^{t_2} I^2 dt \tag{17}$$

2.7 Le béton électriquement conducteur

Ayant une résistivité électrique qui varie entre 6,54 et 11 kΩ.m, le béton conventionnel à base de ciment portland n'est pas un bon conducteur électrique(Whittington et al., 1981a). En revanche, au cours des dernières décennies, plusieurs recherches ayant eu des résultats plus ou moins concluants ont été entreprises dans l'optique de développer un mélange efficace de béton cimentaire électriquement conducteur (Barnard, 1965; Chung, 2004; El-Dieb et al., 2018; Farrar, 1978; Khalid et al., 2017; Murdoch, 1999; Sassani et al., 2018; Tuan & Yehia, 2004; Tuan, 2008; Tuan & Yehia, 1999; Xie & Beaudoin, 1995). Le béton électriquement conducteur est un composite formé par les matériaux habituels du béton ordinaire (ciment, granulats, eau et adjuvants). Cependant, pour conférer des propriétés conductrices optimales, d'autres matériaux conducteurs peuvent être incorporés à la matrice, comme des fibres d'acier ou de carbone, de la magnétite ou de la poudre de carbone(Seixas, 2021). Les applications multiples d'un béton électriquement conducteur sont fortes intéressantes puisqu'elles touchent différents domaines, tels que l'écrantage électromagnétique et la mise à la terre (Barnard, 1965; Chung, 2004; Khalid et al., 2017; Murdoch, 1999), ou encore, le développement de revêtements chauffants (Farrar, 1978; Sassani et al., 2018; Tuan & Yehia, 2004; Tuan, 2008; Tuan & Yehia, 1999; Xie & Beaudoin, 1995). Cette dernière application présente un potentiel d'utilisation important dans les pays nordiques, comme le Canada, puisqu'elle peut permettre de protéger les surfaces exposées contre les accumulations de neige et de verglas en hiver.

Bien que les premières études sur le développement de mélanges de béton électriquement conducteurs aient débuté dans les années soixante (Barnard, 1965), l'intérêt pour ce matériau particulier et prometteur s'est ravivé vers la fin des années quatre-vingt-dix avec la mise en place d'essais extérieurs à plus grande échelle en conditions hivernales. Ces essais portaient sur la protection hivernale d'un tablier de pont (Tuan, 2008; Tuan & Yehia, 1999) et dans un registre similaire, sur l'application de différents types de béton chauffant aux pistes aéroportuaires (Sassani et al., 2018). Les résultats obtenus de ces recherches ont permis de démontrer l'efficacité du béton chauffant à maintenir une surface exempte de précipitations froides (neige, verglas, etc.) avec une puissance de chauffe autour de 300-580 W/m^2 et cela, tout en rencontrant les contraintes mécaniques inhérentes à chaque application (Sassani et al., 2018; Tuan, 2008; Tuan & Yehia, 1999). Ces applications pratiques démontrent également l'importance du béton chauffant comme substitut possible aux produits déverglaçants en région nordique, produits dont l'impact environnemental est fort important, de même que leur impact sur la dégradation des structures soumises à la corrosion (Charbonneau, 2006; Lauzon, 2007; M., 1995; Salt Institute, 2004; Shi et al., 2012; Xi & Xie, 2002).

2.7.1 Conduction électrique à travers le béton

Yehia et Tuan (1999) ont proposé un modèle électrique permettant une représentation plutôt simpliste de la conduction électrique dans un béton électriquement conducteur. D'après les chercheurs, le béton électriquement conducteur se comportant comme un matériau semi-conducteur. Ce dernier peut donc être modélisé, en première approximation, comme une résistance fixe (la résistance de la pâte cimentaire) en parallèle avec une résistance variable en série avec un condensateur variable. Cette résistance et ce condensateur variable permettent de modéliser les ajouts électriquement conducteurs, comme les fibres de carbone ou métalliques, ou des matériaux à base de graphite. Le circuit électrique équivalent du béton électriquement conducteur est présenté à la Figure 8.

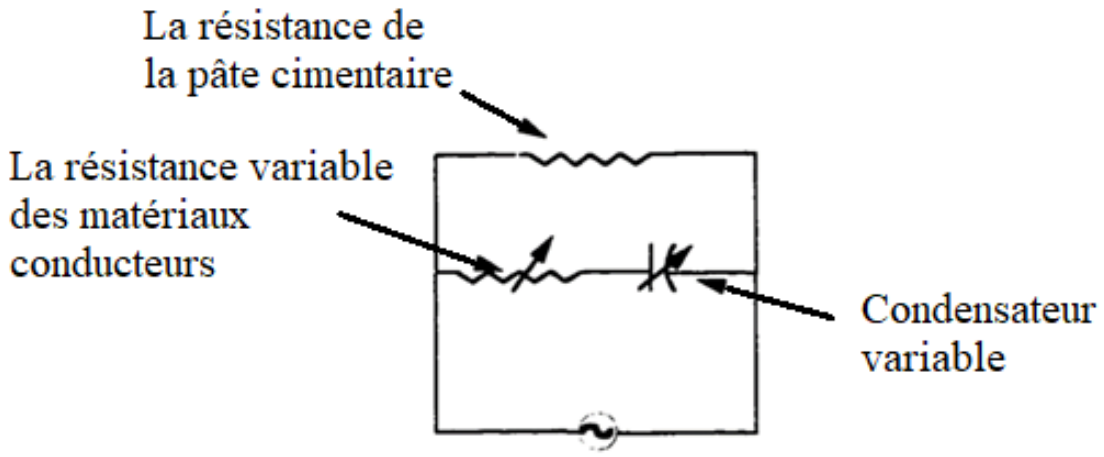


Figure 8 : Modèle de conduction électrique à travers le béton électriquement conducteur (Tuan & Yehia, 1999)

La Figure 9 présente une courbe typique du courant induit dans un béton électriquement conducteur en fonction de la tension appliquée. Tel qu'observé, la conduction d'électricité à travers le béton électriquement conducteur est non-linéaire dépendamment de la tension appliquée. Cette dernière peut ainsi être divisée en trois zones : une zone linéaire (1), une zone dite opérationnelle (2) et une zone de saturation (3). Dans la zone linéaire, entre la tension nulle et égale à V_1, les charges électriques s'accumulent dans le condensateur et le taux de chauffage est minimal. Dans la zone opérationnelle, entre les tensions appliquées V_1 et V_2, la relation de non-linéarité entre la tension appliquée et le courant associé est bien présente sous forme de type puissance. Ainsi, le courant augmente très rapidement lorsque la tension appliquée augmente de V_1 à V_2, ce qui se traduit par une augmentation de la vitesse de chauffage. Enfin, dans la zone dite de saturation, la tension appliquée est suffisamment élevée pour court-circuiter le condensateur entraînant ainsi une augmentation très rapide du courant à l'image d'un courant de court-circuit. L'un des objectifs des essais de conductivité électrique auxquels sont soumis les échantillons de béton électriquement conducteur dans cette recherche est d'identifier ces trois zones.

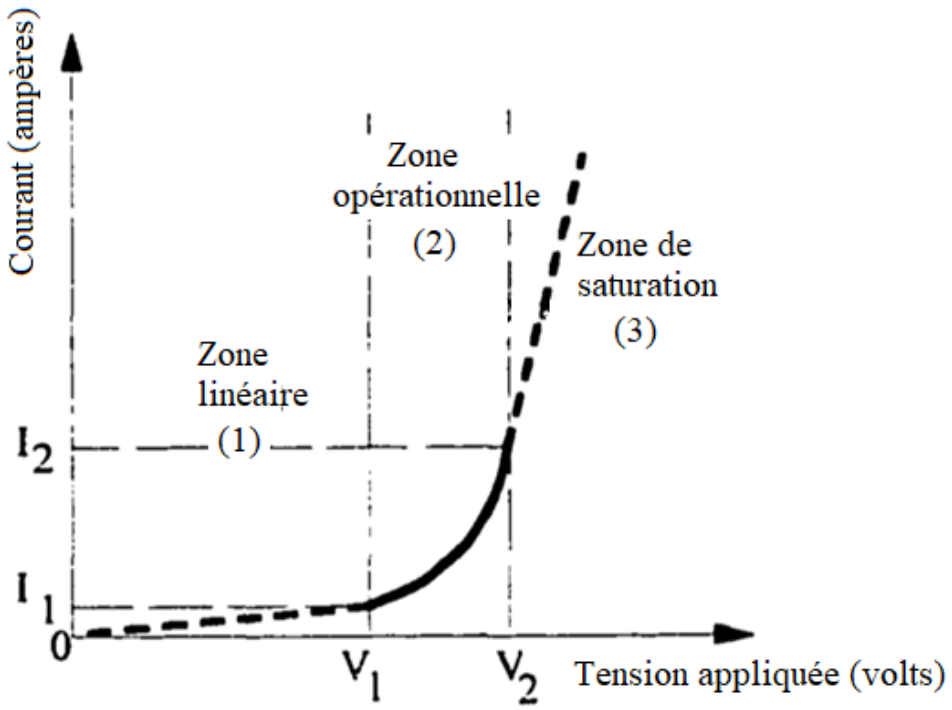


Figure 9 : Courant en fonction de la tension appliquée dans un béton de ciment conducteur typique (Tuan & Yehia, 1999)

La relation non linéaire observée entre la tension appliquée et le courant électrique dans le béton électriquement conducteur peut également être expliquée par la contribution progressive de l'effet tunnel dans le mécanisme de conduction. L'effet tunnel est un phénomène quantique par lequel un électron peut traverser une barrière isolante trop épaisse pour être franchie selon la physique classique (Perez, 2016; Simmons, 1963; Vodolazskaya et al., 2019; Wang et al., 2015; Xu et al., 2011; Yu et al., 2010). Dans un matériau composite conducteur, comme un béton contenant des particules conductrices, ces dernières sont séparées par une pâte cimentaire ou géopolymère isolante lors duquel le seuil de percolation n'est pas atteint. Dans ce cas, sans contact direct entre les particules conductrices, les électrons peuvent traverser la barrière isolante qui les sépare lorsque le champ électrique appliqué devient suffisamment élevé pour augmenter leur probabilité de passage. L'activation de ce mécanisme de « tunnelisation » peut alors entraîner une croissance rapide, souvent exponentielle, de la conductivité lorsque le champ électrique dépasse un certain seuil, tel que démontré dans les bétons électriquement conducteurs (Perez, 2016; Xu et al., 2011).

Dans le cas du béton électriquement conducteur, à faible tension et en conditions de faible humidité, l'intensité du courant varie de manière quasi linéaire avec la tension

appliquée. Ce comportement indique que le transport électronique est principalement gouverné par les contacts ou quasi-contacts entre les particules conductrices dispersées dans la matrice. Dans ce régime, seules les particules en contact ou très faiblement séparées participent à la conduction électrique. Toutefois, lorsque la tension appliquée dépasse un certain seuil, le champ électrique devient suffisamment intense pour réduire efficacement la barrière énergétique séparant les particules conductrices. Les électrons acquièrent alors une probabilité beaucoup plus élevée de traverser ces barrières isolantes par effet tunnel. Cette activation progressive et accélérée des chemins conducteurs « tunnelisés » entraîne une augmentation rapide du courant et une croissance quasi exponentielle de la conductivité. Ainsi, le comportement fortement non linéaire du matériau au-delà du seuil critique reflète la transition entre une conduction majoritairement classique et un régime dominé par l'effet tunnel entre particules, où de nouveaux chemins conducteurs apparaissent sous l'action du champ électrique croissant. De plus et tel que démontré par Xu *et al.* (2011), plus la quantité de particules conductrices est importante et plus l'effet tunnel aura tendance à diminuer du fait d'un plus grand contact électrique entre les particules conductrices. Cela résulte en une variation plus linéaire de la conductivité électrique qui sera principalement de type ohmique.

La non-linéarité du courant en fonction de la tension appliquée est également attribuable à la conduction ionique au sein des canaux et pores formés dans la matrice cimentaire(Xu et al., 2011). Cette conductivité ionique (σ_{ion}) est guidée par la loi d'Arrhénius pour les solutions ioniques et se définit comme suit :

$$\sigma_{ion} = \sigma_0 exp\left(-\frac{E_a}{kT}\right) \tag{18}$$

avec σ_0 le facteur pré-exponentiel, E_a l'énergie d'activation des ions, k la constante de Boltzmann et T la température.

D'après l'équation (18), la conductivité ionique σ_{ion} augmente avec la température T, mais également avec l'énergie d'activation E_a qui dépend de la tension appliquée. Cette conduction ionique est donc en compétition avec la conduction par effet tunnel et la conduction électrique de percolation lorsque les particules conductrices sont en contact.

2.7.2 Conductivité électrique dans le béton géopolymère

Dans les projets de recherche précédant (Gass, 2020; Seixas, 2021), un béton/mortier/liant géopolymère électriquement conducteur à base de résidu de bauxite a été développé et testé en chambre climatique afin de déterminer son efficacité comme méthode de dégivrage. Le béton/mortier/liant géopolymère développé et testé a été capable de faire fondre une couche de neige de 1,27 cm durant une période de 180 minutes dans un environnement présentant une température ambiante de -15°C, tel qu'illustré à la Figure 10.

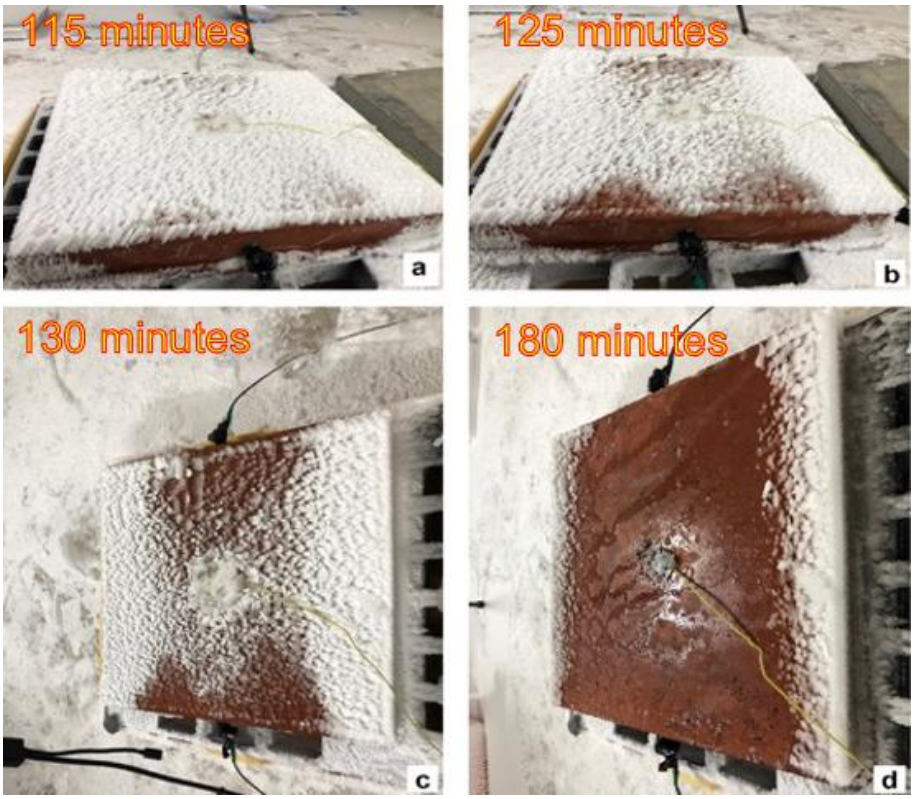


Figure 10 : Essai de dégivrage d'un béton géopolymère conducteur en chambre climatique mené à une température ambiante de -15°C (Seixas, 2021)

Le Tableau 4 résume les principaux résultats obtenus lors de ces essais (Seixas, 2021). La résistance à la compression présentée correspond à la moyenne de trois éprouvettes testées par un essai uniaxial sur cylindres de 3 pouces (76,2 mm), mené après que le béton ait été soumis à une cure au four à 60°C pendant 24 heures. Malgré les résultats prometteurs obtenus, il a pu être observé, dans cette étude, que la conductivité électrique diminuait significativement au cours du temps, indiquant ainsi que le résidu de bauxite seul n'est pas en mesure d'assurer le fonctionnement du revêtement chauffant sur le long terme. De plus, la résistance à la compression et l'affaissement mesurés doivent également être optimisés.

Tableau 4 : Sommaire des principales propriétés déterminées sur le mélange de béton géopolymère de résidu de bauxite développé par Seixas (2021)

Résistance à la compression (à 24h)	26,3 MPa
Conductivité électrique à +20°C (tension de 120 V appliquée)	1,14 mS/cm
Affaissement	60 mm
Masse volumique	2 100 Kg/m^3
Fonte de neige	1,27 cm dans 180 minutes

2.8 L'utilisation de la magnétite dans le béton

L'utilisation de granulats à base de magnétite dans la fabrication du béton a gagné en intérêt, notamment pour ses applications dans des contextes spécifiques où des propriétés mécaniques et physiques particulières sont requises. La magnétite, un minéral ferromagnétique à haute densité, est utilisée comme granulat lourd dans les mélanges de béton destinés à des applications nécessitant un béton plus dense et une meilleure protection contre les radiations (Kaplan, 1989), telle que dans la construction de structures nucléaires et de blindages électromagnétiques (Dishovsky & Iliev, 2001; Guan et al., 2017). Cependant, les propriétés magnétiques et électriques de la magnétite (Vella & Emerson, 2012) font de ce matériau un additif particulièrement intéressant pour améliorer les propriétés électriques des matériaux comme le béton (Seixas, 2021) et certains plastiques couramment utilisés, comme le polypropylène ou le polyamide (Weidenfeller et al., 2002).

Cependant, des études (American Concrete Institute, 2020; Aslani et al., 2021; Kilincarslan et al., 2006; Yang et al., 2014) ont montré que pour des rapports eau/liant similaires, les mélanges de béton à poids élevé (comme ceux utilisant des granulats de magnétite) présentent une moins bonne maniabilité que les bétons de masse normale. La masse plus élevée des granulats peut en effet restreindre la mobilité de la pâte autour des granulats, ce qui diminue la maniabilité et entraîne un affaissement inférieur (Yang et al., 2014). De plus, les particules de magnétite ont souvent une forme angulaire et irrégulière, contrairement aux granulats de calcaire, qui sont plus arrondis (American Concrete Institute, 2020; Kilincarslan et al., 2006). Les particules angulaires augmentent le frottement interne

du mélange et la résistance à l'écoulement du mélange, rendant l'écoulement du béton plus difficile et réduisant ainsi son affaissement (Kilincarslan et al., 2006) .

Il est aussi noté que l'incorporation de granulats lourds, comme la magnétite, peut améliorer certaines propriétés mécaniques du béton. Par exemple, Yang *et al.* (Yang et al., 2014) ont observé que l'augmentation de la densité du béton, en raison de l'utilisation de granulats lourds, entraîne une augmentation du module d'élasticité. Cette augmentation du module d'élasticité se traduit par une déformation moindre sous une contrainte donnée, ainsi qu'une diminution moins prononcée de la contrainte après le point de contrainte maximale, ce qui améliore la durabilité du béton sous des charges élevées. Cependant, il a également été rapporté que la densité de la magnétite plus élevée que celle des pâtes de ciment entraîne une augmentation du tassement gravitationnel des particules de granulats grossiers lors du coulage du béton frais. Une mauvaise maniabilité et la ségrégation dans le béton frais peuvent réduire les propriétés mécaniques du béton durci, en particulier sa résistance à la traction (Yang et al., 2014). Bien que l'utilisation de granulats de magnétite dans le béton permette d'améliorer son module d'élasticité, il est crucial de contrôler la ségrégation et la maniabilité afin de minimiser les effets négatifs sur la performance mécanique.

2.9 Les sous-produits carbonés et du LCLL graphite

Les cuves du procédé d'électrolyse utilisées pour la production de l'aluminium sont revêtues de briques réfractaires et équipées de cathodes en carbone. Cet ensemble est appelé « la brasque », qui a une durée de vie de 5-8 ans, avant d'être remplacée en raison de sa dégradation. Une fois usée, la brasque devient un résidu dangereux par sa contamination par des substances toxiques comme le fluorure et le cyanure. Cela rend ainsi sa gestion et son élimination complexes et cruciales pour minimiser les impacts environnementaux (Birry et al., 2016).

Au début des années 1990, Rio Tinto a développé le procédé hydrométallurgique appelé « Low-Caustic Leaching and Liming » (LCLL) au Centre de recherche et de développement Arvida (CRDA) à Jonquière, au Québec (Birry et al., 2016; Kasireddy et al., 2003; Kimmerle et al., 2001). Le procédé LCLL détoxifie les résidus de brasque usés en lixiviant les fluorures et les composés cyanurés présents, ce qui permet d'obtenir des sous-produits inertes à haut potentiel de valorisation, tel que présenté à la Figure 11. Le graphite

LCLL et les sous-produits carbonés (SPC) se distinguent comme des matériaux valorisables issus de la brasque usée.

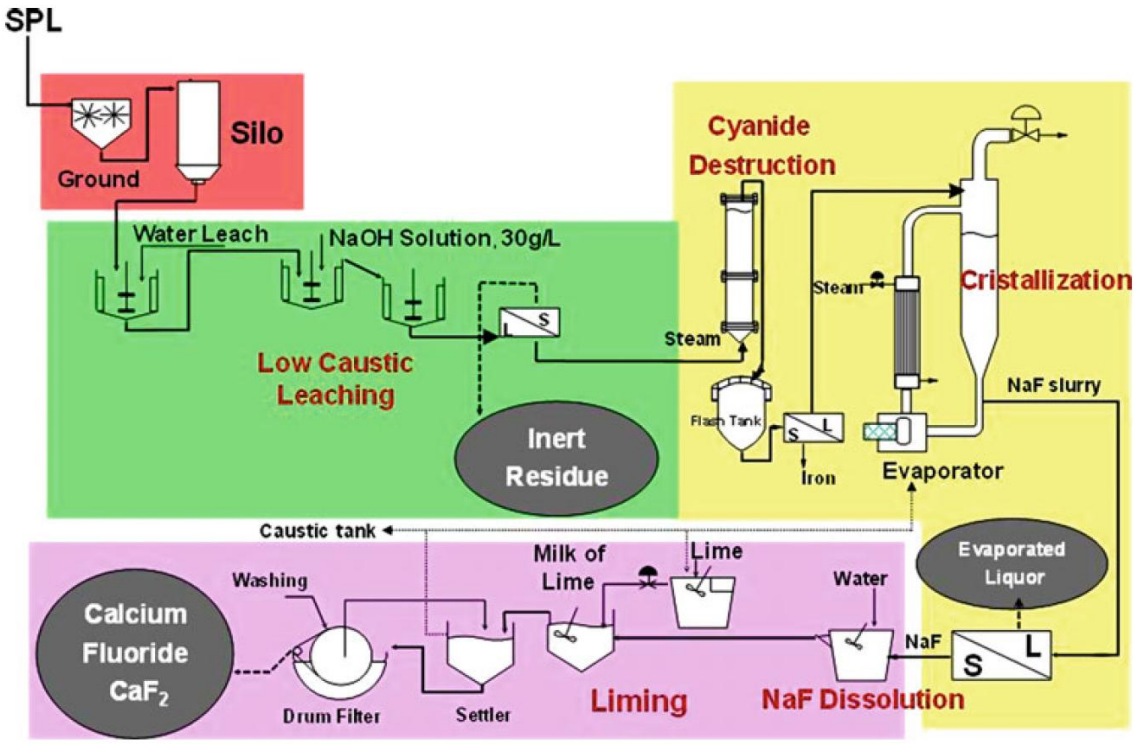


Figure 11 : Schémas du procédé LCLL (Birry et al., 2016)

Ainsi, le procédé LCLL génère trois sous-produits qui peuvent être valorisés : les sous-produits carbonés (SPC), les sous-produits fluorés (SPF) sous forme de NaF ou de CaF_2, et une solution caustique concentrée (liquide évaporé).

Depuis 2014, l'usine traite 80 ktpa de la brasque usée frais et stockés et produit 90 ktpa de SPC par an. Les SPC présentent une composition mixte (carbone et revêtement réfractaire), avec environ 30 à 40 % de carbone (sur une base sèche) et 60 à 70 % de matériaux inertes (principalement SiO_2 et Al_2O_3). Ces SPC ont été valorisées comme matériau de construction léger (1250 kg/m³) et utilisé dans la construction de barrages sur le site de dépôt de résidu de bauxite de Rio Tinto. Cependant, en raison de leur nature mixte (composés carbonés et réfractaires), les SPC sont essentiellement limitées à une utilisation comme combustible alternatif et matière première pour la production de clinker dans l'industrie du ciment. Comparé à la valorisation directe de la brasque usée dans cette industrie, les SPC contiennent dix fois moins de fluorures totaux et moins d'alcali (sodium), ce qui permet un dosage plus élevé dans le four. Le carbone est valorisé pour sa teneur énergétique (environ

13 GJ/t), tandis que le matériau inerte est apprécié pour sa composition minérale (cendre), très similaire à celle du clinker. De plus, les fluorures résiduels inertes (principalement sous forme de CaF_2) dans les SPC contribuent à réduire l'énergie nécessaire à la production de clinker grâce à leurs propriétés de fluxage (Birry et al., 2016). Cependant, en raison de sa nature mixte, il pose un défi pour la production de clinker à la pointe de la technologie, car les minéraux sont généralement introduits dans le four à l'extrémité froide tandis que le combustible solide est introduit à l'extrémité chaude. Des essais à l'échelle industrielle réalisés en 2009 ont indiqué que seulement environ 20 % de la production totale de SPC pourrait être valorisée de cette manière (Birry et al., 2016).

Depuis 2006, Rio Tinto a développé un programme de R&D intensif pour trouver des alternatives de valorisation pour les SPC. Il a donc été décidé de séparer la fraction de carbone de la fraction réfractaire. La séparation se fait en deux découpages : le premier concerne la fraction de brasque usée située au-dessus des barres de collecteur, qui est principalement composée de carbone. Le second concerne la fraction de brasque usée située en dessous des barres de collecteur, qui est principalement constituée de brique réfractaire. Ces fractions peuvent être séparées lors du démontage des cuves d'électrolyse.

Des améliorations à l'usine de traitement de la brasque ont également été réalisées au cours des dernières années, permettant au processus LCLL d'être alimenté soit par de la brasque mixte, soit par du premier ou du deuxième découpage, en fonction du marché visé (géotechnique, énergétique ou matière première pour les cimenteries). Plusieurs milliers de tonnes de chaque découpage ont récemment été traitées avec succès à l'usine. Cela a permis d'obtenir des concentrés séparés de carbone et de briques avec une teneur en fluor très faible par rapport à la brasque non traitée. Le concentré de carbone provenant du traitement du premier découpage est appelé LCLL graphite, et le concentré réfractaire du second découpage est appelé LCLL ash (avec une teneur en carbone inférieure à 10 %). Le LCLL graphite est prisé pour sa teneur énergétique ou sa valeur graphitique. Le LCLL ash est intéressante pour la chimie du clinker en raison de leur composition minérale et pourrait être utilisée comme matière première ou comme matériaux cimentaires supplémentaires (Birry et al., 2016; Birry & Poirier, 2020; Kimmerle et al., 2001).

2.10 L’analyse de la maniabilité béton

L'analyse de la maniabilité du béton consiste à évaluer sa capacité à être manipulé, transporté, coulé et compacté sans ségrégation ni perte de qualité. Elle est essentielle pour garantir une mise en œuvre optimale du béton dans les chantiers et d'assurer la durabilité et la résistance du béton une fois durci. Plusieurs essais, tels que l’essai d'affaissement avec le cône d'Abrams, sont couramment utilisés pour mesurer l'ouvrabilité, mais d'autres méthodes, comme l'essai d'étalement ou l'utilisation de rhéomètres, peuvent être plus adaptées en fonction de la fluidité du béton et des spécificités des matériaux utilisés.

L’essai d'affaissement (CSA A23.2-5C, 2024) (présenté à la Figure 12), qui est simple, rapide et peu coûteux, est presque universellement utilisé pour la plupart des types de béton de consistance moyenne à élevée (Choo & Newman, 2003). L’essai d’affaissement, présenté à la Figure 12, consiste à remplir en trois couches un cône normalisé (appelé cône d’Abrams) avec du béton frais, chaque couche étant compactée par 25 coups de tige. Le cône est ensuite retiré verticalement, et la différence de hauteur entre le moule initial et l’échantillon affaissé est mesurée.

Figure 12 : Essai d'affaissement avec le cône d’Abrams

En revanche, l’essai d’étalement (également appelé « flow table test »), décrit par les normes ASTM C1437 (2020) et ASTM C230/C230M (2021), est davantage adapté aux mélanges de béton à haute ouvrabilité, bien qu’il soit soumis à plusieurs critiques. Cet essai, présenté à la Figure 13, consiste à remplir un moule conique normalisé de mortier en deux couches compactées, puis à retirer le moule verticalement. La table d’étalement est ensuite soumise à 25 chocs en 15 secondes. Le diamètre moyen du mortier étalé est mesuré et

comparé au diamètre initial du moule afin de calculer l'indice d'étalement, exprimé en pourcentage. L'essai d'étalement est particulièrement sensible à l'opérateur, potentiellement plus que le test d'affaissement. Par ailleurs, lorsqu'il est appliqué à des matériaux contenant de gros granulats, l'essai perd en pertinence : au-delà d'un diamètre d'étalement de l'ordre de 510 mm, le minimum recommandé pour un béton fluide, l'épaisseur du béton devient comparable à celle d'une particule de granulat de 20 mm, ce qui rend le test peu fiable pour évaluer les propriétés globales du béton. De plus, l'étalement initial (mesuré avant l'application des chocs) est fortement corrélé à l'étalement final, ce qui limite la valeur ajoutée du processus de choc pour caractériser le comportement rhéologique global du matériau (Choo & Newman, 2003).

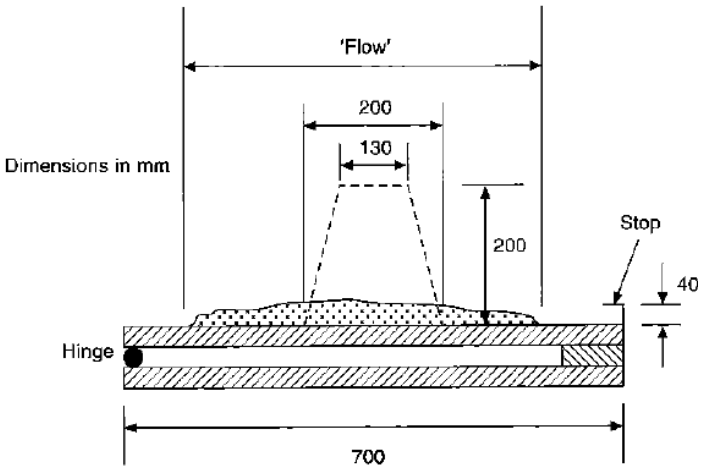


Figure 13 : Essai d'étalement (Choo & Newman, 2003)

Bien que l'essai d'affaissement soit bien adapté aux mélanges de béton de consistance moyenne à élevée, cette méthode n'est pas appropriée pour analyser la maniabilité des pâtes cimentaires ou géopolymères, qui présentent une fluidité plus importante. Compte tenu des limitations de l'essai d'étalement, notamment sa sensibilité à l'opérateur et sa faible représentativité pour des matériaux très fluides, l'utilisation de rhéomètres constitue une stratégie plus fiable et précise pour étudier la rhéologie des liants et évaluer leur maniabilité.

La rhéologie du béton concerne l'étude de ses propriétés d'écoulement et de déformation à son état frais sous l'effet de forces extérieures. Les principaux paramètres rhéologiques étudiés sont la contrainte de seuil de cisaillement (τ_0), qui détermine la facilité avec laquelle le béton commence à s'écouler, et la viscosité plastique, qui décrit la résistance de l'écoulement une fois initié. Ces propriétés dépendent de nombreux facteurs, notamment

la composition du mélange (composition du liant, granulats, adjuvants), la température et le temps après le malaxage. La Figure 14 présente l'écoulement laminaire (non turbulent) par cisaillement d'un fluide soumis à une force P appliquée sur une aire A, générant ainsi une contrainte de cisaillement $\tau = P/A$. Le taux de cisaillement ($\dot{\gamma}$) représente la vitesse à laquelle les couches d'un fluide se déplacent les unes par rapport aux autres sous l'effet d'une contrainte de cisaillement. Concrètement, il traduit la variation de la déformation de cisaillement au cours du temps. Par exemple, lorsqu'un fluide s'écoule entre deux plaques parallèles dont l'une est en mouvement, les couches du fluide glissent à des vitesses différentes : le gradient de vitesse ainsi créé correspond au taux de cisaillement. Plus ce taux est élevé, plus les couches du fluide se déplacent rapidement les unes par rapport aux autres, ce qui influence fortement la résistance à l'écoulement caractérisée par la viscosité (η), définie par $\eta = \tau/\dot{\gamma}$.

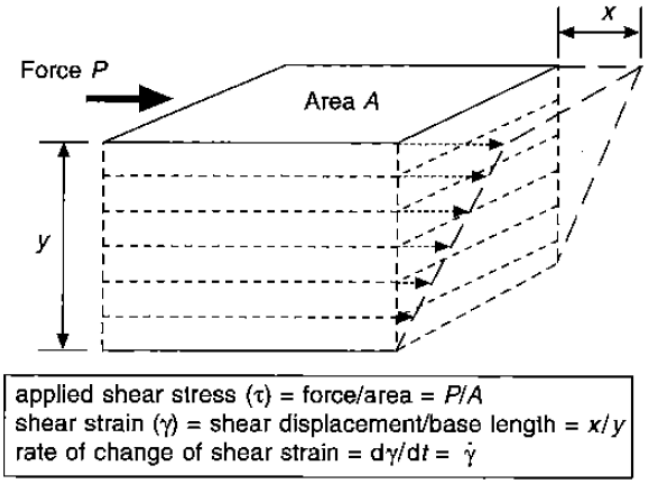


Figure 14 : Écoulement par cisaillement d'un fluide sous l'effet d'une force de cisaillement (Choo & Newman, 2003)

La relation entre la contrainte de cisaillement et le taux de cisaillement, appelée courbe d'écoulement, peut prendre différentes formes selon les propriétés du fluide. Elle constitue un outil essentiel pour caractériser le comportement rhéologique, qu'il soit newtonien ou non newtonien. Les principales typologies de courbes d'écoulement sont illustrées à la Figure 15. Des fluides tels que l'eau, l'essence ou les huiles de lubrification sont considérés comme des fluides newtoniens. Ce type de fluide se caractérise par une contrainte de seuil de cisaillement nulle et une relation linéaire entre la contrainte de cisaillement et le taux de cisaillement, ce qui se traduit par une courbe d'écoulement passant

par l'origine et une viscosité constante. En revanche, certains fluides présentent un comportement non newtonien : dans ce cas, la relation entre contrainte et taux de cisaillement peut être non linéaire, et une contrainte de seuil de cisaillement non nulle peut exister. Cela signifie que l'écoulement ne démarre que si la contrainte appliquée dépasse ce seuil, et que la viscosité du fluide varie en fonction du taux de cisaillement. Les fluides rhéofluidifiant (aussi appelés pseudoplastiques) présentent une viscosité qui diminue lorsque le taux de cisaillement augmente. Ces fluides deviennent plus fluides sous agitation, comme c'est le cas de certaines pâtes et sauces alimentaires (ketchup, mayonnaise, yaourt, miel) et des suspensions, comme quelques pâtes géopolymères (Kamakshi et al., 2022; Romagnoli et al., 2012) et coulis de ciment portland (Lootens et al., 2004). À l'inverse, les fluides rhéoépaississants, tel que les solutions d'amidon et des sables mouillés, présentent une augmentation de viscosité lorsque le taux de cisaillement augmente. Enfin, les fluides de type Bingham se comportent comme des solides élastiques en dessous d'une contrainte seuil : aucune déformation n'apparaît tant que cette contrainte n'est pas atteinte, mais au-delà, ils s'écoulent de manière linéaire selon une relation similaire à celle des fluides newtoniens. Bien que certaines pâtes, mortiers et bétons à base de ciment portland, particulièrement ceux à haute teneur en liant et enrichis en superplastifiants, puissent présenter une relation non linéaire entre contrainte de cisaillement et taux de cisaillement(De Larrard et al., 1998; Lootens et al., 2004; Toussaint et al., 2009), plusieurs chercheurs estiment que la classification de fluide de type Bingham reste applicable de manière efficace pour décrire la majorité des pâtes, mortiers et bétons cimentaires(Choo & Newman, 2003; Girish & Santhosh, 2012; Tattersall, 1991; Wallevik, 2006).

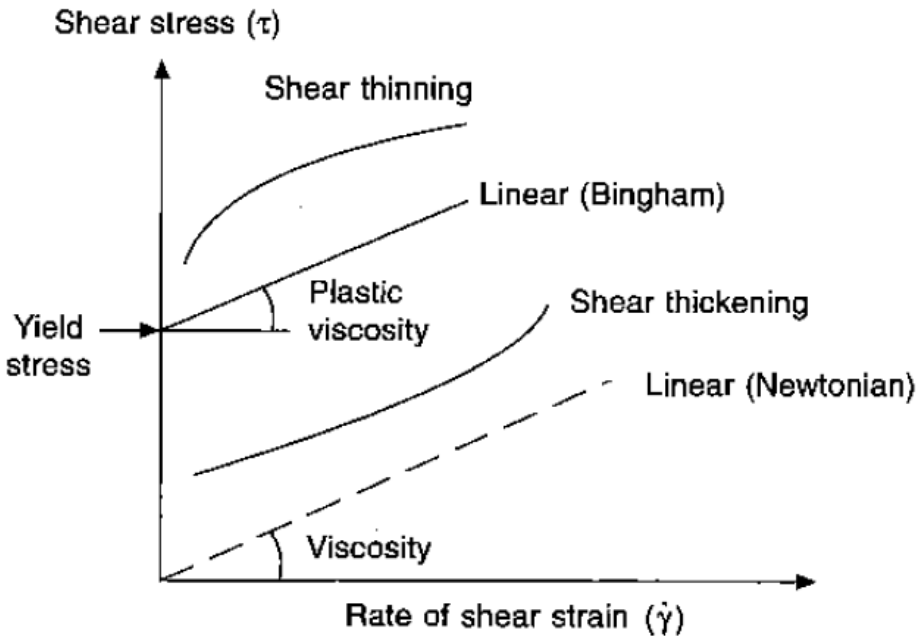


Figure 15 : Types de courbes d'écoulement (Choo & Newman, 2003)

Plusieurs études (Domone et al., 1999; Ferraris & DeLarrard, 1998; Wallevik, 2006) ont été menées pour évaluer les relations entre certaines propriétés rhéologiques du béton, telles que la viscosité plastique et la contrainte de seuil, et l'affaissement. Il a été observé qu'il n'existe pas nécessairement de lien direct entre la viscosité plastique du béton et son affaissement. Cependant, une relation significative a été identifiée entre la contrainte de seuil et l'affaissement. Cette corrélation peut être expliquée par la nature même de l'essai d'affaissement : lors de la mesure, le béton est au repos et le taux de cisaillement est quasiment nul. Lors du retrait du cône d'affaissement, l'échantillon s'affaisse sous l'effet de la gravité et le béton cesse de s'écouler lorsque la contrainte appliquée par la gravité devient inférieure à la contrainte de seuil. En conséquence, l'affaissement peut être considéré comme une mesure indirecte de la contrainte de seuil puisqu'il reflète la capacité du béton à s'écouler sous l'effet de son propre poids(Choo & Newman, 2003; Wallevik, 2006).

Les travaux de Wallevik ont approfondi cette relation et ont démontré qu'elle dépend également de la fraction volumique de liant dans le mélange. Lorsque le volume de liant diminue, un obstacle granulaire à l'écoulement devient plus significatif, ce qui affecte davantage l'affaissement que la contrainte de seuil. Cependant, pour des formulations de béton plus maniables, où la lubrification entre les granulats est améliorée, cet obstacle

granulaire devient moins prononcé, rendant la relation entre l'affaissement et la contrainte de seuil plus stable(Wallevik, 2006).

Ces observations suggèrent que, parmi les propriétés rhéologiques du béton, la contrainte de seuil offre le plus grand potentiel pour établir une relation fiable avec l'affaissement. Toutefois, il convient de noter que l'essai d'affaissement est plus applicable pour étudier les mélanges moins fluides, notamment après l'ajout de granulats. En revanche, la contrainte de seuil se révèle plus efficace pour analyser des cas où l'affaissement n'est pas un indicateur adapté, comme pour les pâtes de liants cimentaires ou géopolymériques (sans ajout de granulats), où l'affaissement dépasse généralement 300 mm qui correspond à la limite du test d'affaissement. Ainsi, l'analyse de la contrainte de seuil permet une évaluation plus précise des matériaux à haute ouvrabilité ou dépourvus de granulats.

CHAPITRE 3
MÉTHODOLOGIE

La méthodologie proposée dans cette recherche peut se diviser en deux phases, la première étant associée au dosage du géopolymère et la deuxième à la réalisation des essais de caractérisation pour les mélanges sélectionnés, tel que présenté à la Figure 16. À cette figure, la numérotation employée réfère aux sous sections du présent chapitre.

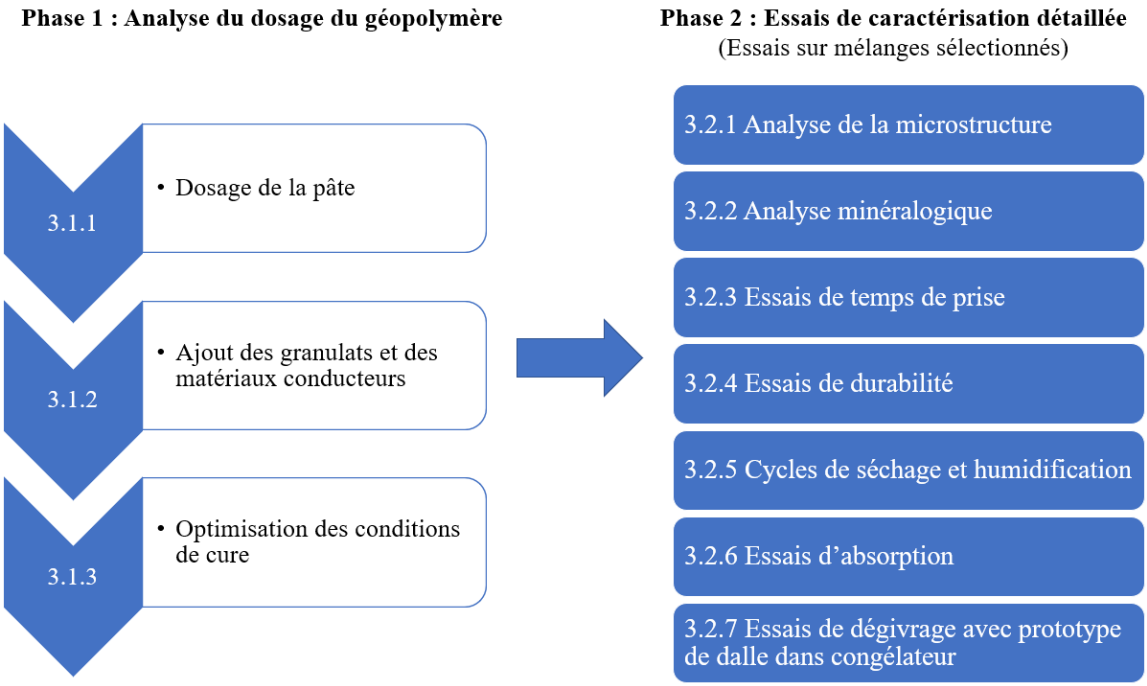


Figure 16 : Schéma général du plan expérimental

3.1 Dosage du géopolymère

La phase associée au dosage du géopolymère se divise en trois étapes. Dans un premier temps, seul le dosage de la pâte (composée par le résidu de bauxite, la cendre volante, l'eau, le silicate de sodium et l'hydroxyde de sodium) est analysé. Par la suite, l'ajout des granulats et des matériaux conducteurs est évalué et les conditions de cure testées.

Pour le dosage, les plans factoriels complets et le plan de Taguchi sont utilisés. À ce stade, un tableau orthogonal incluant le nombre de facteurs, les niveaux et les interactions voulues est choisi afin de minimiser le nombre d'essais requis. Une fois le tableau choisi, ce dernier permet d'obtenir directement la liste des essais requis.

Le modèle de comportement du système est la relation mathématique donnant la réponse en fonction, entre autres, des facteurs. Le but des essais est d'identifier les coefficients du modèle de comportement et prédire la réponse à partir des facteurs calculés. L'équation (19) présente le modèle proposé, où *y* est la réponse (résistance à la compression, conductivité électrique, contrainte de seuil ou affaissement), a_i sont les effets de chaque facteur, b_{ij}, c_{ijk} et d_{ijkl} sont respectivement les effets des interactions doubles, triples et quadruples, lorsque les facteurs sont aux niveaux *i*, *j*, *k* et *l* et *M* est la moyenne des résultats obtenus.

$$y = M + \sum_{i=1}^{n} a_i + \sum_{i=1}^{n} \sum_{j=i+1}^{n} b_{ij} + \sum_{i=1}^{n} \sum_{j=i+1}^{n} \sum_{k=j+1}^{n} c_{ijk} + \sum_{i=1}^{n} \sum_{j=i+1}^{n} \sum_{k=j+1}^{n} \sum_{l=k+1}^{n} d_{ijkl} \quad (19)$$

Pour le dosage du géopolymère, la pâte est considérée comme l'élément initial. L'ajout des composants supplémentaires (granulats et matériaux conducteurs) et les modifications sur les conditions de cure sont ensuite calculés comme des coefficients des résultats obtenus lors de la première étape. L'équation (20) présente comment l'effet sur la pâte sera calculé, où *Y* est la réponse (conductivité, résistance à la compression ou viscosité obtenues).

$$Effet\ sur\ la\ pâte = \frac{Y_{après\ modification}}{Y_{pâte}} \quad (20)$$

3.1.1 Dosage de la pâte

La pâte est composée du résidu de bauxite, de cendre volante, d'eau, de silicate de sodium et d'hydroxyde de sodium. Les effets de tous ces composants sur la maniabilité, la résistance à la compression et la conductivité électrique sont ainsi analysés avec les plans factoriels complets et de Taguchi. Pour ce faire, ces quantités sont analysées sous forme de rapport par les quatre facteurs présentés aux Tableaux 5 et au 6. Ces facteurs considèrent la masse de cendre volante (m_{CV}), la masse de résidu de bauxite (m_{RB}), la masse de solution alcaline composée d'eau, d'hydroxyde de sodium et de silicate de sodium comme décrit ultérieurement en section 3.3.3 (m_{SA}), la masse de la solution de silicate de sodium ($m_{Na2SiO3}$), et la masse de la solution d'hydroxyde de sodium (m_{SHS}) à différentes concentrations molaires (M_{NaOH}).

Les niveaux utilisés pour le plan factoriel complet, présentés au Tableau 5, sont basés sur les valeurs typiques trouvées dans la littérature. Cette approche a été choisie afin d'obtenir des résultats préliminaires typiquement considérés comme performant avec le géopolymère à base de résidu de bauxite et de cendre volante. Afin de mener les essais nécessaires au plan expérimental complet, 16 mélanges sont préparés soumis à une cure au four à 60°C pendant 24 heures. Pour chaque mélange, neuf éprouvettes cylindriques sont préparées : six sont destinés à l'essai de compression uniaxial, dont trois testés à 24 heures et trois à 28 jours d'âge, les 3 trois derniers étant destinés aux essais de conductivité électrique. Les procédures des essais sont décrites à la section 3.5.

Tableau 5 : Dosage de la pâte avec le plan factoriel complet

Facteurs testés			**Niveau 1**	**Niveau 2**
A	Masse de résidu de bauxite / Masse de cendre volante	m_{RB} / m_{CV}	0,250	1,500
B	Masse solution d'hydroxyde de sodium / Masse silicate de sodium	m_{SHS} / $m_{Na2SiO3}$	0,300	0,400
C	Masse solution alcaline (m_{SHS+} $m_{Na2SiO3}$) / Masse précurseur aluminosilicate solide	m_{SA} / (m_{CV} + m_{RB})	0,350	0,500
D	Concentration molaire de la solution d'hydroxyde de sodium	M_{NaOH}	8	14

* Masses calculées à température ambiante (21 °C)

Une fois le modèle du plan factoriel établi, un modèle comportant un plus grand nombre de niveaux est développé à l'aide du plan de Taguchi afin d'analyser le comportement de la pâte au-delà des niveaux étudiés précédemment. Les niveaux employés pour le plan de Taguchi sont présentés au Tableau 6. Ils sont basés sur les résultats obtenus lors de l'extrapolation du modèle basé sur plan de complet et sur le tableau orthogonal L16(4^4) (Tableau 7).

Tableau 6 : Dosage de la pâte avec le plan de Taguchi

Facteurs testés		**Niveau 1**	**Niveau 2**	**Niveau 3**	**Niveau 4**
A	m_{RB} / m_{CV}	0,250	0,667	1,500	2,333
B	m_{SHS} / $m_{Na2SiO3}$	0,200	0,300	0,400	0,500
C	m_{SA} / (m_{CV} + m_{RB})	0,275	0,35	0,425	0,500
D	M_{NaOH}	8	14	20	26

* Masses calculées à température ambiante (21 °C)

Tableau 7 : Table de Taguchi L16(4^4)

Mélange	Niveaux par facteur			
	A	B	C	D
	m_{RB} / m_{CV}	m_{SHS} / $m_{Na2SiO3}$	m_{SA} / (m_{CV} + m_{RB})	M_{NaOH}
T1	1	1	1	1
T2	1	2	2	2
T3	1	3	3	3
T4	1	4	4	4
T5	2	1	2	3
T6	2	2	1	4
T7	2	3	4	1
T8	2	4	3	2
T9	3	1	3	4
T10	3	2	4	3
T11	3	3	1	2
T12	3	4	2	1
T13	4	1	4	2
T14	4	2	3	1
T15	4	3	2	4
T16	4	4	1	3

Pour le plan de Taguchi, 16 mélanges sont préparés et sont utilisés pour fabriquer des éprouvettes cylindriques. Tous les échantillons sont soumis à une cure au four à 60° pendant 24 heures. Pour chaque formulation, six éprouvettes sont préparées pour les essais de compression uniaxiale (procédure décrite à la section 3.4.2) dont trois sont effectués à 24 heures et trois à 28 jours d'âge. Étant donné que les résultats de conductivité électrique obtenus avec les mélanges testés avec le plan complet étaient très faibles et instables dans le temps, il a été décidé de réaliser uniquement les essais de compression après 24 heures pour les cylindres préparés à partir du plan de Taguchi. L'essai de rhéologie est également effectué (décrit à la section 3.5) pour chaque mélange préparé.

Une fois les coefficients des effets des facteurs et de leurs interactions calculées pour la résistance à la compression pour chaque plan expérimental (plan complet et plan de Taguchi), les effets déterminés à partir d'un plan complet sont utilisés pour prédire la résistance à la compression des 16 formulations développées selon le plan de Taguchi, et

inversement, en utilisant l'équation (19). Ainsi, chaque plan dispose de 16 formulations "externes" permettant d'évaluer la précision des prédictions de la résistance à la compression.

3.1.2 Ajout des granulats et des matériaux conducteurs

Dans un premier temps, les matériaux conducteurs fins sont ajoutés à certaines des pâtes développées à la section 3.1.1, sectionnées sur la base de leur performance. Par la suite, les mélanges les plus performants en termes de résistance, de maniabilité et de conductivité électrique sont utilisés pour évaluer les effets de l'ajout d'un granulat grossier.

Les matériaux conducteurs utilisés dans cette partie ont une granulométrie très fine, ce qui entraîne assurément une perte significative de maniabilité lorsqu'ils sont ajoutés au mélange. Des essais préliminaires sont effectués afin de déterminer les quantités de LCLL graphite et de pile 0 (décrits respectivement dans les sections 3.3.6 et 3.3.7) qui peuvent être ajoutés au mélange sans compromettre la mise en place du matériau géopolymère. Les mélanges de pâte sélectionnées sont préparés avec différentes quantités de matériau conducteur, tel que présenté au Tableau 8. Pour chaque mélange, les essais de compression et de conductivité électrique sont effectués. Les pâtes les plus performantes sont alors sélectionnées pour l'ajout des granulats.

Tableau 8 : Ajout des matériaux conducteurs

ID	Facteurs testés	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3	Niveau 4
A	Fraction volumique de matériau conducteur fin	0,050	0,075	0,100	0,200

Deux types de granulats sont utilisés dans cette étude : les granulats ordinaires (sable naturel à béton et pierre concassée, tel que décrit à la section 3.3.4) et les granulats à base de magnétite (décrits à la section 3.3.5). Pour cette étape, un plan factoriel complet avec deux facteurs à deux niveaux est utilisé, tel que présenté au Tableau 9. Chaque proportion de pâte et granulats générée avec ce plan factoriel complet est identifiée au Tableau 10. Les rapports utilisés sont volumiques et, pour chaque mélange, l'affaissement, la résistance à la compression et la conductivité électrique sont déterminés. Les valeurs présentées au Tableau 9 sont choisies en se basant sur des formulations développées antérieurement(Seixas, 2021). Les résultats obtenus sont comparés à ceux de la pâte initiale et les effets de l'ajout des

matériaux conducteurs fins et granulats sont calculés en fonction des résultats obtenus à section 3.1.1 et selon l'équation (20).

Tableau 9 : Ajout des granulats

ID	Facteurs testés	Niveau 1	Niveau 2
A	Volume de pâte / Volume total du mélange	0,35	0,55
B	Volume de gros granulat / Volume total de granulats	0	0,55

Tableau 10 : Identification de la proportion de pâte et granulats utilisés préparés à partir d'un plan factoriel complet

Identification de la proportion de pâte et granulats	Niveau du facteur A	Niveau du facteur B
A1	1	1
A2	2	1
A3	1	2
A4	2	2

3.1.3 Optimisation des conditions de cure

Les mélanges les plus performants en termes de résistance et de maniabilité développées à la section 3.1.2 sont ensuite sélectionnés pour optimiser les conditions de cure. À cet effet, un plan factoriel complet comportant deux facteurs, dont l'un à deux niveaux et l'autre à trois niveaux, est utilisé, tel que présenté au Tableau 11. Pour chaque formulation, des essais de compression et de conductivité électrique sont réalisées. Les résultats obtenus sont ensuite comparés à ceux des mélanges qui subissent une cure à 60°C pendant 24 heures et les effets de la durée et de la température sont calculés en fonction des résultats obtenus à la section 3.1.2 et selon l'équation (20).

Tableau 11 : Optimisation des conditions de cure

ID	Facteurs testés	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3
A	Température	60°C	80°C	-
B	Durée	16 heures	24 heures	48 heures

3.2 Essais de caractérisation détaillée

3.2.1 Analyse de la microstructure

La microstructure du géopolymère durci est analysée avec le microscope électronique à balayage (MEB) du laboratoire CURAL de l'UQAC (Figure 17). Les formulations A2(T17) et A2(T18) sont respectivement choisies afin d'étudier l'effet des mélanges dont le précurseur aluminosilicate solide est composé de 40% et 60% de résidu de bauxite sur la microstructure du géopolymère. L'analyse au MEB est effectuée à deux reprises pour chaque mélange : soit immédiatement suivant la cure de 24 heures à 60°C dans le four et 28 jours après la fabrication des échantillons. Cela permet d'analyser l'évolution de la microstructure et de mieux comprendre l'évolution de la résistance à la compression. La morphologie des aluminosilicates utilisés (de la cendre volante et du résidu de bauxite) est également analysée.

Figure 17 : Microscope électronique à balayage du laboratoire CURAL (MEB)

Pour les analyses au MEB, les échantillons de géopolymère ont été coulés directement dans des moules de 20 × 20 × 5 mm. Par conséquent, aucune opération de polissage ni préparation de surface de fracture n'a été réalisée avant les observations. Les analyses ont ainsi été effectuées directement sur la surface moulée des échantillons, de sorte que les

observations sont limitées à la morphologie et à la topographie de cette surface. Après la cure, les échantillons ont été conservés dans des contenants hermétiquement fermés afin de limiter les échanges avec l'environnement, notamment les variations d'humidité et l'exposition au dioxyde de carbone (CO_2). Les observations au MEB ont été effectuées en mode d'imagerie des électrons secondaires (SEI, Secondary Electron Imaging), permettant de caractériser la morphologie et la topographie de la surface des échantillons. Afin de limiter les effets de charge électrostatique des matériaux géopolymères, les analyses ont été réalisées en mode bas vide (low vacuum) à une pression de 25 Pa. Une tension d'accélération de 20 kV a été utilisée pour l'acquisition des images.

3.2.2 Analyse minéralogique

Des essais de diffraction des rayons X (DRX) sont réalisés pour identifier les phases minéralogiques des pâtes géopolymères. Ces essais sont également effectués sur les pâtes T17 et T18 afin d'étudier l'effet d'un précurseur aluminosilicate solide composé respectivement de 40 % et 60 % de résidu de bauxite, sous deux conditions de cure au four : 60 °C pendant 24 heures et 80 °C pendant 48 heures. De plus, une analyse par DRX est réalisée sur le résidu de bauxite et la cendre volante utilisés, afin de caractériser leurs phases minéralogiques avant leur incorporation dans les formulations.

Pour l'analyse par DRX, les échantillons sont d'abord broyés après la cure au four afin d'obtenir une poudre fine présentant une taille de particules inférieure à 10 µm. L'acquisition des données est alors effectuée en scannant les échantillons sur une plage d'angles de diffraction comprise entre 5° et 80°. Par la suite, les résultats obtenus sont interprétés à l'aide du logiciel XPowder, version 2004, qui offre des outils pour l'identification et la quantification des phases minérales. L'identification des phases cristallines a été réalisée en s'appuyant sur la base de données International Centre for Diffraction Data (ICDD), notamment le Powder Diffraction File (PDF-5+), Release 2026, utilisée comme référence pour la comparaison des diffractogrammes expérimentaux(Data, 2026; Kabekkodu et al., 2024).

3.2.3 Temps de prise

Le temps de prise est mesuré en utilisant l'essai de résistance à la pénétration avec aiguille de Vicat conformément à la procédure présentée dans la norme ASTM C191-21

(2021). Lors de cet essai, le temps écoulé entre le moment où l'eau entre en contact avec le ciment et le moment où la pâte atteint des résistances spécifiques à la pénétration d'une aiguille normalisée est mesurée. Dans le cas des géopolymères, cette durée est mesurée à partir du moment où la solution alcaline est mise en contact avec les précurseurs aluminosilicates solides. Toutes les mesures sont réalisées à température ambiante.

Cet essai consiste à appliquer une charge de 300 g sur un mortier avec une aiguille standard de 1 mm de diamètre et 50 mm de longueur. L'échantillon doit être coulé dans un anneau conique, fabriqué en matériau rigide, non corrosif et non absorbant, ayant une hauteur de 40 ± 1 mm, un diamètre intérieur à la base de 70 ± 3 mm, et un diamètre intérieur en haut de 60 ± 3 mm(International, 2021). Pour déterminer le temps de prise initial, l'aiguille de Vicat est relâchée sur la pâte à intervalles réguliers jusqu'à ce qu'elle pénètre à une profondeur de 25 mm. Le temps de prise final est atteint lorsque l'aiguille ne laisse plus d'empreinte visible sur la surface de la pâte.

3.2.4 Résistance à l'écaillage

La résistance du géopolymère à l'écaillage est évaluée conformément à la méthode décrite par la norme ASTM C672-12(International, 2012). Cet essai permet d'évaluer la résistance des surfaces en béton lorsqu'elles sont exposées à des cycles répétés de gel et dégel en présence de sels déglaçant. Les éprouvettes d'essais requis sont des plaques de béton durci rectangulaires de 300 mm x 300 mm x 75 mm. Pour adapter l'essai au béton géopolymère, les plaques de béton testées ont subi une cure au four à 80°C pendant 48 heures puis ont été entreposées 24 jours à température ambiante. Conformément à la norme, les plaques sont ensuite recouvertes d'eau pendant 4 jours, puis une solution saline de chlorure de calcium ($CaCl_2$) à 4 % en masse est appliquée uniformément sur la surface de la plaque, sur une profondeur de 6 mm. Les échantillons sont ensuite placés dans un congélateur pour simuler des cycles de gel et dégel. Chaque cycle dure 24 heures et comprend une période de gel à -18 °C de 16 heures suivie d'une période de dégel à 20 °C de 8 heures. Les échantillons subissent ainsi un total de 50 cycles ou jusqu'à ce que des signes significatifs d'écaillage soient observés.

L'évaluation de l'écaillage est réalisée par inspection visuelle et par quantification des matériaux détachés. À intervalles réguliers de 5 cycles, une analyse visuelle de l'état de

la surface est effectuée et des photos sont prises, la masse de matériau écaillé est également mesurée. Les résultats sont également comparés à un mélange de référence (Tableau 12) de béton à base de ciment portland à air entraîné, fourni par Béton Préfabriqué du Lac (BPDL), l'un des partenaires industriels du projet.

Tableau 12 : Composition et caractéristiques du mélange de référence utilisé pour l'essai d'écaillage

Composition (kg/m³)	
Ciment portland	420,00
Sable	804,30
Gros granulat (2,5 - 10 mm)	950,00
Eau	157,00
Sika Air 60 (Entraîneur d'air)	0,15
Viscocrete 1000 (superplastifiant)	3,12
Caractéristiques visées	
Résistance à la compression	50 MPa
Affaissement	180 mm
Teneur en air	6%

3.2.5 Cycles de séchage et humidification

L'objectif de ces essais est d'évaluer la stabilité de la conductivité électrique et le comportement du géopolymère soumis à des températures négatives pour différents niveaux d'humidité, sous l'effet de cycles successifs de séchage et d'humidification. Deux types de cycles sont effectués, ci-après appelés par « cycle court » et « cycle long ». Le cycle court consiste à étudier l'impact du séchage et l'humidification sur la conductivité électrique du géopolymère uniquement à température ambiante. Pour le cycle long, le comportement électrique du géopolymère est également étudié à basses températures. Le principal avantage du cycle court est d'augmenter le nombre d'essais pour un même période de temps, tandis que le cycle long permet d'investiguer des conditions supplémentaires.

Le cycle court comprend deux conditions répétées successivement, présentées au Tableau 13, tandis que le cycle long en comprend quatre, tel que présenté au Tableau 14.

Pour chaque condition testée, la conductivité électrique est calculée par la méthode voltampèremétrique avec une tension appliquée de 30 V. L'humidification de chaque échantillon est réalisée par trempage dans un récipient contenant de l'eau du robinet pendant au moins 24 heures. Le pH et la conductivité électrique de l'eau sont mesurés à l'aide d'un pHmètre Orion Star A324 avant et après chaque trempage, l'eau étant remplacée avant chaque cycle. Le séchage des échantillons est effectué dans un four à 100 °C pendant au moins 24 heures. Les cylindres sont ensuite laissés à l'air libre pour refroidir et les mesures de conductivité électrique sont réalisées lorsque la température de ces derniers atteint +20 °C. Pour les cycles longs, après le séchage, les cylindres sont placés dans un congélateur à -15 °C pendant au moins 24 heures. Les mesures de conductivité électrique sont effectuées immédiatement après avoir retiré les échantillons du congélateur, afin que l'essai soit réalisé alors que les cylindres sont encore à -15 °C. Afin d'éviter que l'effet du vieillissement sur la conductivité électrique n'influence les résultats, les cycles débutent 180 jours après la date de fabrication des échantillons cylindriques.

Tableau 13 : Cycle court

Condition	Température du cylindre	Humidité du cylindre
1	+20°C	Sec
2	+20°C	Humide

Tableau 14 : Cycle long

Condition	Température du cylindre	Humidité du cylindre	Température du congélateur
1	+20°C	Sec	+20°C
2	+20°C	Humide	+20°C
3	-15°C	Humide	-15°C
4	-15°C	Sec	-15°C

3.2.6 Essai d'absorption

Cet essai a pour but de mesurer l'absorption d'eau des échantillons soumis à des cycles de séchage et d'humidification, ainsi que de déterminer le temps nécessaire pour qu'un

cylindre soit complètement saturé lorsqu'il est immergé dans l'eau ou séché dans un four à 105°C. L'essai d'absorption est donc effectué sur des cylindres de 7,5 cm de diamètre par 15,0 cm de hauteur après la période de mûrissement de 28 jours suivant la fabrication des échantillons de géopolymère.

Initialement, les échantillons sont séchés dans un four à 105°C pendant 72 heures, puis leur masse initiale sèche (M_s) est mesurée. Les cylindres sont ensuite immergés complètement dans un récipient contenant de l'eau à température ambiante. Les échantillons sont maintenus totalement immergés tout au long de la période d'essai. À chaque étape de pesée, les échantillons sont retirés de l'eau, et leur surface est tamponnée délicatement avec un chiffon afin d'éliminer l'excès d'eau sans provoquer un assèchement de la surface. Juste après ce séchage superficiel, chaque échantillon est immédiatement pesé et sa masse humide est enregistrée. Une fois cette mesure effectuée, les échantillons sont replacés dans l'eau pour poursuivre l'essai. Les mesures sont effectuées après 6, 24, 48, 72, 96 et 168 heures d'immersion dans l'eau. La masse de l'échantillon complètement saturé (M_h) est obtenue lorsque la variation entre deux pesées successives est inférieure à 0,1 %. L'absorption est donc calculée à l'aide de l'équation (21).

$$Absorption = \left(\frac{M_h - M_s}{M_s}\right) \tag{21}$$

Une fois les échantillons complètement saturés et l'absorption calculée, les échantillons saturés sont placés dans une étuve à 105°C afin d'évaluer la durée de séchage.

3.2.7 Essais avec prototype de dalle

L'efficacité de la formulation optimisée de géopolymère chauffant et son applicabilité à titre de surface dégivrante est évaluée à l'aide de deux prototypes à taille semi-réelle de dalles de géopolymère électriquement conducteur. Ces prototypes, dont la géométrie est décrite à la section 3.4.3, sont fabriqués et testés dans un congélateur instrumenté (Figure 18). Le congélateur a été modifié pour permettre de contrôler finement sa température maintenue à -20°C et également de permettre le passage de l'alimentation électrique du prototype de dalle. Un système de sécurité a également été installé pour couper l'alimentation en cas d'ouverture de la porte du congélateur, ce qui constitue une mesure de sécurité importante étant donné l'utilisation de courants électriques supérieures à 50 A lors de l'essai. De plus,

une caméra a été installée à l'intérieur du congélateur afin de surveiller la fonte de la neige ou du verglas sans avoir à ouvrir la porte du congélateur. Les essais réalisés avec les deux prototypes de dalle sont présentés au Tableau 15, où la « cible » détermine le critère d'arrêt de l'essai : mesurer la conductivité électrique jusqu'à une tension appliquée, observer l'élévation de la température de surface jusqu'à une valeur cible, ou provoquer la fonte complète d'une couche pré-définie de neige ou de glace. Chaque dalle comporte trois options possibles d'alimentation des électrodes, qui seront décrites plus en détail à la section 3.4.3. La configuration choisie détermine quelles électrodes sont alimentées électriquement lors de l'essai.

Figure 18 : Congélateur instrumenté pour la réalisation des essais sur prototype de dalle

Tableau 15 : Essais à effectuer avec le prototype de dalle

Essai	Configuration d'électrodes	Cible
Conductivité électrique		
Conductivité électrique à +20°C	Options 1, 2 et 3	Mesurer conductivité électrique entre 0 et 120 V
Conductivité électrique à -20°C	Options 1, 2 et 3	Mesurer conductivité électrique entre 0 et 120 V
Chauffage à puissance constante		
Chauffage à puissance constante de 400W	Options 1, 2 et 3	Monter la température à la surface jusqu'à +5°C
Chauffage à puissance constante de 1000W	Option optimale	Monter la température à la surface jusqu'à +5°C
Chauffage à tension constante		
Chauffage à tension constante de 120 V	Option optimale	Monter la température à la surface jusqu'à +5°C
Dégivrage		
Dégivrage avec accumulation de neige (puissance constante = 400W)	Options 1, 2 et 3	Fonte d'une couche de neige de 12,7 mm
Dégivrage avec accumulation de neige (puissance constante = 1000W)	Option optimale	Fonte d'une couche de neige de 12,7 mm
Dégivrage avec accumulation de verglas (puissance constante = 1000W)	Option optimale	Fonte d'une couche de glace de 12,7 mm

Dans un premier temps, des essais de conductivité électrique sont effectués pour les 3 options de configuration d'électrodes. Par la suite, des essais de chauffage sont réalisés sans accumulation de neige ou de verglas. L'objectif de cette étape est de comparer la vitesse de chauffage et de refroidissement des trois options de configuration d'électrodes (décrits à la section 3.4.3), ainsi que des systèmes fonctionnant à puissance constante ou à tension constante. Dans les deux essais, la dalle est alimentée jusqu'à ce que la température au centre de sa surface atteigne la température cible identifiée au Tableau 15, après quoi l'alimentation électrique est arrêtée. Le temps nécessaire pour atteindre cette température cible ainsi que le temps de refroidissement de la dalle identifiées au Tableau 15 sont alors mesurés.

Pour l’essai de chauffage à puissance constante, la tension appliquée est ajustée afin de maintenir la puissance du système égale à la puissance cible fixée. Lors de l’essai de chauffage à tension constante, la tension initiale est fixée à 120 V.

Finalement, la performance de la dalle en tant que méthode de dégivrage est évaluée par les essais présentés au Tableau 15, en testant sa capacité à faire fondre des accumulations de neige (2 types d’essais) et de verglas (1 essai). Pour les deux essais en condition de neige, une couche de 12,7 mm (1/2 pouce) est déposée sur la dalle sans être compactée, puis la dalle est alimentée électriquement à deux différentes puissances jusqu'à ce que toute la neige fonde complètement. Pour l’essai en condition de verglas, une couche de 12,7 mm de glace est créée en ajoutant de l'eau sur la surface de la dalle et en la laissant geler. Tout comme pour l’essai en condition de neige, la dalle est ensuite alimentée électriquement jusqu'à ce que la glace (verglas) fonde complètement. Le temps nécessaire et l'énergie électrique consommée pour la fonte sont mesurés pour chacun des essais afin d'évaluer l'efficacité du système.

Pour tous les essais, la température de la surface supérieure exposée de la dalle est surveillée à l'aide de cinq thermocouples (T1 à T5) fixés à différents points et dont la localisation est illustrée à la Figure 19. Un thermocouple supplémentaire est inséré au centre de la surface inférieure de la dalle (thermocouple T6), tandis qu’un autre thermocouple mesure la température de l’air dans le congélateur. Cela permet de vérifier si les essais de chauffage affectent la température ambiante du congélateur.

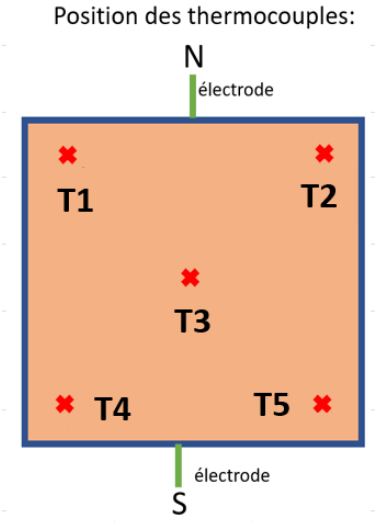


Figure 19 : Position des thermocouples sur la surface supérieure du prototype de dalle

Cette série d'essais permet ainsi de vérifier l'efficacité du géopolymère électriquement conducteur sous conditions de neige et de verglas et de calculer le rendement énergétique du système pour les trois configurations d'électrodes testées. La vitesse de fonte et le rendement énergétique pour les deux cas d'accumulation testés sont ainsi comparés afin d'identifier la meilleure stratégie de protection contre les accumulations de neige ou de verglas.

3.3 Description des matériaux utilisés

Dans cette section, une brève description des matériaux utilisés dans la composition des mélanges de géopolymère est présentée.

3.3.1 Cendre volante de type F

La cendre volante utilisée est de type F et a été produite par Shand Power Station, une entreprise localisée en Saskatchewan au Canada. Ce matériau présente une densité relative de 2,31 et sa composition chimique est présentée au Tableau 16.

Tableau 16 : Composition chimique (p/p) de la cendre volante de type F (Zhou, 2021)

SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	SO_3	CaO	Na_2O	K_2O
53,7%	19,0%	4,4%	1,27%	7,8%	9,0%	2,23%

3.3.2 Résidu de bauxite

Le résidu de bauxite provient de la production d'aluminium à l'usine Vaudreuil de Rio Tinto, localisée au Saguenay. Le résidu de bauxite utilisé présente une densité relative de 3,24, une surface spécifique de 6122 m^2/kg et une taille moyenne des particules qui se situe entre 0,425 et 8,86 µm. Le Tableau 17 présente la composition chimique du résidu de bauxite utilisé.

Tableau 17 : Composition chimique (p/p) du résidu de bauxite (Rosa, 2021)

SiO_2	11,1%
Al_2O_3	17,2%
Fe_2O_3	44,4%
MgO	0,05%
CaO	2,61%
Na_2O	6,44%
K_2O	0,06%
TiO_2	4,74%
MnO	0,01%
P_2O_5	0,13%
Cr_2O_3	0,10%
V_2O_5	0,18%
ZrO_2	0,24%
ZnO	< 0,01%
PAF	11,9%

3.3.3 Solution alcaline

La solution alcaline utilisée pour la fabrication du géopolymère est un mélange de silicate de sodium grade N, hydroxyde de sodium granulé et de l'eau. Le silicate de sodium, fourni par la compagnie National Silicates, présente une densité de 1,36 g/cm^3 et est composé par 8,90% de Na_2O, 28,70% de SiO_2 et 62,40 % de H_2O (p/p). L'hydroxyde de sodium, quant à lui, a été fourni par le Laboratoire MAT. Il présente une concentration de 97% et une densité de 2,13 g/m^3. De l'eau potable du réseau d'aqueduc de la Ville de Saguenay provenant du robinet du laboratoire de l'Université du Québec à Chicoutimi a été utilisée pour les mélanges de géopolymère, tel que spécifié dans la norme CSA A23.1 :24 (2024).

3.3.4 Granulats ordinaires

Pour la préparation des différents échantillons de géopolymère, un sable naturel de rivière tamisé de calibre BC 5-0,08 mm a été utilisé. Ce matériau présente un module de finesse de 2,93, une densité relative brute à l'état S.S.S. de 2,68 et une absorption de 0,74%.

Le sable utilisé est composé de 23 % de roches intrusives, 11 % de gneiss, 33 % de feldspaths, 31 % de quartz, 1 % de minéraux ferromagnésiens et 1 % de micas. La Figure 20 présente la distribution granulométrique du sable utilisé.

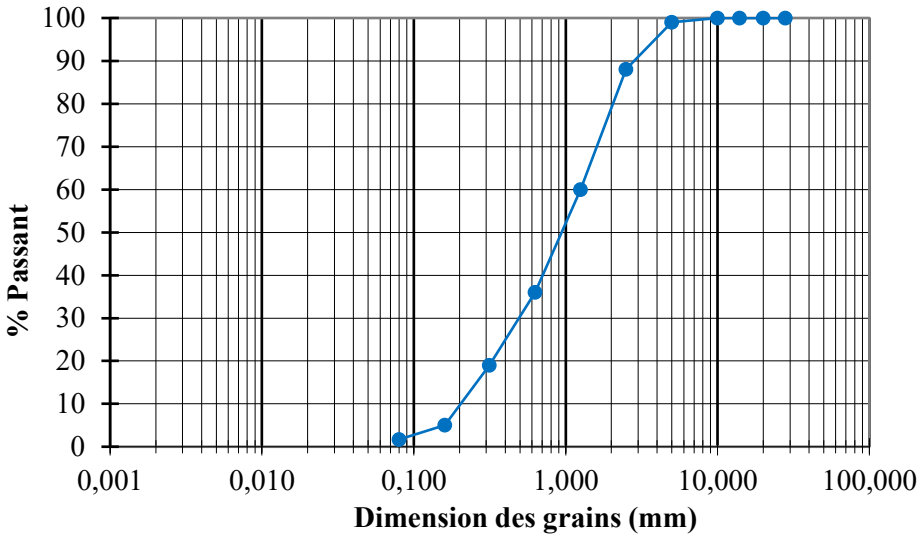


Figure 20 : Analyse granulométrique du sable utilisé (Boucher, 2021a)

Le gros granulat utilisé pour la préparation des échantillons de béton électriquement conducteur est de la pierre concassée de calibre 2,5-10 mm constituée de 100% d'anorthosite. Il présente une densité relative brute à l'état S.S.S. de 2,85 et une absorption de 0,28%. La distribution granulométrique du gros granulat est présentée à la Figure 21.

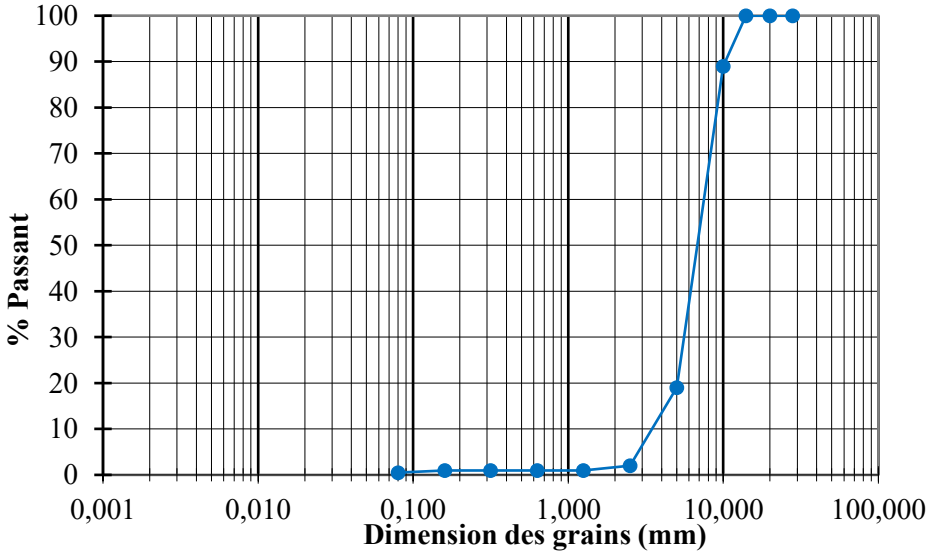


Figure 21 : Analyse granulométrique du gros granulat utilisé (Boucher, 2021b)

3.3.5 Granulats de magnétite

Afin d'améliorer la conductivité électrique du géopolymère, des granulats à base de magnétite obtenus par concassage sont utilisés. Le Tableau 18 et les Figures 22 et 23 présentent respectivement les propriétés et les granulométries du sable et du gros granulat à base de magnétite.

Tableau 18 : Caractéristiques des granulats à base de magnétite (Rose, 2019a, 2019b; Taylor, 2019a, 2019b, 2019c)

Caractéristique	Sable	Gros granulat
Teneur en magnétite (p/p)	98,3%	92,3%
Densité relative à l'état S.S.S.	4,61	4,51
Absorption	2,04%	0,60%
Module de finesse	5,90	-

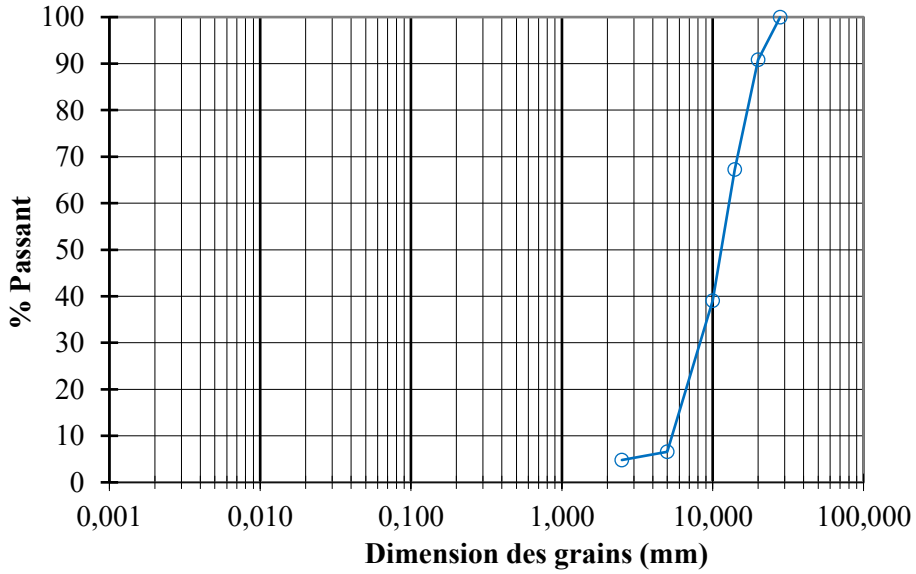


Figure 22 : Granulométrie du gros granulat à base de magnétite (Rose, 2019c)

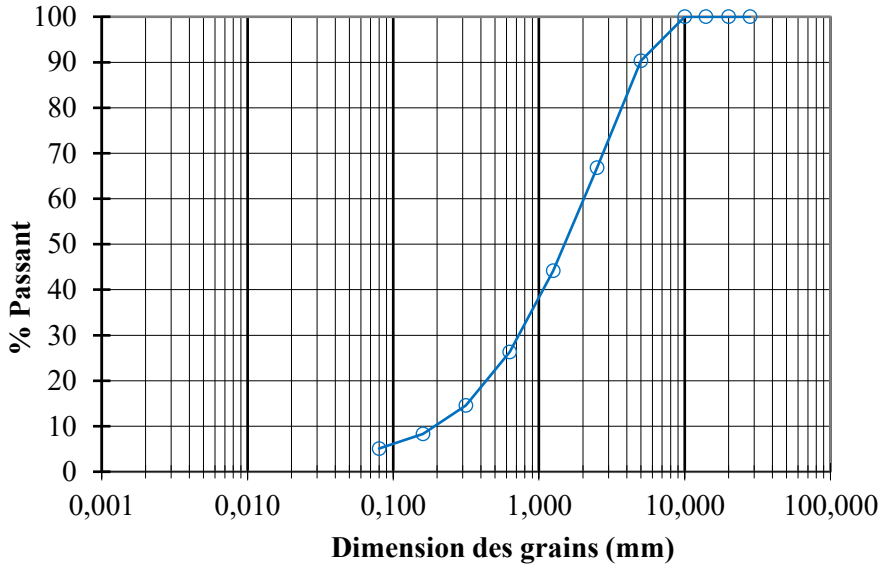


Figure 23 : Granulométrie du sable à base de magnétite (Taylor, 2019c)

3.3.6 Graphite fabriqué à partir du procédé de lixiviation à faible causticité et chaulage (LCLL graphite)

Dans le cadre de ce projet, le graphite produit par le procédé de lixiviation à faible causticité et chaulage (Birry et al., 2016; Birry & Poirier, 2020; Kimmerle et al., 2001), appelé LCLL graphite, est utilisé. Sa composition chimique détaillée est présentée dans le Tableau 19. Le LCLL graphite présente une granulométrie fine avec 100% des particules inférieures au 586 µm et 80% inférieures au 127 µm, tel que présenté à la Figure 24.

Tableau 19 : Composition du LCLL graphite (Rio Tinto, 2016)

Graphite (C)	80 à 95%
Fluorure de calcium (CaF_2)	< 8%
Oxyde d'aluminium (Al_2O_3)	1 à 8%
Quartz (SiO_2)	< 4%
Carbure de silicium (SiC)	< 3,5%

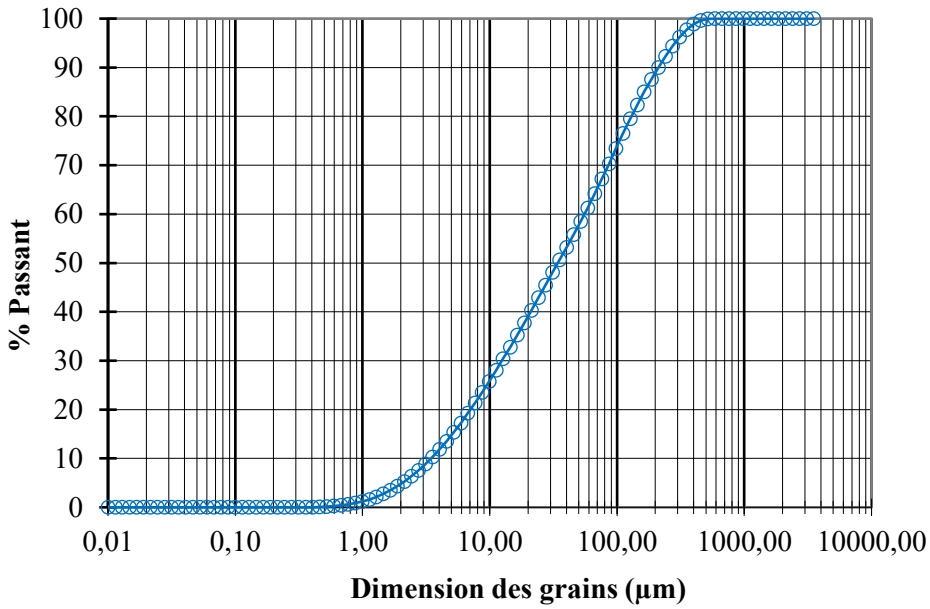


Figure 24 : Distribution granulométrique du LCLL graphite

3.3.7 Pile 0

Le résidu de bauxite soumis au processus de réduction carbothermique est appelé pile 0. Dans le processus de réduction carbothermique avec séparation magnétique (Gotsu et al., 2018), le résidu de bauxite subit une calcination en environnement contrôlé, ce qui permet de convertir l'hématite et la goethite (oxydes de fer non magnétique) en magnétite (oxyde de fer fortement magnétique). Des rapports d'analyses complémentaires ont montré que les éléments ferreux issus du résidu de bauxite calciné étaient présents sous forme de magnétite et de goethite dont les proportions étaient estimées entre 55 et 60% pour la magnétite et entre 40 et 45% pour la goethite. Lors de ce processus, les autres impuretés principales observées sont : SiO_2 (12,2%), Al_2O_3 (22,7%), CaO (3,5%), Na_2O (7,0%) et TiO_2 (6,8%) (COREM, 2017a, 2017b).

La Figure 25 présente la courbe de la distribution granulométrique du résidu de bauxite soumis au procédé susmentionné. D'après la courbe, la distribution granulométrique du matériel varie entre 0 et 150 µm. La taille moyenne des particules se situe entre 3 et 8 µm dont 90 % ont une taille inférieure à 63 µm (Robert, 2020b). La pile 0 présente une densité relative égale à 3,1.

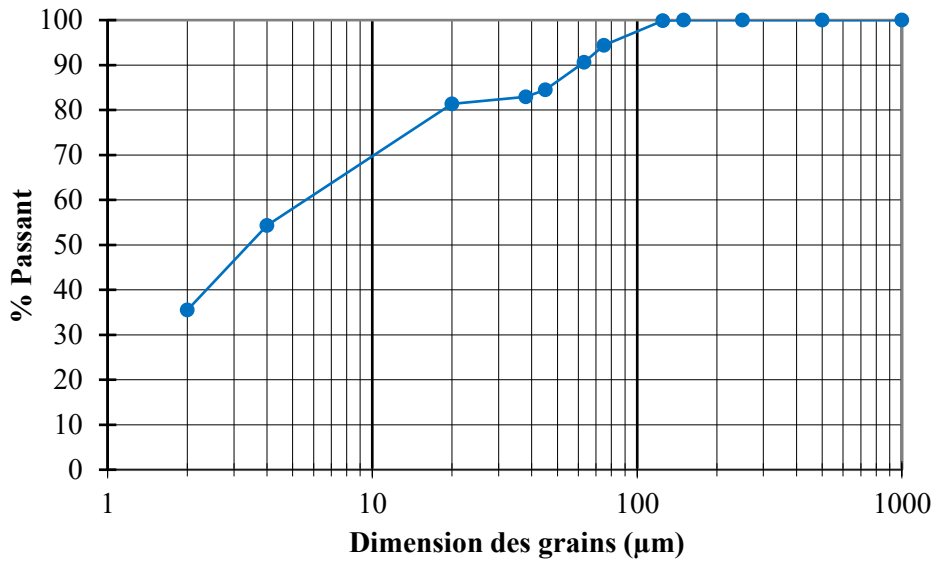


Figure 25 : Courbe de distribution granulométrique de la pile 0 (Robert, 2020b)

3.4 Préparation des éprouvettes

Cette section présente une description du processus de préparation des échantillons, tel que défini dans le plan expérimental présenté à la section 3.1.

3.4.1 Malaxage du géopolymère

La préparation du géopolymère consiste principalement à peser les composants, préparer la solution alcaline, mélanger la pâte, puis ajouter les granulats et les additifs. Pour la préparation de la solution alcaline, l'hydroxyde de sodium doit être dissous dans la quantité d'eau requise et mélangé manuellement pendant au moins une minute, ou jusqu'à dissolution complète. Le silicate de sodium est ensuite ajouté, puis la solution alcaline est agitée durant une minute supplémentaire. Une réaction exothermique se produit lors de cette préparation. Pour cette raison, la solution doit être conservée dans un récipient fermé afin d'éviter tout contact avec l'air, et laissée en repos pendant au moins une heure, le temps qu'elle refroidisse et atteigne l'équilibre avec la température ambiante.

La préparation de la pâte consiste à mettre le résidu de bauxite et la cendre volante dans le bol du malaxeur planétaire Globe SPC20, puis d'ajouter la solution alcaline graduellement pendant que le malaxeur tourne à une vitesse initiale de 104 tr/min pendant 2 minutes puis augmentée à 194 tr/min pendant au moins 8 minutes. Enfin, les matériaux conducteurs et les granulats sont ajoutés (s'il y a lieu) et sont mélangés au moins pendant 10

minutes à la vitesse de 194 tr/min. Une fois le mélange final obtenu, les éprouvettes cylindriques sont alors préparées en suivant la procédure décrite à la session suivante.

3.4.2 Préparation des éprouvettes cylindriques

Pour chaque formulation, neuf éprouvettes cylindriques sont préparées. Chaque spécimen est coulé dans des moules cylindriques de 7,62 cm (3'') de diamètre et 15,24 cm (6'') de hauteur et vibrés à l'aide d'une table vibrante, conformément à la norme CSA 23.1-24/23.2-24 (2024). Les cylindres sont ensuite mis au four pour que la cure soit effectuée dans les conditions prédéterminées et contrôlées. Parmi les neuf éprouvettes, six sont destinés aux essais de résistance à la compression uniaxiale et trois sont soumises aux essais de conductivité électrique, détaillés à la section 3.5.

Les trois éprouvettes destinées aux essais de conductivité électrique et de chauffage sont coulées avec des électrodes encastrées à chaque extrémité du cylindre. La géométrie et les dimensions des électrodes ont été déterminées par une analyse numérique réalisée avec le logiciel commercial d'éléments finis Comsol Multiphysics (Seixas, 2021). Cette analyse a ainsi permis de déterminer la géométrie optimale des électrodes afin d'avoir une densité de courant uniforme dans l'échantillon ainsi qu'une bonne adhérence avec le béton géopolymère. Cela permet ainsi de réduire significativement la résistance de contact et de s'assurer d'avoir des mesures répétitives.

3.4.3 Préparation des prototypes de dalle chauffante

Trois dalles de 40 x 40 x 16 cm^3 de dimensions (Figures 26 et 27) sont préparées pour la réalisation des essais de dégivrage (section 3.2.7). Les dalles sont confectionnées avec les formulations optimisées présentant les meilleures propriétés en termes de conductivité électrique, résistance à la compression et maniabilité. Des moules réalisés en matériau isolant commercial (polystyrène extrudé rigide) de 5 cm d'épaisseur (indiqués en bleu sur les Figures 26 et 27) sont utilisés pour couler les dalles de géopolymère. L'utilisation d'un matériau isolant rigide a une fonction double. Ce dernier présente une rigidité mécanique suffisante pour pouvoir être utilisé comme moule de coulage. De plus, étant conservé lors des essais de dégivrage, l'isolant permet de diminuer significativement les pertes thermiques sur les faces non exposées de la dalle et de rediriger le flux thermique vers la surface de cette dernière et

ainsi pouvoir optimiser le son rendement. Dans des conditions réelles d'utilisation, ce type d'isolant serait également utilisé.

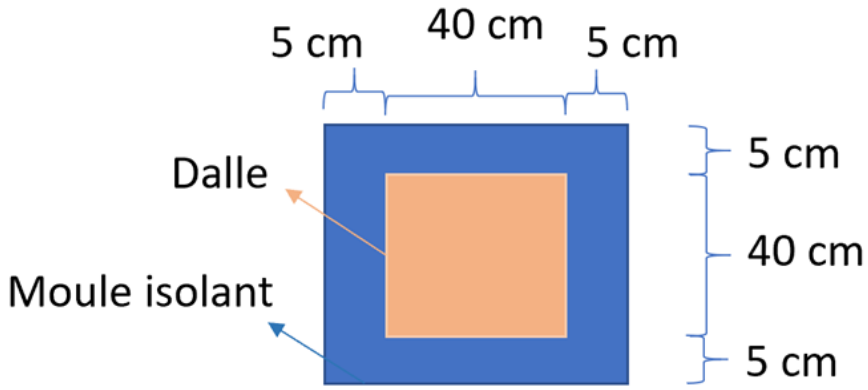


Figure 26 : Schémas de la géométrie du prototype de dalle (vue en plan)

La géométrie des dalles et le positionnement des électrodes ont préalablement été établie par simulation numérique, afin d'optimiser la puissance générée par le géopolymère conducteur. Des grillages en acier avec des ouvertures de 10 x 10 mm et une épaisseur de 2,5 mm ont été utilisés comme électrodes. Ces dernières, au nombre de trois (3), sont disposées à l'horizontale et respectivement espacées de 5 cm les unes des autres, tel que présenté à la Figure 27. Cette configuration permet d'obtenir une valeur de résistance suffisamment faible pour respecter les limitations de la source d'alimentation utilisée, soit un courant suffisamment élevé pour la tension délivrée par la source permettant d'avoir une puissance électrique suffisante pour produire la fonte de la couche de neige ou de glace. L'implantation des trois (3) électrodes au sein des dalles permet ainsi d'obtenir trois (3) configurations d'alimentation possibles (Figure 27) : électrodes AB alimentées, électrodes AC alimentées et électrodes BC alimentées. Cette configuration d'électrodes permet ainsi de valider différents scénarios de chauffage en fonction de la position et de l'épaisseur de la partie chauffante de la dalle.

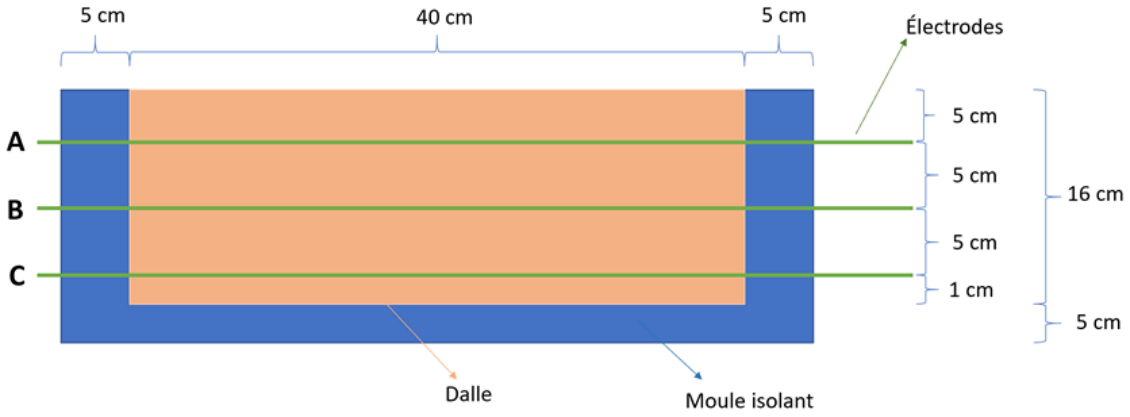


Figure 27 : Schémas de la disposition des électrodes dans le prototype de dalle de géopolymère conducteur (vue en coupe)

3.5 Procédures expérimentales

Pour chaque formulation, l'affaissement est mesuré sur le béton frais conformément à la norme ASTM C143 (2020).

La résistance à la compression est déterminée selon la norme CSA A23.1-24/23.2-24 (CSA A23.1/A23.2, 2024). Pour chaque formulation, six éprouvettes cylindriques coulées sans électrodes sont testées, soient trois à 24 heures et trois à 28 jours de cure.

Pour chaque formulation, l'essai de conductivité électrique est réalisé sur trois éprouvettes cylindriques. Les mesures électriques sont prises au 7e, 14e, 21e et 28e jours de cure afin de déterminer l'effet du temps de maturation sur la stabilité temporelle de la conductivité électrique.

Pour l'essai de conductivité, la méthode voltampèremétrique est utilisée. Cette méthode consiste simplement à appliquer la tension aux électrodes encastrées aux extrémités des éprouvettes cylindriques à l'aide d'une source de tension programmable APM SP300VAC2000W permettant de varier la fréquence jusqu'à 1000 Hz et la tension jusqu'à 300 V. La conductivité électrique est ensuite déduite de la mesure de la résistance calculée comme le rapport de la tension appliquée sur le courant mesuré et cela, à chaque incrément de tension de 5V. Étant donné que les mesures sont faites à des tensions et courants élevés, il a été décidé d'installer le montage dans une cage de Faraday afin de réaliser les mesures en toute sécurité (voir Figure 28).

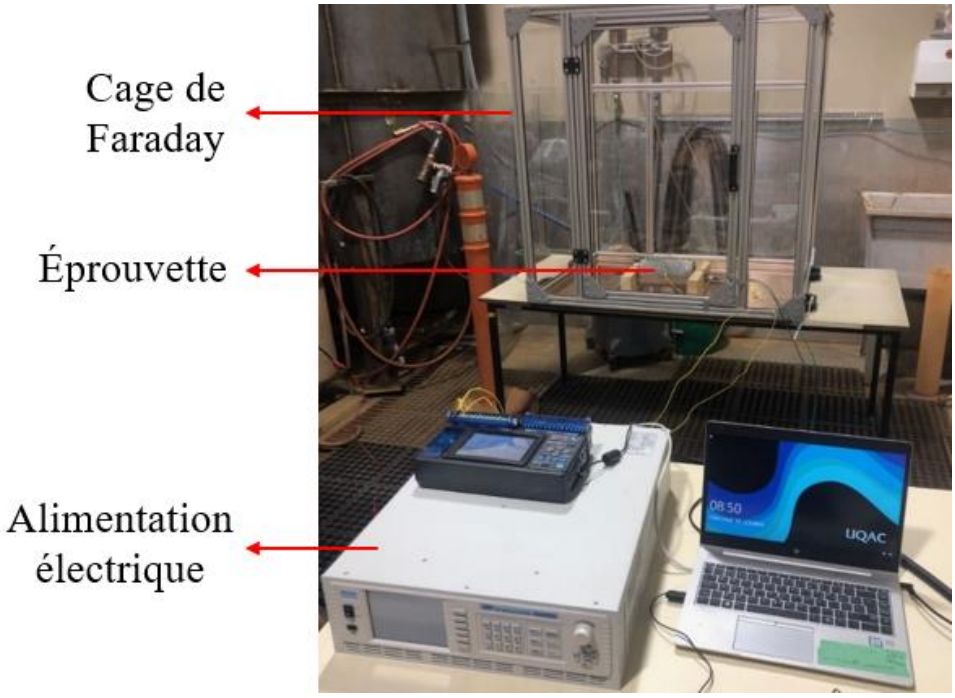


Figure 28 : Banc de mesure de la conductivité électrique

Les mesures rhéologiques sont prises à l'aide du rhéomètre Haake VT550 utilisant un outil de mesure FL-100 en titane. Les données obtenues ont été analysées avec le logiciel Data Manager. La contrainte de seuil a été mesurée avec un taux de cisaillement constant et égal à 1,0 s^{-1} pendant 10 secondes avec une vitesse de rotation de 4,784 rad/min. Toutes les mesures rhéologiques sont prises 10 minutes après le premier contact entre le liquide et la poudre, à une température constante de 25°C contrôlée par un thermostat externe relié au rhéomètre. Chaque mesure a été répétée à trois reprises afin de vérifier leur répétabilité.

