

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

Université de Mohamed El-Bachir El-Ibrahimi - Bordj Bou Arreridj

Faculté des Sciences et de la technologie

Département de Génie mécanique

Mémoire

Présenté pour obtenir

LE DIPLOME DE MASTER

FILIERE : Génie mécanique

Spécialité: Génie des matériaux

Par

- LABGAA ZAKARIA
- SADRATI ADEL

Élaboration et caractérisation d'un nouveau matériau composite Silice-Gypse pour des applications dans le secteur de construction durable

Devant le Jury composé de : 28/06/2026

Nom & Prénom	Grade	Qualité	Etablissement
SLIMANI WAHIBA	MCA	Présidente	Université de B.B.Arreridj
BENTOUMI MOHAMED	MCA	Encadreur 1	Université de B.B.Arreridj
CHEBBAH BOUZID	Dr	Encadreur 2	Université de B.B.Arreridj
KHALDI ABDELGHANI	MCA	Examineur	Université de B.B.Arreridj
ANCER MOURAD	MAA	Examineur	Université de B.B.Arreridj

Année Universitaire 2025/2026

Remerciements

Tout d'abord, nous tenons à remercier "ALLAH", le Tout-Puissant pour nous avoir donné la santé, la volonté, le courage et la patience pour mener à terme notre formation et pouvoir réaliser ce travail.

Nous ne saurions clore ce mémoire sans adresser nos plus sincères remerciements à toutes les personnes qui ont contribué, de près ou de loin, à sa réalisation.

Nous adressons nos remerciements les plus respectueux à nos encadreurs, **Monsieur BENTOUMI Mohamed** et **Monsieur CHEBBAH Bouzid**, pour leurs disponibilités permanentes, leurs précieux conseils, leurs rigueurs scientifiques ainsi que leurs orientations pertinentes qui nous ont guidés tout au long de l'élaboration de ce travail.

Nous adressons également nos sincères remerciements à **Madame SLIMANI Wahiba, présidente du jury**, ainsi qu'à **Monsieur KHALDI Abdelghani** et **Monsieur ANCER Mourad**, membres du comité d'évaluation, pour l'honneur qu'ils nous font en acceptant de juger et d'examiner ce mémoire.

Enfin, nous adressons nos plus sincères remerciements à nos familles, nos amis proches et nos collègues, qui nous ont accompagnés, aidés, soutenus et encouragés tout au long de la réalisation de ce mémoire.

Dédicaces

"يَرْفَعِ اللَّهُ الَّذِينَ آمَنُوا مِنْكُمْ وَالَّذِينَ أُوتُوا الْعِلْمَ دَرَجَاتٍ"

À la voie du savoir qui m'a appris que les grands rêves nécessitent une longue patience, et que derrière chaque succès se cachent des jours de peine et d'efforts que personne ne voit,

À moi-même qui a résisté aux circonstances et n'a pas abandonné,
Et à ma famille qui a été mon véritable soutien à chaque étape,
Je dédie cette modeste réalisation

Liste des figures

Figure 1.1 : (a) Deux tétraèdres de silice reliés par un même atome d'oxygène.	11
Figure 1.2 : Modification de structure au cours de déshydratation de $\text{CaSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	15
Figure 1.3 : Image représentative la forme de Gypse	17
Figure 2.1 : Evolution du pourcentage d'utilisateurs des matériaux composites.	21
Figure 2.2 : Schéma de principe d'un essai de flexion (4 points).	23
Figure 3.1 : Gypse commercial utilisé de type COLPA.	26
Figure 3.2 : Activateurs (ciment)	27
Figure 3.3 : Silice (sable + verre broyé)	27
Figure 3.4 : Balance de précision ($\pm 0,1$ g)	28
Figure 3.5 : Malaxeur mécanique	28
Figure 3.6: Tamiseur vibrant.	29
Figure 3.7 : Four type Mamert Ovin.	29
Figure 3.8 : Matériels et les composants du mélange	30
Figure 3.9 : Protocole de moulage.	32
Figure 3.10 : Traitement thermique.	32
Figure 3.11 : Essai de flexion à quatre points (Zwick/Roell Z100)	33
Figure 3.12 : L'appareil Rigaku ZSX Primus IV	34
Figure 3.13 : Essai de flexion.	36
Figure 3.14 : Courbe Contrainte-Déplacement.	37
Figure 3.15: Évolution de la force de rupture en flexion des composites gypse-silice en fonction de la formulation.	38
Figure 3.16 : Répartition des composants chimique élémentaire de l'échantillon 02.	40
Figure 3.17 : Répartition des composants chimique en oxydes de l'échantillon 02	39
Figure 3.18 : Répartition des composants chimique élémentaire de l'échantillon 04.	40
Figure 3.19 : Répartition des composants chimique en oxydes de l'échantillon 04	41
Figure 3.20 : Répartition des composants chimique élémentaire de l'échantillon 07.	42
Figure 3.21 : Répartition des composants chimique en oxydes de l'échantillon 07	43
Figure 3.22 : Répartition des composants chimique élémentaire de l'échantillon 09.	44
Figure 3.23 : Répartition des composants Chimique en oxydes de l'échantillon 09	45