CHAPITRE 4
DÉVELOPPEMENT ET CARACTÉRISATION DES PÂTES GÉOPOLYMÈRES

4.1 Résistance à la compression des pâtes géopolymères

4.1.1 Évaluation de la résistance à la compression

Après avoir préparé les mélanges avec le plan factoriel complet, les essais de compression ont permis d'obtenir les résistances présentées à la Figure 29. À partir des résultats obtenus, il est possible d'observer que la formulation C11 présente la performance mécanique la plus élevée, en atteignant une résistance à la compression de 26,6 MPa, avec un rapport m_{RB} / m_{CV} de 0,25 (20 % du précurseur composé de résidu de bauxite). Parmi les mélanges réalisés avec un rapport m_{RB} / m_{CV} de 1,50 (60 % du précurseur composé de résidu de bauxite), celle qui obtient la meilleure performance est C10 avec 12,5 MPa.

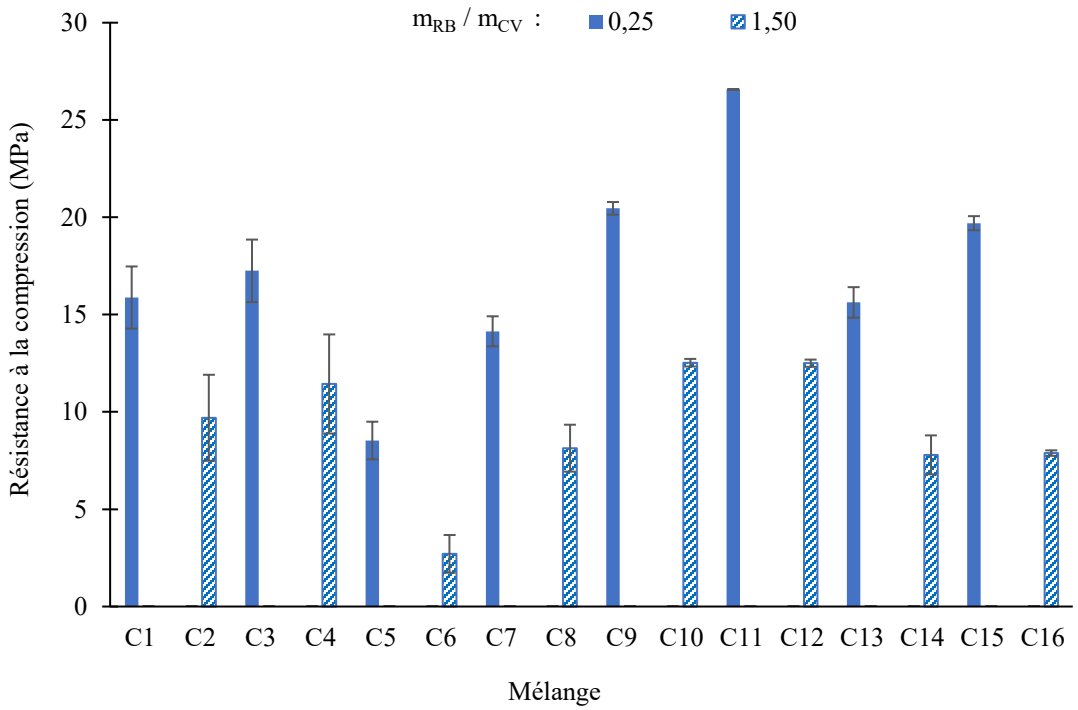


Figure 29 : Résistance à la compression des géopolymères après 24 heures de cure à 60°C pour les mélanges préparés avec le plan factoriel complet

La Figure 30 présente la résistance à la compression obtenue avec les formulations développées à partir du plan de Taguchi. Il peut être constaté que le mélange T6 a présenté la résistance à la compression la plus élevée (34,0 MPa) avec un rapport m_{RB} / m_{CV} de 0,667 (40 % de précurseur composé de résidu de bauxite).

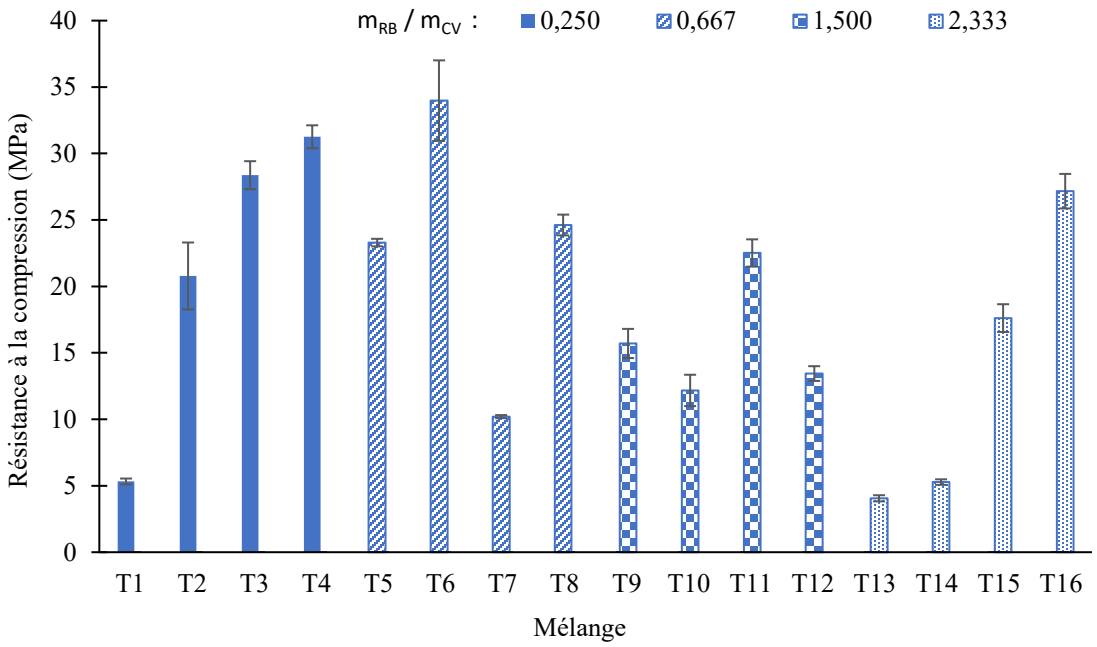


Figure 30 : Résistance à la compression des géopolymères après 24 heures de cure à 60°C pour les mélanges préparés selon le plan de Taguchi

La Figure 31 présente les coefficients obtenus avec le plan factoriel complet, où "*a*" représente l'effet pour chaque facteur et "*b*", "*c*" et "*d*" représentent respectivement les effets pour les interactions doubles, triples et quadruples. À partir des résultats obtenus, il est possible de remarquer que l'effet "a_A" (m_{RB} / m_{CV}) est le plus significatif. Le signe négatif indique qu'une augmentation de la masse de résidu de bauxite a un impact négatif sur la résistance à la compression. Ce comportement peut s'expliquer par la faible réactivité du résidu de bauxite issu du procédé Bayer, tel qu'observé dans des recherches précédentes (Choo et al., 2016; He et al., 2012; Hu et al., 2018; Li et al., 2019b; Nie et al., 2016) , ainsi que par le rapport SiO_2/Al_2O_3 plus faible du résidu de bauxite (0,65) comparativement à celui de la cendre volante, qui présente un rapport de 2,83. L'effet le plus significatif suivant (a_C) est produit par le rapport entre la masse solution alcaline (m_{SA}) et la masse des précurseurs d'aluminosilicate (m_{CV} + m_{RB}). Ainsi, augmenter la masse de solution alcaline entraîne également une augmentation de la quantité d'eau dans le mélange, ce qui produit une matrice plus poreuse et donc moins résistante.

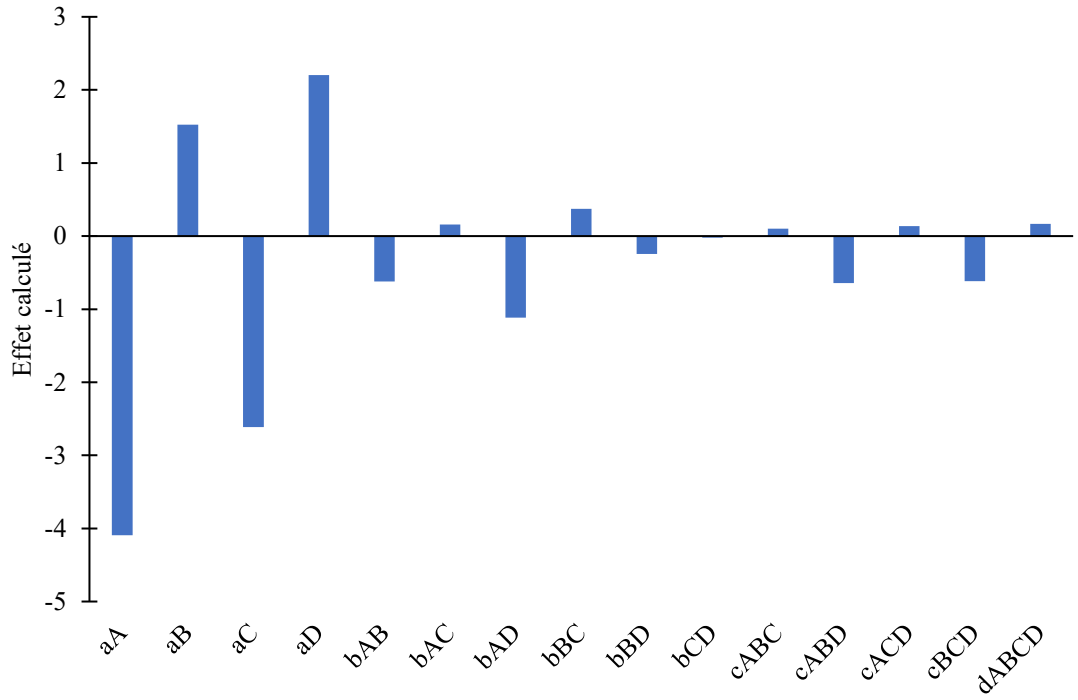


Figure 31 : Effets sur la résistance à la compression après 24 heures obtenus avec le plan complet

Les Figures 32 et 33 présentent respectivement les effets des interactions entre les facteurs A et B (b_{AB}) et entre les facteurs A et D (b_{AD}). D'après les résultats de la Figure 31, les effets a_B et a_D sont positifs, ce qui indique que la quantité de NaOH a une influence positive sur la résistance. Cependant, les signes négatifs obtenus pour les effets des interactions b_{AB} et b_{AD} démontrent que lorsque le facteur A est au niveau +1 (m_{RB} / m_{CV} = 1,50), une résistance à la compression plus élevée est obtenue lorsque les facteurs B et D sont au niveau -1 ($m_{SHS} / m_{Na2SiO3}$= 0,30 et M_{NaOH} = 8). Cette relation peut également être observée pour les résultats des Figures 32 et 33 où, avec 20% du précurseur composé par le résidu de bauxite (m_{RB} / m_{CV} = 0,25), l'effet des interactions b_{AB} et b_{AD} augmente avec l'augmentation de la concentration de NaOH. Également, le contraire est observé lorsque 60% du précurseur est composé par du résidu de bauxite (m_{RB} / m_{CV} = 1,50). Cela indique que les mélanges avec une plus grande quantité de résidu de bauxite ont besoin de moins de NaOH pour atteindre une résistance similaire.

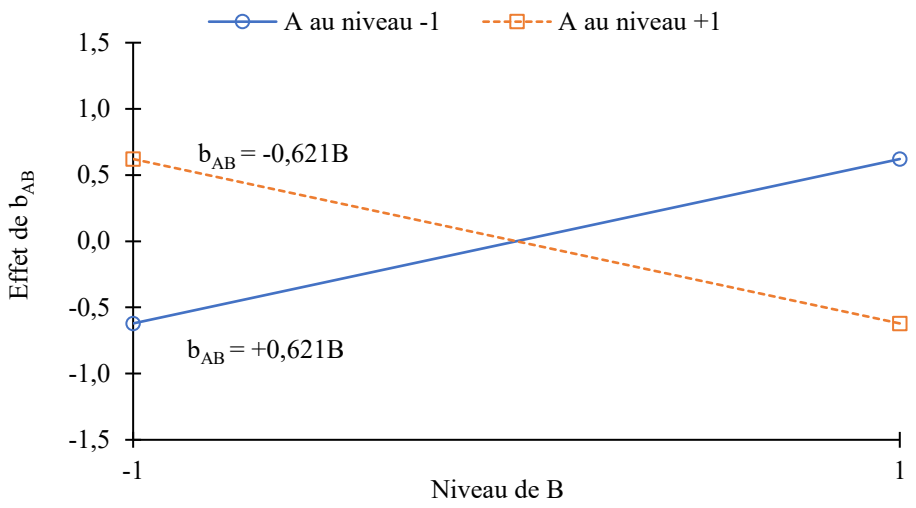


Figure 32 : L'effet de l'interaction entre les facteurs A et B (b_{AB})

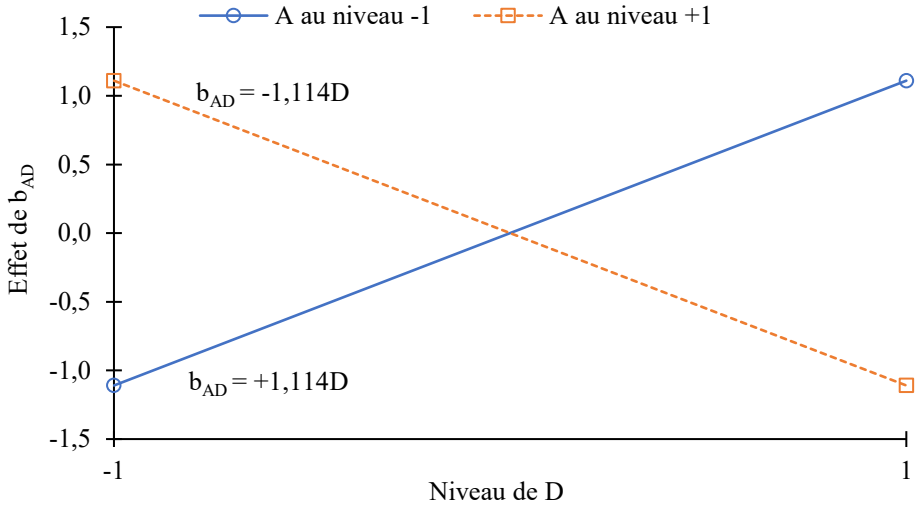


Figure 33 : L'effet de l'interaction entre les facteurs A et D (b_{AD})

Le Tableau 20 présente les effets obtenus avec le plan de Taguchi, à chaque niveau par facteur. La Figure 34 présentent la moyenne des résistances à la compression des mélanges du plan de Taguchi, à chaque niveau et pour les facteurs A, B, C et D, et comparé au plan factoriel complet. De manière générale, tous les facteurs présentent la même tendance observée avec le plan factoriel complet, sauf pour le facteur A (m_{RB} / m_{CV}). L'analyse à 4 niveaux a ainsi permis de constater que le rapport optimal est obtenu pour m_{RB} / m_{CV} = 0,667, soit lorsque 40% du précurseur est composé par le résidu de bauxite (RB) (facteur A au

niveau 2), tel que présenté à la Figure 34-a, ce qui diffère des résultats du plan factoriel complet pour lequel l'optimum était à 60 % du précurseur composé de résidu de bauxite.

Tableau 20 : Effets obtenus avec le plan de Taguchi

Niveaux	Facteurs			
	A	B	C	D
	m_{RB} / m_{CV}	m_{SHS} / $m_{Na2SiO3}$	m_{SA} / (m_{CV} + m_{RB})	M_{NaOH}
1	2,95	-6,39	3,76	-9,93
2	4,54	-0,43	0,30	-0,49
3	-2,53	1,19	0,01	4,26
4	-4,96	5,63	-4,07	6,15

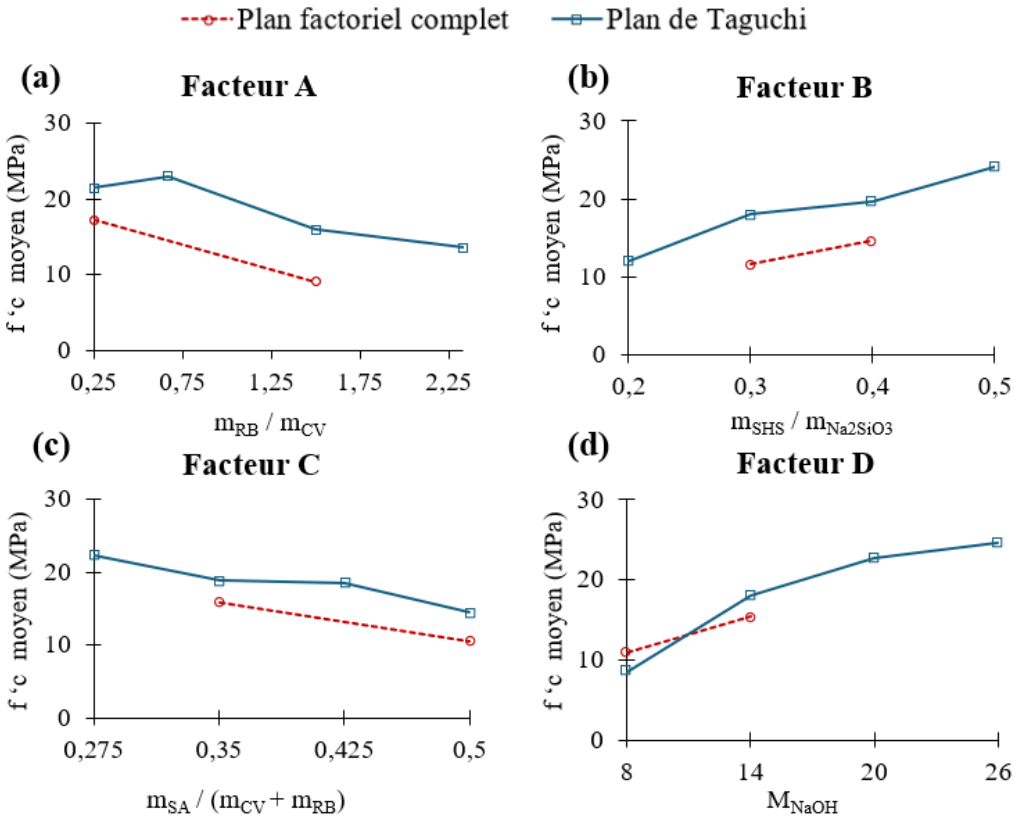


Figure 34 : Résistances à la compression moyenne obtenue avec le plan de Taguchi à chaque niveau, comparé avec le plan complet, pour (a) m_{RB} / m_{CV} (b) m_{SHS} / $m_{Na2SiO3}$, (c) m_{SA} / (m_{CV} + m_{RB}), et (d) M_{NaOH}

Suite au calcul des coefficients, le modèle a été utilisé pour déterminer la composition du mélange produisant la résistance mécanique la plus élevée. Le Tableau 21 présente la composition optimale théorique en découlant (mélange nommé T17), déduite à partir du plan de Taguchi. Selon la prédiction du modèle, ce mélange donnerait un géopolymère avec une résistance à la compression de 38,6 MPa. Trois éprouvettes cylindriques de géopolymère T17 ont été testées en laboratoire sous compression uniaxiale et ont présentées en moyenne une résistance à la compression de 41,2 MPa (écart-type de 0,7 MPa), ce qui représente une différence de 6,47% (2,7 MPa) par rapport à la prédiction théorique.

Tableau 21 : Mélange optimal théorique (T17) calculé à partir du plan de Taguchi

Facteurs			**Niveau optimal**	**Valeur**
A	Masse de cendre volante / Masse de résidu de bauxite	m_{RB} / m_{CV}	2	0,667
B	Masse solution d'hydroxyde de sodium / Masse silicate de sodium	$m_{SHS} / m_{Na2SiO3}$	4	0,500
C	Masse solution alcaline / Masse précurseur aluminosilicate solide	$m_{SA} / (m_{CV} + m_{RB})$	1	0,275
D	Concentration molaire de la solution d'hydroxyde de sodium	M_{NaOH}	4	26

4.1.2 Analyse statistique

Les données du rapport signal-bruit (S/B), calculé selon l'approche « plus élevé, mieux » (équation (7)) et présentées à la Figure 35, confirment que les niveaux optimaux de résistance à la compression, présentés dans le Tableau 21, correspondent également aux rapports S/B les plus élevés, ce qui indique une meilleure robustesse et stabilité pour ces niveaux, à l'exception du facteur C ($m_{SA} / (m_{CV} + m_{RB})$). Une divergence est observée entre l'effet moyen et le S/B pour ce facteur, ce qui met en évidence des différences entre la contribution moyenne et la robustesse des niveaux. Le niveau *C1* ($m_{SA} / (m_{CV} + m_{RB}) = 0,275$) présente l'effet le plus élevé (3,76), ce qui indique qu'il contribue davantage à l'augmentation de la réponse moyenne. Cependant, son rapport S/B est légèrement inférieur (25,19 dB), ce qui suggère une plus grande variabilité ou une sensibilité accrue au bruit expérimental. À l'inverse, le niveau *C2* ($m_{SA} / (m_{CV} + m_{RB}) = 0,35$) présente un effet moyen plus faible (0,30),

mais un S/N légèrement plus élevé (25,25 dB), traduisant une meilleure robustesse et une variabilité réduite.

Cette différence peut s'expliquer par la nature du rapport entre la masse de la solution alcaline et la masse du précurseur aluminosilicate solide (facteur *C*, m_{SA} / (m_{CV} + m_{RB})). Lorsque ce facteur est au niveau *C1* (m_{SA} / (m_{CV} + m_{RB}) = 0,275), les mélanges présentent généralement une maniabilité réduite. Une maniabilité plus faible peut entraîner des difficultés à obtenir une bonne homogénéité dans les mélanges, ce qui augmente leur variabilité et peut, par conséquent, diminuer légèrement le rapport S/B. En revanche, au niveau *C2* (m_{SA} / (m_{CV} + m_{RB}) = 0,35), où ce rapport est plus élevé, les mélanges sont plus fluides et homogènes. Cette fluidité facilite une distribution uniforme des composants, réduisant ainsi la variabilité et augmentant le rapport S/B.

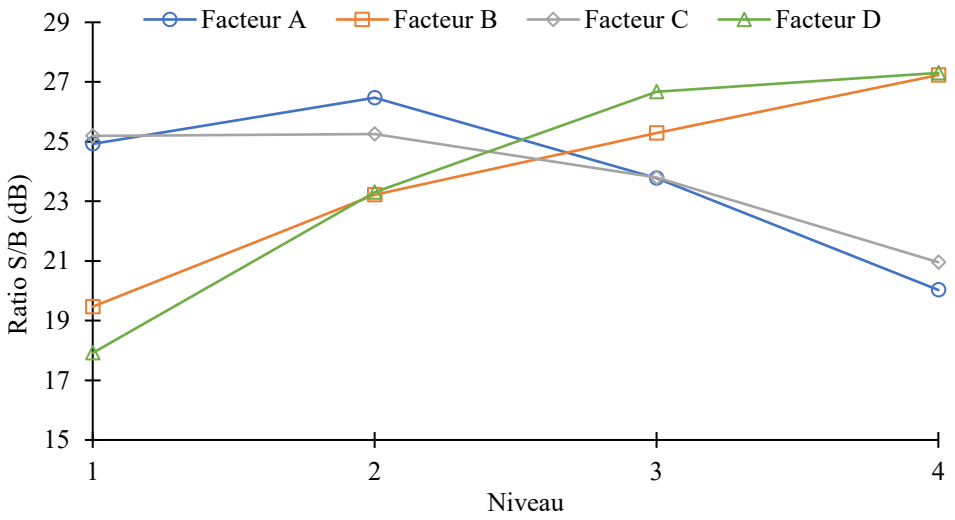


Figure 35 : Rapport signal-bruit (S/B) pour maximiser la résistance à la compression obtenue avec les résultats des mélanges préparées avec le plan de Taguchi

La principale différence entre l'analyse basée sur le rapport S/B et celle des effets des facteurs réside dans leur objectif. L'analyse des effets se concentre sur la contribution moyenne de chaque niveau à la réponse, tandis que le rapport S/B évalue la robustesse en tenant compte de la variabilité induite par le bruit expérimental. Ainsi, pour maximiser la performance moyenne, *C1* serait le choix optimal. En revanche, pour privilégier la stabilité des résultats, c'est-à-dire sélectionner le niveau qui minimise la variabilité et garantit une réponse plus constante et reproductible face aux fluctuations expérimentales, *C2* serait préférable.

Afin de pousser plus loin l'étude, une analyse de la variance a également été effectuée avec l'aide du logiciel Minitab et les résultats obtenus sont présentés au Tableau 22. Dans ce tableau, la valeur de *F* est un indicateur statistique qui mesure le rapport entre la variance expliquée par le modèle (variance entre les groupes) et la variance non expliquée (variance au sein des groupes). Elle permet ainsi de déterminer si les différences observées entre les moyennes des groupes sont significatives ou simplement dues au hasard. La valeur *p* est la probabilité d'obtenir les résultats observés si l'hypothèse nulle est vraie. D'après les résultats obtenus, les quatre facteurs étudiés ont un effet statistiquement significatif sur la réponse, car leurs valeurs de *p* sont inférieures à 0,05. Cela confirme que varier les niveaux de ces facteurs influence la réponse mesurée. Les valeurs de *F* obtenus indiquent que le facteur *D*, est le plus influent, suivi par *B*, *A* et enfin *C*, ce qui est en accord avec les intensités des effets des facteurs présentés au Tableau 20. De plus, la valeur de 93,19 % obtenue pour le coefficient de détermination (R^2) indique que le modèle explique la majorité de la variabilité observée dans les données. Avec un écart-type des résidus de 2,83 MPa, cela reflète un faible écart moyen entre les valeurs observées et les valeurs prédites par le modèle. Cet écart-type est d'ailleurs du même ordre de grandeur que la différence de 2,7 MPa observée entre la réponse prédite et la réponse théorique de la formulation de pâte T17. Ces deux résultats confirment ainsi la qualité et la précision du modèle.

Tableau 22 : Analyse de la variance des résistances à la compression des mélanges préparées avec le plan de Taguchi

Facteur		**Valeur de F**	**Valeur de p**
A	m_{RB} / m_{CV}	30,07	0,0000000009
B	m_{SHS} / $m_{Na2SiO3}$	37,02	0,0000000001
C	m_{SA} / (m_{CV} + m_{RB})	15,35	0,0000015412
D	M_{NaOH}	77,26	0,0000000000
R^2		93,19%	
Écart-type des résidus		2,83 MPa	

Le diagramme Q-Q (Quantile-Quantile) des résidus, présenté à la Figure 36, constitue un outil essentiel pour évaluer la validité de l'hypothèse de normalité dans le cadre de l'analyse ANOVA et du modèle de régression associés au plan de Taguchi (présenté à l'équation (22)). Ce graphique compare les quantiles empiriques des résidus aux quantiles théoriques d'une distribution normale. Dans la Figure 36, chaque point bleu correspond à un résidu individuel (c'est-à-dire la différence entre la valeur observée et la valeur prédite par le modèle) positionné en fonction de son pourcentage cumulatif dans la distribution empirique des résidus, de 1 % à 99 %. Cette représentation permet de visualiser, pour chaque résidu, la proportion cumulée des résidus mesurés qui lui sont inférieurs ou égaux. Lorsque les résidus suivent une distribution normale, les points s'alignent approximativement sur la droite de référence (en rouge dans la Figure 36), qui représente le comportement attendu en cas de normalité parfaite. Il est observé à la Figure 31 que les points sont globalement répartis autour de cette droite, avec un nombre quasi équivalent de points situés au-dessus et en dessous de la ligne théorique. Cette configuration indique que les résidus présentent une distribution proche de la normalité, ce qui confirme la validité de l'ANOVA et la robustesse du modèle de régression présenté à l'équation (22). Par ailleurs, les écarts entre les quantiles empiriques et la droite de normalité demeurent faibles, majoritairement inférieurs à 10 %, y compris aux extrémités du graphique où les déviations sont habituellement les plus marquées. L'absence de distorsions importantes, telles que des queues lourdes, suggère que les effets des facteurs étudiés sont correctement capturés. Les queues lourdes se manifestent lorsque les points situés aux extrémités du diagramme Q-Q s'écartent fortement de la droite de référence, traduisant la présence de valeurs extrêmes plus fréquentes ou plus intenses que ce que prévoirait une distribution normale.

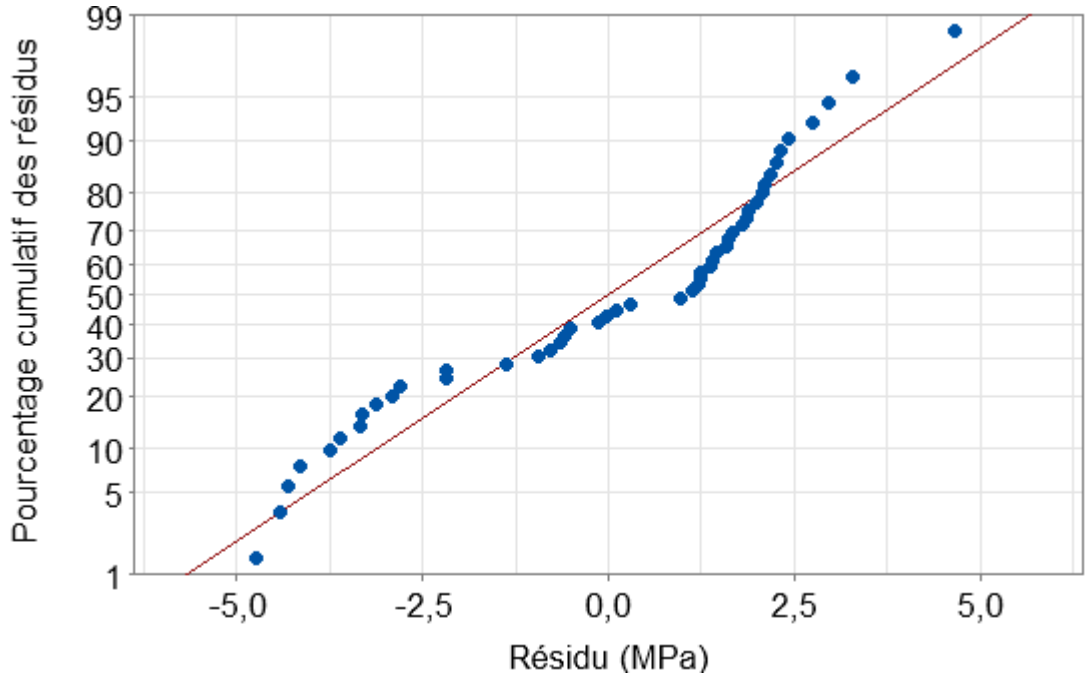


Figure 36 : Diagramme Q-Q des résultats de résistance à la compression après 24 heures des mélanges préparés avec le plan de Taguchi

$f'_{c,24h} = 18{,}487 + 2{,}95A_1 + 4{,}54A_2 - 2{,}53A_3 - 4{,}96A_4 - 6{,}39B_1 - 0{,}43B_2 + 1{,}19B_3 + 5{,}64B_4 + 3{,}76C_1 + 0{,}30C_2 + 0{,}01C_3 - 4{,}07C_4 - 9{,}93D_1 - 0{,}49D_2 + 4{,}27D_3 + 6{,}15D_4$	(22)

4.1.3 Prédiction de la résistance à la compression

Pour valider le modèle développé à partir du plan de Taguchi pour prédire la résistance à la compression du liant géopolymère, les résistances des mélanges développés pour le plan factoriel complet ont été utilisés. Inversement, les résistances des mélanges développés pour le plan de Taguchi ont été utilisés pour t valider le modèle basé sur le plan factoriel complet. Les Figures 37 et 38 et le Tableau 23 comparent les résistances à la compression, f'_c, prédites avec les deux modèles à la moyenne des résistances obtenues expérimentalement pour chacun des mélanges.

Il est possible de remarquer que l'effet des interactions a influencé négativement la précision des résistances à la compression. Pour les deux modèles, lorsque l'effet des interactions est pris en compte, le coefficient de détermination (R^2) obtenu est négatif et la moyenne des écarts absolus par rapport aux résistances observées en laboratoire est de 7,6 MPa et de 6,7 MPa pour le plan factoriel complet et le plan de Taguchi, respectivement. Un

coefficient de détermination négatif (R^2) indique alors que le modèle avec les interactions est moins performant qu'un modèle qui prédit simplement la moyenne des données.

Lorsque l'effet des interactions n'est pas pris en compte, les deux modèles présentent des moyennes d'écart négatives, indiquant ainsi que ces modèles sous-estiment la résistance à la compression, résultant en une prédiction conservatrice. Bien que la moyenne des écarts soit similaire pour les deux modèles, l'écart absolu maximal obtenu avec le plan de Taguchi correspond à 52,98 % de celui obtenu avec le plan factoriel complet.

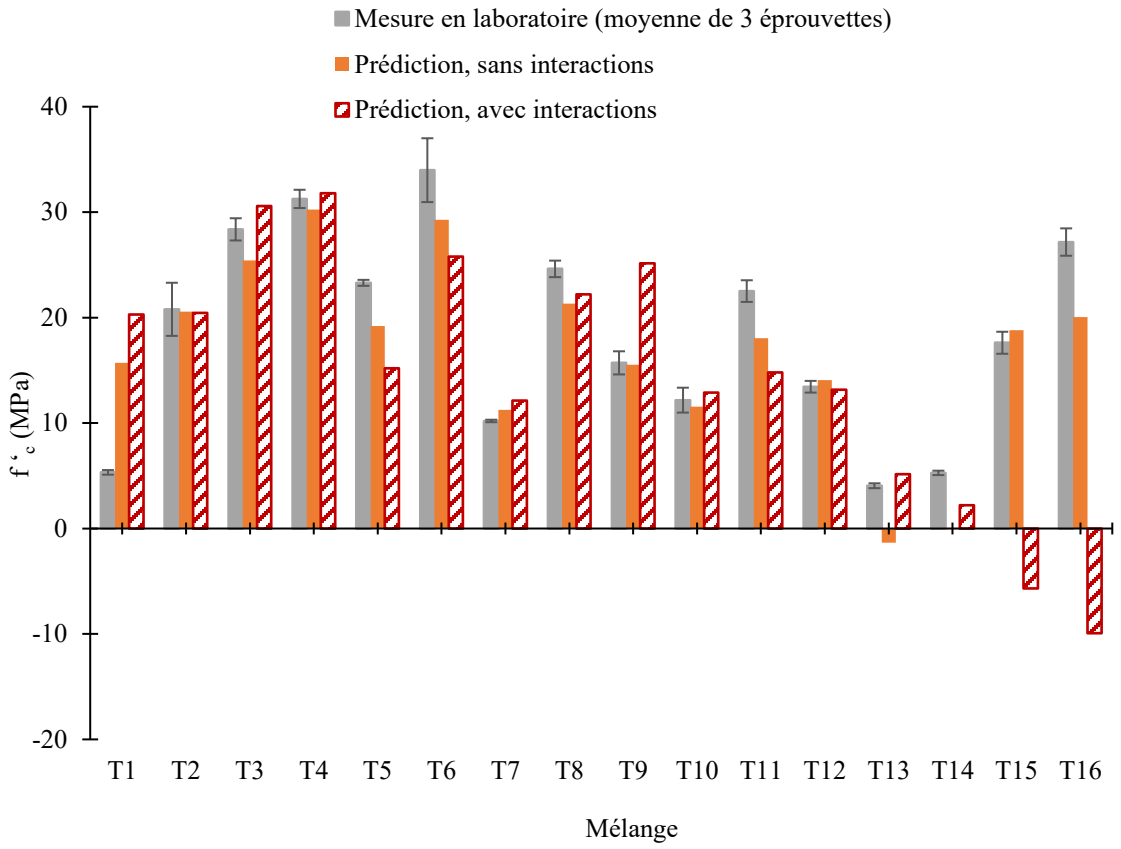


Figure 37 : Prédiction des résistances à la compression des mélanges de pâte géopolymère effectué à partir des effets calculés avec le plan factoriel complet

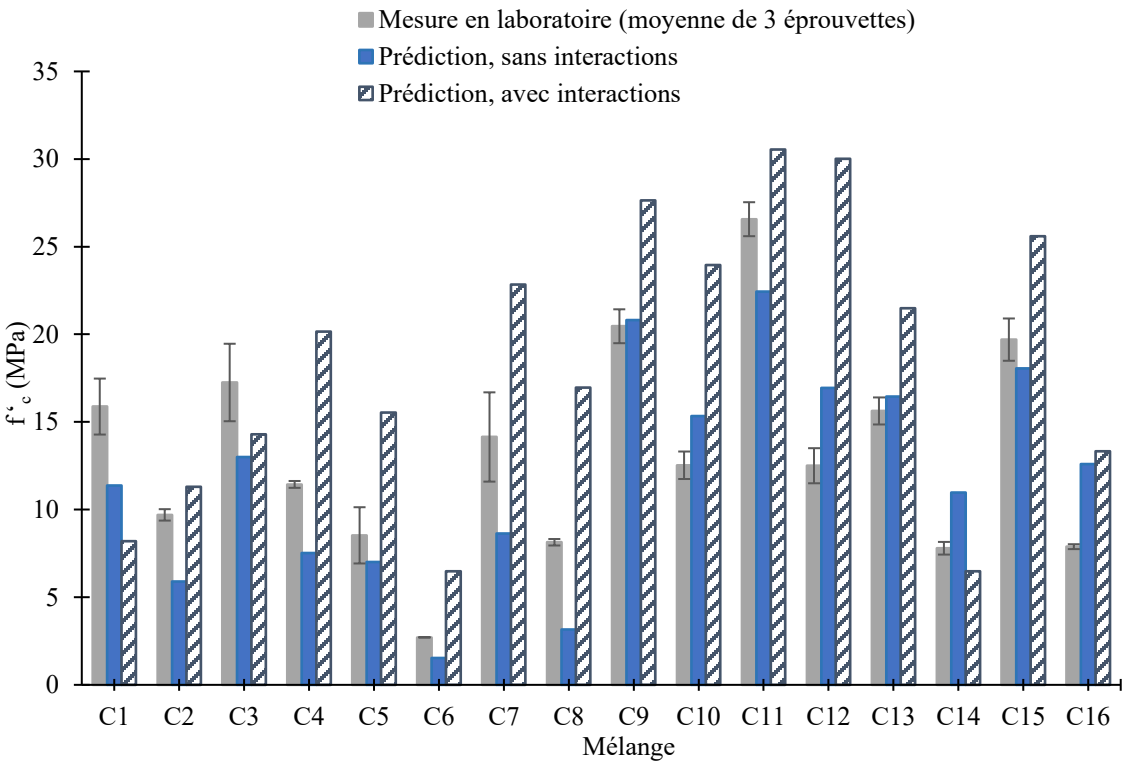


Figure 38 : Prédiction des résistances à la compression des mélanges de pâte géopolymère effectué à partir des effets calculés avec le plan de Taguchi

Tableau 23 : Paramètres descriptifs de l'exactitude des deux modèles de prédiction de résistance à la compression des pâtes géopolymères

	Prédiction avec le plan factoriel complet		**Prédiction avec le plan de Taguchi**	
	Sans interaction	**Avec interaction**	**Sans interaction**	**Avec interaction**
Moyenne des écarts (MPa)	-1,6	-3,7	-1,2	5,3
Écart maximal absolu (MPa)	10,4	37,1	5,5	17,5
Moyenne des écarts absolus (MPa)	3,3	7,6	3,2	6,7
R^2	0,779	-0,806	0,612	-0,809

Bien que la prédiction de la résistance à la compression à l'aide du modèle basé sur le plan factoriel complet extrapole les niveaux utilisés, ces prédictions demeurent très près des résultats obtenus. Comme le témoignent les résultats présentés en Figure 37, il a été observé que les écarts tendent à augmenter lorsque le précurseur solide est constitué de 70%

de résidu de bauxite (niveau intermédiaire entre les mélanges T13 et T16). Pour un précurseur composé de 20% à 60% de résidu de bauxite (m_{RB} / m_{CV} entre 0,25 et 0,667), (mélanges T1 à T12), le modèle basé sur le plan factoriel complet prédit relativement bien la résistance à la compression.

À partir du modèle développé à l'aide du plan de Taguchi, les formulations T17, T18 et T19 ont été élaborées dans le but de maximiser respectivement la résistance à la compression (T17), la teneur en résidu de bauxite (T18) et la maniabilité à l'état frais, tout en maintenant une résistance à la compression cible de 20 MPa (T19). Les facteurs utilisés pour ces formulations sont présentés au Tableau 24.

Tableau 24 : Formulations T17, T18 et T19

Facteurs testés			**T17**	**T18**	**T19**
A	Masse de cendre volante / Masse de résidu de bauxite	m_{RB} / m_{CV}	0,667	1,500	0,667
B	Masse solution d'hydroxyde de sodium / Masse silicate de sodium	m_{SHS} / $m_{Na2SiO3}$	0,500	0,400	0,5
C	Masse solution alcaline / Masse précurseur aluminosilicate solide	m_{SA} / (m_{CV} + m_{RB})	0,275	0,388	0,425
D	Concentration molaire de la solution d'hydroxyde de sodium	M_{NaOH}	20	20	17

La moyenne des résistances à la compression obtenue en laboratoire pour les mélanges T17, T18 et T19, ainsi que les prédictions avec modèles basés sur les plans complets et de Taguchi sont présentés à la Figure 39. Les résultats montrent que les écarts absolus moyens sont généralement inférieurs à 5 MPa, tel que présenté à la Figure 40, à l'exception de la prédiction avec Taguchi avec l'effet des interactions qui présente un écart d'environ 10 MPa. Pour ces trois mélanges spécifiquement, les résultats obtenus à la Figure 40 montrent que les prédictions obtenues avec le modèle basé sur le plan factoriel complet avec prise en compte des interactions permettent d'obtenir les écarts absolus les plus petits. En revanche, les prédictions obtenues avec le modèle basé sur le plan de Taguchi avec prise en compte des interactions présentent des écarts absolus plus élevés. Cette observation laisse donc à penser que le plan de Taguchi semble être moins adapté pour capturer les effets réels des facteurs et de leurs interactions pour les mélanges à l'étude. Les deux modèles sans les

interactions ont, quant-à-eux, tous deux permis de prédire adéquatement la résistance à la compression des mélanges testés.

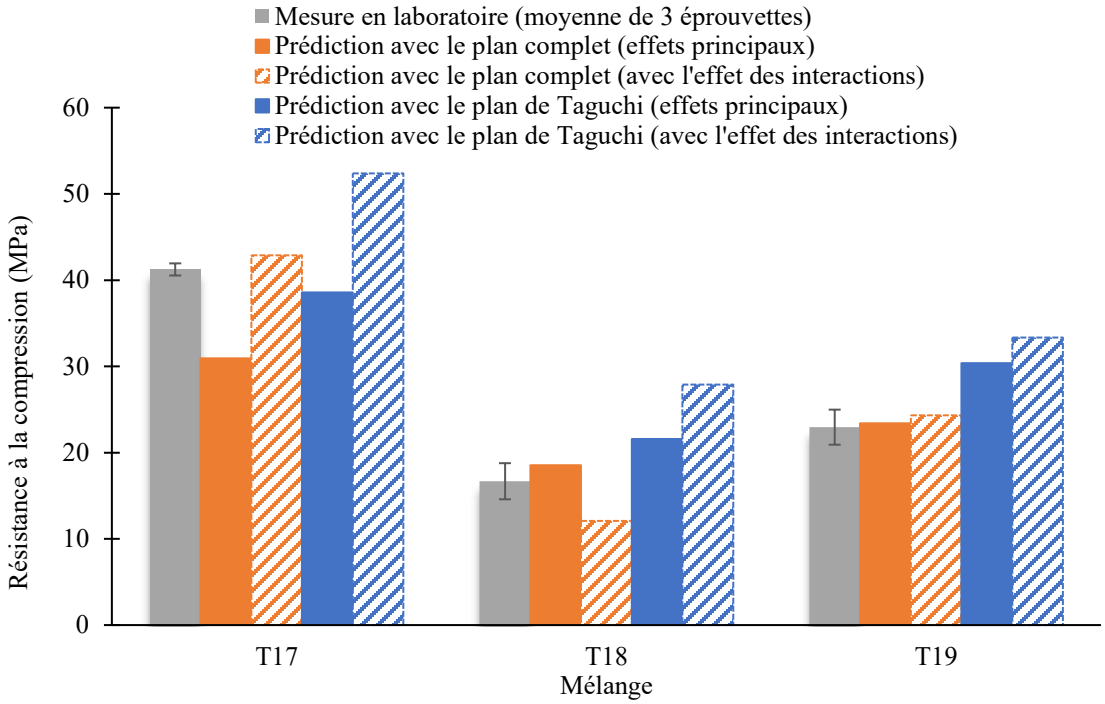


Figure 39 : Résistance à la compression obtenue en laboratoire pour les mélanges T17, T18 et T19, ainsi que les prédictions avec les plans complet et de Taguchi

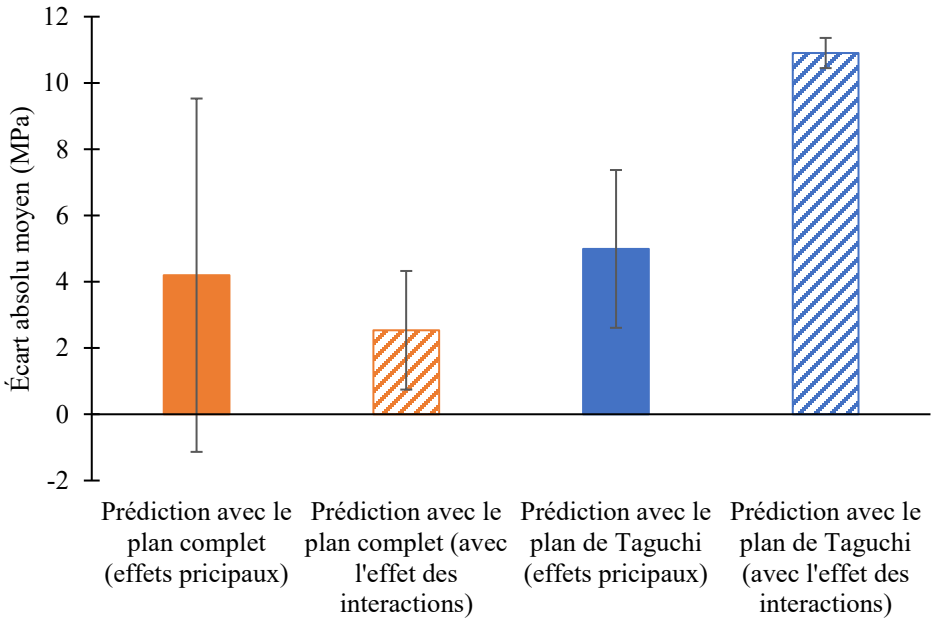


Figure 40 : Écarts absolus moyens obtenus pour les prédictions de résistance à la compression pour les mélanges T17, T18 et T19

Ce résultat peut directement s'expliquer par les bornes utilisées pour définir les modèles. En effet, les mélanges T1 à T16 contiennent des facteurs à des niveaux qui dépassent les limites utilisées pour définir le modèle basé sur le plan factoriel complet. Aussi, les effets principaux suivent une relation linéaire entre les facteurs et la réponse. L'intégration des effets des interactions dans le modèle permet donc généralement de bien représenter les effets complexes résultant de la combinaison des facteurs à l'intérieur des bornes du plan d'expérience. Cependant, en dehors de ces bornes, la fiabilité des prédictions diminue puisque le comportement des interactions peut varier de manière non linéaire. Par conséquent, lors de l'extrapolation au-delà des niveaux expérimentaux, un modèle basé uniquement sur les effets principaux peut fournir des prédictions plus fiables, car ces effets traduisent des tendances générales du système. Cela suggère que le comportement en dehors des niveaux du plan factoriel complet, ainsi qu'entre les niveaux du plan de Taguchi, serait mieux représenté par une tendance linéaire (calculé avec les effets principaux).

4.2 Rhéologie des pâtes à l'état frais

4.2.1 Évaluation de la contrainte de seuil

La Figure 41 présente la contrainte de seuil de cisaillement (τ_0) obtenue pour les pâtes géopolymères à l'état frais préparées avec le plan de Taguchi (T1 à T16). La Figure 42 regroupe les effets des différents facteurs sur la contrainte de seuil de cisaillement, allant de 9,0 Pa (T4) à 1896,0 Pa (T16) pour les différents facteurs et niveaux analysés.

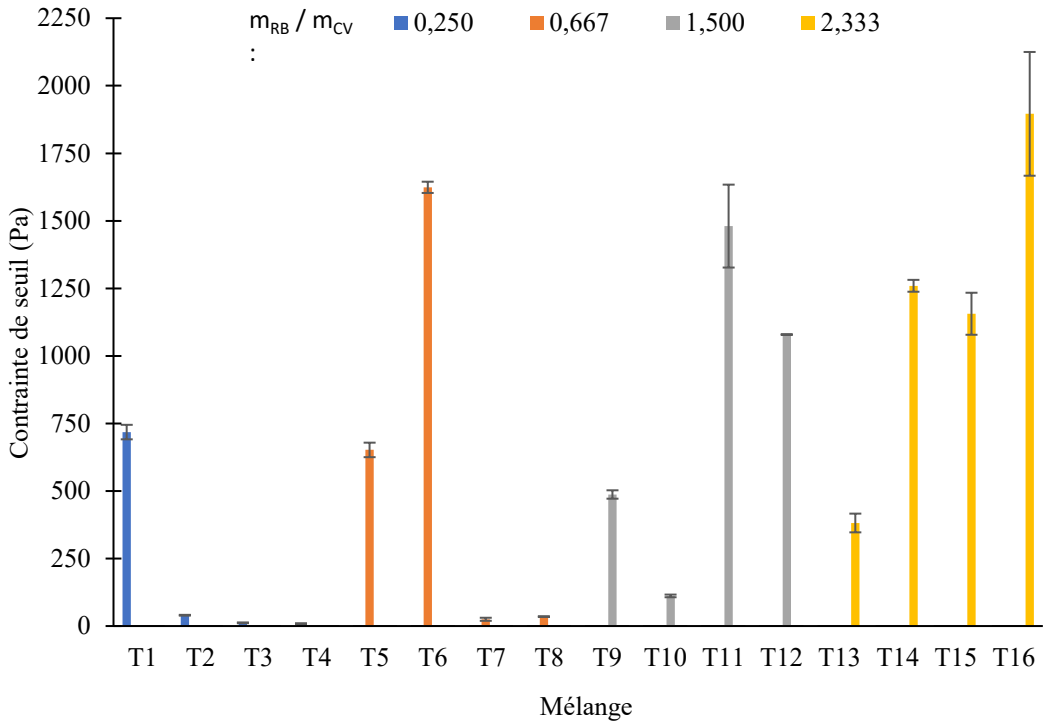


Figure 41 : Contrainte de seuil obtenue pour les pâtes géopolymères préparées avec le plan de Taguchi

D'après la Figure 42, il peut être observé que l'effet du rapport entre la masse de solution alcaline et la masse de matériau précurseur (facteur *C*, m_{SA} / (m_{CV} + m_{RB})) semble être le plus significatif. Ce facteur est directement lié à la fraction d'eau dans le mélange, c'est-à-dire que le rapport eau/solide augmente avec l'augmentation du rapport m_{SA} / (m_{CV} + m_{RB}). En augmentant le rapport eau/solides dans une pâte de géopolymère, une diminution de la contrainte de seuil est ainsi observée. L'augmentation de la quantité d'eau entraîne une réduction de la concentration en particules solides, diminuant ainsi les interactions et les frictions entre celles-ci, rendant alors la pâte plus facile à déformer. De plus, une plus grande quantité d'eau améliore la lubrification entre les particules, facilitant ainsi leur mouvement relatif.

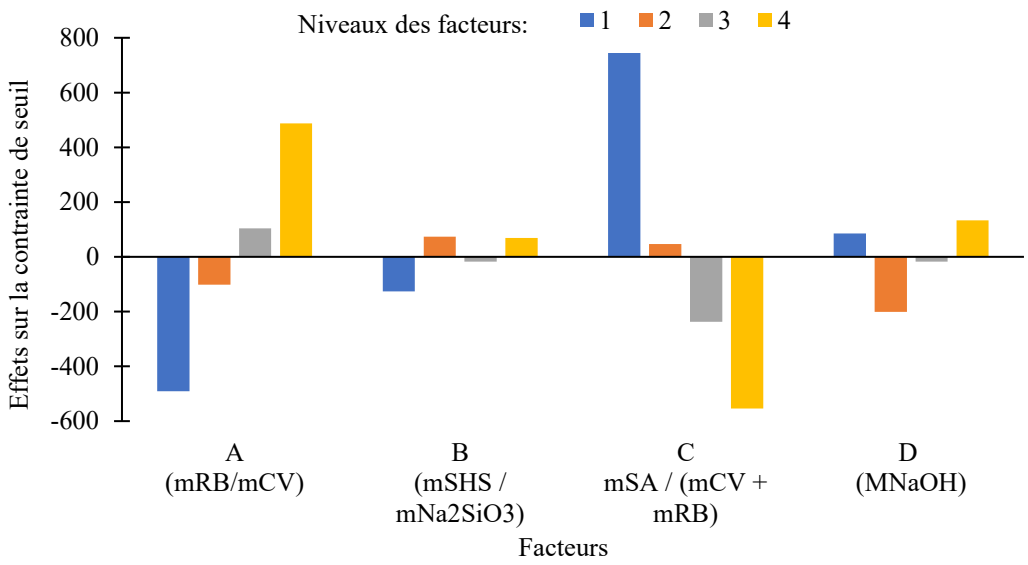


Figure 42 : Effets des facteurs A, B, C et D sur la contrainte de seuil, obtenus avec le plan de Taguchi

Pour ce qui est du rapport entre la masse de résidu de bauxite et la masse de cendre volante présenté à la Figure 42 (facteur *A*, m_{RB} / m_{CV}), il peut être observé que son influence sur la contrainte de seuil arrive en second rang, derrière le rapport $m_{SA} / (m_{CV} + m_{RB})$. Il peut aussi être constaté qu'une augmentation du rapport m_{RB} / m_{CV} conduit à une augmentation de la contrainte de seuil. Ce comportement peut être expliqué par la forme et la texture des particules de la cendre volante et du résidu de bauxite, tel que présenté ultérieurement à la section 5.6.1. Les particules de cendre volante sont généralement sphériques et ont une surface lisse, ce qui favorise leur roulement les unes sur les autres. Cette forme et cette texture réduisent la friction entre les particules, facilitant leur mouvement relatif, permettant une déformation plus facile de la pâte. De plus, le résidu de bauxite présente une taille de particules plus fine que celle des cendres volantes (voir Figures 100 et 101 à la section 5.6.1), ce qui se traduit par une surface spécifique plus élevée. Cette dernière accroît la quantité de solution alcaline nécessaire pour assurer le mouillage des particules, réduisant ainsi le volume de liquide libre disponible pour la lubrification de la pâte. En conséquence, la cendre volante produit une contrainte de seuil plus faible. À l'inverse, les particules du résidu de bauxite ont des formes irrégulières et présentent des surfaces rugueuses. Cela rend leur mouvement relatif plus difficile en raison de la friction entre les particules, rendant ainsi leur déformation plus difficile et donnant également lieu à une contrainte de seuil plus élevée.

Bien que les effets des facteurs *A* et *C* sur la contrainte de seuil présentent une tendance claire pour les niveaux étudiés, ceux des facteurs *B* (m_{SHS} / $m_{Na2SiO3}$) et *D* (M_{NaOH}) sont beaucoup moins significatifs, avec des valeurs proches de zéro qui oscillent entre des effets légèrement négatifs et légèrement positifs.

4.2.2 Analyse statistique

La Figure 43 présente le rapport signal sur bruit, S/B, calculé selon la stratégie « plus faible est mieux » découlant de l'équation (8). Cette approche indique que des valeurs de S/B plus faibles sont préférables pour assurer la stabilité des résultats. Comme pour les effets, les rapports m_{RB} / m_{CV} et m_{SA} / (m_{CV} + m_{RB}) (facteurs *A* et *C*) sont les plus significatifs sur les S/B. Le rapport m_{RB} / m_{CV} et m_{SA} (facteur *A*) présente une tendance décroissante, ce qui suggère que la variabilité des résultats diminue à mesure que le la teneur en résidu de bauxite augmente. Le rapport entre la masse de cendre volante et celle des précurseurs (m_{SA} / (m_{CV} + m_{RB}), facteur *C*), quant à lui, présente une tendance croissante, ce qui indique que la variabilité des résultats augmente à mesure que la teneur en solution alcaline dans le mélange augmente. Finalement, la variation du rapport S/B du rapport m_{SHS} / $m_{Na2SiO3}$ et de la concentration M_{NaOH} (facteur *B* et *D*) est moins marquée que les facteurs *A* et *C*, suggérant une influence moindre des facteurs *B* et *D* sur la variabilité des résultats.

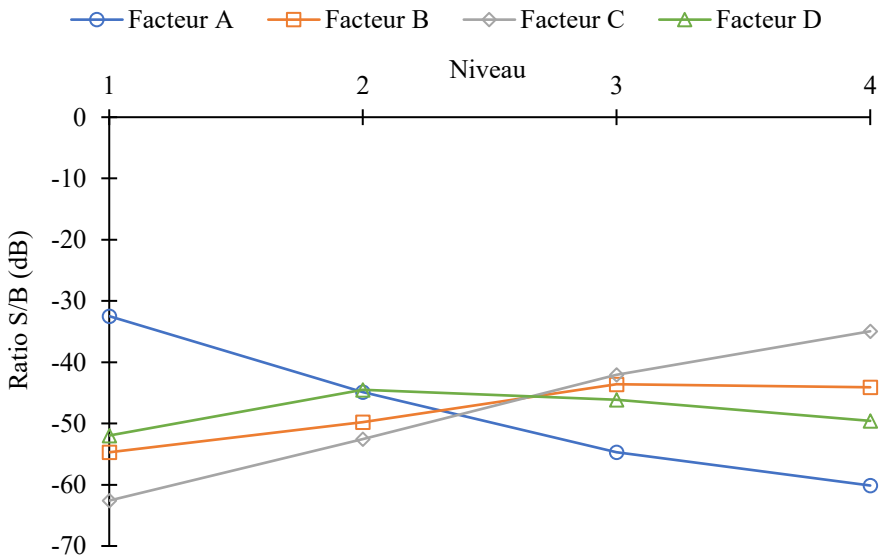


Figure 43 : Rapport signal-bruit pour minimiser la contrainte de seuil obtenue pour les résultats des mélanges préparés avec le plan de Taguchi

Les résultats de l'analyse de la variance sont présentés au Tableau 25. D'après les résultats obtenus, les facteurs *A*, *C* et *D* présentent des valeurs de *p* inférieures à 0,05,

indiquant qu'ils ont un effet statistiquement significatif sur la réponse. Ceci n'est pas le cas pour le facteur *B* qui présente une valeur de *p* supérieure à 0,05, indiquant son effet non significatif sur la réponse étudiée. Cependant, bien que le facteur *D* soit statistiquement significatif, sa valeur de *F* est relativement faible et se rapproche de celle du facteur *B*. À l'inverse, les facteurs *A* et *C* affichent des valeurs de *F* plus élevées, et par conséquent ces derniers semblent avoir un effet beaucoup plus prononcé sur la contrainte de seuil. Ces observations permettent de conclure que, parmi les facteurs significatifs, *D* a un impact mineur comparé à *A* et *C*.

Tableau 25 : Analyse de la variance des contraintes de seuil des mélanges préparées avec le plan de Taguchi

Facteur		**Valeur de F**	**Valeur de p**
A	m_{RB} / m_{CV}	37,68	0,0000000338
B	m_{SHS} / $m_{Na2SiO3}$	2,00	0,1481457271
C	m_{SA} / (m_{CV} + m_{RB})	69,46	0,0000000002
D	M_{NaOH}	5,00	0,0101140529
R^2		94,74%	
Écart-type des résidus		188,03 (Pa)	

La Figure 44 présente le diagramme Q-Q obtenu pour l'analyse de la variance réalisée sur les mélanges issus du plan de Taguchi. Les résidus observés (points bleus) se répartissent globalement autour de la droite de référence (en rouge), laquelle représente le comportement attendu en cas de normalité parfaite. Les points se distribuent avec un nombre quasi équivalent de résidus situés au-dessus et au-dessous de cette droite, et les écarts entre les quantiles empiriques et les quantiles théoriques demeurent faibles, majoritairement inférieurs à 10 %. Par ailleurs, l'absence d'écarts supérieurs à 10 % aux extrémités du diagramme le long de l'axe des abscisses (queues lourdes), suggère que les valeurs extrêmes sont conformes à ce qui est attendu sous l'hypothèse de normalité. Cela suggère que les effets des facteurs étudiés (présentés à l'équation (23)) ont été correctement capturés par le modèle basé sur le plan de Taguchi, ce qui est également appuyé par le, le coefficient de détermination, R^2, de 94,74 % et l'écart-type des résidus de 188,03 Pa présentés au Tableau 25.

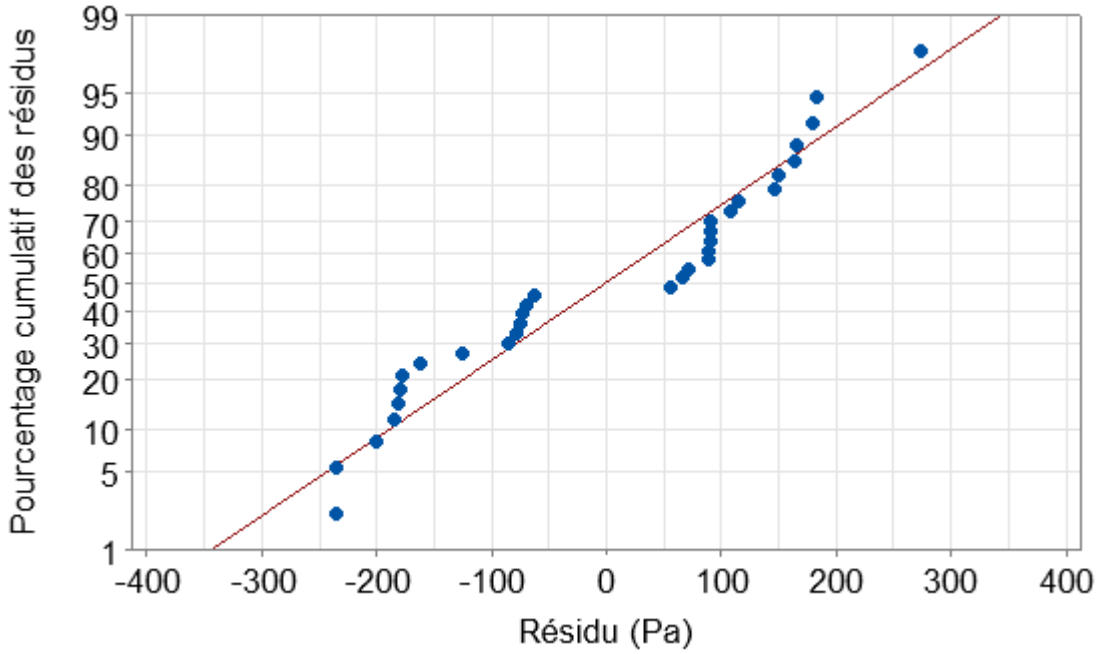


Figure 44 : Diagramme Q-Q des résultats de contrainte de seuil des mélanges préparés avec le plan de Taguchi

$\tau_0 = 685{,}8 - 491{,}0A_1 - 100{,}2A_2 + 103{,}7A_3 + 487{,}5A_4 - 126{,}1B_1 + 74{,}5B_2 - 17{,}4B_3 + 69{,}0B_4 + 745{,}4C_1 + 46{,}0C_2 - 237{,}4C_3 - 554{,}0C_4 + 84{,}6D_1 - 201{,}5D_2 - 17{,}9D_3 + 134{,}8D_4$	(23)

4.2.3 Prédiction de la contrainte de seuil

Le modèle de prédiction de la contrainte seuil donné par l'équation (19) et basé sur le plan de Taguchi (mélanges de pâte T1 à T16) a été utilisé pour prédire la contrainte de seuil des pâtes T17, T18 et T19. La Figure 45 compare la contrainte de seuil obtenue en laboratoire pour ces trois pâtes aux prédictions du modèle basé sur le plan de Taguchi. Il peut être observé que la contrainte de seuil est mieux prédite par le modèle lorsque l'effet des interactions n'est pas considéré. Il peut également être remarqué que le modèle surestime légèrement la contrainte de seuil pour les trois formulations testées.

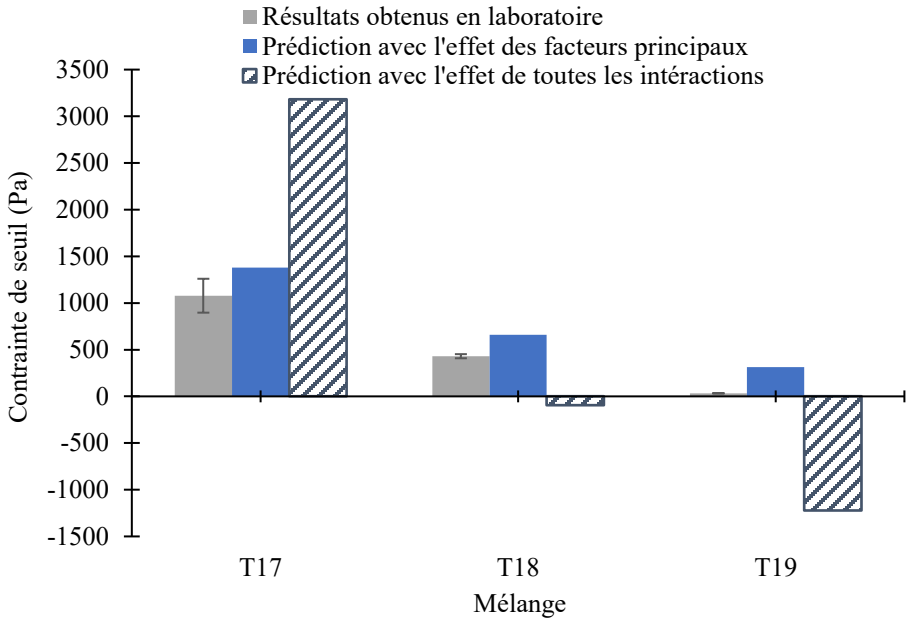


Figure 45 : Comparaison entre la contrainte de seuil moyenne obtenue en laboratoire et prédite par le modèle basé sur le plan de Taguchi, avec et sans les effets d'interactions, pour les pâtes T17, T18 et T19

La Figure 46 présente les écarts et erreurs de prédiction obtenus pour les pâtes T17, T18 et T19, lorsque seulement des effets des facteurs principaux ont été considérés. Un écart absolu moyen de 270,10 Pa, avec un écart-type de 36,93 Pa, a été constaté pour les prédictions utilisant les effets calculés. Cet écart devient particulièrement significatif pour la pâte T19 : le modèle prédit une contrainte de seuil de 312,20 Pa, alors que les essais en laboratoire ont donné une valeur de 32,70 Pa (± 1,53 Pa). À l'inverse, l'écart le moins important est observé pour la pâte T17, pour laquelle le modèle prédit 1380,13 Pa, tandis que la valeur mesurée est de 1078,00 Pa (± 181,53 Pa).

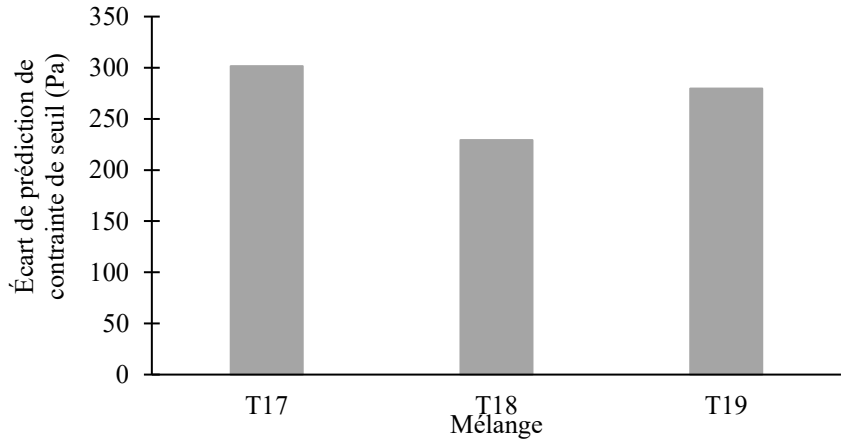


Figure 46 : Écart absolu entre la contrainte de seuil moyenne mesurée en laboratoire et celle prédite par le modèle basé sur le plan de Taguchi, pour les pâtes T17, T18 et T19

4.3 Conductivité électrique des pâtes géopolymères

La conductivité électrique mesurée 7 jours après fabrication des mélanges de pâte préparée avec le plan factoriel complet est présentée à la Figure 47. La Figure 48 présente quant-à-elle les effets des facteurs sur la conductivité électrique à 7 jours d'âge obtenus pour une tension appliquée de 30 V et 120 V. Il peut être observé que tous les mélanges présentent des conductivités électriques initiales (à 7 jours) supérieures à 1 mS/cm pour une tension appliquée de 120 V, ce qui représente une conductivité initiale suffisante pour la production d'un revêtement chauffant, selon des résultats de recherches antérieures(Seixas, 2021).

Après 7 jours (entre 7 et 28 jours), il a été possible d'observer l'apparition de fissures à la surface des éprouvettes de pâtes à l'étude. Il a donc été décidé de ne pas poursuivre la mesure de la conductivité électrique puisque les valeurs obtenues n'auraient plus été représentatives du matériau en lui-même, en raison de la grande influence des fissures sur la conductivité. Cette fissuration au jeune âge a également été observée par Davidovits (Davidovits, 2020), pour des mélanges de pâtes seuls. Ce dernier a cependant pu limiter cette fissuration en incorporant des granulats au mélange.

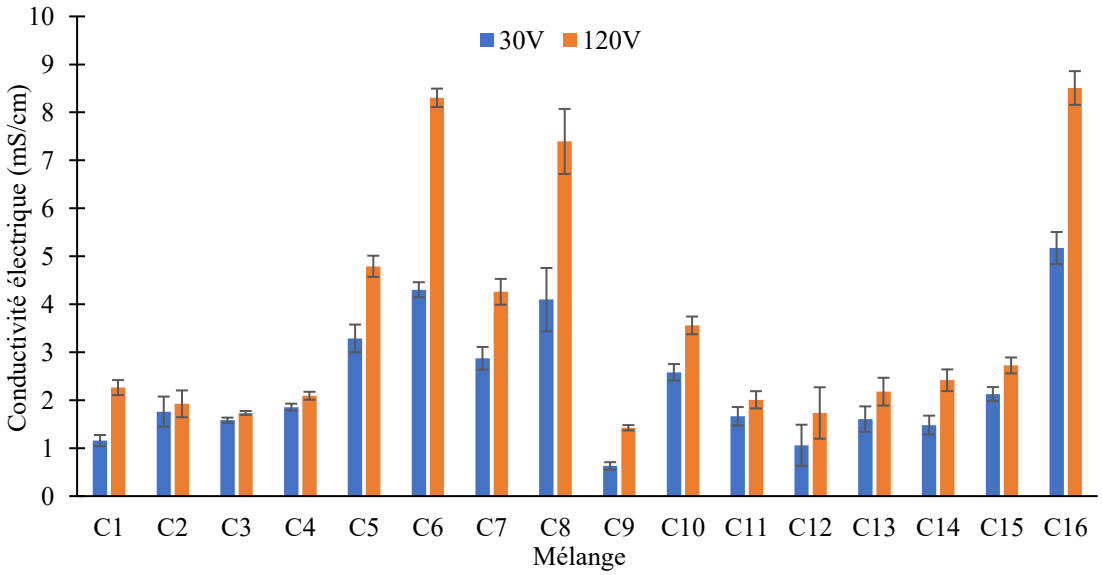


Figure 47 : Conductivité électrique à 7 jours pour les pâtes produites avec le plan factoriel complet

D'après les résultats de la Figure 48, l'effet a_C (l'effet du facteur C défini comme le rapport entre la masse de la solution alcaline celle des précurseurs aluminosilicate) est le plus influent sur la conductivité électrique, indépendamment de la tension appliquée. Cet effet peut s'expliquer par la plus grande quantité des ions disponibles dans la matrice découlant

de l'augmentation de la quantité de solution alcaline dans le mélange, ce qui favorise la conductivité ionique.

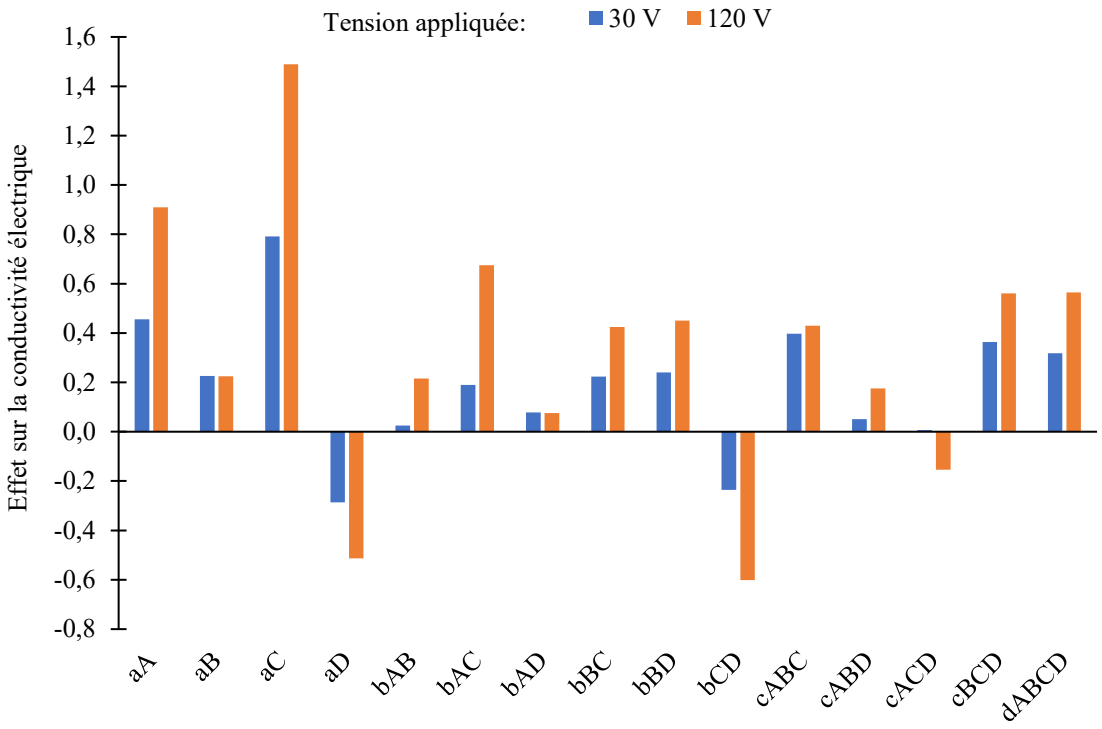


Figure 48 : Effets sur la conductivité électrique après 7 jours pour des tensions appliquées de 30 V et 120 V obtenus avec le plan factoriel complet

Également, il peut être observé à la Figure 48 que l'effet a_A du rapport m_{RB}/m_{CV} (facteur A) est le deuxième facteur le plus influent. Ainsi, à mesure que la teneur en résidu de bauxite augmente, la conductivité électrique augmente. Cet effet peut s'expliquer par la composition chimique et minéralogique des précurseurs employés, qui assure une meilleure conductivité électrique au résidu de bauxite que la cendre volante. La cendre volante est principalement composée de silicium, d'aluminium et d'oxygène, formant des structures telles que les feldspaths et la kaolinite. Ces matériaux sont connus pour leurs propriétés isolantes (Ekpunobi et al., 2021; Manjang et al., 2015). Le résidu de bauxite contient du sel de sodium et de l'hématite dans sa composition. Le sel de sodium permet d'améliorer la conductivité ionique dans le mélange, tandis que l'hématite, minéral considéré comme semiconducteur (Chirita et al., 2009; Gomaa, 2020) permet d'accroître la conductivité électronique en permettant un certain mouvement des électrons.

Il est également observé que, pour ces deux facteurs les plus significatifs (*A* et *C*), les effets sur la conductivité électrique sont plus forts lorsque la tension appliquée est de 120 V, comparativement aux résultats obtenus sous 30 V (Figure 48). Ce comportement s'explique par la relation non linéaire entre la tension appliquée et la conductivité électrique. Cela peut être observé à la Figure 49, qui présente la courbe typique de conductivité électrique en fonction de la tension appliquée, obtenue avec la formulation *C6*, laquelle illustre de manière représentative ce comportement. En effet, la conductivité d'un mélange de béton durci augmente généralement avec la tension appliquée, ce qui peut s'observer par une relation quasi linéaire entre la conductivité et la tension jusqu'à un certain seuil, au-delà duquel la conductivité croît de manière exponentielle (voir section 2.7.1). Dans le cas de la pâte géopolymère étudiée, la conductivité électrique des échantillons se situe encore dans cette zone linéaire et demeure relativement faible lorsque la tension est de 30 V, ce qui produit un effet des facteurs *A* et *C* plus faible. En revanche, à 120 V, les échantillons atteignent la zone non linéaire, caractérisée par une augmentation rapide de la conductivité. Ainsi, l'intensification de la conductivité à des niveaux de tension plus élevés explique l'amplification des effets observés pour les facteurs *A* et *C*.

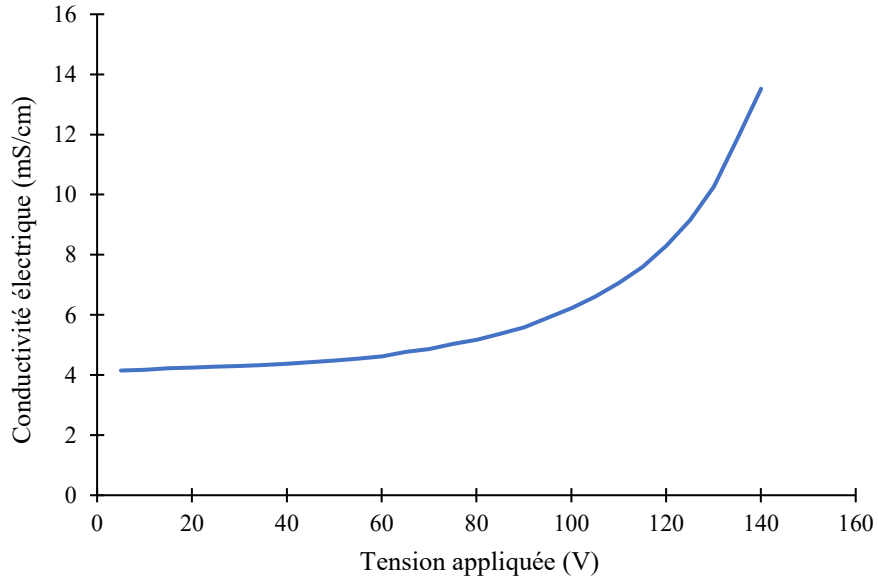


Figure 49: Courbe typique de conductivité électrique en fonction de la tension appliquée, obtenue avec la formulation C6

Toujours d'après les résultats de la Figure 48, les effets a_B et a_D (m_{SHS} / $m_{Na2SiO3}$ et M_{NaOH}) présentent des effets moins significatifs sur la conductivité électrique, mais leur

influence semble être plus marquée lorsqu'ils sont combinés avec le dosage relatif des constituants du précurseur (facteur *A*, m_{RB} / m_{CV}) et le dosage relatif en solution alcaline (facteur *C*, m_{SA} / (m_{CV} + m_{RB})), tels que l'indique les effets des interactions b_{BC}, b_{BD}, b_{CD}, c_{ABC} et c_{BCD}.

4.4 Analyse minéralogique

4.4.1 Les matières premières

Les résultats de diffraction des rayons X (DRX) de la cendre volante et du résidu de bauxite sont respectivement présentés aux Figures 50 et 51 et les phases minérales correspondantes aux pics détectés sont répertoriées dans le Tableau 26. Parmi les phases cristallines détectées, les principales sources d'aluminium identifiées dans le résidu de bauxite sont la sodalite, la boehmite, l'hydroxyde d'aluminium, le pyrophyllite déshydroxylé ainsi que les silicates-carbonates de sodium et d'aluminium. En revanche, dans la cendre volante, l'aluminium cristallin n'a été observé que sous forme d'anorthite. Le silicium a été détecté sous forme d'anorthite et de larnite dans la cendre volante, ainsi que sous forme de silicate-carbonate de sodium et d'aluminium et de pyrophyllite déshydroxylée dans le résidu de bauxite. Le quartz, ou dioxyde de silicium, a également été identifié dans les deux matières premières analysées. Le quartz est un minéral à structure tétraédrique constitué d'atomes de silicium et d'oxygène, cristallisant dans le système hexagonal. Ainsi il a été observé dans d'autres recherches que sa concentration influence positivement les propriétés mécaniques des géopolymères, en raison de la capacité des particules de quartz à créer des barrières à la propagation des fissures (Burduhos Nergis et al., 2020). En outre, le quartz peut également contribuer au contrôle du retrait de la pâte puisqu'il présente un faible retrait au séchage. Sa faible porosité et sa nature chimiquement stable limitent la perte d'eau, réduisant ainsi la contraction de la matrice cimentaire (Kosmatka, 2011).

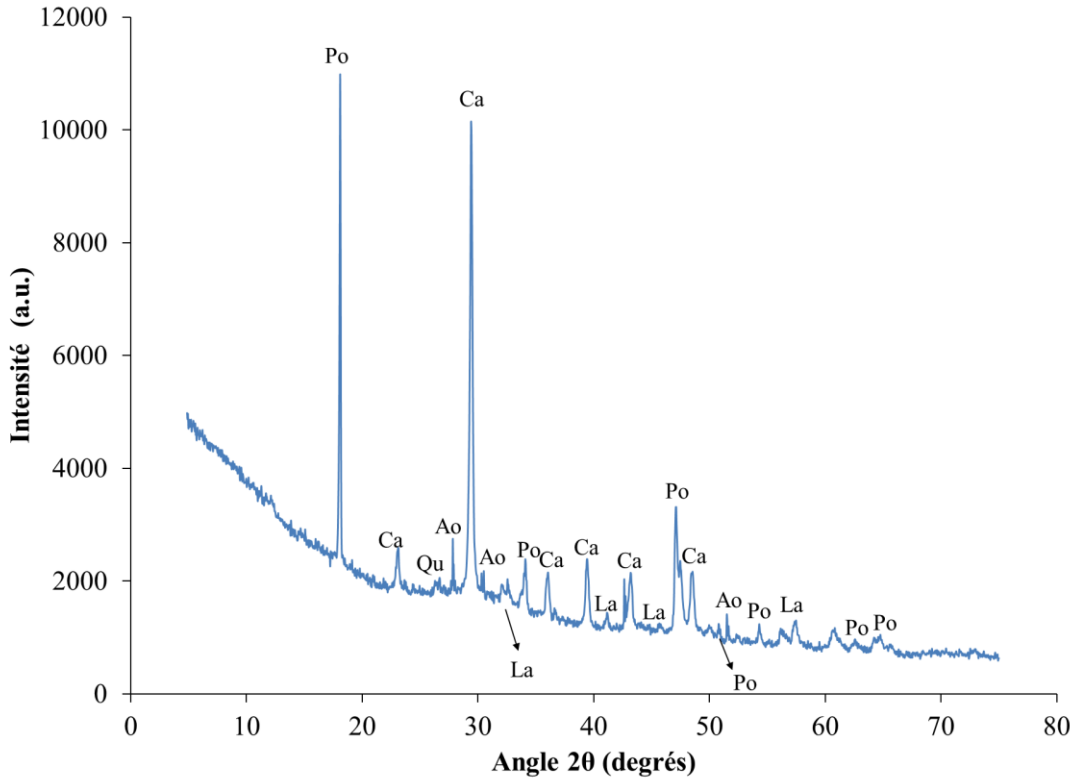


Figure 50 : Résultats de diffraction des rayons X de la cendre volante

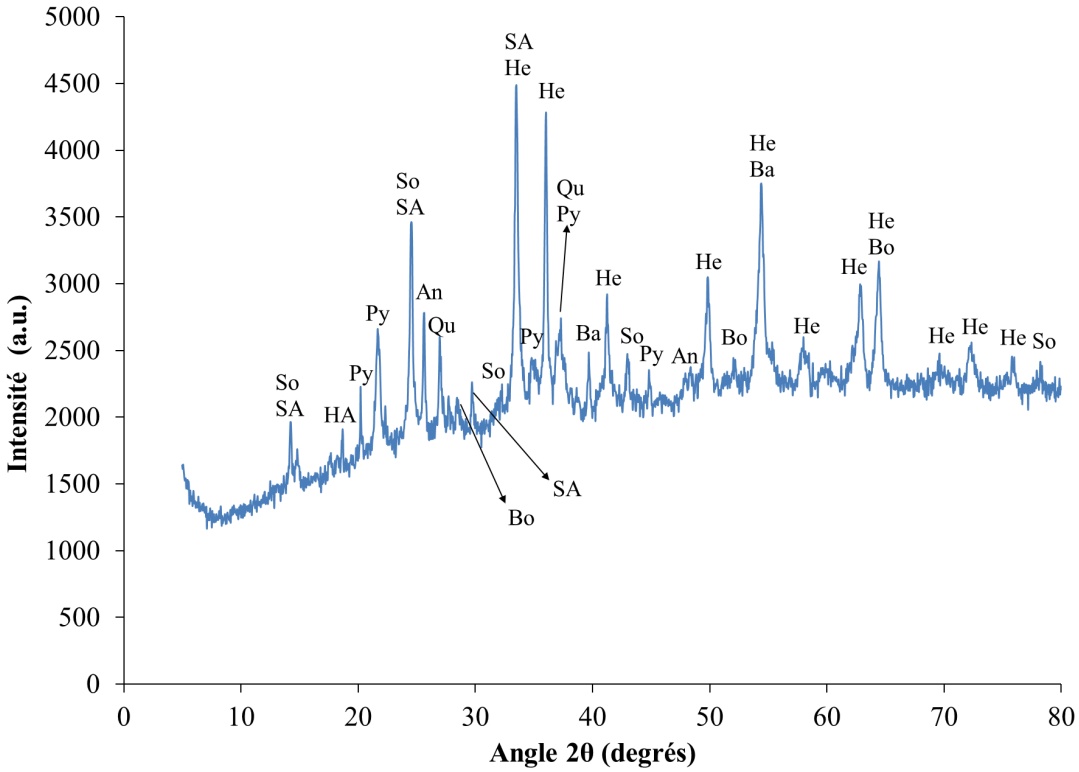


Figure 51 : Résultats de diffraction des rayons X du résidu de bauxite

Tableau 26 : Phases minéralogiques détectées dans la cendre volante et résidu de bauxite

Code	Nom	Formule	Numéro de référence de l'ICDD pdf (International Centre for Diffraction Data, 2026)
Ca	Calcite	$CaCO_3$	00-066-0867
Po	Portlandite	$Ca(OH)_2$	04-027-5594
Qu	Quartz	SiO_2	04005-4718
Ao	Anorthite	$Na_{0,482}Ca_{0,518}Al_{1,518}Si_{2,482}O_8$	04-024-3231
La	Larnite	Ca_2SiO_4	00-033-0302
He	Hématite	Fe_2O_3	01-071-5088
HA	Hydroxyde d'aluminium	$Al(OH)_3$	04-014-4442
SA	Silicate-carbonate de sodium et d'aluminium	$Na_8Al_6Si_6O_{24}CO_3$	00-024-1045
Py	Pyrophyllite déshydroxylé (silicate d'aluminium)	$Al_2Si_4O_{10}$	00-025-0021
So	Sodalite	$Na_8Al_6(SiO_4)_6Cl_2$	04-016-1381
Ba	Bassanite	$CaSO_4$	00-047-0964
Bo	Boehmite	$AlO(OH)$	04-029-3935
An	Anatase	TiO_2	04-014-5762

4.4.2 Le géopolymère

La Figure 52 présente les résultats obtenus par diffraction des rayons X (DRX) sur les pâtes géopolymères T17 et T18, soumises à deux conditions de cure distinctes : une cure à 60 °C pendant 24 heures et une cure à 80 °C pendant 48 heures. Ces différentes conditions de cure ont été appliquées afin d'évaluer leur influence sur les phases cristallines détectées et, ainsi, de mieux comprendre les résultats présentés à la section 5.1.5. Il est observé un large pic diffus s'étendant approximativement de 20 à 40° (2θ), superposé aux pics cristallins résiduels du quartz, de l'hématite, de la sodalite et de l'anatase. Ce pic, également appelé halo (ou dôme) amorphe, indique la formation d'un gel aluminosilicaté caractéristique de la géopolymérisation (Kaya & Soyer-Uzun, 2016; Peng & Bakri; Riyap et al., 2021; van

Riessen et al., 2025). Par ailleurs, Van Riessen *et al.* ont montré que la position du maximum de ce halo et, dans une moindre mesure, sa proéminence influent sur la résistance à la compression des géopolymères (van Riessen et al., 2025). Ainsi, les formulations dont le maximum du halo est déplacé vers des 2θ plus élevés et dont le halo est plus marqué tendent à présenter des résistances supérieures, effet attribué à une condensation et une densification accrue du réseau aluminosilicaté, c'est-à-dire à un degré de géopolymérisation plus élevé. Kaya et Soyer-Uzun (2016) ont également rapporté que les échantillons de géopolymère présentant un dôme amorphe moins prononcé indiquaient une formation plus limitée du gel géopolymère, ce qui se traduisait par une diminution de la résistance à la compression. Pour une cure à 60 °C pendant 24 h, la pâte T17 présente un dôme amorphe net et plus proéminent que T18, pour laquelle ce dôme est presque imperceptible. Le diffractogramme présenté à la Figure 52 suggère une fraction de gel géopolymère plus importante dans T17, en accord avec les résultats de résistance à la compression présentés à la Figure 39 (section 4.1.3), où la résistance de T17 est supérieure à celle de T18. À 80 °C pendant 48 h, les deux pâtes développent un dôme, mais T17 conserve un dôme plus prononcé que T18, ce qui suggère un degré de réaction et une quantité de gel probablement supérieurs dans T17. En comparant les diffractogrammes obtenus pour les deux conditions de cure et pour les deux pâtes, le halo amorphe devient légèrement plus accentué lorsque le géopolymère est soumis à une cure à 80 °C pendant 48 h, par rapport à 60 °C pendant 24 h. Cela pourrait également suggérer la formation d'une plus grande quantité de gel géopolymère amorphe, tendance généralement favorable à la résistance (Kaya & Soyer-Uzun, 2016; Suwan et al., 2025). Bien que qualitative, l'analyse des halos amorphes des pâtes T17 et T18 dans ces deux conditions de cure est en accord avec les résultats de résistance à la compression qui seront présentés à la section 5.1.5.

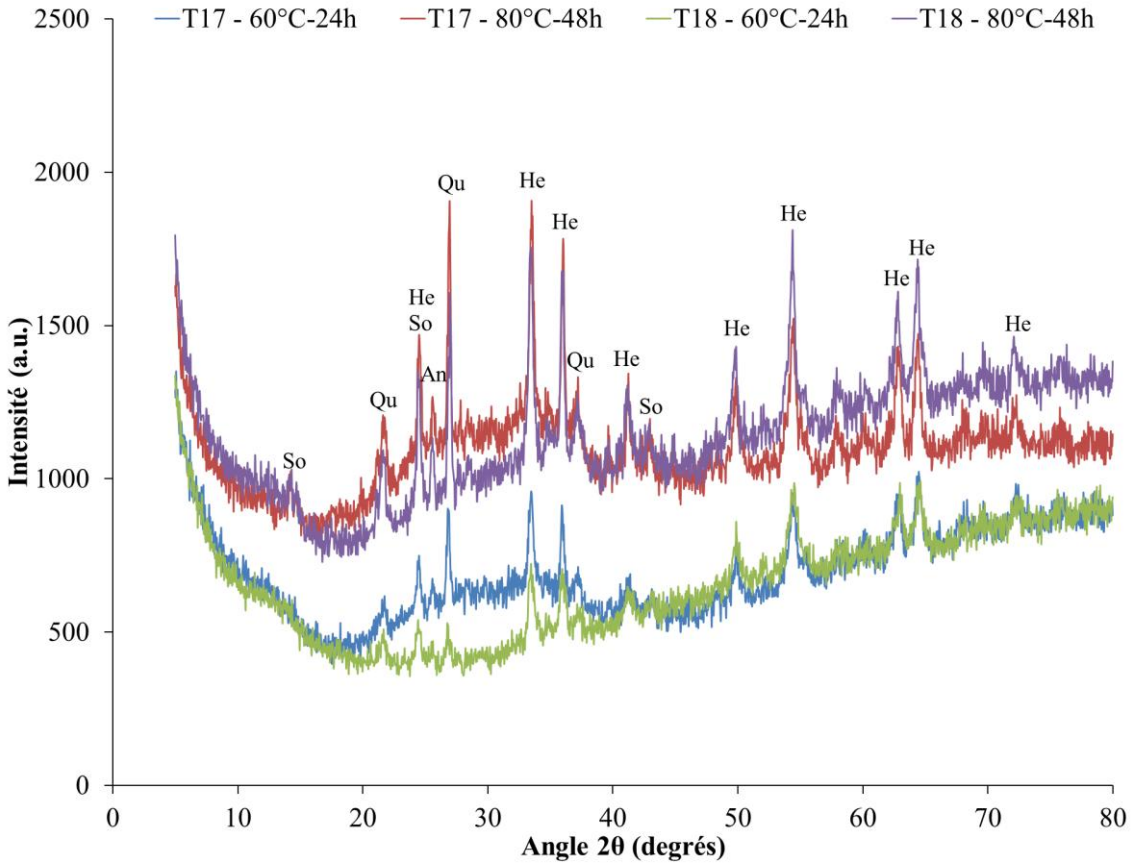


Figure 52 : Résultats de diffraction des rayons X des pâtes géopolymères T17 et T18, testées à différentes conditions de cure

La Figure 53 présente le comparatif des phases identifiées pour les matières premières et pour les pâtes géopolymères T17 et T18. Il a ainsi été observé que seules les phases cristallines déjà présentes dans le résidu de bauxite et la cendre volante ont été détectées dans les pâtes géopolymères T17 et T18. Aucune nouvelle phase cristalline formée n'a été observée. Les phases minéralogiques de sodalite, d'hématite, d'anatase et de quartz présentes dans T17 et T18 présentent une faible réactivité et ne participent généralement pas à la réaction de géopolymérisation (Davidovits, 2020; Hu et al., 2019). Il est donc fort probable que ces composés agissent comme des fillers dans la matrice et permettent d'atténuer partiellement le retrait de la pâte géopolymère, tel qu'observé par (Gu & Fang, 2012; Zhang et al., 2022). Cela suggère également que le reste des phases cristallines présentes dans le résidu de bauxite et la cendre volante ait participé à la réaction de géopolymérisation ou à une réaction secondaire, produisant ainsi d'autres composés chimiques.

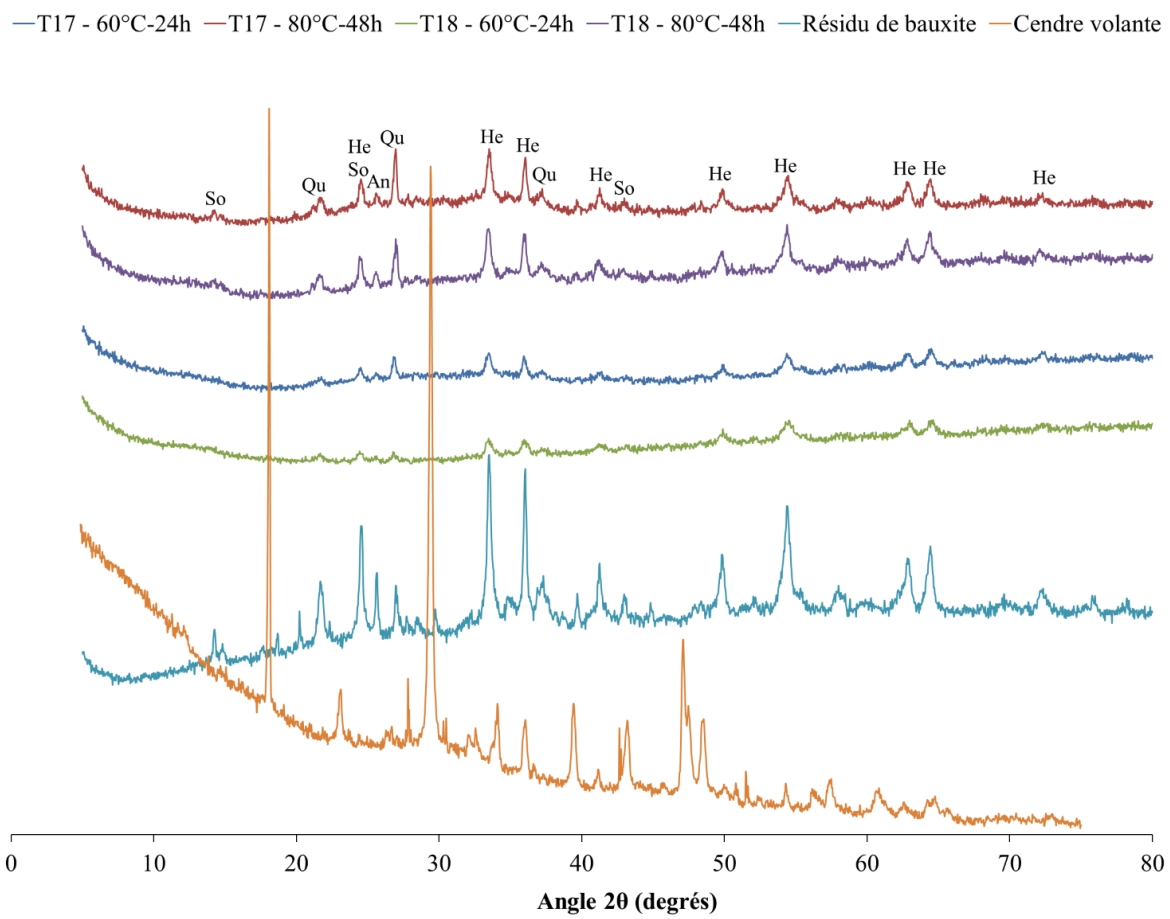


Figure 53 : Résultats de diffraction des rayons X des pâtes géopolymères T17 et T18, soumises à différentes conditions de cure, comparés à ceux des matières premières

Les diffractogrammes de DRX présentés à la Figure 53 mettent en évidence une atténuation des intensités relatives des pics cristallins (quartz, hématite, sodalite, anatase) par rapport aux matières premières. Ces observations sont cohérentes avec une dissolution ou consommation partielle des espèces réactives au cours de la géopolymérisation et avec la formation d'un réseau aluminosilicaté majoritairement amorphe, se traduisant par une diminution de la cristallinité globale.

Dans la limite de détection de la DRX, les pics caractéristiques des phases riches en calcium (calcite, anorthite, portlandite et larnite) observées dans la cendre volante ne sont plus clairement détectés dans les pâtes géopolymères. En particulier, l'absence du triplet principal de la larnite autour de 32,05 à 32,59° (2θ) (International Centre for Diffraction Data, 2026) indique que cette phase n'est pas détectable dans les géopolymères analysés. Ainsi, le signal observé à 41,37° (2θ) dans T17 et T18 est plus vraisemblablement attribué à l'hématite

qu'à la larnite. De même, les pics majeurs de la portlandite, attendus à 18,09°, 34,09° et 47,12° (2θ) (International Centre for Diffraction Data, 2026), ne se manifestent pas dans les éprouvettes de géopolymère. Les pics relevés à 49,95°, 54,51°, 62,87° et 64,55° (2θ) correspondent mieux au paquet de réflexions de l'hématite qu'à la portlandite. Cette disparition apparente pourrait indiquer une dissolution de ces phases au cours de la géopolymérisation avec une possible libération d'ions calcium dans le système. Toutefois, elle pourrait également résulter d'un effet de dilution, lié à l'incorporation d'autres constituants dans les formulations géopolymères, entraînant une diminution relative de l'intensité des pics associés à ces phases. Ainsi, cette observation ne permet pas d'écarter complètement la présence de phases résiduelles, notamment si leur teneur devient inférieure à la limite de détection de la DRX ou si elles se présentent sous une forme faiblement cristallisée. L'ensemble de ces observations corrobore que ces phases ont probablement été dissoutes au cours de la réaction, libérant des ions de calcium. Ces ions peuvent participer à la formation d'hydrates de silicate de calcium alumineux (C-A-S-H). Bien que cette voie soit secondaire par rapport à la géopolymérisation, elle contribue au développement de la résistance mécanique du géopolymère, comme l'ont également rapporté Van Jaarsveld *et al*. (van Jaarsveld et al., 2003). Toutefois, les résultats de DRX ne permettent pas, à eux seuls, de confirmer de manière définitive l'ampleur de cette participation réactionnelle. En effet, les produits formés au cours de la géopolymérisation peuvent être majoritairement amorphes ou faiblement cristallisés, ce qui limite leur identification directe par cette technique.

Dans la limite de détection de la DRX et en tenant compte des recouvrements de pics et de l'effet de dilution par la matrice amorphe (dôme entre 20 et 40° en 2θ), les pics caractéristiques de la pyrophyllite déshydroxylée (pics majeurs attendus à 20,07°, 20,45° et 28,59° (2θ)) et de l'hydroxyde d'aluminium (pics majeurs attendus à 18,29°, 20,29° et 37,66° (2θ)), observées dans le résidu de bauxite, ne sont plus visibles dans les pâtes géopolymères T17 et T18. Cette disparition conjointe est cohérente avec une dissolution partielle de ces phases lors de la réaction de géopolymérisation, suivie de leur incorporation dans la matrice amorphe, plutôt que la formation de nouvelles phases cristallines détectables. Ainsi, ces constituants semblent avoir servi de source d'aluminosilicate au cours de la géopolymérisation.

À l’exception du quartz, l’ensemble des phases cristallines identifiées dans le géopolymère provient majoritairement du résidu de bauxite. Cependant, l’analyse des phases cristallines détectées dans les matières premières des mélanges T17 et T18 indique que le résidu de bauxite ne joue pas uniquement un rôle de filler dans la matrice. En effet, d’après les observations par DRX, le résidu de bauxite peut participer également à la réaction de géopolymérisation et, avec des proportions adéquates, peut contribuer à l'amélioration des performances mécaniques, comme observé à la section 4.1.1.

CHAPITRE 5
DÉVELOPPEMENT ET CARACTÉRISATION DES FORMULATIONS AVEC DES GRANULATS ET DES PARTICULES CONDUCTRICES

Ce chapitre porte sur le développement et la caractérisation des formulations intégrant des granulats ordinaires, des granulats de magnétite ainsi que des particules conductrices. À cet effet, les pâtes T17, T18 et T19, caractérisées au chapitre précédent, ont été retenues afin d'analyser l'effet de l'ajout de granulats sur les propriétés des bétons ou mortiers géopolymères.

5.1 Résistance à la compression des bétons et mortiers géopolymères

5.1.1 Formulations avec granulats ordinaires

Les pâtes T17, T18 et T19 ont été sélectionnées pour analyser les effets de l'ajout de granulats ordinaires, tel que décrit à la section 3.3.4. Les facteurs et niveaux de cette analyse sont détaillés dans le Tableau 9, tandis que la composition des mélanges est présentée au Tableau 27. Les mélanges sont identifiés par le niveau des facteurs du dosage en granulat (A1, A2, A3 ou A4) et par leur pâte (T17, T18 ou T19).

La résistance à la compression obtenue expérimentalement après l'ajout de granulats aux mélanges de pâte T17, T18 et T19 est présentée à la Figure 54. Les effets obtenus sont présentés dans le Tableau 28, où a_A et a_B représentent les effets de chaque facteur, b_{AB} représente l'effet de leur interaction et M la moyenne de tous les résultats obtenus. Les effets sont représentés comme le rapport entre la résistance à la compression obtenue après l'ajout des granulats et celle obtenue pour la pâte seule.

Tableau 27 : Composition des formulations avec les pâtes T17, T18 et T19 avec les proportions de pâte et granulats A1, A2, A3 et A4

Identification du mélange	Quantité en kg/m^3						
	Cendre volante	Résidu de Bauxite	Silicate de Sodium	Eau	Hydroxyde de sodium	Sable	Gros granulat
A1(T17)	369,20	246,13	112,81	31,34	25,07	1 743,30	-
A2(T17)	580,17	386,78	177,27	49,25	39,39	1 206,90	-
A3(T17)	369,20	246,13	112,81	31,34	25,07	784,49	1 017,09
A4(T17)	580,17	386,78	177,27	49,25	39,39	543,11	704,14
A1(T18)	224,66	336,98	155,45	34,55	27,63	1 743,30	-
A2(T18)	353,03	529,55	244,29	54,29	43,42	1 206,90	-
A3(T18)	224,66	336,98	155,45	34,55	27,63	784,49	1 017,09
A4(T18)	353,03	529,55	244,29	54,29	43,42	543,11	704,14
A1(T19)	307,35	211,31	146,95	43,74	29,74	1 743,30	-
A2(T19)	482,99	332,05	230,93	68,74	46,73	1 206,90	-
A3(T19)	307,35	211,31	146,95	43,74	29,74	784,49	1 017,09
A4(T19)	482,99	332,05	230,93	68,74	46,73	543,11	704,14

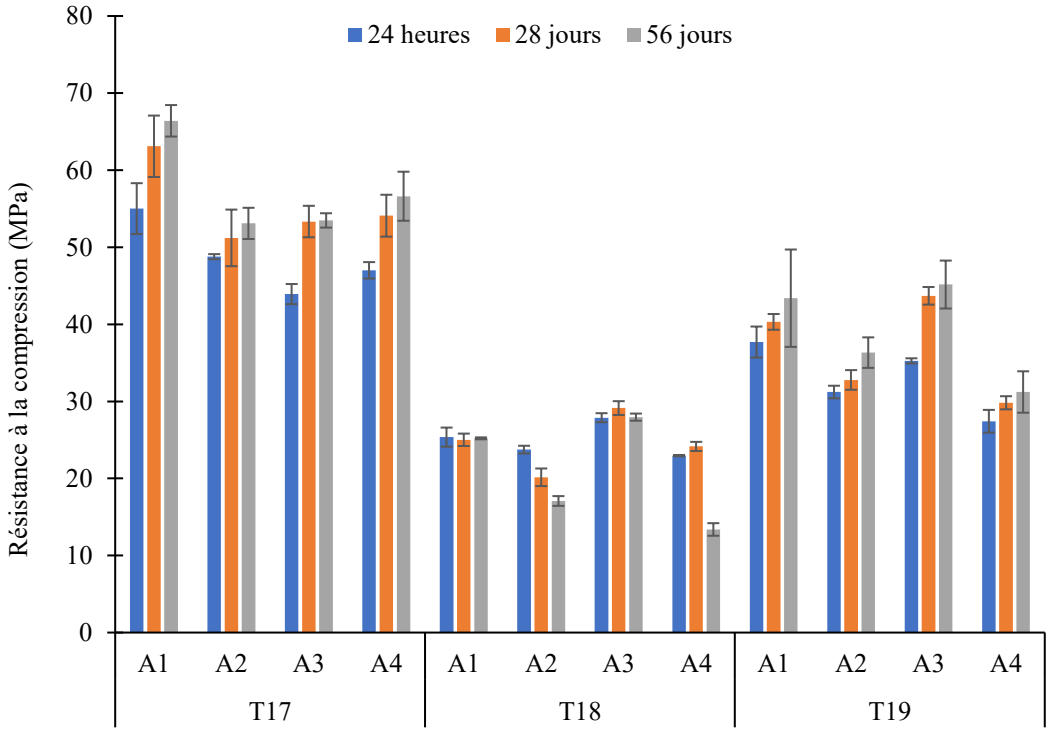


Figure 54 : Résistance à la compression moyenne obtenue expérimentalement après l'ajout de granulats aux mélanges de pâte T17, T18 et T19, pour une cure à 60 °C pendant 24 heures, et déterminée après 24 heures, 28 jours et 56 jours

Tableau 28 : Rapport et effets obtenus avec le plan d'expériences factoriel complet pour l'analyse de l'ajout des granulats, déterminée 24 heures après la coulée des échantillons, pour une cure à 60 °C pendant 24 heures

Pâte	M	a_A	a_B	b_{AB}
T17	1,18	-0,0191	-0,0780	0,0565
T18	1,50	-0,0980	0,0261	-0,0496
T19	1,43	-0,1561	-0,0679	-0,0147

La Figure 55 présente le rapport entre la résistance à la compression moyenne après 24 heures de cure obtenue sur béton (après l'ajout de granulats aux pâtes) et celle obtenue avec les pâtes (sans granulat). Dans cette figure, FA représente la fraction volumique de pâte du mélange et FB le volume de gros granulat sur le volume total des granulats dans le mélange. Les mélanges de liant T18 et T19 ont présenté respectivement un gain moyen de résistance de 50% et 43% (rapport moyen M de 1,50 et 1,43, Tableau 28, pour l'ensemble des proportions A1, A2, A3 et A4), tandis que T17 a présenté un gain moyen de 18% (M=1,18, Tableau 28). Dans le cas des liants moins résistants (T18 et T19), le gain de résistance causé par l'effet de compactage et d'empilement des granulats semble être plus significatif que dans le cas de matrices plus résistantes (T17), tel qu'observé à la Figure 56. Pour le mélange T17, la différence entre les résistances à la compression de la matrice géopolymère et des granulats est plus faible, ce qui expliquerait la différence entre les valeurs de M ainsi obtenues.

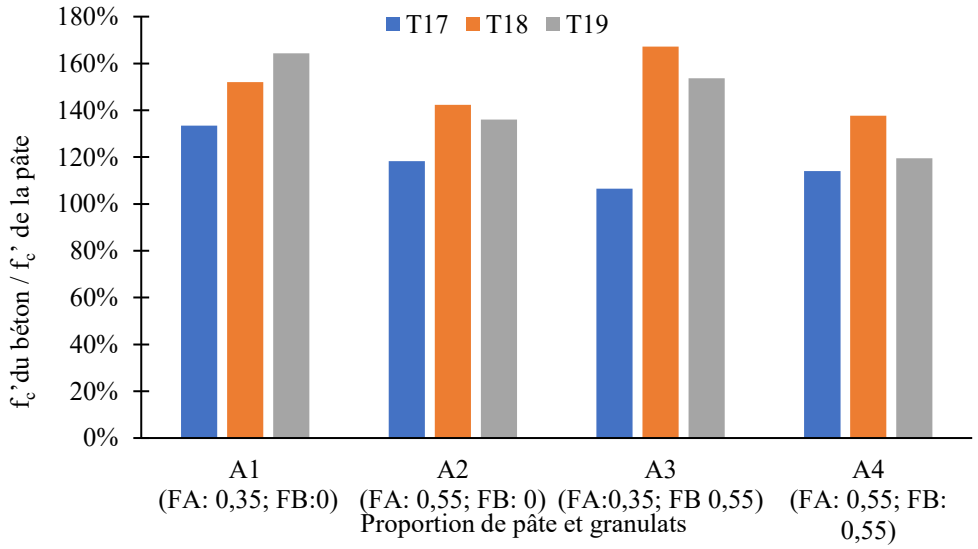


Figure 55 : Ratio entre la résistance à la compression moyenne du béton et celle de la pâte, déterminés à 24 heures

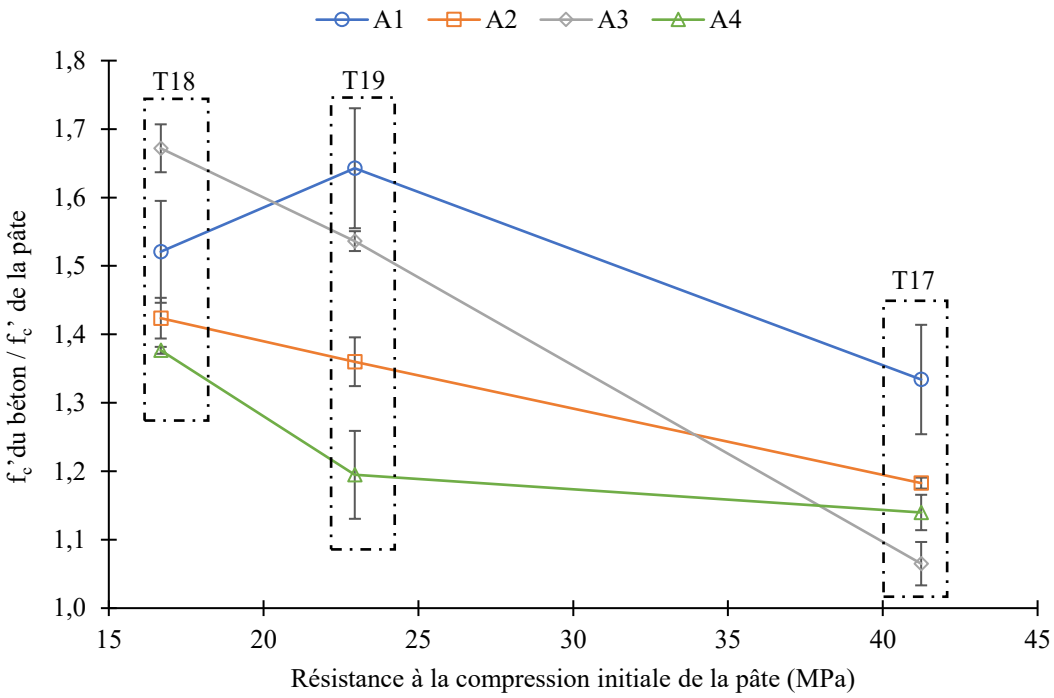


Figure 56 : Ratio entre la résistance à la compression moyenne du béton (après l'ajout des granulats) par rapport à celle de la pâte (sans granulat), déterminés à 24 heures

Les Figures 57 et 58 présentent le ratio entre la résistance moyenne à la compression après 24 heures de cure à 60°C des bétons (après l'ajout de granulats) et celle de la pâte (sans granulat). Il est ainsi possible d'observer que la résistance à la compression initiale de la pâte influence l'effet du facteur A. Pour les pâtes moins résistantes (T18 et T19), l'augmentation de la teneur en liant diminue la résistance à la compression du béton. Pour les pâtes les plus résistantes, comme T17, l'augmentation de la teneur en liant semble avoir peu d'effet sur la résistance à la compression du béton. Ces résultats concordent avec l'étude réalisée par Stock *et al.* (1979) qui ont également observé qu'une augmentation du volume de liant, par rapport au minimum nécessaire pour remplir les interstices du squelette granulaire, peut être préjudiciable à la résistance à la compression d'un béton. En effet, le béton peut être simplifié en tant que matériau à deux phases, au sein duquel des particules plus rigides et plus résistantes sont incorporées dans une matrice typiquement plus souple et moins résistante. Cette dernière agit donc typiquement comme une zone de faiblesse (Choo & Newman, 2003). Dans le cas de liants plus résistants, cette différence est moins significative, ce qui explique pourquoi la quantité de liant influence moins significativement la résistance à la compression du béton (De Larrard & Tondat, 1993).

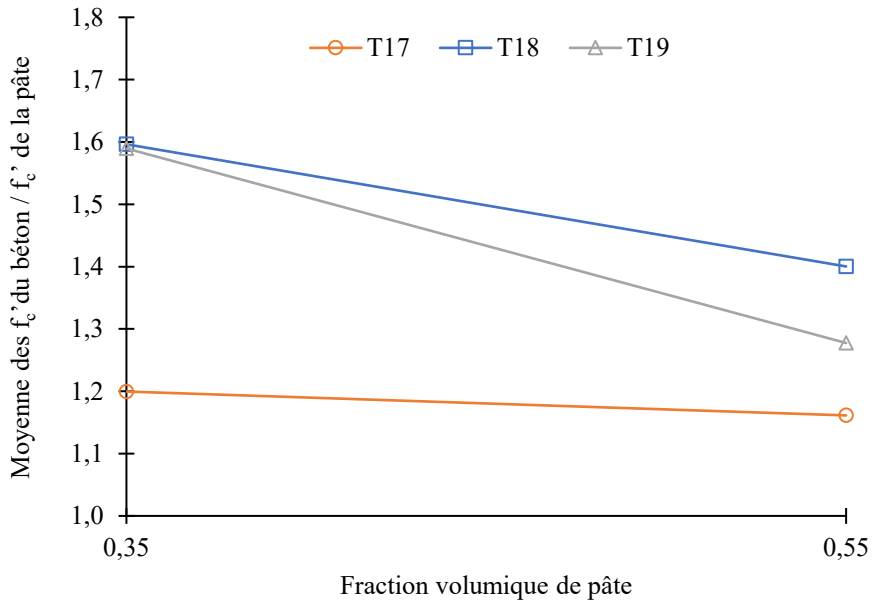


Figure 57 : Moyenne des ratios entre la résistance à la compression après l'ajout des granulats et la résistance à la compression initiale de la pâte, déterminés à 24 heures, pour chaque niveau du facteur A

Les résultats du Tableau 28 montrent également que l'ajout du gros granulat (facteur B) conduit à un plus faible effet sur la résistance à la compression. Les résultats moyens obtenus par niveau du facteur B, exprimés en ratios entre la résistance à la compression après l'ajout des granulats et la résistance à la compression initiale de la pâte, déterminés à 24 heures (voir Figure 58), montrent que l'influence des gros granulats diffère selon la pâte étudiée. Pour les pâtes T17 et T19, une diminution respective de la moyenne du ratio f_c'du béton / f_c' de la pâte de 0,16 et 0,14 a été observée avec l'augmentation de la teneur en gros granulat alors que, pour la pâte T18, une légère augmentation de 0,05 a été constatée. Cependant, il est important de souligner que les variations de la moyenne du ratio f_c'du béton / f_c' de la pâte observée entre les niveaux 1 et 2 du facteur B sont du même ordre de grandeur que l'écart-type moyen mesuré pour les échantillons d'un même lot, soit 0,041. Cela indique que, pour les matières premières utilisées dans le cadre de ce projet, l'effet de l'ajout de gros granulats sur la résistance à la compression est relativement faible. Cette variation pourrait davantage être attribuée à la variabilité inhérente aux essais qu'à un effet significatif du facteur B. Par conséquent, bien que l'ajout de gros granulat puisse avoir un impact sur la résistance, celui-ci semble peu significatif et comparable à la marge d'erreur expérimentale.

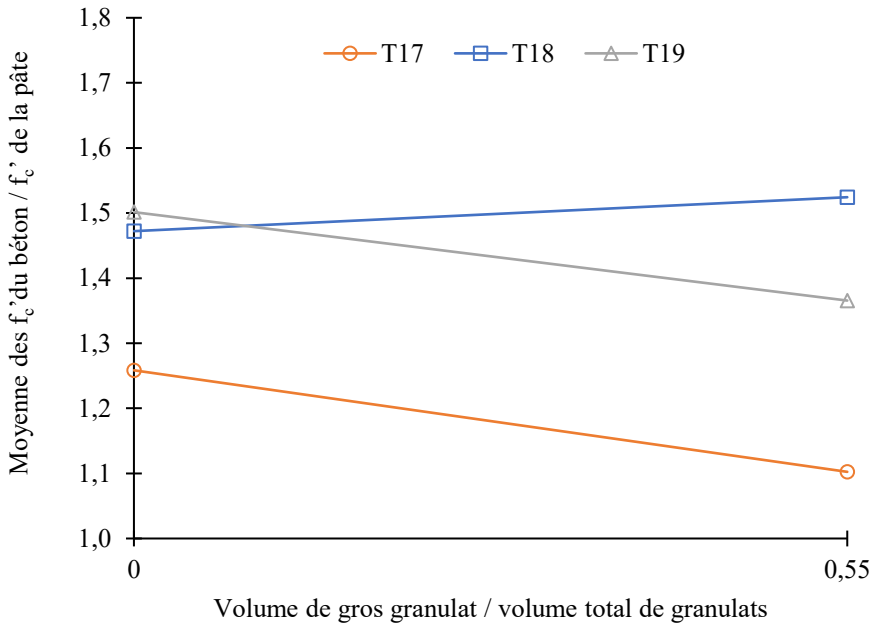


Figure 58 : Moyenne des rapports entre la résistance à la compression du béton (après l'ajout des granulats) et la résistance à la compression de la pâte, déterminés à 24 heures, pour chaque niveau du facteur B

5.1.2 Influence de l'âge sur la résistance à la compression des formulations avec granulats ordinaires

La Figure 59 présente le rapport entre la résistance à la compression moyenne obtenue après 28 jours et celle obtenue après 24 heures. La moyenne des résultats obtenus par niveau du facteur A et B est présentée dans les Figures 60 et 61. Les mélanges ont présenté un rapport moyen entre la résistance à la compression à 28 jours et celle obtenue après 24 heures de 1,08. Cependant certains mélanges constitués à partir de la pâte T18 ont présenté une diminution de leur résistance. Ces résultats semblent ainsi démontrer que la proportion de granulat peut influencer la résistance à la compression à 28 jours.

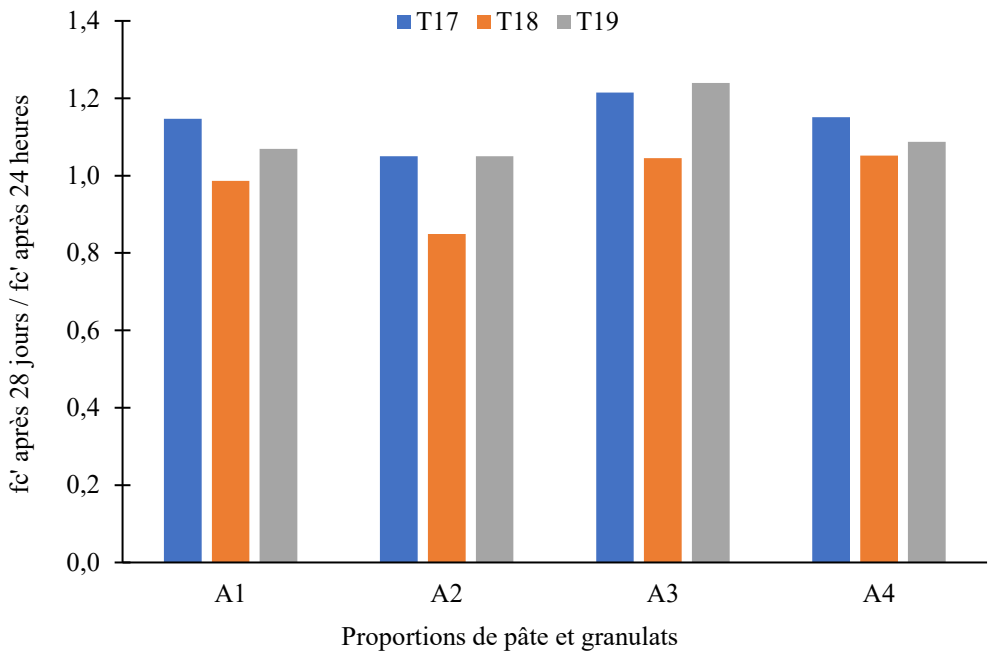


Figure 59: Ratio de la résistance à la compression obtenue après 28 jours par rapport à celle obtenue après 24 heures

Il a ainsi été observé que l'augmentation du volume de liant entraîne un effet négatif sur la résistance à la compression après 28 jours, tandis que l'ajout de granulats grossiers entraîne un effet positif. Davidovits (2020) a observé que les liants géopolymériques sont susceptibles de se fissurer si des charges de remplissage ne sont pas suffisamment incorporées dans le mélange. Dans la matrice de béton, les granulats augmentent la stabilité volumétrique (Kosmatka, 2011) favorisant une meilleure répartition des contraintes internes, ce qui contribue à atténuer les effets du retrait. Ils peuvent également agir comme mécanisme qui empêche la propagation des fissures (Choo & Newman, 2003). Par conséquent, une teneur insuffisante en granulats pourrait favoriser le développement de microfissures associées aux déformations différées de la matrice, ce qui pourrait contribuer à la diminution de la résistance mécanique observée à 28 jours.

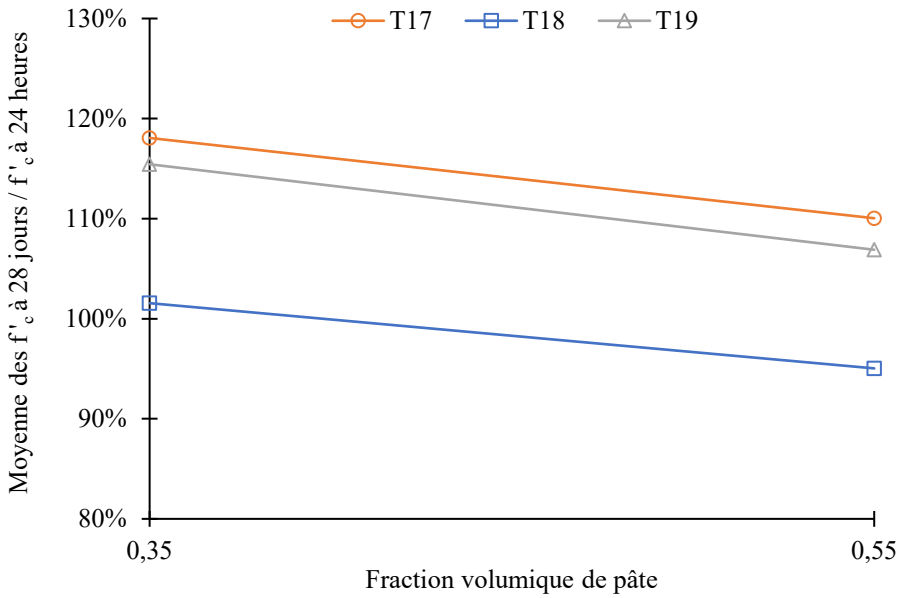


Figure 60: Rapport moyen obtenu entre la résistance à la compression après 28 jours et celle obtenue après 24 heures par niveau du facteur A

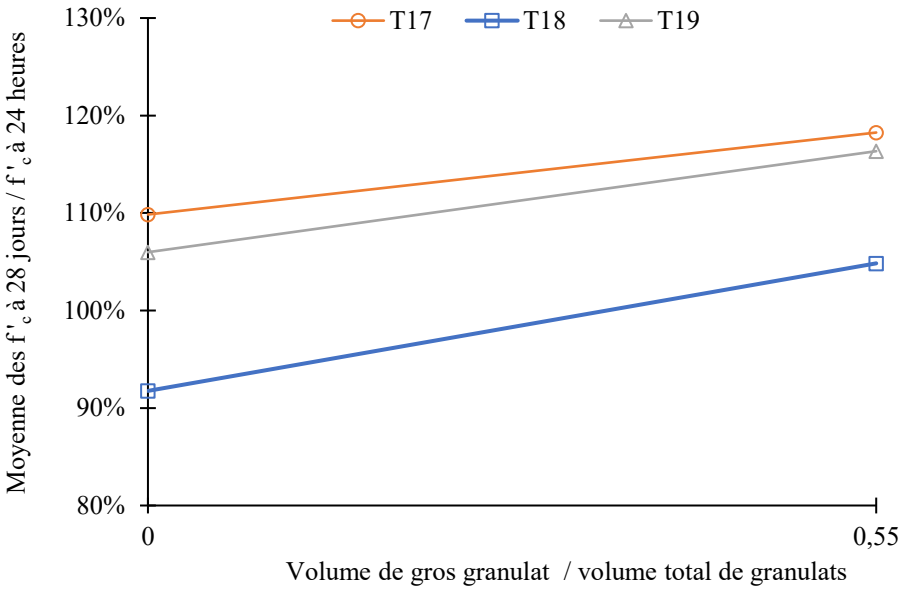


Figure 61: Rapport moyen obtenu entre la résistance à la compression après 28 jours et celle obtenue après 24 heures par niveau du facteur B

La Figure 62 présente le ratio de la résistance à la compression déterminée à 56 jours par rapport à celle déterminée à 28 jours. Les mélanges avec un précurseur solide composé de 40 % (m_{RB} / m_{CV} = 0,667) de cendre volante (T17 et T19) ont montré une légère

amélioration de la résistance à la compression au cours de cette période, contre une diminution de cette dernière obtenue pour le mélange avec 60 % de résidu de bauxite (m_{RB} / m_{CV} = 1,500). Les pâtes T17 et T19 présentent respectivement des gains moyens de résistance de 3,5 % et 6,6 %, totalisant des augmentations respectives de 17,9 % et 18,3 % par rapport à la résistance mesurée à 24 heures. En revanche, la pâte T18 a subi une perte moyenne de résistance de 15,8 % entre 28e et 56e jours, avec une diminution totale de 17,5 % par rapport à la résistance obtenue après 24 heures. Ces résultats suggèrent que, pour des proportions optimisées de solution alcaline et de ratio m_{RB} / m_{CV}, la réaction de géopolymérisation se poursuit au-delà de 28e jours, mais à un rythme plus lent que durant les premiers 28 jours.

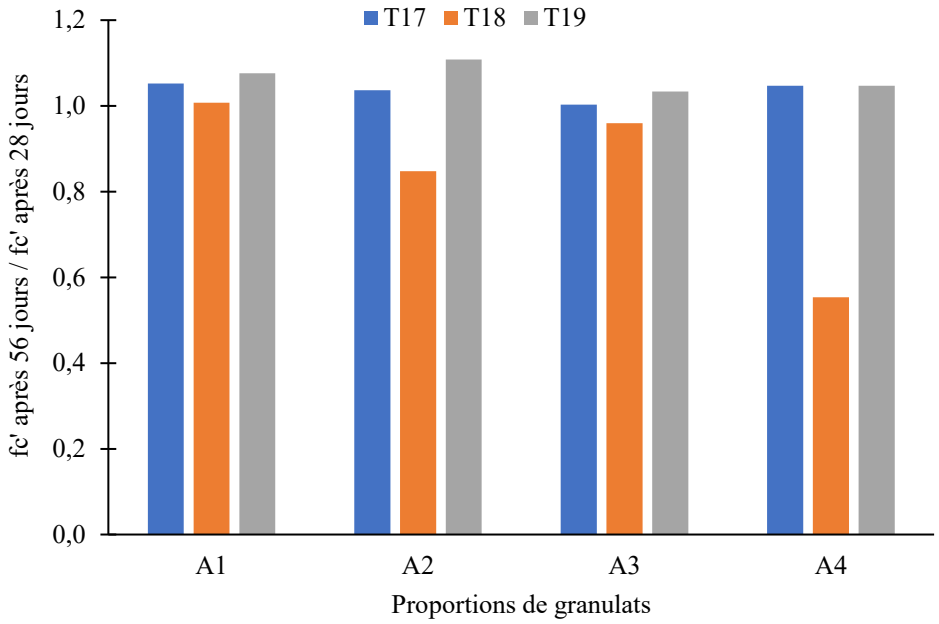


Figure 62: Ratio de la résistance à la compression déterminée à 56 jours par rapport à celle déterminée à 28 jours

5.1.3 Formulations avec granulats de magnétite

La Figure 63 compare la résistance à la compression moyenne obtenue pour la pâte T19 avec les proportions A1, A2 A3 et A4 de granulats ordinaires et à base de magnétite. Les mélanges contenant des granulats de magnétite présentent une résistance à la compression inférieure aux mélanges avec granulats ordinaires. Une réduction moyenne de la résistance à la compression de 25,2% a été observée, avec un écart-type de 7,0%. Comme la densité de la magnétite est significativement plus élevée que celle de la pâte géopolymère, cela entraîne une augmentation de la ségrégation, c'est-à-dire du tassement gravitationnel des particules

de granulats grossiers lors du coulage du béton frais. Ces résultats semblent être en accord avec une étude antérieure ayant démontré que l'ajout de granulats de haute densité (comme la magnétite) entraîne une mauvaise maniabilité et la ségrégation du béton frais, pouvant ainsi réduire les propriétés mécaniques du béton durci, en particulier sa résistance à la compression (Yang et al., 2014).

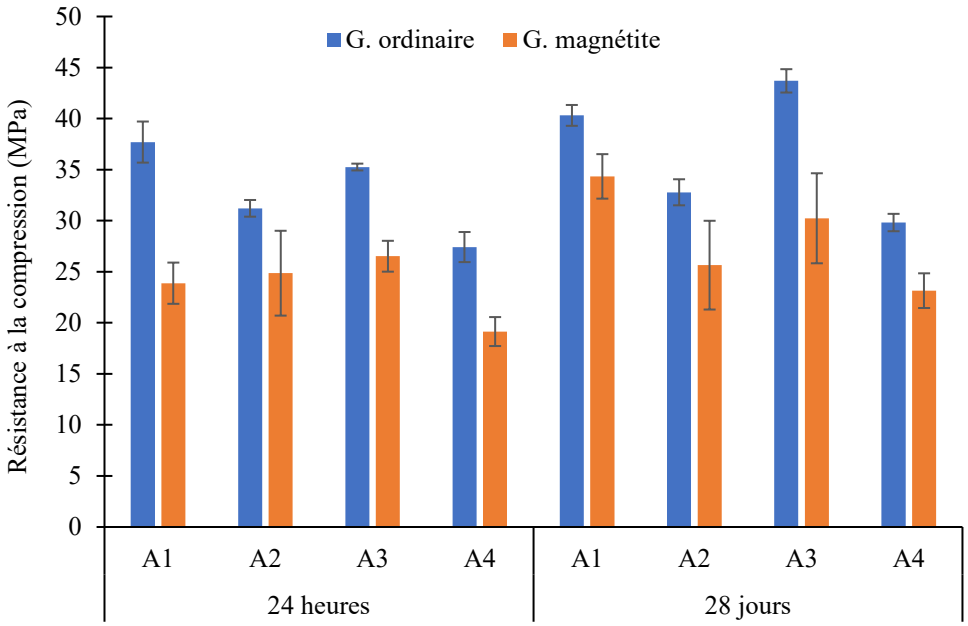


Figure 63 : Résistance à la compression du béton fait de pâte T19 avec les proportions A1, A2 A3 et A4 de granulats ordinaires et à base de magnétite pour une cure à 60°C pendant 24 heures, déterminée à 24 heures et à 28 jours

La Figure 64 présente les effets des facteurs A et B sur le gain de résistance à la compression après l'ajout de granulats à la pâte T19, ce gain étant déterminé par le ratio f_c'du béton / f_c' de la pâte. Les résultats présentés montrent que les effets des facteurs sur la résistance à la compression initiale de la pâte, déterminée à 24 heures, suivent la même tendance, quel que soit le type de granulat utilisé. Ce comportement est également observable aux Figures 65 et 66. Ces figures présentent respectivement les moyennes des ratios entre la résistance à la compression du béton (après l'ajout de granulats ordinaires ou de magnétite) et celle de la pâte T19, déterminées à 24 heures, pour chaque niveau des facteurs A et B. Les moyennes des résultats par niveau et par facteur présentent une décroissance similaire. Cela signifie que, bien que la différence du rapport f_c' du béton / f_c' de la pâte observée entre les niveaux 1 et 2 de chaque facteur reste similaire, le type de granulat utilisé peut néanmoins influencer la résistance à la compression du béton ainsi obtenue à 24 heures et à 28 jours.

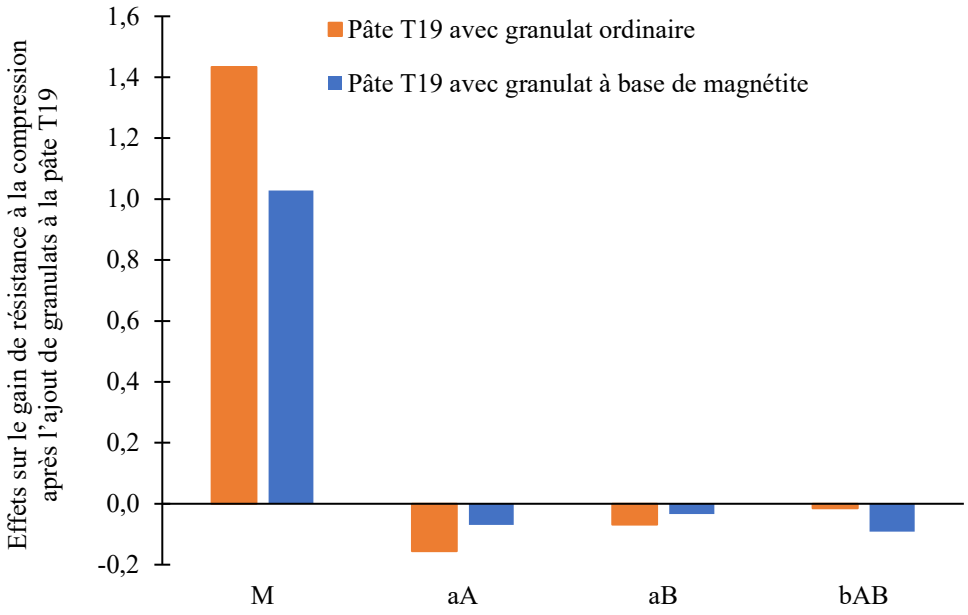


Figure 64 : Effets des facteurs A et B sur le gain de résistance à la compression après l'ajout de granulats ordinaires ou de magnétite à la pâte T19

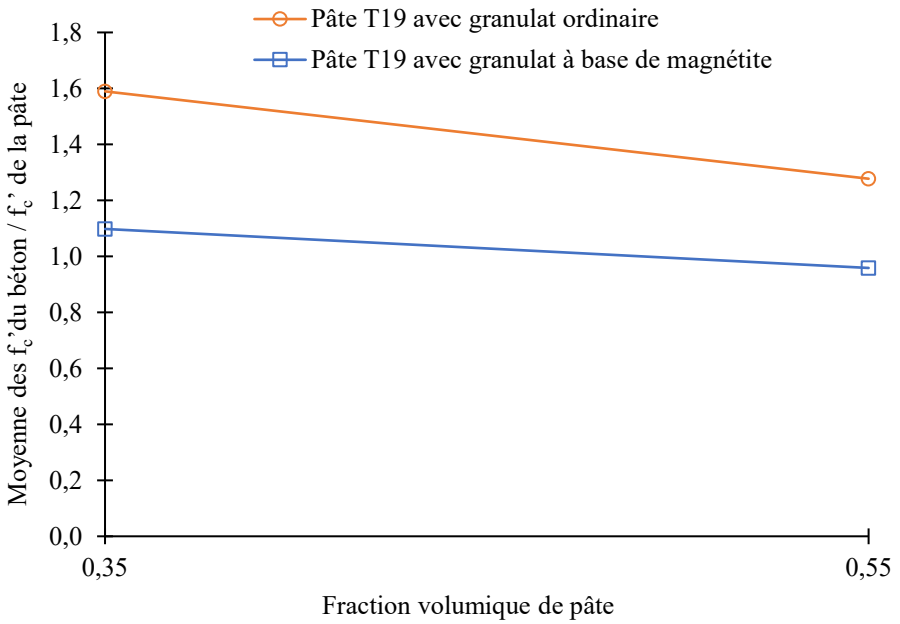


Figure 65: Moyenne des ratios entre la résistance à la compression du béton (après l'ajout des granulats ordinaires ou de magnétite) et la résistance à la compression de la pâte T19, déterminés à 24 heures, pour chaque niveau du facteur A

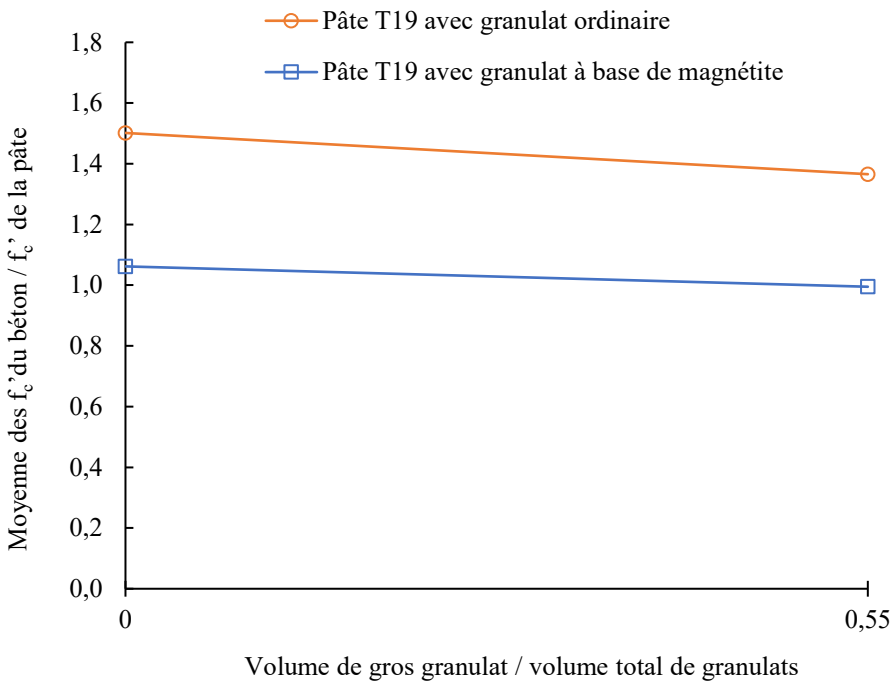


Figure 66: Moyenne des ratios entre la résistance à la compression du béton (après l'ajout des granulats ordinaires ou de magnétite) et la résistance à la compression de la pâte T19, déterminés à 24 heures, pour chaque niveau du facteur B

5.1.4 Formulations avec LCLL graphite

En raison de la bonne maniabilité des mélanges à l'état frais et de la bonne résistance à la compression des mélanges de pâte et de béton composés de la pâte géopolymère T19 présentés précédemment, cette pâte a été sélectionnée pour étudier l'effet de l'ajout de particules électriquement conductrices. Les matériaux conducteurs retenus, soit le LCLL Graphite et le Pile 0, sont présentés respectivement aux sections 3.3.6 et 3.3.7. Cependant, lors des essais expérimentaux préliminaires, l'ajout de la pile 0 a engendré une prise éclaire pour un remplacement de 5% du volume de pâte. En conséquence, il a été décidé de poursuivre cette étude uniquement avec le LCLL graphite comme particule électriquement conductrice pour la production de mélanges de béton géopolymère chauffant. Quatre mélanges ont ainsi été préparés en remplaçant 5% (mélange T19L5); 7,5% (mélange T19L7,5); 10% (mélange T19L10) et 20% (mélange T19L20) du volume de pâte par du LCLL graphite. Les pourcentages massiques des composants des mélanges préparés sont présentés au Tableau 29.

Tableau 29: Pourcentage massique des mélanges préparés pour étudier l'effet de l'ajout du LCLL graphite

Identification	Cendre volante de type F	Résidu de Bauxite	Eau	Hydroxyde de sodium	Silicate de Sodium	LCLL graphite
T19	41,61%	28,56%	5,92%	4,02%	19,89%	0,00%
T19L5	39,46%	27,13%	5,62%	3,82%	18,87%	5,11%
T19L7,5	38,50%	26,50%	5,45%	3,69%	18,47%	7,39%
T19L10	37,34%	25,67%	5,31%	3,61%	17,85%	10,21%
T19L20	33,12%	22,77%	4,71%	3,20%	15,83%	20,36%

La Figure 67 présente la résistance à la compression moyenne des mélanges de béton avec LCLL graphite (moyenne de 3 éprouvettes) déterminée à 24 heures et 28 jours, pour une cure à 60°C pendant 24 heures. Lors de la préparation des mélanges, il a été observé une perte de maniabilité à mesure que la teneur en LCLL graphite augmentait. Pour des remplacements supérieurs à 20%, le mélange devient trop dur, rendant ainsi sa préparation irréalisable. Cela limite donc le remplacement maximal de pâte par LCLL graphite à 20%. Cependant, l'ajout de ce granulat a présenté un effet très faible sur la résistance à la compression.

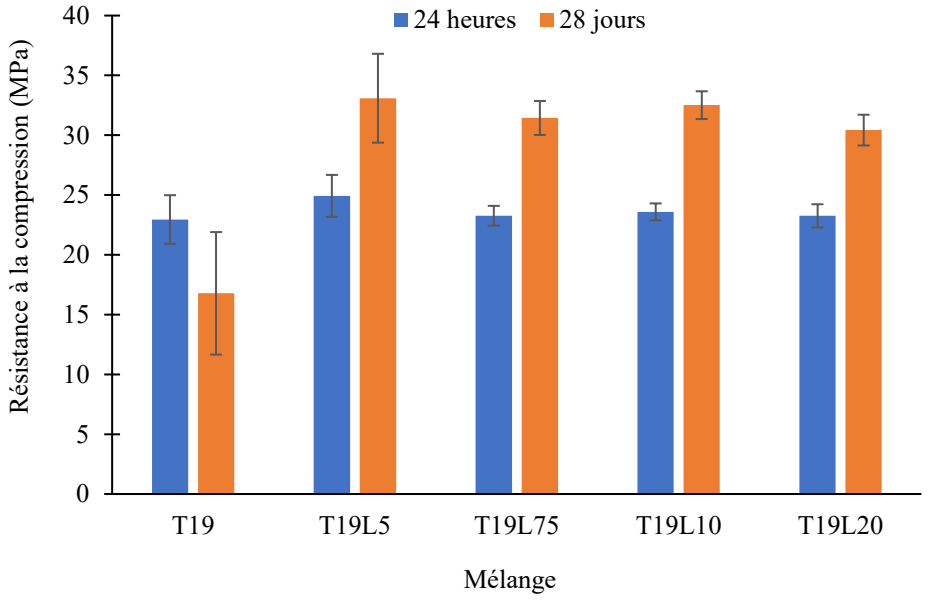


Figure 67: Résistance à la compression déterminée à 24h et 28 jours des mélanges de béton constitués de granulat fait de LCLL graphite et de la pâte T19 (cure à 60°C pendant 24 heures)

D’après les résultats présentés à la Figure 67, les formulations contenant du LCLL graphite ont montré un gain moyen de résistance à la compression de 8,1 MPa entre le 1er et le 28e jour, avec un écart-type de 0,7 MPa. Cette augmentation correspond à un gain moyen de 34,1 %, avec un écart-type de 3,0 %, alors que le mélange T19 a présenté une perte de résistance de 26,9 % sur la même période. Cette différence notable peut s’expliquer par le fait qu’en absence des fillers dans la matrice géopolymère, la pâte a tendance à se fissurer après 28 jours, diminuant ainsi la résistance mécanique, ce qui a également été observé par Davidovits (2020). D’après ce dernier, la fissuration observée résulte de la présence de contraintes internes dans la matrice du géopolymère, un phénomène qui peut être attribué au retrait (Davidovits, 2020). Étant donné le caractère inerte (ne réagit pas chimiquement avec les autres composants du mélange) du LCLL graphite, ces particules conductrices agissent comment filler et empêchent la fissuration de la pâte et permettant ainsi le gain de résistance du géopolymère observé.

La Figure 68 présente la résistance à la compression obtenue pour les mélanges utilisant la proportion A3 de pâte et granulats (voir Tableau 10) avec les pâtes T19 et T19L7,5 (remplacement de 7,5 % du volume par du LCLL graphite). La formulation A3(T19) utilise des granulats ordinaires, la formulation A3(T19)MG utilise des granulats de magnétite, et la formulation A3(T19L75)MG combine des granulats de magnétite avec la pâte T19L7,5. Tel qu’observé sur la Figure 68, l’ajout de LCLL graphite améliore la résistance à la compression par rapport au mélange A3(T19)MG. Cependant, la Figure 67 montre que l’ajout de LCLL graphite à la pâte n’a pas d’effet significatif sur la résistance à la compression par rapport à la pâte T19. La diminution de la résistance causée par l’utilisation de magnétite peut être attribuée à l’augmentation de la ségrégation lors du coulage du béton frais, comme discuté précédemment à la section 5.1.2. L’ajout de LCLL graphite rend la pâte visuellement plus visqueuse, ce qui pourrait limiter la ségrégation des granulats lourds, tels que la magnétite, et ainsi réduire son impact négatif sur la résistance à la compression. C'est pourquoi les mélanges A3(T19) et A3(T19L75)MG présentent une résistance à la compression similaire, malgré l’utilisation de magnétite dans ce dernier.

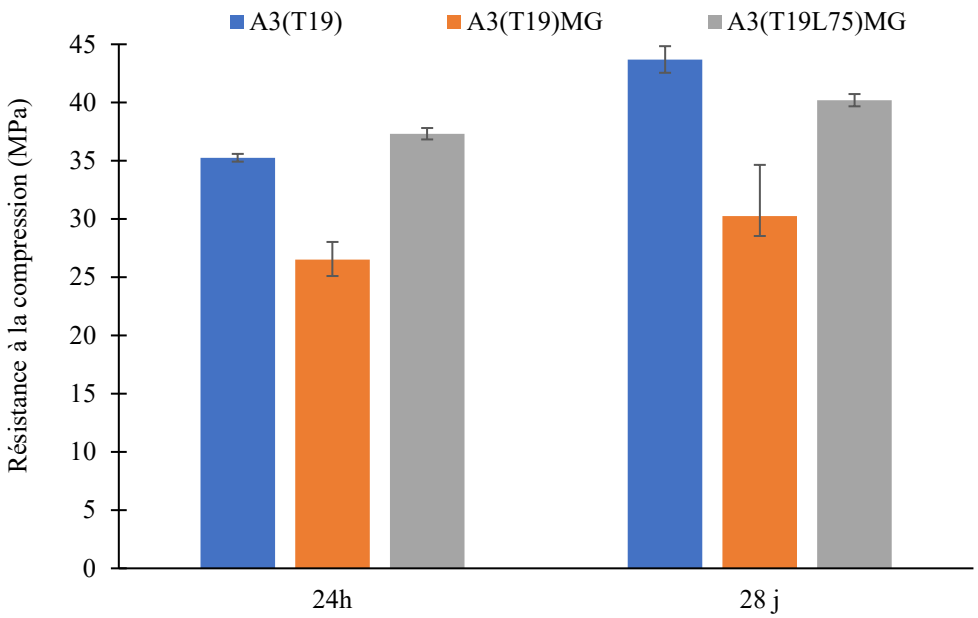


Figure 68: Résistance à la compression moyenne déterminée à 24h et à 28 jours pour les mélanges de béton A3(T19), A3(T19)MG et A3(T19L75)MG contenant respectivement des granulats ordinaires, des granulats de magnétite et un remplacement de 7,5% de la teneur en pâte par du LCLL graphite, pour une cure à 60°C pendant 24 heures

5.1.5 Influence des conditions de cure sur la résistance à la compression

La Figure 69 présente la résistance à la compression moyenne obtenue pour le mélange A4(T17) pour différentes conditions (température et durée) de cure. Les résultats obtenus montrent qu'en augmentant la durée et la température de cure, la résistance à la compression augmente. Il peut ainsi être observé que la cure à 60°C pendant 48 heures produit des résultats similaires à la cure à 80°C pendant 16 heures. Par ailleurs, un gain moyen de résistance à la compression de 8,3 MPa, correspondant à une augmentation de 120 % entre le 1er et le 28e jour, a été obtenu, indépendamment des conditions de cure considérées. Une résistance à la compression maximale de 88,2 MPa est obtenue pour les spécimens âgés de 28 jours soumis à une cure à 80°C pendant 48 heures. Cette résistance est comparable à celle des bétons à haute performance, qui présentent généralement des résistances à la compression supérieures à 55 MPa. Ces résultats indiquent que le matériau développé pourrait être envisagé pour des applications structurelles nécessitant une des performances mécaniques accrues.

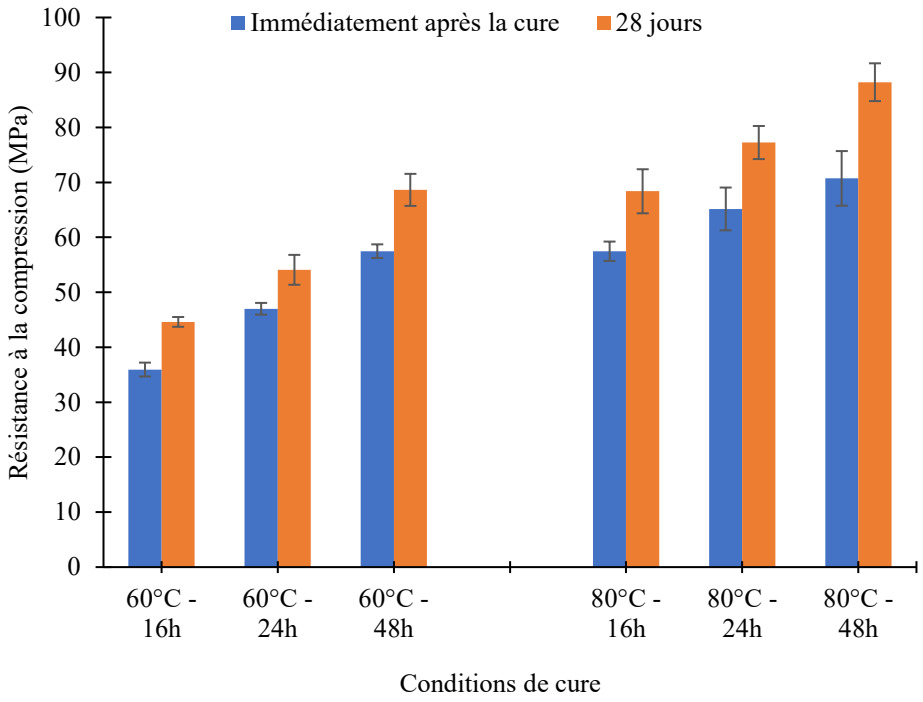


Figure 69: Résistance à la compression déterminée pour le mélange A4(T17) pour différentes conditions de cure

La Figure 70 présente la résistance à la compression obtenue en fonction de la maturité des éprouvettes au moment de l'essai. La maturité est calculée en multipliant la température à laquelle l'éprouvette est exposée par la durée de cette exposition. Autrement dit, elle correspond au produit de la température de cure (°C) par sa durée (en heures), auquel s'ajoute le produit de la durée d'entreposage à température ambiante (21 °C) par cette température. Il peut être observé que, malgré l'augmentation significative de la maturité des échantillons entre la fin de la cure et les essais à 28 jours, la résistance du béton géopolymère se développe principalement durant les conditions de cure étudiées (entre 960 h·°C et 3840 h·°C), plutôt que durant la période d'entreposage à 21 °C (entre 3840 h·°C et 14 736 h·°C). Il est également noté que, bien que les échantillons curés à 60 °C pendant 48 heures et ceux curés à 80 °C pendant 16 heures présentent des résistances à la compression similaires, les échantillons curés à 80 °C pour 16 heures possèdent respectivement 1600 h·°C et 928 h·°C de maturité en moins que ceux soumis à une cure à 60 °C pendant 48 heures (pour les essais réalisés immédiatement après la cure et à 28 jours). Cela suggère que la température

de cure exerce une influence plus marquée sur le développement de la résistance à la compression que la durée d'exposition.

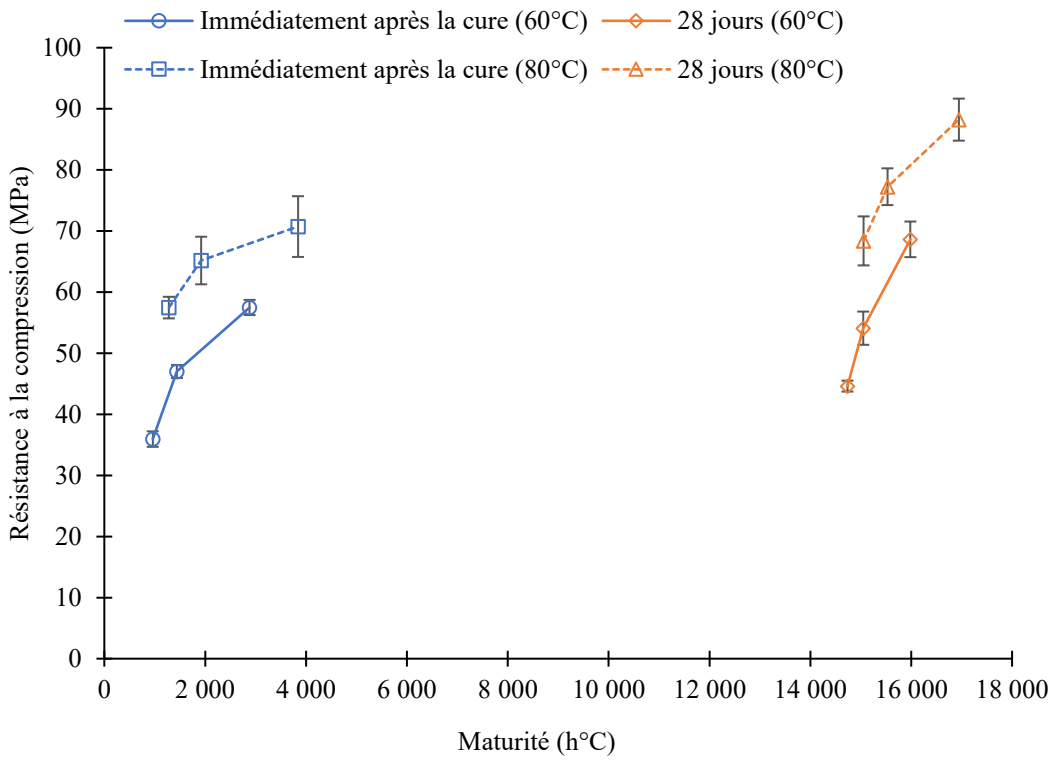


Figure 70: Résistance à la compression obtenue en fonction de la maturité pour différentes conditions de cure

La Figure 71 présente le rapport entre la résistance à la compression obtenue pour différentes durées et températures de cure par rapport au résultat obtenu avec la condition de cure initiale (60 °C pendant 24 heures). Les résultats obtenus démontrent une tendance similaire pour la résistance à la compression obtenue pour le premier et le 28e jour. Pour la cure à 80 °C pendant 48 heures, un ratio de résistance à la compression maximal de 150% a été observé pour le test effectué immédiatement après avoir retiré l'échantillon du four contre 163% après 28 jours.

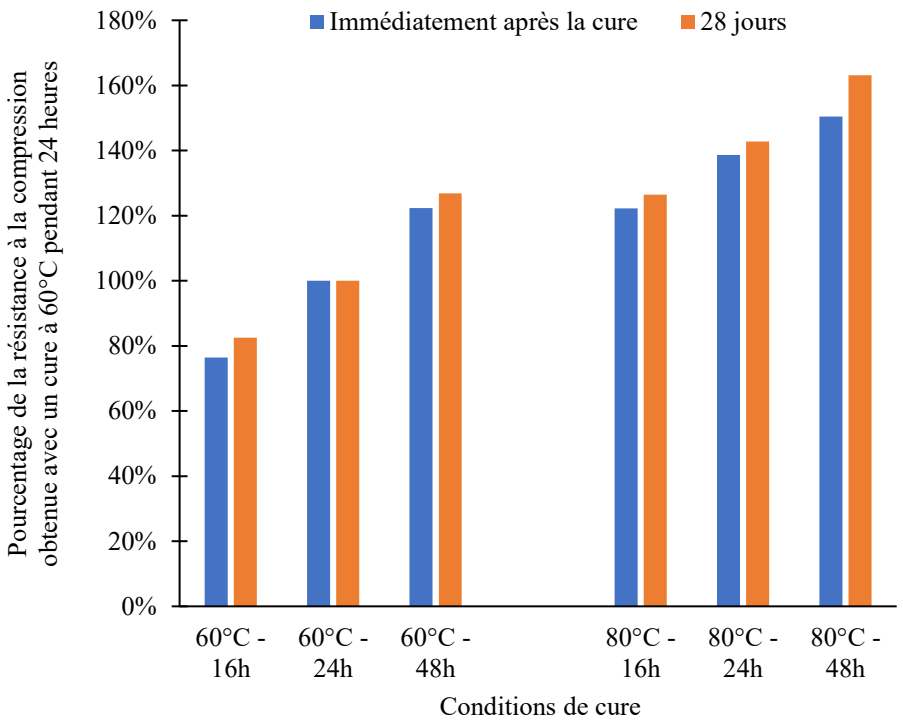


Figure 71: Le rapport entre la résistance à la compression obtenue pour différentes durées et températures de cure par rapport au résultat obtenu avec la condition de cure initiale (60°C pendant 24 heures)

La Figure 72 compare l'effet de la cure sur la résistance à la compression à long terme (56 jours) pour les deux formulations A2(T17) et A2(T18). Les résultats démontrent que la résistance du mélange A2(T17), qui contient une pâte avec 40 % de résidu de bauxite, continue d'augmenter même après 28 jours pour les deux conditions de cure analysées. Cela suggère qu'une évolution de la résistance à la compression se produit malgré une cure à des températures et durées élevées, bien que le gain de résistance le plus significatif se produise immédiatement après la cure. En revanche, pour le mélange A2(T18), qui contient une pâte avec 60 % de résidu de bauxite, une diminution de la résistance à la compression avec le temps est observée pour les deux conditions de cure. Ce comportement pourrait indiquer qu'un surdosage en résidu de bauxite, pour la solution alcaline utilisée, peut nuire à la résistance à la compression à long terme, une question qui sera abordée plus en détail dans la section 5.6.2.

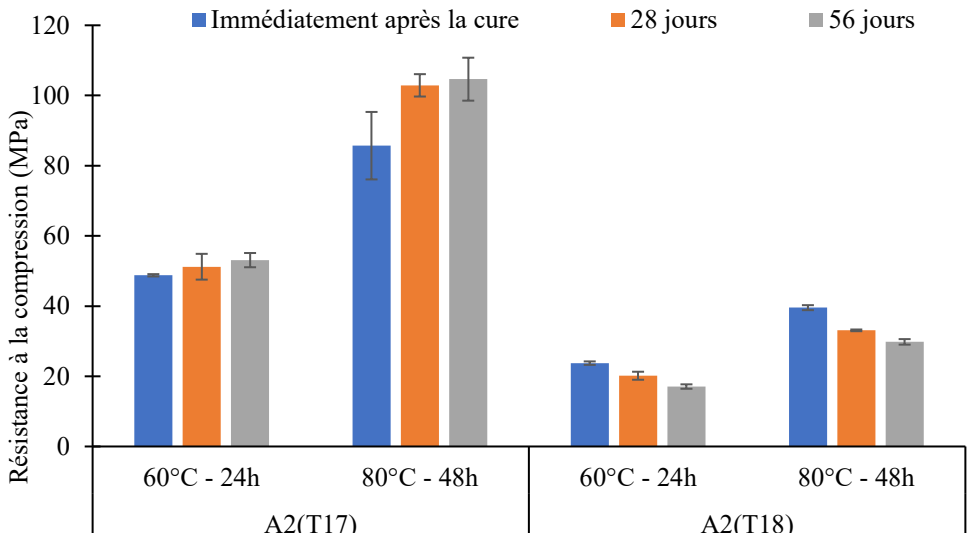


Figure 72: Résistance à la compression obtenue pour les mélanges A2(T17) et A2(T18) pour différentes conditions de cure

La Figure 73 présente les effets de la cure sur la résistance à la compression à long terme, obtenue avec l'ajout de granulats de magnétite (mélange A3(T19)MG) et du LCLL graphite (mélange A3(T19L75)MG) Les résultats ainsi obtenus démontrent que l'ajout de ces particules conductrices n'interfère pas sur la résistance à long terme. Il est également intéressant de noter que l'ajout du LCLL graphite permet d'obtenir une résistance mécanique semblable à celle obtenue avec le mélange A3(T19) (avec des granulats ordinaires), ce qui n'est pas le cas avec l'ajout des granulats de magnétite seule.

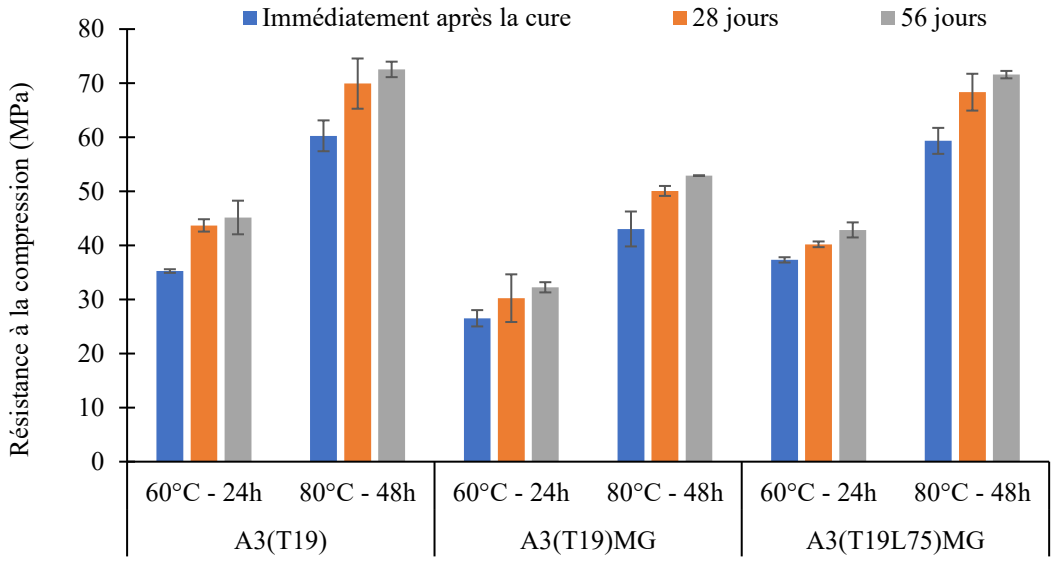


Figure 73: Résistance à la compression obtenue pour les mélanges A3(T19), A3(T19)MG et A3(T19L75)MG pour différentes conditions de cure

5.2 Maniabilité des mélanges de béton géopolymères

5.2.1 Formulations avec granulats ordinaires

Les mesures d'affaissement obtenues après l'ajout de granulats aux mélanges de liants (T17, T18 et T19) sont présentées à la Figure 74 et la moyenne des affaissements obtenus par niveau du facteur *A* et *B* est présentée respectivement aux Figures 75 et 76. Il est observé qu'une plus grande quantité de liant (facteur *A* au niveau 2) et le remplacement de 55% du sable par des granulats grossiers (facteur *B* au niveau 2) permet d'améliorer l'affaissement du mélange. Les résultats moyens par mélange ont présenté la même tendance (courbes presque parallèles). Ce comportement peut indiquer que l'ajout de granulats entraîne un effet similaire pour différentes pâtes, mais que la rhéologie des pâtes sera décisive sur l'affaissement du béton obtenu.

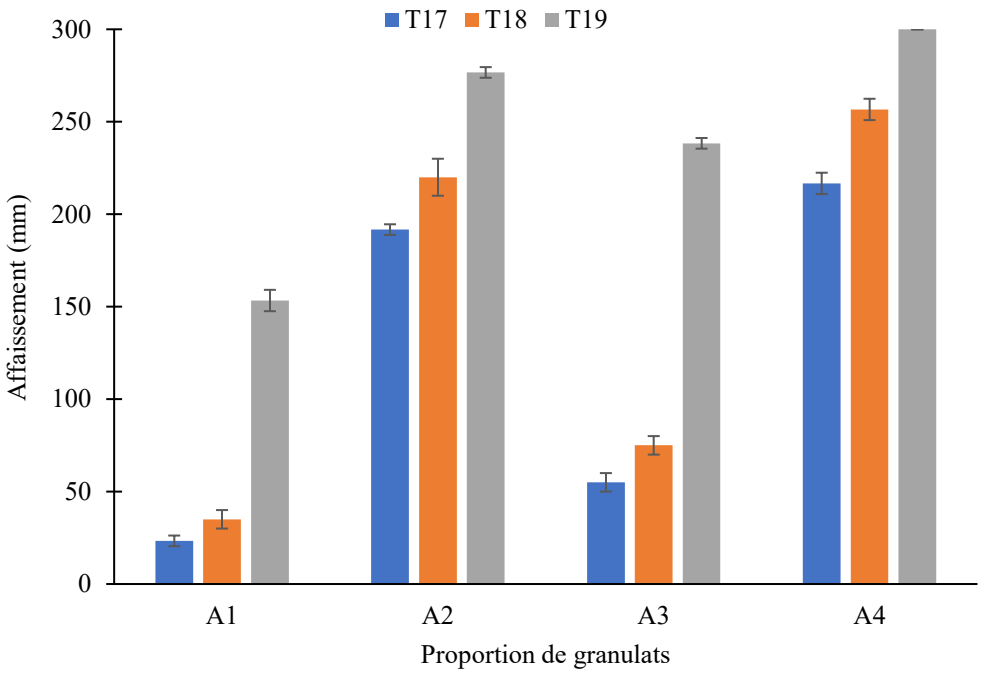


Figure 74: Résultats de l'essai d'affaissement obtenu après l'ajout des granulats aux mélanges de liant T17, T18 et T19

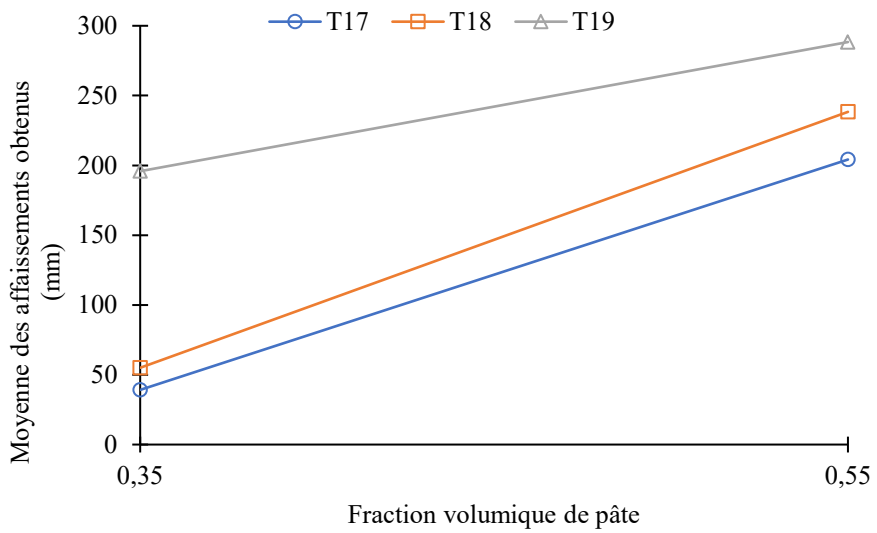


Figure 75: Moyenne des affaissements obtenus en fonction de la fraction volumique de pâte (facteur A)

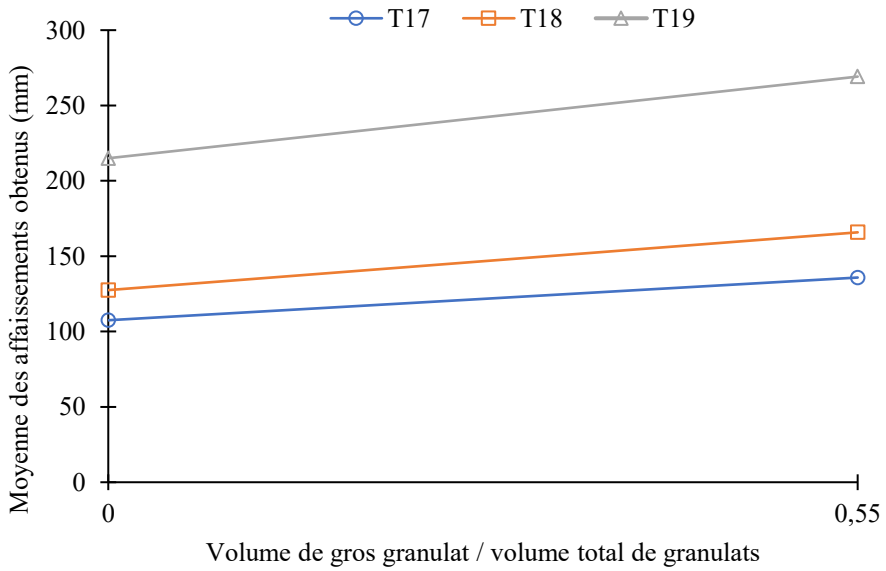


Figure 76: Moyenne des affaissements obtenus en fonction de la proportion du granulat occupée par le gros granulat (facteur B)

La Figure 77 présente les effets de l'ajout des granulats ordinaires aux pâtes T17, T18 et T19 sur l'affaissement et la Figure 78 présente les effets des facteurs sur l'affaissement en fonction de la contrainte de seuil mesurée sur la pâte géopolymère. L'analyse révèle que l'effet du volume de pâte géopolymère (Facteur *A*) sur l'affaissement varie significativement pour des contraintes de seuil comprises entre 32 et 430 Pa. Au-delà de 430 Pa, l'effet du

Facteur *A* tend à se stabiliser. L'effet du volume de pâte géopolymère dans le mélange s'avère être le plus significatif pour influencer l'affaissement. Le volume de gros granulat (facteur *B*) a un impact constant sur l'affaissement, quel que soit le niveau de contrainte de seuil. Globalement, la moyenne (*M*) de l'affaissement diminue avec l'augmentation de la contrainte de seuil, indépendamment de la proportion de granulat utilisé. L'interaction entre les facteurs *A* et *B* n'a donc pas d'effet significatif sur l'affaissement.

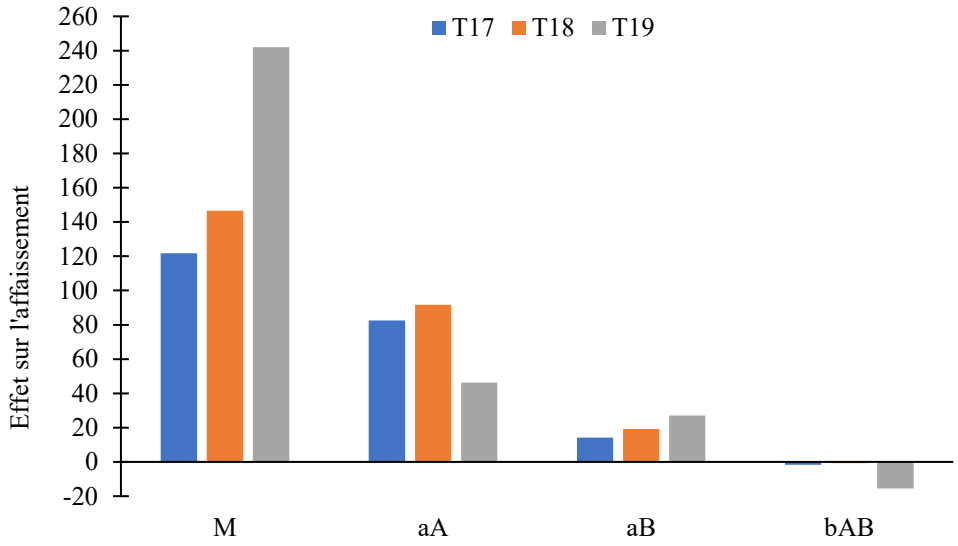


Figure 77: Effets de l'ajout des granulats ordinaires aux pâtes T17, T18 et T19 sur l'affaissement

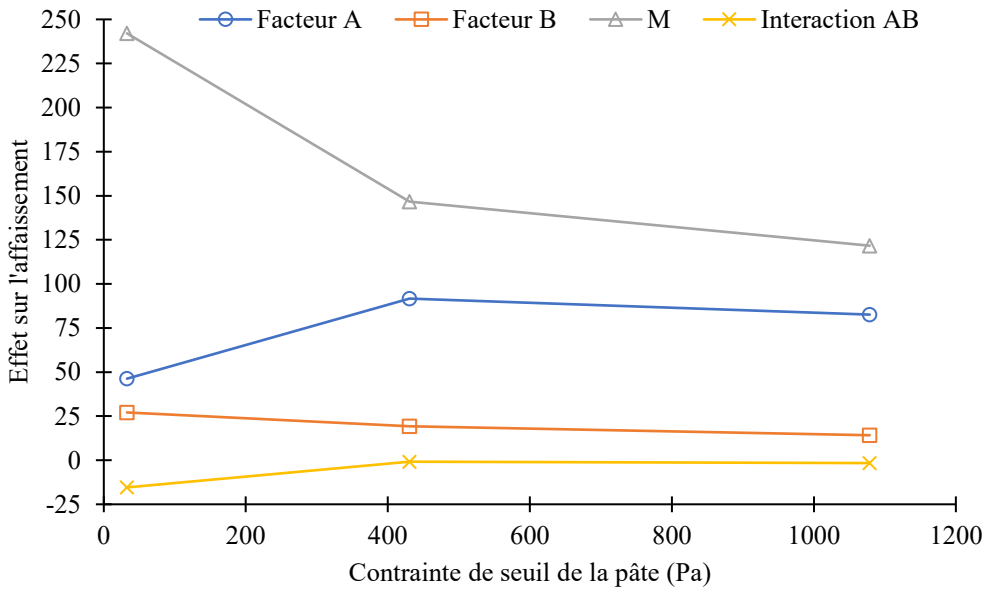


Figure 78: Effet de l'ajout des granulats sur l'affaissement en fonction de la contrainte de seuil de la pâte

Il est à remarquer à la Figure 79 que pour les mélanges présentant une contrainte de seuil élevé (à partir de 430 Pa), l'ajout de fortes teneurs en granulats (proportions A1 et A3) entraîne un affaissement très faible, inférieur à 100 mm. En augmentant la contrainte de seuil jusqu'à environ 1078 Pa, la perte de maniabilité ne change pas de manière significative, puisque l'affaissement est déjà proche de 0 mm. En revanche, pour les mélanges à haute teneur en pâte (proportions A2 et A4), la relation entre l'affaissement et la contrainte de seuil est presque linéaire, suggérant une variation potentiellement plus importante de l'affaissement au-delà de 1078 Pa de contrainte de seuil.

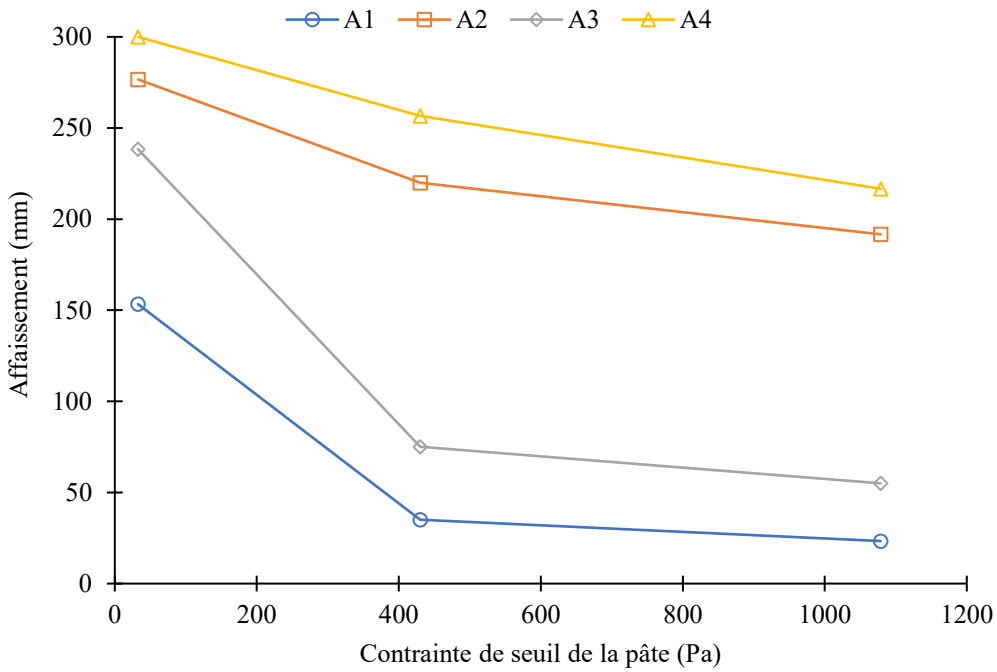


Figure 79: Effet de différentes contraintes de seuil sur l'affaissement pour les proportions de pâte et granulats A1, A2, A3 et A4

5.2.2 Formulations avec granulats de magnétite

La comparaison des résultats d'affaissement pour la pâte T19 avec différentes proportions (A1, A2, A3 et A4) de granulats ordinaires et de magnétite est présentée à la Figure 80. Il est remarqué que la substitution des granulats ordinaires pour ceux de magnétite diminue l'affaissement obtenu. Ce comportement a également été observé par d'autres chercheurs, lorsque des granulats lourds sont utilisés dans le béton (Aslani et al., 2021; Kilincarslan et al., 2006; Yang et al., 2014). La densité du sable et du gros granulat de magnétite est respectivement 1,72 et 1,59 fois plus élevée que celle du sable et des gros

granulats ordinaires (voir sections 3.3.4 et 3.3.5). La masse plus élevée du sable de magnétite peut alors restreindre la mobilité du mortier autour des gros granulats, diminuant potentiellement la maniabilité et entraîne un affaissement inférieur. De plus, le sable ordinaire utilisé est un sable naturel de rivière, caractérisé par des grains majoritairement arrondis. À l'inverse, les granulats de magnétite sont obtenus par concassage, ce qui produit des particules aux formes plus anguleuses. Cette angulosité accrue limite la mobilité de la pâte autour des granulats, ce qui se traduit par un affaissement plus faible du mélange.

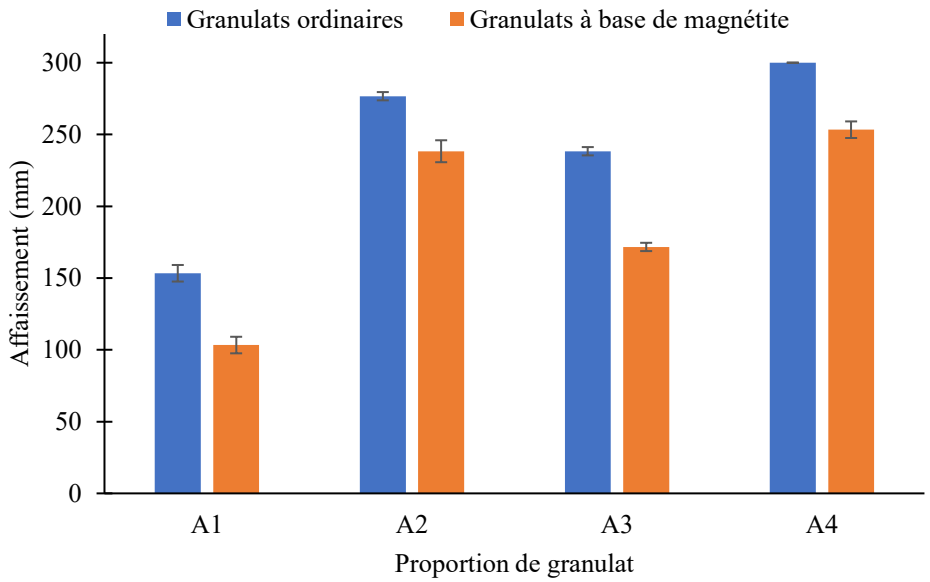


Figure 80: Résultats d'affaissement pour la pâte T19 avec différentes proportions de granulats ordinaires et de magnétite

La Figure 81 présente la comparaison entre les effets sur l'affaissement obtenus avec l'ajout des granulats ordinaires et ceux à base de magnétite pour la pâte T19. Bien que les effets des facteurs *A* et *B* et leur interaction aient présenté une légère différence de valeur, ils présentent le même signe. Cela implique que les facteurs ont un impact similaire pour les deux types de granulat. Plus précisément, une augmentation des niveaux des facteurs *A* et *B* conduit à une augmentation de l'affaissement, quel que soit le granulat utilisé.

Il a été observé, à la Figure 81, que le facteur *A* a présenté un effet légèrement supérieur pour les granulats à base de magnétite. Étant donné que les granulats à base de magnétite réduisent l'affaissement, la teneur en pâte (facteur *A*) a un impact plus prononcé sur l'affaissement obtenu. Les formulations à faible teneur en pâte (A1 et A3) ont présenté

une diminution moyenne de l'affaissement de 30,3 %, tandis que les formulations A2 et A4, à forte teneur en pâte, ont présenté une diminution de 14,7 % (voir Figure 80). Cela suggère que l'effet du type de granulat utilisé est plus prononcé lorsque la proportion de granulat est plus élevée.

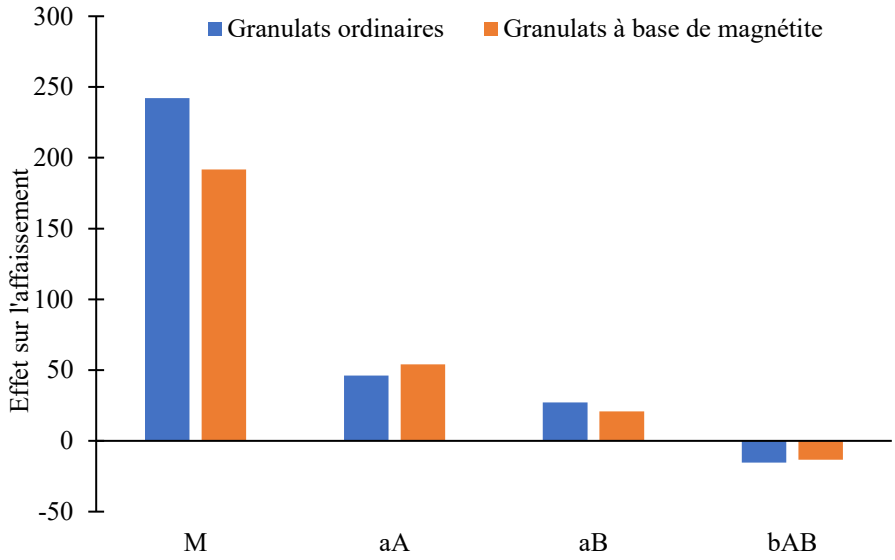


Figure 81: Effets de l'ajout des granulats ordinaires et à base de magnétite à la pâte T19 sur l'affaissement

Le facteur *B*, en revanche, présente un effet légèrement inférieur pour les granulats de magnétite. Comme le sable de magnétite présente un module de finesse de 5,90 comparativement à 2,96 pour le sable ordinaire, ce dernier possède donc des particules généralement plus grossières. Le sable de magnétite présente également une rétention cumulative de 33,2 % sur le tamis de 2,5 mm, contre seulement 12 % pour le sable ordinaire (voir sections 3.3.4 et 3.3.5). En raison de ces caractéristiques, le sable de magnétite se rapproche donc davantage du gros granulat en termes de dimension de particule. Cela permet d'expliquer pourquoi, lorsque des granulats de magnétite sont utilisés, l'effet du volume de gros granulat (effet a_B) sur l'affaissement est légèrement inférieur à celui observé avec des granulats ordinaires.

5.2.3 Formulations avec LCLL graphite

La Figure 82 compare les valeurs d'affaissement obtenues pour différents mélanges de béton utilisant la proportion de granulat A3 (fraction volumique de pâte = 0,35 et volume de gros granulat / volume total de granulats = 0,55). Trois formulations sont examinées : le

mélange A3(T19) considéré comme référence, contenant uniquement du granulat fin et grossier ordinaires, et les mélanges A3(T19)MG et A3(T19L75)MG qui incorpore des granulats à base de magnétite et deux différentes proportions de LCLL graphite, pour respectivement 0% et 7,5% du volume de pâte (voir section 5.1.4).

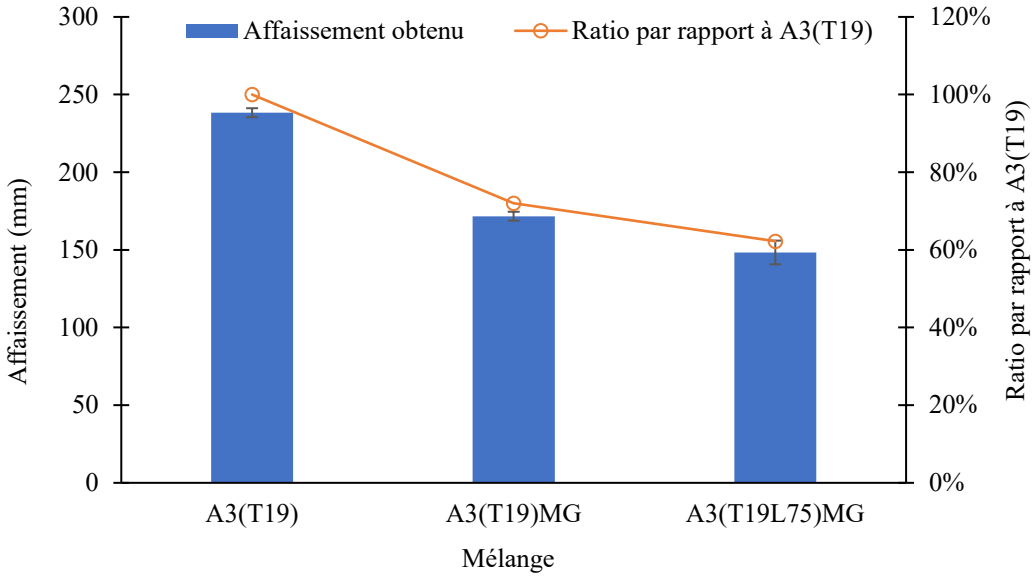


Figure 82: Comparatif entre les mélanges avec des granulats ordinaires ou de magnétite et du LCLL graphite

Pour la proportion A3, remplacer les granulats ordinaires par des granulats de magnétite entraîne une réduction de l'affaissement de 28,0 %. De plus, l'ajout de LCLL graphite au mélange avec les granulats de magnétite entraîne une réduction supplémentaire de l'affaissement de 9,8 %. Ainsi, la combinaison des granulats de magnétite et du LCLL graphite totalise une réduction globale de 37,8 % de l'affaissement par rapport au mélange de référence A3(T19).

Étant donné le caractère inerte du LCLL graphite, ce dernier agit comme un filler dans la matrice géopolymère. La diminution de l'affaissement observée peut s'expliquer par deux facteurs principaux. Premièrement, en remplaçant 7,5 % de la pâte par du LCLL graphite, la teneur en pâte dans le mélange est réduite, ce qui diminue l'effet du facteur *A*. Étant donné que le facteur *A* a un effet positif sur l'affaissement, une réduction de ce facteur entraîne une diminution de l'affaissement tel que présenté à la Figure 81. Deuxièmement, le LCLL graphite a une surface spécifique élevée. Les matériaux à haute surface spécifique réduisent l'affaissement du béton, car ils peuvent absorber une partie de l'eau libre, ce qui

rend la pâte plus visqueuse (Cepuritis et al., 2014; Urban, 2024). De plus, ayant une surface apparente importante, cela nécessite une quantité accrue de pâte pour enrober toutes les particules de LCLL graphite, augmentant ainsi la viscosité du mélange. Cette combinaison de facteurs contribue donc à une réduction de l'affaissement du béton.

5.3 Conductivité électrique des formulations avec granulats de magnétite et LCLL graphite

La Figure 83 présente la conductivité électrique obtenue avec l'ajout du LCLL graphite à la pâte T19 (prise comme référence) et mesurée au 7e et 28e jour pour une tension appliquée de 30 V et 120 V. L'ajout du LCLL graphite s'est effectué en remplaçant la pâte T19 par des proportions de 5% (T19L5), 7,5% (T19L7,5), 10% (T19L10) et 20% (T19L20). Comme observation générale, il est intéressant de remarquer que la conductivité électrique mesurée au 7e jour augmente avec l'augmentation de la teneur en LCLL graphite et cela, pour tous les mélanges, excepté mélange T19L20 qui présente une conductivité électrique plus faible que celle du mélange T19L5, mais néanmoins plus importante que celle de la pâte T19 quel que soit la tension appliquée. De même, les résultats obtenus montrent une décroissance importante de la conductivité électrique de chaque mélange au 28e jour avec une décroissance moyenne d'environ 93%. Par contre, il est également important de remarquer qu'au 28e jour, le mélange T19L20 présente la conductivité électrique la plus élevée qui est respectivement supérieure de 3943%, 208%, 192% et 172% par rapport aux mélanges T19, T19L5, T19L75 et T19L10 pour une tension appliquée de 120 V. Comparativement aux autres formulations, la formulation T19L20 subit donc la décroissance de conductivité électrique la plus faible (84%) au 28e jour comparativement aux autres formulations.

La diminution importante de la conductivité électrique des mélanges est principalement attribuable au caractère intrinsèque de la conductivité électrique des géopolymères. En effet, la conductivité électrique dans un géopolymère est en premier lieu de nature ionique en raison de la présence d'eau dans les micropores qui permet le transport des charges. La conduction ionique est donc dominante au cours des premiers jours de cure, comme observé pour la pâte T19 et les autres mélanges. L'ajout du LCLL graphite permet d'augmenter la conductivité électronique dans la matrice polymérique, ce qui explique les

l'accroissement de la conductivité électrique pour les mélanges contenant du LCLL. Lorsque le mûrissement du géopolymère progresse, la conductivité ionique des mélanges diminue fortement en raison de la perte importante de l'eau contenue dans les pores et, par conséquent, la conductivité électronique devient dominante.

Pour le mélange T19L20, il est possible d'observer un comportement particulier qui semble être principalement attribuable au pourcentage de LCLL graphite utilisé. Dans ce cas précis, l'ajout d'une plus grande quantité de LCLL semble interférer avec la conductivité ionique dans les micropores. En revanche, cela contribue à augmenter la conductivité électronique du mélange, ce qui s'observe par une plus haute conductivité électrique au 28e jour comparativement aux formulations T19L5, T19L7,5 et T19L10. D'une part, l'augmentation de la quantité de LCLL graphique permet d'accroître la conductivité électrique dans la matrice géopolymère avec les particules de plus grande taille. D'autre part, la présence d'une plus grande quantité de particules dans les micropores lorsque l'eau s'est en partie évaporée permet de produire un chemin plus conducteur pour le courant électrique, tel qu'observé et suggéré dans une étude récente (Zhang et al., 2021). Ainsi, l'ajout du LCLL graphite contribue donc à augmenter significativement la conductivité électrique de la pâte à 28 jours.

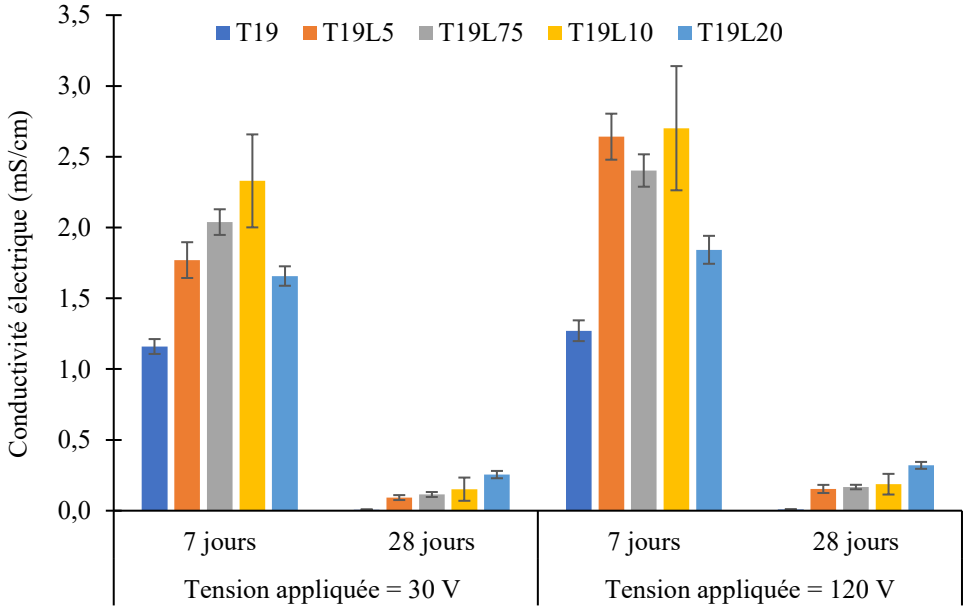


Figure 83: Effet de l'ajout du LCLL graphite sur la conductivité électrique des pâtes géopolymères

Le mélange avec un remplacement de 20% (T19L20) a présenté une conductivité électrique après 28 jours 39 fois plus élevés que le mélange de référence (0,0081 mS/cm pour T19 contre 0,32 mS/cm pour T19L20). Cependant, malgré cette augmentation de performance, la conductivité électrique obtenue (0,32 mS/cm pour une tension appliquée de 120 V) reste en deçà des objectifs visés (au moins 1 mS/cm de conductivité pour une tension appliquée de 120 V) pour la préparation des revêtements chauffants performants. Dans cette optique, il a été décidé d'étudier l'ajout d'autres types de particules conductrices au mélange afin d'optimiser le comportement électrique étant donné que la substitution maximale de pâte par du LCLL graphite est limitée à 20% dû à la perte de maniabilité.

Les Figures 84 et 85 présentent les résultats de la conductivité électrique obtenues pour les proportions de granulats A1, A2, A3 et A4 dans la pâte T19 (indiqué en orange pour les granulats de magnétite et bleu pour les granulats ordinaires) et les proportions A3 (fraction volumique de pâte = 0,35 et volume de gros granulat / volume total de granulats = 0,55) et A4 (fraction volumique de pâte = 0,55 et volume de gros granulat / volume total de granulats = 0,55) dans la pâte T19L75 (indiqué en gris) respectivement pour une tension appliquée de 30 V et 120 V. La pâte T19L75 a été choisie afin d'analyser l'ajout combiné de granulats de magnétite et de LCLL, puisque cette dernière offre un bon équilibre entre conductivité électrique et maniabilité. Les résultats des Figures 84 et 85 montrent que l'ajout des granulats ordinaires à la pâte de référence T19 entraine une diminution significative de la conductivité électrique du mélange comparativement à la pâte seule (Figure 83). Également, la conductivité électrique moyenne des mélanges à base de granulats ordinaires passe de 0,37 mS/cm à 7 jours à 0,08 mS/cm à 28 jours. Cette baisse significative vient renforcer l'idée que la conductivité électrique des différents mélanges dans les premiers jours de mûrissement est principalement régie par la conductivité ionique de la pâte géopolymère du fait que, les granulats ordinaires ne sont pas électriquement conducteurs. Cela est également mis en évidence par le remplacement des granulats ordinaires par des granulats de magnétite où un gain significatif de conductivité électrique a été obtenu, tant à 1 jour qu'à 28 jours.

Comme démontré précédemment, l'ajout du LCLL graphite permet d'augmenter encore plus la conductivité électrique du béton géopolymère. Après 28 jours et une tension appliquée de 120 V, les mélanges avec la pâte T19L75 ont présenté des conductivités

électriques supérieures de respectivement 129% et 115% par rapport aux mélanges avec la pâte de référence et des granulats de magnétite, pour les proportions de granulats A3 et A4. Ces résultats démontrent ainsi qu'un mélange optimal pour obtenir une la conductivité électrique plus élevée nécessite l'incorporation à la pâte T19 des deux types de particule conductrice dans sa matrice, soit du LCLL graphite et des granulats de magnétite.