Liste des Tableau

Tableau 1.1 : Caractéristiques des phases de déshydratation du Gypse [4].	16
Tableau 2.1 : Comparaison de flexion en 3 points et en 4 points [30].	Erreur ! Signet non défini.
Tableau 3.1 : Proportions des constituants de chaque mélange	31
Tableau 3.2 : Résultats de l'essai de flexion quatre points.	Erreur ! Signet non défini.
Tableau 3.3 : Composition chimique élémentaire – Lot 02.	Erreur ! Signet non défini.
Tableau 3.4 : Composition chimique en oxydes – Lot 02	Erreur ! Signet non défini.
Tableau 3.5 : Composition chimique élémentaire – Lot 04.	Erreur ! Signet non défini.
Tableau 3.6 : Composition chimique en oxydes – Lot 04	Erreur ! Signet non défini.
Tableau 3.7 : Composition chimique élémentaire – Lot 07.	Erreur ! Signet non défini.
Tableau 3.8 : Composition chimique en oxydes – Lot 07	Erreur ! Signet non défini.
Tableau 3.9 : Composition chimique élémentaire – Lot 09.	Erreur ! Signet non défini.
Tableau 3.10 : Composition chimique en oxydes – Lot 09	Erreur ! Signet non défini.

Table des matières

Remerciements.....	2
Dédicaces.....	3
Liste des figures	4
Liste des tableaux.....	6
CHAPITRE 01 VERRE ET GYPSE MATERIAUX DE BASE	
1.1. Verre.....	11
1.1.1. Histoire du verre	11
1.1.2. Définition et composition chimique	11
1.1.3. Classification du verre	11
1.1.4. Propriétés du verre	13
1.1.4.2. Propriétés thermiques	14
1.1.4.3. Propriétés chimiques.....	14
1.1.5. Verre dans la construction et les composites	15
1.2. Gypse.....	15
1.2.1. Historique et propriétés du plâtre	15
1.2.2. Gypse naturel et gypse de synthèse	16
1.2.3. Formes et cristallographie	16
1.2.4. Composition et propriétés physico-chimiques.....	16
1.2.5. Dissolution et comportement hydrogéologique	17
1.2.6. Production et utilisations industrielles.....	17
1.3. Conclusion	19
CHAPITRE 02 MATERIAUX COMPOSITES PRINCIPES ET APPLICATIONS	
2.1. Définition et intérêt des composites	20
2.2. Constituants des matériaux composites	20
2.2.1. Matrices	20
2.2.2. Renforts	20
2.2.3. Additifs.....	20
2.3. Propriétés mécaniques des composites.....	20
2.4. Domaines d'utilisation.....	21
2.5. Mélange du verre avec le gypse	21
2.5.1. Effet de la poudre de verre et de la silice sur le gypse.....	21
2.5.2. Propriétés mécaniques du mélange verre-gypse.....	21
2.5.3. Rôle du gypse modifié dans la construction durable	21
2.6. Techniques de caractérisation des composites.....	22
2.6.1. Analyse thermogravimétrique (ATG)	22

2.6.2.	Analyse calorimétrique différentielle (DSC/ATD)	22
2.6.3.	Microscopie électronique à balayage (MEB)	22
2.6.4.	Analyse par fluorescence X (XRF)	22
2.6.5.	Essais mécaniques (Flexion, compression)	22
2.8.	Conclusion	24