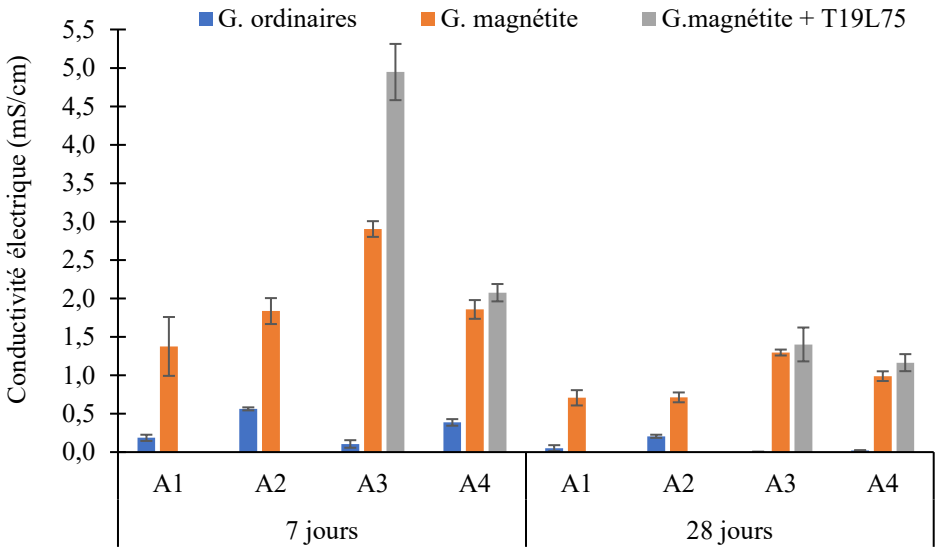


Figure 84: Conductivité électrique pour les mélanges de béton incorporant différentes proportions de granulats dans la pâte T19, pour une tension appliquée de 30 V

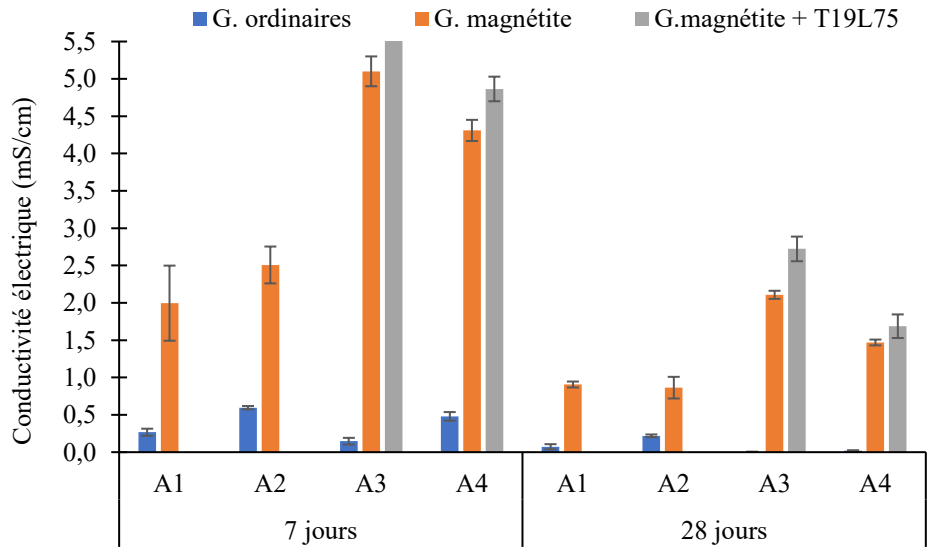


Figure 85: Conductivité électrique pour les mélanges de béton incorporant différentes proportions de granulats dans la pâte T19, pour une tension appliquée de 120 V

Bien que la substitution maximale de pâte par du LCLL graphite soit limitée à 20% en raison de la perte de maniabilité, le remplacement des granulats ordinaires par des granulats de magnétite a été testé jusqu'à 65% du volume total de béton. Cette procédure permet ainsi d'augmenter le nombre de particules conductrices en contact dans la matrice géopolymère et augmenter significativement la conductivité électronique comparativement à la conductivité ionique. La magnétite contribue donc plus significativement au gain de conductivité électrique dû au plus gros volume incorporé au mélange. Le LCLL graphite remplit les pores de la pâte géopolymère avec des particules conductrices, ce qui explique le gain de conductivité électrique présenté à la Figure 86. Ce gain de conductivité est quantifié par le ratio entre la conductivité électrique mesurée après 28 jours pour la pâte T19 avec granulats de magnétite, et celle obtenue pour la pâte T19L75 également avec des granulats de magnétite.

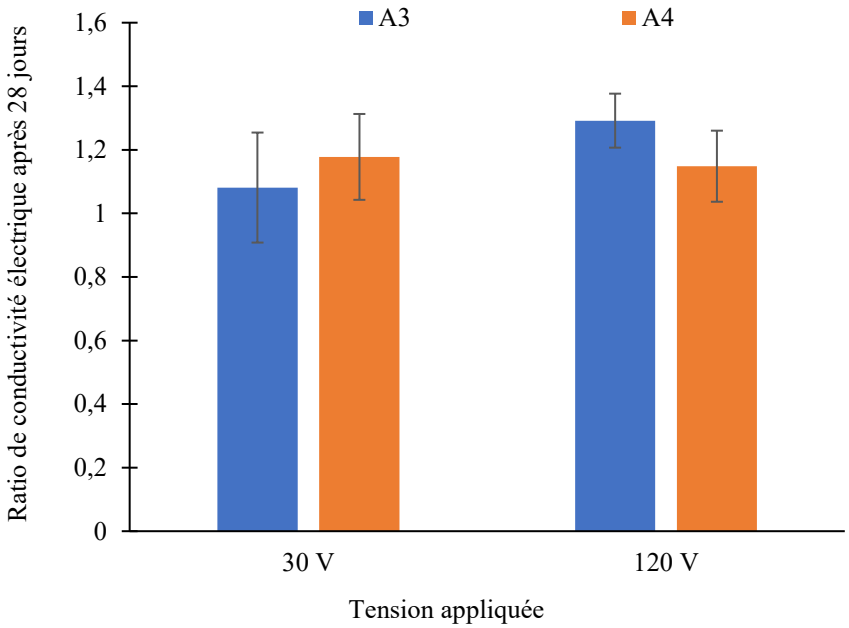


Figure 86: Ratio entre la conductivité électrique de la pâte T19L75 par rapport à celle de la pâte T19 déterminées à 28 jours

La Figure 87 présente une comparaison des effets des facteurs A (a_A) et B (a_B), ainsi que de leur interaction (b_{AB}), et la moyenne des résultats obtenus (M) pour les granulats ordinaires et ceux à base de magnétite sur la conductivité électrique du géopolymère après 28 jours. Les Figures 88 et 89 présentent la moyenne des résultats de conductivité électrique après 28 jours obtenus respectivement par niveau des facteurs A et B. L'ajout des granulats

de magnétite a produit une moyenne (*M*) de conductivité électrique obtenue de 13,15 et 16,86 fois plus élevées que les mélanges utilisant des granulats ordinaires. Il a également été observé que les deux types de granulats provoquent des effets de signe contraire sur la conductivité électrique pour les facteurs *A* et *B*. Ce comportement est directement relié à la conductivité électrique des granulats, qui est élevée pour les granulats de magnétite et presque nulle pour les granulats ordinaires.

Pour les mélanges avec des granulats ordinaires, la pâte géopolymère représente la partie la plus conductrice du mélange, ce qui explique le gain de conductivité électrique obtenue avec l'augmentation du ratio pâte/granulats, (facteur *A*), tel que présenté à la Figure 88. Ce comportement est donc représenté par un effet de signe positif pour le facteur *A* à la Figure 87. À l'inverse, il est observé que l'utilisation du granulat de magnétite réduit l'importance de la conductivité apportée par la pâte, le granulat de magnétite formant la partie la plus conductrice du mélange, ce qui s'observe à la Figure 87 par des facteurs *aA* et *aB* de signe opposé pour ces deux types de granulat.

Les résultats de la Figure 87 montrent que l'effet du facteur *B* (volume de gros granulat / volume total de granulats) a un impact négatif sur la conductivité électrique lorsque les granulats ordinaires sont utilisés et un impact positif pour les granulats de magnétite. Les granulats ordinaires, étant isolants, agissent comme des barrières empêchant le passage du courant électrique. La présence des gros granulats non conducteurs dans la matrice est donc plus préjudiciable à la conductivité électrique que celle du sable en raison de leurs dimensions plus importantes, créant ainsi des barrières plus larges. En revanche, les granulats de magnétite fonctionnent comme des ponts conducteurs permettant au courant électrique de passer. Ainsi, la présence de gros granulats de magnétite dans le mélange entraîne la formation de « ponts » plus grands, augmentant ainsi la conductivité électrique. Les gros granulats de magnétite améliorent la conductivité électrique de manière plus significative que le sable à base de magnétite, tel que présenté à la Figure 89.

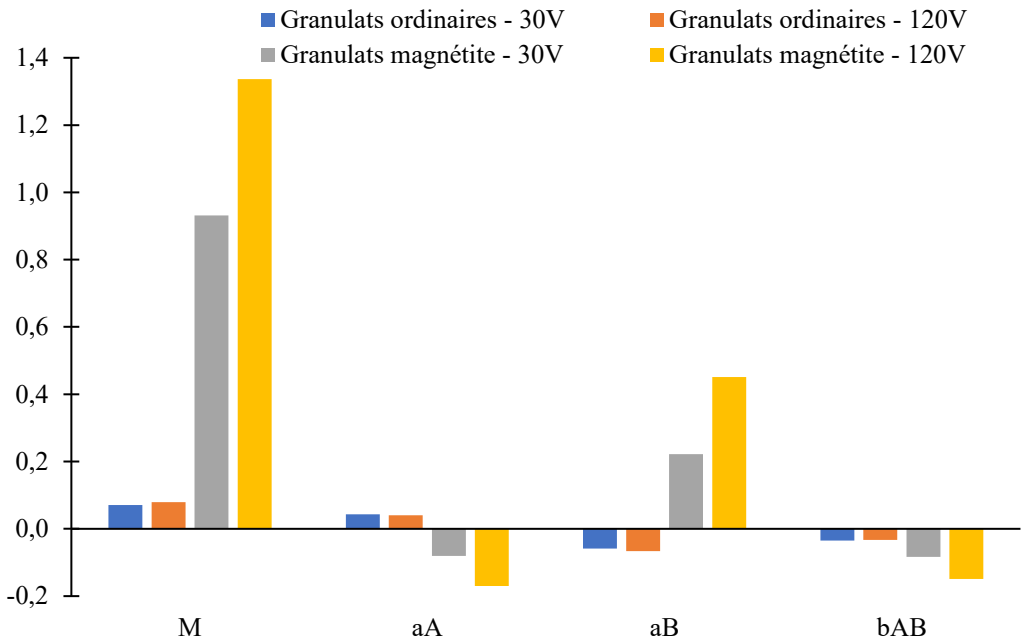


Figure 87: Effets de l'ajout des granulats ordinaires et de magnétite à la pâte T19 sur la conductivité électrique à 28 jours

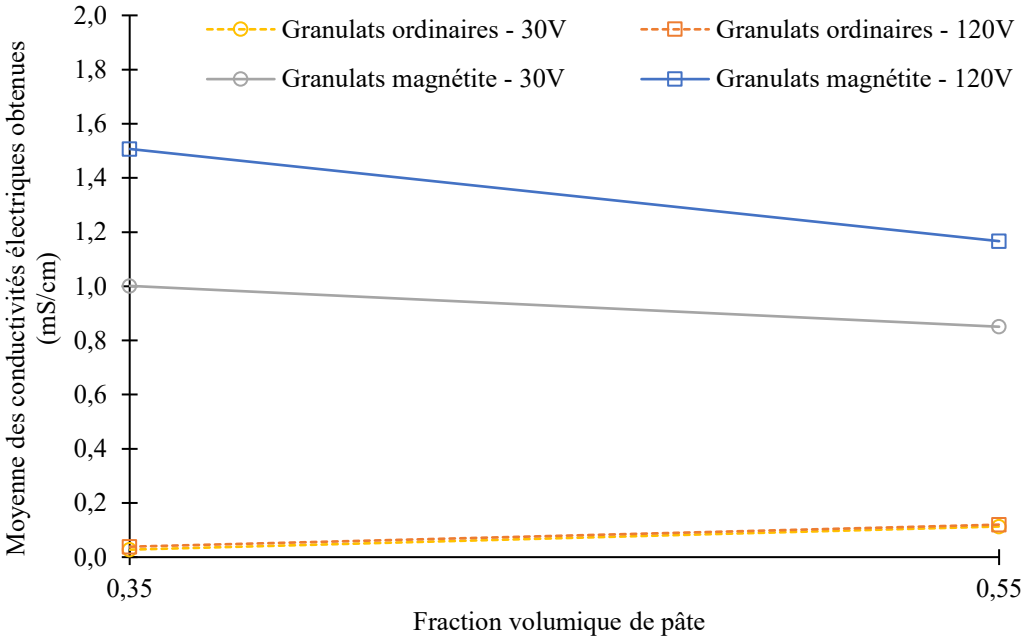


Figure 88: Conductivité électrique moyenne déterminée à 28 jours pour les fractions volumiques de pâte étudiées (facteur A)

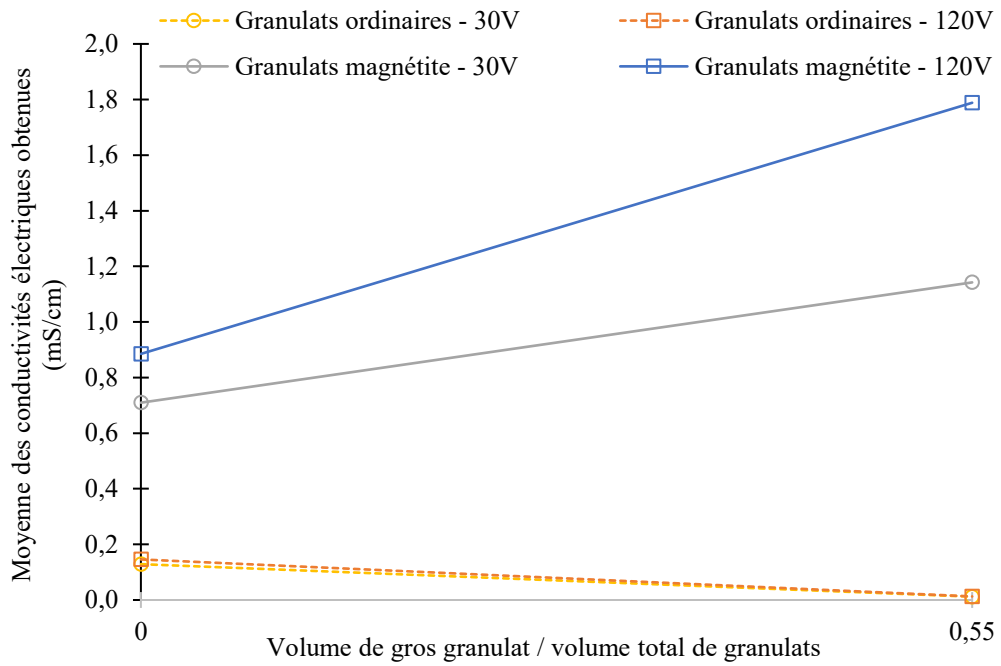


Figure 89: Conductivité électrique moyenne déterminée à 28 jours pour les rapports entre les volumes de gros granulat et total de granulat étudiés (facteur B)

Les résultats des Figures 87 à 89 montrent également l'influence de la tension appliquée sur la conductivité électrique des mélanges. En effet, cette dernière augmente de plus de 50% lorsque la tension appliquée passe de 30 V à 120 V. Pour ce faire, la dépendance de la conductivité électrique en fonction de la tension appliquée a été étudiée plus en détail, comme le montrent les résultats des Figures 90 et 91 qui présentent la courbe typique obtenue pour la conductivité électrique en fonction de la tension appliquée pour les géopolymères conducteurs. Il est ainsi possible d'observer une dépendance non linéaire entre la conductivité électrique et la tension appliquée, comportement particulier qui a également été observé par Tuan *et al.* (1999)(ce comportement est décrit plus en détail dans la section 2.7.1).

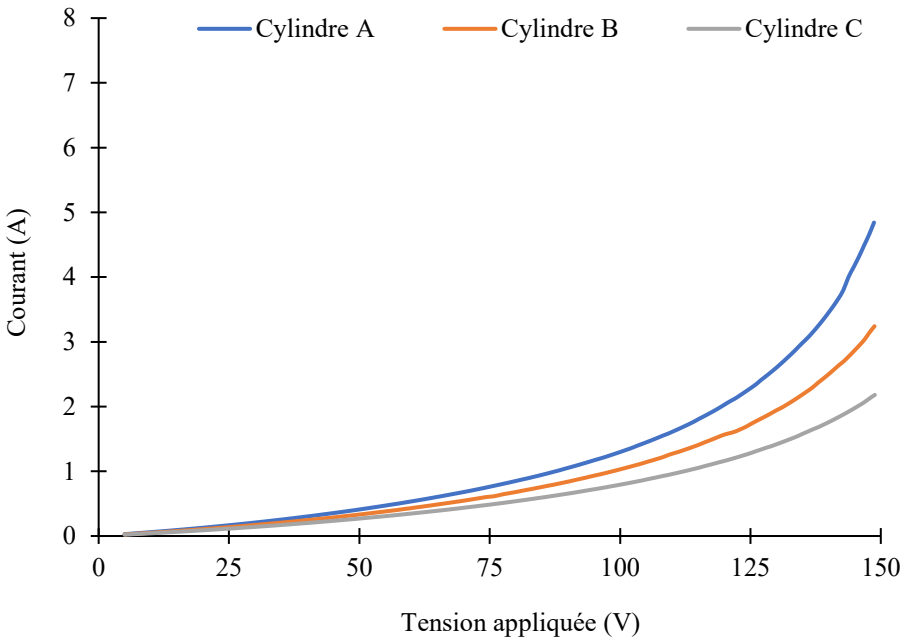


Figure 90: Courant mesuré à 28 jours en fonction de la tension appliquée pour chacune des éprouvettes constituées du mélange optimal de béton A3(T19L75)

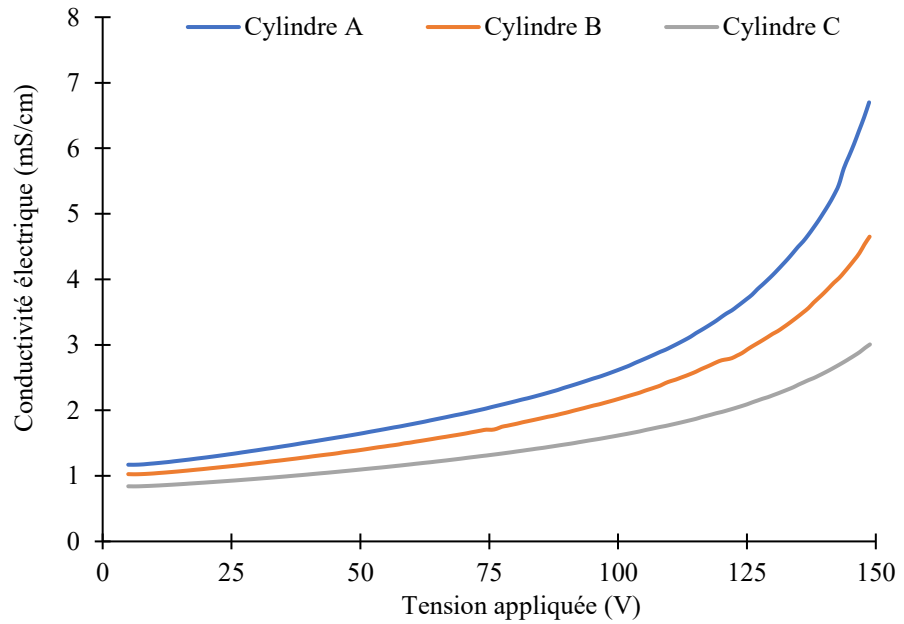


Figure 91: Conductivité électrique mesurée à 28 jours en fonction de la tension appliquée pour chacune des éprouvettes constituées du mélange optimal de béton A3(T19L75)

5.4 Essais de cycles de séchage et d'hydratation

Les essais de cycles de séchage et d'hydratation ont été réalisés sur des échantillons cylindriques fabriqués à partir de la formulation A3(T19L75)MG.

5.4.1 Cycles courts

La Figure 92 présente l'évolution de la conductivité électrique sous une tension appliquée de 30 V mesurée à chaque cycle court respectivement dans les conditions sec et humide. Les résultats obtenus mettent en évidence une tendance à la baisse de la conductivité électrique au fur et à mesure que les cycles de séchage et hydratation s'enchaînent avec une tendance à se stabiliser après environ 30 cycles.

À chaque cycle, la conductivité électrique et le pH de l'eau utilisée pour l'humidification des cylindres ont également été mesurés et sont présentées à la Figure 93. Il peut ainsi être observé que la conductivité électrique de l'eau augmente après le trempage des cylindres, ce qui indique un relâchement d'ions dans l'eau, augmentant ainsi la conduction ionique et le pH de celle-ci. Cependant, tout comme pour la conductivité électrique des cylindres, la différence de conductivité et de pH de l'eau avant et après le trempage des échantillons s'est stabilisée à partir du 30e cycle avec des variations plus faibles entre les mesures effectuées avant et après le trempage. Cela suggère qu'à mesure que les échantillons relâchent leurs ions libres dans l'eau, ils disposent de moins d'ions pour contribuer à leur conduction ionique. Une fois les ions disponibles épuisés dans la matrice géopolymère, la conduction dépend principalement de la conduction électronique, qui, elle, reste stable dans le temps. Ce phénomène pourrait expliquer en partie la diminution de la conductivité observée dans les cylindres.

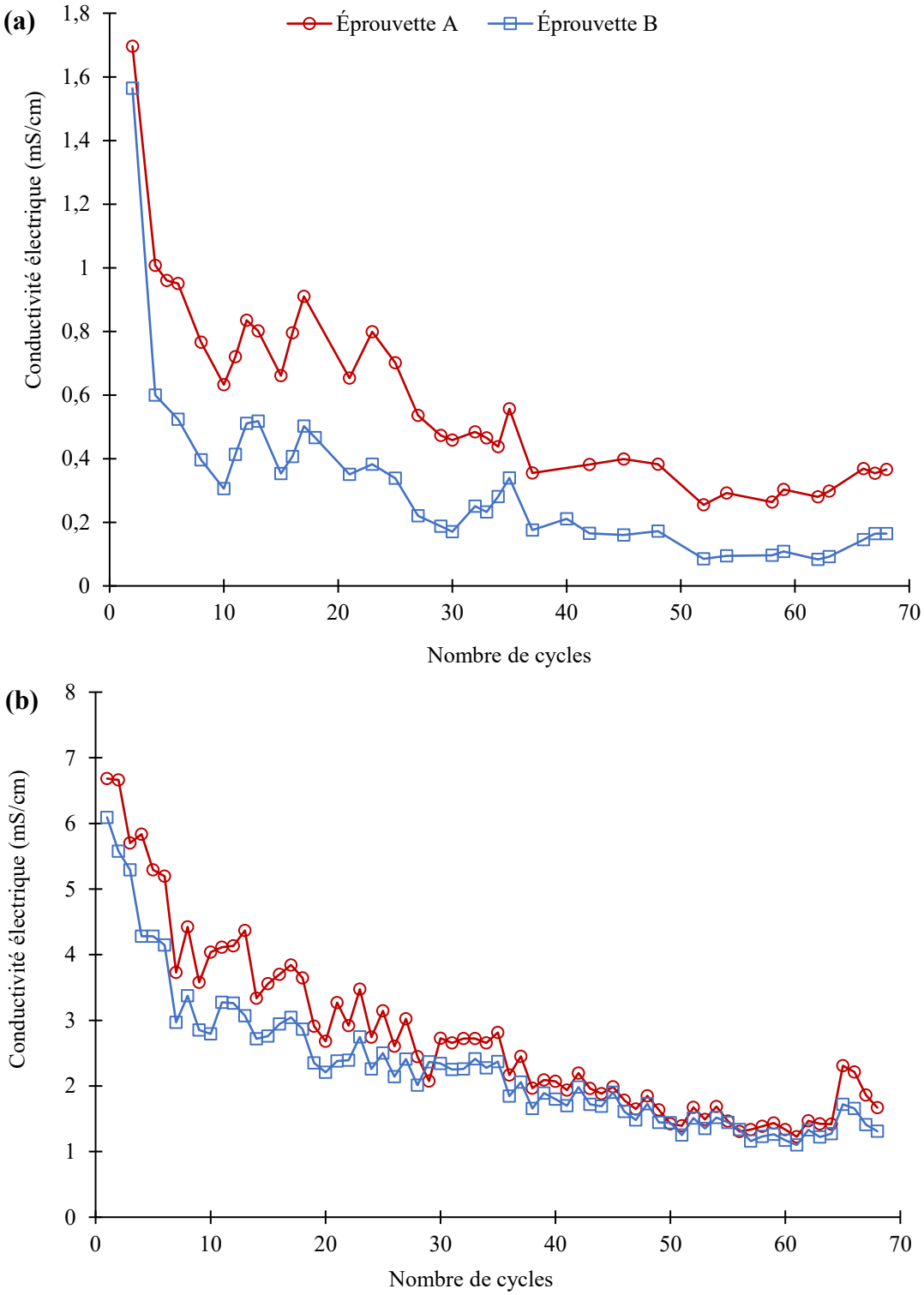


Figure 92: Conductivité électrique sous une tension appliquée de 30 V mesurée à chaque cycle court pour le mélange A3 (T19L75) MG dans la condition a) sèche et b) humide

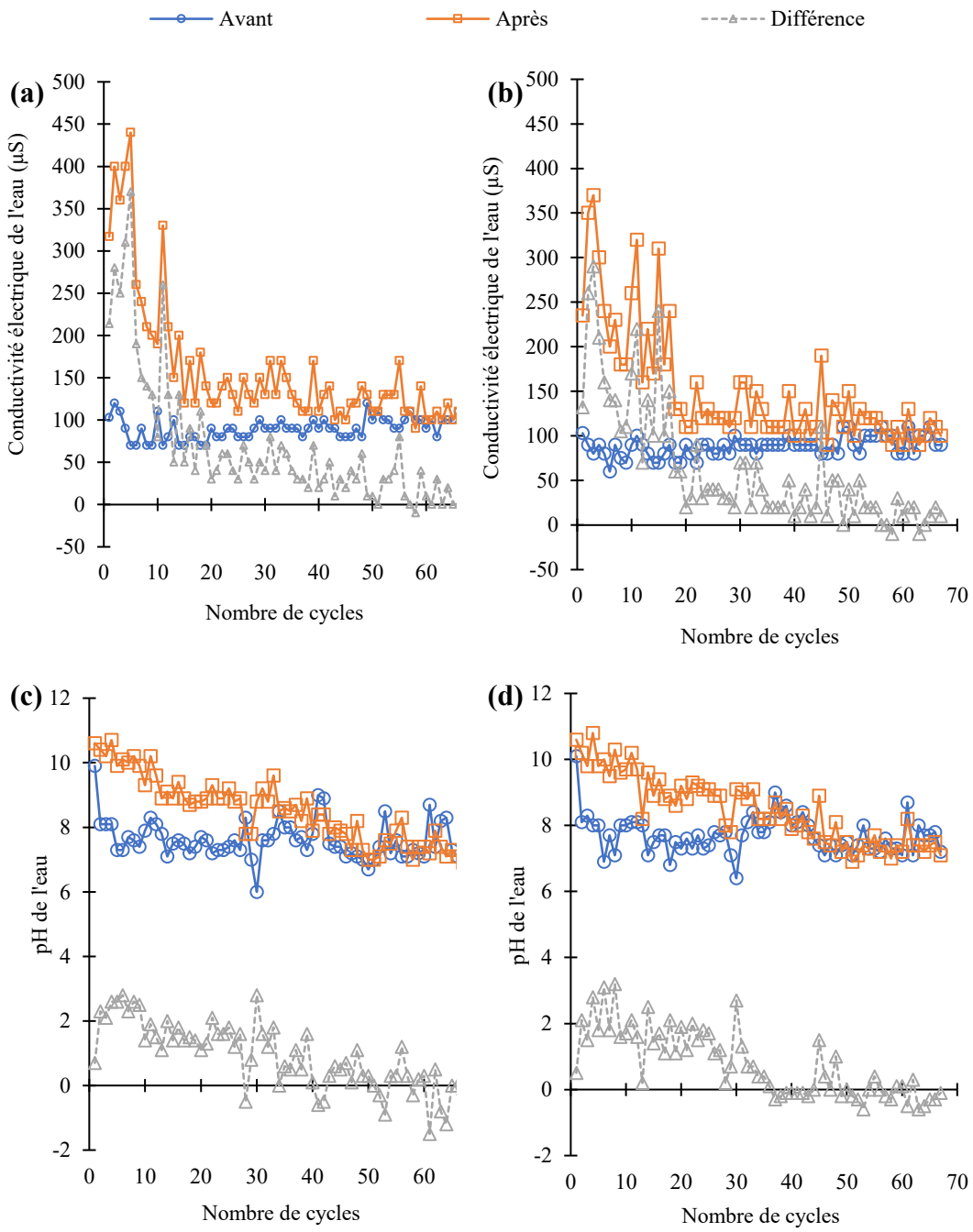


Figure 93: Évolution de la conductivité électrique et du pH de l'eau mesurés avant et après le trempage des éprouvettes A et B pour le mélange A3 (T19L75) MG, cycle court : a) conductivité électrique de l'eau avant et après le trempage de l'éprouvette A ; b) conductivité électrique de l'eau avant et après le trempage de l'éprouvette B ; c) pH de l'eau avant et après le trempage de l'éprouvette A ; d) pH de l'eau avant et après le trempage de l'éprouvette B.

Il a également été observé qu'à mesure que les cycles de séchage et d'hydratation augmentent, de la rouille à commencer à apparaître sur les électrodes (visibles sur la Figure

94), ce qui a pu contribuer à augmenter la résistance de contact avec le géopolymère, et donc possiblement contribué à une part de la perte de conductivité électrique observée.

Figure 94 : Formation de rouille sur l'électrode d'un des échantillons soumis aux essais de cycles de séchage et d'hydratation

5.4.2 Cycle long

La Figure 95 présente l'évolution de la conductivité électrique pour une tension appliquée de 30 V mesurée à chaque cycle long dans les conditions 1, 2, 3 et 4. Comme observé pour les cycles courts, la conductivité électrique décroît avec l'augmentation du nombre de cycles et cette dernière semble se stabiliser après 20 cycles. À faibles températures, la conductivité électrique mesurée est inférieure à celle à température ambiante. Il a été également noté qu'à -15°C, le géopolymère humide présente une conductivité électrique légèrement inférieure qu'à l'état sec, car la glace est un bon isolant et il fonctionne comme une « barrière » dans la matrice en diminuant, ainsi la conductivité électrique.

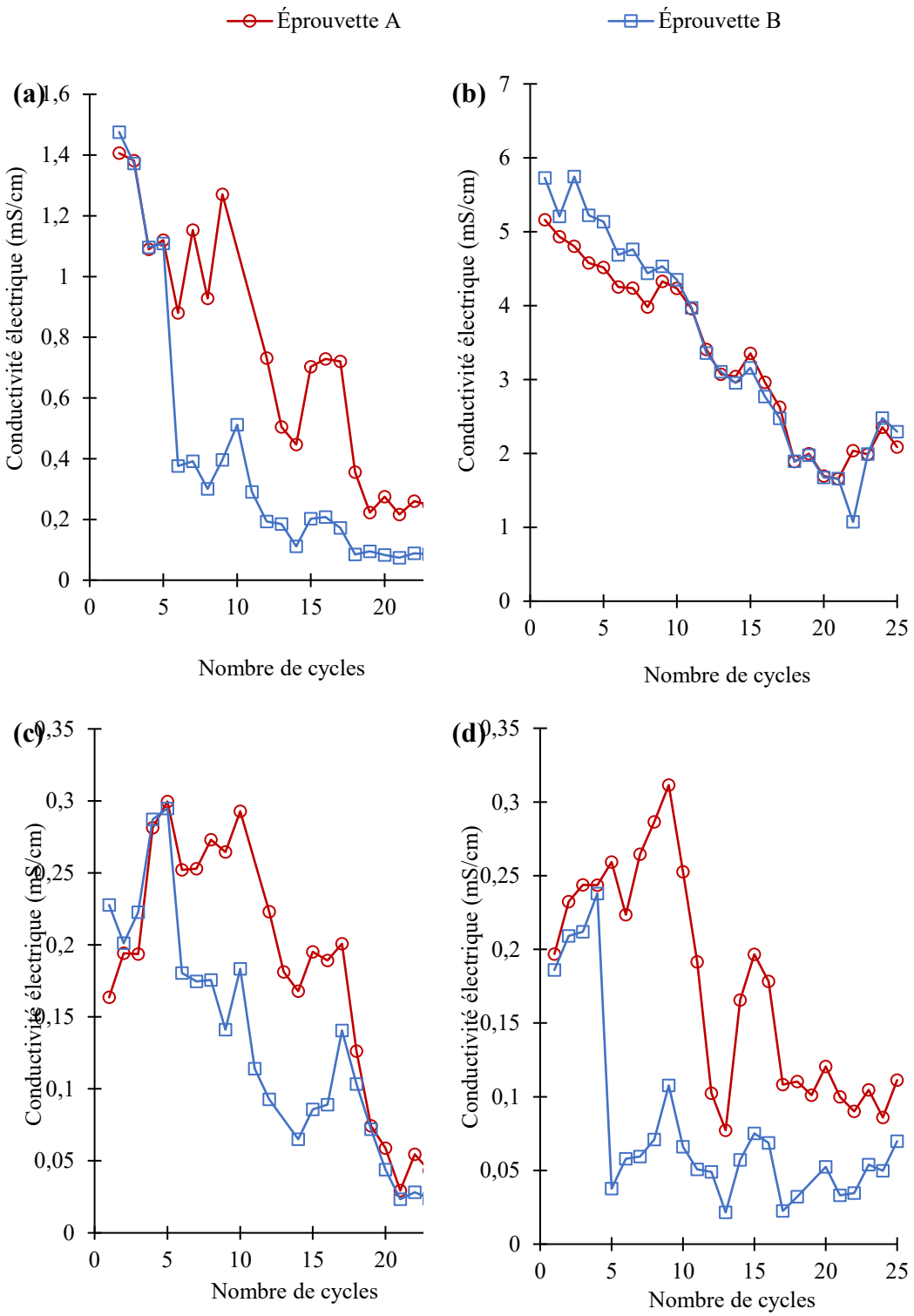


Figure 95 : Évolution de la conductivité électrique mesurée sous une tension appliquée de 30 V à chaque cycle long pour le mélange A3 (T19L75) MG, selon différentes conditions d'essai : a) condition 1 – état sec à +20 °C ; b) condition 2 – état humide à +20 °C ; c) condition 3 – état humide à −15 °C ; d) condition 4 – état sec à −15 °C.

Après le premier cycle, les échantillons ont été réhydratés, ce qui a entraîné une augmentation significative de la conductivité à partir du deuxième cycle, en raison du retour de la contribution de la conductivité ionique dans le mélange. Même après le second séchage, la conductivité est restée élevée, possiblement en raison de la durée de la cure à haute température (60°C) qui n'était pas suffisamment longue pour permettre l'évaporation de toute l'eau libre présente dans la matrice géopolymère, laissant ainsi une certaine quantité de liquide contribuant à la conduction ionique.

La conductivité électrique et le pH de l'eau au cours des cycles sont présentés à la Figure 96. Les résultats obtenus suivent également une tendance similaire à celle du cycle court. Pour les éprouvettes *A* et *B*, il est observé que la différence de conductivité électrique de l'eau avant et après le trempage commence à se stabiliser à partir du cycle 17.

La Figure 97 présente la perte de conductivité électrique après les cycles de séchage et humidification. Les résultats obtenus montrent que l'ajout de conditions d'exposition à des températures négatives et positives dans les cycles entraîne une perte plus importante de la conductivité électrique. Après 25 cycles courts, la perte moyenne de conductivité électrique est de 69 % en condition sèche et de 56 % en condition humide. Pour le même nombre de cycles longs, la perte atteint 88 % en condition sèche à +20 °C (condition 1) et 60 % en condition humide (condition 2). Ces résultats suggèrent que la conductivité électrique est potentiellement plus sensible à une dégradation ou à une microfissuration provoquée par les cycles de gel et dégel. Afin de contrer ce phénomène, l'ajout de matériaux conducteurs de forme allongée, tels que des fibres d'acier ou de carbone, peut être envisagé. Leur forme allongée leur permet de fonctionner comme des « ponts », facilitant le passage du courant électrique à travers les fissures. Cette alternative a également été investiguée dans une étude précédente (Seixas, 2021).

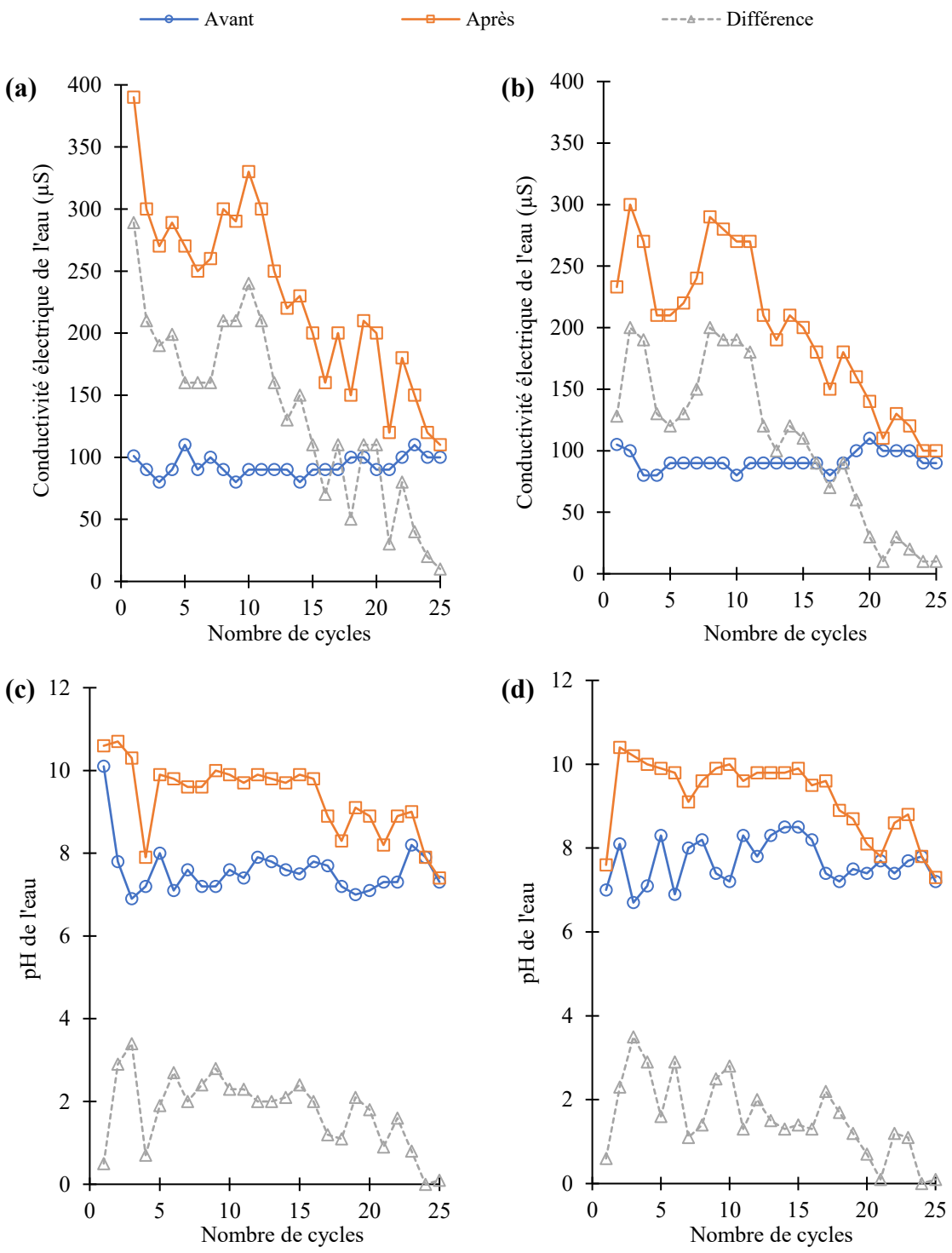


Figure 96 : Évolution de la conductivité électrique et du pH de l'eau mesurés avant et après le trempage des éprouvettes A et B pour le mélange A3 (T19L75) MG, cycle long : a) conductivité électrique de l'eau avant et après le trempage de l'éprouvette A ; b) conductivité électrique de l'eau avant et après le trempage de l'éprouvette B ; c) pH de l'eau avant et après le trempage de l'éprouvette A ; d) pH de l'eau avant et après le trempage de l'éprouvette B

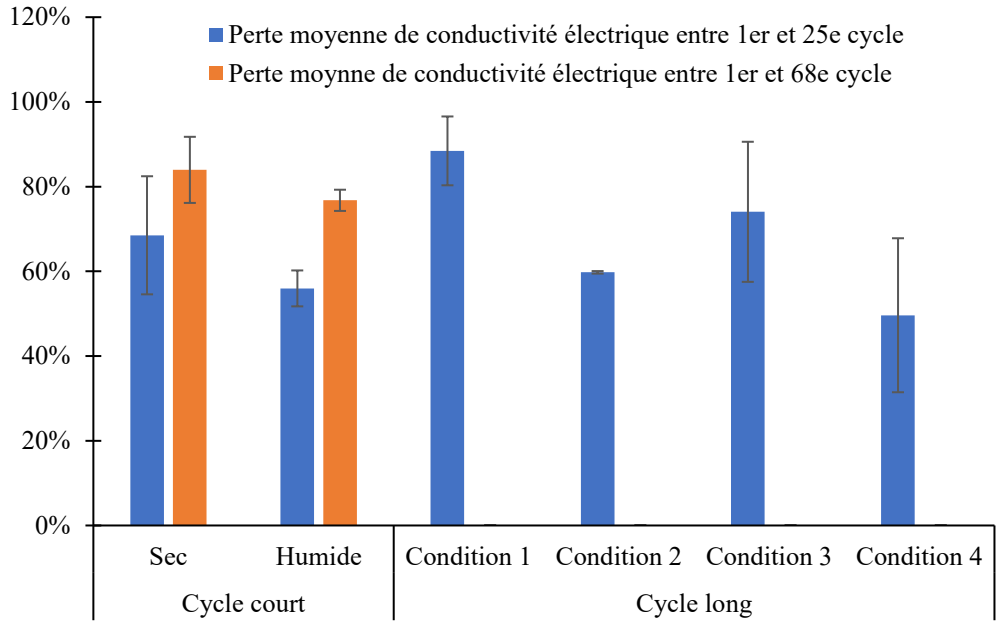


Figure 97: Perte de conductivité électrique après les cycles de séchage et humidification

5.5 Absorption

L'essai d'absorption est effectué sur des échantillons cylindriques fabriqués à partir de la formulation A3(T19L75)MG. Les résultats de gain et perte de masse sont présentés aux Figures 98 et 99. Les résultats obtenus montrent que les cylindres atteignent une masse constante après environ 24 heures d'immersion dans l'eau et environ 48 heures de séchage au four à 105°C. La masse finale mesurée après le séchage est égale à la masse sèche initiale, ce qui indique qu'aucune perte de matériau n'a eu lieu pendant l'essai. Une absorption de 3,42 % a été calculée pour l'échantillon *A* et de 4,0 % pour l'échantillon *B*. Bien que l'absorption d'eau ne constitue pas un indicateur direct de la qualité du béton, elle fournit des informations sur sa porosité et sa durabilité potentielle (Alsayed & Amjad, 1996; Wainwright et al., 1985). Selon Tracz (2012), pour assurer une durabilité appropriée, l'absorption devrait se situer entre 4 % et 6 %. D'après Wilson *et al.* (2021), lorsque l'absorption est inférieure à 5 %, le béton est considéré comme de bonne qualité. À titre de comparaison, selon la norme CSA A23.1:24, un béton à ultra haute performance (BHP) doit présenter une absorption inférieure à 3 % (CSA A23.1 - Annex I, 2024). Par conséquent, les valeurs obtenues pour ces géopolymères indiquent que leur porosité est relativement faible, comparable à celle des bétons conventionnels de bonne qualité, tout en restant légèrement supérieure à celle attendue pour un BHP.

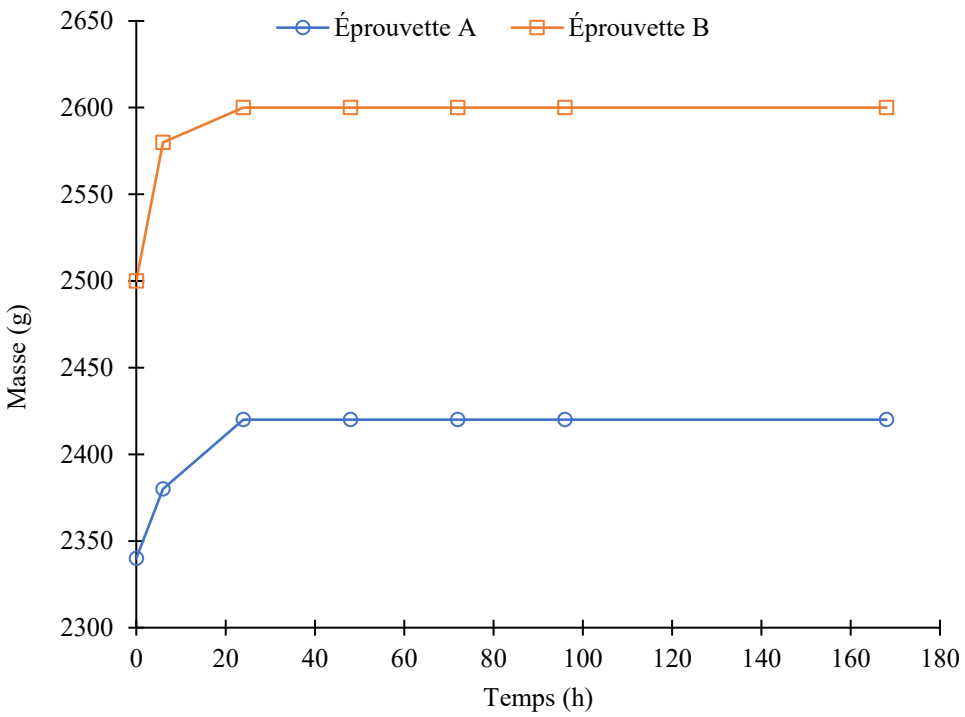


Figure 98: Gain de masse observé après immersion dans l'eau des cylindres du mélange A3(T19L75)MG

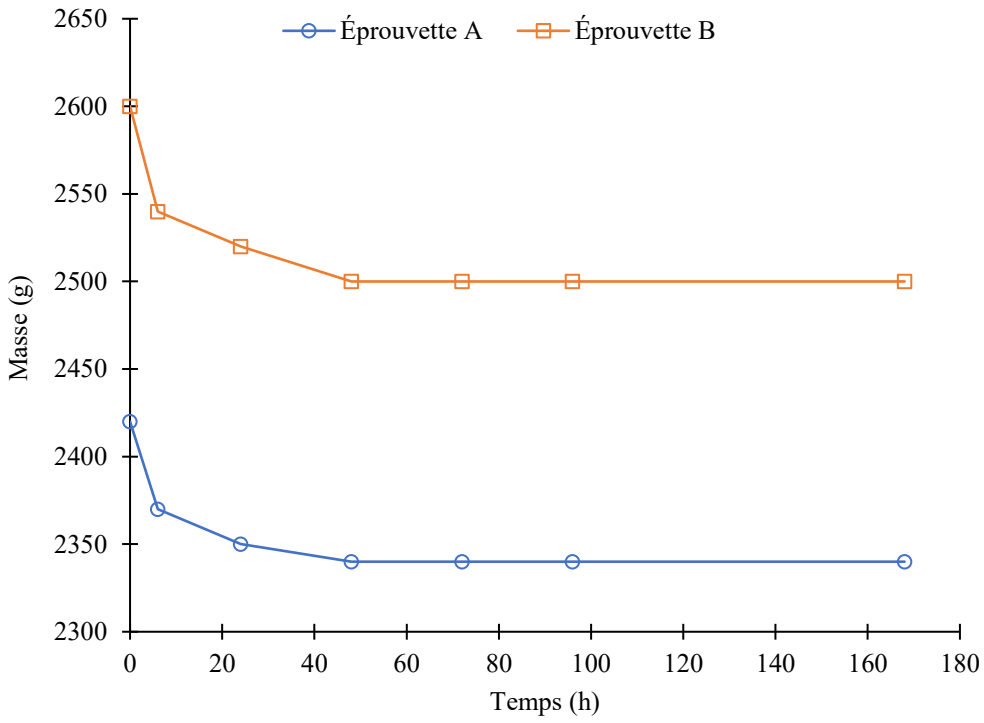


Figure 99: Perte de masse observé après séchage au four à 105°C des cylindres du mélange A3(T19L75)MG

5.6 Analyse de la microstructure avec le microscope électronique à balayage

5.6.1 Matières premières

Les Figures 100 et 101 présentent respectivement les images de la cendre volante et du résidu de bauxite obtenues avec le microscope électronique à balayage (MEB), à un grossissement de 1000X. Ces images révèlent que les particules de cendre volante (Figure 100) présentent des formes sphériques avec des surfaces généralement lisses, tandis que le résidu de bauxite (Figure 101) affiche des formes irrégulières et des surfaces rugueuses. Cette différence de morphologie explique pourquoi une teneur plus élevée en cendre volante améliore la maniabilité des pâtes géopolymère avec une contrainte de seuil plus faible observé lors des essais de rhéologie (section 4.2.1). Les particules sphériques et lisses de la cendre volante ont tendance à rouler facilement les unes sur les autres, facilitant ainsi le mélange et la mise en œuvre. En revanche, le résidu de bauxite, avec leur forme irrégulière et leur surface rugueuse, créent plus de friction et d'interaction entre elles, réduisant ainsi la maniabilité des mélanges géopolymères.

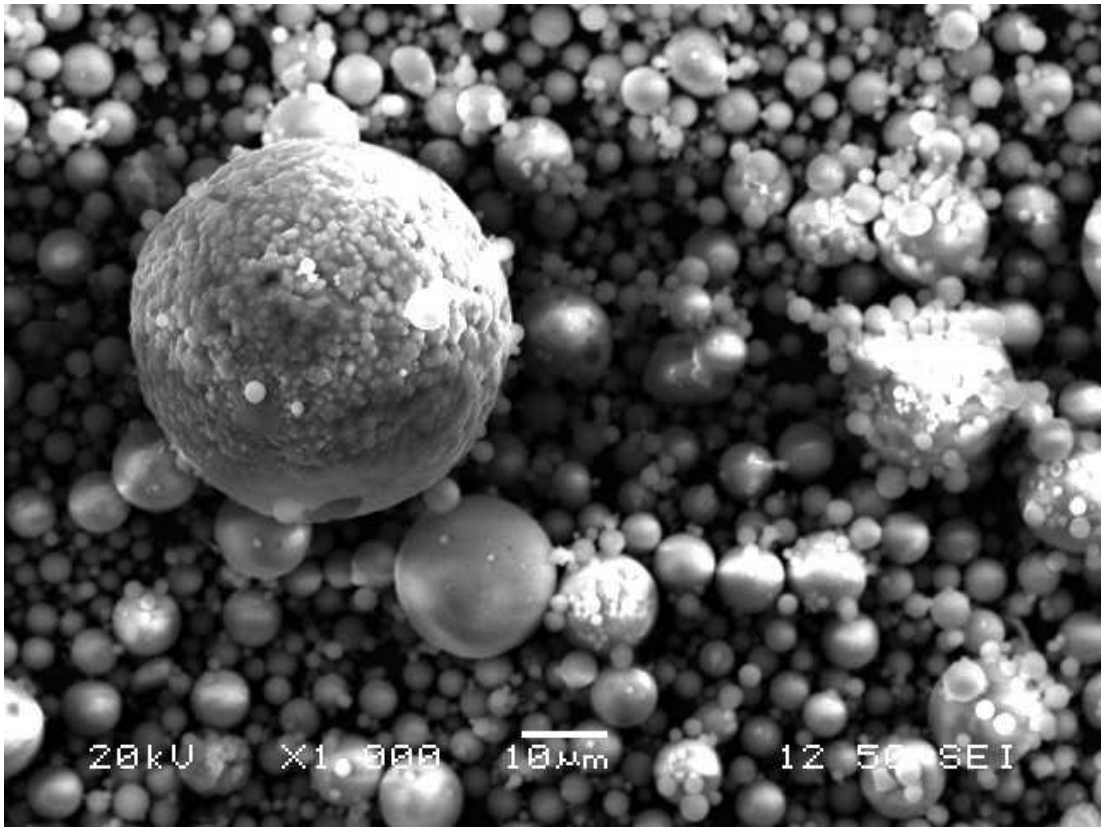


Figure 100: Particules de cendre volante observées au microscope électronique à balayage à un grossissement de 1000X

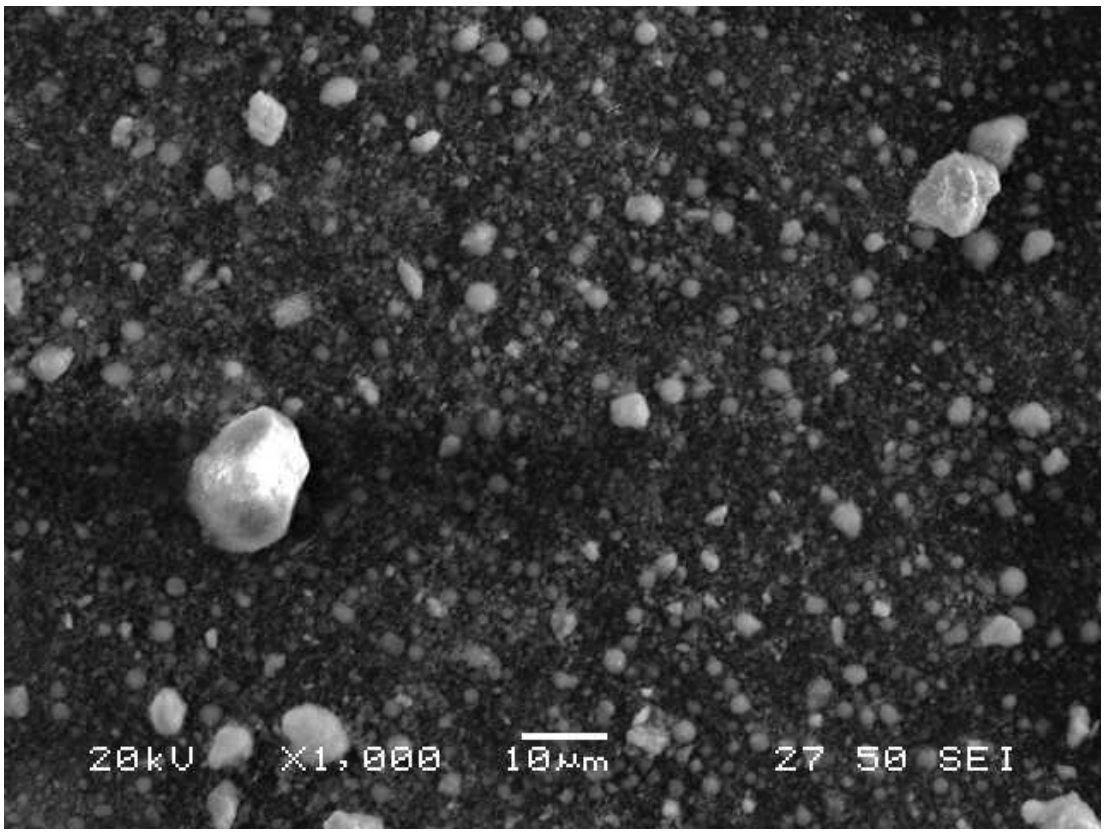


Figure 101: Particules de résidu de bauxite observées avec le microscope électronique à balayage à un grossissement de 1000X

5.6.2 Microstructure du géopolymère

Les mélanges de mortier A2(T17) et A2(T18) ont été sélectionnés pour l'analyse de la microstructure en raison de leur teneur élevée en pâte et de l'absence de gros granulats. Le mélange A2(T17) se caractérise par une pâte avec un ratio m_{RB} / m_{CV} de 0,667 dans laquelle le précurseur aluminosilicate solide est composé de 40% de résidu de bauxite, tandis que le mélange A2(T18) présente un ratio m_{RB} / m_{CV} plus élevée de 1,500 (60% de résidu de bauxite). La composition complète des mélanges est présentée au Tableau 27 (section 5.1.1). Ces deux mélanges de mortier permettent une comparaison directe de l'impact de la teneur en résidu de bauxite sur la densité et la compacité de la microstructure. Les Figures 102 et 103 présentent la microstructure des échantillons immédiatement après la réalisation de la cure à 60°C pendant 24 heures observée au MEB à un grossissement de 200X et 900X. Il peut être constaté à un grossissement de 200X que le mélange A2(T18) contenant une

proportion plus élevée de résidu de bauxite (ratio m_{RB} / m_{CV} plus élevée de 1,500) présente des fissures plus ouvertes pour le mélange A2(T17) contenant une proportion moins élevée de résidu de bauxite (ratio m_{RB} / m_{CV} de 0,667). Aussi, à un grossissement de 900X, il peut être observé que les deux formulations présentent des particules de cendre volante qui n'ont pas réagi. Ces particules sont facilement identifiables dû à leur forme sphérique, telle que vu précédemment (Figure 100). Cependant, dans le cas du mélange A2(T17), les particules de cendre volante semblent être plus rapprochées les unes des autres et mieux dispersées dans la pâte que la formulation A2(T18), dont le précurseur est constitué à 40% de cendre volante et 60% de résidu de bauxite. Cela peut être attribuable à une teneur plus élevée en cendre volante qui permet d'obtenir une matrice plus cohésive et moins poreuse par rapport à la formulation qui contient une proportion moins élevée de cendre volante (plus élevée en résidu de bauxite). Également pour la formulation A2(T18) plus riche en résidu de bauxite, il est possible de remarquer à la Figure 102 que la microstructure semble être moins homogène, avec la concentration de particules de résidu de bauxite sous la forme d'agglomérats. Ces agglomérats de résidu de bauxite peuvent entraver la réaction de géopolymèrisation, conduisant à une microstructure moins dense et une résistance mécanique plus faible.

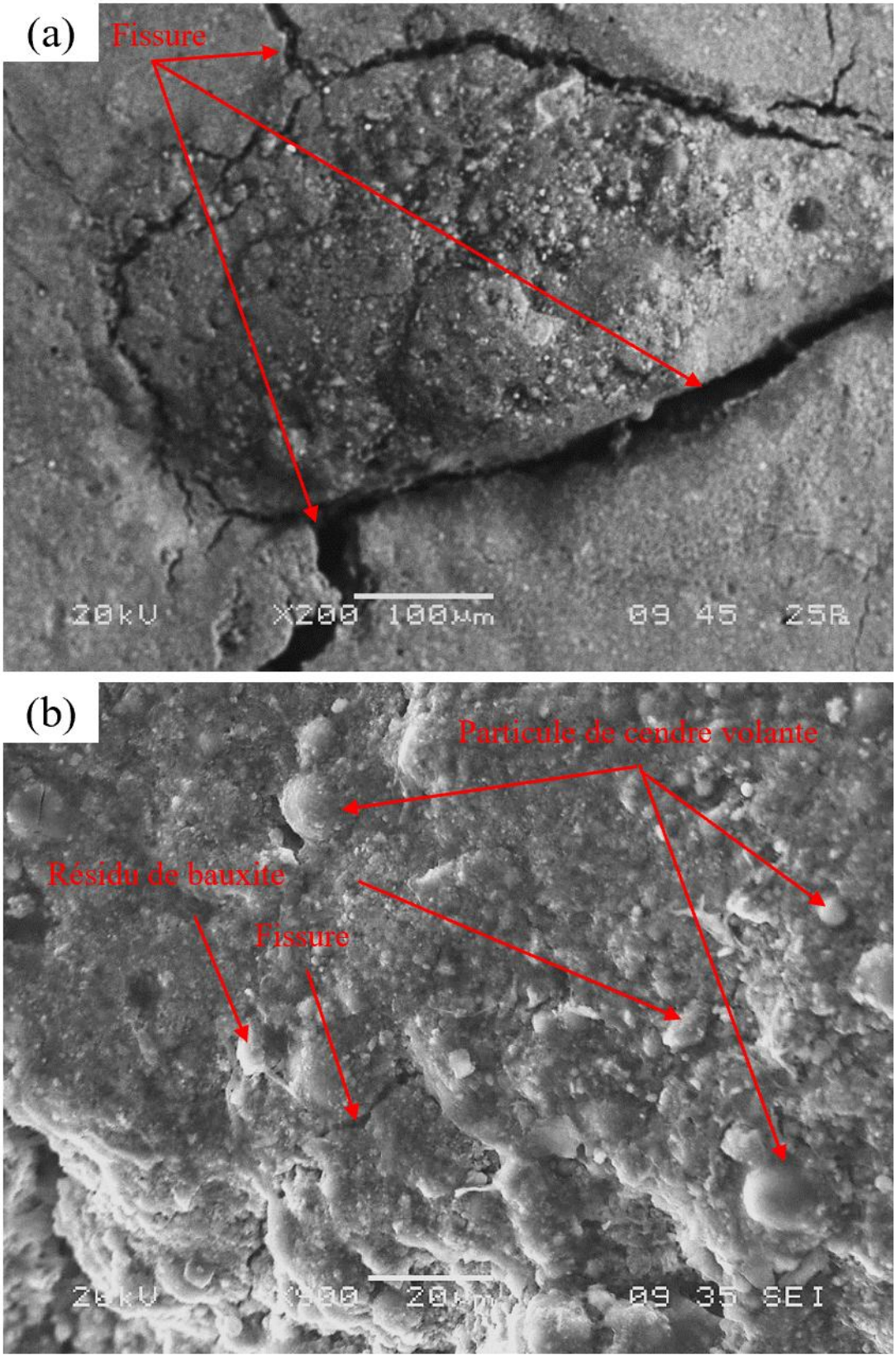


Figure 102: Microstructure du mélange A2(T18) prise 1 jour après la culée (cure à 60°C pendant 24 heures) à un grossissement de 200X (a) et 900X (b)

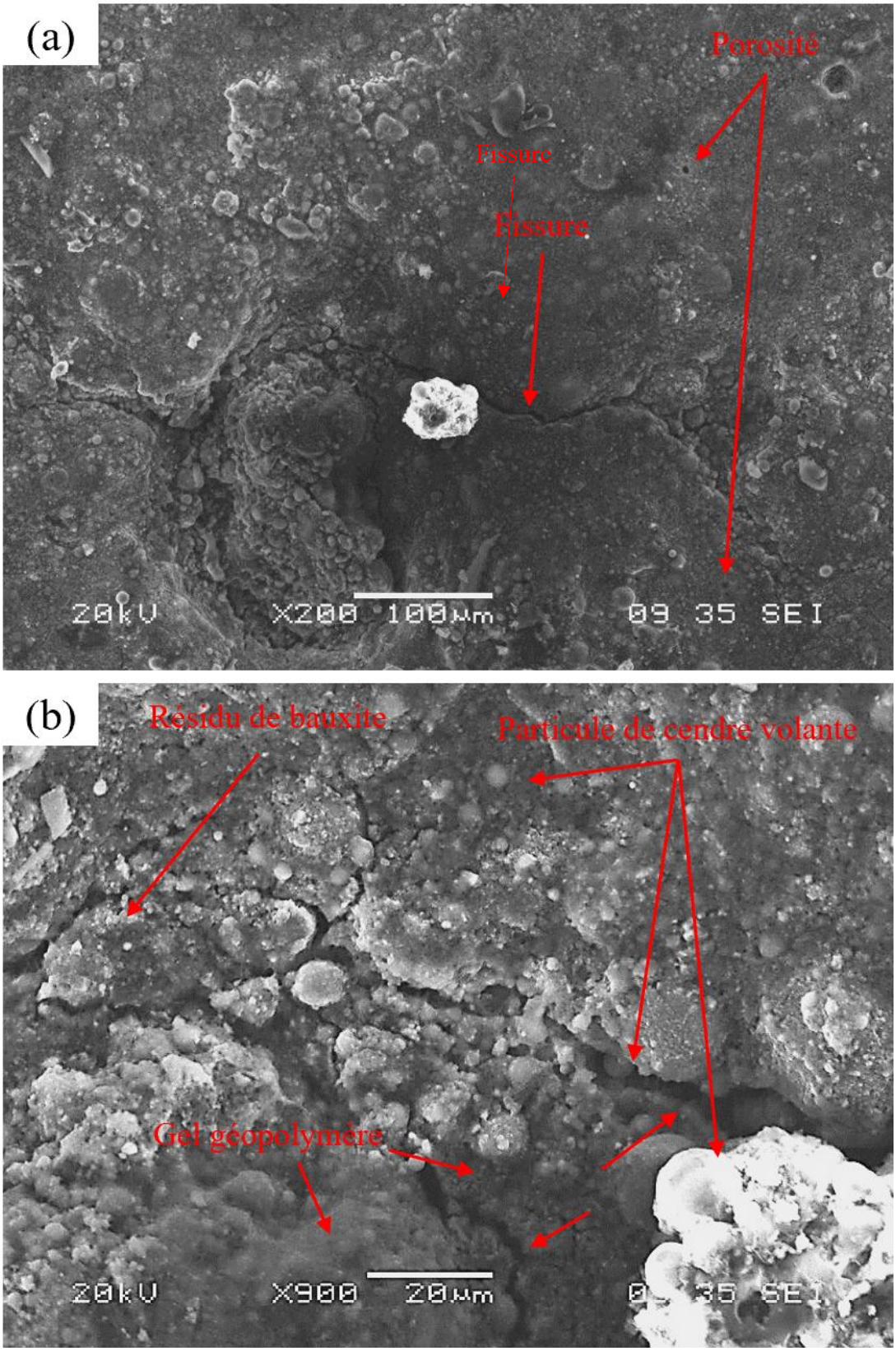


Figure 103: Microstructure du mélange A2(T17) prise 1 jour après la culée (cure à 60°C pendant 24 heures) à un grossissement de 200X (a) et 900X (b)

Les Figures 104 et 105 présentent la microstructure des échantillons des mélanges de mortier géopolymère A2(T17) et A2(T18) observée au MEB à 28 jours (cure initiale à 60°C pendant 24 heures suivi de 27 jours de mûrissement à température ambiante). Il est possible d'observer qu'à 28 jours d'âge, le mélange A2(T17) présente une matrice plus dense et plus uniforme comparativement à la microstructure observée immédiatement après la cure (Figure 103 comparativement à la Figure 105). L'effet du mûrissement sur ce mélange géopolymère a ainsi permis de poursuivre la réaction de géopolymérisation en consommant les particules aluminosilicates restantes, améliorant ainsi la formation du gel géopolymère et contribuant à l'augmentation de la résistance mécanique, tel qu'observé à la section 5.1.5. Malgré la formation d'une matrice plus dense, tel qu'observée à la Figure 105, des particules de cendre volante ayant non réagies sont encore visibles. Cette observation permet de penser qu'en présence de conditions propices à la réaction de géopolymérisation, comme la présence des composants de la solution alcaline, ces particules pourraient continuer à réagir et poursuivre la géopolymérisation. Par conséquent, la résistance mécanique pourrait continuer à s'accroitre passée 28 jours. Cette constatation concorde avec la résistance mécanique plus grande déterminée pour ce même mélange à 56 jours comparativement à 28 jours tel que présenté à la Figure 72.

À partir des images de la Figure 104, il est possible d'observer que le mélange avec une plus grande teneur en résidu de bauxite du précurseur solide A2(T18) (60 % du précurseur composé de résidu de bauxite) présente une fissuration plus prononcée, visible aux grossissements de 200X et 1000X, ainsi qu'une matrice plus poreuse. Des particules de résidu de bauxite et de cendre volante sont observables, ce qui indique une réaction de géopolymérisation incomplète. De plus, des particules de cendre volante n'ayant pas réagies sont présentes dans les fissures (Figure 104-a). Cela suggère que l'excès de résidu de bauxite peut perturber la réaction de géopolymérisation, entraînant une formation réduite du gel géopolymère. Le changement volumétrique différentiel entre la formation du gel géopolymère et les particules de cendre volante ainsi que le résidu de bauxite non réagis peut induire des contraintes internes au sein de la matrice. En effet, tandis que le gel géopolymère subit une légère contraction lors de sa formation, les particules de cendre volante et le résidu de bauxite, qui ne réagissent que partiellement, conservent des dimensions relativement stables. Cette incompatibilité dimensionnelle crée des tensions localisées qui favorisent

l’apparition de microfissurations dans la structure. Ces fissures affaiblissent ainsi la cohésion de la matrice et perturbent le transfert des efforts mécaniques, ce qui se traduit par une diminution de la résistance à la compression après 28 jours. Cette constatation concorde avec la diminution progressive de la résistance mécanique déterminée après la cure, à 28 jours et à 56 jours comme illustré à la Figure 72.

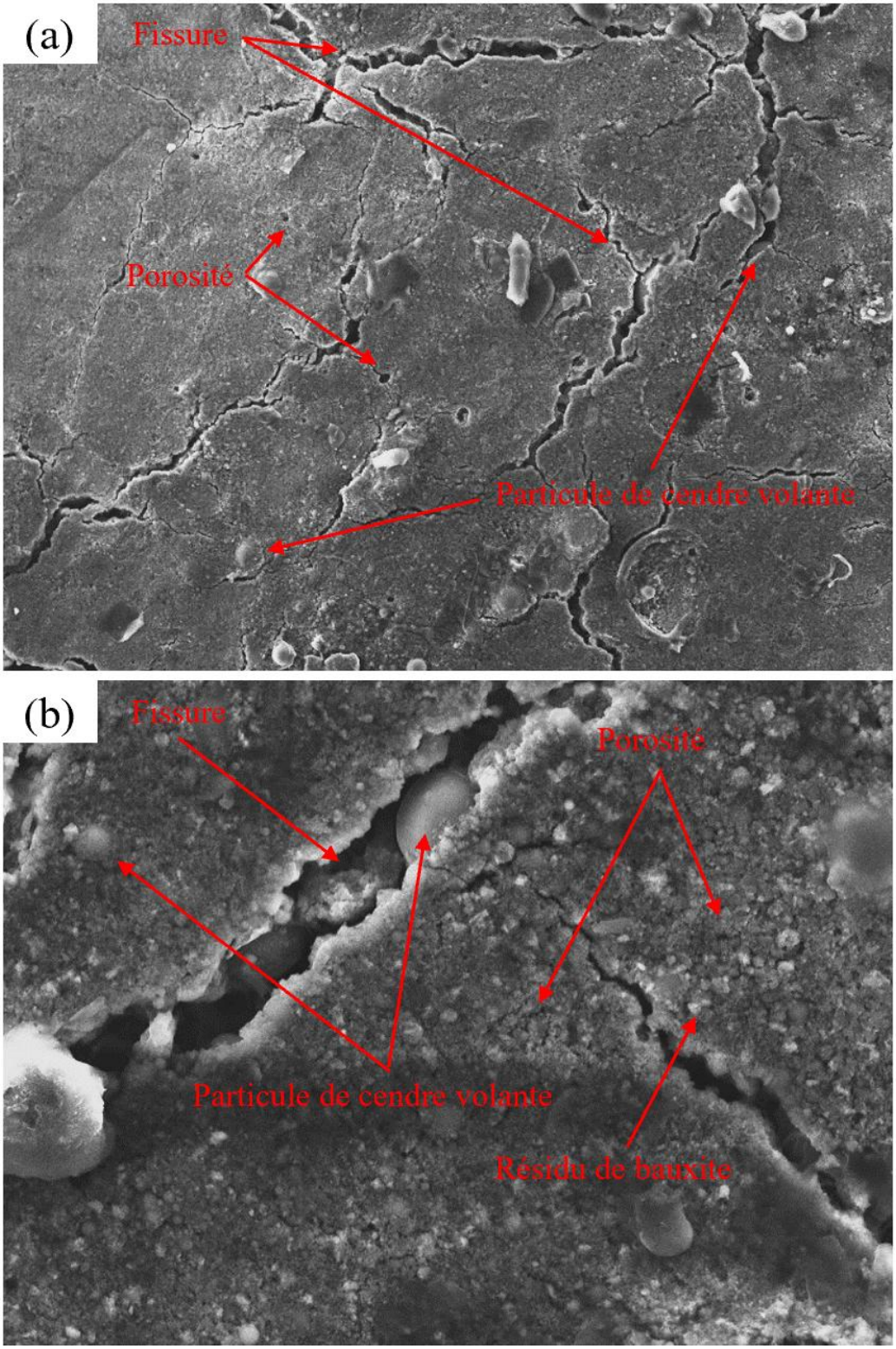


Figure 104: Microstructure du mélange A2(T18) observée au MEB 28 jours après la culée (cure à 60°C pendant 24 heures) à un grossissement de 200X (a) et 1000X (b)

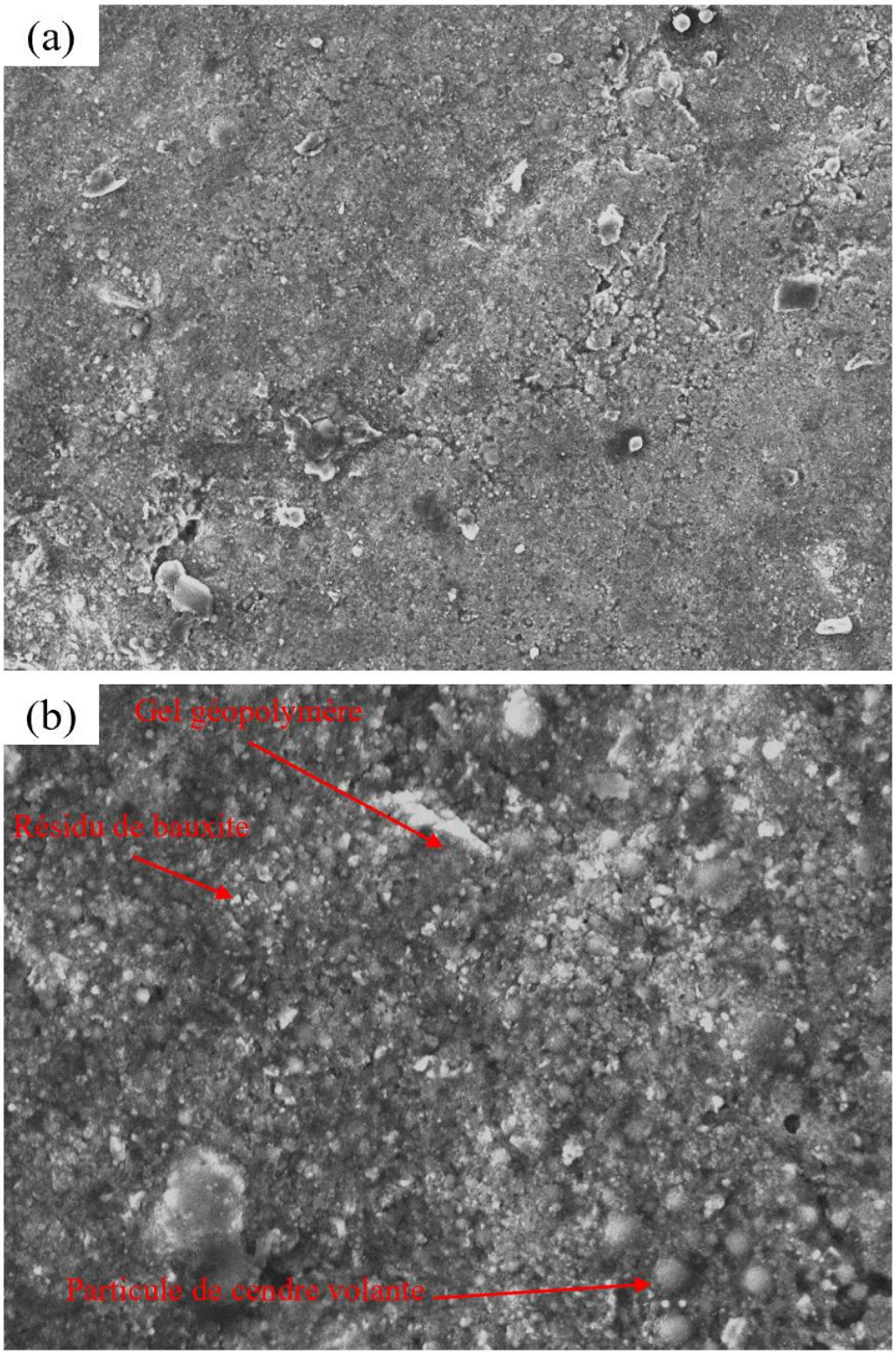


Figure 105: Microstructure du mélange A2(T17) observée au MEB 28 jours après la culée (cure à 60°C pendant 24 heures) à un grossissement de 200X (a) et 1000X (b)

5.7 Temps de prise

Les mélanges de mortier A2(T17) et A2(T18) ont été sélectionnés pour évaluer l'influence de la teneur en résidu de bauxite sur le temps de prise du géopolymère à l'aide de l'aiguille de Vicat. La Figure 106 présente la pénétration de l'aiguille de Vicat déterminée en fonction du temps pour ces deux mélanges. Le temps 0 correspond au moment où la 1re mesure est prise, immédiatement après avoir mis en place les mélanges dans l'éprouvette de mesure, soit environ 10 minutes après le contact entre les précurseurs solides et les activateurs alcalins lors du malaxage. Il peut être constaté à la Figure 106 que le mélange A2(T18) ayant un précurseur solide composé à 60% de résidu de bauxite n'a pas présenté de diminution de la pénétration de l'aiguille de Vicat lors des 5 heures et 45 minutes qu'a duré la prise de mesure essai. En revanche, le mélange A2(T17) plus riche en cendre volante et moins riche en résidu de bauxite a montré une réduction de la pénétration de l'aiguille à partir de 240 minutes. Par la suite, la pénétration de l'aiguille a progressivement diminué jusqu`à la fin de la prise de mesure. La prise initiale a été obtenue après 345 minutes. La plus faible réactivité du résidu de bauxite par rapport à la cendre volante semble ralentir la réaction de géopolymérisation, ce qui se traduit par un temps de prise plus long. La prise finale (correspondant au moment où l'aiguille ne laisse plus d'empreinte visible sur la surface de la pâte) n'a pas été observée pour les deux mélanges étudiés.

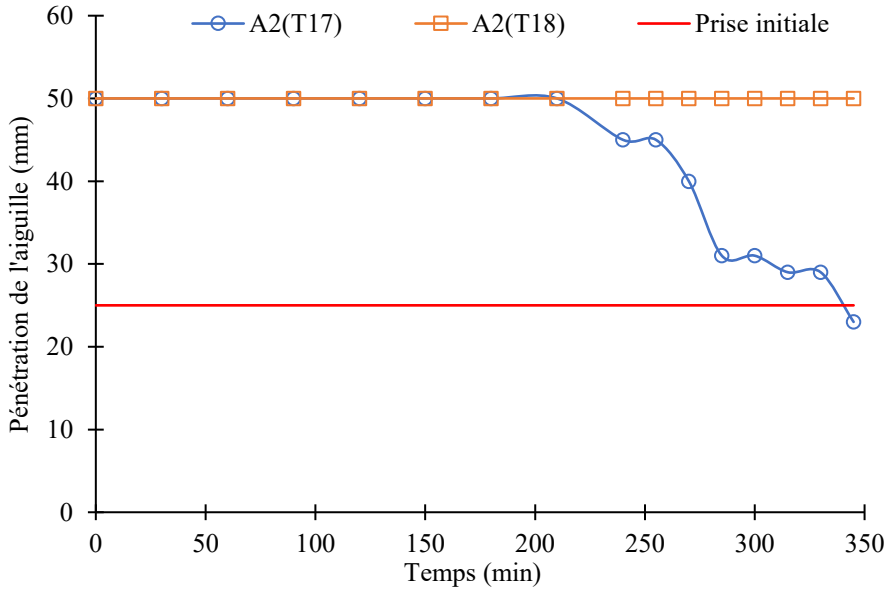


Figure 106: Pénétration avec aiguille de Vicat pour les mélanges A2(T17) et A2(T18)

5.8 Essai de durabilité

Le mélange de béton A4(T17) a été sélectionné pour l'essai d'écaillage conforme à ASTM C672-12 (ASTM C672/C672M, 2012) en raison de sa haute performance mécanique, atteignant 88 MPa après une cure au four à 80 °C pendant 48 heures. Ce mélange sans air entraîné présente une teneur en air de 2,2 % mesuré conformément à la norme A23.2:24 - 4C par la méthode pressiométrique (CSA A23.2 - 4C, 2024). La Figure 107 présente le cumul de la masse écaillée en fonction des différents cycles de l'essai, pour les deux éprouvettes de mesure (notées A et B) du mélange A4(T17) et d'un mélange de référence composé de béton à base de ciment portland avec l'air entraîné (6 % d'air mesuré par A23.2:24 - 4C, f'_c = 50 MPa). Au Canada, les critères d'acceptabilité de l'essai d'écaillage sont définis par deux organismes de normalisation (CSA A23.2 - 22C, 2024). Le Ministère des Transport et de la Mobilité durable du Québec (MTMD), à travers la norme 3101 (Ministère des Transport et de la Mobilité durable du Québec, 2023), et le Ministry of Transportation of Ontario (MTO), par la norme MTO LS-412 (Ministry of Transportation of Ontario, 2017), prescrivent des limites maximales de masse écaillée cumulative. Ces limites sont respectivement de 0,5 kg/m² et de 0,8 kg/m². Les résultats démontrent qu'après 50 cycles, les formulations testées présentent une masse cumulative de débris en dessous de la limite d'acceptabilité déterminé par la norme MTO LS-412 (Ministry of Transportation of Ontario, 2017). Cependant, bien que le mélange géopolymère A4(T17) ait présenté une résistance à l'écaillage comparable à celle du mélange de référence, sa masse cumulative d'écaillage mesurée après 50 cycles se situe à la limite d'acceptabilité fixée par le MTMD (Ministère des Transport et de la Mobilité durable du Québec, 2023). En revanche, le mélange de référence présente une valeur légèrement inférieure à cette limite.

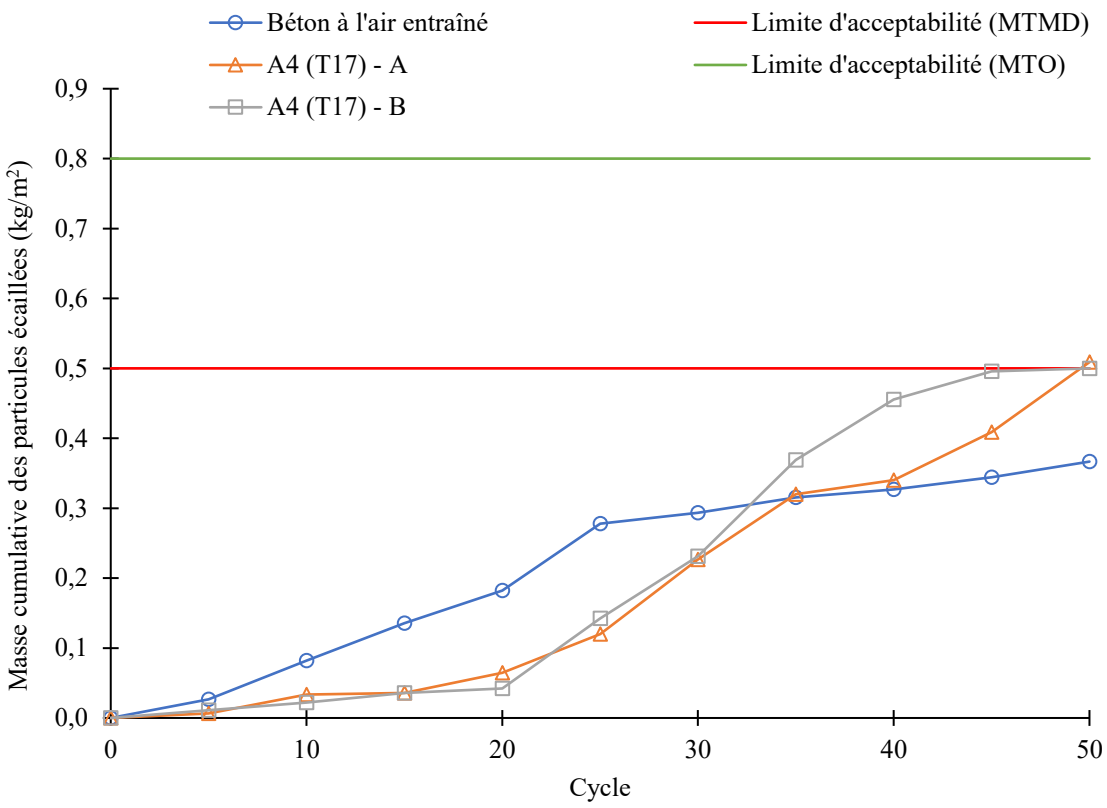
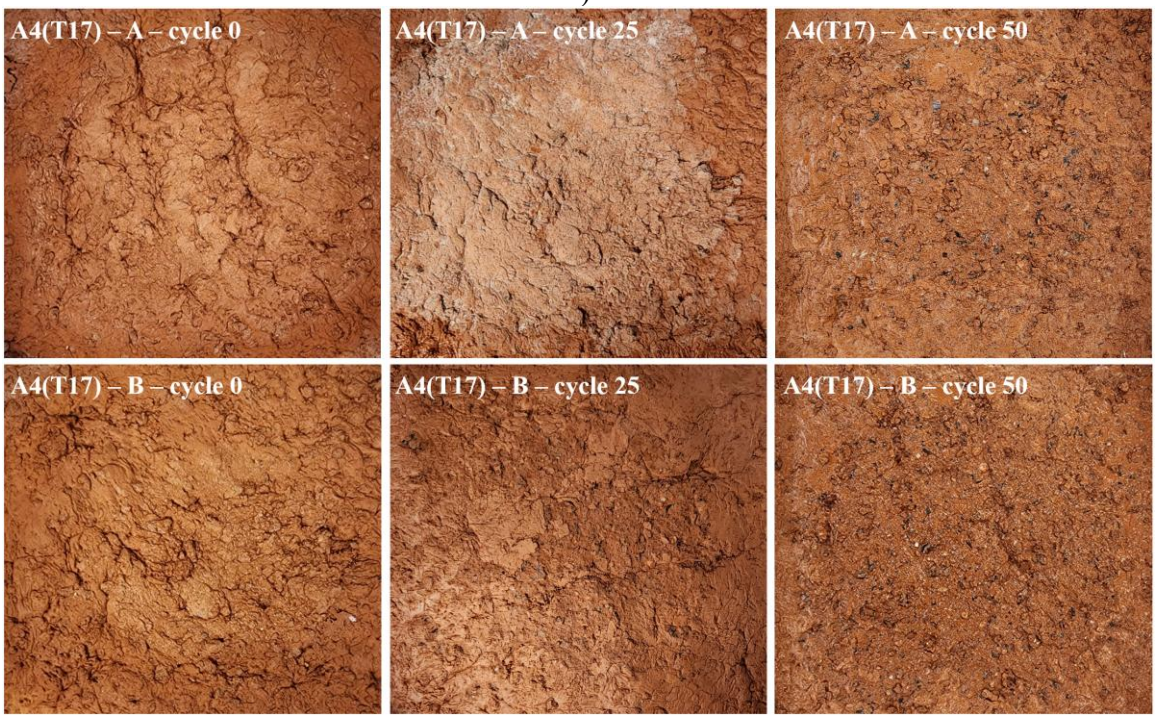


Figure 107: Masse cumulative d'écaillage du béton A4(T17) (cure à 80°C durant 48h) et d'un béton de ciment à air entraîné de référence déterminée jusqu'à 50 cycles conformément à ASTM C672 et comparaison à la limite d'acceptabilité prescrite par norme 3101 du MTMD et MTO LS-412 pour les surfaces exposées

La Figures 108 présente la surface de certaines éprouvettes et certains cycles représentatifs des essais d'écaillage menés. Après 25 cycles, il peut être observé que certains granulats du mélange de béton de référence commencent à devenir visibles en raison de l'écaillage, un phénomène qui s'accentue jusqu'à la fin de l'essai, au 50e cycle pour l'ensemble des échantillons. Bien que le béton de référence avec air entraîné présente, après 50 cycles, une masse cumulée écaillée légèrement inférieure à celle des éprouvettes de mortier géopolymère, les deux mélanges ont montré un état visuel écaillé jugé acceptable.

a)



b)

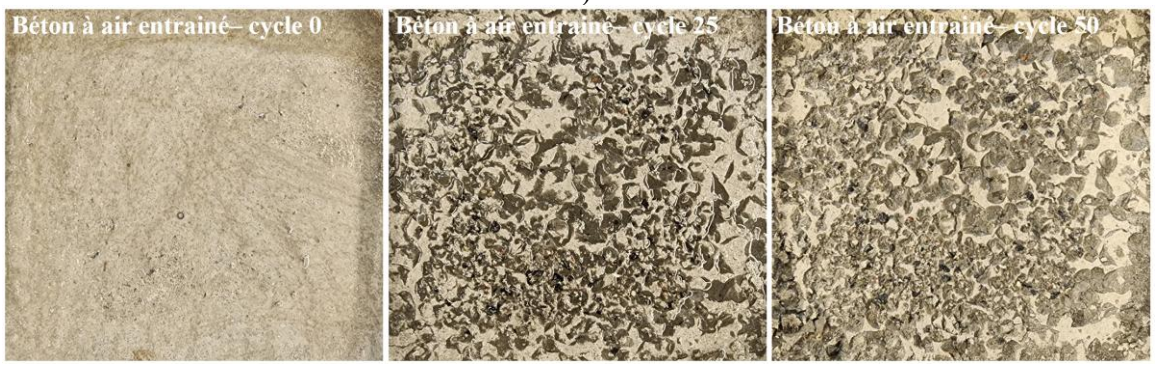


Figure 108: Surface de certaines des éprouvettes écaillées après 0, 25 et 50 cycles des mélanges de mortier géopolymère a) A4(T17) et b) de béton de ciment avec air entraîné

Actuellement, la norme CSA 23.1-24 exige qu'un béton exposé au gel et dégel et aux chlorures (classes d'exposition C-1 et C-2) contienne entre 5 % et 8 % d'air entraîné (CSA A23.1/A23.2, 2024; Kosmatka, 2011). Malgré la faible teneur en air du béton géopolymère étudié, il apparaît que la très haute résistance mécanique ait permis de compenser l'absence d'air entraîné et d'offrir une performance similaire après 50 cycles.

CHAPITRE 6
ESSAIS AVEC PROTOTYPE DE DALLE

Trois prototypes de dalle identifiés D1, D2 et D3 ont été fabriquées et mis à l'épreuve par des essais de dégivrage réalisés en congélateur sous conditions contrôlées. La dalle D1 a été conçue avec la formulation optimale identifiée précédemment pour les applications de dégivrage, appelée A3(T19L75)MG. Ce mélange est composé de la pâte T19, de LCLL graphite et de granulats à base de magnétite. Cependant, cet échantillon a présenté une prise éclair en raison d'un lot défectueux de LCLL graphite contenant des impuretés. Par conséquent, il a été écarté. Les deux autres dalles (D2 et D3) ont été fabriquées avec le mélange A3(T19)MG dans lequel les granulats de magnétite sont utilisés comme matériaux conducteurs. Ce mélange a été sélectionné en raison de la bonne performance mécanique et électrique et de la disponibilité des matériaux au moment de la fabrication.

6.1 Essais de conductivité électrique

Des essais de conductivité électrique ont été réalisés sur les prototypes de dalles D2 et D3 pour des températures extérieures de +20°C à -20°C. Trois configurations d'électrodes présentées à la Figure 27 ont été analysées, soient des électrodes positionnées en A et B (option 1), en A et C (option 2), et en B et C (option 3). Les mesures de conductivité électrique effectuées sur les dalles D2 et D3 au 28e jour à +20°C et au 30e jour à -20°C sont présentées aux Figures 109 et 110. Comme attendu, les résultats obtenus montrent une baisse significative de la conductivité électrique à basse température. En effet, à –20 °C, une diminution de la conductivité électrique moyenne a été observée pour chaque point de mesure (à chaque tension appliquée), comparativement à la conductivité mesurée à +20 °C. Afin de quantifier cette variation, la différence de conductivité électrique entre chaque point de mesure effectué à –20 °C et celui obtenu à +20 °C a été calculée, puis la moyenne de ces différences a été déterminée pour chacune des options d'électrodes. Il a été observé que la dalle D2 présente des diminutions moyennes de conductivité électrique de 0,85 mS/cm, 0,88 mS/cm et 0,74 mS/cm pour les options d'électrodes 1, 2 et 3, respectivement. De son côté, la dalle D3 présente des diminutions de 1,76 mS/cm, 2,12 mS/cm et 2,09 mS/cm pour ces mêmes options d'électrodes. Cette réduction correspond à une diminution globale de 76,7 % (écart-type : 7,3 %) de la conductivité électrique pour la dalle D2 et de 80,7 % (écart-

type : 1,4 %) pour la dalle D3. La baisse importante de la conductivité électrique pour les températures négatives est principalement attribuable aux modes de conduction présents dans le géopolymère, tel que présenté à la section 2.7.1. En effet, pour les températures négatives, l'eau dans les pores de la matrice commence à geler, ce qui limite fortement le déplacement des ions, réduisant ainsi de manière importante la conduction ionique. Dans ce cas, seule la conduction par effet tunnel domine, ce qui explique ainsi la forte décroissance de la conductivité totale ainsi obtenue.

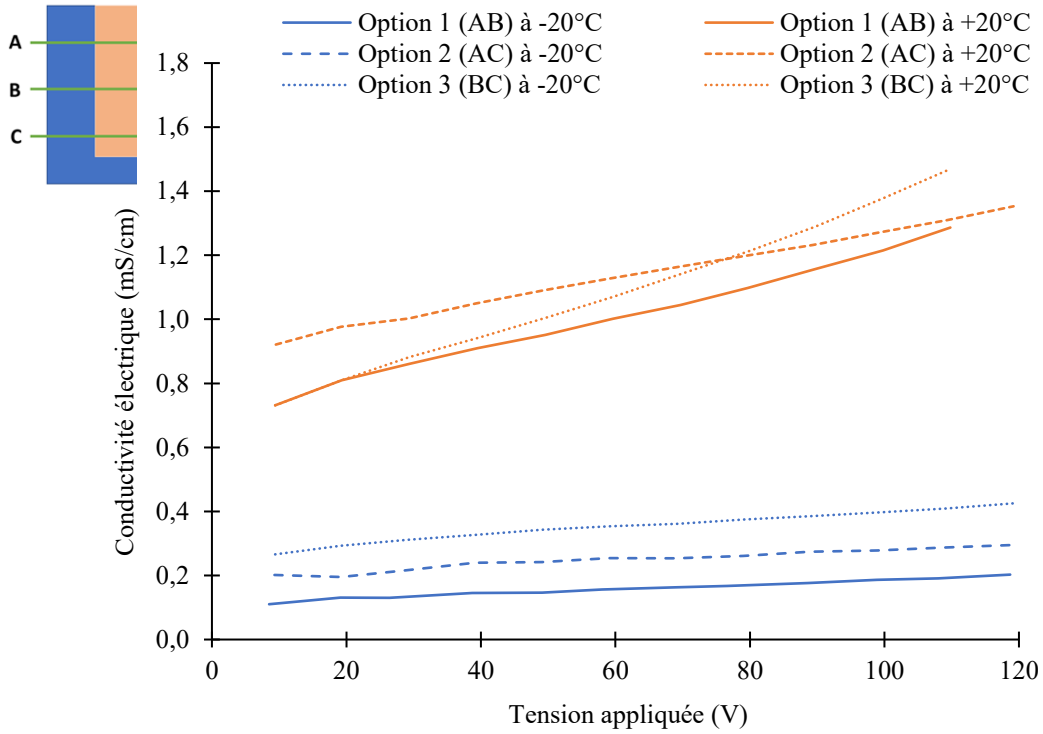


Figure 109 : Conductivité électrique obtenue pour la dalle D2 à +20°C et à -20°C après respectivement 28 et 30 jours

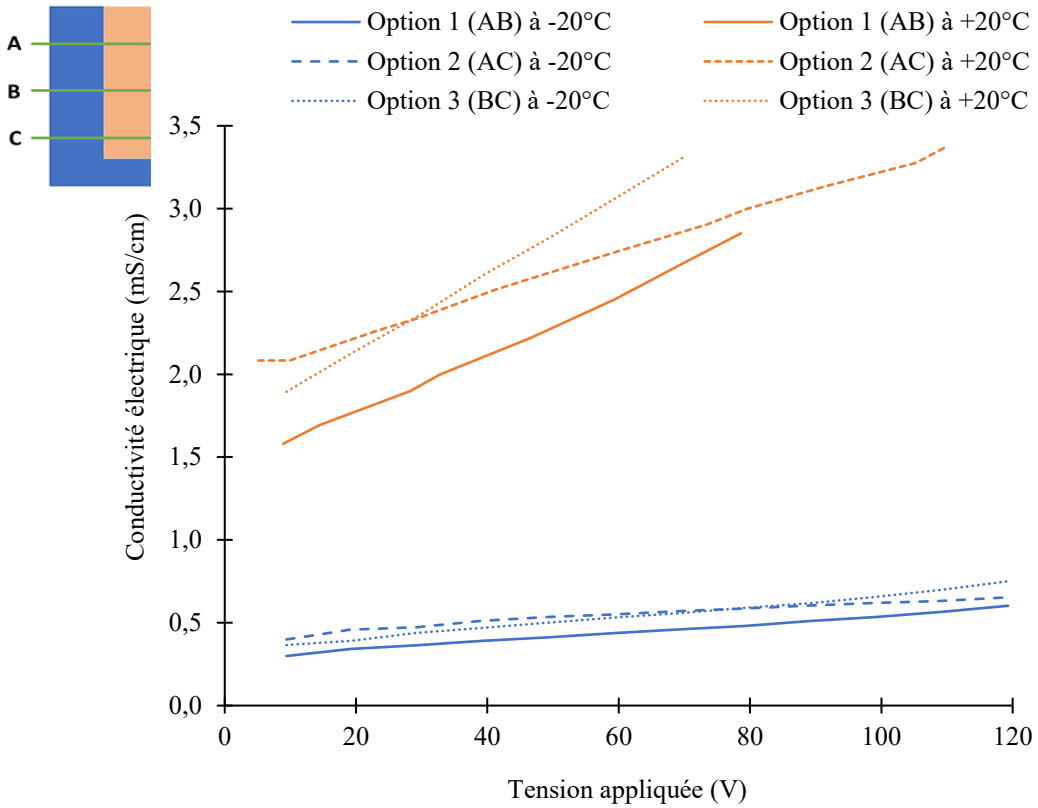


Figure 110: Conductivité électrique obtenue pour la dalle D3 à +20°C et à -20°C après respectivement 28 et 30 jours

Les Figures 111 et 112 présentent le courant électrique mesuré respectivement pour les dalles D2 et D3 à 28 jours à +20°C et à 30 jours à -20°C. Malgré la diminution de la conductivité mesurée à basse température, un courant électrique supérieur à 5 A pour une tension appliquée de 120 V a pu être mesuré, ce qui correspond à une puissance de plus de 600 W. Étant donné que la puissance correspond au produit de la tension appliquée et du courant électrique, cela démontre que le système peut également fonctionner à des tensions plus faibles que 120 V dans des conditions de test avec une puissance appliquée constante de 400 W (présentées aux sections 6.2.1 et 6.4.1).

Il est également observé aux Figures 111 et 112 que la relation entre le courant électrique et la tension appliquée est approximativement linéaire pour les mesures réalisées à –20 °C. Par contre, à +20 °C, cette relation est plus fortement non linéaire, car à -20, seule la conduction électronique est présente. À +20 °C, la relation courant–tension suit la tendance typique observée pour les géopolymères conducteurs développés dans le cadre de ce projet (Figure 90), ainsi que le même comportement rapporté par Yehia et Tuan (1999) (Figure 9).

Cette relation, décrite plus en détail dans la section 2.7.1, se caractérise par une dépendance quasi linéaire entre 0 et une tension appliquée V_1 déterminée expérimentalement. Au-delà de cette tension, la relation devient non linéaire. Étant donné qu'à +20 °C la conductivité électrique est plus élevée, il est possible d'observer à la fois les zones linéaire et non linéaire pour des tensions comprises entre 0 et 120 V appliquées lors de cet essai. En revanche, à – 20 °C, seule la zone linéaire est observable puisque la conductivité électrique est plus faible. Ainsi, il peut être raisonable de s'attendre à l'apparition de cette zone non linéaire pour une tension appliquée supérieure à 120 V.

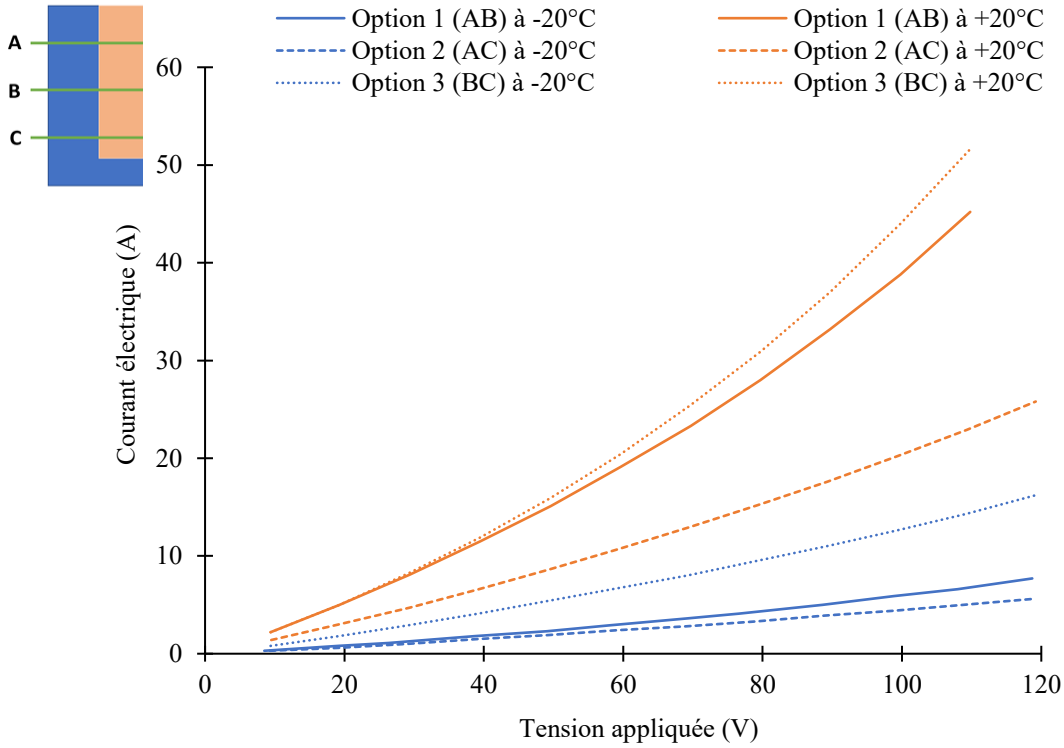


Figure 111: Courant électrique obtenu pour la dalle D2 à +20°C et à -20°C après respectivement 28 et 30 jours

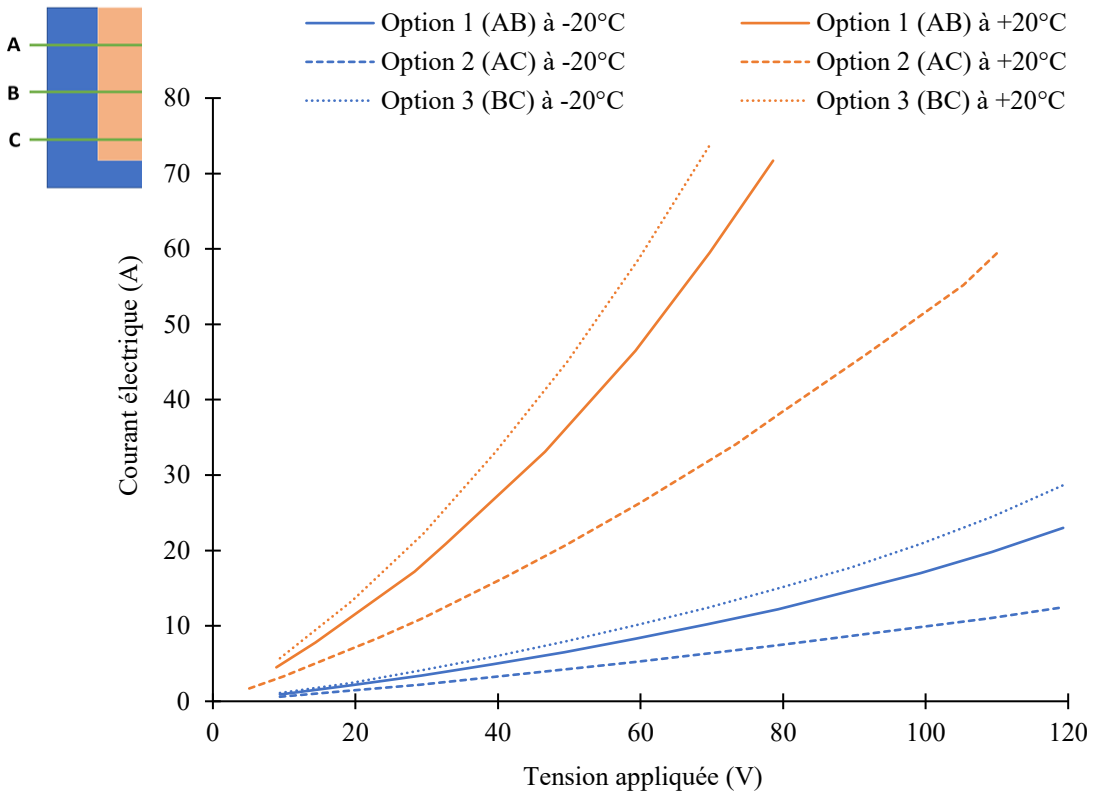


Figure 112: Courant électrique obtenu pour la dalle D3 à +20°C et à -20°C après respectivement 28 et 30 jours

6.2 Chauffage sans accumulation à puissance constante

6.2.1 Chauffage à puissance de 400 W

Lors de cet essai, la puissance de chauffage a été contrôlée manuellement afin de la maintenir au mieux à 400W, jusqu'à que la dalle testée atteigne la température cible de +5°C au thermocouple T3 placé au centre de la surface de la dalle (voir Figure 19 pour la position des thermocouples). Bien que pouvant varier en raison du contrôle manuel, il peut être constaté aux Figures 113 et 114 que la puissance d'alimentation est demeurée très près de la valeur cible de 400 W pour chaque option d'électrode (voir Figure 27) et dalles testées. En effet, les dalles D2 et D3 ont été alimentées avec une puissance moyenne de 400,2 W et 401,1W, respectivement, avec des écarts-types de 0,9 W et 4,1W.

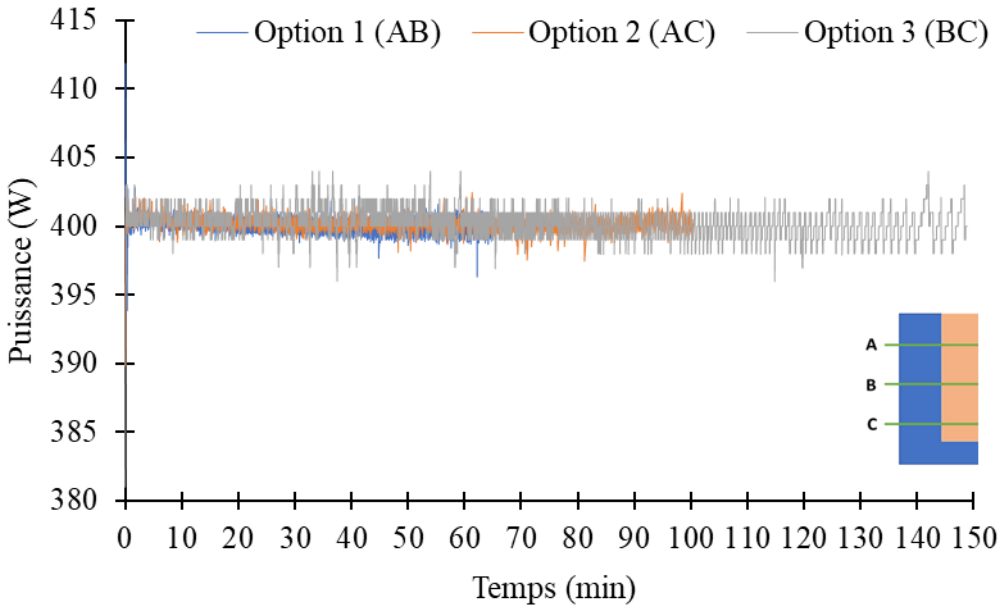


Figure 113: Puissance appliquée lors de l'essai de chauffage ciblé à 400W pour la dalle D2

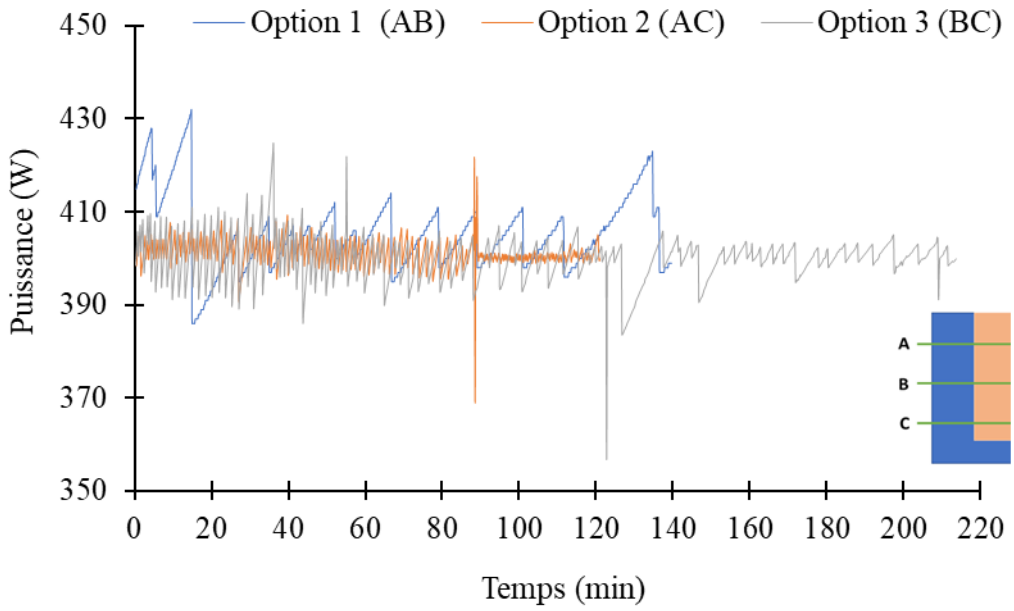


Figure 114: Puissance appliquée lors de l'essai de chauffage ciblé à 400W pour la dalle D3

Les Figures 115 à 117 présentent les différentes températures mesurées lors des essais, pour les trois configurations d'électrodes testées et pour les prototypes de dalle D2 et D3, respectivement. En premier lieu, il peut être constaté pour tous essais que la température de l'air contrôlée par le congélateur était relativement constante, indiquant que ce dernier disposait d'une capacité thermique suffisante pour conserver la température interne près de la valeur cible malgré la chaleur générée par le chauffage du prototype de dalle. Il est

également observé que la surface de la dalle continue de se réchauffer après que la surface a atteint +5 °C et l'arrêt de la tension appliquée. Lorsque les couches inférieures sont chauffées, la chaleur doit se propager dans toute la dalle pour que la température de surface atteigne la cible. Ainsi, lorsque la surface atteint +5°C, la température interne des couches situées entre les électrodes est plus élevée. La chaleur stockée dans ces régions se transfère alors vers la surface, ce qui explique la poursuite de la montée en température après la coupure de l'alimentation. Ce système permet à la chaleur fournie par les couches inférieures de s'accumuler et de se diffuser lentement grâce à la grande inertie thermique du géopolymère conducteur, permettant ainsi à la dalle de rester à des températures positives plus longtemps.

Il a été observé, pour la dalle D3, qu'avec l'option 1 (AB) d'alimentation électrique (Figure 118), la montée de température est similaire dans la couche supérieure (thermocouple T3) et dans la couche inférieure (T6). Ce comportement diffère de celui attendu et de celui observé pour la dalle D2, où la température de la surface supérieure mesurée par le thermocouple T3 augmente significativement plus rapidement que celle mesurée par le thermocouple T6 lorsque la couche supérieure (électrodes AB alimentées) est chauffée (Figure 115). Le phénomène observé avec la dalle D3 pourrait être attribué à une possible agglomération de magnétite dans la matrice géopolymère, qui aurait orienté le flux de chaleur vers les couches inférieures.

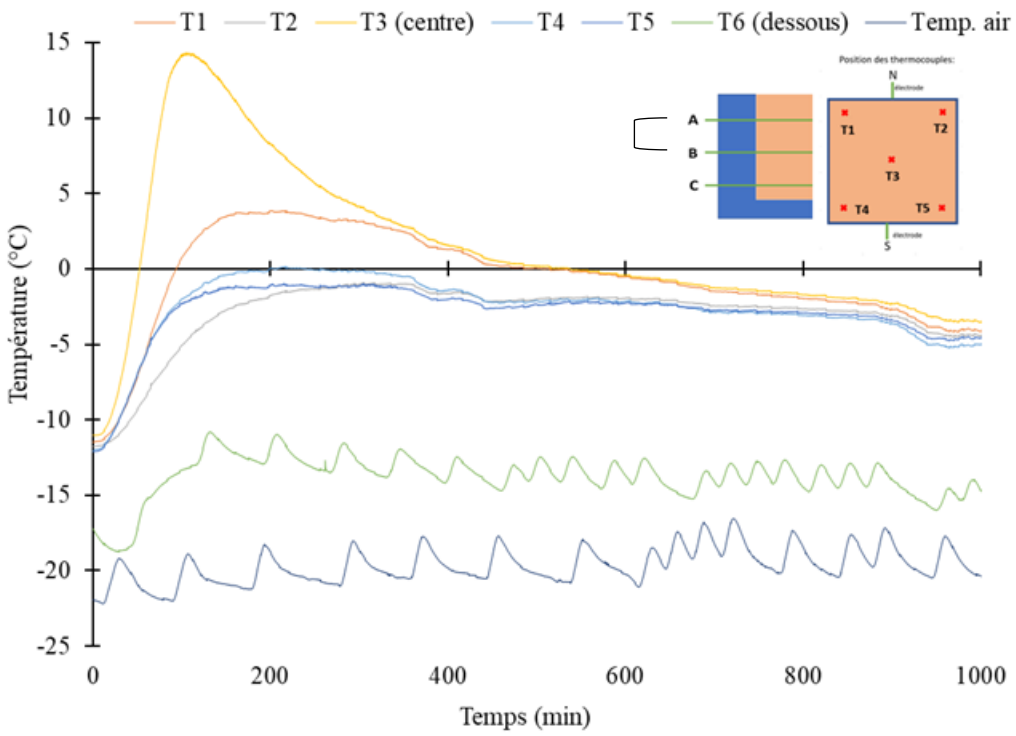


Figure 115: Température pour la dalle D2 mesurée lors de l'essai de chauffage à une puissance cible de 400 W pour l'option 1 d'électrode (AB)

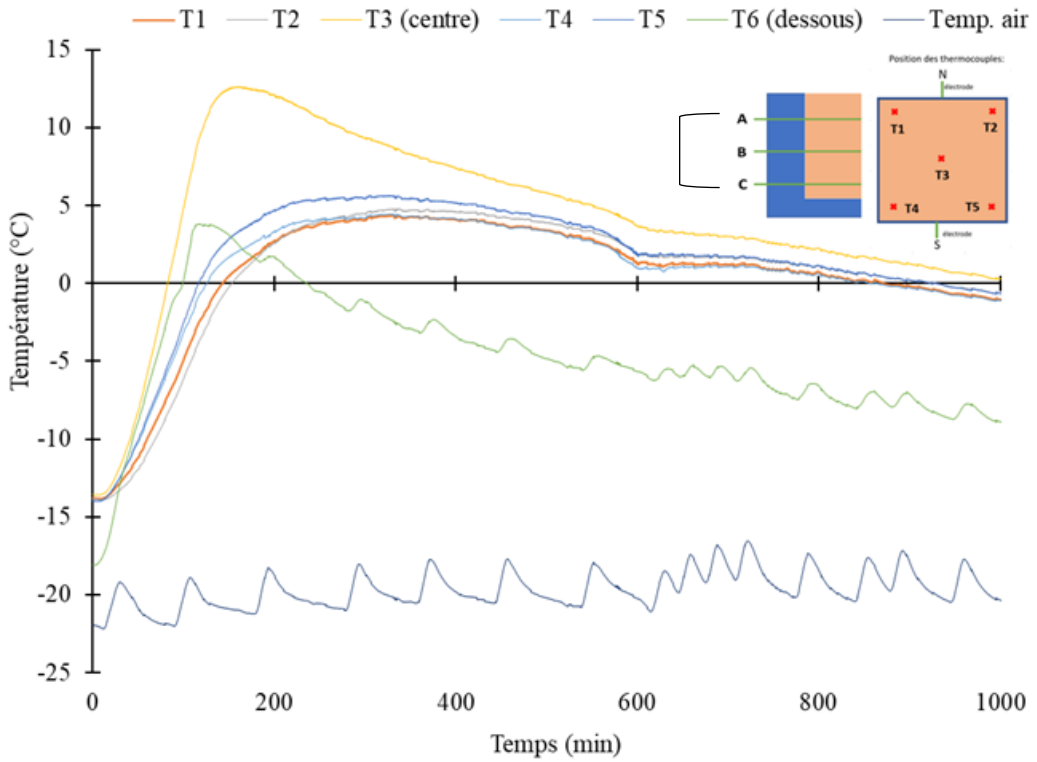


Figure 116: Température pour la dalle D2 mesurée lors de l'essai de chauffage à une puissance cible de 400 W pour l'option 2 d'électrode (AC)

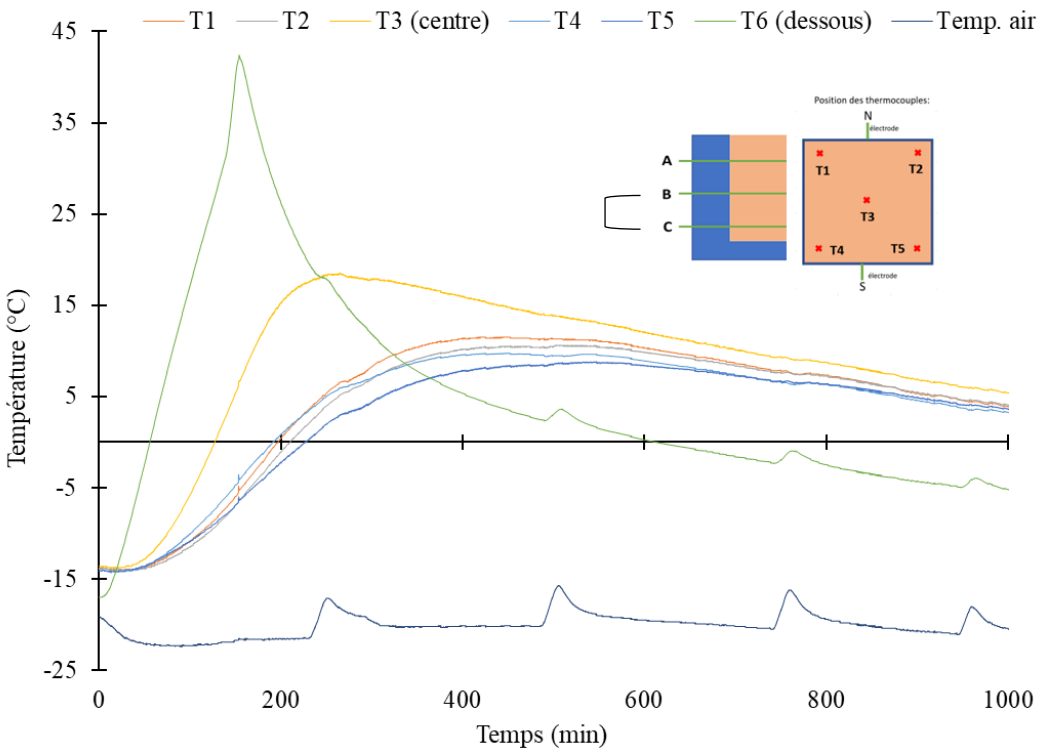


Figure 117: Température pour la dalle D2 mesurée lors de l'essai de chauffage à une puissance cible de 400 W pour l'option 3 d'électrode (BC)

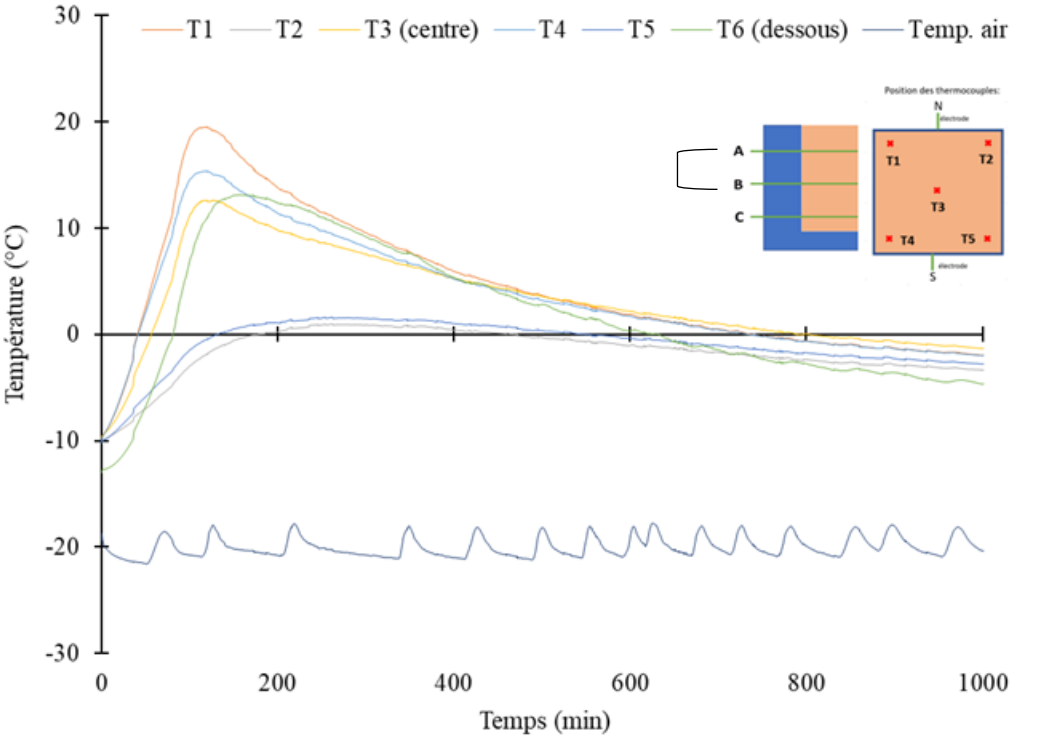


Figure 118: Température pour la dalle D3 mesurée lors de l'essai de chauffage à une puissance cible de 400 W pour l'option 1 d'électrode (AB)

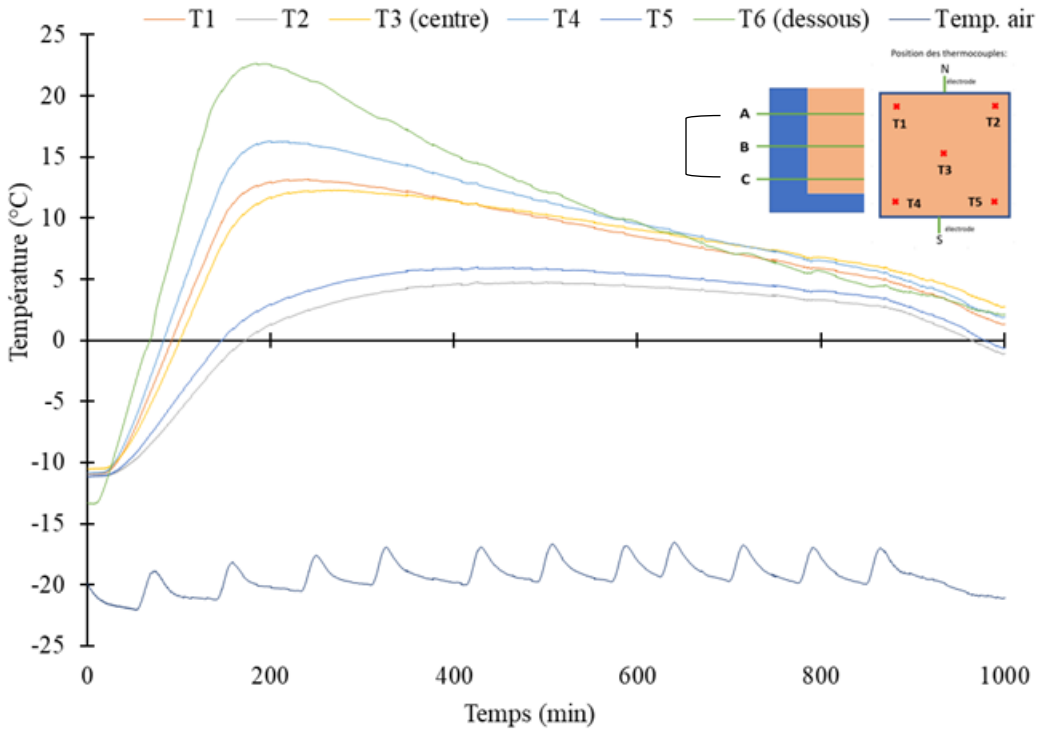


Figure 119: Température pour la dalle D3 mesurée lors de l'essai de chauffage à une puissance cible de 400 W pour l'option 2 d'électrode (AC)

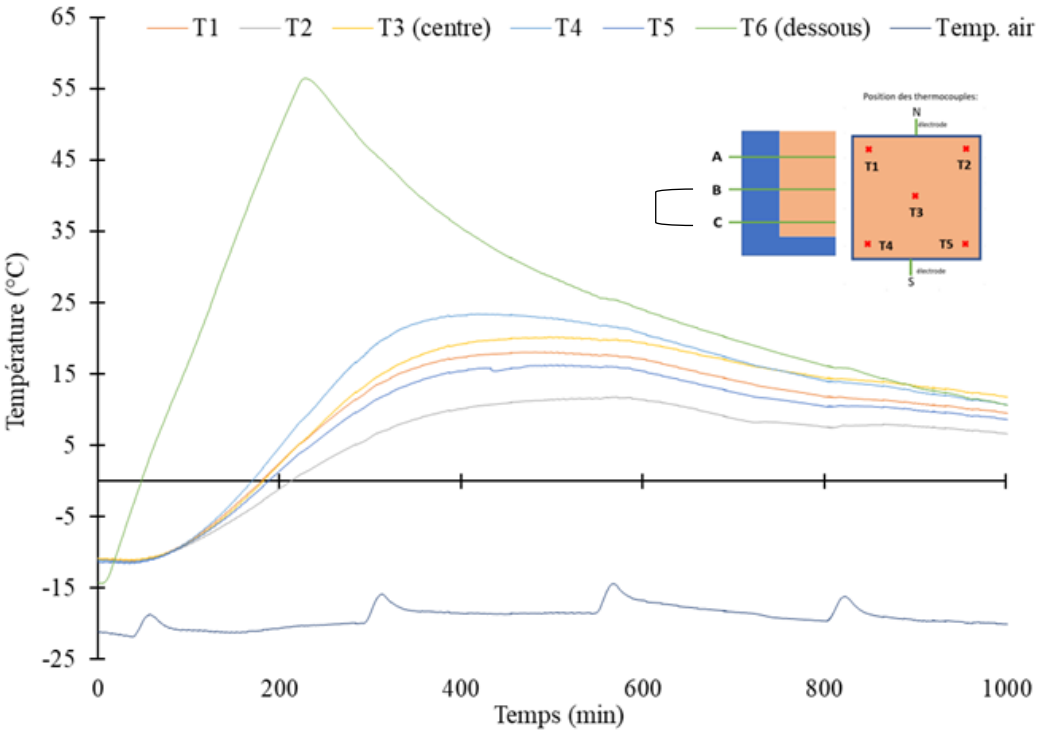


Figure 120: Température pour la dalle D3 mesurée lors de l'essai de chauffage à une puissance cible de 400 W pour l'option 3 d'électrode (BC)

À partir des mesures de températures présentées aux Figures 117 et 120, le taux de chauffe correspondant au rapport entre l'élévation de température (de la valeur initiale mesurée par le thermocouple T3 jusqu'à la température cible de 5°C) et la durée nécessaire pour atteindre cette température a été calculé. La Figure 121 présente le taux de chauffe moyen obtenu pour chaque dalle et chaque configuration d'électrode, jusqu'à l'atteinte de la température cible de 5°C. Les résultats montrent qu'une meilleure performance a été obtenue avec la dalle D2, quelle que soit la configuration d'alimentation utilisée. Les deux dalles ont été fabriquées avec les mêmes matériaux et selon la même formulation, en respectant des distances d'électrodes identiques ainsi que les mêmes conditions de malaxage, de mise en place et de cure. Elles ont également été entreposées dans un environnement identique. Cette différence significative peut donc être attribuée à une répartition différente des granulats de magnétite dans la matrice géopolymère, probablement liée aux variations de manipulation lors du coulage. En effet, la magnétite possède une conductivité électrique supérieure à celle de la pâte géopolymère, ce qui signifie qu'une répartition inégale de ces granulats peut créer des zones où la densité de courant est plus intense, affectant ainsi l'uniformité de la température et, par conséquent, le taux de chauffe. Pour la dalle D2, il a été observé que le thermocouple central (T3) enregistre la température la plus élevée pour toutes les options d'alimentation (Figures 115, 116 et 117), ce qui indique un chauffage plus uniforme. En revanche, pour la dalle D3, des températures plus élevées ont été mesurées avec les thermocouples T4 et T6 (Figures 118 à 120), ce qui suggère un chauffage moins uniforme pour cette dernière, expliquant ainsi le taux de chauffe inférieur observé.

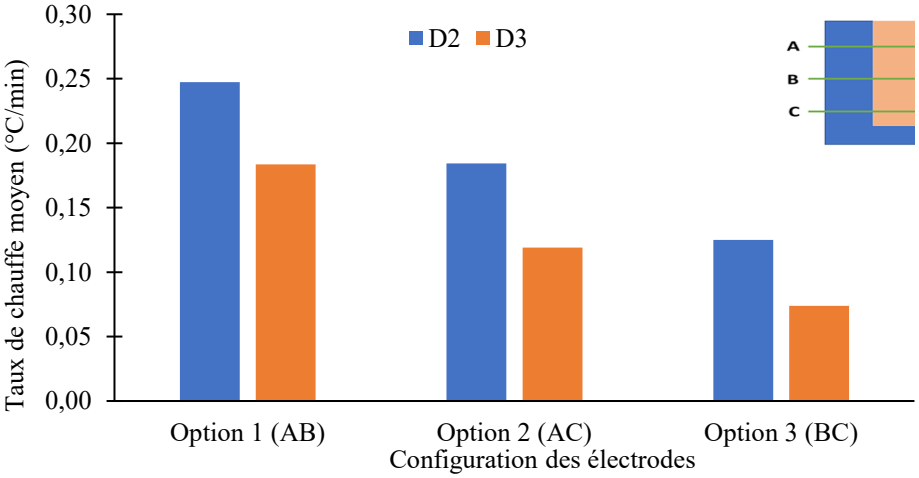


Figure 121: Taux de chauffage moyen jusqu'à 5°C à une puissance cible de 400 W pour les dalles D2 et D3

Les Tableaux 30 et 31 présentent, respectivement, les temps de chauffage et l'énergie consommée pour chaque configuration d'électrodes obtenus pour les dalles D2 et D3 lors de l'essai de chauffage à une puissance cible de 400 W. Les deux dalles ont présenté la même tendance de chauffage : lorsque la couche supérieure (option 1) est alimentée, le temps nécessaire pour atteindre 0 °C au thermocouple T3 (t_0), ainsi que le temps requis pour atteindre la température cible de +5 °C (t_5), est plus court que pour les configurations où les couches AC ou BC sont utilisées. Cela implique que la consommation d'énergie associée à la montée en température du prototype (E_p) est plus élevée pour les configurations AC et BC, comparativement à la configuration AB.

En comparant la température de surface des différentes dalles et des différentes configurations d'électrodes présentés aux Figures 115 à 117, il peut être constaté que la dalle D2 atteint la température cible de +5 °C en 64,8 minutes avec la configuration AB (option 1). En revanche, elle nécessite 100,7 minutes avec la configuration AC (option 2) et 148,8 minutes avec la configuration BC (option 3). Bien que, pour les configurations d'électrodes AC et BC, la dalle D2 présente une montée en température plus lente que celle observée avec la configuration AB, elle a nécessité respectivement 1022,6 min et 1454,0 min pour que la température au thermocouple T3 redescende à 0 °C (t_{r0}). La dalle est donc demeurée à des températures positives pendant une durée nettement plus longue, soit une durée 1,9 fois et 2,7 fois supérieure à celle obtenue avec la configuration AB. Ce résultat indique qu'en utilisant les configurations d'électrodes AC et BC, le prototype présente une diminution du taux d'efficacité de chauffage ($E_p / (t_{r0} - t_0)$) de respectivement 0,18 Wh/min et 0,15 Wh/min. Cela signifie que les configurations AC et BC consomment 20,0 % et 16,2 % moins d'énergie par minute que la surface de la dalle est maintenue à température positive, comparativement à la configuration AB. La valeur de ce paramètre est présentée au Tableau 30 pour les différents essais menés sur la dalle D2.

Un comportement similaire a été observé pour la dalle D3 (Tableau 31

Tableau 31). Dans ce cas, la configuration d'électrodes AC a entraîné une consommation d'énergie de 8,5 % et 21,1% inférieure aux configurations d'électrodes AB et BC, respectivement. Par conséquent, la configuration d'électrode AC présente une

performance optimale et offre le meilleur compromis entre la vitesse de chauffage et la consommation d'énergie.

À l'inverse de la dalle D2, la dalle D3 a présenté, sous l'option 1 (électrodes AB alimentées), une montée de température similaire aux thermocouples T3 (surface supérieure) et T6 (surface inférieure), comme le montre la Figure 118. Cela indique que la chaleur ne s'est pas uniquement accumulée dans la couche supérieure alimentée durant la phase de chauffage, mais aussi dans la couche inférieure (mesurée par T6). Grâce à cette accumulation de chaleur et à l'inertie thermique du béton géopolymère conducteur, la surface a pu rester à des températures positives plus longtemps. Un comportement comparable (T3 et T6 évoluant de façon proche) n'a été observé sur la dalle D2 que pour les options 2 et 3, lesquelles alimentent les couches inférieures. Ce phénomène pourrait expliquer pourquoi, pour la dalle D3, l'option 1 d'alimentation présente de meilleures performances énergétiques que l'option 3 pour maintenir une température de surface positive plus longtemps, tel que présenté au Tableau 31.

Tableau 30 : Temps de chauffage et énergie consommée par configuration d'électrodes pour la dalle D2 lors de l'essai de chauffage à puissance cible de 400 W

		Configuration d'électrodes		
		Option 1 (AB)	Option 2 (AC)	Option 3 (BC)
Temps nécessaire pour atteindre 0°C au thermocouple T3 (min)	t_0	52,7	82,4	127,3
Temps nécessaire pour atteindre la température cible de +5°C au thermocouple T3 (min)	t_5	64,8	100,7	148,8
Temps nécessaire pour que la température au T3 redescende à 0 °C (min)	t_{r0}	537,1	1022,6	1454,0
Énergie pour que le prototype atteigne la température cible de +5°C au thermocouple T3 (kWh)	E_p	0,43	0,67	0,99
Énergie consommée par m^2 de dalle pour atteindre la température cible de +5°C au thermocouple T3 (kWh/m^2)	E_m	2,7	4,2	6,2
Taux d'efficacité de chauffage (Wh/min)	$E_p / (t_{r0} - t_0)$	0,89	0,71	0,74

Tableau 31: Temps de chauffage et énergie consommée par option d'électrodes pour la dalle D3 lors de l'essai de chauffage à puissance cible de 400 W

		Configuration d'électrodes		
		Option 1 (AB)	Option 2 (AC)	Option 3 (BC)
Temps nécessaire pour atteindre 0°C au thermocouple T3 (min)	t_0	56,5	100,7	181,8
Temps nécessaire pour atteindre la température cible de +5°C au thermocouple T3 (min)	t_5	79,3	130,0	213,7
Temps nécessaire pour que la température au T3 redescende à 0 °C (min)	t_{r0}	788,0	1408,7	1871,8
Énergie pour que le prototype atteigne la température cible de +5°C au thermocouple T3 (kWh)	E_p	0,53	0,87	1,42
Énergie consommée par m^2 de dalle pour atteindre la température cible de +5°C au thermocouple T3 (kWh/m^2)	E_m	3,3	5,4	8,9
Taux d'efficacité de chauffage (Wh/min)	$E_p / (t_{r0} - t_0)$	0,72	0,66	0,84

Toujours d'après les résultats présentés aux Tableaux 30 et 31, il a également été observé qu'à configuration d'électrodes identique, la dalle D2 nécessite moins de temps que la dalle D3 pour atteindre 0 °C puis +5 °C au thermocouple T3, ce qui se traduit par une consommation d'énergie moindre pour la montée en température jusqu'à +5 °C. En revanche, la dalle D3 présente des temps de refroidissement (t_{r0}) plus longs de 250,9 min, 386,1 min et 417,8 min pour les options d'électrodes 1, 2 et 3, respectivement. Pour cette raison, la dalle D3 affiche au final un meilleur taux d'efficacité de chauffage. Ce comportement peut s'expliquer par la distribution de température des dalles présentée aux Figures 115 à 117 pour la dalle D2, et aux Figures 118 à 120 pour la dalle D3. Il est observé que, pour la dalle D2, la montée en température mesurée au thermocouple T3 est plus élevée que celle enregistrée aux thermocouples T2 à T5. À l'inverse, pour la dalle D3, la température mesurée au thermocouple T3 augmente de manière comparable à celle des thermocouples T2 à T5. Cela suggère que la dalle D3 présente une répartition de température plus uniforme à la surface.

Cette uniformité lui a permis d'accumuler davantage de chaleur pendant la phase de chauffage et ainsi présenter un temps de refroidissement supérieur.

Les Figures 122, 123 et 124 présentent respectivement la conductivité électrique, le courant électrique et la tension pour les dalles D2 et D3 lors de l'essai de chauffage à puissance cible de 400 W. Les résultats montrent que pour chaque configuration d'électrodes, la conductivité électrique (Figure 122) du géopolymère augmente avec l'augmentation de la température. Ainsi, à mesure que la conductivité augmente, le courant électrique présenté en Figure 123 pour une même tension appliquée augmente également. Ce comportement permet donc de diminuer la tension appliquée tout en maintenant la même puissance de chauffage, tel que présenté à la Figure 124.

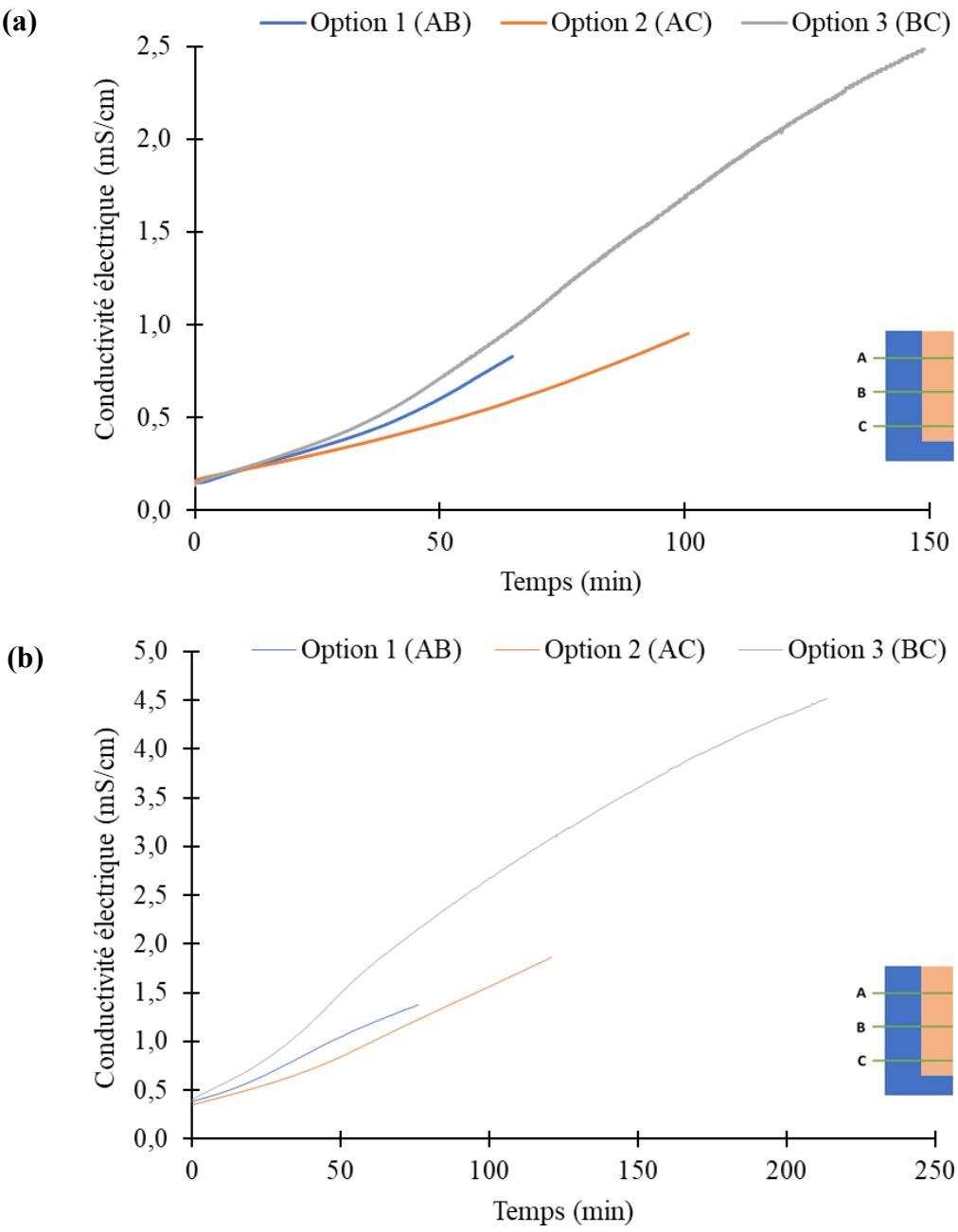


Figure 122 : Conductivité électrique lors de l'essai de chauffage à puissance cible de 400W des dalles (a) D2 et (b) D3

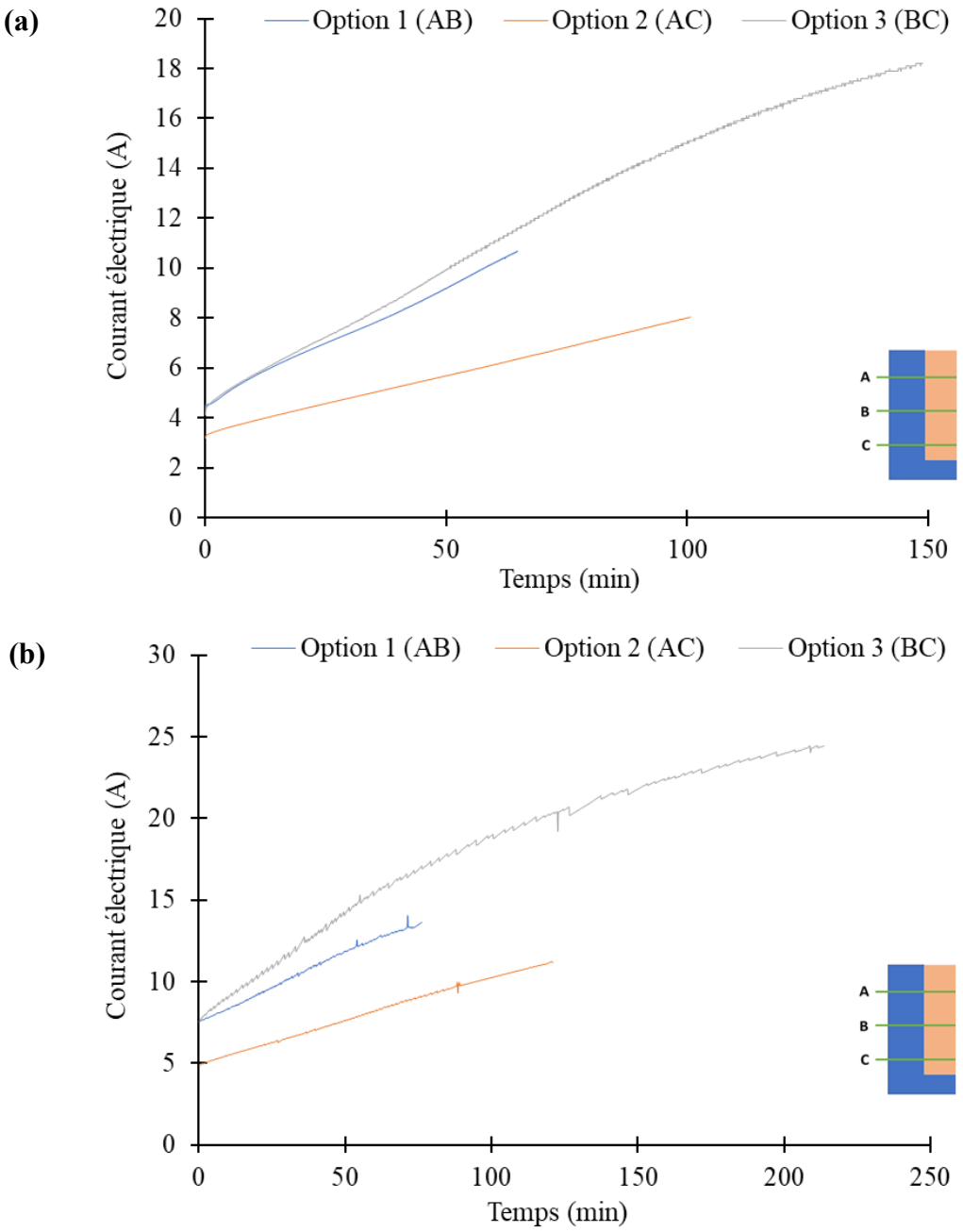


Figure 123 : Courant électrique lors de l'essai de chauffage à puissance cible de 400W des dalles (a) D2 et (b) D3

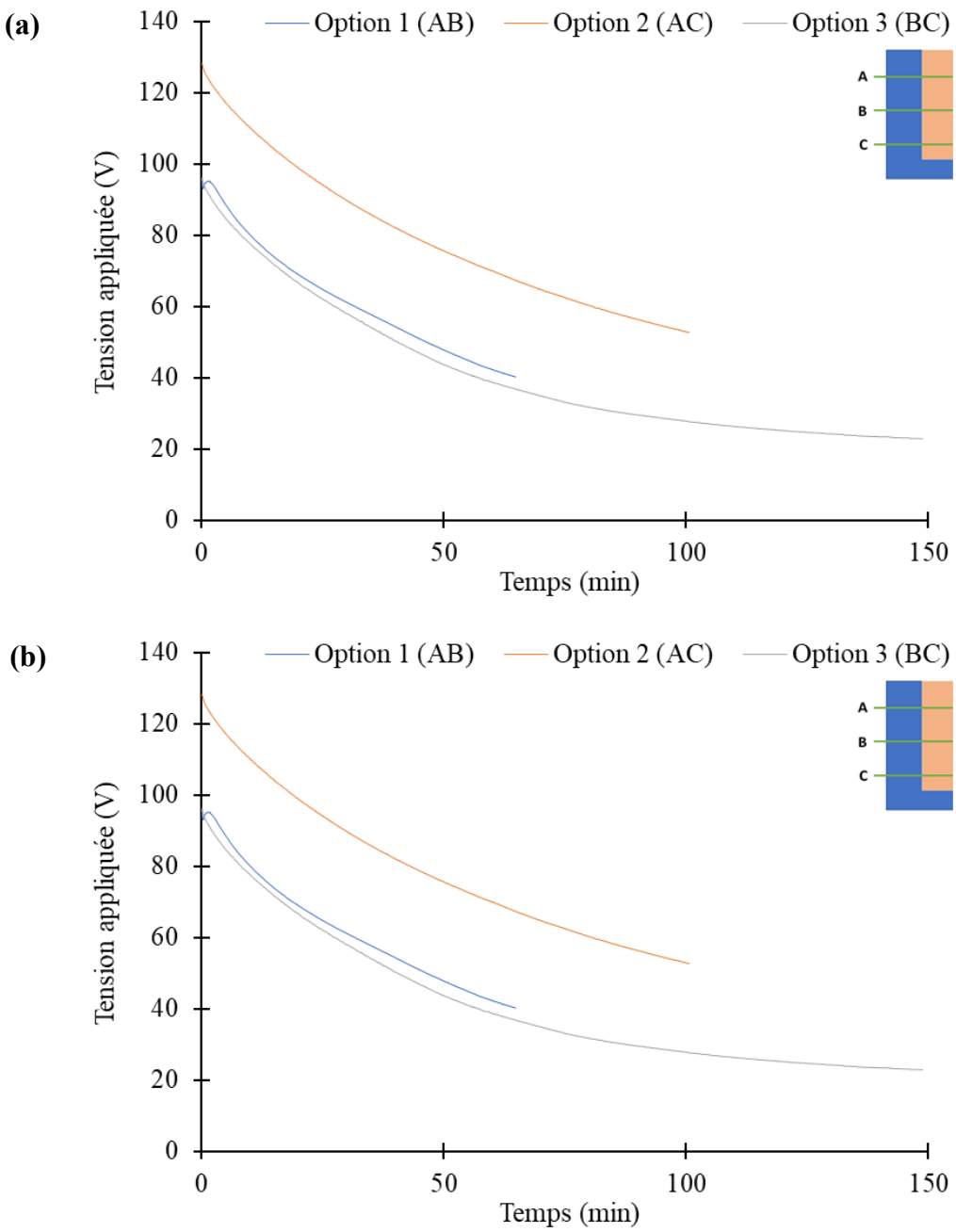


Figure 124 : Tension appliquée lors de l'essai de chauffage à puissance cible de 400W des dalles (a) D2 et (b) D3

6.2.2 Chauffage à puissance de 1000 W

Les essais de chauffage à une puissance cible de 1000 W ont été réalisés en utilisant la configuration d'électrodes considérée optimale à 400W, soit la configuration dans laquelle les électrodes A et C (Figure 27) sont alimentées. La tension appliquée a été ajustée

manuellement afin d'atteindre une puissance cible de 1000 W appliquée sur les dalles D2 et D3. La Figure 125 présente la puisse réelle mesurée tout au long des essais. Il peut être constaté que la puissance appliquée aux dalles D2 et D3 est très près de la valeur cible, avec une puissance moyenne de 1052,8 W (écart-type de 29,2 W) et 1010 W (écart-type de 6,1 W), respectivement pour ces deux dalles. Pour obtenir ces puissances, la tension appliquée et le courant électrique obtenus pour les deux dalles sont présentés à la Figure 126, et la conductivité électrique obtenue est présentée à la Figure 127.

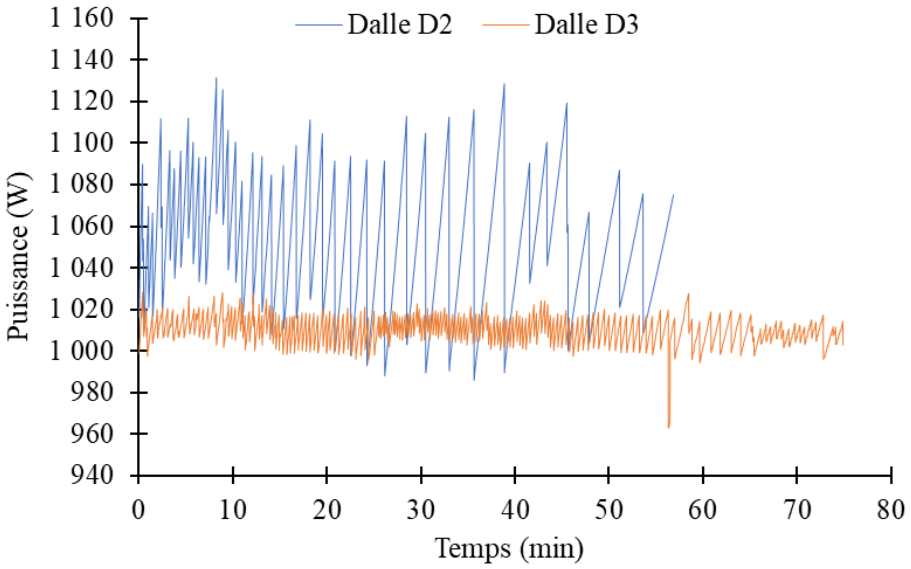


Figure 125: Puissance mesurée lors de l'essai de chauffage avec puissance cible de 1000W

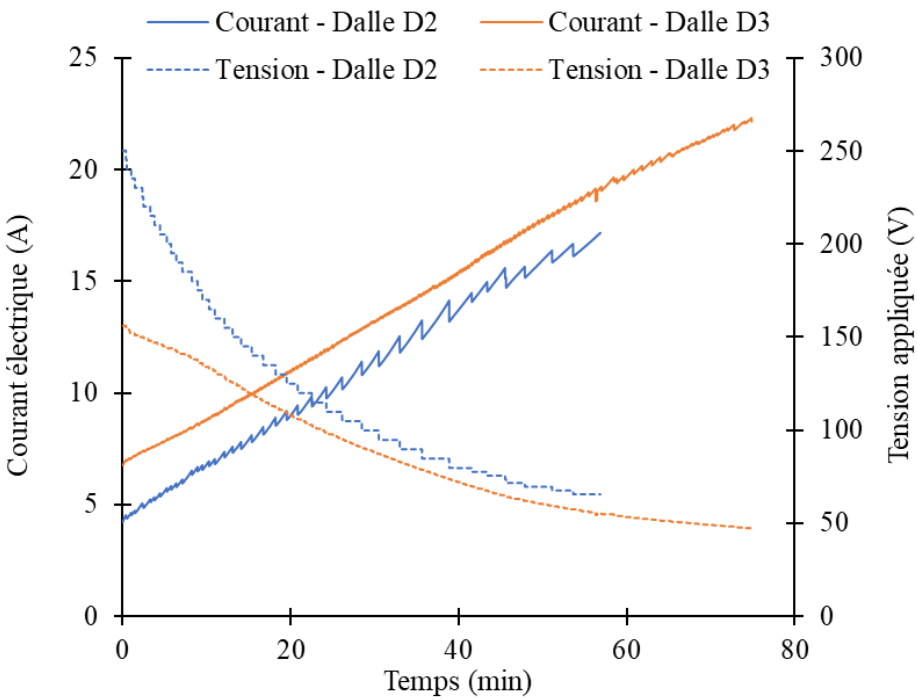


Figure 126: Courant électrique et tension appliquée pendant l'essai de chauffage à une puissance cible de 1000 W pour les dalles D2 et D3

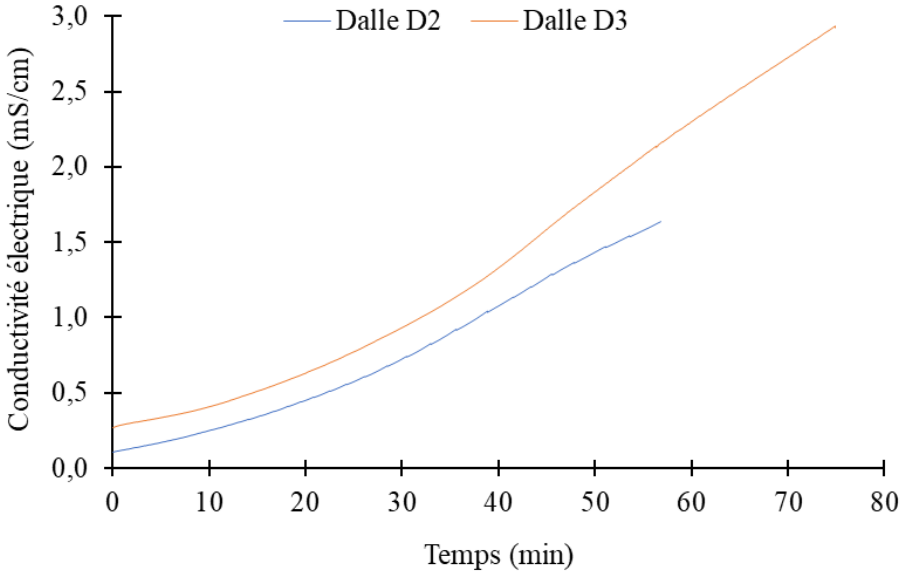


Figure 127: Conductivité électrique calculée pendant l'essai de chauffage à une puissance cible de 1000 W pour les dalles D2 et D3

Les Figures 128 et 129 présentent la température aux différents points de mesure lors d'un chauffage à une puissance de 1000 W avec la configuration d'électrodes AC (option 2), alors que le Tableau 32 présente les principales valeurs caractéristiques découlant des essais. Il a été observé qu'une température maximale de 25,3 °C a été mesurée au thermocouple T3

pour la dalle D2, tandis que la dalle D3 a présenté une température maximale de 27,5 °C au thermocouple T6 et de 17,7 °C au thermocouple T3. Il peut être également observé que la température cible de +5°C au centre est atteinte après 56,9 min et 74,8 minutes (Tableau 32). En comparaison avec le chauffage à 400 W pour la même configuration d'électrodes (voir Tableaux 30 et 31), ces temps représentent 56,5 % (D2) et 54,5 % (D3) des durées nécessaires pour atteindre la même température cible à 400 W. Afin d'atteindre la température cible de +5°C, les dalles D2 et D3 ont présenté respectivement un taux de chauffage moyen de 0,34 et 0,21 °C/minute (Tableau 32).

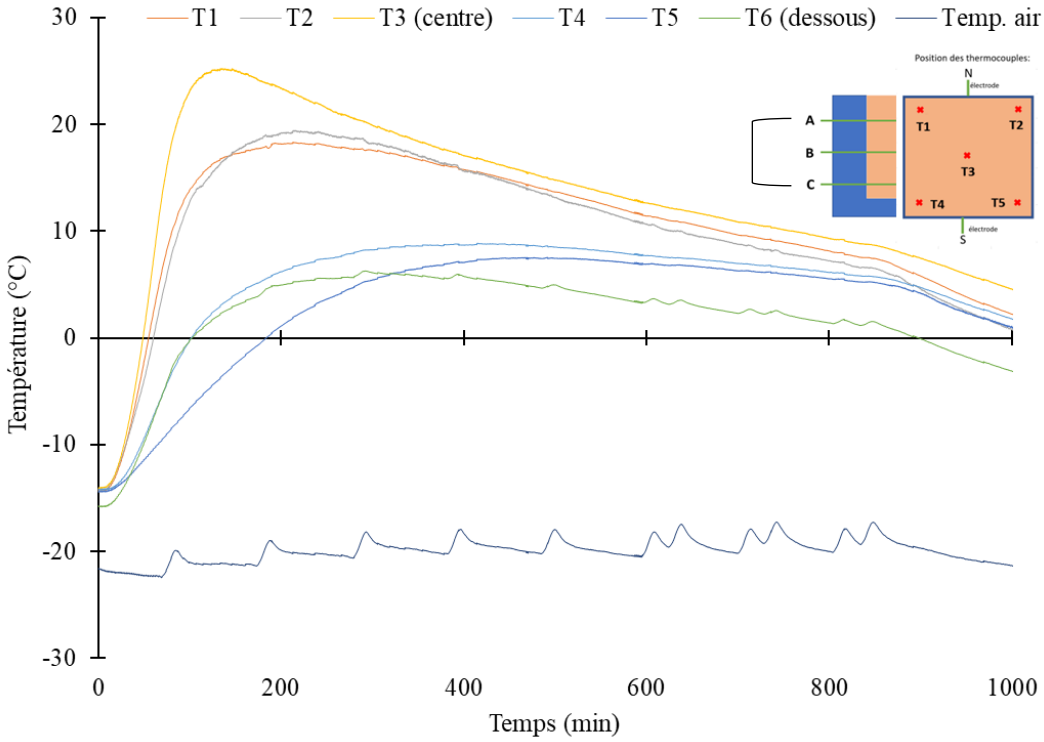


Figure 128 Température mesurée lors de l'essai de chauffage à puissance cible de 1000 W avec configuration d'électrodes AC pour la dalle D2

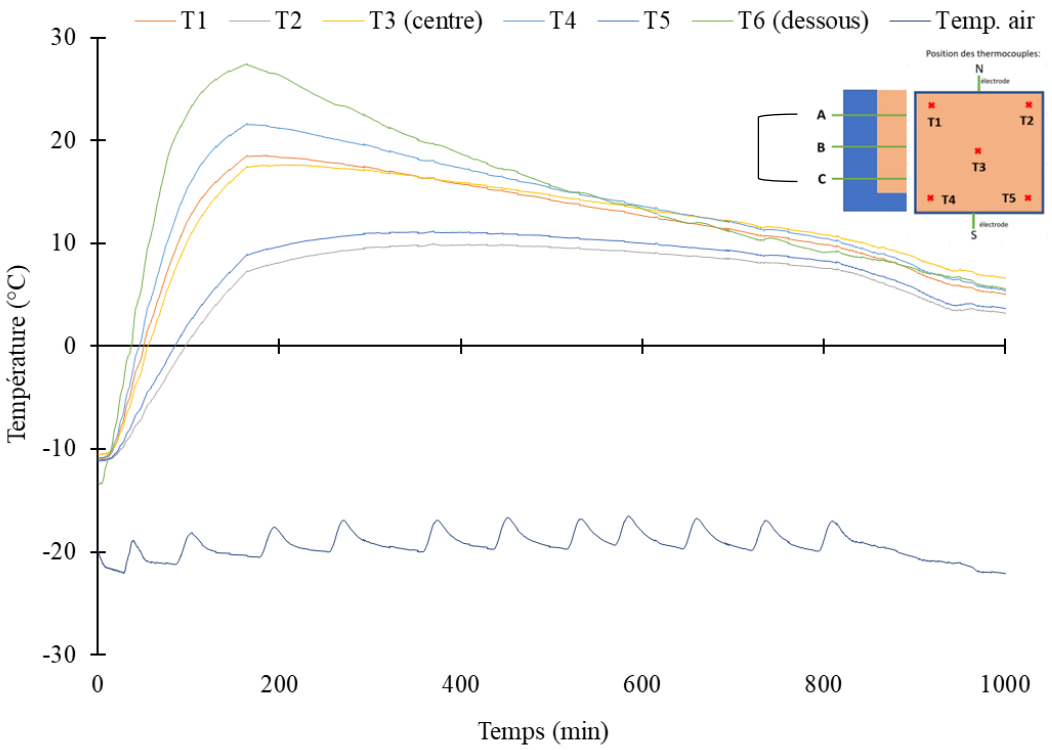


Figure 129: Température mesurée lors de l'essai de chauffage à puissance cible de 1000 W avec configuration d'électrodes AC pour la dalle D3

Tableau 32: Temps de chauffage et énergie consommée pour les dalles D2 et D3 alimentées avec la configuration d'électrodes AC lors de l'essai de chauffage à puissance cible de 1000 W

		D2	D3	Moyenne
Temps nécessaire pour atteindre 0°C au thermocouple T3 (min)	t_0	48,9	54,7	51,8
Temps nécessaire pour atteindre la température cible de +5°C au thermocouple T3 (min)	t_5	56,9	74,8	65,9
Temps nécessaire pour que la température au T3 redescende à 0 °C (min)	t_{r0}	1441,9	1451,0	1446,5
Énergie pour que le prototype atteigne la température cible de +5°C au thermocouple T3 (kWh)	E_p	1,00	1,26	1,13
Énergie consommée par m^2 de dalle pour atteindre la température cible de +5°C au thermocouple T3 (kWh/m^2)	E_m	6,2	7,9	7,1
Taux d'efficacité de chauffage (Wh/min)	$E_p / (t_{r0} - t_0)$	0,72	0,90	0,81

Malgré un temps de chauffage plus court, les dalles D2 et D3 ont atteint des températures plus élevées. En effet, la dalle D3 a présenté une température maximale de +17,7°C au centre, tandis qu'à 400 W, la température maximale observée au centre était de +12,3°C. Cependant, la dalle D3 (Figure 129) présente un comportement similaire à celui illustré à la Figure 119, où un chauffage plus intense est observé dans la couche inférieure. Les températures maximales enregistrées pour les deux essais effectués avec la dalle D3 ont été mesurées avec le thermocouple T6 : +27,5°C pour le chauffage à 1000 W et +22,7°C pour celui à 400 W. Pour la dalle D2, la température maximale a été mesurée au centre de la surface supérieure, atteignant +12,6°C lors de l'essai à 400 W et +25,3°C lors de l'essai à 1000 W. Ce phénomène peut être attribué à l'inertie thermique du béton géopolymère conducteur. La chaleur est générée par effet Joule dans la couche située entre les électrodes alimentées et se transfère progressivement vers la surface des dalles. Ainsi, la zone entre électrodes peut atteindre une température supérieure à la consigne de surface de +5 °C. Par conséquent, même après la coupure de l'alimentation lorsque la surface atteint +5 °C, la température de surface continue d'augmenter, tant à 1 000 W qu'à 400 W.

Les résultats relatifs à la consommation d'énergie des deux dalles lors des essais de chauffage à 1000 W, présentée dans le Tableau 32, montrent que, bien qu'une puissance plus élevée qu'à 400 W permette d'atteindre plus rapidement la température cible, elle s'accompagne d'une consommation d'énergie plus importante. Pour un chauffage à 1 000 W, les dalles D2 et D3 ont consommé respectivement 1,49 et 1,45 fois plus d'énergie pour atteindre la température cible de +5°C à la surface que pour un chauffage à 400W. Les deux dalles ont également présenté des températures maximales de surface respectivement 2,0 (D2) et 1,4 (D3) fois supérieures à celles observées à 400 W. Bien que la température maximale de surface mesurée soit plus élevée à 1 000 W qu'à 400 W, le rapport énergie consommée / durée pendant laquelle la température mesurée au thermocouple T3 reste supérieure 0 °C est moins favorable à 1 000 W. En effet, une température plus élevée augmente les pertes vers l'environnement : un écart de température plus important entre la dalle et l'air du congélateur intensifie les flux convectifs et radiatifs, ce qui réduit l'efficacité énergétique. Par conséquent, si l'objectif est d'optimiser la consommation d'énergie, un chauffage progressif à puissance

réduite est préférable ; à l'inverse, si l'objectif est d'accélérer la montée en température, une puissance plus élevée est à privilégier.

6.3 Chauffage sans accumulation à tension constante

L'essai de chauffage à tension constante a été réalisé avec la configuration d'électrodes A et C alimentées (option 2), dans le but d'atteindre une température cible de +5 °C à la surface (thermocouple T3, Figure 19). Cependant, afin de respecter l'ampacité des câbles reliant la source aux électrodes, la valeur du courant a été limitée à 60 A. Les Figures 130 et 131 présentent respectivement le courant et la conductivité électrique des dalles D2 et D3, mesurées lors de l'essai de chauffage à tension constante (120 V).

Il peut être constaté à la Figure 130 que le courant appliqué à la dalle D3 augmente beaucoup plus rapidement que celui appliqué à la dalle D2. La dalle D2 a atteint la limite de courant (60 A) en 44,4 minutes, comparativement à seulement 9,9 minutes pour la dalle D3, tel que présenté à la Figure 130. Cette différence s'explique par la conductivité électrique plus élevée de la dalle D3 (présenté aux Figures 109 et 110), qui lui permet de chauffer la couche entre les électrodes A et C plus rapidement sous une alimentation à tension constante. À noter que, pour une puissance constante, la conductivité électrique n'affecte pas directement la vitesse de chauffage, mais plutôt la tension nécessaire pour atteindre cette puissance. De plus, à mesure que la température de la dalle augmente, sa conductivité électrique augmente également (Figure 131), ce qui entraîne une augmentation progressive du courant.

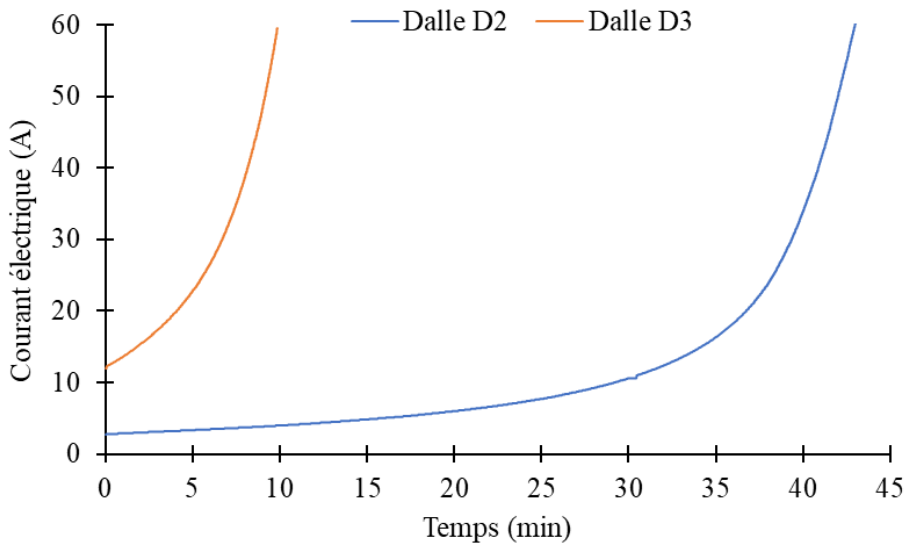


Figure 130: Courant électrique pour les dalles D2 et D3 et les électrodes en option 2 (AC) lors de l'essai chauffage à tension constante de 120 V

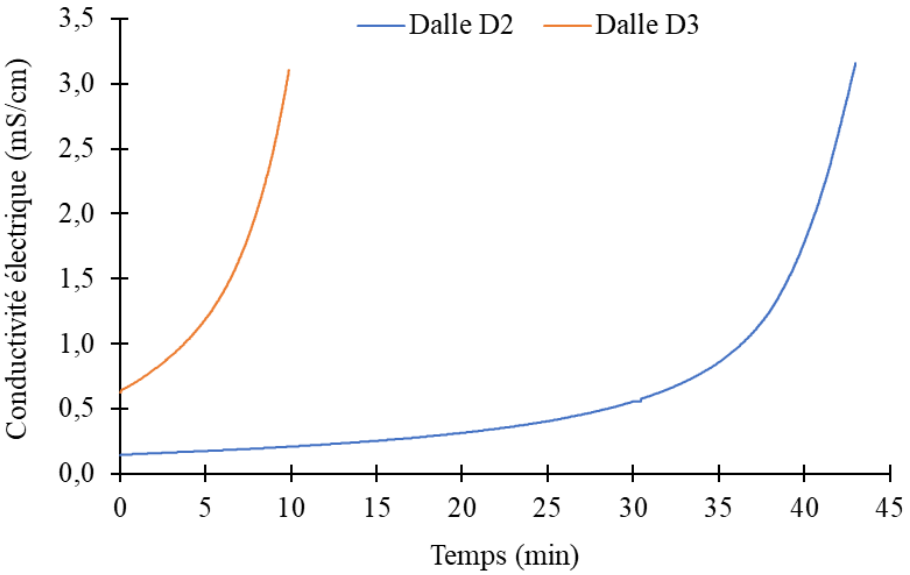


Figure 131: Conductivité électrique pour les dalles D2 et D3 et les électrodes en option 2 (AC) lors de l'essai chauffage à tension constante de 120 V

Les Figures 132 et 133 présentent la température mesurée lors de l'essai de chauffage sous une tension constante de 120 V pour les dalles D2 et D3 et les électrodes en configuration AC. Il peut être constaté que la dalle D2 a atteint une température plus élevée que la dalle D3, ayant été alimentée pendant 34,6 minutes de plus que cette dernière, ce qui correspond à une durée de chauffage environ 4,5 fois supérieure. Cette dernière n'a pas atteint la température cible avec une température maximale mesurée au thermocouple T3 de

+3,77 °C. La dalle D2 a atteint une température de +5 °C à la surface après 54,5 minutes, dont 44,4 minutes d'alimentation électrique. Cela représente 54,1 % du temps nécessaire pour atteindre cette température dans des conditions similaires d'électrodes, mais avec un chauffage à puissance constante de 400 W.

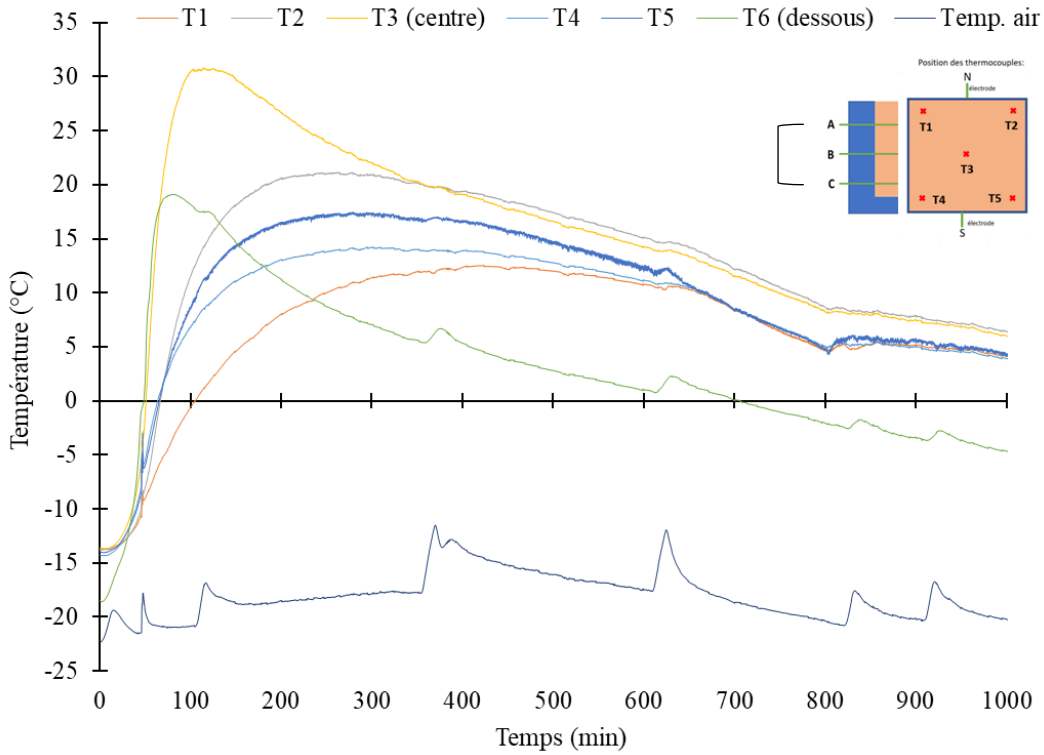


Figure 132: Température mesurée lors de l'essai de chauffage à tension constante de 120 V de la dalle D2 avec l'option 2 d'alimentation d'électrodes (AC)

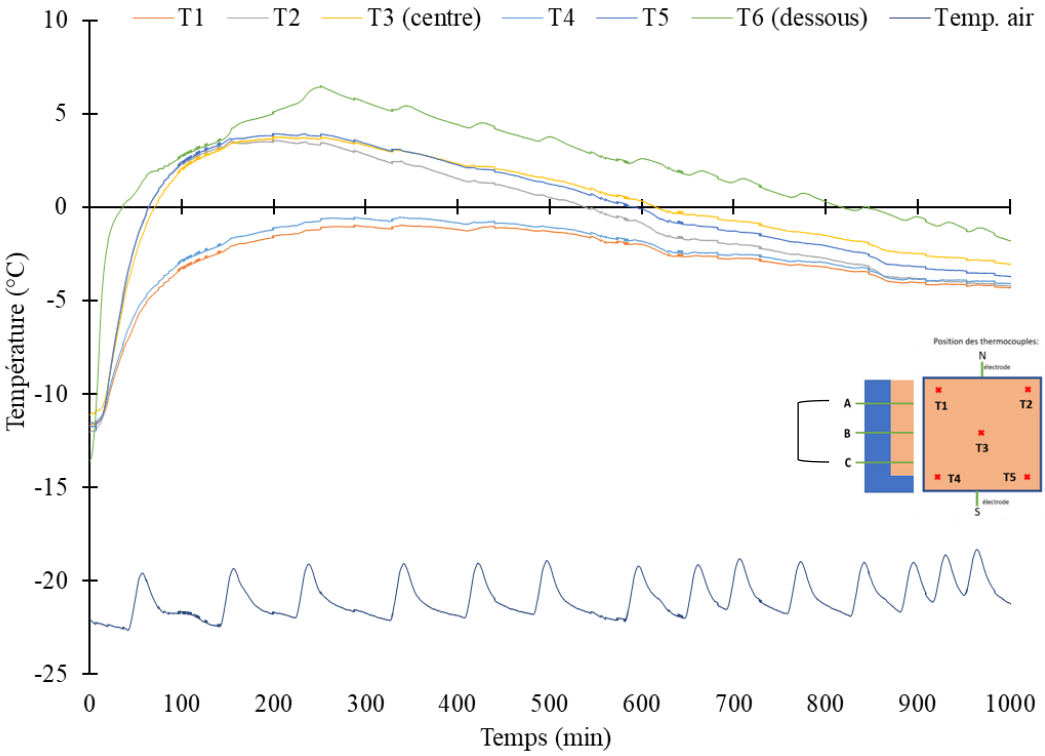


Figure 133: Température mesurée lors de l'essai de chauffage à tension constante de 120 V de la dalle D3 avec l'option 2 d'alimentation d'électrodes (AC)

La Figure 134 présente la puissance pour les dalles D2 et D3 mesurée lors de l'essai de chauffage à tension constante (120 V. L'augmentation de la vitesse de chauffage observée est attribuée à la puissance plus élevée appliquée. Tel que l'indiqué à la Figure 134, la dalle D2 a fonctionné à une puissance supérieure à 400 W à partir de 5,2 minutes d'essai, atteignant une puissance maximale de 8753,9 W. Cette forte élévation de la puissance entraîne également une augmentation significative de l'énergie électrique consommée. Pendant les 44,4 minutes de chauffage, la dalle D2 a consommé 1,14 kWh, soit 169,9 % de la consommation d'énergie observée lors du chauffage à une puissance constante de 400 W. Bien que la période d'alimentation électrique ait été relativement courte, la dalle D3 a présenté une puissance variant de manière exponentielle, passant de 1413,7 W à 7128,1 W, ce qui a entraîné une consommation d'énergie de 0,52 kWh. Les résultats obtenus à tension constante et à 1000 W (section 6.2.2) ont montré qu'une augmentation de la puissance conduit à une accélération de la vitesse de chauffe. Cependant, ceci ne semble pas être le scénario optimal pour maximiser l'efficacité énergétique.

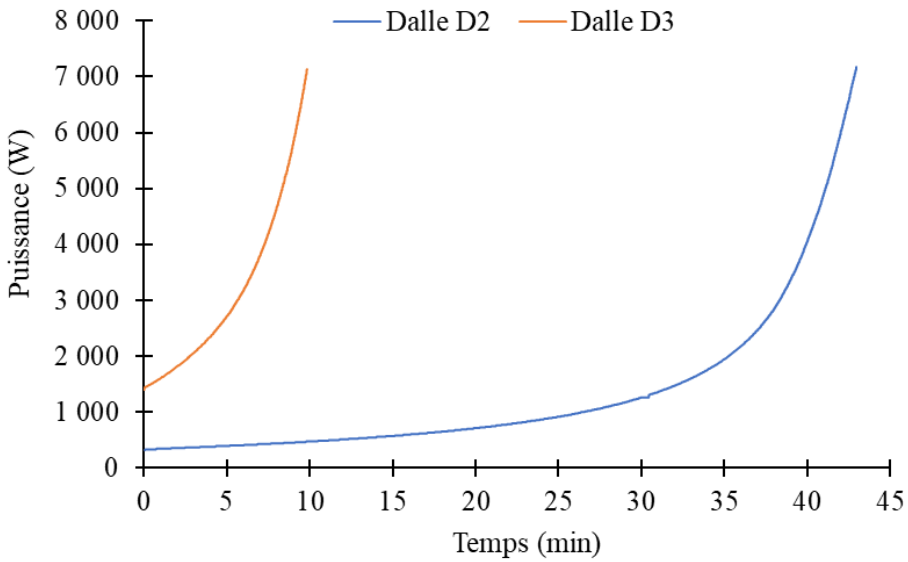


Figure 134: Puissance pour les dalles D2 et D3 lors de l'essai de chauffage à tension constante (120 V) avec l'option 2 d'alimentation électrique (AC)

6.4 Essai de dégivrage avec neige

Pour les essais de dégivrage, une couche de neige de 1,3 cm (1/2") a été accumulée sur le prototype de dalle, tel que présenté à la Figure 135.

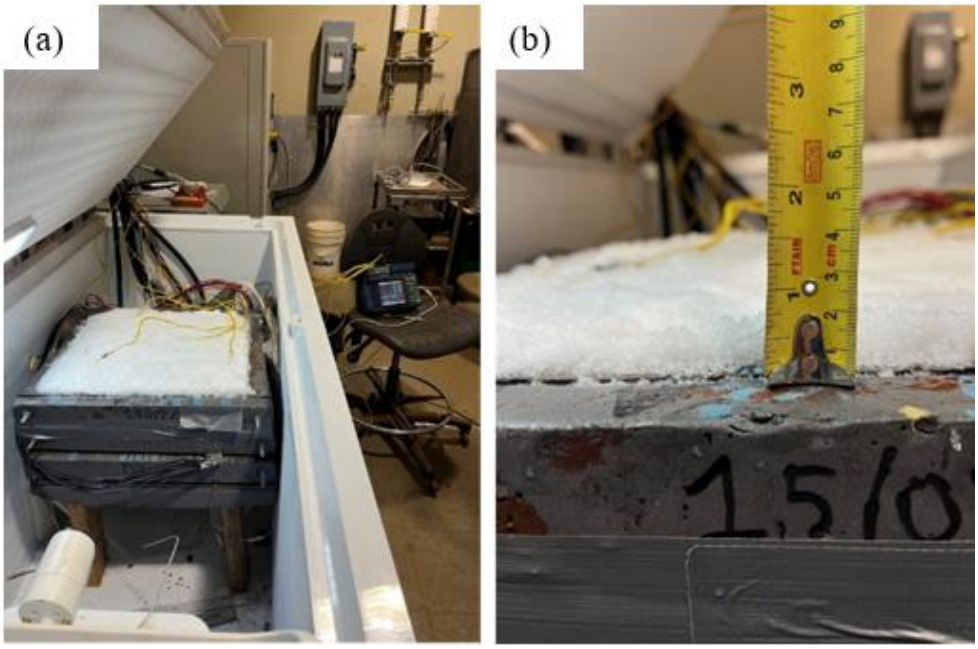


Figure 135: Montage expérimental pour l'essai de dégivrage avec (a) vue d'ensemble de la dalle dans le congélateur et (b) couche de neige déposée sur la dalle

6.4.1 Dégivrage avec neige à puissance cible de 400 W

Les températures mesurées pour l'essai de dégivrage à 400W pour les dalles D2 et D3 pour chaque option d'alimentation des électrodes sont présentées aux Figures 136 à 141. Tel qu'observé expérimentalement, la fonte de la couche de neige a pu être obtenue pour les deux dalles et pour toutes les configurations d'électrodes testées. Cependant, l'ajout de neige affecte la vitesse de chauffage et entraîne une stabilisation de la température aux alentours de 0 °C, moment auquel la neige commence à fondre. Ce phénomène de fusion se manifeste par un plateau distinctement observable dans les températures mesurées dans les dalles. Les Figures 142 et 143 présentent les surfaces latérale et supérieure de la dalle D3 à l'intérieur du congélateur, avant et après la fonte d'une couche de neige de 1,3 cm d'épaisseur, lors de l'essai à puissance cible de 400 W avec la configuration d'électrodes AB.

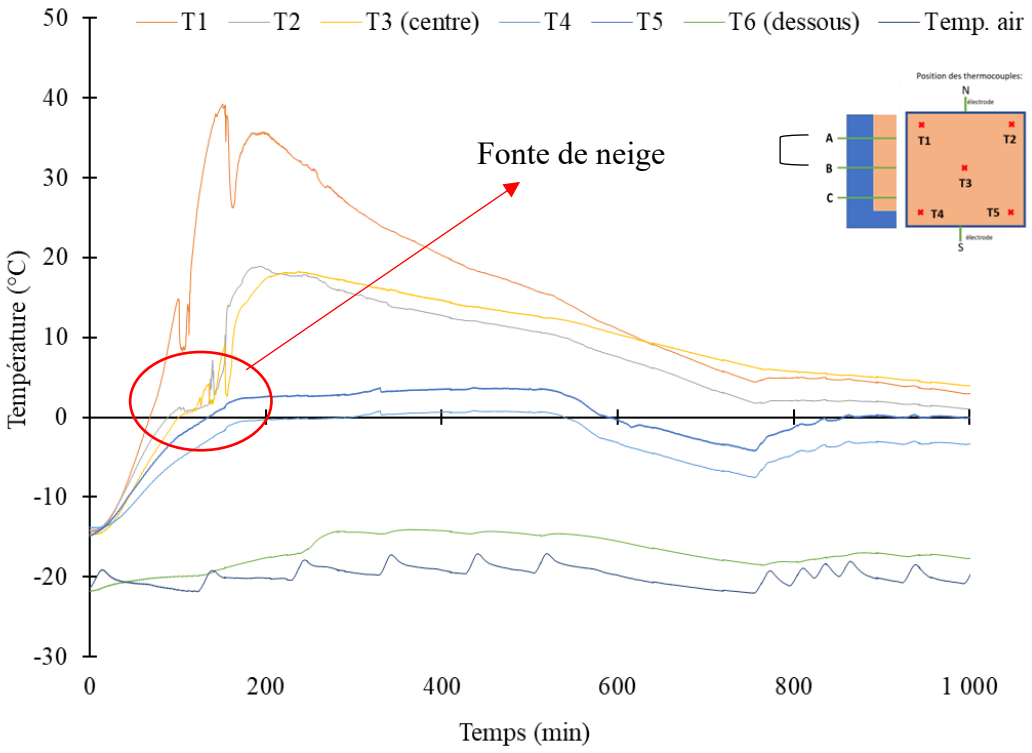


Figure 136: Température mesurée pour la dalle D2 lors de l'essai de dégivrage avec neige à une puissance cible de 400 W, pour l'option 1 d'électrodes (AB)

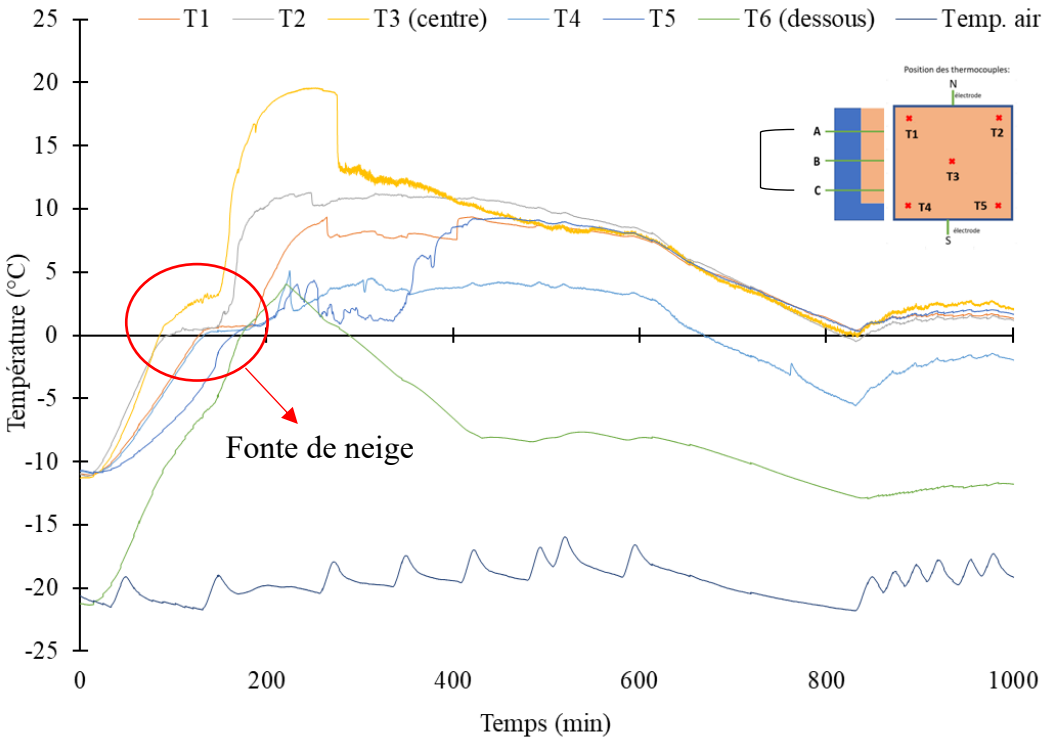


Figure 137: Température mesurée pour la dalle D2 lors de l'essai de dégivrage avec neige à une puissance cible de 400 W, pour l'option 2 d'électrodes (AC)

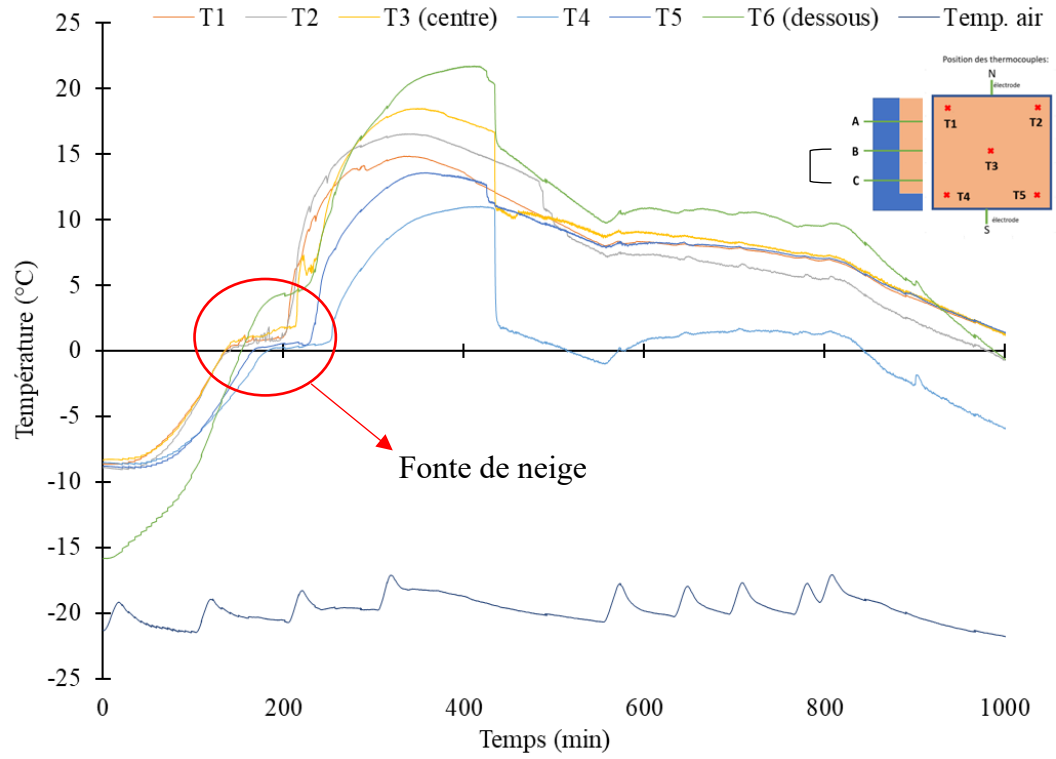


Figure 138: Température mesurée pour la dalle D2 lors de l'essai de dégivrage avec neige à une puissance cible de 400 W, pour l'option 3 d'électrodes (BC)

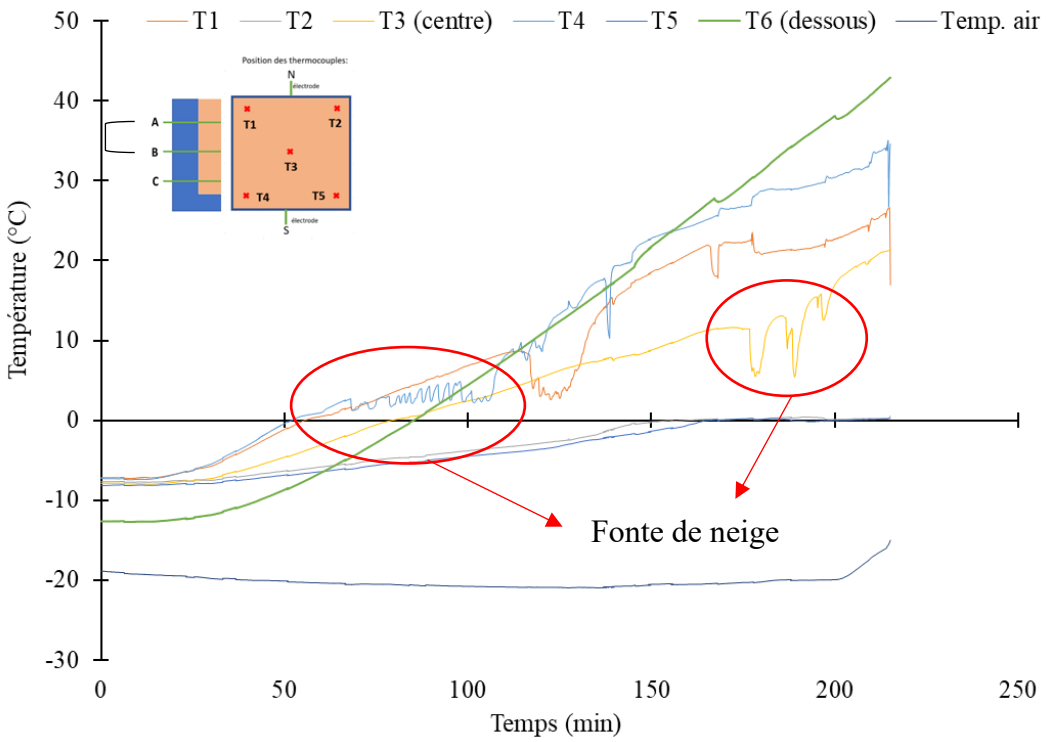
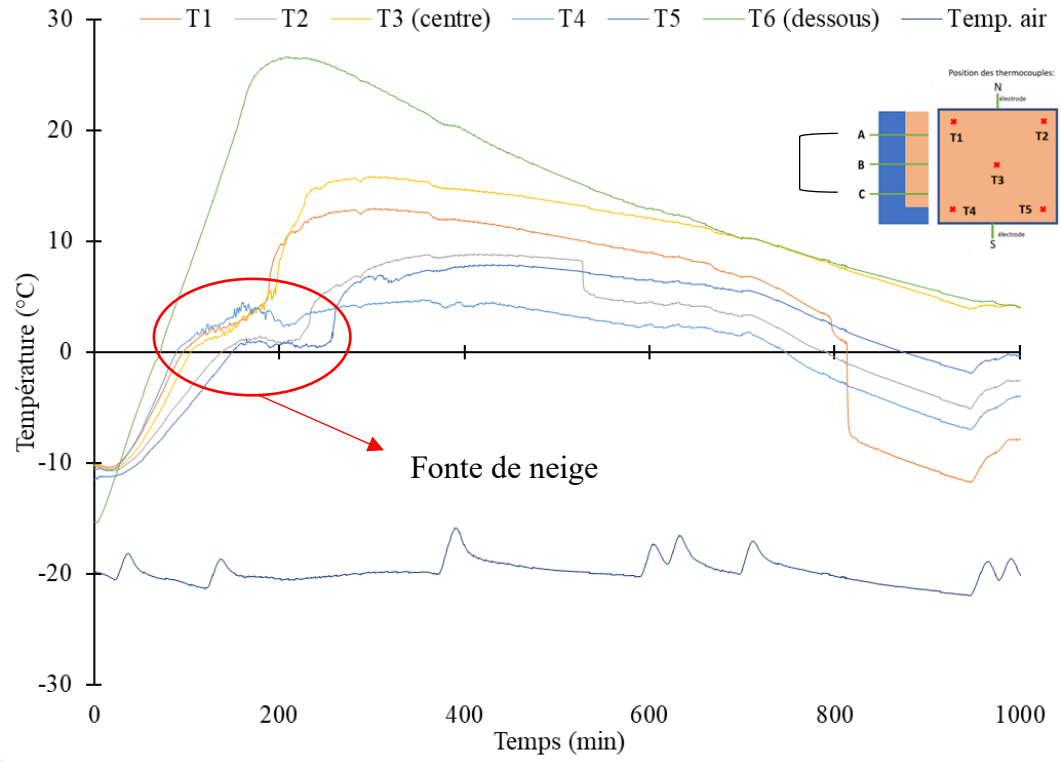


Figure 139: Température mesurée pour la dalle D3 lors de l'essai de dégivrage avec neige à une puissance cible de 400 W, pour l'option 1 d'électrodes (AB)



3

Figure 140: Température mesurée pour la dalle D3 lors de l'essai de dégivrage avec neige à une puissance cible de 400 W, pour l'option 2 d'électrodes (AC)

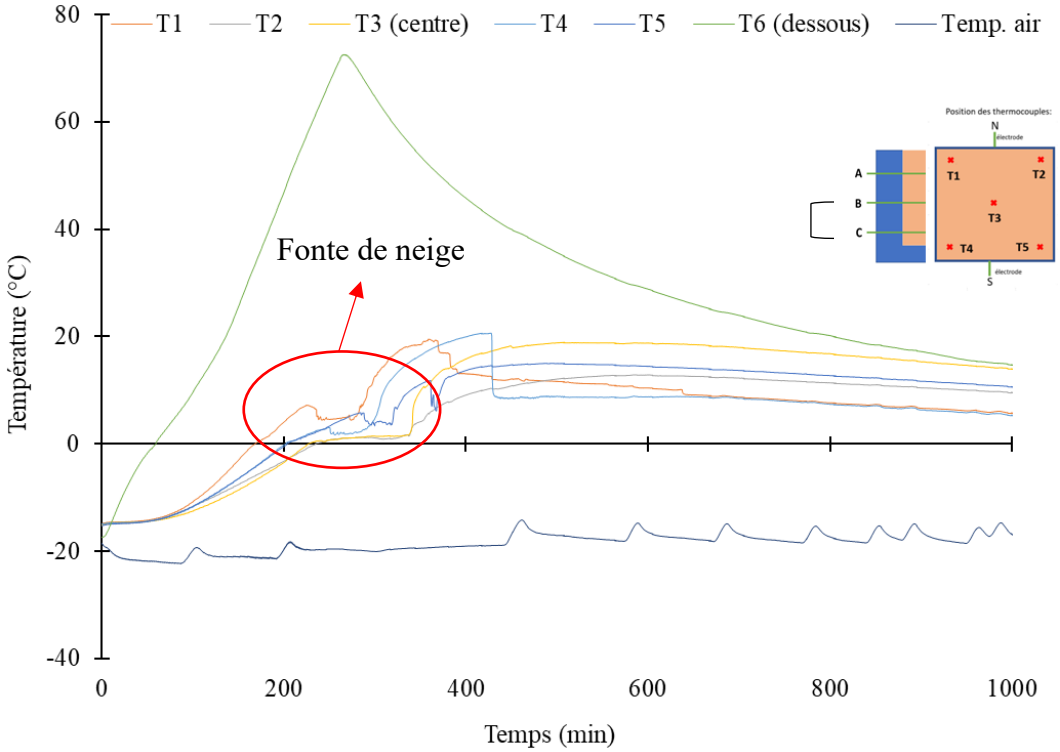


Figure 141: Température mesurée pour la dalle D3 lors de l'essai de dégivrage avec neige à une puissance cible de 400 W, pour l'option 3 d'électrodes (BC)

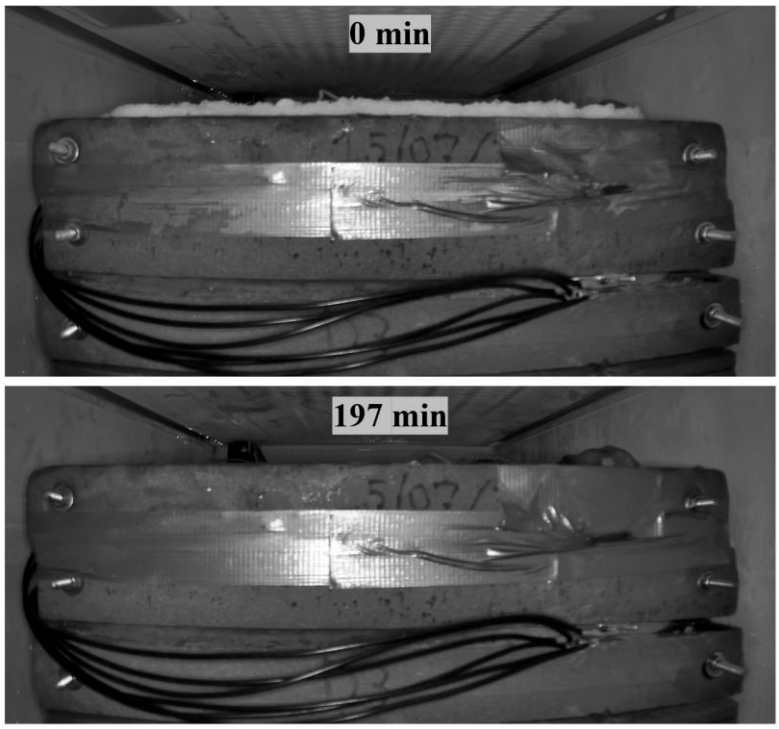


Figure 142: Surface latérale et supérieure de la dalle D3 à l'intérieur du congélateur avant et après la fonte de 1,3 cm d'épaisseur de neige, pour l'essai à puissance cible de 400 W et la configuration d'électrodes AB

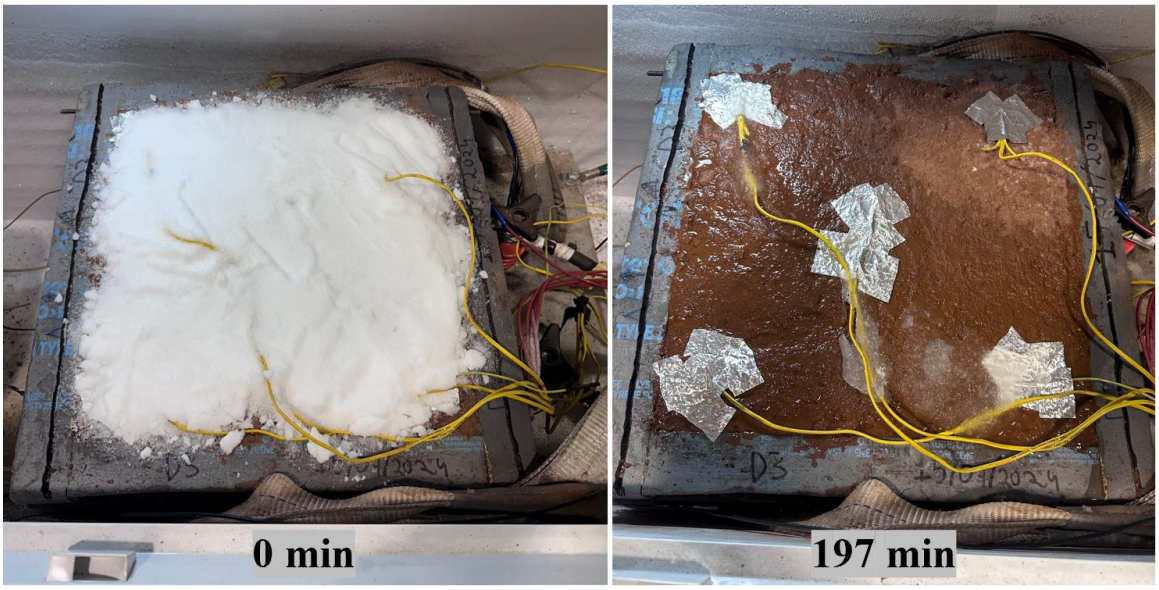


Figure 143: Surface de la dalle D3 lors d'un essai caractéristique de fonte de 1,3 cm d'épaisseur de la neige alimentée à une puissance cible de 400 W (électrodes AB)

Le Tableau 33 présente la comparaison du temps nécessaire pour atteindre 0 °C et +5 °C à la surface de la dalle recouverte de neige comparativement à l'essai de chauffage sans neige à puissance cible de 400 W. D'après les différents résultats des Figures 136 à 141, il peut être est observé que la couche de neige ralentit l'augmentation de la température de la surface de la dalle, comparativement à un chauffage de même puissance sans neige, (présenté à la section 6.2.1) tel que présenté au Tableau 33. Ainsi, l'ajout de la couche de neige entraîne une augmentation du temps nécessaire pour atteindre 0 °C à la surface des dalles bien que cette augmentation soit plus faible que celle nécessaire pour atteindre 5 °C. Cela s'explique par le fait que la fonte de la neige est initiée dès que la surface de la dalle atteint 0 °C. Une fois cette température atteinte, une stabilisation de la température autour de 0°C s'opère tant que la neige n'a pas absorbé suffisamment d'énergie pour fondre complètement. Cela correspond simplement à la chaleur latente qui est consommée pendant la phase de fusion de la couche de neige.