CHAPITRE 03 ETUDE EXPERIMENTALE MATERIAUX, METHODE ET RESULTATS

3.1.	Introduction	26
3.2.1.	Matières premières.....	26
3.2.2.	Matériel utilisé.....	27
3.3.	Formulation des mélanges et plan expérimental.....	30
3.4.	Procédure expérimentale.....	31
3.4.1.	Préparation des mélanges.....	31
3.4.2.	Mise en moule et conservation.....	32
3.4.3.	Traitement thermique.....	32
3.5.	Méthodes de caractérisation	33
3.5.1.	Essai de flexion quatre points	33
3.6.	Résultats des essais de flexion	35
3.7	Évolution des forces de rupture	36
3.8.	Résultats des analyses chimiques (XRF).....	Erreur ! Signet non défini.
3.8.1.	Lot 02 – Résistance moyenne (1460 N)	40
3.8.2.	Lot 04 – Faible résistance (532 N).....	39
3.8.3.	Lot 07 – Excellente résistance (2520 N).....	Erreur ! Signet non défini.
3.8.4.	Lot 09 – Bonne résistance (1860 N).....	44
3.9.	Discussion générale	46
3.9.1.	Influence de la teneur en silice.....	46
3.9.2.	Rôle du verre broyé et de l'activateur	46
3.9.3.	Comparaison avec la littérature	46
3.10.	Conclusion	46
	Conclusion générale.....	48
	Références bibliographiques.....	51

INTRODUCTION GENERALE

Introduction générale

Dans un contexte marqué par des préoccupations environnementales croissantes, le développement de matériaux de construction innovants et à faible impact écologique constitue un enjeu majeur. Le secteur du bâtiment, grand consommateur de ressources naturelles et d'énergie, est particulièrement concerné par la nécessité d'améliorer les performances des matériaux tout en réduisant leur empreinte environnementale [1].

Ce travail de mémoire a été réalisé dans le cadre d'une collaboration entre le Laboratoire de Génie Civil de la Faculté des Sciences et de la Technologie de l'Université Mohamed El Bachir El Ibrahimi de Bordj Bou Arréridj et le Laboratoire de Matériaux non métallique (LNMN) de l'Institut d'Optique et de Mécanique de Précision de l'Université Ferhat Abbas de Sétif. Il porte sur l'étude théorique, l'élaboration et la caractérisation d'un matériau composite à base de gypse et de silice. L'objectif principal de cette recherche est d'évaluer l'influence de différents taux d'incorporation de silice sur les propriétés mécaniques et chimiques des échantillons élaborés.

Parmi les matériaux de construction couramment utilisés, le gypse se distingue par sa disponibilité, son faible coût, sa facilité de mise en œuvre ainsi que ses bonnes propriétés d'isolation thermique et de résistance au feu. Cependant, son utilisation reste limitée par certaines contraintes, notamment une faible résistance mécanique et une sensibilité à l'humidité, qui peuvent affecter sa durabilité et ses performances dans diverses applications du bâtiment [2]. Afin de pallier ces limitations et d'élargir son domaine d'application, l'incorporation de charges minérales fines constitue une approche prometteuse. En particulier, la silice, issue du sable ou du verre broyé, présente un intérêt notable grâce à sa stabilité chimique, sa dureté élevée et sa finesse granulométrique. Son ajout à la matrice de gypse permettrait de densifier la microstructure du composite, de réduire sa porosité et d'améliorer ainsi ses propriétés mécaniques ainsi que sa durabilité [3]. Le présent travail vise à élaborer et à caractériser un matériau composite à base de gypse renforcé par de la silice provenant du sable et du verre broyé. L'objectif principal est d'étudier l'influence de différents taux d'incorporation de silice sur les propriétés mécaniques et la composition chimique du composite obtenu, afin d'évaluer son potentiel pour des applications dans le domaine de la construction durable.

Pour atteindre ces objectifs, ce mémoire est structuré en trois chapitres :

- Le premier chapitre présente les matériaux de base utilisés dans cette étude, à savoir le gypse et le verre. Leur origine, leurs propriétés physico-chimiques ainsi que leurs principaux domaines d'application y sont détaillés.
- Le deuxième chapitre est consacré aux matériaux composites. Il aborde les concepts fondamentaux relatifs à leur élaboration, à leurs constituants, à leurs propriétés et aux principales techniques de caractérisation utilisées pour leur étude.
- Le troisième chapitre décrit la méthodologie expérimentale adoptée pour l'élaboration des composites étudiés. Il présente également les résultats obtenus ainsi que leur analyse et leur discussion à travers différentes techniques de caractérisation.