Tableau 33: Comparaison du temps nécessaire pour atteindre 0 °C et 5 °C à la surface de la dalle recouverte de neige comparativement à l'essai de chauffage sans neige à puissance cible de 400W

		Configuration d'électrodes		
		Option 1 (AB)	Option 2 (AC)	Option 3 (BC)
		Dalle D2		
Augmentation du temps nécessaire pour atteindre 0°C à la surface (min)	(min)	48,1	2,9	7,2
	(%)	91,3%	3,5%	5,6%
Augmentation du temps nécessaire pour atteindre +5°C à la surface (min)	(min)	81,0	53,7	67,4
	(%)	125,0%	53,4%	45,3%
		Dalle D3		
Augmentation du temps nécessaire pour atteindre 0°C à la surface (min)	(min)	22,5	3,4	45,1
	(%)	39,8%	3,4%	24,8%
Augmentation du temps nécessaire pour atteindre +5°C à la surface (min)	(min)	38,4	56,6	127,9
	(%)	48,4%	43,5%	59,8%
		Moyenne des dalles D2 et D3		
Augmentation du temps nécessaire pour atteindre 0°C à la surface (%)	(min)	35,3	3,2	26,1
	(%)	65,6 %	3,5 %	15,2 %
Augmentation du temps nécessaire pour atteindre +5°C à la surface (%)	(min)	59,7	55,2	97,6
	(%)	86,7 %	48,4 %	52,6 %

L'absorption de la chaleur latente à la surface des dalles par la couche de neige explique également pourquoi la montée en température de la surface de la dalle est ralentie significativement par rapport aux essais sans glace. Ainsi, comme le montre les résultats présentés au Tableau 33, une augmentation de 91 % et 38% du temps nécessaire pour atteindre 0 °C est respectivement obtenu pour les dalles D2 et D3, lorsque la configuration d'électrodes AB est alimentée. Cet impact plus prononcé pour cette configuration d'électrodes s'explique par le fait que, pour cette configuration, la chaleur est générée dans la couche supérieure de la dalle qui est directement en contact avec la couche de neige. Ainsi, une partie importante de l'énergie thermique produite est donc transformée en chaleur latente consommée par la fonte de la neige et seule une faible quantité de cette énergie thermique est donc disponible pour réchauffer efficacement le reste de la dalle. En revanche, pour les configurations d'électrodes AC et BC (électrodes plus en profondeur dans la dalle), la chaleur

est diffusée à travers une épaisseur plus importante de matériau avant d'atteindre la surface, ce qui réduit l'effet direct du refroidissement induit par la couche de neige et limite ainsi l'augmentation du temps de chauffage.

Les températures mesurées à la surface de la dalle au niveau du thermocouple T3 sont présentées à la Figure 145 pour les dalles D2 et D3. Il peut être observé que la fonte de la neige avec les électrodes AB alimentées entraîne des variations plus marquées de la température en surface, tandis qu'un chauffage impliquant les couches inférieures (électrodes AC et BC alimentées) est caractérisé par un plateau thermique plus stable. Les temps marquant le début (défini comme l'apparition de la première goutte d'eau visible) et la fin de la fonte (définie comme l'absence totale de neige visible à la surface de la dalle) de la couche de neige présentés à la Figure 146 se traduisent par des hausses et des baisses rapides de température sur une courte période pour les électrodes AB. En revanche, pour les configurations d'électrodes AC et BC, la température se stabilise sur une période plus longue. Ce comportement s'explique par le fait qu'en chauffant également les couches inférieures de la dalle (configurations d'électrodes AC et BC), une masse plus importante de géopolymère accumule la chaleur, permettant ainsi d'atteindre et de maintenir une température suffisante à la surface pour assurer la fonte de la neige. La chaleur latente nécessaire pour le changement d'état de la neige est alors compensée par l'énergie accumulée dans la masse thermique de géopolymère qui est plus élevée. À l'inverse, avec les électrodes AB alimentées, le chauffage est principalement concentré sur la couche supérieure de la dalle et, par conséquent, une masse thermique plus faible est disponible pour accumuler de l'énergie. Cela résulte également en un flux thermique plus important vers la surface de la dalle due à l'énergie consommée par la chaleur latente de la couche de neige.

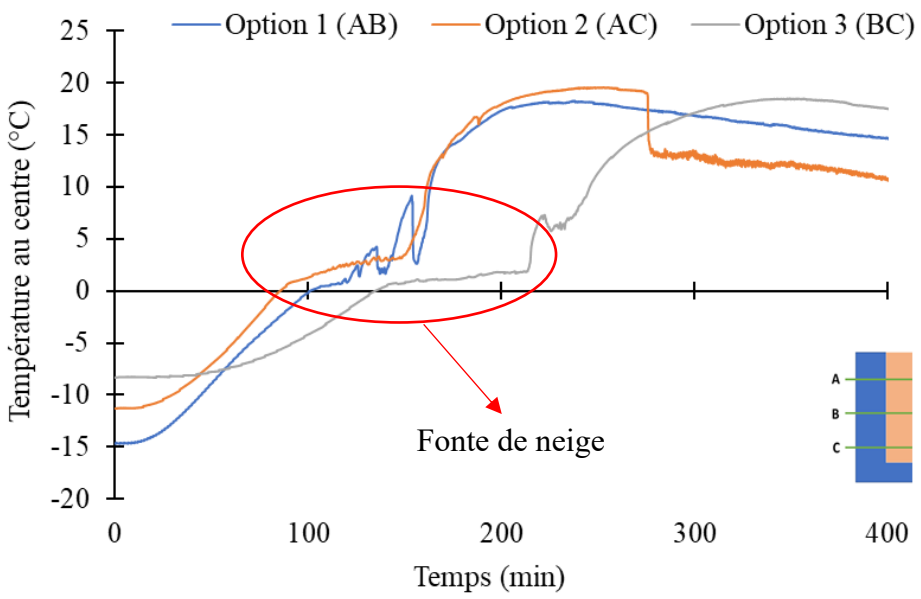


Figure 144: Température mesurée par le thermocouple T3 (centre du prototype de dalle) lors de l'essai de dégivrage avec neige à une puissance cible de 400 W pour les trois configurations d'électrodes et la dalle D2

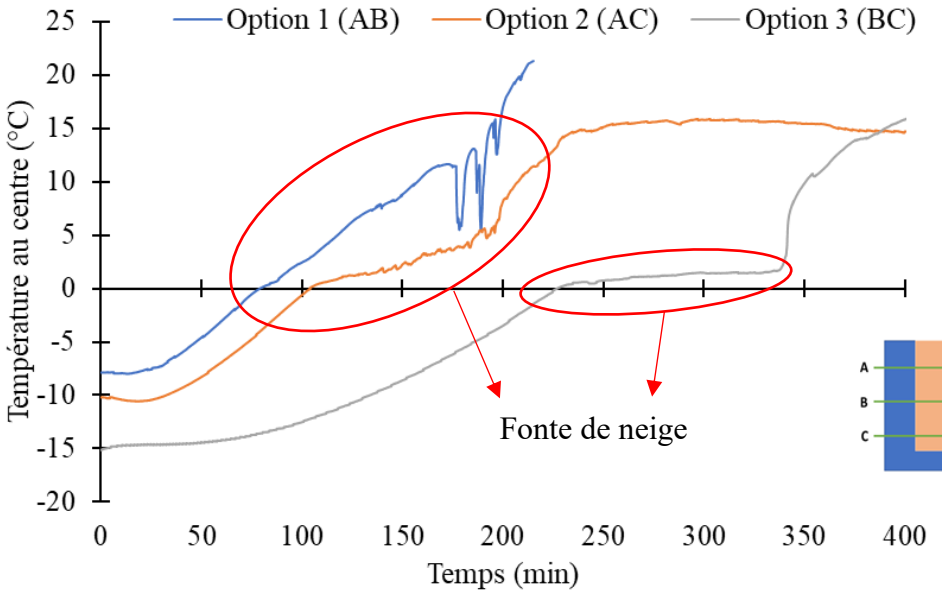


Figure 145: Température mesurée par le thermocouple T3 (centre du prototype de dalle) lors de l'essai de dégivrage avec neige à une puissance cible de 400 W pour les trois configurations d'électrodes et la dalle D3

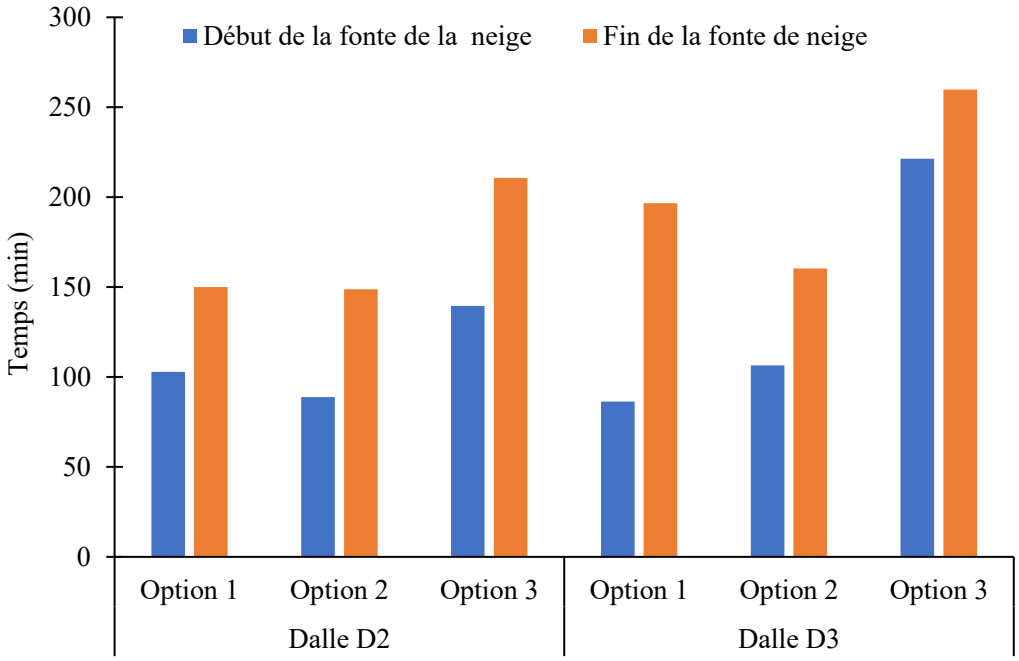


Figure 146: Temps nécessaire pour fondre la couche de neige par chaque option d'électrodes pour une puissance constante de 400W

Les Figures 147 et 148 présentent respectivement le courant et de la tension appliquée mesurée pour les dalles D2 et D3 recouvertes d'une couche de neige et pour une puissance cible de 400 W. Les puissances moyennes et la consommation d'énergie correspondantes sont, quant à elles, présentées au Tableau 34. Les résultats du Tableau 34 montrent que l'option 3 a présenté le temps de fonte le plus long, ce qui implique la consommation d'énergie la plus élevée pour faire fondre la couche de neige. Bien que l'option 1 ait affiché, lors des essais sans neige (Tableaux 30 et 31), une montée en température plus rapide jusqu'à la consigne de +5 °C, la fonte de la neige n'a pas été plus rapide qu'avec l'option 2 (AC). L'option 2 (électrodes AC alimentées) semble donc présenter une meilleure performance en termes de vitesse de fonte de neige et de consommation d'énergie.

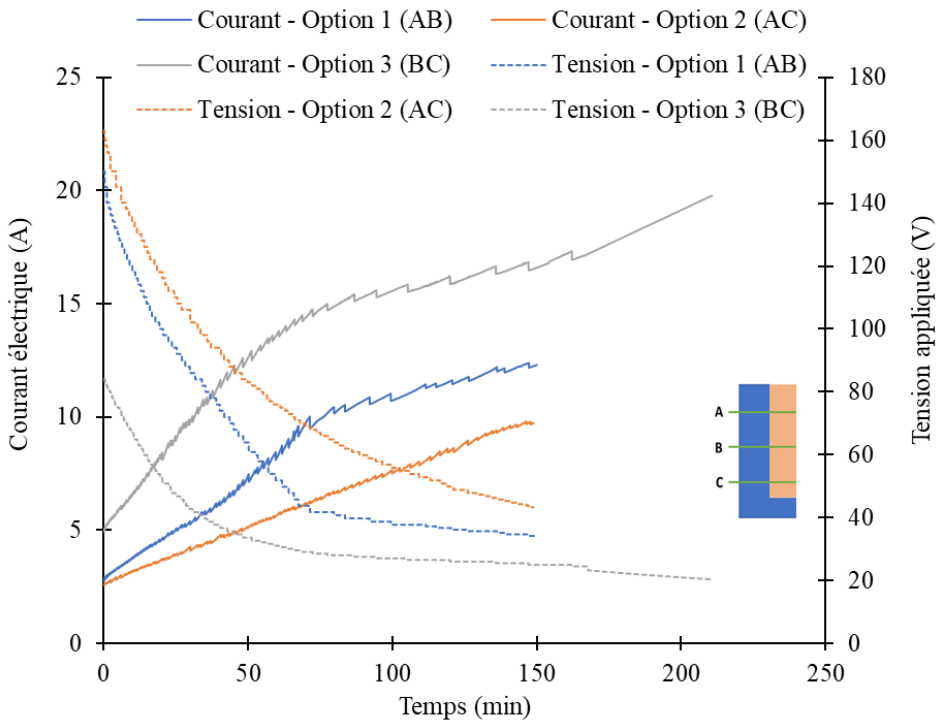


Figure 147: Courant électrique et tension appliquée lors de l'essai de dégivrage avec neige à 400W pour la dalle D2

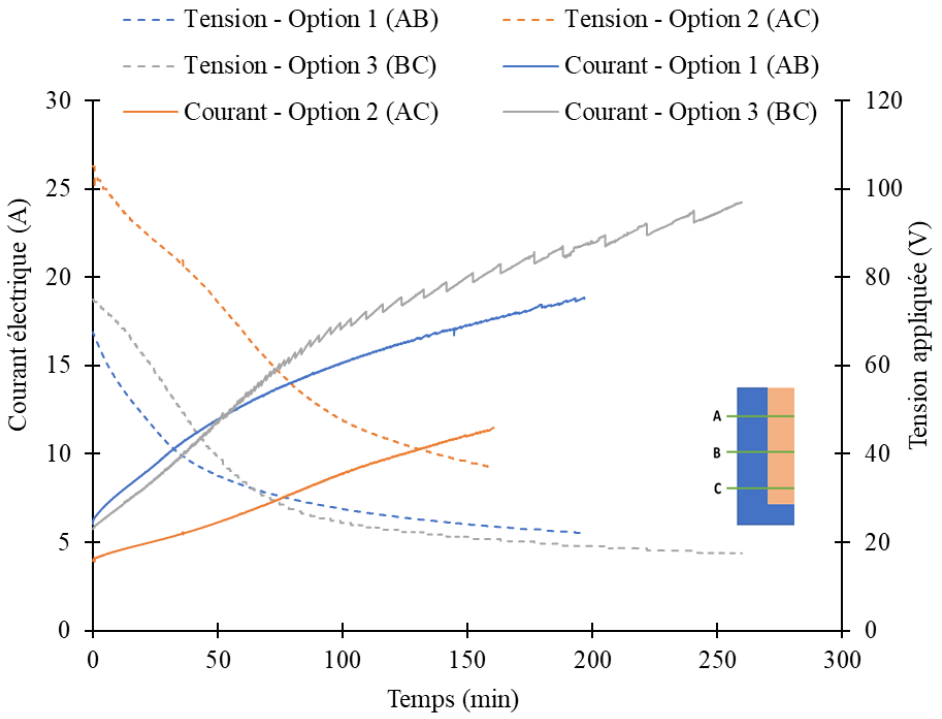


Figure 148: Courant électrique et tension appliquée lors de l'essai de dégivrage avec neige à 400W pour la dalle D3

Tableau 34: Synthèse des mesures réalisées lors de l'essai de dégivrage avec neige à puissance cible de 400W

	Configuration d'électrodes alimentées		
	Option 1 (AB)	Option 2 (AC)	Option 3 (BC)
	Dalle D2		
Puissance moyenne (W)	404,5	406,7	405,3
Écart-type (W)	7,7	5,8	5,5
Temps nécessaire pour la fonte totale de neige (min)	150,0	148,8	210,6
Consommation d'énergie (kWh)	1,01	1,01	1,42
	Dalle D3		
Puissance moyenne (W)	400,7	401,7	403,6
Écart-type (W)	1,3	1,7	5,3
Temps nécessaire pour la fonte totale de neige (min)	196,7	160,4	259,7
Consommation d'énergie (kWh)	1,31	1,07	1,75

6.4.2 Dégivrage avec neige à puissance cible de 1000W

L'essai de dégivrage à puissance cible de 1000 W a été réalisé avec la configuration d'électrodes AC alimentées. Les valeurs de température mesurées aux différents points de mesure sont présentées aux Figures 149 et 150. Les températures mesurées montrent qu'une puissance de chauffage de 1000 W entraîne une température maximale à la surface de la dalle plus élevée que celle observée lors de l'essai à 400 W. Plus précisément, pour un chauffage à 1000 W, la température maximale mesurée avec le thermocouple T1 est de 43,2 °C pour la dalle D2 (25,76 °C au thermocouple T3) et de 48,7 °C au thermocouple T2 de la dalle D3 (37,53 °C au thermocouple T3). En comparaison, lors du chauffage à 400 W, les températures maximales enregistrées étaient de 19,6 °C au thermocouple T3 pour la dalle D2, et pour la dalle D3, de 26,7 °C au thermocouple T6 et de 15,87 °C au thermocouple T3. Il est également intéressant de noter aux Figures 149 et 150 que la température de la dalle continue d'augmenter une fois la fonte de la couche de neige complétée.

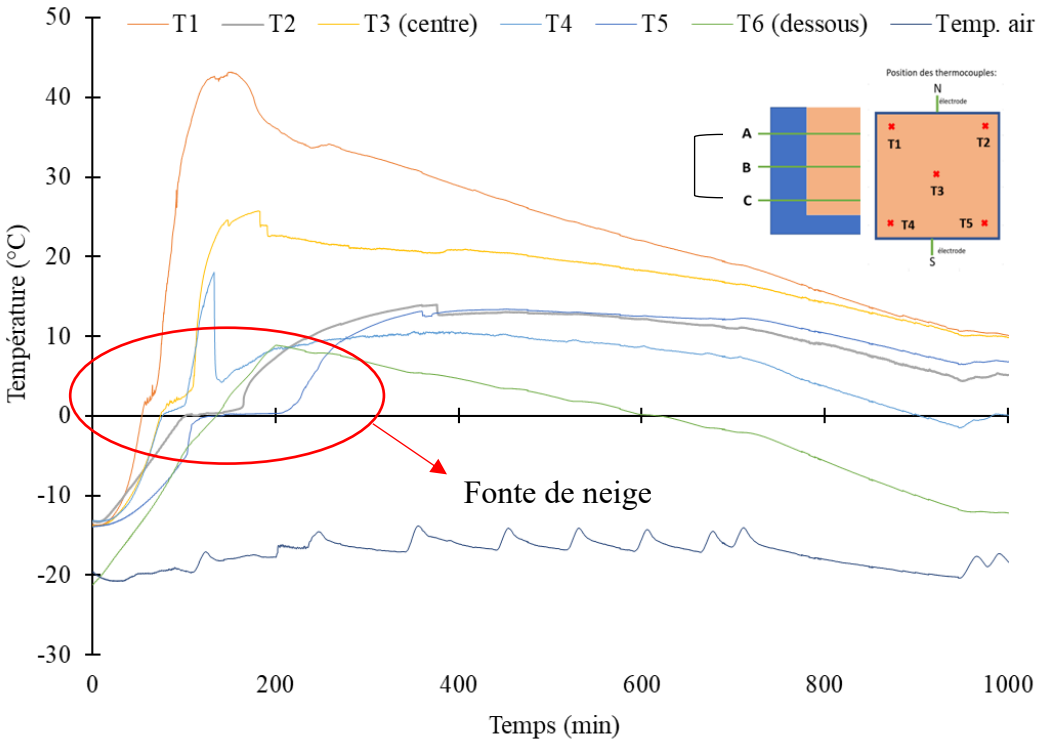


Figure 149: Température mesurée lors de l'essai de dégivrage avec neige, à une puissance cible de 1000 W et les électrodes AC alimentés pour la dalle D2

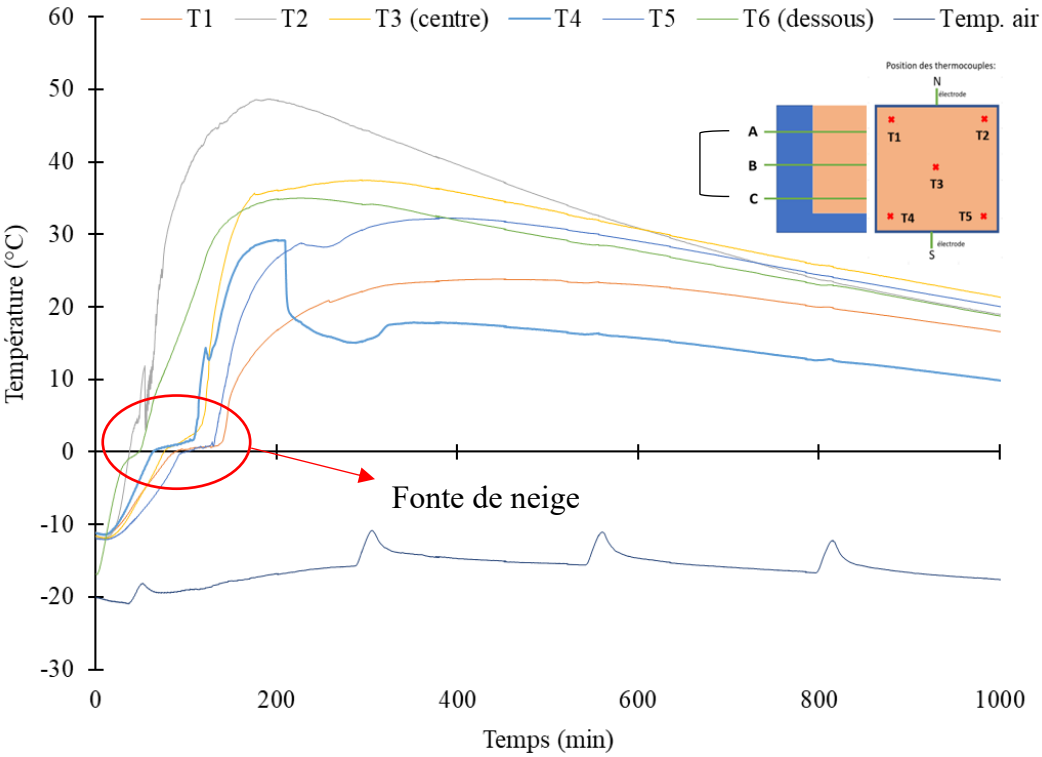


Figure 150: Température mesurée lors de l'essai de dégivrage avec neige, à une puissance cible de 1000 W et les électrodes AC alimentés pour la dalle D3

Les Figures 151 et 152 présentent respectivement la montée en température au thermocouple central (T3) à la surface et les temps correspondant au début et à la fin de la fonte de la neige. Les résultats obtenus montrent que le temps nécessaire pour faire fondre la couche de neige avec une puissance de 1000W est inférieur à celui obtenu avec une puissance de 400W sous les mêmes conditions expérimentales. En effet, pour une puissance de 1000W, le temps nécessaire pour faire fondre totalement la couche de neige est de 13 minutes pour la dalle D2 et de 36 minutes pour la dalle D3, ce qui représente une diminution respective de 78,2 % et 32,2 % par rapport aux temps enregistrés lors de l'essai à 400W.

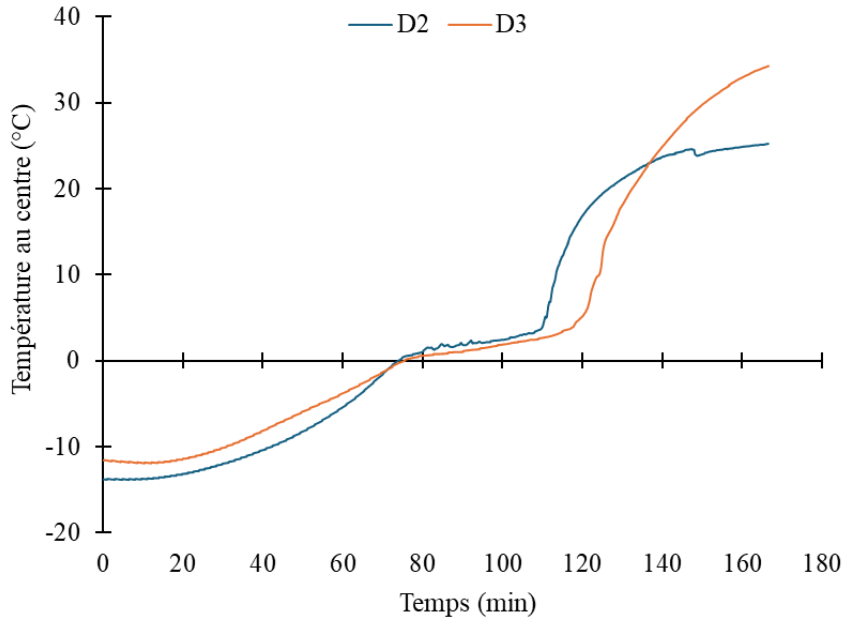


Figure 151: Température mesurée par le thermocouple T3 des dalles D2 et D3 lors de l'essai de dégivrage avec neige, électrodes AC alimentées à une puissance cible de 1000 W

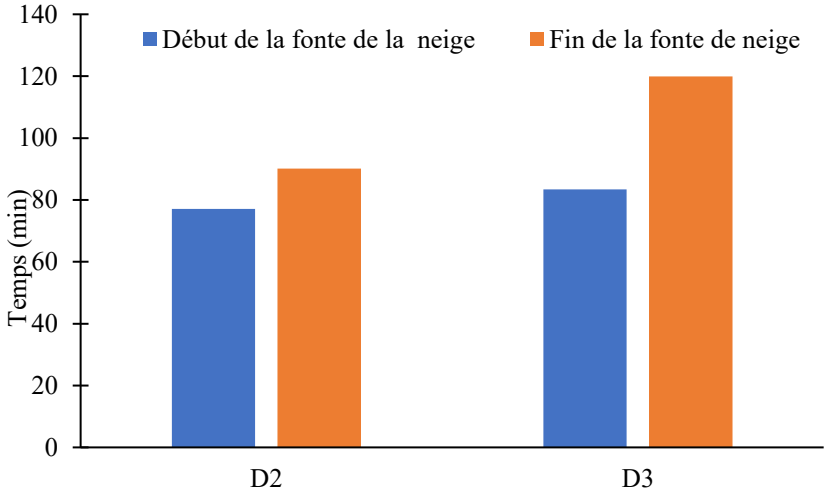


Figure 152: Début et fin de la fonte de neige pour un dégivrage à 1000W (électrodes AC alimentés)

Le Tableau 35 présente la consommation d'énergie nécessaire à la fonte complète de la couche de neige lors d'un chauffage à puissance cible de 1000 W, alimenté via les électrodes AC. Comparativement à l'essai réalisé à 400 W, le dégivrage à 1000 W a réduit le temps pour la fonte complète de la neige de 58,7 min (soit 39 % plus rapide), au prix d'une augmentation de la consommation d'énergie de 0,56 kWh (soit 56 % plus élevée) dans le cas de la dalle D2. En revanche, pour la dalle D3, le temps pour la fonte de neige a diminué de 40,5 min (soit 25 % plus rapide), avec une consommation d'énergie de 1,03 kWh plus élevée (soit 96 % plus élevée) par rapport à l'essai à 400 W. Ces résultats indiquent que l'augmentation de la puissance ne se traduit pas obligatoirement par une amélioration proportionnelle de la vitesse de fonte. Cela suggère qu'un dégivrage à puissance modérée serait plus efficace sur le plan énergétique.

Tableau 35: Synthèse des mesures réalisées lors de l'essai de dégivrage avec neige à puissance cible de 1000W (électrodes AC alimentées)

	Dalle D2	Dalle D3	Moyenne
Puissance moyenne (W)	1044,0	1051,7	1047,8
Écart-type (W)	41,0	28,3	55,2
Temps nécessaire pour la fonte totale de neige (min)	90,2	120,0	105,1
Consommation d'énergie (kWh)	1,57	2,10	1,84

Les Figures 153 et 154 présentent, respectivement, le courant électrique et la tension appliquée, ainsi que la conductivité électrique mesurée lors des essais de dégivrage à 1000 W. Lorsque les dalles D2 et D3 sont à faible température, une tension initiale de 250,3 V et 178,1 V, respectivement, est nécessaire pour atteindre une puissance de 1000 W. Pour les essais menés à 400 W, les tensions nécessaires sont plus faibles, soit 163,2 V pour D2 et 105,2 V pour D3. Ainsi, pour atteindre 1000 W, les dalles D2 et D3 ont nécessité une tension initiale environ 1,5 et 1,7 fois plus élevée, respectivement, que celles appliquées lors de l'essai à 400 W. Cependant, à mesure que la dalle chauffe, la tension appliquée diminue progressivement jusqu'à devenir, en fin de test, équivalente à celle observée pour l'essai à

400 W. Ce comportement s'explique par l'augmentation de la température interne des dalles qui est plus importante avec une puissance de 1000 W, qui entraîne une élévation de la conductivité électrique de la dalle, tel que présenté à la Figure 154. Ainsi, bien que le dégivrage à 1000 W ait nécessité une tension de démarrage plus élevée, le chauffage plus rapide a favorisé une augmentation du courant et de la conductivité électrique, permettant par la suite de réduire la tension appliquée jusqu'à des valeurs comparables à celles enregistrées en fin d'essai à 400 W.

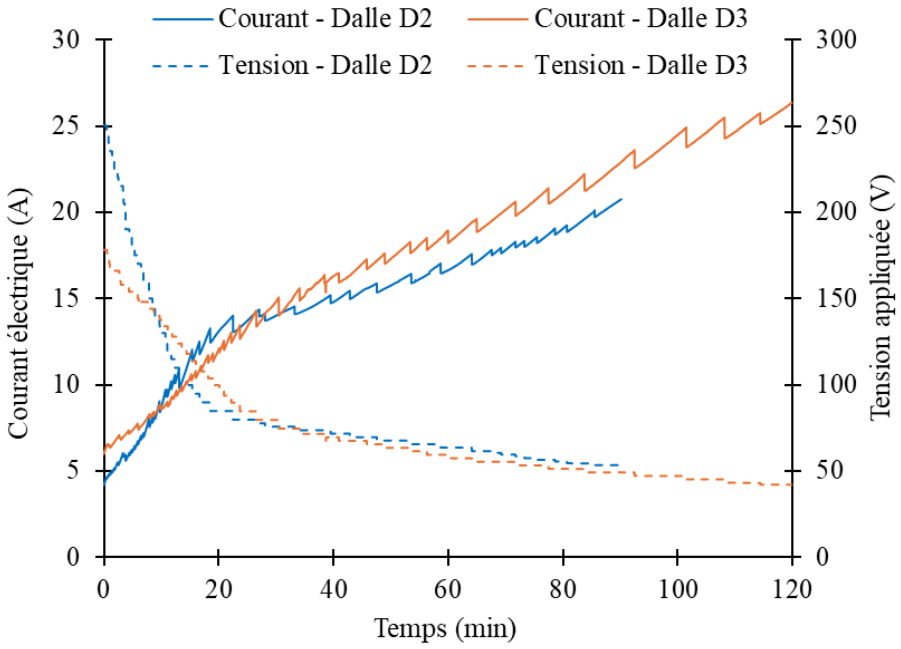


Figure 153: Courant électrique et de la tension appliquée lors de l'essai de dégivrage avec neige à 1000W (électrodes AC alimentées)

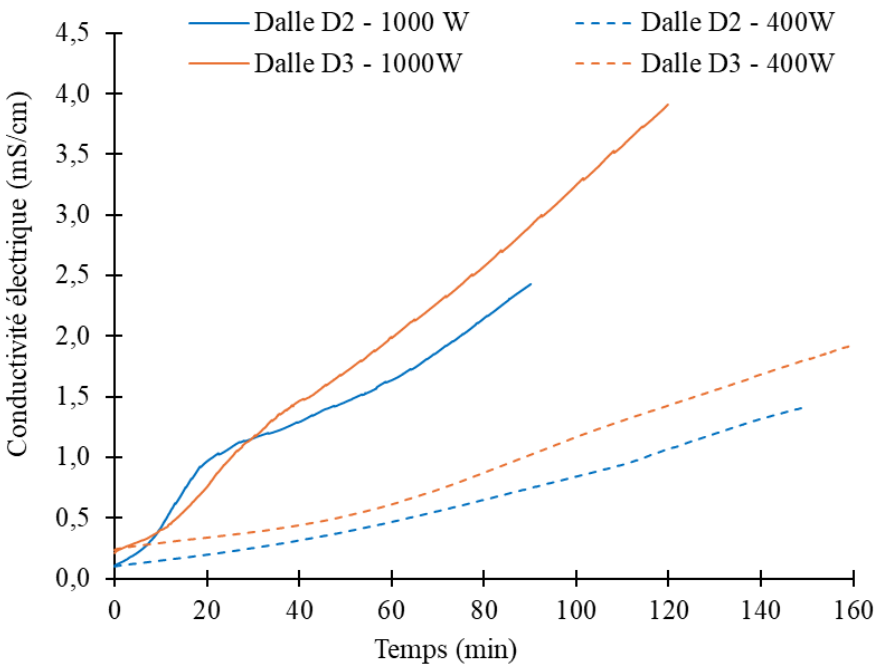


Figure 154: Conductivité électrique obtenue lors des essais de dégivrage avec neige 1000 W (électrodes AC alimentées)

6.5 Essai de déglaçage

L'essai de déglaçage a été réalisé avec les électrodes AC alimentées à une puissance constante de 1000 W. Les températures mesurées par les thermocouples pour les dalles D2 et D3 sont présentées aux Figures 155 et 156. Il peut être observé que, contrairement aux essais de dégivrage avec la couche de neige qui fondait aux alentours de 0 °C au centre, la fonte de la glace s'est produite à des températures de surface de la dalle plus élevées, comprises entre 30 et 40 °C. Ce comportement s'explique par le fait que la fonte de la glace se produit de manière non uniforme. Ainsi, le centre des dalles était exempt de glace à partir de 54 minutes pour la dalle D2 et 63 minutes pour la dalle D3, comme présenté à la Figure 157. Par conséquent, la température du côté où la glace avait entièrement fondu a continué à augmenter, tandis que le côté encore couvert de glace est resté à une température proche de 0 °C.

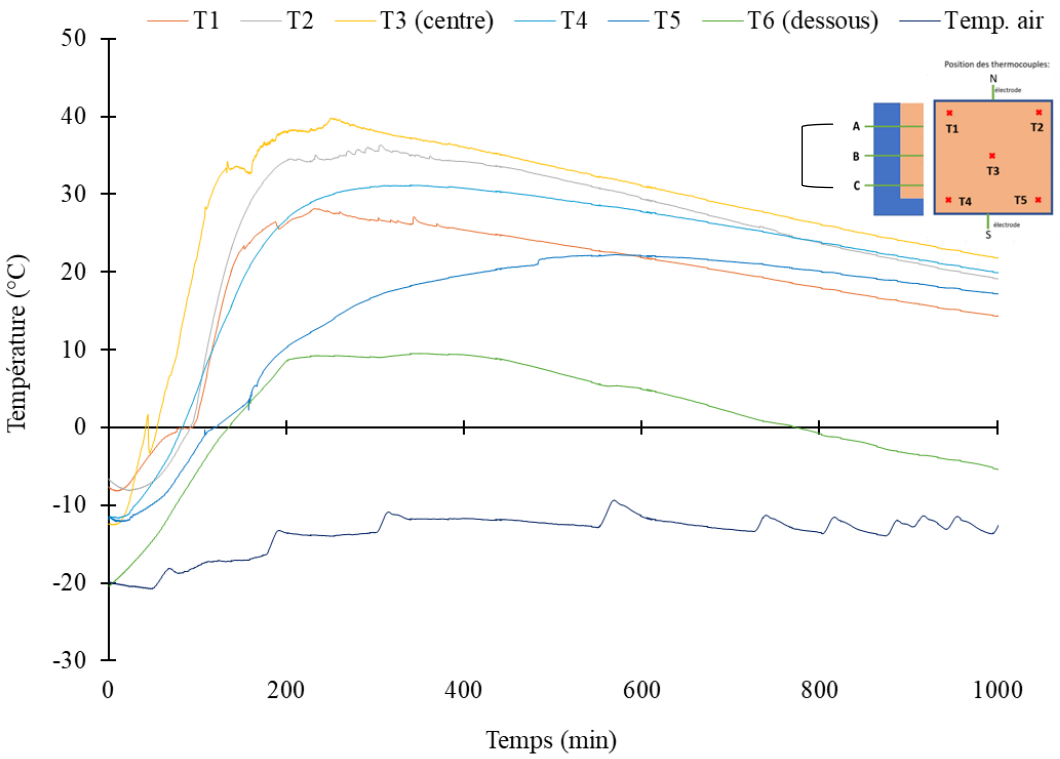


Figure 155: Température mesurée lors de l'essai de déglaçage, pour les électrodes AC alimentées à une puissance cible de 1000 W et pour la dalle D3

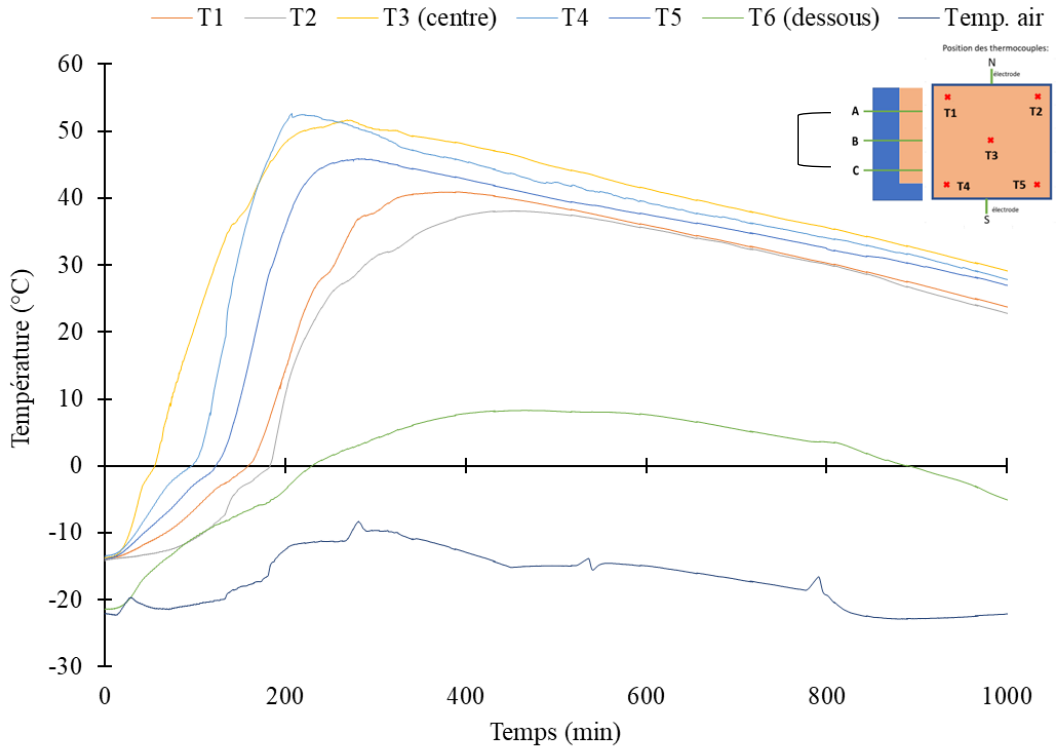


Figure 156: Température mesurée lors de l'essai de déglaçage, pour les électrodes AC alimentées à une puissance constante de 1000 W et pour la dalle D3

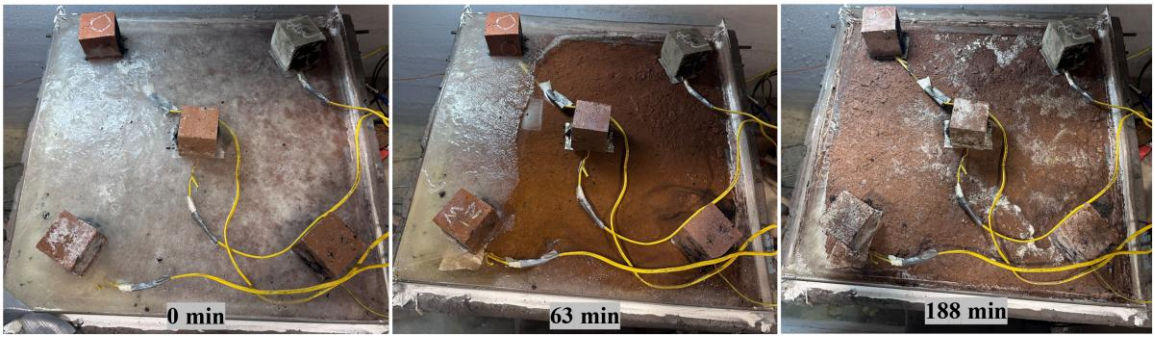


Figure 157: Surface à différents moments lors de l'essai de déglaçage de la dalle D3, lorsque les électrodes AC sont alimentées avec une puissance cible de 1000 W

La consommation d'énergie nécessaire à la fonte totale de la couche de glace est présentée au Tableau 36. Il peut être remarqué que, pour faire fondre une couche de glace de même épaisseur que la couche de neige, les dalles D2 et D3 ont nécessité respectivement 160,8 et 188,4 minutes, ce qui correspond à des durées supplémentaires de 70,62 et 68,40 minutes, respectivement, par rapport à l'essai réalisé avec la neige (présenté au Tableau 35). Cela correspond à une augmentation de 78,33 % et 57,02 % du temps, ainsi que de 85,11 % et 63,43 % de la consommation d'énergie par rapport à l'essai avec la neige. Ce comportement s'explique par le fait que la neige a une densité inférieure à celle de la glace, ce qui signifie qu'elle contient davantage de vides entre les cristaux. Cela la rend plus susceptible de fondre rapidement lorsqu'elle est exposée à la chaleur. De plus, chaque cristal de neige étant de petite taille, il fond rapidement au contact d'une surface chaude.

Tableau 36 : Synthèse des mesures réalisées lors de l'essai de dégivrage avec glace à puissance cible de 1000W (électrodes AC alimentées)

	Dalle D2	Dalle D3	Moyenne
Puissance moyenne (W)	1083,6	1094,6	1089,1
Écart-type (W)	94,1	79,8	86,9
Temps nécessaire pour la fonte totale de glace (min)	160,8	188,4	174,6
Consommation d'énergie (kWh)	2,90	3,44	3,17

CHAPITRE 7
CONCLUSION ET TRAVAUX FUTURS

7.1 Synthèse et conclusion

Ce projet doctoral a permis d'atteindre son objectif principal, soit de développer un béton géopolymère électriquement conducteur chauffant, en valorisant des sous-produits de l'industrie de l'aluminium provenant de la région du Saguenay–Lac-Saint-Jean. Grâce à la méthodologie de dosage développée à partir de l'application de plans d'expériences, il a été possible de quantifier l'influence de chaque matière première sur certaines propriétés à l'état frais et durci des pâtes, mortiers et bétons géopolymères. Cette approche a également permis le dosage de trois formulations de béton géopolymère optimales permettant une résistance mécanique élevée (mélange A4(T17)), un taux maximal de valorisation du résidu de bauxite tout en maintenant une résistance à la compression de 28,0 MPa (mélange A3(T18)) ou la conductivité électrique, pour application à un revêtement chauffant (mélange A3(T19L75)). Enfin, la mise en œuvre d'un prototype a permis de valider expérimentalement la performance de la formulation conductrice comme méthode de dégivrage et de déglaçage, confirmant ainsi la faisabilité technique du concept développé.

À la suite des résultats obtenus au cours des expériences menées dans ce projet, les principales conclusions sont énumérées ci-dessous :

- L'utilisation du résidu de bauxite pour la fabrication de géopolymères présente un grand potentiel, non seulement pour la production de revêtements chauffants, mais également pour des applications structurelles.
- Les plans factoriels et les plans de Taguchi constituent d'excellentes stratégies pour déterminer l'influence de chaque composant sur les propriétés finales des géopolymères et pour optimiser leurs formulations.
- Le plan de Taguchi à 4 niveaux a permis d'identifier qu'un précurseur aluminosilicate solide composé de 40% de résidu de bauxite peut augmenter la résistance à la compression du mélange.
- La prédiction de la résistance à la compression avec le plan de Taguchi et du plan factoriel complet a respectivement présenté des écarts absolus moyens de 3,2 et 3,4 MPa,

ce qui représente une précision plus qu'acceptable pour la plupart des applications en génie civil.

- La prédiction avec le plan de Taguchi de la contrainte de seuil des pâtes a présenté un écart moyen de 270,10 Pa.
- Le remplacement de la cendre volante par du résidu de bauxite augmente la contrainte de seuil des pâtes géopolymères. Cette augmentation s'explique par la forme non sphérique des particules de résidu de bauxite, ce qui réduit l'affaissement après l'ajout des granulats. Pour conserver la maniabilité des mélanges intégrant du résidu de bauxite, un volume de pâte plus important doit donc être employé.
- Bien que la résistance à la compression et la maniabilité soient légèrement inférieures lorsque le granulat de magnétite étudié est utilisé au lieu du granulat ordinaire, l'effet de ces deux types de granulat sur la résistance à la compression et la maniabilité est similaire. En effet, l'augmentation du volume de pâte et de gros granulats entraîne tous deux une hausse de la maniabilité et de la résistance à la compression, peu importe le type de granulat.
- Pour les mélanges étudiés, l'effet des granulats sur la résistance à la compression dépend grandement de la résistance de la pâte. Pour les pâtes les moins résistantes (T18 et T19), l'augmentation de la teneur en pâte entraîne une diminution de la résistance à la compression, tandis que pour la pâte plus résistante (T17), l'ajout des granulats n'a eu que peu d'influence sur la résistance.
- L'effet du volume de pâte sur la maniabilité du béton ou du mortier géopolymère varie avec la contrainte de seuil de la pâte : pour des formulations dont la contrainte de seuil est comprise entre 32 et 430 Pa, l'effet s'accroît à mesure que la contrainte de seuil augmente ; au-delà de 430 Pa, l'effet sur la maniabilité se stabilise.
- La résistance à la compression des mortiers et bétons géopolymères se développe principalement durant la cure à température élevée. Il est apparu que cette résistance continue tout de même de croître sous conditions ambiantes, après cette cure, jusqu'à au moins 56 jours.
- Bien que les phases cristallines identifiées par DRX dans le géopolymère proviennent principalement du résidu de bauxite, les résultats obtenus suggèrent que celui-ci n'agit pas uniquement comme filler. Les observations réalisées indiquent qu'une partie des

constituants du résidu de bauxite pourrait participer, dans une certaine mesure, à la réaction de géopolymérisation. Toutefois, des analyses complémentaires seraient nécessaires pour confirmer leur niveau de réactivité et leur contribution exacte au développement des propriétés mécaniques du matériau.

- Quel que soit le type de granulat ou de pâte étudié dans ce projet, l'augmentation du temps et de la température de cure a eu un effet positif sur l'augmentation de la résistance à la compression. Ainsi, le choix des conditions de cure devient un élément important afin d'atteindre la résistance à la compression souhaitée.
- L'optimisation des formulations a démontré qu'il est possible d'atteindre une résistance à la compression supérieure à 90 MPa lorsque 40 % du précurseur solide de cendre volante est remplacé par du résidu de bauxite. Les mélanges de béton atteignant cette résistance mécanique se classifient comme un béton à très haute performance, ce qui représente un fort potentiel pour des applications structurales.
- Un surdosage du précurseur solide en résidu de bauxite peut nuire à la résistance à la compression à long terme des géopolymères, tel qu'observé pour les formulations A2(T18), A3(T18) et A4(T18) qui sont préparées avec un précurseur solide constitué de 60 % de résidu de bauxite.
- Le résidu de bauxite a un effet positif sur la conductivité électrique des géopolymères, mais son ajout seul ne suffit pas à atteindre des conductivités électriques suffisantes pour développer des revêtements chauffants performants. L'incorporation d'autres additifs électriquement conducteurs devient donc nécessaire pour accroître la conductivité électrique des géopolymères et ainsi pouvoir atteindre des performances thermiques adéquates.
- L'ajout de LCLL graphite et de granulats de magnétite augmente de manière significative la conductivité électrique initiale et finale des géopolymères. Cependant, la substitution de la pâte par du LCLL graphite est limitée à 20 % en raison d'une perte notable de maniabilité. En revanche, parmi les formulations testées dans ce projet, le volume de granulats de magnétite incorporé dans les mélanges atteignait jusqu'à 65 % du volume total du béton géopolymère. Cette forte teneur en magnétite augmente le nombre de particules conductrices en contact au sein de la matrice géopolymère, favorisant ainsi la conductivité électronique par effet tunnel. La magnétite contribue

donc efficacement à la conductivité électrique, et une plus grande quantité de ce granulat dans le mélange accroit donc la conductivité électrique du béton.

- Les essais avec des prototypes de dalles ont démontré qu'un chauffage à plus haute puissance chauffe plus rapidement, mais consomme davantage d'énergie pour atteindre la même température. Le gain en termes de vitesse de fonte de neige n'est toutefois pas proportionnel à l'augmentation de la consommation d'énergie.

Les plans d'expérience utilisés ont permis d'évaluer l'influence de chaque composant du mélange sur les propriétés des géopolymères, facilitant ainsi le développement de formulations optimisées en fonction des applications souhaitées. Les résultats obtenus démontrent que les résidus de l'industrie de l'aluminium peuvent être efficacement intégrés dans la production de géopolymères. En optimisant adéquatement la formulation, il est possible d'atteindre des niveaux élevés de résistance à la compression, de maniabilité et de conductivité électrique. Le mélange optimal développé a permis de fabriquer des prototypes de dalles conductrices d'électricité, capables d'être utilisés comme méthode de dégivrage. Cela représente une voie prometteuse pour la valorisation de ces sous-produits dans le domaine des matériaux de construction et pour la fabrication de revêtements chauffants.

7.2 Recommandations et travaux futurs

Bien que cette thèse doctorale ait permis de répondre à l'objectif fixé, les limitations de la présente recherche et les hypothèses soulevées permette de proposer différentes recommandations et de nouvelles perspectives de travaux pouvant permettre d'approfondir le sujet. Les principales recommandations sont listées ci-dessous :

- Dans ce projet, le résidu de bauxite a été utilisé après un séchage afin de faciliter le dosage de l'eau dans le mélange. Cependant, pour des applications réelles, il serait intéressant d'examiner l'utilisation du résidu de bauxite dans son état brut, tel que récupéré du procédé de fabrication de l'aluminium (environ 72% de fraction solide). Cette approche faciliterait la valorisation du résidu de bauxite et réduirait le coût et les GES pouvant être associés à ce procédé de transformation.

- La nécessité d'effectuer une cure à une température de 60°C ou 80°C entraîne une consommation d'énergie supplémentaire et limite l'application des géopolymères aux conditions usuelles de chantier, puisqu'une cure thermique y est plus difficilement réalisable. Afin de réduire les coûts, minimiser les impacts environnementaux et élargir le champ d'application des géopolymères, il est recommandé d'investiguer la possibilité de réaliser une cure à température ambiante. Selon Davidovits (2020), l'utilisation de certains précurseurs aluminosilicatés, tel que le laitier de haut fourneau, pourrait permettre la réalisation de cette cure à température ambiante. Il est donc conseillé, pour des travaux futurs, d'étudier l'inclusion de ce matériau dans le plan factoriel complet ou le plan de Taguchi développé dans ce projet.
- La composition du résidu de bauxite peut varier en fonction du type de bauxite utilisé dans le processus de production de l'aluminium. Il est donc recommandé de réaliser une étude en utilisant du résidu de bauxite présentant différentes propriétés chimiques et granulométriques afin d'évaluer leur impact sur les propriétés du géopolymère.
- La disponibilité de la cendre volante provenant des centrales au charbon se heurte à d'importantes contraintes environnementales et structurelles ainsi qu'à des limitations de la disponibilité, remettant en question la pérennité de ce précurseur solide. Il est donc recommandé d'examiner d'autres sources d'aluminosilicate potentielles pouvant s'adjoindre au résidu de bauxite comme précurseur solide.
- En raison d'un problème d'approvisionnement de l'usine, il n'a pas été possible de tester le comportement rhéologique des pâtes avec du LCLL graphite, ni de réaliser les prototypes de dalles avec ce matériau. Pour des travaux futurs, il serait intéressant de mesurer la contrainte de seuil de cisaillement des pâtes T19 avec l'ajout du LCLL graphite et d'évaluer la performance des prototypes de dalles en tant que méthode de dégivrage et cela, en utilisant le mélange optimal pour les applications de fabrication de revêtements chauffants (mélange A3(T19L75)MG).
- À l'état brut, le résidu de bauxite peut présenter des métaux lourds et un pH entre 12 et 12,5 (Rio Tinto, 2024). Dans une perspective de valorisation, il est nécessaire de démontrer que, à l'état durci, les mortiers et les bétons géopolymères fabriqués à partir de résidus de bauxite sont capables d'immobiliser les contaminants sans présenter de risque pour l'environnement ni pour les utilisateurs. À cette fin, des essais de lixiviation

doivent être réalisés. Cette investigation peut s'appuyer sur des essais effectués sur des matrices broyées, tels que les essais TCLP, SPLP et CTEU-9, ou sur des essais menés sur des monolithes, comme la méthode EPA 1315.

- Les électrodes en acier sont très sensibles à la corrosion lorsqu'elles sont exposées à l'air, ce qui peut nuire au contact électrique et ainsi réduire les performances électriques du géopolymère conducteur. Dans une application réelle, il est donc essentiel d'assurer l'enrobage recommandé conforme aux exigences des classes d'exposition ou, à défaut, d'utiliser des électrodes en acier inoxydable pour garantir une meilleure durabilité.
- Dans le cadre de ce projet, les essais d'écaillage ont été réalisés sur une formulation de béton géopolymère présentant une teneur en air de 2,2 %. Malgré les résultats prometteurs obtenus, la norme CSA A23.1-24 exige qu'un béton exposé au gel-dégel et aux chlorures (classes d'exposition C-1 et C-2) contienne entre 5 % et 8 % d'air entraîné. Il sera donc nécessaire d'identifier des entraîneurs d'air adaptés aux géopolymères et d'évaluer leur influence sur la résistance à l'écaillage.
- Ce projet a permis de réaliser des essais de dégivrage afin de faire fondre une couche de neige ou de glace accumulée à la surface de prototypes de dalle. Pour un travail futur, il serait intéressant de mener des essais d'antigivrage (lorsque la dalle est chauffée jusqu'à une température cible et qu'une tempête de neige artificielle est générée dans une chambre climatique). L'objectif de ce test est d'empêcher l'accumulation de neige sur la surface de la dalle. Ce type d'essai permet de simuler une tempête avec vent, neige et glace en chambre climatique. Étant donné que le géopolymère conducteur a présenté une forte inertie thermique, un système de contrôle automatique de la température de la surface pourrait être développé en parallèle. L'inertie thermique du géopolymère pourrait avoir un impact positif sur l'efficacité énergétique de la dalle conductrice puisque les temps de refroidissement observés dans ce projet ont été élevés. Ce système présente donc un fort potentiel de faible consommation d'énergie pour maintenir la dalle à une température constante lors d'une tempête.
- Également, ce projet a permis d'étudier le comportement des phases cristallines dans les matières premières et les pâtes géopolymères à l'aide de la diffraction des rayons X. Cependant, des analyses complémentaires, telles que la fluorescence des rayons X (FRX), la spectroscopie de Mössbauer ou la spectroscopie infrarouge à transformée de

Fourier (FTIR), permettraient d'apporter des informations chimiques et structurales complémentaires aux résultats obtenus par DRX et ainsi de mieux valider les hypothèses formulées à la section 4.4.2. Ces techniques permettraient également de mieux caractériser les transformations chimiques et structurales des différentes phases, notamment celles associées à la fraction amorphe des matières premières et des pâtes géopolymères. En outre, la méthode du standard interne, suivie d'un affinage de Rietveld, peut être utilisée pour quantifier la fraction amorphe présente dans les pâtes géopolymères. De plus, l'étude approfondie des mécanismes de la réaction de géopolymérisation ainsi que des réactions secondaires pourrait favoriser l'extension du modèle développé dans ce projet afin d'inclure d'autres précurseurs aluminosilicatés.

RÉFÉRENCES

1. Blankendaal, T., P. Schuur, and H. Voordijk, Reducing the environmental impact of concrete and asphalt: a scenario approach. Journal of Cleaner Production, 2014. 66: p. 27-36.
2. Mehta, P.K. and P.J.M. Monteiro, Concrete: Microstructure, Properties, and Materials. 4th Edition, 2014, New York: McGraw-Hill Education.
3. Nath, H., P. Sahoo, and A. Sahoo, Characterization of Red Mud treated under high temperature fluidization. Powder Technology, 2015. 269: p. 233-239.
4. Norrman, J., M. Eriksson, and S. Lindqvist, Relationships between road slipperiness, traffic accident risk and winter road maintenance activity. Climate Research, 2000. 15(3): p. 185-193.
5. Barnard, E.H., Electrically conductive concrete, in United States Patent Office, W.S. Corporation, Editor. 1965.
6. Sassani, A., et al., Development of Carbon Fiber-modified Electrically Conductive Concrete for Implementation in Des Moines International Airport. Case Studies in Construction Materials, 2018. 8: p. 277-291.
7. Tuan, C.Y., Implementation of conductive concrete for deicing (Roca Bridge). 2008.
8. Ouellet-Plamondon, C. and G. Habert, Life cycle assessment (LCA) of alkali-activated cements and concretes, in Handbook of Alkali-Activated Cements, Mortars and Concretes, F. Pacheco-Torgal, et al., Editors. 2015, Woodhead Publishing: Oxford. p. 663-686.
9. Canada, E.e.c.c. Progrès vers la cible de réduction des émissions de gaz à effet de serre du Canada. 2021 2021-03-03; Available from: https://www.canada.ca/fr/environnement-changement-climatique/services/indicateurs-environnementaux/progres-cible-reduction-emissions-gaz-effet-serre-Canada.html.
10. Li, N., et al., A review on mixture design methods for geopolymer concrete. Composites Part B: Engineering, 2019. 178: p. 107490.
11. Davidovits, J., Geopolymer : Chemistry & Applications. 5 ed. 2020: Institut Géopolymère.
12. Zhang, Z., et al., Efflorescence and subflorescence induced microstructural and mechanical evolution in fly ash-based geopolymers. Cement and Concrete Composites, 2018. 92: p. 165-177.
13. Li, N., N. Farzadnia, and C. Shi, Microstructural changes in alkali-activated slag mortars induced by accelerated carbonation. Cement and Concrete Research, 2017. 100: p. 214-226.
14. Zhang, J., et al., Durability of alkali-activated materials in aggressive environments: A review on recent studies. Construction and Building Materials, 2017. 152: p. 598-613.
15. Abed. Turkey, F., et al., A review – Behaviour of geopolymer concrete to high temperature. Materials Today: Proceedings, 2021.
16. Barbosa, V.F.F. and K.J.D. MacKenzie, Thermal behaviour of inorganic geopolymers and composites derived from sodium polysialate. Materials Research Bulletin, 2003. 38(2): p. 319-331.

17. Luhar, S., D. Nicolaides, and I. Luhar Fire Resistance Behaviour of Geopolymer Concrete: An Overview. Buildings, 2021. 11, DOI: 10.3390/buildings11030082.
18. Shi, C., Corrosion resistance of alkali-activated slag cement. Advances in Cement Research, 2003. 15(2): p. 77-81.
19. Fu, Y., L. Cai, and W. Yonggen, Freeze–thaw cycle test and damage mechanics models of alkali-activated slag concrete. Construction and Building Materials, 2011. 25(7): p. 3144-3148.
20. Geopolymer Institute. Chemical Structure and Applications. 2006 [cited 2022 26/10/2022]; Available from: https://www.geopolymer.org/science/chemical-structure-and-applications/.
21. Davidovits, J., Geopolymers: inorganic polymeric new materials. Journal of Thermal Analysis and calorimetry, 1991. 37(8): p. 1633-1656.
22. Xiao, Y. and A.C. Lasaga, Ab initio quantum mechanical studies of the kinetics and mechanisms of silicate dissolution: H+ (H3O+) catalysis. Geochimica et Cosmochimica Acta, 1994. 58(24): p. 5379-5400.
23. Duxson, P., et al., Understanding the relationship between geopolymer composition, microstructure and mechanical properties. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 2005. 269(1-3): p. 47-58.
24. Qaidi, S.M., et al., Sustainable utilization of red mud waste (bauxite residue) and slag for the production of geopolymer composites: A review. Case Studies in Construction Materials, 2022: p. e00994.
25. Zheng, L., W. Wang, and Y. Shi, The effects of alkaline dosage and Si/Al ratio on the immobilization of heavy metals in municipal solid waste incineration fly ash-based geopolymer. Chemosphere, 2010. 79(6): p. 665-671.
26. Ye, N., et al., Synthesis and Characterization of Geopolymer from Bayer Red Mud with Thermal Pretreatment. Journal of the American Ceramic Society, 2014. 97(5): p. 1652-1660.
27. Khale, D. and R. Chaudhary, Mechanism of geopolymerization and factors influencing its development: a review. Journal of materials science, 2007. 42(3): p. 729-746.
28. Ahmed, H.U., et al., Compressive strength of sustainable geopolymer concrete composites: a state-of-the-art review. Sustainability, 2021. 13(24): p. 13502.
29. Zhang, M., et al., Synthesis factors affecting mechanical properties, microstructure, and chemical composition of red mud–fly ash based geopolymers. Fuel, 2014. 134: p. 315-325.
30. Geopolymer Institute. Why Alkali-Activated Materials are NOT Geopolymers ? 2024 2024-07-10 [cited 2025 2025-09-06]; Available from: https://www.geopolymer.org/faq/alkali-activated-materials-geopolymers/.
31. Davidovits, J., Chemistry of geopolymeric systems, terminology. 99 Geopolymer international conference proceeding, Saint-Quentin, France. June 30–July, 1999. 2: p. 9-40.
32. Hardjito, D. and B.V. Rangan, Development and properties of low-calcium fly ash-based geopolymer concrete. 2005.
33. Komnitsas, K. and D. Zaharaki, Geopolymerisation: A review and prospects for the minerals industry. Minerals Engineering, 2007. 20(14): p. 1261-1277.
34. Xu, H. and J. Van Deventer, The geopolymerisation of alumino-silicate minerals. International journal of mineral processing, 2000. 59(3): p. 247-266.

35. Ivanova, I., et al., Influence of cations on the physicochemical and structural properties of aluminosilicate gel precursors: II. Multinuclear magnetic resonance characterization. Microporous Materials, 1994. 3(3): p. 245-257.
36. Palomo, A., et al. Physical, chemical and mechanical characterization of geopolymers. in Proceedings of the 9th International Congress on the Chemistry of Cement, New Delhi, India. 1992.
37. Hu, W., et al., Mechanical and microstructural characterization of geopolymers derived from red mud and fly ashes. Journal of Cleaner Production, 2018. 186: p. 799-806.
38. Imtiaz, L., et al., A Review of Recent Developments and Advances in Eco-Friendly Geopolymer Concrete. Applied Sciences, 2020. 10(21): p. 7838.
39. Ravikumar, D. and N. Neithalath, Effects of activator characteristics on the reaction product formation in slag binders activated using alkali silicate powder and NaOH. Cement and Concrete Composites, 2012. 34(7): p. 809-818.
40. Panias, D., I.P. Giannopoulou, and T. Perraki, Effect of synthesis parameters on the mechanical properties of fly ash-based geopolymers. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 2007. 301(1-3): p. 246-254.
41. Kumar, S., R. Kumar, and S. Mehrotra, Influence of granulated blast furnace slag on the reaction, structure and properties of fly ash based geopolymer. Journal of materials science, 2010. 45(3): p. 607-615.
42. Palomo, A., M. Grutzeck, and M. Blanco, Alkali-activated fly ashes: A cement for the future. Cement and concrete research, 1999. 29(8): p. 1323-1329.
43. Panagiotopoulou, C., et al., Dissolution of aluminosilicate minerals and by-products in alkaline media. Journal of Materials Science, 2007. 42(9): p. 2967-2973.
44. Phair, J.W., J. Van Deventer, and J. Smith, Mechanism of polysialation in the incorporation of zirconia into fly ash-based geopolymers. Industrial & engineering chemistry research, 2000. 39(8): p. 2925-2934.
45. Davidovits, J. and D. Comrie. Long term durability of hazardous toxic and nuclear waste disposals. in Proceedings of Geopolymer. 1988.
46. Yip, C.K., G. Lukey, and J.S. Van Deventer, The coexistence of geopolymeric gel and calcium silicate hydrate at the early stage of alkaline activation. Cement and concrete research, 2005. 35(9): p. 1688-1697.
47. Sagoe-Crentsil, K. and L. Weng, Dissolution processes, hydrolysis and condensation reactions during geopolymer synthesis: Part II. High Si/Al ratio systems. Journal of Materials Science, 2007. 42(9): p. 3007-3014.
48. Lin, C., et al., Performance and microstructure of alkali-activated red mud-based grouting materials under class F fly ash amendment. Indian Geotechnical Journal, 2020. 50(6): p. 1048-1056.
49. Singh, P.S., T. Bastow, and M. Trigg, Structural studies of geopolymers by 29Si and 27Al MAS-NMR. Journal of materials science, 2005. 40(15): p. 3951-3961.
50. Mpofu, P., J. Addai-Mensah, and J. Ralston, Investigation of the effect of polymer structure type on flocculation, rheology and dewatering behaviour of kaolinite dispersions. International Journal of Mineral Processing, 2003. 71(1-4): p. 247-268.
51. Reddy, M.S., P. Dinakar, and B.H. Rao, Mix design development of fly ash and ground granulated blast furnace slag based geopolymer concrete. Journal of Building Engineering, 2018. 20: p. 712-722.

52. Bajpai, R., A. Shrivastava, and M. Singh, Properties of fly ash geopolymer modified with red mud and silica fume: a comparative study. SN Applied Sciences, 2020. 2(11): p. 1-16.
53. Toufigh, V. and A. Jafari, Developing a comprehensive prediction model for compressive strength of fly ash-based geopolymer concrete (FAGC). Construction and Building Materials, 2021. 277: p. 122241.
54. Hassan, A., M. Arif, and M. Shariq, Use of geopolymer concrete for a cleaner and sustainable environment–A review of mechanical properties and microstructure. Journal of cleaner production, 2019. 223: p. 704-728.
55. Hardjito, D., et al. Geopolymer concrete: turn waste into environmentally friendly concrete. in International Conference on Recent Trends in Concrete Technology and Structures (INCONTEST). 2003.
56. Hanjitsuwan, S., P. Chindaprasirt, and K. Pimraksa, Electrical conductivity and dielectric property of fly ash geopolymer pastes. International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials, 2011. 18(1): p. 94-99.
57. Singh, N. and B. Middendorf, Geopolymers as an alternative to Portland cement: An overview. Construction and Building Materials, 2020. 237: p. 117455.
58. Dong, M., et al., Development of a High Strength Geopolymer by Novel Solar Curing. Ceramics International, 2017. 43(14): p. 11233-11243.
59. Rovnaník, P., Effect of curing temperature on the development of hard structure of metakaolin-based geopolymer. Construction and Building Materials, 2010. 24(7): p. 1176-1183.
60. Zhang, Z., et al., Geopolymer foam concrete: An emerging material for sustainable construction. Construction and Building Materials, 2014. 56: p. 113-127.
61. Palomo, A. and A. Fernández-Jiménez. Alkaline activation, procedure for transforming fly ash into new materials. Part I: Applications. in World of Coal Ash (WOCA) Conference. 2011.
62. Dena Shalaby et al., Development of Bauxite Residue and Class F Fly Ash Based Geopolymer Concrete. ACI Symposium Publication, 2024. 362.
63. Shalaby, D., Développement d'un béton géopolymère à base de résidu de bauxite et de cendre volante pour des éléments architecturaux, in Aplied Sciences Departement. 2023, Université du Québec à Chicoutimi: Québec, Canada.
64. Ryu, G.S., et al., The mechanical properties of fly ash-based geopolymer concrete with alkaline activators. Construction and building materials, 2013. 47: p. 409-418.
65. Nematollahi, B. and J. Sanjayan, Effect of different superplasticizers and activator combinations on workability and strength of fly ash based geopolymer. Materials & Design, 2014. 57: p. 667-672.
66. Leong, H.Y., et al., The effect of different Na2O and K2O ratios of alkali activator on compressive strength of fly ash based-geopolymer. Construction and Building Materials, 2016. 106: p. 500-511.
67. Kriven, W.M., et al., Why geopolymers and alkali-activated materials are key components of a sustainable world: A perspective contribution. Journal of the American Ceramic Society, 2024. 107(8): p. 5159-5177.
68. Provis, J.L., Alkali-activated materials. Cement and concrete research, 2018. 114: p. 40-48.
69. Marvila, M.T., A.R.G.d. Azevedo, and C.M.F. Vieira, Reaction mechanisms of alkali-activated materials. Revista IBRACON de Estruturas e Materiais, 2021. 14(3).

70. Torres-Carrasco, M. and F. Puertas, Alkaline activation of different aluminosilicates as an alternative to Portland cement: alkali activated cements or geopolymers La activación. Revista ingenieria de construccion, 2017. 32(2): p. 05-12.
71. Provis, J.L. and S.A. Bernal, Binder chemistry–blended systems and intermediate Ca content, in Alkali activated materials: State-of-the-art report, RILEM TC 224-AAM. 2013, Springer. p. 125-144.
72. Hardjito, D., et al., On the development of fly ash-based geopolymer concrete. Materials Journal, 2004. 101(6): p. 467-472.
73. Kong, D.L. and J.G. Sanjayan, Effect of elevated temperatures on geopolymer paste, mortar and concrete. Cement and concrete research, 2010. 40(2): p. 334-339.
74. Raijiwala, D. and H. Patil, Geopolymer concrete: A concrete of the next decade. Concrete Solutions 2011, 2011. 287.
75. Wongpa, J., et al., Compressive strength, modulus of elasticity, and water permeability of inorganic polymer concrete. Materials & Design, 2010. 31(10): p. 4748-4754.
76. Pascual, A.B., A. Yahia, and P.-C. Nkinamubanzi, Élaboration de nouveaux liants minéraux pour la formulation de bétons écologiques et durables. 2014, Université de Sherbrooke.
77. van Jaarsveld, J.G.S., J.S.J. van Deventer, and G.C. Lukey, The characterisation of source materials in fly ash-based geopolymers. Materials Letters, 2003. 57(7): p. 1272-1280.
78. Fernández-Jiménez, A. and A. Palomo, Characterisation of fly ashes. Potential reactivity as alkaline cements. Fuel, 2003. 82(18): p. 2259-2265.
79. Gourley, J. Geopolymers; opportunities for environmentally friendly construction materials. in Materials 2003 Conference: Adaptive Materials for a Modern Society, Sydney, Institute of Materials Engineering Australia. 2003.
80. Wijaya, S.W. and D. Hardjito. Factors affecting the setting time of fly ash-based geopolymer. in Materials Science Forum. 2016. Trans Tech Publ.
81. Antoni, A., et al., Fresh and Hardened Properties of High Calcium Fly Ash-Based Geopolymer Matrix with High Dosage of Borax. Iranian Journal of Science and Technology, Transactions of Civil Engineering, 2020. 44(1): p. 535-543.
82. Izquierdo, M. and X. Querol, Leaching behaviour of elements from coal combustion fly ash: An overview. International Journal of Coal Geology, 2012. 94: p. 54-66.
83. Antoni, R. Gunawan, and D. Hardjito, Rapid Indicators in Detecting Variation of Fly Ash for Making HVFA Concrete. Applied Mechanics and Materials, 2015. 815: p. 153-157.
84. Wang, L., et al., A review on comprehensive utilization of red mud and prospect analysis. Minerals, 2019. 9(6): p. 362.
85. Wang, S., et al., Comprehensive utilization status of red mud in China: A critical review. Journal of Cleaner Production, 2021. 289: p. 125136.
86. Lima, M., et al. Red mud application in construction industry: Review of benefits and possibilities. in IOP conference series: materials science and engineering. 2017. IOP Publishing.
87. Chen, X., et al., Utilization of red mud in geopolymer-based pervious concrete with function of adsorption of heavy metal ions. Journal of cleaner production, 2019. 207: p. 789-800.

88. Choo, H., et al., Compressive strength of one-part alkali activated fly ash using red mud as alkali supplier. Construction and Building Materials, 2016. 125: p. 21-28.
89. Gass, H.E., Formulation d'un mortier géopolymère conducteur à base de résidus de bauxite. 2020, Rio Tinto Alcan.
90. He, J., et al., Synthesis and characterization of red mud and rice husk ash-based geopolymer composites. Cement and Concrete Composites, 2013. 37: p. 108-118.
91. He, J., et al., The strength and microstructure of two geopolymers derived from metakaolin and red mud-fly ash admixture: a comparative study. Construction and building materials, 2012. 30: p. 80-91.
92. Hoang, M.D. and Q.M. Do, Effect of curing regime on properties of red mud based alkali activated materials. Construction and Building Materials, 2020. 259: p. 119779.
93. Hu, Y., et al., Role of Fe species in geopolymer synthesized from alkali-thermal pretreated Fe-rich Bayer red mud. Construction and Building Materials, 2019. 200: p. 398-407.
94. Kim, S.Y., et al., Synthesis of structural binder for red brick production based on red mud and fly ash activated using Ca (OH) 2 and Na2CO3. Construction and Building Materials, 2017. 147: p. 101-116.
95. Koshy, N., et al., Synthesis and characterization of geopolymers derived from coal gangue, fly ash and red mud. Construction and Building Materials, 2019. 206: p. 287-296.
96. Kumar, A. and S. Kumar, Development of paving blocks from synergistic use of red mud and fly ash using geopolymerization. Construction and building Materials, 2013. 38: p. 865-871.
97. Kumar, A., et al., A review on the utilization of red mud for the production of geopolymer and alkali activated concrete. Construction and Building Materials, 2021. 302: p. 124170.
98. Li, S., et al., Feasibility study of red mud-blast furnace slag based geopolymeric grouting material: Effect of superplasticizers. Construction and Building Materials, 2021. 267: p. 120910.
99. Li, Y., et al., Preparation of red mud-based geopolymer materials from MSWI fly ash and red mud by mechanical activation. Waste Management, 2019. 83: p. 202-208.
100. Li, Z., et al., Effect of ultrafine red mud on the workability and microstructure of blast furnace slag-red mud based geopolymeric grouts. Powder Technology, 2021. 392: p. 610-618.
101. Muraleedharan, M. and Y. Nadir, Factors affecting the mechanical properties and microstructure of geopolymers from red mud and granite waste powder: A review. Ceramics International, 2021. 47(10, Part A): p. 13257-13279.
102. Nie, Q., et al., Strength properties of geopolymers derived from original and desulfurized red mud cured at ambient temperature. Construction and Building Materials, 2016. 125: p. 905-911.
103. Singh, S., M.U. Aswath, and R.V. Ranganath, Effect of mechanical activation of red mud on the strength of geopolymer binder. Construction and Building Materials, 2018. 177: p. 91-101.
104. Tang, W., et al., Influence of red mud on fresh and hardened properties of self-compacting concrete. Construction and Building Materials, 2018. 178: p. 288-300.

105. van Riessen, A., et al., Bayer-geopolymers: An exploration of synergy between the alumina and geopolymer industries. Cement and Concrete Composites, 2013. 41: p. 29-33.
106. Zhang, M., et al., Durability of red mud-fly ash based geopolymer and leaching behavior of heavy metals in sulfuric acid solutions and deionized water. Construction and Building Materials, 2016. 124: p. 373-382.
107. Kim, Y., et al., Applicability of gold tailings, waste limestone, red mud, and ferronickel slag for producing glass fibers. Journal of Cleaner Production, 2018. 203: p. 957-965.
108. Zhao, J., et al., Effect of SnO 2 on the structure and chemical durability of the glass prepared by red mud. Journal of Non-Crystalline Solids, 2019. 509: p. 54-59.
109. Wang, L., et al., Mechanistic insights into red mud, blast furnace slag, or metakaolin-assisted stabilization/solidification of arsenic-contaminated sediment. Environment International, 2019. 133.
110. Krivenko, P., et al., Development of alkali activated cements and concrete mixture design with high volumes of red mud. Construction and Building Materials, 2017. 151: p. 819-826.
111. Wang, L., et al., Transforming wood waste into water-resistant magnesia-phosphate cement particleboard modified by alumina and red mud. Journal of Cleaner Production, 2017. 168: p. 452-462.
112. Tang, W.C., et al., Influence of red mud on mechanical and durability performance of self-compacting concrete. Journal of Hazardous Materials, 2019. 379.
113. Liu, R.X. and C.S. Poon, Utilization of red mud derived from bauxite in self-compacting concrete. Journal of Cleaner Production, 2016. 112: p. 384-391.
114. Kanyal, K.S., Agrawal, Y., & Gupta, T., Properties of Sustainable Concrete Containing Red Mud: A Review. Journal of Scientific Research and Reports, 2021. 27(3): p. 15-26.
115. Seixas, J., Développement d'un béton électriquement conducteur par utilisation des résidus de bauxite bruts ou transformés, in Département des sciences appliquées. 2021, Université du Québec à Chicoutimi: Québec.
116. Lemougna, P.N., et al., The role of iron in the formation of inorganic polymers (geopolymers) from volcanic ash: a 57Fe Mössbauer spectroscopy study. Journal of Materials Science, 2013. 48(15): p. 5280-5286.
117. Malden, P. and R. Meads, Substitution by iron in kaolinite. Nature, 1967. 215(5103): p. 844-846.
118. Kaze, R.C., et al., The corrosion of kaolinite by iron minerals and the effects on geopolymerization. Applied Clay Science, 2017. 138: p. 48-62.
119. Raja, R.R., E. Pillaib, and A. Santhakumarc, Effective utilization of redmud bauxite waste as a re-placement of cement in concrete for environmental conservation. Ecol Environ Conserv, 2013. 19(1): p. 247-255.
120. Yoon, K., et al., Synthesis of functionalised biochar using red mud, lignin, and carbon dioxide as raw materials. Chemical Engineering Journal, 2019. 361: p. 1597-1604.
121. Standard, B., PAS 8820. Construction materials - Alkali-activated cementitious material and concrete - Specification. 2016, British Standard. p. 58.
122. standard, C., GB/T 29423 - Alkali-activated slag-fly ash concrete for anticorrosive cement products. 2012.

123. Standard, U., RSN 336-84. Republican building norms for production and use of slag alkaline binders, concretes and structures. 1984, Ukrainian Standard.
124. Palomo, A., et al., Railway sleepers made of alkali activated fly ash concrete. Revista Ingenieria de Construccion, 2007. 22(2): p. 75-80.
125. Provis, J.L. and J.S. Van Deventer, Alkali activated materials: state-of-the-art report, RILEM TC 224-AAM. Vol. 13. 2013: Springer Science & Business Media.
126. Davidovits, J., State of the Geopolymer R&D in Geopolymer camp 2022. 2022, Geopolymer Institut: France.
127. Marina Dudnikova, A.D.A.R., Renca 3D Printing Factory – The World's First Industrial 3D Printing With Geopolymer Concrete, in Geopolymercamp 2022. 2022, Geopolymer Institut: France.
128. Reggiani, A., Conductive & Thermal Geopolymer Coating, in Geopolymercam 2022. 2022, Geopolymer Institut: France.
129. Junaid, M.T., et al., A mix design procedure for low calcium alkali activated fly ash-based concretes. Construction and Building Materials, 2015. 79: p. 301-310.
130. Patankar, S.V., Y.M. Ghugal, and S.S. Jamkar. Mix Design of Fly Ash Based Geopolymer Concrete. in Advances in Structural Engineering. 2015. New Delhi: Springer India.
131. Pavithra, P., et al., A mix design procedure for geopolymer concrete with fly ash. Journal of Cleaner Production, 2016. 133: p. 117-125.
132. Phoo-ngernkham, T., et al., A Mix Design Procedure for Alkali-Activated High-Calcium Fly Ash Concrete Cured at Ambient Temperature. Advances in Materials Science and Engineering, 2018. 2018: p. 2460403.
133. Shi, C., A mixture proportioning method for alkali-activated slag concrete. Build Energy Effic, 1989. 2: p. 38-40.
134. Rafeet, A., et al., Guidelines for mix proportioning of fly ash/GGBS based alkali activated concretes. Construction and Building Materials, 2017. 147: p. 130-142.
135. Bondar, D., et al., Alkali activated slag concretes designed for a desired slump, strength and chloride diffusivity. Construction and Building Materials, 2018. 190: p. 191-199.
136. Pillet, M., Les plans d'expériences par la méthode Taguchi. 2001: Maurice Pillet.
137. Sabre, R., Plans d'expériences-Méthode de Taguchi. 2007.
138. Türkmen, İ., R. Gül, and C. Çelik, A Taguchi approach for investigation of some physical properties of concrete produced from mineral admixtures. Building and Environment, 2008. 43(6): p. 1127-1137.
139. Hadi, M.N.S., N.A. Farhan, and M.N. Sheikh, Design of geopolymer concrete with GGBFS at ambient curing condition using Taguchi method. Construction and Building Materials, 2017. 140: p. 424-431.
140. Khalaj, G., et al., Split tensile strength of OPC-based geopolymers: Application of DOE method in evaluating the effect of production parameters and their optimum condition. Ceramics International, 2014. 40(7, Part B): p. 10945-10952.
141. Li, N., et al., A mixture proportioning method for the development of performance-based alkali-activated slag-based concrete. Cement and Concrete Composites, 2018. 93: p. 163-174.
142. Mehta, A., et al., Influence of various parameters on strength and absorption properties of fly ash based geopolymer concrete designed by Taguchi method. Construction and Building Materials, 2017. 150: p. 817-824.

143. Olivia, M. and H. Nikraz, Properties of fly ash geopolymer concrete designed by Taguchi method. Materials & Design (1980-2015), 2012. 36: p. 191-198.
144. Riahi, S., et al., Compressive strength of ash-based geopolymers at early ages designed by Taguchi method. Materials & Design, 2012. 37: p. 443-449.
145. Romagnoli, M., et al., Rheology of geopolymer by DOE approach. Construction and Building Materials, 2012. 36: p. 251-258.
146. Yang, Y., et al., Mixture proportioning of inorganic polymer concrete. Guangdong Water Resour Hydr, 2017(3): p. 27-34.
147. Box, G.E., W.G. Hunter, and J.S. Hunter, Statistics for experimenters. An introduction to design, data analysis, and model building. Wiley Series in Probability and Mathematical Statistics (USA). 1978.
148. Goupy, J. and L. Creighton, Introduction aux plans d'expériences. 3 ed. 2006, Paris: Dunod. 336.
149. Romagnoli, M. and F. Andreola, Mixture of deflocculants: A systematic approach. Journal of the European Ceramic Society, 2007. 27(2-3): p. 1871-1874.
150. Douglas, C.M., Design and analysis of experiments. 2001.
151. Yates, F., The design and analysis of factorial experiments. 1937.
152. Whittington, H.W., J. McCarter, and M.C. Forde, The conduction of electricity through concrete. Magazine of Concrete Research, 1981. 33(114): p. 48-60.
153. Archie, G.E., The Electrical Resistivity Log as an Aid in Determining Some Reservoir Characteristics. Transactions of the AIME, 1942. 146(01): p. 54-62.
154. Telford, W.M., L.P. Geldart, and R.E. Sheriff, Applied geophysics. 2nd ed. ed. 1990, Cambridge [England] ;: Cambridge University Press.
155. Lataste, J.-F., Évaluation non destructive de l'état d'endommagement des ouvrages en béton armé par mesures de résistivité électrique. 2002. p. 294-A.43 p.
156. Andrade, C. and C. Alonso, Corrosion rate monitoring in the laboratory and on-site. Construction and Building Materials, 1996. 10(5): p. 315-328.
157. Park, Y.I., et al., Inorganic proton-conducting gel glass/porous alumina nanocomposite. Journal of Power Sources, 2004. 137(2): p. 175-182.
158. Duxson, P., et al., Effect of alkali cations on aluminum incorporation in geopolymeric gels. Industrial and Engineering Chemistry Research, 2005. 44(4): p. 832-839.
159. Duxson, P., et al., 29Si NMR study of structural ordering in aluminosilicate geopolymer gels. Langmuir, 2005. 21(7): p. 3028-3036.
160. Cui, X.-M., et al., A study on electrical conductivity of chemosynthetic Al2O3–2SiO2 geoploymer materials. Journal of Power Sources, 2008. 184(2): p. 652-656.
161. Kittel, C. and P. McEuen, Introduction to solid state physics. 2018: John Wiley & Sons.
162. Freedman, H.D.Y.R.A., Física III : Eletromagnetismo. 12 ed. Vol. 3. 2009, Brasil: Pearson education do Brasil.
163. Chiu, F.-C., A review on conduction mechanisms in dielectric films. Advances in Materials Science and Engineering, 2014. 2014(1): p. 578168.
164. Jacoboni, C., et al., A review of some charge transport properties of silicon. Solid-State Electronics, 1977. 20(2): p. 77-89.
165. Woo, Y. and A. Heeger, Conducting polymers for carbon electronics themed issue Semiconducting polymers: the Third Generation w. Chem. Soc. Rev, 2010. 39(7): p. 2354-2371.

166. Selberherr, S., Analysis and simulation of semiconductor devices. 2012: Springer Science & Business Media.
167. Chiang, T.-H. and J.F. Wager, Electronic conduction mechanisms in insulators. IEEE Transactions on Electron Devices, 2017. 65(1): p. 223-230.
168. Quan Nguyen, A., Evaluation non destructive du gradient de teneur en eau dans les structures en béton armé par résistivité électrique. 2016.
169. Halliday, D., R. Resnick, and J. Walker, Fundamentos de Física: Eletromagnetismo. Vol. 3. 9 ed. 2000: Grupo Gen-LTC.
170. Whittington, H., J. McCarter, and M. Forde, The conduction of electricity through concrete. Magazine of concrete research, 1981. 33(114): p. 48-60.
171. Farrar, J.R., Electrically Conductive Concrete. GEC Journal of Science and Technology, 1978. 45(1): p. 45-48.
172. Xie, P. and J.J. Beaudoin, Electrically Conductive Concrete and its Application in Deicing. ACI Symposium Publication, 1995. 154.
173. Murdoch, B.R.W., Electrically conductive building material, in United States Patent Office. 1999, Elfinco S.A.: United States.
174. Tuan, C.Y. and S. Yehia, Conductive concrete overlay for bridge deck deicing. 1999, ProQuest Dissertations Publishing.
175. Christopher, Y.T. and Y. Sherif, Evaluation of Electrically Conductive Concrete Containing Carbon Products for Deicing. ACI Materials Journal, 2004. 101(4).
176. Chung, D.D.L., Electrically conductive cement-based materials. Advances in Cement Research, 2004. 16(4): p. 167-176.
177. Khalid, T., et al., Feasibility Study of Using Electrically Conductive Concrete for Electromagnetic Shielding Applications as a Substitute for Carbon-Laced Polyurethane Absorbers in Anechoic Chambers. IEEE Transactions on Antennas and Propagation, 2017. 65(5): p. 2428-2435.
178. El-Dieb, A.S., et al., Multifunctional electrically conductive concrete using different fillers. Journal of Building Engineering, 2018. 15: p. 61-69.
179. Branch, C.D.o.T.R., Y. Xi, and Z. Xie, Corrosion effects of magnesium chloride and sodium chloride on automobile components. 2002, Denver, Colo.: Colorado dept. of transportation research branch.
180. Charbonneau, P., Sels de voirie: une utilisation nécessaire, mais lourde de conséquences. Le naturaliste canadien, 2006. 130(1).
181. faune, Q.D.d.l.r.s.l. and A. Lauzon, Effets des sels de déglaçage sur le benthos, le zooplancton et l'omble de fontaine revue de la littérature. 2007, Québec: Direction de la recherche sur la faune, Ministère des ressources naturelles et de la faune.
182. Institute, S., Le sel de voirie et notre environnement. 2004, Salt Institute.
183. Neville, A., Chloride attack of reinforced concrete: an overview. Materials and Structures, 1995. 28(2): p. 63-70.
184. Shi, X., et al., Durability of steel reinforced concrete in chloride environments: An overview. Construction and Building Materials, 2012. 30: p. 125-138.
185. Simmons, J.G., Electric tunnel effect between dissimilar electrodes separated by a thin insulating film. Journal of applied physics, 1963. 34(9): p. 2581-2590.
186. Vodolazskaya, I.V., et al., Effect of tunneling on the electrical conductivity of nanowire-based films: computer simulation within a core–shell model. Journal of Applied Physics, 2019. 126(24).

187. Yu, Y., G. Song, and L. Sun, Determinant role of tunneling resistance in electrical conductivity of polymer composites reinforced by well dispersed carbon nanotubes. Journal of Applied Physics, 2010. 108(8).
188. Wang, Y., J.W. Shan, and G.J. Weng, Percolation threshold and electrical conductivity of graphene-based nanocomposites with filler agglomeration and interfacial tunneling. Journal of Applied Physics, 2015. 118(6).
189. Perez, S., Mecânica Quântica: um curso para professores da Educação Básica. 2016: Editora Livraria da Física.
190. Xu, J., W. Yao, and R. Wang, Nonlinear conduction in carbon fiber reinforced cement mortar. Cement and Concrete Composites, 2011. 33(3): p. 444-448.
191. Kaplan, M.F., Concrete radiation shielding. 1989, United States: John Wiley and Sons Inc.
192. Dishovsky, N. and I. Iliev. Epoxy resin based multilayered microwave absorbing coating system. in Macromolecular Symposia. 2001. Wiley Online Library.
193. Guan, B., et al., The electromagnetic wave absorbing properties of cement-based composites using natural magnetite powders as absorber. Materials Research Express, 2017. 4(5): p. 056103.
194. Vella, L. and D. Emerson, Electrical Properties of Magnetite- and Hematite-Rich Rocks and Ores. ASEG Extended Abstracts, 2012. 2012(1): p. 1-4.
195. Weidenfeller, B., M. Höfer, and F. Schilling, Thermal and electrical properties of magnetite filled polymers. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2002. 33(8): p. 1041-1053.
196. Yang, K.-H., J.-S. Mun, and H. Lee, Workability and mechanical properties of heavyweight magnetite concrete. ACI Materials Journal, 2014. 111(3): p. 273.
197. Kilincarslan, S., I. Akkurt, and C. Basyigit, The effect of barite rate on some physical and mechanical properties of concrete. Materials Science and Engineering: A, 2006. 424(1-2): p. 83-86.
198. 304, A.C., ACI PRC-304.3-20: Heavy wieght concrete: Measuring, Mixing, Transporting, and Placing. 2020, American Concrete Institute. p. 8.
199. Aslani, F., D.M. Lesslie, and F. Hamidi, Development and analysis of highly workable high-strength heavyweight concrete using magnetite aggregates. Structural Concrete, 2021. 22(S1): p. E169-E182.
200. Birry, L., S. Leclerc, and S. Poirier, The LCL&L process: A sustainable solution for the treatment and recycling of spent potlining, in Light Metals 2016. 2016, Springer. p. 467-471.
201. Kasireddy, V., J.-L. Bernier, and F.M. Kimmerle, Recycling of spent pot linings. 2003, Google Patents.
202. Kimmerle, F., V. Kasireddy, and J. Tellier, SPL treatment by the LCL&L process: Pilot study of two-stage leaching. Light Metals, 2001: p. 199-211.
203. Birry, L. and S. Poirier. The LCL&L process: a sustainable solution for the treatment and recycling of spent pot lining. in Light metals 2020. 2020. Springer.
204. Group, C., CSA A23.2:24 - 5C : Slump of concrete, in Test methods and standard practices for concrete : Slump of concrete. 2024, CSA Group: Toronto, Ontario. p. xvi, 697 pages.
205. Choo, B. and J. Newman, Advanced concrete technology 2: concrete properties. 2003, Butterworth-Heinemann.

206. International, A., ASTM C1437-20, in Standard Test Method for Flow of Hydraulic Cement Mortar. 2020, ASTM International. p. 2.
207. International, A., ASTM C230/C230M-21, in Standard Specification for Flow Table for Use in Tests of Hydraulic Cement. 2021, ASTM International. p. 7.
208. Kamakshi, T.A., K.C. Reddy, and K.V.L. Subramaniam, Studies on rheology and fresh state behavior of fly ash-slag geopolymer binders with silica. Materials and Structures, 2022. 55(2): p. 65.
209. Lootens, D., et al., Gelation, shear-thinning and shear-thickening in cement slurries. Oil & gas science and technology, 2004. 59(1): p. 31-40.
210. De Larrard, F., C. Ferraris, and T. Sedran, Fresh concrete: a Herschel-Bulkley material. Materials and structures, 1998. 31(7): p. 494-498.
211. Toussaint, F., C. Roy, and P.-H. Jézéquel, Reducing shear thickening of cement-based suspensions. Rheologica acta, 2009. 48(8): p. 883-895.
212. Tattersall, G.H., Workability and quality control of concrete. 1991: CRC Press.
213. Girish, S. and B. Santhosh, Determination of Bingham parameters of fresh Portland cement concrete using concrete shear box. Bonfring International Journal of Industrial Engineering and Management Science, 2012. 2(4): p. 84-90.
214. Wallevik, J.E., Relationship between the Bingham parameters and slump. Cement and Concrete Research, 2006. 36(7): p. 1214-1221.
215. Domone, P., X. Yongmo, and P. Banfill, Developments of the two-point workability test for high-performance concrete. Magazine of Concrete Research, 1999. 51(3): p. 171-179.
216. Ferraris, C.F. and F. DeLarrard, Testing and modeling of fresh concrete rheology. 1998.
217. International, A., ASTM C191-08, in Standard Test Methods for Time of Setting of Hydraulic Cement by Vicat Needle. 2021. p. 8.
218. International, A., ASTM C672/C672M-12, in Standard Test Method for Scaling Resistance of Concrete Surfaces Exposed to Deicing Chemicals. 2012: West Conshohocken.
219. Zhou, W., Chemical and Physical Analysis of Fly Ash. 2021, Lehigh Cement: Calgary.
220. Rosa, A., RAPPORT D´ANALYSE 2021, COREM. p. 2.
221. Group, C., CSA A23.1-24, in Concrete materials and methods of concrete construction. 2024, CSA Group: Toronto, Ontario. p. xvi, 697 pages.
222. Boucher, S., PROPRIÉTÉS PHYSIQUES DES MATÉRIAUX - D20G7568. 2021, Groupe Conseil SCT Inc.
223. Boucher, S., PROPRIÉTÉS PHYSIQUES DES MATÉRIAUX - D20G7570. 2021, Groupe Conseil SCT Inc.
224. Taylor, J., Petrographic examination of coarse aggregate. 2019, Golder associates Ltd.
225. Taylor, J., Petrographic examination of fine aggregate. 2019, Golder Associates Ltd.
226. Rose, J., Relative density and absorption of fine aggregate. 2019, Golder Associates Ltd.
227. Taylor, J., Sieve analysis of fine aggregate. 2019, Golder Associates Ltd.
228. Rose, J., Relative density and absorption of coarse aggregate. 2019, Golder Associates Ltd.
229. Rose, J., Sieve analysis of coarse aggregates. 2019, Golder Associates Ltd.
230. Tinto, R., Fiche de données de sécurité - LCLL graphite. 2016, Rio Tinto.

231. Gotsu, S., B. Mishra, and G. Martins. Extraction of iron from red mud: Low temperature reduction to magnetite and magnetic separation. in 2nd International Bauxite Residue Valorization and Best Practices Conference. 2018.
232. COREM, Technical Note - 2: Low Intensity Magnetic Separation for Rio Tinto Alcan. 2017.
233. COREM, Technical Note - 1: Low Intensity Magnetic Separation for Rio Tinto Alcan. 2017.
234. Robert, Y., Mise en place d'un protocole expérimental de séparation pour l'extraction des composés de fer contenus dans le résidu de bauxite calciné, in Departement de sciences appliquées. 2020, Université du Québec à Chicoutimi: Québec, Canada.
235. International, A., ASTM C143 / C143M-20, in Standard Test Method for Slump of Hydraulic-Cement Concrete. 2020: West Conshohocken.
236. Groupe, C.S.A., CSA-A23.1/CSA-A23.2: Béton : constituants et exécution des travaux / Méthodes d'essai et pratiques normalisées pour le béton. 2024, Groupe CSA: Toronto, Ontario. p. xvi, 697 pages.
237. Manjang, S., et al., Electrical and Mechanical Properties of Fly Ash Filled Silicone Rubber for High Voltage Insulator. ARPN Journal of Engineering and Applied Sciences, 2015. 10(17): p. 7320-7327.
238. Ekpunobi, U., et al., Production of Electrical Porcelain Insulators from Local Raw Materials: A Review. Clay and Clay Minerals, 2021: p. 177.
239. Gomaa, M.M., Homogeneous mixture of hematite and its electrical properties. Materials Chemistry and Physics, 2020. 243: p. 122584.
240. Chirita, M., et al., Fe2O3–nanoparticles, physical properties and their photochemical and photoelectrochemical applications. Chem. Bull, 2009. 54(68): p. 1-8.
241. Burduhos Nergis, D.D., et al., XRD and TG-DTA study of new alkali activated materials based on fly ash with sand and glass powder. Materials, 2020. 13(2): p. 343.
242. Kosmatka, S.H., Dosage et contrôle des mélanges de béton : manuel d'applications, méthodes et matériaux. 8e éd. canadienne. ed. Bulletin d'ingénierie. 2011, Québec: Association canadienne du ciment. x, 411 p.
243. Zhang, B., et al., A review on shrinkage-reducing methods and mechanisms of alkali-activated/geopolymer systems: Effects of chemical additives. Journal of Building Engineering, 2022. 49: p. 104056.
244. GU, Y. and Y. FANG, Shrinkage, Cracking, Shrinkage-Reducing and Toughening of Alkali-Activated Slag Cement—A Short Review. Journal of the Chinese Ceramic society, 2012. 40(1): p. 76-84.
245. Stock, A., D. Hannantt, and R. Williams, The effect of aggregate concentration upon the strength and modulus of elasticity of concrete. Magazine of concrete research, 1979. 31(109): p. 225-234.
246. De Larrard, F. and P. Tondat, Sur la contribution de la topologie du squelette granulaire à la résistance en compression du béton. Materials and structures, 1993. 26: p. 505-516.
247. Neville, A.M., Properties of Concrete. 2011: Pearson.
248. Cepuritis, R., et al., Filler from crushed aggregate for concrete: Pore structure, specific surface, particle shape and size distribution. Cement and Concrete Composites, 2014. 54: p. 2-16.
249. Urban, M., Water Demand (or Specific Surface) of Aggregate as a Dominating Factor for SCC Composition Design. Applied Sciences, 2024. 14(23): p. 11108.

250. Zhang, S., et al., Conductive geopolymers as low-cost electrode materials for microbial fuel cells. ACS omega, 2021. 6(43): p. 28859-28870.
251. Group, C., CSA A23.2:24 - 4C : Air content of plastic concrete by the pressure method, in Test methods and standard practices for concrete : Air content of plastic concrete by the pressure method. 2024, CSA Group: Toronto, Ontario. p. xvi, 697 pages.
252. Viana, L.R., Évaluation des impacts et bénéfices environnementaux potentiels de la production de bétons alcali-activés et d'enrobés bitumineux à partir des résidus de l'industrie de l'aluminium au Québec, in Sciences de l'environnement. 2025, Université du Québec à Chicoutimi: Québec, Canada. p. 216.

Annexe A – Tables de Snedecor

Table de Snedecor pour p = 0,95

	ν1 - Degré de liberté du numérateur (facteur ou interaction)									
ν2	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	161,45	199,50	215,71	224,58	230,16	233,99	236,77	238,88	240,54	241,88
2	18,51	19,00	19,16	19,25	19,30	19,33	19,35	19,37	19,38	19,40
3	10,13	9,55	9,28	9,12	9,01	8,94	8,89	8,85	8,81	8,79
4	7,71	6,94	6,59	6,39	6,26	6,16	6,09	6,04	6,00	5,96
5	6,61	5,79	5,41	5,19	5,05	4,95	4,88	4,82	4,77	4,74
6	5,99	5,14	4,76	4,53	4,39	4,28	4,21	4,15	4,10	4,06
7	5,59	4,74	4,35	4,12	3,97	3,87	3,79	3,73	3,68	3,64
8	5,32	4,46	4,07	3,84	3,69	3,58	3,50	3,44	3,39	3,35
9	5,12	4,26	3,86	3,63	3,48	3,37	3,29	3,23	3,18	3,14
10	4,96	4,10	3,71	3,48	3,33	3,22	3,14	3,07	3,02	2,98
11	4,84	3,98	3,59	3,36	3,20	3,09	3,01	2,95	2,90	2,85
12	4,75	3,89	3,49	3,26	3,11	3,00	2,91	2,85	2,80	2,75
13	4,67	3,81	3,41	3,18	3,03	2,92	2,83	2,77	2,71	2,67
14	4,60	3,74	3,34	3,11	2,96	2,85	2,76	2,70	2,65	2,60
15	4,54	3,68	3,29	3,06	2,90	2,79	2,71	2,64	2,59	2,54
16	4,49	3,63	3,24	3,01	2,85	2,74	2,66	2,59	2,54	2,49
17	4,45	3,59	3,20	2,96	2,81	2,70	2,61	2,55	2,49	2,45
18	4,41	3,55	3,16	2,93	2,77	2,66	2,58	2,51	2,46	2,41
19	4,38	3,52	3,13	2,90	2,74	2,63	2,54	2,48	2,42	2,38
20	4,35	3,49	3,10	2,87	2,71	2,60	2,51	2,45	2,39	2,35
21	4,32	3,47	3,07	2,84	2,68	2,57	2,49	2,42	2,37	2,32
22	4,30	3,44	3,05	2,82	2,66	2,55	2,46	2,40	2,34	2,30
23	4,28	3,42	3,03	2,80	2,64	2,53	2,44	2,37	2,32	2,27
24	4,26	3,40	3,01	2,78	2,62	2,51	2,42	2,36	2,30	2,25
25	4,24	3,39	2,99	2,76	2,60	2,49	2,40	2,34	2,28	2,24
26	4,23	3,37	2,98	2,74	2,59	2,47	2,39	2,32	2,27	2,22
27	4,21	3,35	2,96	2,73	2,57	2,46	2,37	2,31	2,25	2,20
28	4,20	3,34	2,95	2,71	2,56	2,45	2,36	2,29	2,24	2,19
29	4,18	3,33	2,93	2,70	2,55	2,43	2,35	2,28	2,22	2,18
30	4,17	3,32	2,92	2,69	2,53	2,42	2,33	2,27	2,21	2,16
32	4,15	3,29	2,90	2,67	2,51	2,40	2,31	2,24	2,19	2,14
35	4,12	3,27	2,87	2,64	2,49	2,37	2,29	2,22	2,16	2,11
40	4,08	3,23	2,84	2,61	2,45	2,34	2,25	2,18	2,12	2,08
50	4,03	3,18	2,79	2,56	2,40	2,29	2,20	2,13	2,07	2,03
60	4,00	3,15	2,76	2,53	2,37	2,25	2,17	2,10	2,04	1,99
80	3,96	3,11	2,72	2,49	2,33	2,21	2,13	2,06	2,00	1,95
100	3,94	3,09	2,70	2,46	2,31	2,19	2,10	2,03	1,97	1,93
150	3,90	3,06	2,66	2,43	2,27	2,16	2,07	2,00	1,94	1,89

ν2 - Degré de liberté du dénominateur (résidus)

Table de Snedecor pour p = 0,99

v2	v1 - Degré de liberté du numérateur (facteur ou interaction)									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	4052,2	4999,3	5403,5	5624,3	5764,0	5858,9	5928,3	5980,9	6022,4	6055,9
2	98,50	99,00	99,16	99,25	99,30	99,33	99,36	99,38	99,39	99,40
3	34,12	30,82	29,46	28,71	28,24	27,91	27,67	27,49	27,34	27,23
4	21,20	18,00	16,69	15,98	15,52	15,21	14,98	14,80	14,66	14,55
5	16,26	13,27	12,06	11,39	10,97	10,67	10,46	10,29	10,16	10,05
6	13,75	10,92	9,78	9,15	8,75	8,47	8,26	8,10	7,98	7,87
7	12,25	9,55	8,45	7,85	7,46	7,19	6,99	6,84	6,72	6,62
8	11,26	8,65	7,59	7,01	6,63	6,37	6,18	6,03	5,91	5,81
9	10,56	8,02	6,99	6,42	6,06	5,80	5,61	5,47	5,35	5,26
10	10,04	7,56	6,55	5,99	5,64	5,39	5,20	5,06	4,94	4,85
11	9,65	7,21	6,22	5,67	5,32	5,07	4,89	4,74	4,63	4,54
12	9,33	6,93	5,95	5,41	5,06	4,82	4,64	4,50	4,39	4,30
13	9,07	6,70	5,74	5,21	4,86	4,62	4,44	4,30	4,19	4,10
14	8,86	6,51	5,56	5,04	4,69	4,46	4,28	4,14	4,03	3,94
15	8,68	6,36	5,42	4,89	4,56	4,32	4,14	4,00	3,89	3,80
16	8,53	6,23	5,29	4,77	4,44	4,20	4,03	3,89	3,78	3,69
17	8,40	6,11	5,19	4,67	4,34	4,10	3,93	3,79	3,68	3,59
18	8,29	6,01	5,09	4,58	4,25	4,01	3,84	3,71	3,60	3,51
19	8,18	5,93	5,01	4,50	4,17	3,94	3,77	3,63	3,52	3,43
20	8,10	5,85	4,94	4,43	4,10	3,87	3,70	3,56	3,46	3,37
21	8,02	5,78	4,87	4,37	4,04	3,81	3,64	3,51	3,40	3,31
22	7,95	5,72	4,82	4,31	3,99	3,76	3,59	3,45	3,35	3,26
23	7,88	5,66	4,76	4,26	3,94	3,71	3,54	3,41	3,30	3,21
24	7,82	5,61	4,72	4,22	3,90	3,67	3,50	3,36	3,26	3,17
25	7,77	5,57	4,68	4,18	3,85	3,63	3,46	3,32	3,22	3,13
26	7,72	5,53	4,64	4,14	3,82	3,59	3,42	3,29	3,18	3,09
27	7,68	5,49	4,60	4,11	3,78	3,56	3,39	3,26	3,15	3,06
28	7,64	5,45	4,57	4,07	3,75	3,53	3,36	3,23	3,12	3,03
29	7,60	5,42	4,54	4,04	3,73	3,50	3,33	3,20	3,09	3,00
30	7,56	5,39	4,51	4,02	3,70	3,47	3,30	3,17	3,07	2,98
32	7,50	5,34	4,46	3,97	3,65	3,43	3,26	3,13	3,02	2,93
35	7,42	5,27	4,40	3,91	3,59	3,37	3,20	3,07	2,96	2,88
40	7,31	5,18	4,31	3,83	3,51	3,29	3,12	2,99	2,89	2,80
50	7,17	5,06	4,20	3,72	3,41	3,19	3,02	2,89	2,78	2,70
60	7,08	4,98	4,13	3,65	3,34	3,12	2,95	2,82	2,72	2,63
80	6,96	4,88	4,04	3,56	3,26	3,04	2,87	2,74	2,64	2,55
100	6,90	4,82	3,98	3,51	3,21	2,99	2,82	2,69	2,59	2,50
150	6,81	4,75	3,91	3,45	3,14	2,92	2,76	2,63	2,53	2,44

v2 - Degré de liberté du dénominateur (résidus)

Degré de liberté des facteurs	$v_1 = l - 1$
Degré de liberté des résidus	$v_2 = k(n-1)$
$l: nombre\ de\ niveaux$	
$k: nombre\ de\ lignes\ (combinaisons)$	
$n: nombre\ de\ répétitions\ par\ combinaison$	

Annexe B – Article publié: Estimation of Compressive Strength of Bauxite Residue and Fly Ash Based Geopolymer Binder Using Taguchi Method

Estimation of Compressive Strength of Bauxite Residue and Fly Ash Based Geopolymer Binder Using Taguchi Method

Joao Augusto Lago Araujo Seixas, Ahmed Rahem, Mathieu Fiset, Christophe Volat, Guy Simard

Synopsis: On the one hand, the production of portland cement, the main binding element in both concrete and mortar, accounts for 74% to 81% of total greenhouse gas emissions (GHG). On the other hand, it is estimated that over 150 million tons of bauxite residue are produced annually worldwide, posing environmental and safety challenges for the aluminum industry. Bauxite residue and fly ash (BRFA)-based geopolymer concrete represent an economically and environmentally promising solution. However, the effects of adding these residues on the mechanical properties of the material are not yet precisely quantified. As a first step in developing BRFA geopolymer concrete, this paper utilizes the Taguchi method and full factorial design to study the effect of bauxite residues on the compressive strength of BRFA geopolymers binders, as well as their interactions with other components of the binder. The method is validated with an experimental campaign presented in this paper, along with results found in the literature. This method can then be used to estimate the optimal ratios of bauxite residue, fly ash, and alkaline solution corresponding to a required compressive strength.

Keywords: Alkali activated materials, alternative binders, recycled materials, bauxite residue, compressive strength prediction, Taguchi method, geopolymer

Joao Augusto Lago Araujo Seixas is a PhD candidate in the Department of Applied Sciences at Université du Québec à Chicoutimi (UQAC) and a student member of the research centre on concrete infrastructures (CRIB). He received his MASc. degree from the UQAC in 2021 and his B.Eng. degree from Universidade Federal da Bahia (UFBA) in 2018. His research is in the area of development and characterization of geopolymer concrete.

Ahmed Rahem is a regular professor/researcher in civil engineering in the Department of Applied Sciences at UQAC. He develops partnership research supported by Rio Tinto, CURAL and REGAL. His research activities in this context is organized around the recovery of residues that are generated during the production of primary aluminum, up to in electrically conductive concretes, geopolymer concretes and bituminous binders.

Mathieu Fiset is an Assistant Professor in civil engineering at UQAC and a regular member of the research center on concrete infrastructures (CRIB). His research focuses on developing innovative low-carbon and geopolymer concrete, the interaction between concrete, in terms of mix constituents, properties and pathologies, and the implications for the durability, performance and safety of concrete structures.

Christophe Volat was awarded a Ph.D. degree in Engineering in 2002 at Université du Québec à Chicoutimi (UQAC), Quebec, Canada. Following this, he became successively postdoctoral researcher, research professor on grants and assistant professor in the same institution. Since 2015, he became a Full Professor at UQAC. He is the author/co-author of more than 100 technical publications and communications in the fields of high-voltage, numerical modelling and simulation, electromagnetic, outdoor insulation and optic sensors.

Guy Simard is Research Professor on-grant and Research supervisor of the Rio Tinto-UQAC Partnership in Bauxite and Residue Treatment Technologies.

INTRODUCTION

The construction industry is largely diverse and contributes to approximately 24% of the world's raw material excavation (Blankendaal et al., 2014). Concrete is the most common and widely used construction material. Some studies even predict that in the future, there could be a rapid increase in the demand for concrete possibly reaching a peak of 20 billion tons per year by 2050 (Mehta & Monteiro, 2017). However, the manufacturing process of portland cement emits a large amount of greenhouse gases, which directly contradicts the current climate emergency and the sustainable development principles. The development of ecological and sustainable concrete with low greenhouse gas (GHG) emissions, or even storage, is therefore becoming essential to the growth of the concrete industry.

At the same time, the aluminum market is growing and the amount of bauxite residue generated during aluminum production is very high. Between 0.8 and 1.5 tonnes of bauxite residue are produced for each tonne of aluminum produced (Nath et al., 2015). Currently, there is no significant way to reuse this material so that this by-product must be disposed in holding areas. The reduction and management of bauxite residue is one of the challenges facing the aluminum industry, due to the volume and environmental impact associated with it. Recycling of these residues are essential to mitigate the environmental impact caused by the aluminum industry. However, bauxite residue is characterized by its high alkalinity and

complex composition, posing challenges in the development of large-scale recycling methods. It's worth noting that using bauxite residue to produce construction materials has been regarded as an effective recycling approach for quite some time. Recent studies have explored various applications of this material, including the production of geopolymers (Bajpai et al., 2020; Chen et al., 2019; Choo et al., 2016; Gass, 2020; He et al., 2013; He et al., 2012; Hoang & Do, 2020; Hu et al., 2018; Hu et al., 2019; Kim et al., 2017; Koshy et al., 2019; Kumar & Kumar, 2013; Kumar et al., 2021; Li et al., 2021a; Li et al., 2019b; Li et al., 2021c; Muraleedharan & Nadir, 2021; Nie et al., 2016; Qaidi et al., 2022; Singh et al., 2018; Tang et al., 2018; van Riessen et al., 2013; Wang et al., 2019b; Ye et al., 2014; Zhang et al., 2014a; Zhang et al., 2016), ceramics (Kim et al., 2018; Wang et al., 2019a; Zhao et al., 2019), cement, and concrete(Kanyal, 2021; Krivenko et al., 2017; Liu & Poon, 2016; Tang et al., 2019; Wang et al., 2017; Wang et al., 2021).

The economic and environmental alternative proposed in this project is to use bauxite residues (BR) and fly ash (FA) for the manufacture of a geopolymer binder. Geopolymer binders generally result from the chemical reaction between aluminosilicate-rich residues and an alkaline solution which are currently considered greener alternatives to portland cement-based concrete (Ouellet-Plamondon & Habert, 2015). This will make it possible to produce a low-cost material, enable the recycling of an industrial residue generated during aluminum production and will also contribute significantly to the reduction of GHG emissions.

Several research studies show that FA has enormous potential for developing geopolymers. Fly ash mainly consists of silicon, aluminum, and iron oxide. Due to their chemical composition and reactivity, these particles are similar to particles of portland cement commonly used in the construction of concrete structures and as a precursor material for the geopolymer production (Pascual et al., 2014). Fly ash-based geopolymers demonstrate excellent durability in aggressive environments, including exposure to acids, sulfates, and seawater. Studies have indicated that this durability surpasses that of normal portland cement concrete, with comparable or even higher compressive strength (Hardjito et al., 2004c; Kong & Sanjayan, 2010; Pascual et al., 2014; Raijiwala & Patil, 2011; Wongpa et al., 2010).

The composition and properties of BR depend on the source of bauxite minerals and the processes used for its transformation. The main chemical constituents of bauxite residue are: Fe_2O_3, Al_2O_3, SiO_2, Na_2O, TiO_2 and CaO(Wang et al., 2019b). The presence of aluminosilicates and alkalis makes bauxite residue a potential raw material for the production of geopolymer binders. However, its low reactivity and its low SiO_2/Al_2O_3 ratio (often less than 2) are the key parameters preventing the latter from being used effectively as the sole precursor material for the production of geopolymer binders. Therefore, the bauxite residue must be combined with other aluminosilicate minerals which have a higher SiO_2/Al_2O_3 ratio(Qaidi et al., 2022).

Researchers have been able to observe different effects with the addition of BR on the compressive strength. El Gass (Gass, 2020), Shalaby (Shalaby, 2023a), Kim *et al.* (Kim et al., 2017) and Chen *et al*. (Chen et al., 2019)found that the compressive strength decreased with increasing BR content. For Kumar and Kumar (Kumar & Kumar, 2013), a 10% replacement of FA with BR can result in a gain of approximately 25% in compressive strength, while for Hu *et al. (Hu et al., 2019)*, a gain of up to 475% in compressive strength

was observed for a 50% replacement of FA with BR. Li *et al*. (Li et al., 2019b)observed that compressive strength increased as the BR content increased, up to a maximum replacement of 70% of FA by BR. Tang *et al*. (Tang et al., 2018) also observed that the BR does not affect the mechanical strengths of concrete. On the contrary, the increase in the BR content would lead to slight increases in the compressive strength and the modulus of elasticity, as well as a slight decrease in the tensile strength of the geopolymers. The authors (He et al., 2012; Koshy et al., 2019) reported that the compressive strength of the tested samples increased with an increase in the Si/Al molar ratio.

It is important to mention that the effect of BR addition on the mechanical resistance has not yet been precisely quantified. This addition to the produced geopolymer binder is often studied by keeping the quantity of the other components constant. However, previous research tends to demonstrate that the influence of BR on the compressive strength of geopolymers can vary depending on the raw materials used and the proportion of other binder components. The models proposed in this research make it possible to evaluate the overall effect of each component of the mixture on the properties of the geopolymer binder. This will allow the development of a better understanding of the dosage effect on the compressive strength of geopolymer binders. Therefore, although innovative in concept, the dosage of geopolymer binders based on residues from the aluminum industry proves to be a major challenge.

The objective of this project is to quantify the contribution of the components of a FA and BR based geopolymer binder on the compressive strength. Once these effects are determined, it is possible to predict strength from the components of the geopolymer binder recipe. For this purpose, two models were developed: the full factorial design (FFD) and the Taguchi design (TD). Both models are used to select the recipes to be prepared according to the number of factors and levels chosen, thus quantifying the contribution of each component of the mixture to the compressive strength based on the results obtained.

MATERIALS

Solid precursors

FA and BR have been used as solid precursors and a source of aluminosilicates for the preparation of geopolymer binders. A class F fly ash was used. This material has a relative density of 2.31, and its chemical composition is presented in Table B-1. The BR used has a relative density of 3.24, a specific surface of 6122 m^2/kg (29890 ft^2/lb) and an average particle size ranging between 0.425 µm and 8.860 µm (16.732 µin and 348.829 µin). Table B-1 presents the chemical composition of the BR used. Other researchers determined similar chemical composition for bauxite residue (Evans, 2015; Hu et al., 2019; Robert, 2020a; Tang et al., 2018; Tinto, 2024).

Table B-1 : Chemical composition (w/w) of solid precursors

Component	Bauxite residue	Fly Ash
SiO_2	11.10%	53.70%
Al_2O_3	17.20%	19.0%
Fe_2O_3	44.40%	4.40%
MgO	0.05%	-
CaO	2.61%	7.80%
Na_2O	6.44%	9.00%
K_2O	0.06%	2.23%
TiO_2	4.74%	-
MnO	0.01%	-
P_2O_5	0.13%	-
Cr_2O_3	0.10%	-
V_2O_5	0.18%	-
ZrO_2	0.24%	-
ZnO	< 0.01%	-
SO_3	-	1.27%
Loss on ignition	11.9%	0.46%

Alkaline solution

The alkaline solution used to produce the geopolymer binder is a mixture of grade N sodium silicate (SS), granulated sodium hydroxide (SH) and water. Sodium silicate has a density of 1360 kg/m^3 (85 lb/ft^3) and is composed of 8.90% Na_2O, 28.70% SiO_2 and 62.40% H_2O (w/w). Sodium hydroxide, on the other hand, has a concentration of 97.00% and a density of 2130 kg/m^3 (135 lb/ft^3).

METHODS

Mathematical model for estimating compressive strength

The geopolymer binder studied in this project is composed of bauxite residue, fly ash, water, sodium silicate and sodium hydroxide. In order to analyze the influence of the geopolymer binder components on the compressive strength, two models (part A and B) were developed by varying the combination of 4 factors at different levels. In both cases the behaviour model of the system is defined by the mathematical relationship that connects the response to the factors and their interactions. Equation (1) presents the equation of the proposed model, where f'$_c$ is the response (compressive strength), a_i represents the effects of each factor at level i; b_{ij}, c_{ijk} and d_{ijkl} are the effects of double, triple, and quadruple interactions, respectively, when the factors are at levels i, j, k and l; and C is the average of all the results obtained. The model effects a_i, b_{ij}, c_{ijk} and d_{ijkl} are not previously known and must be calculated from the results of the experiments. The aim of the tests is thus to identify these factors in order to then predict the response from the mathematical relationship (Equation 1).

$$f_c' = C + \sum_{i=1}^{n} a_i + \sum_{i=1}^{n} \sum_{j=i+1}^{n} b_{ij} + \sum_{i=1}^{n} \sum_{j=i+1}^{n} \sum_{k=j+1}^{n} c_{ijk} + \sum_{i=1}^{n} \sum_{j=i+1}^{n} \sum_{k=j+1}^{n} \sum_{l=k+1}^{n} d_{ijkl} \quad (5)$$

Part A is a full factorial design (FFD) that consists of testing all possible combinations by varying all the factors at all their levels. Part B is a Taguchi design (TD) that involves using the orthogonal tables of Taguchi to select the combinations to be tested and thus reduce the number of experiments necessary while maintaining good statistical precision (Pillet, 2001). At this stage, it will then be necessary to choose a table including the number of factors, levels and desired interactions requiring the least possible trials. Once the table has been chosen, it will allow to directly obtain the list of tests to be done.

Part A (full factorial design)

In part A, the levels are determined from the values found in the literature (Bajpai et al., 2020; Choo et al., 2016; Gass, 2020; Hanjitsuwan et al., 2014; Hardjito et al., 2004c; Shalaby, 2023a; Zhang et al., 2014a). The objective of this sub-step is to validate the ratios that are generally used in the literature and to obtain preliminary results with the BRFA based geopolymer. The calculation of the effects is carried out by considering all the interactions between the components, as described in Equation 1. Table B-2 presents the factors and their respective levels used for the preparation of the recipes for part A and Table B3 presents the mass percentage of the components obtained for the 16 recipes of the FFD. The ratios are calculated by mass and the concentration of the NaOH solution is defined by the number of moles of NaOH per litre of water.

Table B-2: Factors and Levels for Part A (Full Factorial Design)

ID	Factors	Level -1	Level +1
A	Quantity of fly ash replaced by bauxite residue	20%	60%
B	Sodium hydroxide Solution / Sodium Silicate	0.30	0.40
C	Alkaline solution/ Solid aluminosilicate	0.35	0.50
D	Sodium hydroxide Solution Concentration (mol)	8	14

Table B-3: Composition of binder mixtures prepared with the Full factorial design

Recipe identification	Mass percentages				
	Fly ash	Bauxite residue	8M sodium hydroxide solution	14M sodium hydroxide solution	Sodium silicate
C1	59.26	14.81	5.99	0.00	19.94
C2	29.62	44.44	5.96	0.00	19.98
C3	59.27	14.82	7.37	0.00	18.54
C4	29.62	44.44	7.45	0.00	18.50
C5	53.33	13.33	7.69	0.00	25.64
C6	26.71	40.02	7.65	0.00	25.62
C7	53.33	13.33	9.51	0.00	23.82
C8	26.64	40.05	9.49	0.00	23.81
C9	59.27	14.82	0.00	5.99	19.93
C10	29.63	44.44	0.00	5.98	19.95
C11	59.23	14.81	0.00	7.40	18.55
C12	29.63	44.45	0.00	7.41	18.51
C13	53.32	13.35	0.00	7.68	25.65
C14	26.69	40.00	0.00	7.67	25.63
C15	53.35	13.32	0.00	9.49	23.85
C16	26.67	40.00	0.00	9.52	23.82

Part B (Taguchi design)

Once part A is completed, it was necessary to use a model that contains more levels in order to analyze the behaviour of the geopolymer binder with more precision and also to obtain higher mechanical strength results. The levels of part B are presented in Table B-4. For this purpose, the orthogonal table L16(4^4), shown in Table B-5, was used to select the recipes to be made and the mass percentage of the components obtained are presented in Table B-6.

Table B-4: Factors and Levels for Part B (Taguchi Design)

ID	Factors	Level 1	Level 2	Level 3	Level 4
A	Quantity of fly ash replaced by bauxite residue	20%	40%	60%	70%
B	Sodium hydroxide Solution / Sodium Silicate	0.200	0.300	0.400	0.500
C	Alkaline solution/ Solid aluminosilicate	0.275	0.35	0.425	0.500
D	Sodium hydroxide Solution Concentration (mol)	8	14	20	26

Table B-5: Taguchi table L16 (44)

Recipe identification	Level per factor			
	A	B	C	D
T1	1	1	1	1
T2	1	2	2	2
T3	1	3	3	3
T4	1	4	4	4
T5	2	1	2	3
T6	2	2	1	4
T7	2	3	4	1
T8	2	4	3	2
T9	3	1	3	4
T10	3	2	4	3
T11	3	3	1	2
T12	3	4	2	1
T13	4	1	4	2
T14	4	2	3	1
T15	4	3	2	4
T16	4	4	1	3

Table B-6: Composition of recipes prepared with the TD

Recipe identification	Mass percentages				
	Fly ash	Bauxite residue	Water	Sodium hydroxide	Sodium silicate
T1	62.75%	15.69%	2.72%	0.87%	17.97%
T2	59.26%	14.81%	3.84%	2.15%	19.94%
T3	56.14%	14.04%	4.73%	3.79%	21.30%
T4	53.33%	13.33%	5.45%	5.66%	22.22%
T5	44.44%	29.63%	2.40%	1.92%	21.60%
T6	47.06%	31.37%	2.44%	2.54%	16.59%
T7	40.00%	26.67%	7.22%	2.31%	23.81%
T8	42.11%	28.07%	6.37%	3.57%	19.88%
T9	28.07%	42.11%	2.44%	2.53%	24.85%
T10	26.67%	40.00%	4.27%	3.42%	25.64%
T11	31.37%	47.06%	3.95%	2.21%	15.41%
T12	29.63%	44.44%	6.55%	2.09%	17.28%
T13	20.00%	46.67%	3.56%	1.99%	27.78%
T14	21.05%	49.12%	5.21%	1.67%	22.94%
T15	22.22%	51.85%	3.63%	3.78%	18.52%
T16	23.53%	54.90%	3.99%	3.19%	14.38%

Coefficients calculation

The effects for each factor were calculated by summing the compressive strength results for each geopolymer binder recipe that contained that factor, dividing by the overall average (C). For example, in the Taguchi design, factor A at level 1 was tested in recipes T1 to T4 (Table B-5). The effect of factor A at level 1 was, therefore, the average of the compressive strengths obtained for T1 to T4. To determine the effects of factors between levels, a linear interpolation was performed.

Testing procedures

For each experimental design (parts A and B), 16 recipes are prepared and all the samples are cured in the oven at 60°C (140°F) for 24 hours. For each recipe (C1 to C16 and T1 to T16), 3 cylinders are prepared. Each specimen is cast in cylindrical molds 76 mm (3") in diameter and 152 mm (6") high and vibrated using a vibrating table, in accordance with CSA 23.1. -14/23.2-14 [25]. Compressive strength measurements were made according to CSA 23.1-14/23.2-14 [26] with a hydraulic press. All specimens are tested after the cure is carried out according to the predetermined conditions.

RESULTS AND DISCUSSION

Part A (full factorial design)

After preparing the recipes with the FFD, the results shown in Fig. B-1 were obtained. The compressive strength results obtained between the chosen levels were below 30 MPa (4351 psi), which is representative of the majority of concrete applications. The most efficient recipe was C11, achieving a compressive strength of 26.57 MPa (3854 psi) with a 20% replacement of FA by BR. Among the recipes with 60% BR, the one with the best performance was C10 with 12.53 MPa (1817 psi).

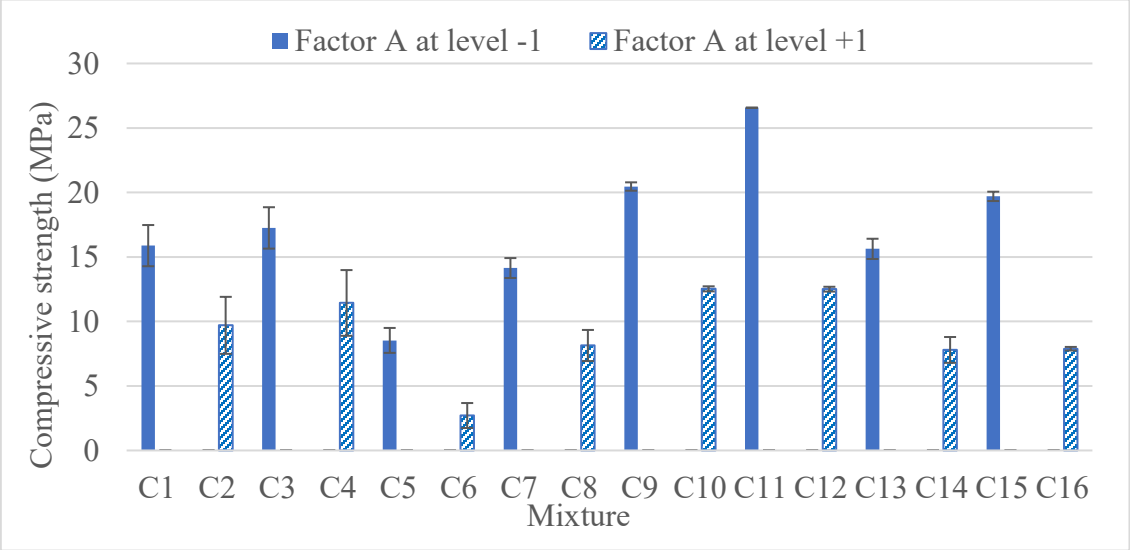


Fig. B-1: Compressive strength, with error bars, of geopolymers after 24 hours of curing for recipes prepared with the full factorial design

Fig. B-2 presents the coefficients obtained with the FFD, where *a* represents the effect for each factor and *b*, *c* and *d* represent the effects for the double-triple and quadruple interactions, respectively. It was noticed that the a_A effect (quantity of FA replaced by BR) is the most significant. The negative sign indicates that an increase in BR has a negative impact on the compressive strength. This behaviour is explained by the presence of unreactive aluminosilicates as well as the low Si/Al ratio in the BR. The second most significant effect (a_C) is produced by the alkaline solution/solid aluminosilicate ratio. Increasing the amount of alkaline solution also results in increasing the amount of water in the mix, which produces a more porous and therefore less strong matrix.

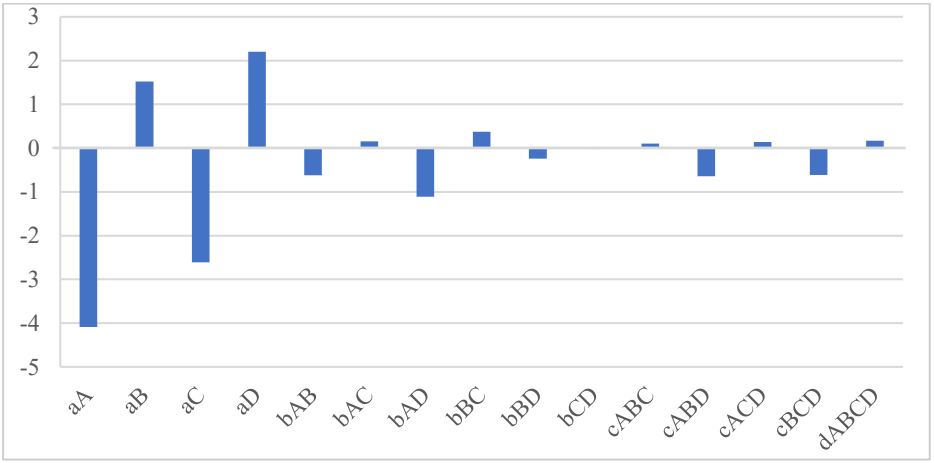


Fig. B-2: Effects obtained with the full factorial design

The a_B and a_D effects have a positive sign indicating that the amount of NaOH has a positive influence on the resistance. However, the negative signs obtained for the effects of b_{AB} and b_{AD} interactions demonstrate that when factor A is at level +1, a higher compressive strength is obtained when factors B and D are at level -1. This relationship can also be observed in Fig. B-3 and Fig. B-4 where at a 20% replacement of FA by BR (factor A at level -1), the effect of b_{AB} and b_{AD} interactions increases with the increase in the NaOH concentration. The opposite is observed for a 60% replacement by BR. This indicates that recipes with more BR need less NaOH to achieve the same resistance.

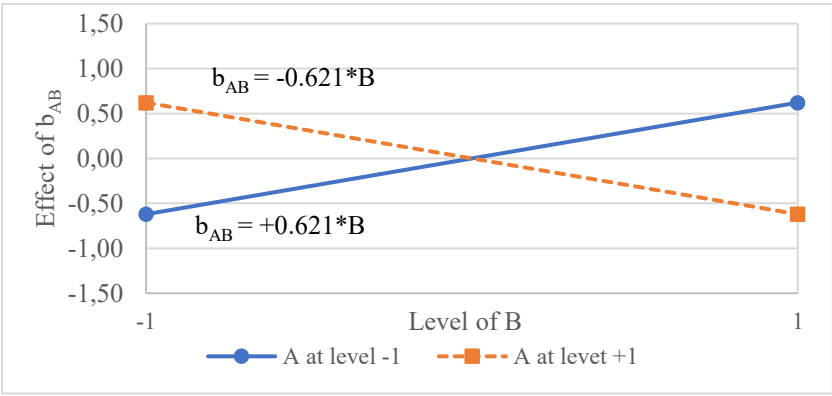


Fig. B-3: The effect of the interaction between factors A and B (b_{AB})

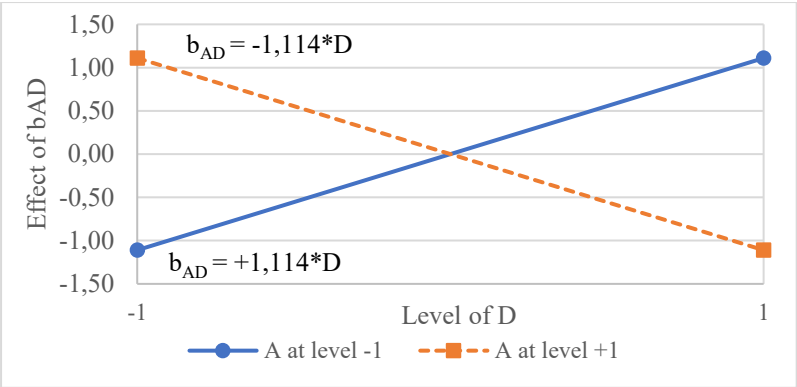


Fig. B-4: The effect of the interaction between factors A and D (b_{AD})

Part B (Taguchi design)

Increasing the number of levels, a deeper analysis of the effects could be made with the Taguchi design and higher compressive strength results were obtained. Table B-7 presents the effects obtained with the TD at each level by factor and Fig. B-5-a, B-5-b, B-5-c and B-5-d respectively present the average of compressive strength results for factors A, B, C and D at each level obtained with TD and FFD recipes. All the factors presented the same trend observed with the FFD, except for factor A. The 4-level analysis made it possible to observe that, contrary to the behaviour observed with the FFD, the optimal ratio is obtained when 40% of FA is replaced by BR (factor A at level 2).

Table B-7 : The effects obtained with Taguchi's plan

Level	Factors			
	A	B	C	D
1	2.95	-6.39	3.76	-9.93
2	4.54	-0.43	0.30	-0.49
3	-2.53	1.19	0.01	4.26
4	-4.96	5.63	-4.07	6.15

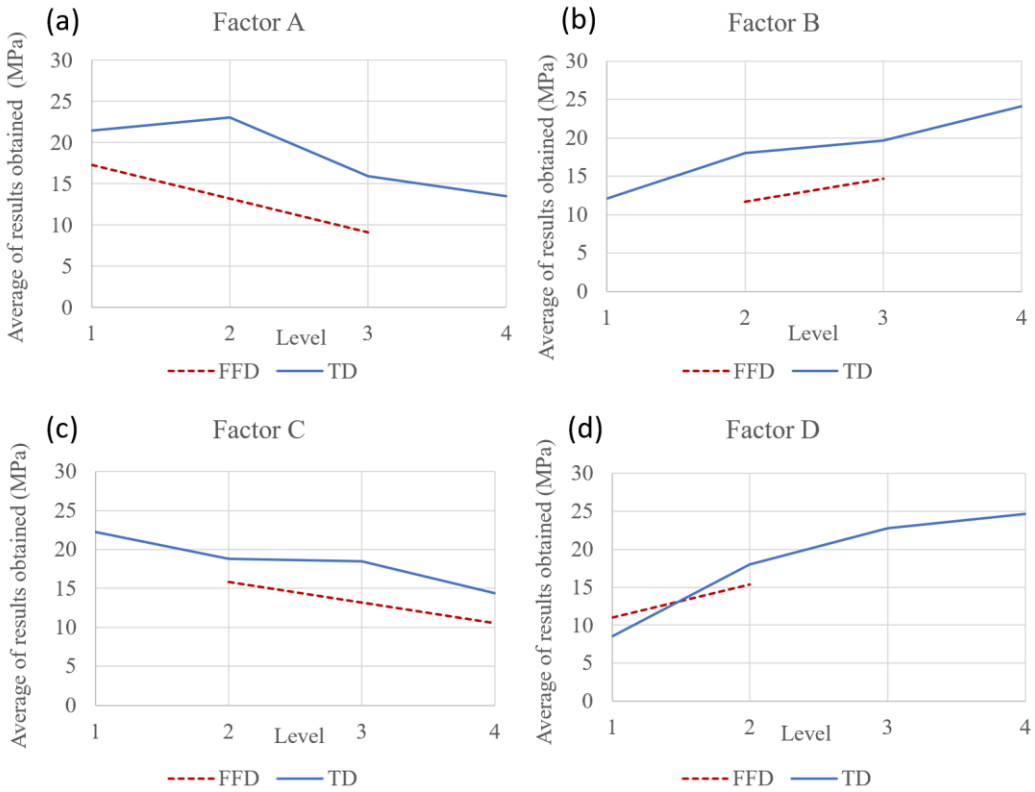


Fig. B-5 : The averages of the results obtained at each level by factor

Fig. B- 6presents the compressive strength results obtained with the recipes prepared from the TD. The T6 recipe presented the highest compressive strength (33.98 MPa or 4928 psi) with a replacement of 40% bauxite residue, which represents a high potential for recycling for these residues.

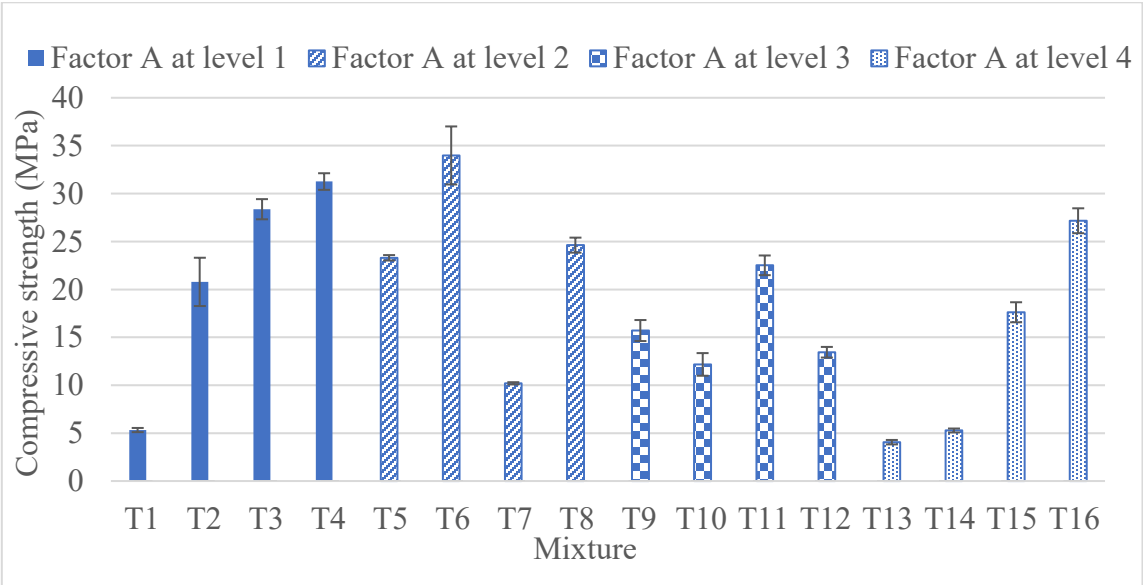


Fig. B- 6: Compressive strength (expressed in MPa) of geopolymers after 24 hours of curing for recipes prepared using the TD

Following the calculation of the coefficients, the model was then used to determine which configuration would produce the highest mechanical strength. Table B-8 presents the theoretical optimum recipe (T17), calculated from the TD. According to the prediction of the model, this recipe would make a geopolymer with a compressive strength of 38.57 MPa (5594 psi) of compressive strength. The geopolymer specimen prepared according to the recipe (T17) and tested in the laboratory, has a compressive strength of 41.24 MPa (5981 psi), representing a difference of 6.47% (2.67 MPa or 387 psi) compared to the theoretical recipe (T17).

Table B-8 : Theoretical optimal recipe (T17) calculated from the Taguchi design

ID	Factors	Optimal level	Value
A	Quantity of fly ash replaced by bauxite residue	2	40%
B	SH Solution / SS	4	0.500
C	Alkaline solution/ Solid aluminosilicate	1	0.275
D	SH Solution Concentration (mol)	4	26

Compressive Strength Prediction

In order to validate the accuracy of the mathematical model for predicting the compressive strength of the geopolymer, the FFD was used to predict the results obtained with the TD. The TD was used to predict the results obtained with FFD. Fig. B-7-a and B-7-c compare the compressive strengths obtained with TD with the predictions obtained with FFD with and without interactions effect, respectively; Fig. B-7-b and B-7-d compare the compressive strengths obtained with FFD with the predictions obtained with TD with and without interactions effect, respectively; and Table B-9 summarizes predictions results.

The comparison of the compressive strengths obtained from the laboratory tests with those predicted by the two prediction models (the model based on the FFD and the model based on the TD), makes it possible to test the effectiveness of the models developed to predict the compressive strength of the geopolymer binder. The effect of interactions negatively influenced the precision of the results. For both models, when the effects of interactions are considered, the coefficient of determination (R^2) obtained is negative and the average of the absolute deviations from the resistances observed in the laboratories is 7.58 MPa (1099 psi) and 6.74 MPa (978 psi) for the FFD and the TD, respectively. Both models excluding the effects of interactions presented negative deviation means, indicating in this case that the models underestimate the compressive strength, so it is a more conservative prediction for civil engineering applications. Although the average of deviations was similar for both models, the maximum absolute deviation obtained with the TD corresponds to 52.98% of that obtained with the FFD.

Table B-9: Summary of prediction results

	Prediction with FFD		Prediction with TD	
	Without interaction	**With interaction**	**Without interaction**	**With interaction**
Average of deviations (MPa)	-1.63	-3.73	-1.20	5.25
Maximum absolute deviation (MPa)	10.40	37.11	5.51	17.52
Average of absolute deviations (MPa)	3.29	7.58	3.23	6.74
R^2	0.779	-0.806	0.612	-0.809

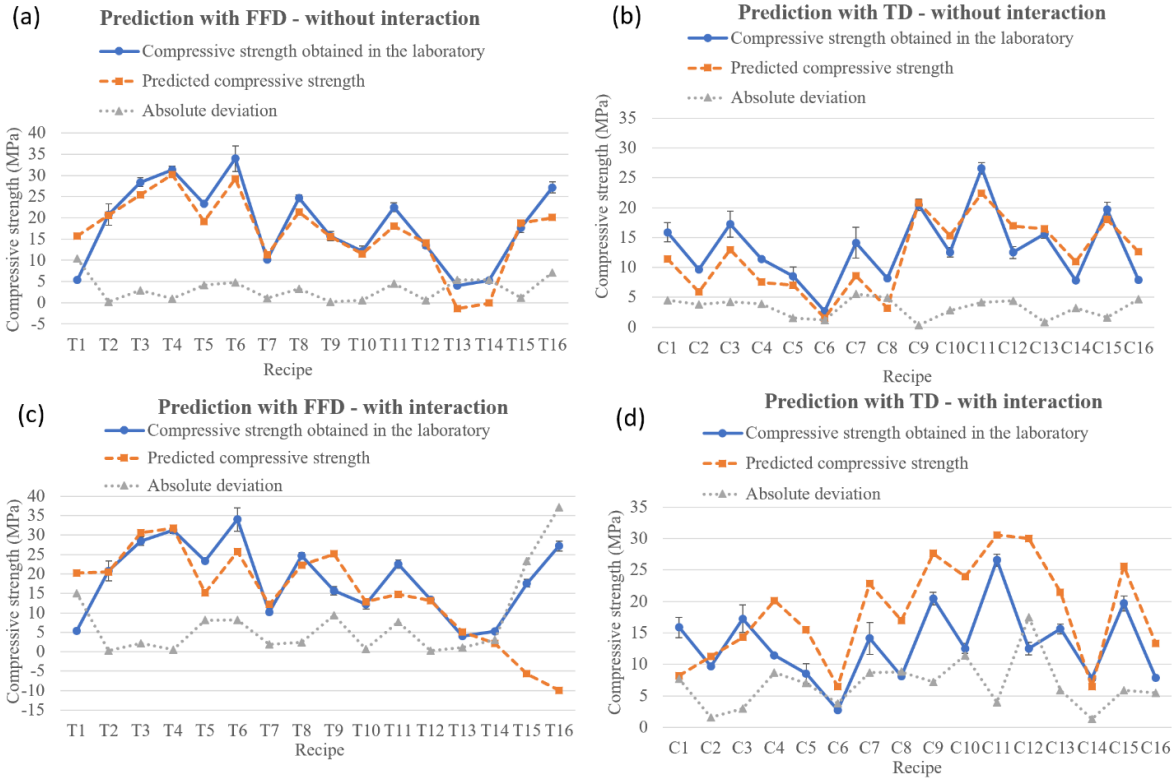


Fig. B-7 : Prediction of the compressive strengths of the recipes of the geopolymer binders tested

Although the prediction made with the FFD extrapolates the levels used to calculate the effects, the predictions of the compressive strengths remain very close to the results obtained. It has been observed (Fig. B-7) that the deviations tend to increase when BR replaces 70% of FA (between recipe T13 and T16). For replacement rates ranging from 20 to 60%, the model effectively predicts the compressive strength, as presented in Table B-10.

Table B-10 : Prediction with the FFD for a BR replacement between 20 and 60%

	Prediction with the FFD for a BR replacement between 20 and 60%	
	Without interaction's effects	**With interaction's effects**
Average of deviations (MPa)	-0.79	0.23
Maximum absolute deviation (MPa)	10.40	14.97
Average of absolute deviations (MPa)	2.80	4.73
R^2	0.789	0.42

Comparison with the literature

Shalaby *et al.* (Shalaby, 2023a)prepared 10 recipes of BRFA based geopolymer mortar divided into two mixing groups. Group 1 evaluated the effect of the mass percentage of replacement of FA by BR. Group 2 evaluated different alkaline solution/solid aluminosilicate ratios. Compressive strength for both groups of samples was tested after a curing at 60°C (140°F) for 24 hours. Table B-8 and Table B-9 show the comparison between the measured compressive strength values and the predictions made with the TD and the FFD (without the effect of interactions).

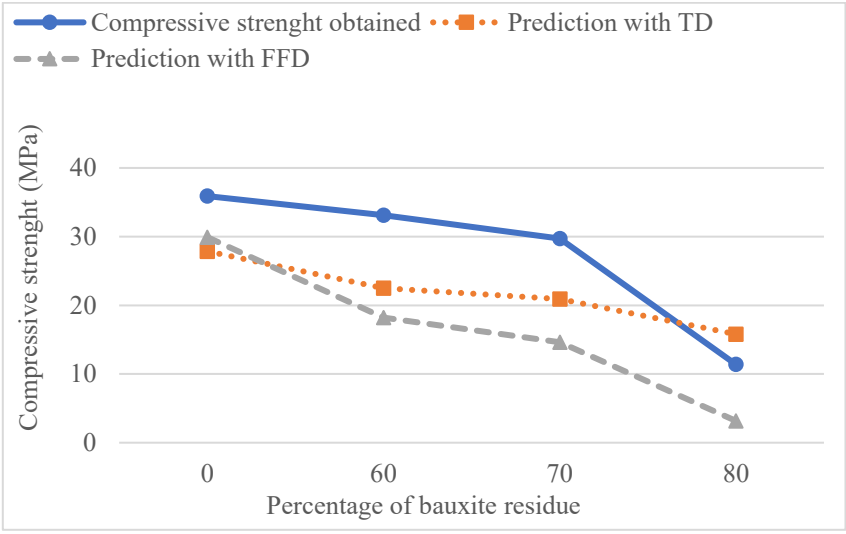


Fig. B-8 : Comparison between the measured and predicted values of the compressive strengths of geopolymers expressed in MPa (group 1)

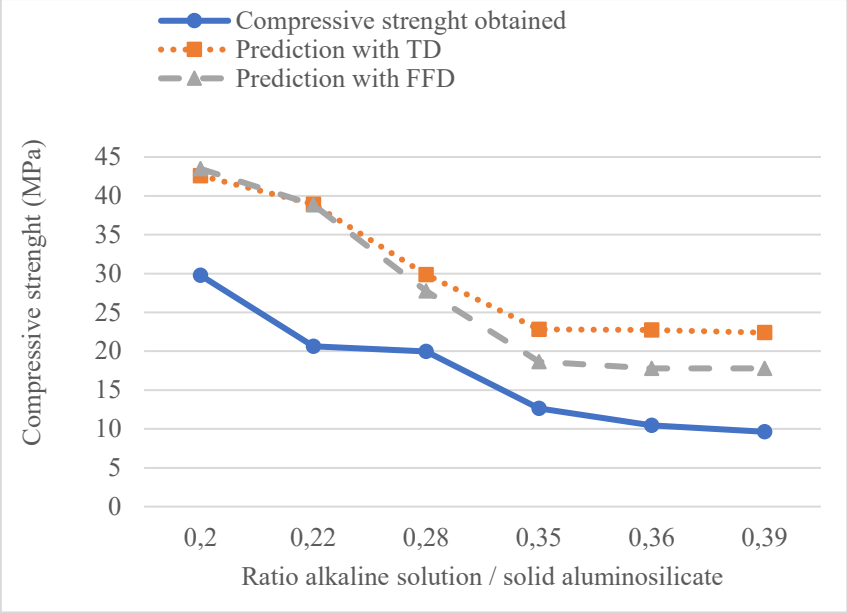


Fig. B- 9: Comparison between the measured and predicted values of the compressive strengths of geopolymers expressed in MPa (group 2)

Although both models do not take into consideration the addition of sand, it is noted that the predictions present the same trend, since the binder's quality is the element that most influences the total strength of the mixture(De Larrard & Tondat, 1993; Portland & Kosmatka, 2004). The predictions with the FFD and TD presented an average deviation of 10.84 MPa and 10.58 MPa (1572 and 1534 psi) respectively. This discrepancy may be related to the presence of sand.

The predictions with the FFD and TD were compared with only Shalaby's *et al.* (Shalaby, 2023a)results because the raw materials they used to produce a BRFA geopolymer mortar have the same chemical composition as the materials used for both models calculation. The calculated effects depend on the properties of the raw materials used in the project, so the model will need to be recalibrated if a different chemical composition is used.

CONCLUSION

Bauxite residues have great potential for the production of building materials. Taguchi's design demonstrated that by incorporating bauxite residues into the mixture, it is feasible to attain a compressive strength exceeding 30 MPa (4351 psi). The highest compressive strength was achieved when employing the optimal theoretical recipe, as outlined in Table B-8 and calculated through Taguchi's design. It was also possible to observe that a replacement of 40% of the FA by BR can improve the compressive strength of the geopolymer. This represents a strong recycling and valorization potential for this material.

Both models demonstrated comparable performance in predicting compressive strength. The optimal prediction accuracy for both models was achieved when interaction effects were not considered in the calculations, resulting in an average of absolute deviations below 3.5 MPa. Despite the full factorial design having a higher coefficient of determination

(R2), the Taguchi design exhibited lower average and maximum deviations. Additionally, the predictions with FFD were slightly more accurate when BR replaced 20 to 60% of FA.

After analyzing the predictions made with both models, it is possible to conclude that each factor exerts a significant influence on the compressive strength. Therefore, the effects of all the components must be taken into consideration to properly dose geopolymer binders. The interactions in the FFD can help to better understand the behaviour of the geopolymer, but they reduce the performance of the prediction.

Full factorial and Taguchi's design can be used to predict compressive strength with acceptable accuracy. However, the calculated effects are valid for the raw materials used in the project. If the chemical composition of the ingredients changes, it will be necessary to recalibrate the model with the new raw materials. Work is in progress to link the studied factors to the chemical composition of the materials.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors acknowledge Rio Tinto, Beton-Prefabrique-du-Lac (BPDL) and MITACS for financing and supporting this research work. The authors also wish to express their gratitude for the contributions of the research laboratory the Centre Universitaire de Recherche sur l'Aluminium (CURAL), the Aluminium Research Centre (REGAL) and the Centre on Concrete Infrastructures (CRIB).

REFERENCES

1. Blankendaal, T., P. Schuur, and H. Voordijk, Reducing the environmental impact of concrete and asphalt: a scenario approach. Journal of Cleaner Production, 2014. 66: p. 27-36.
2. Mehta, P.K. and P.J. Monteiro, Concrete microstructure, properties and materials. 2017.
3. Nath, H., P. Sahoo, and A. Sahoo, Characterization of Red Mud treated under high temperature fluidization. Powder Technology, 2015. 269: p. 233-239.
4. Bajpai, R., A. Shrivastava, and M. Singh, Properties of fly ash geopolymer modified with red mud and silica fume: a comparative study. SN Applied Sciences, 2020. 2(11): p. 1-16.
5. Chen, X., et al., Utilization of red mud in geopolymer-based pervious concrete with function of adsorption of heavy metal ions. Journal of cleaner production, 2019. 207: p. 789-800.
6. Choo, H., et al., Compressive strength of one-part alkali activated fly ash using red mud as alkali supplier. Construction and Building Materials, 2016. 125: p. 21-28.
7. Gass, H.E., Formulation d'un mortier géopolymère conducteur à base de résidus de bauxite. 2020, Rio Tinto Alcan.
8. He, J., et al., Synthesis and characterization of red mud and rice husk ash-based geopolymer composites. Cement and Concrete Composites, 2013. 37: p. 108-118.

9. He, J., et al., The strength and microstructure of two geopolymers derived from metakaolin and red mud-fly ash admixture: a comparative study. Construction and building materials, 2012. 30: p. 80-91.
10. Hoang, M.D. and Q.M. Do, Effect of curing regime on properties of red mud based alkali activated materials. Construction and Building Materials, 2020. 259: p. 119779.
11. Hu, W., et al., Mechanical and microstructural characterization of geopolymers derived from red mud and fly ashes. Journal of Cleaner Production, 2018. 186: p. 799-806.
12. Hu, Y., et al., Role of Fe species in geopolymer synthesized from alkali-thermal pretreated Fe-rich Bayer red mud. Construction and Building Materials, 2019. 200: p. 398-407.
13. Kim, S.Y., et al., Synthesis of structural binder for red brick production based on red mud and fly ash activated using Ca (OH) 2 and Na2CO3. Construction and Building Materials, 2017. 147: p. 101-116.
14. Koshy, N., et al., Synthesis and characterization of geopolymers derived from coal gangue, fly ash and red mud. Construction and Building Materials, 2019. 206: p. 287-296.
15. Kumar, A. and S. Kumar, Development of paving blocks from synergistic use of red mud and fly ash using geopolymerization. Construction and building Materials, 2013. 38: p. 865-871.
16. Kumar, A., et al., A review on the utilization of red mud for the production of geopolymer and alkali activated concrete. Construction and Building Materials, 2021. 302: p. 124170.
17. Li, S., et al., Feasibility study of red mud-blast furnace slag based geopolymeric grouting material: Effect of superplasticizers. Construction and Building Materials, 2021. 267: p. 120910.
18. Li, Y., et al., Preparation of red mud-based geopolymer materials from MSWI fly ash and red mud by mechanical activation. Waste Management, 2019. 83: p. 202-208.
19. Li, Z., et al., Effect of ultrafine red mud on the workability and microstructure of blast furnace slag-red mud based geopolymeric grouts. Powder Technology, 2021. 392: p. 610-618.
20. Muraleedharan, M. and Y. Nadir, Factors affecting the mechanical properties and microstructure of geopolymers from red mud and granite waste powder: A review. Ceramics International, 2021. 47(10, Part A): p. 13257-13279.
21. Nie, Q., et al., Strength properties of geopolymers derived from original and desulfurized red mud cured at ambient temperature. Construction and Building Materials, 2016. 125: p. 905-911.
22. Qaidi, S.M., et al., Sustainable utilization of red mud waste (bauxite residue) and slag for the production of geopolymer composites: A review. Case Studies in Construction Materials, 2022: p. e00994.
23. Singh, S., M.U. Aswath, and R.V. Ranganath, Effect of mechanical activation of red mud on the strength of geopolymer binder. Construction and Building Materials, 2018. 177: p. 91-101.
24. Tang, W., et al., Influence of red mud on fresh and hardened properties of self-compacting concrete. Construction and Building Materials, 2018. 178: p. 288-300.

25. van Riessen, A., et al., Bayer-geopolymers: An exploration of synergy between the alumina and geopolymer industries. Cement and Concrete Composites, 2013. 41: p. 29-33.
26. Wang, L., et al., A review on comprehensive utilization of red mud and prospect analysis. Minerals, 2019. 9(6): p. 362.
27. Ye, N., et al., Synthesis and Characterization of Geopolymer from Bayer Red Mud with Thermal Pretreatment. Journal of the American Ceramic Society, 2014. 97(5): p. 1652-1660.
28. Zhang, M., et al., Synthesis factors affecting mechanical properties, microstructure, and chemical composition of red mud–fly ash based geopolymers. Fuel, 2014. 134: p. 315-325.
29. Zhang, M., et al., Durability of red mud-fly ash based geopolymer and leaching behavior of heavy metals in sulfuric acid solutions and deionized water. Construction and Building Materials, 2016. 124: p. 373-382.
30. Kim, Y., et al., Applicability of gold tailings, waste limestone, red mud, and ferronickel slag for producing glass fibers. Journal of Cleaner Production, 2018. 203: p. 957-965.
31. Zhao, J., et al., Effect of SnO 2 on the structure and chemical durability of the glass prepared by red mud. Journal of Non-Crystalline Solids, 2019. 509: p. 54-59.
32. Wang, L., et al., Mechanistic insights into red mud, blast furnace slag, or metakaolin-assisted stabilization/solidification of arsenic-contaminated sediment. Environment International, 2019. 133.
33. Krivenko, P., et al., Development of alkali activated cements and concrete mixture design with high volumes of red mud. Construction and Building Materials, 2017. 151: p. 819-826.
34. Wang, L., et al., Transforming wood waste into water-resistant magnesia-phosphate cement particleboard modified by alumina and red mud. Journal of Cleaner Production, 2017. 168: p. 452-462.
35. Tang, W.C., et al., Influence of red mud on mechanical and durability performance of self-compacting concrete. Journal of Hazardous Materials, 2019. 379.
36. Liu, R.X. and C.S. Poon, Utilization of red mud derived from bauxite in self-compacting concrete. Journal of Cleaner Production, 2016. 112: p. 384-391.
37. Kanyal, K.S., Agrawal, Y., & Gupta, T., Properties of Sustainable Concrete Containing Red Mud: A Review. Journal of Scientific Research and Reports, 2021. 27(3): p. 15-26.
38. Wang, S., et al., Comprehensive utilization status of red mud in China: A critical review. Journal of Cleaner Production, 2021. 289: p. 125136.
39. Ouellet-Plamondon, C. and G. Habert, 25 - Life cycle assessment (LCA) of alkali-activated cements and concretes, in Handbook of Alkali-Activated Cements, Mortars and Concretes, F. Pacheco-Torgal, et al., Editors. 2015, Woodhead Publishing: Oxford. p. 663-686.
40. Pascual, A.B., A. Yahia, and P.-C. Nkinamubanzi, Élaboration de nouveaux liants minéraux pour la formulation de bétons écologiques et durables. 2014, Université de Sherbrooke.
41. Hardjito, D., et al., On the development of fly ash-based geopolymer concrete. Materials Journal, 2004. 101(6): p. 467-472.

42. Kong, D.L. and J.G. Sanjayan, Effect of elevated temperatures on geopolymer paste, mortar and concrete. Cement and concrete research, 2010. 40(2): p. 334-339.
43. Raijiwala, D. and H. Patil, Geopolymer concrete: A concrete of the next decade. Concrete Solutions 2011, 2011. 287.
44. Wongpa, J., et al., Compressive strength, modulus of elasticity, and water permeability of inorganic polymer concrete. Materials & Design, 2010. 31(10): p. 4748-4754.
45. Shalaby, D., Développement d'un béton géopolymère à base de résidu de bauxite et de cendre volante pour des éléments architecturaux, in Aplied Sciences. 2023, Université du Québec à Chicoutimi: Québec, Canada.
46. Evans, K., Successes and challenges in the management and use of bauxite residue. Bauxite residue valorisation and best practices, Leuven, Belgium, 2015: p. 53-60.
47. Robert, Y., Mise en place d'un protocole expérimental de séparation pour l'extraction des composés de fer contenus dans le résidu de bauxite calciné. 2020, Université du Québec à Chicoutimi.
48. Tinto, R. Composition des résidus de bauxite. 2015 [cited 2023 24-01-2023]; Available from: https://www.consultationsvaudreuil.com/7994/widgets/31375/documents/30420.
49. Pillet, M., Les plans d'expériences par la méthode Taguchi. 2001: Maurice Pillet.
50. Hanjitsuwan, S., et al., Effects of NaOH concentrations on physical and electrical properties of high calcium fly ash geopolymer paste. Cement and Concrete Composites, 2014. 45: p. 9-14.
51. De Larrard, F. and P. Tondat, Sur la contribution de la topologie du squelette granulaire à la résistance en compression du béton. Materials and structures, 1993. 26: p. 505-516.
52. Portland, A.c.d.c. and S.H. Kosmatka, Dosage et contrôle des mélanges de béton. 7e éd. canadienne. ed. Bulletin d'ingénierie. 2004, Montréal: Association canadienne du ciment. ix, 355 p.

Annexe C – Article publié: Development of bauxite residue and class F fly ash based geopolymer concrete

Development of Bauxite Residue and Class F Fly Ash Based Geopolymer Concrete

Dena Shalaby, Émilie Garneau, Mathieu Fiset, Joao Augusto Lago Araujo Seixas, Ahmed Rahem

Synopsis: The Production of portland cement used in concrete and the large amount of industrial waste generated worldwide represent critical environmental and economic issues. The reuse of bauxite residue generated during alumina production by Bayer's process to replace portland cement and produce sustainable and environmentally friendly geopolymer concrete is a promising solution. This paper presents the development and characterization of bauxite residue and class F fly ash based geopolymer mortar and concrete. The parameters studied for the mixture proportions are the bauxite residue to class F fly ash ratio, the water-to-binder ratio and the curing condition, in terms of duration and temperature. Then, the compressive strength of the geopolymer mortar and concrete are characterized with experimental tests. Results show that, with appropriate mixture proportions and curing condition, a large amount of bauxite residue (up to 70%) can be used to replace fly ash and obtain geopolymer concrete with improved quality characteristics that meet the construction field's sustainable development criteria.

Keywords: Alkali activated materials, Alternative binders, Bauxite Residue, Recycled materials

Dena Shalaby is a civil engineer candidate at Norda Stelo in Sherbrooke, QC, Canada. She received her BEng. and MASc degrees from the Université du Québec a Chicoutimi (UQAC), QC, Canada, in 2020 and 2023, respectively.

Émilie Garneau is a graduate student in the Department of Applied Sciences at UQAC where she received her BEng. in 2023. She is a student member of the research centre on concrete infrastructures and her research focus on using bauxite residue in structural concrete and for structural applications.

Mathieu Fiset is an Assistant Professor in civil engineering at UQAC and a regular member of the research centre on concrete infrastructures. His research focuses on developing innovative low-carbon and geopolymer concrete, the interaction between concrete, in terms of mixture constituents, properties and pathologies, and the implications for the durability, performance and safety of concrete structures.

Joao Augusto Lago Araujo Seixas is a PhD candidate in the Department of Applied Sciences at Université du Québec à Chicoutimi (UQAC) and a student member of the research centre on concrete infrastructures (CRIB). He received his MASc. degree from the UQAC in 2021 and his B.Eng. degree from Universidade Federal da Bahia (UFBA) in 2018. His research is in the area of development and characterization of geopolymer concrete.

Ahmed Rahem is Professor/researcher in civil engineering in the Department of Applied Sciences at UQAC. He develops partnership research supported by Rio Tinto, CURAL and REGAL. His research activities in this context is organized around the recovery of residues that are generated during the production of primary aluminum, up to in electrically conductive concretes, geopolymer concretes and bituminous binders.

INTRODUCTION

In the aluminum production process, alumina is extracted from bauxite by the Bayer's process and the resulting bauxite residue must be disposed. It is generally stated that about 1 to 1.5 tons of bauxite residue are produced for every ton of aluminum. In 2019, the production of more than 120 million tons resulting in the generation of over 160 million tons of bauxite residue word wide (Institute, 2020). Currently, there is no significant way to reuse bauxite residue so that this by-product must be disposed in holding areas. By 2050, aluminum industry estimates that the global inventory of bauxite residue could reach 10 billion tons and the accumulation of this industrial by-product is a major issue, with both environmental and economic impacts.

An alternative to valorize bauxite residue (BR) studied in this paper consists of using BR as geopolymer binder for mortar and concrete (Archambo, 2021; Institute, 2020). BR has a high concentration of the aluminosilicate required in the geopolymerization process (Archambo, 2021; Duxson et al., 2007; Hassan et al., 2019; Hu et al., 2018; Institute, 2020; Kamseu et al., 2021; Wang et al., 2021). However, the low reactivity of the aluminosilicate content and the low ratio SiO_2/Al_2O_3 (generally below 2) limit the using of BR as the only geopolymer precursor(Wang et al., 2021). Several researchers mixed bauxite residue with other industrial by-products to increase this ratio, maximize the geopolymer process and fabricate a geopolymer binder, such as fly ash (FA) or slag (Chen et al., 2019; El-Gass et al., 2020; Hu et al., 2018; Kim et al., 2017; Kumar & Kumar, 2013; Li et al., 2021b; Li et al., 2019b; Tang et al., 2018). Hu et al. (2018); Li et al. (2019b); Tang et al. (2018) tested BR and FA based geopolymer concrete and mortar and observed an increase of the mechanical compressive strength up to 50% compared to similar references mixed without BR. Based on one FA based geopolymer mortar mixtures developed by Hardjito *et al.*(Hardjito & Rangan, 2005a; Hardjito et al., 2004a; Hardjito et al., 2004b*)*, El-Gass et al. (2020) replaced

up to 90% of FA by the BR produced in the province of Québec and determined uniaxial compressive strength after a 24 hours heat treatment at 60°C. The authors found satisfactory compressive strength (f_c' larger than 25 MPa) for replacement ratio up to 60%. However, they observed a drastic decrease of the compressive strength (f_c' below 10 MPa) for larger replacement ratio. To increase the mechanical performance BR geopolymer mortar, they suggested to reduce the water-to-binder ratio or to increase the alkali solution content, the curing duration and the heating temperature, parameters typically resulting in a higher compressive strength for FA based geopolymer (Hassan et al., 2019). This paper therefore investigates the effect of water-to-binder ratio, the curing conditions and the amount of FA and BR on mortar and concrete compressive strength. To do so, this paper, first study the effect of these parameters to optimize BR and FA based geopolymer mortar. Then, coarse aggregates are added to study and develop BR and FA based geopolymer concrete.

MATERIALS AND METHOD

For this research, class F fly ash and bauxite residue produced in Calgary (AB, Canada) and Saguenay (QC, Canada) were used as solid precursors, respectively. Bauxite residue is a very fine particle with a water content often larger than 50% of its weight. The chemical content of those materials is presented in Table C-1.

Table C-1 : Chemical composition of solid precursors (mass percentage)

	SiO_2	**Al_2O_3**	**CaO**	**Fe_2O_3**	**SO_3**	**Na_2O**	**K_2O**	**TiO_2**	**Other**	**Ignition lost**
Fly ash	53.7	19.0	7.8	4.4	1.3	9.0	2.2	-	2.0	0.5
Bauxite residue	11.1	17.2	2.6	44.4	-	6.4	0.1	4.7	1.6	11.9

A mixture of solid sodium hydroxide and sodium silicate solution containing 287 kg/m³ of SiO_2 and 89 kg/m³ of Na_2O was used as an alkaline solution for the geopolymerization process. The sand used for mortar and concrete had particles size between 0.08 mm and 5 mm, a density of 2680 kg/m³ and was produced in Saint-Henry-de-Taillon (QC, Canada). The coarse aggregate used for concrete had particles size between 2.5 mm and 10 mm, a density of 2850 kg/m³ and was produced at Bergerone (QC, Canada).

To better control the mixture proportions, BR used for the studied geopolymer mixture was first dried and grinded in solid powder (water content of about 0%). Then, water was added during the mixing process of mortar and concrete to accommodate its water absorption of 26%. The fabrication process of the geopolymer mortar consists in mixing sand with solid precursors and about 30% of the amount of water. Then, the sodium hydroxide pre-dissolved with the solution of sodium silicate (alkali solution prepared few hours earlier) was added to the mixture with the remaining amount of water. The total mixing time was monitored after the addition of the alkali solution and limited to about 10 minutes. A similar procedure was followed for geopolymer concrete, but coarse aggregates were added at the beginning of the mixing process that was limited to about 30 min. This duration was required to properly homogenize the bauxite residues with the mixture.

After mixing, fresh geopolymer workability was determined with a slump test (CSA A23.2 5C(A23.1-14/A23.2-14, 2014)) as well as the air content (CSA A23.2 4C(A23.1-14/A23.2-14, 2014)). Cylinder samples (diameter of 75 mm, height of 150 mm) were prepared according to CSA A23.2 1C and 3C (A23.1-14/A23.2-14, 2014) and used for compression tests (CSA A23.2 9C(A23.1-14/A23.2-14, 2014)) on hardened geopolymer mortar or concrete. The average value of compressive strength presented in this paper represents the average of three samples.

After geopolymer mortar and concrete pouring, samples were moved to a high temperature cure. The cure consisted of placing samples in a preheated oven for a specific duration and temperature. Then, samples were moved to ambient curing conditions (about 23°C), demolded and tested after a specific duration (generally within the hours following the heat curing and after 28 days, calculated from the geopolymer fabrication).

GEOPOLYMER MORTAR

The mixture proportions of the geopolymer mortar is based on the FA based geopolymer tested by El-Gass et al. (2020) and Hardjito et al. (2004b) Table C-2 presents the reference mixture proportions for geopolymer mortar. This reference mixture has a density of 2491 kg/m³, a Na_2SiO_3/NaOH ratio of 1.4, a water-to-binder ratio (w/b) of 0.24 and water to FA ratio (w/FA) of 0.24. All the others tested geopolymer mortar are based on this reference mixture. More details regarding the tested geopolymer mortar can be found in(Shalaby, 2023b).

Table C-2: Mass of components (in kg) for the reference mixture of geopolymer mortar

Solid precursor – class F fly ash	Solid sodium hydroxide	solution of sodium silicate	Supplementary water	Sand
896	41	209	65	1280

Effect of the replacement ratio of fly ash by bauxite residue on the strength

To study the effect of the amount of bauxite residue (BR) as solid precursors on the strength, fly ash (FA) was progressively replaced in the reference mixture by BR. The studied replacement ratios of 0%, 60%, 70% and 80% were selected based on El-Gass et al. (2020) tests to maximize the amount of bauxite residue. The corresponding mixtures are named as RXX-YY, where XX refers to the percentage of bauxite residue and YY refers to the percentage of fly ash (e.g. the solid precursor of the mixture R60-40 contains 60% of BR and 40% of FA). All the samples were placed in an oven at 60°C and during 24h, then tested. Fig. C-1 presents the average compressive strength, f'_c, according to the replacement ratio of FA by BR.

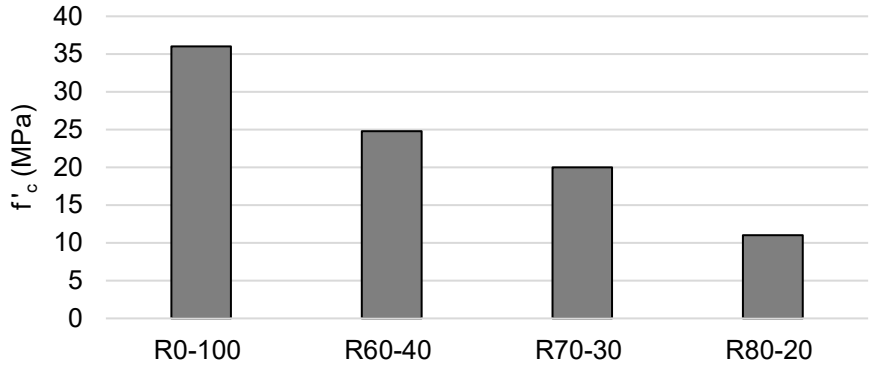


Fig. C-1 : Effect of the bauxite residue replacement ratio on the average compressive strength of fly ash and bauxite residue base geopolymer mortar determined after a cure at 60°C during 24h (age = 1 day)

As previously observed by other researchers (Chen et al., 2019; El-Gass et al., 2020; Li et al., 2019b), it can be seen that the amount of bauxite residue (BR) has a direct influence on the compressive strength. Increasing the amount of FA replaced by BR reduces the compressive strength. This decrease is relatively limited (less than 15 MPa compared to the reference mixture) when 70% or less of FA is replaced BR. This reduction is more significant for the mixture containing 80% BR and 20% FA, with a compressive strength 24.5 MPa lower than the reference mixture (11.4 MPa for R80-20 compared to 35.9 MPa for R0-100).

Effect of the age of the mortar on the strength

After a cure at 60°C during 24h, the mixture R60-40 was stored in ambient condition (about 23°C) and tested in compression at 14 days and 28 days (see Fig. C-2. It can be observed that the gain in compressive strength mostly occurred during the cure at 60°C (f_c' = 21.9 MPa at 1 day). However, the geopolymer mortar compressive strength still slightly increases after the cure. After 28 days, the compressive strength of the mortar R60-40 increased by 4.4 MPa and reached 26.3 MPa.

Fig. C-2: Effect of the age of the geopolymer mortar R60-40 on the average compressive strength, cure at 60°C during 24 h

Effect of the water-to-binder ratio on the strength

The mixture R60-40 was reproduced to examine the effect of the w/b ratio. The amount of BR and FA are both considered as the binder. All the samples were placed in an oven at 60°C and during 24h, then tested. Fig. C-3 presents the average compressive strength

according to the water-to-binder ratio. The water to FA ratio (w/FA) is also presented for comparison purpose.

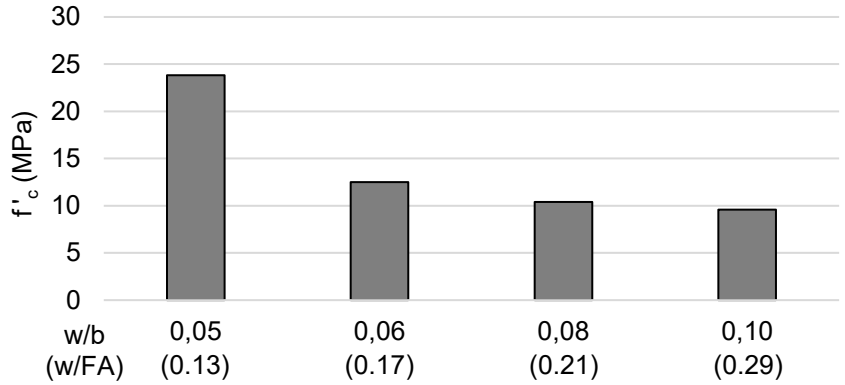


Fig. C-3: Effect of the w/b ratio (binder includes FA and BR) and the w/FA ratio on the average compressive strength of BR and FA based geopolymer mortar, determined after a cure at 60°C during 24h, mixtures with 60% of BR and 40% of FA

It may be observed that an increase of the w/b and w/FA ratios reduces the compressive strength. The highest compressive strength of 24.5 MPa is obtained for a w/b ratio of 0.05 (w/FA = 0.13), and increasing this ratio to 0.10 (w/FA = 0.29) reduces the average compressive strength below 10 MPa. This statement is similar as what was observed for a geopolymer concrete made with FA as the only solid precursor(Hassan et al., 2019).

Effect of high temperature and curing duration on the strength

The effect of different temperatures and duration of the cure on compressive strength was studied on the R60-40 and R70-30 mixtures. To do so, cylinder samples of each mixture were placed in the oven for a specific curing duration and temperature. Five specific curing temperatures from 50°C to 90°C were selected. For each temperature, samples were removed after 6 h, 24 h and 48 h from the oven and tested in compression. Fig. C-4 presents the average compressive strength of each curing condition, in terms of temperature and duration.

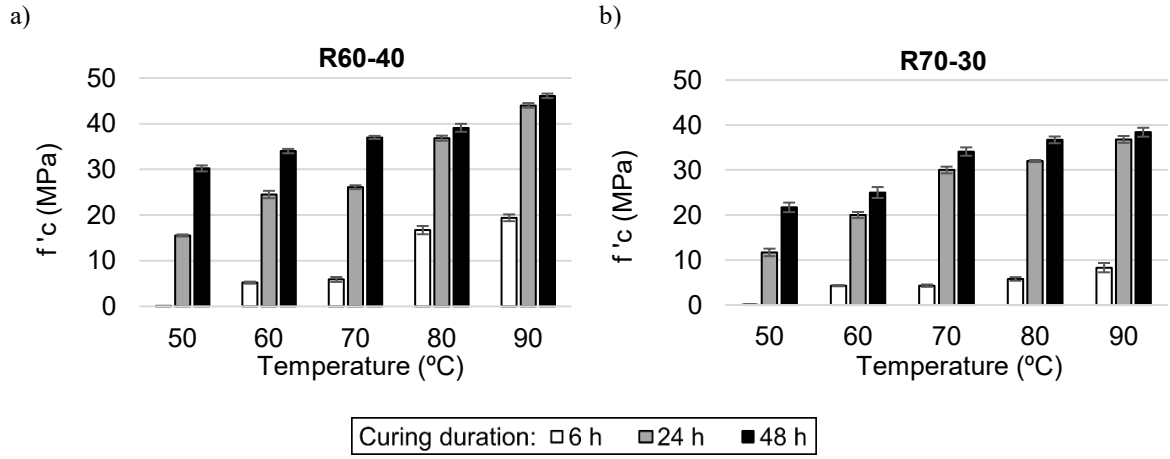


Fig. C-4: Effect of the curing condition (temperature and duration) on the average compressive strength measured immediately after the cure and 28 days later, for (a) R60-40 and (b) R70-30

It can be observed that increasing the curing time and temperature increase the compressive strength of the BR and FA based geopolymer mortar mixtures R60-40 and R70-30. At temperatures of 60°C and 70°C, and after 6 hours of curing, the compressive strength of the tested mixtues was about 5 MPa. This result suggests that the geopolymerization process is well on the way, but a longer cure is needed. Extending the curing duration to 24 h significantly increases the compressive strength. Moreover, the increase in compressive strength observed between 6 h and 24 h is more important for high-curing temperature (a gain of about 25 MPa at 90°C) than for low temperature (a gain of about 20 MPa at 60°C). A further extension of the cure up to 48 h still increases the compressive strength of the tested mixtues, but this gain appears rather marginal compared to the resistance measured after the first 24 h (a gain between 2 and 10 MPa between 24 h and 48 h, depending on the mixture and temperature). Also, this compressive strength increases between 24 h and 48 h is lower at 80°C and 90°C than at 70°C or below. Therefore, it appears that the first 24 h of the cure are critical to maximize the compressive strength of the tested geopolymer mixtures. Extending the cure up to 48 h may help to increase compressive strength at low temperature, but the gain is marginal for a cure at 80°C or higher.

GEOPOLYMER CONCRETE

Geopolymer concrete mixtures named C60-40 and C70-30 were fabricated and tested (see Table C-3). These mixtures are based on the mortar R60-40 and R70-30, respectively. The BR and FA based geopolymer concrete mixtures physical properties are in-between: slump of 200 mm to 230 mm, air content of 2.0 to 3.5%, density of 2100 kg/m³ to 2400 kg/m³. More details regarding the tested geopolymer concrete mixtures and physical properties can be found in(Shalaby, 2023b).

Table C-3 : Mass of components (kg) for the geopolymer concrete mixtures (1 batch)

Mixture	RB	FA	Solid sodium hydroxide	solution of sodium silicate	Water	Sand	Corse aggregate
C60-40	556	311	40	202	47	1240	248
C70-30	607	260	40	202	47	1240	248

Mechanical properties

Tests were carried out on the C60-70 and C70-30 concrete mixtures to characterize their mechanical properties after a 24 h cure at 80°C. The determined mechanical properties presented in Table C-4 are respectively the compressive strength (f_c'), elasticity modulus (E_c), splitting tensile strength (f_{sp}) and flexural tensile strength (f_r). Table C-4 also presents ratios between these mechanical properties and $\sqrt{f_c'}$: r_{Ec}, r_{fsp}, r_{fr}.

Table C-4: Average mechanical properties and ratios of tested concrete at 28 days (24 h cure at 80°C, MPa units)

Mixture	f'_c	E_c	f_{sp}	f_r	$r_{Ec} = E_c/\sqrt{f'_c}$	$r_{fsp} = f_{sp}/\sqrt{f'_c}$	$r_{fr} = f_r/\sqrt{f'_c}$
C60-40	40.6	19 800	1.6	3.5	3100	0.25	0.55
C70-30	36.7	14 400	1.5	2.9	2380	0.25	0.48

As shown in Table C-4, a cure at 80°C for 24 hours gives compressive strength of 36.7 and 40.6 MPa, which may be classified as normal weight ordinary structural concrete (f'_c between about 20 and 50 MPa) as for portland cement concrete (ACI-318, 2014; CSA-A23.3, 2019; fib, 2013). Comparing the mixtures C60-40 with the mixture C70-30, it appears that increasing the amount of BR slightly reduces all mechanical properties, as for the previously tested BR and FA based geopolymer mortar. However, the mechanical properties for geopolymer concrete with 60% and 70% of bauxite residue (C60-40 and C70-30) remain similar or slightly lower to the values reported in the literature for similar strength FA based geopolymer concrete without bauxite residue (E_c of about 11 GPa to 23 GPa, f_{sp} of about 0.5 MPa to 2.0 MPa, f_r of about 4.5 MPa to 6.0 MPa) (Fernandez-Jimenez et al., 2006; Hardjito & Rangan, 2005a; Hardjito et al., 2004a; Lee et al., 2017; Nath & Sarker, 2017; Sofi et al., 2007a; Sofi et al., 2007b; Zhuang et al., 2016). This suggests that the partial substitution of FA by BR in geopolymer concrete does not significantly affect the mechanical properties.

Compared to portland cement concrete with similar compressive strength, few authors observed that FA based geopolymer concrete can present lower mechanical properties (Hardjito et al., 2004b; Hassan et al., 2019; Nath & Sarker, 2017). Generally, the values of E_c, f_{sp} and f_r can be estimated from the value of $\sqrt{f'_c}$. For a normal weight ordinary strength portland cement concrete, ACI (ACI-318, 2014; CSA-A23.3, 2019) and CSA (CSA-A23.3, 2019) specify ratios r_{Ec}, r_{fr}, r_{fsp} of 4500, 0.5 and 0.6 (MPa units). These ratios are however rough estimations and can easily vary by about 20 to 30% according to the mixture content (ACI-318, 2014; CSA-A23.3, 2019; fib, 2013). For the geopolymer concrete studied, the ratios r_{Ec} were 3100 and 2380 for geopolymer concrete C60-40 and C70-30, respectively. These ratios are significantly lower than the value of 4500 specified for portland cement concrete (difference of 32% and 47%, respectively). This suggests that BR and FA based geopolymer concrete is more flexible than portland cement concrete. Regarding the splitting and flexural tensile strengths of the studied BR and FA based geopolymer concrete, the measured values are also lower than the values expected for a similar strength portland cement concrete by about 50% (1 – 0.25/0.5) and 20% (1-0.48/0.6). Similar results were obtained for FA based geopolymer concrete without BR (Hardjito et al., 2004b; Sofi et al., 2007a; Sofi et al., 2007b; Zhuang et al., 2016). Since the number of tests was limited in this study, more tests are required to identify the causes explaining these lower properties compared to portland cement concrete as well as a clearer relationship between mechanical properties and compressive strength.

Effect of the age on the compressive strength

To find out if the compressive strength of the concrete mixtures C60-40 and C70-30 continues to increase after the cure is over, the C60-40 and C70-30 concrete mixtures that have been under à 80°C cure for 24 hours were stored at an ambient temperature and tested in compression after 28 days, 56 days and 90 days. The results are shown in Fig. C-5.

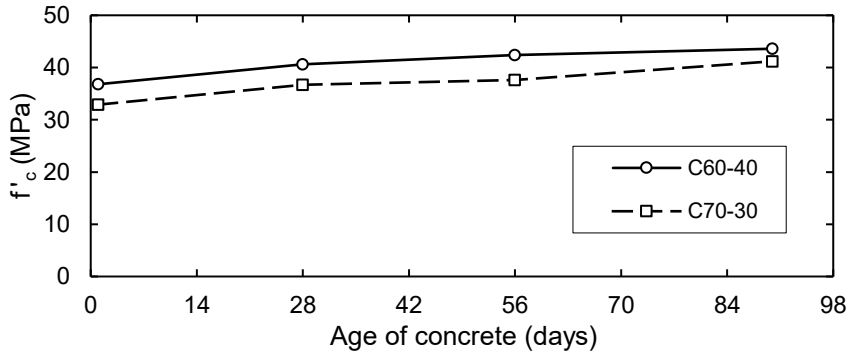


Fig. C-5 : Effect of the age of geopolymer concrete C60-40 and C70-30 stored in ambient condition after a cure at high temperature (24h at 80°C) on the average compressive strength

It can be seen that most of the compressive strength gain is acquired during the high-temperature curing period of 24 h. For the mixtures C60-40 and C70-30, the strength after the cure at 1 day reported in Table C-4 and in Fig. C-5 represent 85% and 80% of the strength measured after 90 days ($f'_{c-1\text{ day}}/\ f'_{c-90\text{ days}}$), respectively. After the cure, the compressive strength slightly increases at ambient temperature, but much more slowly. This suggests that the geopolymerization process slowly continues under ambient condition. Similar results were obtained by few authors FA based geopolymer concrete with and without bauxite residue (Assi et al., 2020; Assi et al., 2018; Hardjito & Rangan, 2005a; Rangan et al., 2005; Zhuang et al., 2016). The gain in strength of BR and FA based geopolymer concrete is greater in the first few days than in the last few days. For example, the gains in strength for the mixture C60-40 were 3.8 MPa between 1 and 28 days, 1.8 MPa between 28 and 56 days, and 1.2 MPa between 56 and 90 days (increase of 10%, 4% and 3%, respectively). This suggests that the speed of the geopolymerization process decreased with time at ambient temperature.

CONCLUSIONS

Geopolymer mortar mixtures based on bauxite residue and class F fly ash have been first developed and tested to study main parameters affecting the mechanical performance. These mortars were then used to fabricate bauxite residue and fly ash based geopolymer concrete. With appropriate mixture proportions and curing condition, in terms of temperature and duration, a large amount of bauxite residue can be used to replace fly ash and obtain geopolymer mortar and concrete with good mechanical properties, similar to normally weight ordinary strength portland cement structural concrete. In general, more research is needed to examine the chemical reactions process and optimizing the mechanical properties. Regarding the tested bauxite residue and fly ash based geopolymer mortar and concrete presented in this paper, it can be concluded that:

- Increasing the amount of bauxite residue reduces the compressive strength of geopolymer mortar. Good compressive strength (20 MPa or more) is obtained for geopolymer mortar with 70% or less of bauxite residue. An increase of the water to binder ratio may, however, reduce the compressive strength of the bauxite residue and fly ash based geopolymer mortar.

- Curing temperature between 50°C and 90°C and cure duration up to 48 h were tested. Selecting a longer cure at the highest temperature increases the resistance of the geopolymer mortar. However, the compressive strength mostly developed within the first 24 h at high temperature. Maximizing curing conditions during the first 24 h helps developing the required compressive strength.

- Much of the compressive strength of bauxite residue and fly ash based geopolymer mortar and concrete compressive strength is developed during the high temperature curing (about 80 to 85%). However, compressive strength continues to increase at ambient conditions, after the high temperature curing period. However, this increase is much lower (gain less than 20%).

- Elastic modulus and tensile strength measured by splitting and flexural tests for bauxite residue and fly ash based geopolymer concrete are similar to the one found in the literature for similar fly ash based geopolymer concrete without bauxite residue. However, these properties are slightly lower than the one expected for similar normal strength portland cement concrete.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors wish to express their gratitude to Rio Tinto, Béton-Préfabriqué-du-Lac and MITACS for financing and supporting this research work. The authors also acknowledge the contributions of the research laboratory CURAL, the Centre on Concrete Infrastructures (CRIB) and the Aluminium Research Centre - REGAL.

REFERENCES

[1] Institute IA. Opportunities for use of bauxite residue in special cements. 2020. p. 50.
[2] Archambo MS. New Horizons for Processing and Utilizing Red Mud: Michigan Technological University; 2021.
[3] Duxson P, Fernández-Jiménez A, Provis JL, Lukey GC, Palomo A, van Deventer JS. Geopolymer technology: the current state of the art. Journal of materials science. 2007;42:2917-33.
[4] Kamseu E, Alzari V, Nuvoli D, Sanna D, Lancellotti I, Mariani A et al. Dependence of the geopolymerization process and end-products to the nature of solid precursors: Challenge of the sustainability. Journal of Cleaner Production. 2021;278:123587.
[5] Hassan A, Arif M, Shariq M. Use of geopolymer concrete for a cleaner and sustainable environment–A review of mechanical properties and microstructure. Journal of cleaner production. 2019;223:704-28.

[6] Wang S, Jin H, Deng Y, Xiao Y. Comprehensive utilization status of red mud in China: A critical review. Journal of Cleaner Production. 2021;289:125136.
[7] Hu W, Nie Q, Huang B, Shu X, He Q. Mechanical and microstructural characterization of geopolymers derived from red mud and fly ashes. Journal of Cleaner Production. 2018;186:799-806.
[8] El-Gass H, Fiset M, Simard G. Formulation d'un mortier géopolymère conducteur à base de résidus de bauxite. Université du Québec à Chicoutimi; 2020. p. 45.
[9] Li Y, Min X, Ke Y, Liu D, Tang C. Preparation of red mud-based geopolymer materials from MSWI fly ash and red mud by mechanical activation. Waste Management. 2019;83:202-8.
[10] Li Y, Liu X, Li Z, Ren Y, Wang Y, Zhang W. Preparation, characterization and application of red mud, fly ash and desulfurized gypsum based eco-friendly road base materials. Journal of Cleaner Production. 2021;284:124777.
[11] Kumar A, Kumar S. Development of paving blocks from synergistic use of red mud and fly ash using geopolymerization. Construction and building Materials. 2013;38:865-71.
[12] Kim SY, Jun Y, Jeon D, Oh JE. Synthesis of structural binder for red brick production based on red mud and fly ash activated using Ca (OH) 2 and Na2CO3. Construction and Building Materials. 2017;147:101-16.
[13] Chen X, Guo Y, Ding S, Zhang H, Xia F, Wang J et al. Utilization of red mud in geopolymer-based pervious concrete with function of adsorption of heavy metal ions. Journal of cleaner production. 2019;207:789-800.
[14] Tang W, Wang Z, Liu Y, Cui H. Influence of red mud on fresh and hardened properties of self-compacting concrete. Construction and Building Materials. 2018;178:288-300.
[15] Hardjito D, Wallah SE, Sumajouw DM, Rangan BV. On the development of fly ash-based geopolymer concrete. ACI Materials Journal. 2004;101:467-72.
[16] Hardjito D, Rangan BV. Development and properties of low-calcium fly ash-based geopolymer concrete. Curtin University of Technology; 2005. p. 103.
[17] Hardjito D, Wallah SE, Sumajouw D, Rangan B. Properties of geopolymer concrete with fly ash as source material: effect of mixture composition. ACI Special Publication. 2004;222:109-18.
[18] A23.1-14/A23.2-14 C. Concrete materials and methods of concrete construction / Test methods and standard practices for concrete. CSA Group; 2014. p. 690.
[19] Shalaby D. Développement d'un béton géopolymère à base de résidu de bauxite et de cendre volante pour des éléments architecturaux: Université du Québec à Chicoutimi; 2023.
[20] fib. fib Model Code for Concrete Structures 2010. fédération internationale du béton: Ernst and Sohn; 2013.
[21] ACI-318. Building Code Requirements for Structural Concrete (ACI 318-14). Farmington Hills: American Concrete Institute; 2014. p. 520.
[22] CSA-A23.3. Design of Concrete Structures. Toronto, ON: Canadian Standards Association 2019. p. 301.
[23] Zhuang XY, Chen L, Komarneni S, Zhou CH, Tong DS, Yang HM et al. Fly ash-based geopolymer: clean production, properties and applications. Journal of Cleaner Production. 2016;125:253-67.
[24] Sofi M, Van Deventer J, Mendis P, Lukey G. Engineering properties of inorganic polymer concretes (IPCs). Cement and concrete research. 2007;37:251-7.

[25] Sofi M, Van Deventer J, Mendis P, Lukey G. Bond performance of reinforcing bars in inorganic polymer concrete (IPC). Journal of Materials Science. 2007;42:3107-16.
[26] Lee B, Kim G, Kim R, Cho B, Lee S, Chon C-M. Strength development properties of geopolymer paste and mortar with respect to amorphous Si/Al ratio of fly ash. Construction and Building Materials. 2017;151:512-9.
[27] Nath P, Sarker PK. Flexural strength and elastic modulus of ambient-cured blended low-calcium fly ash geopolymer concrete. Construction and Building Materials. 2017;130:22-31.
[28] Fernandez-Jimenez AM, Palomo A, Lopez-Hombrados C. Engineering properties of alkali-activated fly ash concrete. ACI Materials Journal. 2006;103:106.
[29] Rangan BV, Hardjito D, Wallah SE, Sumajouw D. Studies on fly ash-based geopolymer concrete. Proceedings of the world congress geopolymer, Saint Quentin, France; 2005. p. 133-7.
[30] Assi LN, Deaver EE, Ziehl P. Effect of source and particle size distribution on the mechanical and microstructural properties of fly Ash-Based geopolymer concrete. Construction and Building Materials. 2018;167:372-80.
[31] Assi LN, Carter K, Deaver E, Ziehl P. Review of availability of source materials for geopolymer/sustainable concrete. Journal of Cleaner Production. 2020;263:121477.

Annexe D – Formulations de géopolymère développées

Tableau D-1 : Formulations développés à partir du Plan factoriel complet

Identification	Quantité en kg/m^3				
	Cendre Volante	Résidu de Bauxite	Solution de NaOH		Silicate de Sodium
			Eau	NaOH (kg)	
C1	1 199,15	299,79	91,72	29,34	403,56
C2	648,00	972,00	99,13	31,71	436,15
C3	1 198,38	299,59	113,49	36,31	374,49
C4	647,55	971,32	122,65	39,24	404,72
C5	1 028,00	257,00	112,33	35,94	494,23
C6	549,18	823,78	120,02	38,40	528,06
C7	1 027,19	256,80	138,97	44,46	458,57
C8	548,72	823,08	148,47	47,50	489,93
C9	1 216,30	304,08	78,73	44,07	409,33
C10	658,03	987,05	85,18	47,69	442,91
C11	1 219,66	304,91	97,74	54,72	381,14
C12	659,99	989,99	105,78	59,22	412,50
C13	1 046,07	261,52	96,72	54,15	502,92
C14	559,51	839,26	103,47	57,93	537,99
C15	1 049,61	262,40	120,16	67,27	468,58
C16	561,54	842,31	128,57	71,98	501,37

Tableau D-2 : Formulations développés à partir du Plan de Taguchi

Identification	Quantité en kg/m^3				
	Cendre Volante	Résidu de Bauxite	Solution de NaOH		Silicate de Sodium
			Eau	NaOH (kg)	
T1	1 308,89	327,22	56,81	18,18	374,94
T2	1 216,30	304,08	78,73	44,07	409,33
T3	1 145,02	286,25	96,56	77,23	434,49
T4	1 088,70	272,18	111,20	115,62	453,63
T5	952,49	634,99	51,45	41,15	463,02
T6	1 053,16	702,10	54,61	56,78	371,31
T7	795,86	530,58	143,56	45,93	473,73
T8	879,48	586,32	133,12	74,53	415,31
T9	612,30	918,45	53,16	55,27	542,14
T10	567,33	851,00	90,93	72,72	545,51
T11	723,41	1 085,12	91,10	51,00	355,25
T12	647,16	970,74	143,00	45,75	377,51
T13	425,25	992,26	75,73	42,40	590,63
T14	454,30	1 060,04	112,52	36,00	495,07
T15	518,56	1 209,97	84,74	88,11	432,13
T16	564,54	1 317,26	95,84	76,66	345,00

Tableau D-3: Formulations sélectionnées pour analyser les effets de l'ajout de granulats

Identification	Quantité en kg/m^3				
	Cendre Volante	Résidu de Bauxite	Solution de NaOH		Silicate de Sodium
			Eau	NaOH (kg)	
T17	1 054,85	703,24	89,54	71,62	322,32
T18	641,88	962,81	98,71	78,95	444,15
T19	878,15	603,73	124,97	84,96	419,87

Tableau D-4: Formulations avec granulats ordinaires

Identification	Quantité en kg/m^3						
	Cendre Volante	Résidu de Bauxite	Solution de NaOH		Silicate de Sodium	Sable	Gros granulat
			Eau	NaOH (kg)			
A1(T17)	369,20	246,13	31,34	25,07	112,81	1 743,30	-
A2(T17)	580,17	386,78	49,25	39,39	177,27	1 206,90	-
A3(T17)	369,20	246,13	31,34	25,07	112,81	784,49	1 017,09
A4(T17)	580,17	386,78	49,25	39,39	177,27	543,11	704,14
A1(T18)	224,66	336,98	34,55	27,63	155,45	1 743,30	-
A2(T18)	353,03	529,55	54,29	43,42	244,29	1 206,90	-
A3(T18)	224,66	336,98	34,55	27,63	155,45	784,49	1 017,09
A4(T18)	353,03	529,55	54,29	43,42	244,29	543,11	704,14
A1(T19)	307,35	211,31	43,74	29,74	146,95	1 743,30	-
A2(T19)	482,99	332,05	68,74	46,73	230,93	1 206,90	-
A3(T19)	307,35	211,31	43,74	29,74	146,95	784,49	1 017,09
A4(T19)	482,99	332,05	68,74	46,73	230,93	543,11	704,14

Tableau D-5: Formulations avec granulats de magnétite

Identification	Quantité en kg/m^3						
	Cendre Volante	Résidu de Bauxite	Solution de NaOH		Silicate de Sodium	Sable de magnétite	Gros granulat de magnétite
			Eau	NaOH (kg)			
A1(T19)MG	307,35	211,31	43,74	29,74	146,95	2 996,50	-
A2(T19)MG	482,99	332,05	68,74	46,73	230,93	2 074,50	-
A3(T19)MG	307,35	211,31	43,74	29,74	146,95	1 348,43	1 612,33
A4(T19)MG	482,99	332,05	68,74	46,73	230,93	933,53	1 116,23

Tableau D-6: Formulations avec LCLL graphite

Identification	Quantité en kg/m^3					
	Cendre Volante	Résidu de Bauxite	Solution de NaOH		Silicate de Sodium	LCLL graphite
			Eau	NaOH (kg)		
T19L5	834,25	573,54	118,72	80,71	398,87	108,00
T19L7,5	812,29	558,45	115,60	78,59	388,38	162,00
T19L10	790,34	543,36	112,48	76,46	377,88	216,00
T19L20	702,52	482,99	99,98	67,97	335,89	432,00

Tableau D-7: Formulation A3(T19L7,5)MG incorporant du LCLL, du graphite et des granulats de magnétite

Quantité en kg/m^3							
Cendre Volante	Résidu de Bauxite	Solution de NaOH		Silicate de Sodium	LCLL graphite	Sable de magnétite	Gros granulat de magnétite
		Eau	NaOH (kg)				
284,30	195,46	40,46	27,51	135,93	56,70	1 348,43	1 612,33

Annexe E – Fiches des matériaux utilisés

FICHE DE DONNÉES DE SÉCURITÉ

RioTinto

Section 1. Identification

Nom du produit : Filtered Bauxite Residue
Code du produit : 98
Type de produit : Pâte.

Utilisations pertinentes identifiées de la substance ou du mélange et utilisations non recommandées

Utilisations identifiées
Industriel comme source d'alumine

Utilisations non recommandées	Raison
Non identifié.	-

Données relatives au fournisseur : Usine d'alumine Vaudreuil
1955 boul Mellon, QC
G7S 4L2
Canada
Telephone: 418-699-2111

Adresse courriel de la personne responsable de cette FDS : rta.msds@riotinto.com

Numéro de téléphone à composer en cas d'urgence : +1 215 207 0061 (Rio Tinto Aluminium)
Assistance pour les urgences chimiques, déversements, incendies ou premiers soins.

Section 2. Identification des dangers

Classement de la substance ou du mélange : CORROSION CUTANÉE - Catégorie 1
LÉSIONS OCULAIRES GRAVES - Catégorie 1
CANCÉROGÉNICITÉ - Catégorie 1
TOXICITÉ POUR CERTAINS ORGANES CIBLES - EXPOSITIONS RÉPÉTÉES - Catégorie 1
Dangers pour la santé non classifiés ailleurs - Catégorie 1

Éléments d'étiquetage SGH

Pictogrammes de danger :

Mention d'avertissement : Danger

Section 2. Identification des dangers

Mentions de danger : Provoque de graves brûlures de la peau et de graves lésions des yeux.
Peut provoquer le cancer.
Risque avéré d'effets graves pour les organes à la suite d'expositions répétées ou d'une exposition prolongée. (poumons)
Provoque des brûlures graves du tube digestif.

Conseils de prudence

Prévention : Se procurer les instructions avant utilisation. Ne pas manipuler avant d'avoir lu et compris toutes les précautions de sécurité. Porter des gants de protection, des vêtements et équipement de protection des yeux ou du visage. Ne pas respirer les poussières. Ne pas manger, boire ou fumer en manipulant ce produit. Se laver soigneusement après manipulation.

Intervention : EN CAS d'exposition prouvée ou suspectée: Consulter un médecin. EN CAS D'INHALATION: Transporter la personne à l'extérieur et la maintenir dans une position où elle peut confortablement respirer. Appeler immédiatement un CENTRE ANTIPOISON ou un médecin. EN CAS D'INGESTION: Appeler immédiatement un CENTRE ANTIPOISON ou un médecin. Rincer la bouche. Ne PAS faire vomir. EN CAS DE CONTACT AVEC LA PEAU (ou les cheveux): Enlever immédiatement tous les vêtements contaminés. Rincer la peau avec de l'eau. Appeler immédiatement un CENTRE ANTIPOISON ou un médecin. Laver les vêtements contaminés avant réutilisation. EN CAS DE CONTACT AVEC LES YEUX: Rincer avec précaution à l'eau pendant plusieurs minutes. Enlever les lentilles de contact si la victime en porte et si elles peuvent être facilement enlevées. Continuer à rincer. Appeler immédiatement un CENTRE ANTIPOISON ou un médecin.

Stockage : Garder sous clef.

Élimination : Éliminer le contenu et le récipient conformément à toutes les réglementations locales, régionales, nationales et internationales.

Éléments d'une étiquette complémentaire : Ne pas goûter ni avaler. Se laver soigneusement après manipulation.

Dangers non classés ailleurs : Provoque des brûlures graves du tube digestif.

Selon le type de manipulation et d'utilisation (p. ex., broyage, séchage), des particules de silice cristalline alvéolaire (quartz - cristobalite) sont susceptibles d'être générées dans l'air. Une inhalation prolongée et/ou massive de poussières de silice cristalline alvéolaire peut provoquer une fibrose pulmonaire, communément appelée silicose. Les principaux symptômes de la silicose sont la toux et l'essoufflement. L'exposition professionnelle aux poussières de silice cristalline alvéolaire doit être surveillée et contrôlée.

Section 3. Composition/information sur les ingrédients

Substance/préparation : Substance

Numéro CAS / autres identificateurs uniques

Numéro CAS : Non disponible.

Nom des ingrédients	% (p/p)	Numéro CAS	Secret de fabrication
Trioxyde de fer(III)	15 - 40	1309-37-1	
Aluminium, oxyde d'	10 - 30	1344-28-1	
Dioxyde de titane	4 - 15	1317-70-0	
quartz (SiO2)	3 - 15	14808-60-7	
Hydroxyde de sodium	4 - 10	1310-73-2	
Sodium, oxyde de	2 - 10	12401-86-4	
Calcium, oxyde de	1 - 8	1305-78-8	

Le produit ne contient aucun ingrédient exigeant une déclaration dans cette section, selon les connaissances actuelles du fournisseur et les concentrations de classification en vigueur.

Section 3. Composition/information sur les ingrédients

Les limites d'exposition professionnelle, quand elles sont disponibles, sont énumérées à la section 8.

Section 4. Premiers soins

Description des premiers soins nécessaires

Contact avec les yeux : Consulter un médecin immédiatement. Appeler un centre antipoison ou un médecin. Rincer immédiatement les yeux à grande eau, en soulevant de temps en temps les paupières supérieures et inférieures. Vérifier si la victime porte des verres de contact et dans ce cas, les lui enlever. Continuer à rincer pendant au moins 10 minutes. Les brûlures chimiques doivent être traitées rapidement par un médecin.

Inhalation : Consulter un médecin immédiatement. Appeler un centre antipoison ou un médecin. Transporter la victime à l'extérieur et la maintenir au repos dans une position où elle peut confortablement respirer. Si l'on soupçonne que des fumées sont encore présentes, le sauveteur devra porter un masque adéquat ou un appareil de protection respiratoire autonome. En l'absence de respiration, en cas de respiration irrégulière ou d'arrêt respiratoire, il faut que du personnel qualifié administre la respiration artificielle ou de l'oxygène. Le bouche-à-bouche peut se révéler dangereux pour la personne portant secours. Si la personne est inconsciente, la placer en position de rétablissement et consulter un médecin immédiatement. Assurez-vous d'une bonne circulation d'air. Détacher tout ce qui pourrait être serré, comme un col, une cravate, une ceinture ou un ceinturon.

Contact avec la peau : Consulter un médecin immédiatement. Appeler un centre antipoison ou un médecin. Rincer la peau contaminée avec beaucoup d'eau. Retirer les vêtements et les chaussures contaminés. Laver abondamment à l'eau les vêtements contaminés avant de les retirer, ou porter des gants. Continuer à rincer pendant au moins 10 minutes. Les brûlures chimiques doivent être traitées rapidement par un médecin. Laver les vêtements avant de les réutiliser. Laver soigneusement les chaussures avant de les remettre.

Ingestion : Consulter un médecin immédiatement. Appeler un centre antipoison ou un médecin. Laver la bouche avec de l'eau. Enlever les prothèses dentaires s'il y a lieu. Transporter la victime à l'extérieur et la maintenir au repos dans une position où elle peut confortablement respirer. En cas d'ingestion de la matière et si la personne exposée est consciente, lui donner de petites quantités d'eau à boire. Arrêter si la personne se sent malade car des vomissements peuvent être dangereux. Ne pas faire vomir sauf indication contraire émanant du personnel médical. En cas de vomissements, garder la tête basse afin d'éviter la pénétration du vomi dans les poumons. Les brûlures chimiques doivent être traitées rapidement par un médecin. Ne rien faire ingérer à une personne inconsciente. Si la personne est inconsciente, la placer en position de rétablissement et consulter un médecin immédiatement. Assurez-vous d'une bonne circulation d'air. Détacher tout ce qui pourrait être serré, comme un col, une cravate, une ceinture ou un ceinturon.

Symptômes et effets les plus importants, qu'ils soient aigus ou retardés

Effets aigus potentiels sur la santé

Contact avec les yeux : Provoque de graves lésions des yeux.

Inhalation : Aucun effet important ou danger critique connu.

Contact avec la peau : Provoque de graves brûlures.

Ingestion : Gravement corrosif au tube digestif. Provoque de graves brûlures.

Signes/symptômes de surexposition

Contact avec les yeux : Les symptômes néfastes peuvent éventuellement comprendre ce qui suit:
douleur
larmoiement
rougeur

Inhalation : Aucune donnée spécifique.

Section 4. Premiers soins

Contact avec la peau : Les symptômes néfastes peuvent éventuellement comprendre ce qui suit:
douleur ou irritation
rougeur
la formation d'ampoules peut éventuellement apparaître

Ingestion : Les symptômes néfastes peuvent éventuellement comprendre ce qui suit:
douleurs stomacales

Mention de la nécessité d'une prise en charge médicale immédiate ou d'un traitement spécial, si nécessaire

Note au médecin traitant : Traitement symptomatique requis. Contactez le spécialiste en traitement de poison immédiatement si de grandes quantités ont été ingérées ou inhalées.

Traitements particuliers : Pas de traitement particulier.

Protection des sauveteurs : Ne prendre aucune mesure impliquant un risque personnel ou en l'absence de formation adéquate. Si l'on soupçonne que des fumées sont encore présentes, le sauveteur devra porter un masque adéquat ou un appareil de protection respiratoire autonome. Le bouche-à-bouche peut se révéler dangereux pour la personne portant secours. Laver abondamment à l'eau les vêtements contaminés avant de les retirer, ou porter des gants.

Voir Information toxicologique (section 11)

Section 5. Mesures à prendre en cas d'incendie

Moyens d'extinction

Agents extincteurs appropriés : Employer un agent extincteur qui convient aux feux environnants.

Agents extincteurs inappropriés : Aucun connu.

Dangers spécifiques du produit : Aucun risque spécifique d'incendie ou d'explosion.

Produit de décomposition thermique dangereux : Les produits de décomposition peuvent éventuellement comprendre les substances suivantes:
oxyde/oxydes de métal

Mesures spéciales de protection pour les pompiers : En présence d'incendie, circonscrire rapidement le site en évacuant toute personne se trouvant près des lieux de l'accident. Ne prendre aucune mesure impliquant un risque personnel ou en l'absence de formation adéquate.

Équipement de protection spécial pour le personnel préposé à la lutte contre le feu : Il est impératif que les pompiers portent un équipement de protection adéquat, ainsi qu'un appareil respiratoire autonome (ARA) équipé d'un masque couvre-visage à pression positive.

Remarque : Ininflammable.

Remarque : Not explosive.

Section 6. Mesures à prendre en cas de déversement accidentel

Précautions individuelles, équipements de protection et mesures d'urgence

Pour le personnel non affecté aux urgences : Ne prendre aucune mesure impliquant un risque personnel ou en l'absence de formation adéquate. Évacuer les environs. Empêcher l'accès aux personnes gênantes ou non protégées. Ne pas toucher ni marcher dans le produit répandu. Assurer une ventilation adéquate. Porter un appareil respiratoire approprié lorsque le système de ventilation est inadéquat. Porter un équipement de protection individuelle approprié.

Section 6. Mesures à prendre en cas de déversement accidentel

Intervenants en cas d'urgence : Si des vêtements spécialisés sont requis pour traiter un déversement, prendre note de tout renseignement donné à la Section 8 sur les matériaux appropriés ou non. Consultez également les renseignements sous « Pour le personnel non affecté aux urgences ».

Précautions environnementales : Évitez la dispersion des matériaux déversés, ainsi que leur écoulement et tout contact avec le sol, les voies navigables, les drains et les égouts. Avertir les autorités compétentes si le produit a engendré une pollution environnementale (égouts, voies navigables, sol ou air).

Méthodes et matériaux pour le confinement et le nettoyage

Petit déversement : Éviter la formation de poussière. Ne pas balayer à sec. Ramasser la poussière avec un aspirateur muni d'un filtre HEPA et placer la poussière dans un contenant à déchets fermé et étiqueté. Placer le produit déversé dans un contenant à déchets désigné et étiqueté. Recyclez, si possible. Les déchets doivent être éliminés conformément à la réglementation en vigueur.

Grand déversement : S'approcher des émanations dans la même direction que le vent. Éviter la formation de poussière. Ne pas balayer à sec. Ramasser la poussière avec un aspirateur muni d'un filtre HEPA et placer la poussière dans un contenant à déchets fermé et étiqueté. Éviter qu'il se forme un nuage de poussières et prévenir la dispersion par le vent. Les déchets doivent être éliminés conformément à la réglementation en vigueur. Recyclez, si possible. Nota : Voir Section 1 pour de l'information relative aux urgences et voir Section 13 pour l'élimination des déchets.

Section 7. Manutention et stockage

Précautions relatives à la sûreté en matière de manutention

Mesures de protection : Revêtir un équipement de protection individuelle approprié (voir Section 8). Éviter l'exposition - se procurer des instructions spéciales avant l'utilisation. Ne pas manipuler avant d'avoir lu et compris toutes les précautions de sécurité. Éviter tout contact avec les yeux, la peau et les vêtements. Ne pas ingérer. Si au cours d'une utilisation normale, la substance présente un danger respiratoire, une ventilation adéquate ou le port d'un appareil respiratoire est obligatoire. Garder dans le conteneur d'origine ou dans un autre conteneur de substitution homologué fabriqué à partir d'un matériau compatible et tenu hermétiquement clos lorsqu'il n'est pas utilisé. Les contenants (ou récipients) vides retiennent des résidus de produit et peuvent présenter un danger. Ne pas réutiliser ce contenant (ou récipient).

Conseils sur l'hygiène générale au travail : Il est interdit de manger, boire ou fumer dans les endroits où ce produit est manipulé, entreposé ou traité. Les personnes travaillant avec ce produit devraient se laver les mains et la figure avant de manger, boire ou fumer. Retirer les vêtements et l'équipement de protection contaminés avant de pénétrer dans des aires de repas. Consulter également la Section 8 pour d'autres renseignements sur les mesures d'hygiène.

Conditions de sûreté en matière de stockage, y compris les incompatibilités : Entreposer conformément à la réglementation locale. Garder sous clef. Entreposer de façon à éviter de produire de la poussière et à éviter la dissémination du produit.

Section 8. Contrôle de l'exposition/protection individuelle

Paramètres de contrôle

Limites d'exposition professionnelle

Section 8. Contrôle de l'exposition/protection individuelle

Nom des ingrédients	Limites d'exposition
Trioxyde de fer(III)	**CA Alberta Provincial (Canada, 6/2018).** 8 hrs OEL: 5 mg/m³, (as Fe) 8 heures. Forme: Respirable **CA Ontario Provincial (Canada, 6/2019).** TWA: 5 mg/m³ 8 heures. Forme: Respirable particulate matter. **CA British Columbia Provincial (Canada, 3/2022).** TWA: 10 mg/m³ 8 heures. Forme: Empoussiérage total **CA Québec Provincial (Canada, 6/2021).** VEMP: 5 mg/m³, (en Fe) 8 heures. Forme: fumées et poussières **CA Saskatchewan Provincial (Canada, 7/2013).** STEL: 10 mg/m³, (measured as Fe) 15 minutes. Forme: Poussière et fumée TWA: 5 mg/m³, (measured as Fe) 8 heures. Forme: Poussière et fumée
Aluminium, oxyde d'	**CA British Columbia Provincial (Canada, 3/2022). [Aluminum metal and insoluble compounds]** TWA: 1 mg/m³ 8 heures. Forme: Respirable **CA Ontario Provincial (Canada, 6/2019). [Aluminum metal and insoluble compounds]** TWA: 1 mg/m³ 8 heures. Forme: Respirable particulate matter. **CA Québec Provincial (Canada, 6/2021).** VEMP: 10 mg/m³, (en Al) 8 heures. Forme: La poussière totale. **CA Alberta Provincial (Canada, 6/2018).** 8 hrs OEL: 10 mg/m³ 8 heures. **CA Saskatchewan Provincial (Canada, 7/2013).** STEL: 20 mg/m³ 15 minutes. TWA: 10 mg/m³ 8 heures.
quartz (SiO2)	**CA Québec Provincial (Canada, 6/2021). [Silice cristalline, quartz]** VEMP: 0.1 mg/m³ 8 heures. Forme: La poussière respirable. **CA Alberta Provincial (Canada, 4/2009).** 8 hrs OEL: 0.025 mg/m³ 8 heures. Forme: Respirable particulate
Hydroxyde de sodium	**CA Alberta Provincial (Canada, 6/2018). Sensibilisant cutané.** C: 2 mg/m³ **CA British Columbia Provincial (Canada, 3/2022).** C: 2 mg/m³ **CA Ontario Provincial (Canada, 6/2019).** Ceiling Limit: 2 mg/m³ **CA Québec Provincial (Canada, 6/2021).** VECD: 2 mg/m³ 15 minutes. **CA Saskatchewan Provincial (Canada, 7/2013).** CEIL: 2 mg/m³
Calcium, oxyde de	**CA British Columbia Provincial (Canada, 3/2022).** TWA: 2 mg/m³ 8 heures. **CA Ontario Provincial (Canada, 6/2019).** TWA: 2 mg/m³ 8 heures. **CA Québec Provincial (Canada, 6/2021).** VEMP: 2 mg/m³ 8 heures. **CA Saskatchewan Provincial (Canada, 7/2013).** STEL: 4 mg/m³ 15 minutes. TWA: 2 mg/m³ 8 heures. **CA Alberta Provincial (Canada, 6/2018).** 8 hrs OEL: 2 mg/m³ 8 heures.

Section 8. Contrôle de l'exposition/protection individuelle

Indices d'exposition biologique

No exposure indices known.

Contrôles d'ingénierie appropriés : Si les opérations des utilisateurs génèrent de la poussière, des fumées, des gaz, des vapeurs ou du brouillard, utilisez des enceintes fermées, une ventilation à la source par aspiration ou d'autres d'autres systèmes de contrôle automatique intégrés pour maintenir l'exposition des travailleurs aux contaminants atmosphériques en dessous des limites recommandées ou légales.

Contrôle de l'action des agents d'environnement : Il importe de tester les émissions provenant des systèmes d'aération et du matériel de fabrication pour vous assurer qu'elles sont conformes aux exigences de la législation sur la protection de l'environnement. Dans certains cas, il sera nécessaire d'équiper le matériel de fabrication d'un épurateur de gaz ou d'un filtre ou de le modifier techniquement afin de réduire les émissions à des niveaux acceptables.

Mesures de protection individuelle

Mesures d'hygiène : Après manipulation de produits chimiques, lavez-vous les mains, les avant-bras et le visage avec soin avant de manger, de fumer, d'aller aux toilettes et une fois votre travail terminé. Utiliser les techniques appropriées pour retirer les vêtements contaminés. Laver les vêtements contaminés avant de les réutiliser. Assurez-vous que des bassins oculaires et des douches de décontamination sont installés près des postes de travail.

Protection oculaire/faciale : Le port de lunettes de sécurité conformes à une norme approuvée est obligatoire quand une évaluation des risques le préconise pour éviter toute exposition aux éclaboussures de liquides, à la buée, aux gaz ou aux poussières. Si un contact est possible, les protections suivantes doivent être portées, à moins qu'une évaluation indique un besoin pour une protection supérieure : lunettes de protection contre les produits chimiques et/ou écran facial. Si des risques respiratoires existent, un masque respiratoire complet peut être requis à la place.

Protection de la peau

Protection des mains : Lors de la manipulation de produits chimiques, porter en permanence des gants étanches et résistants aux produits chimiques conformes à une norme approuvée, si une évaluation du risque indique que cela est nécessaire. En tenant compte des paramètres indiqués par le fabricant de gants, vérifier que les gants gardent toujours leurs propriétés de protection pendant leur utilisation. Il faut noter que le temps de claquage pour tout matériau utilisé dans des gants peut varier pour différents fabricants de gants. Dans le cas de mélanges, constitués de plusieurs substances, la durée de protection des gants ne peut pas être évaluée avec précision.

Protection du corps : L'équipement de protection individuelle pour le corps doit être adapté à la tâche exécutée et aux risques encourus, et approuvé par un expert avant toute manipulation de ce produit.

Autre protection pour la peau : Il faut sélectionner des chaussures appropriées et toute autre mesure appropriée de protection de la peau en fonction de la tâche en cours et des risques en cause et cette sélection doit être approuvée par un spécialiste avant de manipuler ce produit.

Protection respiratoire : En fonction du risque et de la possibilité d'une exposition, choisir un respirateur qui est conforme à la norme ou certification appropriée. Les respirateurs doivent être utilisés suivant un programme de protection pour assurer un ajustement, une formation appropriée et d'aspects d'utilisation importants.

Section 9. Propriétés physiques et chimiques

Toutes les propriétés sont mesurées à température et pression standard, sauf indication contraire.

Apparence

État physique	:	Solide. [Brun./ Rouge. Glaise.]
Couleur	:	Brun./ Rouge.
Odeur	:	Terreux/ Acre.
Seuil olfactif	:	Non mesuré
pH	:	12 à 13
Point de fusion et point de congélation	:	2072 °C (alumina)
Point d'ébullition, point d'ébullition initial et plage d'ébullition	:	2980 °C (alumina)
Point d'éclair	:	Sans objet (solide).
Taux d'évaporation	:	Non disponible.
Inflammabilité	:	Ininflammable.
Limite supérieure/inférieure d'inflammabilité ou d'explosivité	:	Sans objet (solide).
Tension de vapeur	:	Sans objet (solide).
Densité de vapeur relative	:	Sans objet (solide).
Densité relative	:	1.3
Bulk density	:	Non disponible.
Granulométrie	:	<200 micromètres
Solubilité dans l'eau	:	Insolubles
Miscible avec l'eau	:	Non.
Coefficient de partage n-octanol/eau	:	Non applicable. Inorganique Substance
Température d'auto-inflammation	:	Sans objet (solide).
Température de décomposition	:	Does not readily decomposed
Viscosité	:	Sans objet (pas liquide).

Caractéristiques des particules

Taille médiane des particules	:	Non disponible.

Section 10. Stabilité et réactivité

Réactivité	:	Aucune donnée d'essai spécifique à la réactivité disponible pour ce produit ou ses ingrédients.
Stabilité chimique	:	Le produit est stable.
Risque de réactions dangereuses	:	Dans des conditions normales de stockage et d'utilisation, aucune réaction dangereuse ne se produit.
Conditions à éviter	:	Aucune donnée spécifique.

Section 10. Stabilité et réactivité

Matériaux incompatibles : Aucune donnée spécifique.

Produits de décomposition dangereux : Dans des conditions normales de stockage et d'utilisation, aucun produit de décomposition dangereux ne devrait apparaître.

Section 11. Données toxicologiques

Renseignements sur les effets toxicologiques

Toxicité aiguë

Nom du produit ou de l'ingrédient	Résultat	Espèces	Dosage	Exposition
quartz (SiO2)	DL50 Cutanée DL50 Orale	Rat Rat	>2000 mg/kg >2000 mg/kg	- -

Irritation/Corrosion

Sensibilisation

Mutagénicité

Cancérogénicité

Classification

Nom du produit ou de l'ingrédient	CIRC	NTP	ACGIH
Trioxyde de fer(III) Aluminium, oxyde d' Dioxyde de titane quartz (SiO2)	3 - 2B 1	- - - -	A4 A4 - -

Toxicité pour la reproduction

Tératogénicité

Toxicité systémique pour certains organes cibles - exposition unique -

Nom	Catégorie	Voie d'exposition	Organes cibles
Calcium, oxyde de	Catégorie 3	-	Irritation des voies respiratoires

Toxicité pour certains organes cibles - expositions répétées -

Nom	Catégorie	Voie d'exposition	Organes cibles
quartz (SiO2)	Catégorie 1	inhalation	poumons

Risque d'absorption par aspiration

Renseignements sur les voies d'exposition probables : Voies d'entrée probables : Orale, Cutanée, Inhalation, Yeux.

Effets aigus potentiels sur la santé

Contact avec les yeux : Provoque de graves lésions des yeux.

Inhalation : Aucun effet important ou danger critique connu.

Contact avec la peau : Provoque de graves brûlures.

Ingestion : Gravement corrosif au tube digestif. Provoque de graves brûlures.

Symptômes correspondant aux caractéristiques physiques, chimiques et toxicologiques

Section 11. Données toxicologiques

Contact avec les yeux : Les symptômes néfastes peuvent éventuellement comprendre ce qui suit:
douleur
larmoiement
rougeur

Inhalation : Aucune donnée spécifique.

Contact avec la peau : Les symptômes néfastes peuvent éventuellement comprendre ce qui suit:
douleur ou irritation
rougeur
la formation d'ampoules peut éventuellement apparaître

Ingestion : Les symptômes néfastes peuvent éventuellement comprendre ce qui suit:
douleurs stomacales

Effets différés et immédiats ainsi que les effets chroniques causés par une exposition à court et à long terme

Exposition de courte durée

Effets immédiats possibles : Non disponible.

Effets différés possibles : Non disponible.

Exposition de longue durée

Effets immédiats possibles : Non disponible.

Effets différés possibles : Non disponible.

Effets chroniques potentiels sur la santé

Généralités : Risque avéré d'effets graves pour les organes à la suite d'expositions répétées ou d'une exposition prolongée.

Cancérogénicité : Une exposition prolongée et/ou massive aux poussières contenant de la silice cristalline alvéolaire peut provoquer la silicose, une fibrose pulmonaire nodulaire due au dépôt dans les poumons de fines particules alvéolaires de silice cristalline.

La protection des travailleurs contre la silicose doit être garantie par le respect des limites d'exposition professionnelle réglementaires en vigueur et la mise en œuvre de mesures supplémentaires de gestion des risques, le cas échéant (voir section 16 ci-après).

En 1997, le CIRC (le Centre international de recherche sur le cancer) a conclu que la silice cristalline inhalée sur le lieu de travail pouvait provoquer un cancer des poumons chez l'homme. Il a toutefois signalé qu'il ne fallait en aucun cas incriminer toutes les circonstances industrielles et tous les types de silice cristalline. (Monographies du CIRC sur l'évaluation des risques carcinogènes des substances chimiques pour les hommes, Silice, poussières de silicates et fibres organiques, 1997, Vol. 68, CIRC, Lyon, France).

Contient> 0,1% de silice cristalline qui, dans la forme de poussière de quartz ou de cristobalite est considéré par le CIRC comme cancérogène pour les humains (Groupe 1).

Mutagénicité : Aucun effet important ou danger critique connu.

Toxicité pour la reproduction : Aucun effet important ou danger critique connu.

Valeurs numériques de toxicité

Estimations de la toxicité aiguë

Section 11. Données toxicologiques

Nom du produit ou de l'ingrédient	Orale (mg/kg)	Cutané (mg/kg)	Inhalation (gaz) (ppm)	Inhalation (vapeurs) (mg/l)	Inhalation (poussières et brouillards) (mg/l)
RTA - Filtered Bauxite Residue	8333.3	8333.3	N/A	N/A	N/A
quartz (SiO2)	2500	2500	N/A	N/A	N/A

Section 12. Données écologiques

Toxicité

Nom du produit ou de l'ingrédient	Résultat	Espèces	Exposition
Hydroxyde de sodium	Aiguë CE50 40.38 mg/l Eau douce	Daphnie - Ceriodaphnia dubia - Neonate	48 heures
	Aiguë CE50 40.38 mg/l Eau douce	Daphnie - Ceriodaphnia dubia - Neonate	48 heures
	Aiguë CL50 33 à 100 mg/l Eau de mer	Crustacés - Crangon crangon - Adult	48 heures
	Aiguë CL50 125 mg/l Eau douce	Poisson - Gambusia affinis - Adult	96 heures
	Aiguë CL50 196 mg/l Eau de mer	Poisson - Poecilia reticulata - Young	96 heures
	Chronique NOEC 56 mg/l Eau de mer	Poisson - Poecilia reticulata - Young	96 heures
Calcium, oxyde de	Chronique NOEC 100 mg/l Eau douce	Poisson - Oreochromis niloticus - Juvénile (jeune à l'envol, larve de poisson, porcelet sevré)	46 jours

Persistance et dégradation

Non disponible.

Potentiel de bioaccumulation

Nom du produit ou de l'ingrédient	LogKoe	FBC	Potentiel
Calcium, oxyde de	-	2.34	faible

Mobilité dans le sol

Coefficient de répartition sol/eau (K_{OC}) : Non disponible.

Autres effets nocifs : Aucun effet important ou danger critique connu.

Section 13. Données sur l'élimination

Méthodes d'élimination : Il est important de réduire au minimum, voire d'éviter la génération de déchets chaque fois que c'est possible. Éliminer le surplus et les produits non recyclables par l'intermédiaire d'une entreprise spécialisée autorisée. La mise au rebut de ce produit, des solutions et de tous les co-produits doit obéir en permanence aux dispositions de la législation sur la protection de l'environnement et l'élimination des déchets et demeurer conforme aux exigences des pouvoirs publics locaux. Évitez la dispersion des matériaux déversés, ainsi que leur écoulement et tout contact avec le sol, les voies navigables, les drains et les égouts. Recyclez, si possible.

Section 14. Informations relatives au transport

	Classification pour le TMD	Classification pour le DOT	IMDG	IATA
Numéro ONU	UN3262	UN3262	UN3262	UN3262
Désignation officielle de transport de l'ONU	SOLIDE INORGANIQUE CORROSIF, BASIQUE, N.S.A. (Sodium, hydroxyde de)	SOLIDE INORGANIQUE CORROSIF, BASIQUE, N.S.A. (Sodium, hydroxyde de)	SOLIDE INORGANIQUE CORROSIF, BASIQUE, N.S.A. (Sodium, hydroxyde de)	SOLIDE INORGANIQUE CORROSIF, BASIQUE, N.S.A. (Sodium, hydroxyde de)
Classe de danger relative au transport	8	8	8	8
Groupe d'emballage	II	II	II	II
Dangers environnementaux	Non.	Non.	Non.	Non.

Autres informations

Classification pour le TMD : Produit classé conformément aux sections suivantes de Transport des marchandises dangereuses Règlements. 2.40-2.42 (Classe 8).
Limite pour explosifs et indice des quantités limitées 1
Indice de véhicule routier ou ferroviaire de passagers 15
Dispositions particulières 16

Classification pour le DOT : **Quantité à déclarer** 14285.7 lb / 6485.7 kg. Les dimensions relatives à des emballages expédiés en quantités inférieures à la quantité à déclarer du produit ne sont pas soumises aux exigences de transport de la quantité à déclarer.
Quantité limitée Oui.
Instructions de conditionnement Exceptions: 154. Non vrac: 212. Vrac: 240.
Limitation de quantité Voie aérienne [aéronef de passagers]/ferroviaire: 15 kg. Avion cargo: 50 kg.
Dispositions particulières IB8, IP2, IP4, T3, TP33

IMDG : **Urgences** F-A, S-B
Dispositions particulières 274

IATA : **Limitation de quantité** Avion-passagers et avion-cargo: 15 kg. Directives du conditionnement 859. Avion-cargo uniquement: 50 kg. Directives du conditionnement 863. Quantités limitées - Avion-passagers: 5 kg. Directives du conditionnement Y844.
Dispositions particulières A3, A803

Section 14. Informations relatives au transport

Protections spéciales pour l'utilisateur : Non applicable.

Transport en vrac aux termes des instruments IMO : Non applicable.

Section 15. Informations sur la réglementation

Listes canadiennes

INRP canadien : Aucun des composants n'est répertorié.

Substances toxiques au sens de la LCPE (Loi canadienne sur la protection de l'environnement) : Aucun des composants n'est répertorié.

Réglementations Internationales

Liste des substances chimiques des tableaux I, II et III de la Convention sur les armes chimiques

Non inscrit.

Protocole de Montréal

Non inscrit.

Convention de Stockholm relative aux polluants organiques persistants

Non inscrit.

Convention de Rotterdam sur le consentement préalable donné en connaissance de cause (PIC)

Non inscrit.

Protocole d'Aarhus de la CEE-ONU relatif aux POP et aux métaux lourds

Non inscrit.

Liste d'inventaire

Australie : Indéterminé.

Canada : Un composant au moins n'est pas répertorié dans la DSL (Liste intérieure des substances), mais de tels composants figurent tous dans la NDSL (Liste extérieure des substances).

Chine : Tous les composants sont répertoriés ou exclus.

Union économique eurasiatique : **Inventaire de la Fédération russe**: Tous les composants sont répertoriés ou exclus.

Japon : **Inventaire du Japon (CSCL)**: Tous les composants sont répertoriés ou exclus. **Inventaire japonais (ISHL)**: Indéterminé.

Nouvelle-Zélande : Tous les composants sont répertoriés ou exclus.

Philippines : Tous les composants sont répertoriés ou exclus.

République de Corée : Indéterminé.

Taïwan : Tous les composants sont répertoriés ou exclus.

Thaïlande : Tous les composants sont répertoriés ou exclus.

Turquie : Indéterminé.

États-Unis : Indéterminé.

Viêt-Nam : Tous les composants sont répertoriés ou exclus.

Section 16. Autres informations

Historique

Date d'édition/Date de révision : 1/16/2023

Date de publication précédente : Aucune validation antérieure

Version : 1

Légende des abréviations : ETA = Estimation de la toxicité aiguë
FBC = Facteur de bioconcentration
SGH = Système Général Harmonisé de classification et d'étiquetage des produits chimiques
RPD = Règlement sur les produits dangereux
IATA = Association international du transport aérien
CVI = conteneurs en vrac intermédiaires
code IMDG = code maritime international des marchandises dangereuses
IMSBC = International solides en vrac code Cargos Maritime
LogKoe = coefficient de partage octanol/eau
MARPOL = Convention internationale pour la prévention de la pollution par les navires de 1973, telle que modifiée par le Protocole de 1978. ("MARPOL" = pollution maritime)
N/A = Non disponible
SGG = Groupe de séparation
NU = Nations Unies

Procédure utilisée pour préparer la classification

Classification	Justification
CORROSION CUTANÉE - Catégorie 1	Sur la base de données d'essais
LÉSIONS OCULAIRES GRAVES - Catégorie 1	Sur la base de données d'essais
CANCÉROGÉNICITÉ - Catégorie 1	Méthode de calcul
TOXICITÉ POUR CERTAINS ORGANES CIBLES - EXPOSITIONS RÉPÉTÉES - Catégorie 1	Méthode de calcul
Dangers pour la santé non classifiés ailleurs - Catégorie 1	Méthode de calcul

Références : Non disponible.

Indique quels renseignements ont été modifiés depuis la version précédente.

Canada / 4.13 / FR-CA

Avis au lecteur

Au meilleur de nos connaissances, l'information contenue dans ce document est exacte. Toutefois, ni le fournisseur ci-haut mentionné, ni aucune de ses succursales ne peut assumer quelque responsabilité que ce soit en ce qui a trait à l'exactitude ou à la complétude des renseignements contenus aux présentes.
Il revient exclusivement à l'utilisateur de déterminer l'appropriation des matières. Toutes les matières peuvent présenter des dangers inconnus et doivent être utilisées avec prudence. Bien que certains dangers soient décrits aux présentes, nous ne pouvons garantir qu'il n'en existe pas d'autres.

RioTinto

Section 1. Identification

Product name : LCLL Graphite

Product code : 330

Product type : Powder.

Relevant identified uses of the substance or mixture and uses advised against

Material uses : Industrial applications: Microcrystalline graphite, Amorphous graphite, Recarburization agent for the iron production, additives in cathode and anode blocks.

Supplier's details : Rio Tinto Aluminium

400-1190 Avenue des Canadiens-de-Montréal,
Montreal, Quebec H3B 0E3, Canada
Telephone: +1 514 848 8000

e-mail address of person responsible for this SDS : rta.msds@riotinto.com

Emergency telephone number : +1 215 207 0061 (Rio Tinto Aluminium)
For advice on chemical emergencies, spillages, fires or first aid.

Section 2. Hazard identification

Classification of the substance or mixture : COMBUSTIBLE DUSTS - Category 1
CARCINOGENICITY - Category 1
SPECIFIC TARGET ORGAN TOXICITY (REPEATED EXPOSURE) (lungs) - Category 1

GHS label elements

Hazard pictograms :

Signal word : Danger

Hazard statements : May form combustible dust concentrations in air.
May cause cancer.
Causes damage to organs through prolonged or repeated exposure. (lungs)

Precautionary statements

Prevention : Obtain special instructions before use. Do not handle until all safety precautions have been read and understood. Wear protective gloves. Wear protective clothing. Wear eye or face protection. Do not breathe dust or mist. Do not eat, drink or smoke when using this product. Wash hands thoroughly after handling.

Response : Get medical attention if you feel unwell. IF exposed or concerned: Get medical attention.

Storage : Store locked up.

Disposal : Dispose of contents and container in accordance with all local, regional, national and international regulations.

Supplemental label elements : Keep container tightly closed. Keep away from heat, hot surfaces, sparks, open flames and other ignition sources. No smoking. Prevent dust accumulation.

Section 2. Hazard identification

Other hazards which do not result in classification : Depending on the type of handling and use (e.g. grinding, drying), airborne respirable crystalline silica (quartz - cristobalite) may be generated. Prolonged and/or massive inhalation of respirable crystalline silica dust may cause lung fibrosis, commonly referred to as silicosis. Principal symptoms of silicosis are cough and breathlessness. Occupational exposure to respirable crystalline silica dust should be monitored and controlled.

Section 3. Composition/information on ingredients

Substance/mixture : Substance

CAS number/other identifiers

CAS number : Not available.

Ingredient name	% (w/w)	CAS number
Natural graphite	80 - 95	7782-42-5
calcium fluoride	<8	7789-75-5
aluminium oxide	1 - 8	1344-28-1
Quartz (SiO2)	<4	14808-60-7
silicon carbide	<3.5	409-21-2

Any concentration shown as a range is to protect confidentiality or is due to batch variation.

There are no additional ingredients present which, within the current knowledge of the supplier and in the concentrations applicable, are classified as hazardous to health or the environment and hence require reporting in this section.

Additional information

This product as supplied contains less than 0.01% respirable crystalline silica (RCS).

Occupational exposure limits, if available, are listed in Section 8.

Section 4. First aid measures

Description of necessary first aid measures

Eye contact : Immediately flush eyes with plenty of water, occasionally lifting the upper and lower eyelids. Check for and remove any contact lenses. Continue to rinse for at least 20 minutes. Get medical attention if irritation occurs.

Inhalation : Remove victim to fresh air and keep at rest in a position comfortable for breathing. If not breathing, if breathing is irregular or if respiratory arrest occurs, provide artificial respiration or oxygen by trained personnel. It may be dangerous to the person providing aid to give mouth-to-mouth resuscitation. Get medical attention. If unconscious, place in recovery position and get medical attention immediately. Maintain an open airway. Loosen tight clothing such as a collar, tie, belt or waistband.

Skin contact : Flush contaminated skin with plenty of water. Continue to rinse for at least 20 minutes. Remove contaminated clothing and shoes. Get medical attention if symptoms occur. Wash clothing before reuse. Clean shoes thoroughly before reuse.

Ingestion : Wash out mouth with water. Remove dentures if any. Remove victim to fresh air and keep at rest in a position comfortable for breathing. If material has been swallowed and the exposed person is conscious, give small quantities of water to drink. Stop if the exposed person feels sick as vomiting may be dangerous. Do not induce vomiting unless directed to do so by medical personnel. If vomiting occurs, the head should be kept low so that vomit does not enter the lungs. Get medical attention. Never give anything by mouth to an unconscious person. If unconscious, place in recovery position and get medical attention immediately. Maintain an open airway. Loosen tight clothing such as a collar, tie, belt or waistband.

Most important symptoms/effects, acute and delayed

Potential acute health effects

Eye contact : Exposure to airborne concentrations above statutory or recommended exposure limits may cause irritation of the eyes.

Inhalation : Exposure to airborne concentrations above statutory or recommended exposure limits may cause irritation of the nose, throat and lungs.

Section 4. First aid measures

Skin contact : No known significant effects or critical hazards.

Ingestion : No known significant effects or critical hazards.

Over-exposure signs/symptoms

Eye contact : Adverse symptoms may include the following:
irritation
redness

Inhalation : Adverse symptoms may include the following:
respiratory tract irritation
coughing

Skin contact : No specific data.

Ingestion : No specific data.

Indication of immediate medical attention and special treatment needed, if necessary

Notes to physician : Treat symptomatically. Contact poison treatment specialist immediately if large quantities have been ingested or inhaled.

Specific treatments : No specific treatment.

Protection of first-aiders : No action shall be taken involving any personal risk or without suitable training. If it is suspected that fumes are still present, the rescuer should wear an appropriate mask or self-contained breathing apparatus. It may be dangerous to the person providing aid to give mouth-to-mouth resuscitation. Wash contaminated clothing thoroughly with water before removing it, or wear gloves.

See toxicological information (Section 11)

Section 5. Fire-fighting measures

Extinguishing media

Suitable extinguishing media : Use dry chemical powder.

Unsuitable extinguishing media : Avoid high pressure media which could cause the formation of a potentially explosible dust-air mixture. Do not use water jet.

Specific hazards arising from the chemical : Fine dust clouds may form explosive mixtures with air. As with any finely granulated product, (i.e flour) a risk of fire is present should the material be dispersed in air and exposed to a source of ignition.

Hazardous thermal decomposition products : Decomposition products may include the following materials:
carbon dioxide
carbon monoxide
halogenated compounds
metal oxide/oxides

Special protective actions for fire-fighters : Promptly isolate the scene by removing all persons from the vicinity of the incident if there is a fire. No action shall be taken involving any personal risk or without suitable training. Move containers from fire area if this can be done without risk. Use water spray to keep fire-exposed containers cool.

Special protective equipment for fire-fighters : Fire-fighters should wear appropriate protective equipment and self-contained breathing apparatus (SCBA) with a full face-piece operated in positive pressure mode.

Remark : Non-flammable. Hard to ignite. Fine dust clouds may form explosive mixtures with air. In case of fire, evacuate area. Inform the appropriate emergency services, giving as much information about the incident or accident and substances involved as possible. Remain upwind and notify those downwind of hazard. Use waterfog to cool intact containers and nearby storage areas.

Section 6. Accidental release measures

Personal precautions, protective equipment and emergency procedures

For non-emergency personnel : No action shall be taken involving any personal risk or without suitable training. Evacuate surrounding areas. Keep unnecessary and unprotected personnel from entering. Do not touch or walk through spilled material. Shut off all ignition sources. No flares, smoking or flames in hazard area. Avoid breathing dust. Provide adequate ventilation. Wear appropriate respirator when ventilation is inadequate. Put on appropriate personal protective equipment.

For emergency responders : If specialized clothing is required to deal with the spillage, take note of any information in Section 8 on suitable and unsuitable materials. See also the information in "For non-emergency personnel".

Environmental precautions : Avoid dispersal of spilled material and runoff and contact with soil, waterways, drains and sewers. Inform the relevant authorities if the product has caused environmental pollution (sewers, waterways, soil or air).

Methods and materials for containment and cleaning up

Small spill : Use spark-proof tools and explosion-proof equipment. Avoid dust generation. Do not dry sweep. Vacuum dust with equipment fitted with a HEPA filter and place in a closed, labeled waste container. Recycle, if possible. Waste must be disposed of according to applicable regulations.

Large spill : Use spark-proof tools and explosion-proof equipment. Avoid dust generation. Do not dry sweep. Vacuum dust with equipment fitted with a HEPA filter and place in a closed, labeled waste container. Avoid creating dusty conditions and prevent wind dispersal. Waste must be disposed of according to applicable regulations. Recycle, if possible. Note: see Section 1 for emergency contact information and Section 13 for waste disposal.

Section 7. Handling and storage

Precautions for safe handling

Protective measures : Put on appropriate personal protective equipment (see Section 8). Avoid exposure - obtain special instructions before use. Do not handle until all safety precautions have been read and understood. Do not get in eyes or on skin or clothing. Do not breathe dust. Do not ingest. Avoid the creation of dust when handling and avoid all possible sources of ignition (spark or flame). Prevent dust accumulation. Use only with adequate ventilation. Wear appropriate respirator when ventilation is inadequate. Keep in the original container or an approved alternative made from a compatible material, kept tightly closed when not in use. Electrical equipment and lighting should be protected to appropriate standards to prevent dust coming into contact with hot surfaces, sparks or other ignition sources. Take precautionary measures against electrostatic discharges. To avoid fire or explosion, dissipate static electricity during transfer by grounding and bonding containers and equipment before transferring material. Empty containers retain product residue and can be hazardous. Do not reuse container.

Advice on general occupational hygiene : Eating, drinking and smoking should be prohibited in areas where this material is handled, stored and processed. Workers should wash hands and face before eating, drinking and smoking. Remove contaminated clothing and protective equipment before entering eating areas. See also Section 8 for additional information on hygiene measures.

Conditions for safe storage, including any incompatibilities : Store in accordance with local regulations. Store in a segregated and approved area. Store locked up. Eliminate all ignition sources. Separate from oxidizing materials. Store so as to avoid dust generation and dispersal. Avoid creating dusty conditions and prevent wind dispersal. Keep in the original container or an approved alternative made from a compatible material, kept tightly closed when not in use.

Section 8. Exposure controls/personal protection

Control parameters

Occupational exposure limits

Ingredient name	Exposure limits
Natural graphite	**CA British Columbia Provincial (Canada, 6/2017).** TWA: 2 mg/m³ 8 hours. Form: Respirable **CA Alberta Provincial (Canada, 4/2009).** 8 hrs OEL: 2 mg/m³ 8 hours. Form: Respirable (all forms except graphite fibres) **CA Quebec Provincial (Canada, 1/2014).** TWAEV: 2 mg/m³ 8 hours. Form: Respirable dust. **CA Ontario Provincial (Canada, 1/2018).** TWA: 2 mg/m³ 8 hours. Form: Respirable fraction. **CA Saskatchewan Provincial (Canada, 7/2013).** STEL: 4 mg/m³ 15 minutes. Form: respirable fraction TWA: 2 mg/m³ 8 hours. Form: respirable fraction
calcium fluoride	**CA Alberta Provincial (Canada, 4/2009).** 8 hrs OEL: 2.5 mg/m³, (as F) 8 hours. **CA British Columbia Provincial (Canada, 6/2017).** TWA: 2.5 mg/m³, (as F) 8 hours. **CA Ontario Provincial (Canada, 1/2018).** TWA: 2.5 mg/m³, (as F) 8 hours. **CA Quebec Provincial (Canada, 1/2014).** TWAEV: 2.5 mg/m³, (as F) 8 hours. **Rio Tinto recommended OEL (Canada, 4/2015).** TWA: 0.5 mg/m³, (as F) 8 hours.
aluminium oxide	**CA British Columbia Provincial (Canada, 6/2017).** TWA: 1 mg/m³ 8 hours. Form: Respirable **CA Ontario Provincial (Canada, 1/2018).** TWA: 1 mg/m³ 8 hours. Form: Respirable fraction. **CA Quebec Provincial (Canada, 1/2014).** TWAEV: 10 mg/m³, (as Al) 8 hours. Form: Total dust. **CA Alberta Provincial (Canada, 4/2009).** 8 hrs OEL: 10 mg/m³ 8 hours. **CA Saskatchewan Provincial (Canada, 7/2013).** STEL: 20 mg/m³ 15 minutes. TWA: 10 mg/m³ 8 hours.
Quartz (SiO2)	**CA Quebec Provincial (Canada, 1/2014).** TWAEV: 0.1 mg/m³ 8 hours. Form: Respirable dust. **CA Alberta Provincial (Canada, 4/2009).** 8 hrs OEL: 0.025 mg/m³ 8 hours. Form: Respirable particulate
silicon carbide	**CA Alberta Provincial (Canada, 4/2009).** 8 hrs OEL: 0.1 f/cc 8 hours. Form: Fibrous 8 hrs OEL: 3 mg/m³ 8 hours. Form: Nonfibrous, respirable particulate 8 hrs OEL: 10 mg/m³ 8 hours. Form: Nonfibrous, total particulate **CA British Columbia Provincial (Canada, 6/2017).** TWA: 10 mg/m³ 8 hours. Form: Inhalable TWA: 3 mg/m³ 8 hours. Form: Respirable TWA: 0.1 f/cc 8 hours. **CA Saskatchewan Provincial (Canada, 7/2013).** STEL: 20 mg/m³ 15 minutes. Form: Inhalable fraction TWA: 10 mg/m³ 8 hours. Form: Inhalable fraction TWA: 0.1 f/cc 8 hours. Form: respirable fiber STEL: 6 mg/m³ 15 minutes. Form: respirable fraction TWA: 3 mg/m³ 8 hours. Form: respirable fraction **CA Quebec Provincial (Canada, 1/2014).** TWAEV: 10 mg/m³ 8 hours. Form: Total dust. **CA Ontario Provincial (Canada, 1/2018).** TWA: 0.1 f/cc 8 hours. Form: fibrous (including whiskers),

Section 8. Exposure controls/personal protection

	respirable fraction TWA: 3 mg/m³ 8 hours. Form: non fibrous, respirable fraction TWA: 10 mg/m³ 8 hours. Form: non-fibrous, inhalable fraction

Appropriate engineering controls : Use only with adequate ventilation. If user operations generate dust, fumes, gas, vapor or mist, use process enclosures, local exhaust ventilation or other engineering controls to keep worker exposure to airborne contaminants below any recommended or statutory limits. The engineering controls also need to keep gas, vapor or dust concentrations below any lower explosive limits. Use explosion-proof ventilation equipment.

Environmental exposure controls : Emissions from ventilation or work process equipment should be checked to ensure they comply with the requirements of environmental protection legislation. In some cases, fume scrubbers, filters or engineering modifications to the process equipment will be necessary to reduce emissions to acceptable levels.

Individual protection measures

Hygiene measures : Wash hands, forearms and face thoroughly after handling chemical products, before eating, smoking and using the lavatory and at the end of the working period. Appropriate techniques should be used to remove potentially contaminated clothing. Wash contaminated clothing before reusing. Ensure that eyewash stations and safety showers are close to the workstation location.

Eye/face protection : Safety eyewear complying with an approved standard should be used when a risk assessment indicates this is necessary to avoid exposure to liquid splashes, mists, gases or dusts. If contact is possible, the following protection should be worn, unless the assessment indicates a higher degree of protection: safety glasses with side-shields. If operating conditions cause high dust concentrations to be produced, use dust goggles.

Skin protection

Hand protection : Chemical-resistant, impervious gloves complying with an approved standard should be worn at all times when handling chemical products if a risk assessment indicates this is necessary. Considering the parameters specified by the glove manufacturer, check during use that the gloves are still retaining their protective properties. It should be noted that the time to breakthrough for any glove material may be different for different glove manufacturers. In the case of mixtures, consisting of several substances, the protection time of the gloves cannot be accurately estimated.

Body protection : Personal protective equipment for the body should be selected based on the task being performed and the risks involved and should be approved by a specialist before handling this product.

Other skin protection : Appropriate footwear and any additional skin protection measures should be selected based on the task being performed and the risks involved and should be approved by a specialist before handling this product.

Respiratory protection : Based on the hazard and potential for exposure, select a respirator that meets the appropriate standard or certification. Respirators must be used according to a respiratory protection program to ensure proper fitting, training, and other important aspects of use.

Section 9. Physical and chemical properties

Appearance

Physical state : Solid.

Color : Black.

Odor : Hydrocarbon. [Slight]

Odor threshold : Not available.

pH : Not available.

Melting point : Not available.

Boiling point : Not available.

Flash point : Not applicable.

Section 9. Physical and chemical properties

Evaporation rate	:	Not available.
Flammability (solid, gas)	:	Not available.
Lower and upper explosive (flammable) limits	:	Non-flammable.
Vapor pressure	:	Not available.
Vapor density	:	Not available.
Bulk density	:	Not available.
Granulometry	:	Not available.
Relative density	:	Not available.
Solubility	:	Insoluble in the following materials: cold water.
Solubility in water	:	Not available.
Partition coefficient: n-octanol/water	:	Not available.
Auto-ignition temperature	:	Not available.
Decomposition temperature	:	Not available.
Viscosity	:	Not available.
Flow time (ISO 2431)	:	Not available.

Section 10. Stability and reactivity

Reactivity	:	No specific test data related to reactivity available for this product or its ingredients.
Chemical stability	:	The product is stable.
Possibility of hazardous reactions	:	Under normal conditions of storage and use, hazardous reactions will not occur.
Conditions to avoid	:	Avoid the creation of dust when handling and avoid all possible sources of ignition (spark or flame). Take precautionary measures against electrostatic discharges. To avoid fire or explosion, dissipate static electricity during transfer by grounding and bonding containers and equipment before transferring material. Prevent dust accumulation.
Incompatible materials	:	Reactive or incompatible with the following materials: oxidizing materials and metals. May ignite or explode in contact with oxidising agents (e.g. hypochlorites), active metals (e.g. sodium), and unsaturated oils.
Hazardous decomposition products	:	Under normal conditions of storage and use, hazardous decomposition products should not be produced.

Section 11. Toxicological information

Information on toxicological effects

Acute toxicity

Product/ingredient name	Result	Species	Dose	Exposure
calcium fluoride	LD50 Oral	Rat	4250 mg/kg	-
aluminium oxide	LD50 Intraperitoneal	Mouse	>3600 mg/kg	-
Quartz (SiO2)	LD50 Dermal	Rat	>2000 mg/kg	-
	LD50 Oral	Rat	>2000 mg/kg	-

Conclusion/Summary : No known significant effects or critical hazards.

Irritation/Corrosion

Conclusion/Summary

Skin : No significant irritation expected other than possible mechanical irritation.

Section 11. Toxicological information

Eyes : No significant irritation expected other than possible mechanical irritation.

Respiratory : May cause respiratory irritation.

Sensitization

Conclusion/Summary

Skin : Non-sensitizer.

Mutagenicity

Conclusion/Summary : No known significant effects or critical hazards.

Carcinogenicity

Conclusion/Summary : Contains material which may cause cancer.

Reproductive toxicity

Conclusion/Summary : Not considered to be toxic to the reproductive system.

Teratogenicity

Conclusion/Summary : No teratogenic effect.

Specific target organ toxicity (single exposure)

Name	Category	Route of exposure	Target organs
Not available.			

Specific target organ toxicity (repeated exposure)

Name	Category	Route of exposure	Target organs
Natural graphite Quartz (SiO2)	Category 1 Category 1	Not determined Not determined	Not determined Not determined

Aspiration hazard

Information on the likely routes of exposure : Routes of entry anticipated: Oral, Dermal, Inhalation.

Potential acute health effects

Eye contact : Exposure to airborne concentrations above statutory or recommended exposure limits may cause irritation of the eyes.

Inhalation : Exposure to airborne concentrations above statutory or recommended exposure limits may cause irritation of the nose, throat and lungs.

Skin contact : No known significant effects or critical hazards.

Ingestion : No known significant effects or critical hazards.

Symptoms related to the physical, chemical and toxicological characteristics

Eye contact : Adverse symptoms may include the following:
irritation
redness

Inhalation : Adverse symptoms may include the following:
respiratory tract irritation
coughing

Skin contact : No specific data.

Ingestion : No specific data.

Delayed and immediate effects and also chronic effects from short and long term exposure

Short term exposure

Potential immediate effects : Not available.

Potential delayed effects : Not available.

Long term exposure

Section 11. Toxicological information

Potential immediate effects : Not available.

Potential delayed effects : Not available.

Potential chronic health effects

Conclusion/Summary : Repeated or prolonged inhalation of dust may lead to chronic lung diseases.

Prolonged and/or massive exposure to respirable crystalline silica (quartz) -containing dust may cause silicosis, a nodular pulmonary fibrosis caused by deposition in the lungs of fine respirable particles of crystalline silica.

Worker protection against silicosis should be assured by respecting the existing regulatory occupational exposure limits and implementing additional risk management measures where required (see section 16 below).

In 1997, IARC (the International Agency for Research on Cancer) concluded that crystalline silica inhaled from occupational sources can cause lung cancer in humans. However it pointed out that not all industrial circumstances, nor all crystalline silica types, were to be incriminated. (IARC Monographs on the evaluation of the carcinogenic risks of chemicals to humans, Silica, silicates dust and organic fibres, 1997, Vol. 68, IARC, Lyon, France.)

Contains >0.1% crystalline silica which in the form of quartz or cristobalite dust is regarded by IARC as carcinogenic to humans (Group 1).

General : Causes damage to organs through prolonged or repeated exposure. Repeated or prolonged inhalation of dust may lead to chronic respiratory irritation.

Carcinogenicity : May cause cancer. Risk of cancer depends on duration and level of exposure.

Mutagenicity : No known significant effects or critical hazards.

Teratogenicity : No known significant effects or critical hazards.

Developmental effects : No known significant effects or critical hazards.

Fertility effects : No known significant effects or critical hazards.

Numerical measures of toxicity

Acute toxicity estimates

Route	ATE value
Oral	11535.9 mg/kg

Section 12. Ecological information

Toxicity

Product/ingredient name	Result	Species	Exposure
aluminium oxide	EC50 >100 mg/l	Algae - Selenastrum capricornutum	72 hours
	EC50 >100 mg/l	Daphnia - Daphnia magna	48 hours
	EC50 >100 mg/l	Fish - Salmo trutta	96 hours

Conclusion/Summary : Not classified.

Persistence and degradability

Product/ingredient name	Aquatic half-life	Photolysis	Biodegradability
aluminium oxide	-	-	Not readily

Bioaccumulative potential

Not available.

Section 12. Ecological information

Mobility in soil

Soil/water partition coefficient (K_{OC}) : Not available.

Other adverse effects : No known significant effects or critical hazards.

Section 13. Disposal considerations

Disposal methods : The generation of waste should be avoided or minimized wherever possible. Dispose of surplus and non-recyclable products via a licensed waste disposal contractor. Disposal of this product, solutions and any by-products should at all times comply with the requirements of environmental protection and waste disposal legislation and any regional local authority requirements. Avoid dispersal of spilled material and runoff and contact with soil, waterways, drains and sewers. Recycle, if possible.

Section 14. Transport information

	TDG Classification	DOT Classification	ADR/RID	IMDG	IATA
UN number	Not regulated.	Not regulated.	Not regulated.	Not regulated.	Not regulated.
UN proper shipping name	-	-	-	-	-
Transport hazard class(es)	-	-	-	-	-
Packing group	-	-	-	-	-
Environmental hazards	No.	No.	No.	No.	No.

Special precautions for user : Not applicable.

Transport in bulk according to Annex II of MARPOL and the IBC Code : Not available.

Section 15. Regulatory information

Canadian lists

Canadian NPRI : The following components are listed: calcium fluoride

CEPA Toxic substances : The following components are listed: Inorganic fluorides

International regulations

Chemical Weapon Convention List Schedules I, II & III Chemicals

Not listed.

Montreal Protocol (Annexes A, B, C, E)

Not listed.

Stockholm Convention on Persistent Organic Pollutants

Not listed.

Rotterdam Convention on Prior Informed Consent (PIC)

Section 15. Regulatory information

Not listed.

UNECE Aarhus Protocol on POPs and Heavy Metals

Not listed.

Inventory list

Australia	:	All components are listed or exempted.
Canada	:	All components are listed or exempted.
China	:	All components are listed or exempted.
Europe	:	All components are listed or exempted.
Japan	:	**Japan inventory (ENCS)**: Not determined. **Japan inventory (ISHL)**: Not determined.
Malaysia	:	Not determined.
New Zealand	:	All components are listed or exempted.
Philippines	:	All components are listed or exempted.
Republic of Korea	:	All components are listed or exempted.
Taiwan	:	All components are listed or exempted.
Thailand	:	Not determined.
Turkey	:	Not determined.
United States	:	All components are listed or exempted.
Viet Nam	:	Not determined.

Section 16. Other information

History

Date of issue/Date of revision	:	10/04/2019
Date of previous issue	:	07/12/2016
Version	:	1.01
Key to abbreviations	:	ATE = Acute Toxicity Estimate BCF = Bioconcentration Factor GHS = Globally Harmonized System of Classification and Labelling of Chemicals IATA = International Air Transport Association IBC = Intermediate Bulk Container IMDG = International Maritime Dangerous Goods IMSBC = International Maritime Solid Bulk Cargoes Code LogPow = logarithm of the octanol/water partition coefficient MARPOL = International Convention for the Prevention of Pollution From Ships, 1973 as modified by the Protocol of 1978. ("Marpol" = marine pollution) UN = United Nations

Procedure used to derive the classification

Classification	Justification
COMBUSTIBLE DUSTS - Category 1	On basis of test data
CARCINOGENICITY - Category 1	Calculation method
SPECIFIC TARGET ORGAN TOXICITY (REPEATED EXPOSURE) - Category 1	Calculation method

References : Not available.

Indicates information that has changed from previously issued version.

Canada / 4.9 / EN-US

Notice to reader

Section 16. Other information

To the best of our knowledge, the information contained herein is accurate. However, neither the above-named supplier, nor any of its subsidiaries, assumes any liability whatsoever for the accuracy or completeness of the information contained herein.
Final determination of suitability of any material is the sole responsibility of the user. All materials may present unknown hazards and should be used with caution. Although certain hazards are described herein, we cannot guarantee that these are the only hazards that exist.

PQ CORPORATION

CORPORATE HEADQUARTERS
PO Box 840
Valley Forge, PA 19482-0840
Phone: 800-944-7411

IN CANADA
National Silicates
Phone: 416-255-7771

IN MEXICO
Silicatos y Derivados, S.A.
Phone: 52-555-227-6801

IN EUROPE
PQ Europe
Phone: 31-33-450-9030

IN AUSTRALIA
PQ Australia Pty. Ltd.
Phone: 61-3-9708-9200

IN TAIWAN
PQ Silicates Ltd.
Phone: 886-2-2383-0515

PQ Corporation is a leading producer of silicate, zeolite, and other performance materials serving the detergent, pulp and paper, chemical, petroleum, catalyst, water treatment, construction, and beverage markets. It is a global enterprise, operating in 19 countries on five continents, and along with its chemical businesses, includes Potters Industries, a wholly owned subsidiary, which is a leading producer of engineered glass materials serving the highway safety, polymer additive, metal finishing, and conductive particle markets.

Bulletin 17-2A

Typical Property Data for PQ® Liquid Sodium Silicates

PQ Liquid Sodium Silicates are solutions of soda (Na_2O) and silica (SiO_2) in water. PQ manufactures liquid sodium silicates from sodium silicate glass, which is produced in furnaces by melting high purity sand with soda ash.

PQ Liquid Sodium Silicates are alkaline (pH 11-12) and available in a wide range of silica:soda ratios and total dissolved solids for use in numerous industrial applications. For additional information, see our website: www.PQCorp.com

PQ Liquid Sodium Silicates are characterized by the property data shown below. The properties and ranges shown are typical values, not manufacturing specifications. Physical properties are measured at 20°C (68°F). Filtered product is available as N®Clear. For more information, contact PQ Technical Service at 416-201-4355.

PQ Product Name	Wt Ratio SiO_2:Na_2O ±0.05	Wt % Na_2O ±0.2	Wt % SiO_2 ±1.0	Wt % Solids ±2.5	Density °Be´ ±0.5	Density lb/gal	Density g/cm³	Viscosity cps
N®, N®Clear	3.22	8.9	28.7	37.6	41.0	11.6	1.38	180
N®38	3.22	8.2	26.4	34.6	38.0	11.3	1.36	60
STIXSO®RR	3.25	9.2	30.0	39.2	42.7	11.8	1.41	830
E®	3.22	8.6	27.7	36.3	40.0	11.5	1.38	100
O®	3.22	9.1	29.5	38.6	42.2	11.8	1.41	400
K®	2.88	11.0	31.7	42.7	47.0	12.3	1.48	960
M®	2.58	12.4	32.1	44.5	49.3	12.6	1.52	780
STAR®	2.50	10.6	26.5	37.1	42.0	11.7	1.41	60
RU®	2.40	13.8	33.2	47.0	52.0	13.0	1.56	2,100
D®	2.00	14.7	29.4	44.1	50.5	12.8	1.53	400
BW®50	1.60	16.4	26.2	42.6	50.3	12.8	1.53	280

Although the information and suggestions in this brochure ("Information") are believed to be correct, PQ Corporation makes no representations or warranties as to the completeness or accuracy of the Information. The Information is supplied upon the following conditions: The persons receiving the Information will determine its suitability for their purposes; PQ Corporation will not be responsible for damages of any nature whatsoever resulting from the use of, or reliance upon, the Information or the materials, devices or products to which the Information refers; No Information is to be construed as a recommendation to use any product, process, equipment or formulation in conflict with any patent; PQ Corporation makes no representation or warranty, express or implied, that the use thereof will not infringe any patent; and NO REPRESENTATIONS OR WARRANTIES, EITHER EXPRESS OR IMPLIED, OF MERCHANTABILITY, FITNESS FOR A PARTICULAR PURPOSE OR OF ANY OTHER NATURE ARE MADE HEREUNDER WITH RESPECT TO INFORMATION OR THE MATERIALS, DEVICES OR PRODUCTS TO WHICH THE INFORMATION REFERS.

Copyright © 2013 by PQ Corporation.

All rights reserved. No part of this publication may be reproduced, stored in a retrieval system or transmitted in any form or by any means electronic, mechanical, photocopying, recording or otherwise, without the prior permission of the publisher and copyright holder.

Responsible Care®
Good Chemistry at Work

nqa. ISO 9001 Registered ANAB Accredited

® Registered trademarks of PQ Corporation

SAFETY DATA SHEET

SECTION 1: IDENTIFICATION OF THE SUBSTANCE/MIXTURE AND OF THE COMPANY/UNDERTAKING

1.1 Product identifier

Product Name	**N® Sodium Silicate Solution**
Alternative names	Sodium silicate solution (2.6<MR<=3.2)
CAS No.	1344-09-8
EINECS No.	215-687-4

1.2 Relevant identified uses of the substance or mixture and uses advised against

Identified use(s)	General purpose industrial chemical for use in a wide range of applications. Binding agent ; Corrosion inhibitor ; Dust binding agent ; Flame retardant or fire preventing agent ; Flotation agent ; Stabiliser ; Viscosity control agent
Uses advised against	None known.

1.3 Details of the supplier of the safety data sheet

Company Identification	PQ Corporation P.O. Box 840 Valley Forge PA 19482 USA
Telephone:	+1 610-651-4200
E-Mail (competent person)	sds.uk@pqcorp.com

1.4 Emergency telephone number

Emergency Phone No.	+1 800-424-9300

SECTION 2: HAZARDS IDENTIFICATION

2.1 Classification of the substance or mixture

GHS Classification	Skin Irrit. 2 Eye Irrit. 2
Hazards summary	Alkaline. Irritating to eyes and skin. Spilled material is slippery

2.2 Label elements

Hazard pictogram(s)

Signal word(s)	Warning
Hazard statement(s)	H315: Causes skin irritation. H319: Causes serious eye irritation.

Precautionary statement(s)	P262: Do not get in eyes, on skin, or on clothing. P280: Wear protective gloves/protective clothing/eye protection/face protection. P303+P361+P353: IF ON SKIN (or hair): Remove/Take off immediately all contaminated clothing. Rinse skin with water/shower. P305+P351+P338: IF IN EYES: Rinse cautiously with water for several minutes. Remove contact lenses, if present and easy to do. Continue rinsing.
2.3 Other hazards	Dries to form glass film which can easily cut skin. Can etch glass if not promptly removed.

SECTION 3: COMPOSITION/INFORMATION ON INGREDIENTS

Regulation (EC) No. 1272/2008 (CLP)

Ingredient(s)	%W/W	CAS No.	EINECS No. / REACH Registration	Hazard symbol(s) and hazard statement(s)
Silicic acid, sodium salt	37.5	1344-09-8	215-687-4	H315 : Skin Irrit. 2 ; H319 : Eye Irrit. 2
Water	62.5	7732-18-5	231-791-2	

SECTION 4: FIRST AID MEASURES

4.1 Description of first aid measures

Eye Contact	Irrigate with eyewash solution or clean water, holding the eyelids apart, for at least 15 minutes. Obtain immediate medical attention.
Skin Contact	Wash affected skin with plenty of water. If symptoms develop, obtain medical attention.
Inhalation	Remove patient from exposure, keep warm and at rest. Obtain medical attention.
Ingestion	Do not induce vomiting. Wash out mouth with water and give 200-300 ml (half a pint) of water to drink. Obtain medical attention.
4.2 Most important symptoms and effects, both acute and delayed	Alkaline. Irritating to eyes and skin. The toxicity of sodium silicate is dependent on the silica to alkali ratio and on the pH.
4.3 Indication of any immediate medical attention and special treatment needed	Obtain immediate medical attention.

SECTION 5: FIRE-FIGHTING MEASURES

5.1 Extinguishing media

Suitable Extinguishing Media	Compatible with all standard fire fighting techniques.
Unsuitable extinguishing Media	None known.
5.2 Special hazards arising from the substance or mixture	Not applicable. Aqueous solution. Non-combustible.
5.3 Advice for fire-fighters	None.

SECTION 6: ACCIDENTAL RELEASE MEASURES

6.1 Personal precautions, protective equipment and emergency procedures	Wear suitable protective clothing. Wear eye/face protection.

6.2 Environmental precautions	Do not allow to enter drains, sewers or watercourses. Advise Authorities if spillage has entered water course or sewer or has contaminated soil or vegetation.
6.3 Methods and materials for containment and cleaning up	Caution - spillages may be slippery. Contain spillages with sand, earth or any suitable adsorbent material. Transfer to a container for disposal or recovery.
6.4 Reference to other sections	See Also Section 8.

SECTION 7: HANDLING AND STORAGE

7.1 Precautions for safe handling	Avoid contact with eyes, skin and clothing. Avoid generation of mist. Provide adequate ventilation. Emergency shower and eye wash facilities should be readily available. See Also Section 8
7.2 Conditions for safe storage, including any incompatibilities	Storage temperature 0-95° C. Loading temperature 45-95 ° C. Do not allow material to freeze. Provide an adequate bund wall. Unsuitable containers: Aluminium See Also Section 10.
7.3 Specific end use(s)	See also Annex to the extended Safety Data Sheet.

SECTION 8: EXPOSURE CONTROLS/PERSONAL PROTECTION

8.1 Control parameters

SUBSTANCE.	Occupational Exposure Limits
Silicic acid, sodium salt	No Occupational Exposure Limit assigned. An exposure limit of 2 mg/m3 (15 min TWA) is recommended by analogy with sodium hydroxide (UK EH40).

8.2 Exposure controls	Wear protective equipment to comply with good occupational hygiene practice. Do not eat, drink or smoke at the work place.
8.2.1 Appropriate engineering controls	Engineering methods to prevent or control exposure are preferred. Methods include process or personnel enclosure, mechanical ventilation (dilution and local exhaust), and control of process conditions.
8.2.2 Personal Protection	
Respiratory protection	Respiratory protection not normally required. Advice on respiratory protective equipment is given in the HSE (Health and Safety Executive) publication HS(G)53.
Eye/face protection	Chemical goggles (EN 166).
Skin protection	Wear suitable protective clothing and gloves. Plastic or rubber gloves. For example EN374-3, level 6 breakthrough time (>480min). Wear suitable overalls.
8.2.3 Environmental Exposure Controls	The primary hazard of sodium silicate is the alkalinity. Avoid release to the environment.

SECTION 9: PHYSICAL AND CHEMICAL PROPERTIES

9.1 Information on basic physical and chemical properties

Appearance	Liquid. Almost colourless.
Odour	Odourless.
Odour Threshold (ppm)	Not applicable.
pH (Value)	Alkaline. 11-12
Freezing Point (°C)	Not applicable.
Melting Point (°C)	Not applicable.
Boiling Point (°C)	100
Flash Point (°C) [Closed cup]	Not applicable.

Evaporation rate	Not applicable.
Flammability (solid, gas)	Not applicable.
Explosive Limit Ranges	Not applicable.
Vapour Pressure (mm Hg)	Not applicable.
Vapour Density (Air=1)	No data.
Density (g/ml)	1.41 g/cm3 (20°C), 42.0° Bé, 11.75 lbs/gal
Solubility (Water)	Soluble.
Solubility (Other)	No data.
Partition Coefficient	No data.
Auto Ignition Point (°C)	Not applicable.
Decomposition Temperature (°C)	Not applicable.
Viscosity (mPa. s)	Not applicable.
Explosive properties	Not applicable.
Oxidising Properties	Not applicable.
9.2 Other information	No data.

SECTION 10: STABILITY AND REACTIVITY

10.1 Reactivity	See Section: 10.3
10.2 Chemical stability	Stable.
10.3 Possibility of hazardous reactions	When arc welding vessels containing aqueous solutions of this material, take care to control any explosion risk from hydrogen evolved by electrolysis. Aqueous solutions will react with aluminium, zinc, tin and their alloys evolving hydrogen gas which can form an explosive mixture with air. Can react violently if in contact with acids. Can react with sugar residues to form carbon monoxide.
10.4 Conditions to avoid	See Section: 10.3
10.5 Incompatible materials	See Section: 10.3
10.6 Hazardous decomposition product(s)	None known.

SECTION 11: TOXICOLOGICAL INFORMATION

11.1 Information on toxicological effects

Acute toxicity

Ingestion	All symptoms of acute toxicity are due to high alkalinity. Material will cause irritation. Oral LD50 (rat) 3400 mg/kg bw
Inhalation	Mist is irritant to the respiratory tract. All symptoms of acute toxicity are due to high alkalinity. Inhalation LC50 (rat) >2.06 g/m³
Skin Contact	Material will cause irritation. Dermal LD50 (rat) >5000 mg/kg bw
Eye Contact	Material will cause irritation.
Skin corrosion/irritation	Irritating to skin.
Serious eye damage/irritation	Irritating to eyes.
Sensitisation	Not sensitising.
Mutagenicity	No evidence of genotoxicity. In vitro/in vivo negative.
Carcinogenicity	No structural alerts. IARC, NTP, OSHA, ACGIH do not list this product as known or suspected carcinogen.
Reproductive toxicity	No evidence of reproductive toxicity or developmental toxicity.
STOT - single exposure	Not classified
STOT - repeated exposure	Not classified. NOAEL oral (rat) >159 mg/kg bw/d
Aspiration hazard	Not classified
Other information	

SECTION 12: ECOLOGICAL INFORMATION

12.1 Toxicity	Fish (Brachydanio rerio) LC50 (96 hour) 1108 mg/l Aquatic invertebrates: (Daphnia magna) EC50 (48 hour) 1700 mg/l

12.2 Persistence and degradability	Inorganic. Soluble silicates, upon dilution, rapidly depolymerise into molecular species indistinguishable from natural dissolved silica.
12.3 Bioaccumulative potential	Inorganic. The substance has no potential for bioaccumulation.
12.4 Mobility in soil	Not applicable.
12.5 Results of PBT and vPvB assessment	Not classified as PBT or vPvB.
12.6 Other adverse effects	The alkalinity of this material will have a local effect on ecosystems sensitive to changes in pH.

SECTION 13: DISPOSAL CONSIDERATIONS

13.1 Waste treatment methods	Dispose of this material and its container to hazardous or special waste collection point. Disposal should be in accordance with local, state or national legislation.

SECTION 14: TRANSPORT INFORMATION

14.1 UN number	Not classified according to the United Nations 'Recommendations on the Transport of Dangerous Goods'. Not classified as hazardous under DOT or US Transport Recommendations. International Maritime Dangerous Goods (IMDG) Code: Not classified as hazardous
14.2 Proper Shipping Name	Not applicable.
14.3 Transport hazard class(es)	Not applicable.
14.4 Packing group	Not applicable.
14.5 Environmental hazards	Not classified as a Marine Pollutant.
14.6 Special precautions for user	Unsuitable containers: Aluminium
14.7 Transport in bulk according to Annex II of MARPOL73/78 and the IBC Code	Not applicable.

SECTION 15: REGULATORY INFORMATION

15.1 Safety, health and environmental regulations/legislation specific for the substance or mixture

TSCA Inventory Status: Reported/Included.
AICS Inventory Status: Reported/Included.
DSL/NDSL Inventory Status: Reported/Included. SARA TITLE III: Not an Extremely Hazardous Substance under §302. Not a Toxic Chemical under §313. Hazard Categories under §§311/312: Acute

German Water Hazard Classification VwVwS: Product ID number 1314, WGK class 1 (low hazard to water).
HMIS (Hazardous Material Information System) 2,0,0

15.2 Chemical Safety Assessment Information available on request.

SECTION 16: OTHER INFORMATION

Data referenced in this eSDS is from company-owned information and from data legitimately accessed by PQ Corporation through membership of Industry Consortia or other agreements. This includes data relating to toxicology, ecotoxicology, DNELs, PNECs and other information in this eSDS and its annex.

This SDS was last reviewed: 02/2015
The following sections contain revisions or new statements: All sections.

GHS Classification	Skin Irrit. 2 Eye Irrit. 2
Signal word(s)	Warning
Hazard pictogram(s)	
Hazard statement(s)	H315: Causes skin irritation. H319: Causes serious eye irritation.
Precautionary statement(s)	P262: Do not get in eyes, on skin, or on clothing. P280: Wear protective gloves/protective clothing/eye protection/face protection. P303+P361+P353: IF ON SKIN (or hair): Remove/Take off immediately all contaminated clothing. Rinse skin with water/shower. P305+P351+P338: IF IN EYES: Rinse cautiously with water for several minutes. Remove contact lenses, if present and easy to do. Continue rinsing.

Information contained in this publication or as otherwise supplied to Users is believed to be accurate and is given in good faith, but it is for the Users to satisfy themselves of the suitability of the product for their own particular purpose. PQ Corporation gives no warranty as to the fitness of the product for any particular purpose and any implied warranty or condition (statutory or otherwise) is excluded except to the extent that exclusion is prevented by law. PQ Corporation accepts no liability for loss or damage (other than that arising from death or personal injury caused by defective product, if proved), resulting from reliance on this information. Freedom under Patents, Copyright and Designs cannot be assumed.

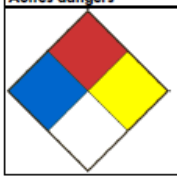
Centre Anti-Poison pour le Québec: (800) 463-5060
Tél. (Qc): (418) 660-8666 / 800-890-8666
Fax. (Qc): (418) 660-8998

FICHE DE DONNÉES DE SÉCURITÉ

SECTION 01 - IDENTIFICATION

Identification du produit HYDROXYDE DE SODIUM		Utilisation du produit Usage en laboratoire	
Formule chimique NaOH		Numéro MAT SP-0140 ;SR-0169; SA-0169	Masse molaire 40
Nom chimique / Nom commercial / Synonymes SODIUM HYDROXIDE, HYDRATE DE SODIUM, SOUDE CAUSTIQUE, LYE, CAUSTIQUE, GILLETTE			
Nom du fournisseur Laboratoire MAT		Adresse - Rue 610, rue Adanac	
Ville Québec		Province Québec	
Code postal G1C 7B7	Internet www.labmat.com	Numéro de téléphone 418-660-8666 / 800-890-8666	
Téléphone en cas d'urgence CANUTEC: 613-996-6666		CENTRE ANTI-POISON DU QUÉBEC 800-463-5060	
Date FDS préparée 2018-09-20	FDS Préparée par Laboratoire MAT	Courrier électronique labmat@labmat.com	

SECTION 02 - IDENTIFICATION DES DANGERS

Classification SIMDUT/SGH	Corrosion cutanée/irritation cutanée catégorie 1A Lésions oculaires graves/irritation oculaire catégorie 1 Substances ou mélanges corrosifs pour les métaux-Catégorie 1
Mention d'avertissement	DANGER
Mentions de danger (H)	H314 Provoque des brûlures de la peau et des lésions oculaires graves. H318 Provoque des lésions oculaires graves. H290 Peut être corrosif pour les métaux.
Conseils de prudence (P)	P260 Ne pas respirer les poussières / fumées / gaz / brouillards / vapeurs / aérosols. P264 Se laver soigneusement les régions du corps ayant été en contact avec le produit après manipulation. P280 Porter des gants de protection/des vêtements de protection/un équipement de protection des yeux/ du visage. P301 + P330 + P331 EN CAS D'INGESTION: rincer la bouche. NE PAS faire vomir. P303 + P361 + P353 EN CAS DE CONTACT AVEC LA PEAU (ou les cheveux): enlever immédiatement les vêtements contaminés. Rincer la peau à l'eau/se doucher. P304 + P340 EN CAS D'INHALATION: transporter la victime à l'extérieur et la maintenir au repos dans une position où elle peut confortablement respirer. P305 + P351 + P338 EN CAS DE CONTACT AVEC LES YEUX: rincer avec précaution à l'eau pendant plusieurs minutes. Enlever les lentilles de contact si la victime en porte et si elles peuvent être facilement enlevées. Continuer à rincer. P310 Appeler immédiatement un CENTRE ANTIPOISON ou un médecin. P321 Traitement spécifique (voir section 4 de la FDS et sur cette étiquette). P363 Laver les vêtements contaminés avant réutilisation. P405 Garder sous clef. P501 Éliminer le contenu/récipient conformément aux réglementations locales / régionales / nationales / internationales ou contacter une firme spécialisée en élimination des déchets. P234 Conserver uniquement dans le récipient d'origine. P390 Absorber toute substance répandue pour éviter qu'elle attaque les matériaux environnants. P406 Stocker dans un récipient résistant à la corrosion/ou un récipient avec doublure intérieure résistant à la corrosion.
PICTOGRAMMES	
Autres dangers	NFPA (Degré du danger: 0=Minimal; 1=Léger; 2=Modéré; 3=Sérieux; 4=Extrême)
	**Santé** 3 **Inflammabilité** 0 **Réactivité** 0 **Spécial**

SECTION 03 - INFORMATION SUR LES INGRÉDIENTS

Ingrédients (Dénomination chimique / synonymes)	Numéro CAS et tout identificateur unique	Concentration (%)
HYDROXYDE DE SODIUM	1310-73-2	>=97

SECTION 04 - PREMIERS SOINS

Si contact avec yeux	Laver les yeux à grande eau pendant au moins 15 minutes tout en maintenant les paupières écartées afin de bien rincer l'oeil. Si l'irritation persiste, consulter un médecin.
Si contact avec peau	Laver la peau à grande eau pendant au moins 15 minutes. Enlever les vêtements souillés. Si l'irritation persiste, consulter un médecin.
Si inhalé	En cas d'inhalation, transporter la personne à l'air frais. Si la respiration est difficile, donner de l'oxygène. Consulter un médecin.
Si avalé	Si la personne est consciente, faire boire de l'eau. Ne PAS faire vomir. Ne portez rien à la bouche d'une personne inconsciente Consulter un médecin.
Symptômes et effets les plus importants (aigus et retardés)	Réf. section 11.
Prise en charge médicale immédiate ou traitement spécial, si nécessaire	En cas de consultation médicale, gardez cette fiche à disposition.
Conseils généraux	Montrer cette fiche de données de sécurité au médecin traitant.

SECTION 05 - MESURES À PRENDRE EN CAS D'INCENDIE

Inflammabilité	Non
Conditions d'allumage	Non-inflammable ni combustible.
Agents d'extinction appropriés	Utiliser de l'eau pulvérisée, de la mousse résistant à l'alcool, de la poudre sèche ou du dioxyde de carbone.
Agents d'extinction inappropriés	Sans objet.
Émanations dangereuses - combustion	Oxydes de sodium.
Produits de combustion dangereux	Des produits de décomposition dangereux se forment en cas de feu. Oxydes de sodium.
Dangers spéciaux de feu et d'explosion	Peut réagir violemment au contact des produits incompatibles (réf. section 10).
Équipements de protection spéciaux / précautions spéciales pour pompiers	Écarter les substances incompatibles si cela peut se faire sans risque. Les pompiers doivent être munis d'un équipement de protection standard, vêtement ignifuge, casque à masque facial, gants, bottes de protection, et s'il y a lieu, un appareil respiratoire autonome.

SECTION 06 - MESURES À PRENDRE EN CAS DE DÉVERSEMENT ACCIDENTEL

Méthodes et matériaux pour confinement et nettoyage, précautions individuelles équipement de protectection et mesures d'urgence	Ramasser à l'aide d'une pelle ou d'un balai en prenant soin de ne pas disperser les poussières. Lors de la manipulation, porter un équipement de sécurité adéquat. Évacuer le personnel vers des endroits sûrs. Neutraliser les résidus avec un acide dilué, puis rincer avec de l'eau. Assurer une ventilation adéquate. Éviter la formation de poussière. Éviter l'inhalation de la poussière. Éviter de respirer les vapeurs, les brouillards de pulvérisation ou les gaz. Utiliser un appareil respiratoire au besoin. Disposer des résidus dans un contenant prévu pour l'élimination des matières dangereuses.

SECTION 07 - MANUTENTION ET STOCKAGE

Conditions d'entreposage	Entreposer dans un endroit frais et sec. Garder le contenant hermétiquement fermé et le ranger à l'écart de la chaleur, de l'eau, de l'humidité et des produits incompatibles.
Méthode et équipement de manutention	Porter l'équipement de protection individuel lors de la mautention. Assurer toujours une bonne ventilation. Transport selon TMD (réf. Section 14)

SECTION 08 - CONTRÔLE DE L'EXPOSITION / PROTECTION INDIVIDUELLE

Valeurs d'exposition

Composants	No.-CAS	Valeur	Paramètres de contrôle	Base
Sodium hydroxide	1310-73-2	C	2.000000 mg/m3	Canada. LEP Colombie Britannique
		CEV	2.000000 mg/m3	Canada. Ontario OELs
		(c)	2.000000 mg/m3	Canada. Alberta, Code de santé et de sécurité au travail (tableau 2 : VLE)
Remarques	La limite d'exposition professionnelle est basée sur les effets de l'irritation et son ajustement pour compenser les emplois du temps de travail inhabituels n'est pas nécessaire			

Origine des données	Sigma-Aldrich
Ventilation	Hotte.
Respiratoire	Si les niveaux admissibles sont dépassés, utiliser un filtre mécanique / une cartouche contre les vapeurs NIOSH ou un respirateur avec alimentation d'air.
Gants	Manipuler avec des gants.
Yeux	Lunettes protectrices avec des volets de sécurité.
Chaussures	Chaussures de sécurité.
Vêtements	Sarrau.
Contrôle d'ingénierie	Disposer de douches de sécurité et de douches oculaires sur les lieux de travail en cas d'urgence ainsi que d'un système de ventilation permettant de maintenir le niveau des concentrations dans l'air sous les valeurs limites d'exposition.

SECTION 09 - PROPRIÉTÉS PHYSIQUES ET CHIMIQUES

État physique	Solide.
Apparence	granulés blanc-
Odeur	inodore.
Seuil olfactif	Données non disponibles
pH	14 @ 50 g/l @ 20 °C (68 °F) (NaOH).
Point de fusion / congélation	318.4°C
Point initial d'ébullition	1390°C
Plage d'ébullition	Données non disponibles
Point d'éclair	Non applicable-
Taux d'évaporation	Données non disponibles
Inflammabilité	Non
Limites inférieures d'inflammabilité ou d'explosivité (LEL %)	Données non disponibles
Limites supérieures d'inflammabilité ou d'explosivité (UEL %)	Données non disponibles
Tension de vapeur	< 24.00 hPa (<18.00 mmHg) à 20°c / 4.00 hPa (3.00 mmHg) à 37°C (NaOH)-
Densité de vapeur	1.38-
Densité	2.1300g/cm³
Solubilité	1 g / 0.9 mL eau ; 1 g / 7.2 mL alcool absolu, 4.2 mL méthanol; soluble dans glycérol (NaOH).
Coefficient de partage--n-octanol/eau	Données non disponibles
Température d'auto-inflammation	Données non disponibles
Température de décomposition	Données non disponibles
Viscosité	4.0 cP at 350 deg C (NaOH)-

SECTION 10 - STABILITÉ ET RÉACTIVITÉ

Réactivité	Non-réactif sous conditions normales.
Stabilité chimique	Stable dans les conditions de stockage recommandées.
Risque de réactions dangereuses	Stable sous conditions normales.
Conditions d'instabilité (Incluant sensibilité aux chocs / décharge statique / vibrations)	Éviter le contact avec les matières incompatibles et les températures extrêmes.
Substances incompatibles	Oxydants forts, Acides forts, Matières organiques.
Produits de décomposition dangereux	Des produits de décomposition dangereux se forment en cas de feu. Oxydes de sodium.

SECTION 11 - INFORMATION TOXICOLOGIQUE

HYDROXYDE DE SODIUM

Premières voies d'absorption	Ingestion, inhalation, la peau et les yeux.
Effets / symptômes de l'exposition aigue :	Par voie d'exposition ci-dessous.
- Yeux	Brûlures sévères et destruction du tissu oculaire pouvant entraîner l'ulcération de la cornée et la cécité.
- Peau	Peut être nocif en cas d'absorption par la peau. Provoque des brûlures de la peau.
- Respiration	Peut être nocif par inhalation. Le produit est extrêmement destructeur pour le tissu des muqueuses et des voies respiratoires supérieures.
- Ingestion	Corrosion des voies digestives, des vomissements sanglants avec présence de fragments de muqueuse, une diarrhée, l'inflammation du larynx et une possibilité de perforations œsophagiennes et gastriques, mort.
Effets / symptômes de l'exposition chronique	Sensation de brûlure, dermatite, conjonctivite, lésions aux poumons et aux yeux, troubles nerveux, douleurs dans la poitrine, toux, dyspnée, laryngite, maux de tête, vertiges, confusion, irritabilité, sudation, salivation, larmoiement, fatigue, alopécie, perte de poids et perte d'appétit, convulsions, nausées et vomissements.
DL_{50} (spécifier l'espèce et voie d'entrée)	Oral rat: 140mg/kg Cutané lapin-1350mg/kg
CL_{50} (spécifier l'espèce et voie d'entrée)	Donnée non disponible.

SECTION 12 - INFORMATION ÉCOLOGIQUE

Écotoxicité	Toxicité pour les poissons: CL50 - Gambusia affinis (Guppy sauvage) - 125 mg/l - 96 h Toxicité pour la daphnie et autres invertébrés aquatiques: CL50 - Oncorhynchus mykiss (Truite arc-en-ciel) - 45.4 mg/l - 96 h Immobilisation CE50 - Daphnia (Daphnie) - 40.38 mg/l - 48 h
Persistence et dégradation	Donnée non disponible.
Potentiel de bioaccumulation	Donnée non disponible.
Mobilité dans le sol	Donnée non disponible.
Autre effets nocifs	Un danger environnemental ne peut pas être exclu dans l'éventualité d'une manipulation ou d'une élimination peu professionnelle. Nocif pour les organismes aquatiques.

SECTION 13 - DONNÉES SUR L'ÉLIMINATION

Mesures pour l'élimination	Neutraliser en ajoutant lentement une solution à faible concentration d'acide chlorhydrique pour éviter l'augmentation brusque de température et l'émission de vapeur. La neutralisation peut provoquer la formation de chaleur ou de vapeurs qui doit être contrôlée par la vitesse à laquelle on ajoute les solutions. La solution ainsi neutralisée peut être disposée comme un déchet domestique. Pour les grandes quantités, contacter une firme spécialisée en élimination des déchets.
Emballage contaminé	Eliminer comme produit non utilisé.

SECTION 14 - INFORMATIONS RELATIVES AU TRANSPORT

Numéro UN	1823
Appellation réglementaire	HYDROXYDE DE SODIUM SOLIDE
Classification du TMD	8 Matières corrosives
Groupe d'emballage	II
Indice de quantité limitée	1kg
Indice PIU	-
Dispositions particulières	-

SECTION 15 - INFORMATIONS SUR LA RÉGLEMENTATION

SIMDUT CANADA	Corrosion cutanée/irritation cutanée catégorie 1A Lésions oculaires graves/irritation oculaire catégorie 1 Substances ou mélanges corrosifs pour les métaux-Catégorie 1

SECTION 16 - AUTRES INFORMATIONS

Information supplémentaire

Les informations ci-dessus ont été préparées sur la base des renseignements disponibles les plus sûrs. Elles ne prétendent pas être exhaustives et devront être considerées comme un guide. Ceci ne représente aucune garantie quant aux propriétés du produit. Laboratoire MAT inc. ne pourra être tenu responsable des dommages résultant de l'utilisation ou de tout contact avec le produit sus-mentionné.

Dernière mise à jour: 2018-09-20