Enfin, le mémoire s'achève par une conclusion générale récapitulant les principaux résultats obtenus, suivie de perspectives de recherche visant à approfondir et à valoriser les travaux réalisés

CHAPITRE I :
VERRE ET GYPSE
MATERIAUX DE BASE

1.1. Verre

1.1.1. Histoire du verre

Le verre est un matériau dont l'existence remonte à plusieurs centaines de milliers d'années. Bien avant sa fabrication par l'homme, il était présent dans la nature sous forme d'obsidienne, une roche volcanique vitreuse riche en silice résultant du refroidissement rapide de certaines laves [4]. Les premières traces de fabrication du verre artificiel remontent aux civilisations de la Mésopotamie et de l'Égypte ancienne, vers le III^e millénaire avant J.-C.

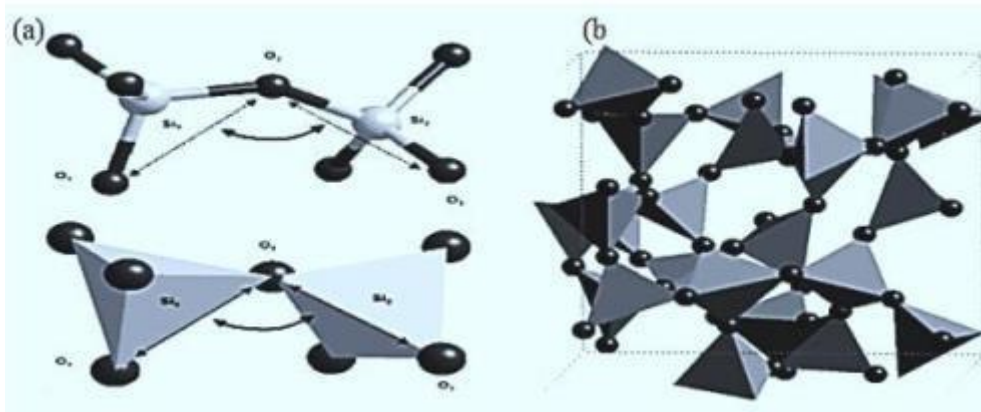


Figure 1.1 : (a) Deux tétraèdres de silice reliés par un même atome d'oxygène.

(b) Structure de la silice amorphe : empilement désordonné de tétraèdres de silice[4].

1.1.2. Définition et composition chimique

Le verre est un matériau inorganique, amorphe (non cristallisé), obtenu par refroidissement d'un liquide. Il est principalement constitué de silice (SiO₂), qui constitue l'élément fondamental du réseau vitreux [5].

Le verre le plus utilisé dans les applications courantes est le **verre sodocalcique**, qui représente plus de 90 % de la production mondiale de verre. Sa composition moyenne est la suivante [6] :

- Silice (SiO₂) : 70 à 74 %
- Oxyde de sodium (Na₂O) : 12 à 16 %
- Oxyde de calcium (CaO) : 5 à 12 %
- Faibles quantités d'oxyde de magnésium (MgO), d'oxyde d'aluminium (Al₂O₃) et d'oxyde de potassium (K₂O)

1.1.3. Classification du verre

Les verres se distinguent d'abord par leur origine. On trouve ainsi les verres naturels, dont l'exemple le plus emblématique est l'obsidienne. Cette roche volcanique vitreuse, riche en silice (environ 70 à 75 % SiO₂), résulte du refroidissement extrêmement rapide de laves rhyolitiques. Ce refroidissement brutal empêche l'organisation des atomes en réseau cristallin, piégeant ainsi le désordre caractéristique de l'état vitreux [4]. D'autres verres naturels plus

rare existent, comme les tectites (formées lors d'impacts météoritiques) ou les fulgurites (issues de la fusion du sable par la foudre).

Les verres artificiels, élaborés par l'homme, représentent l'immense majorité des verres utilisés dans l'industrie et la recherche. Ils se répartissent en plusieurs grandes familles [5, 6] : Verres d'oxydes : ils constituent la catégorie la plus vaste et la plus importante sur le plan industriel. On y distingue :

Le verre de silice (SiO_2 pur), qui présente une excellente transmission optique (de l'ultraviolet à l'infrarouge) et une très faible dilatation thermique. Il est utilisé dans les lampes halogènes, les fibres optiques et les miroirs de télescopes.

Les verres d'oxydes lourds, contenant du plomb, du bismuth ou du tellure, qui possèdent des indices de réfraction élevés et sont employés en optique de précision (lentilles, prismes) et pour la protection contre les rayonnements ionisants.

Le verre sodocalcique, le plus répandu (environ 90 % de la production mondiale), est composé d'environ 70 % SiO_2 , 13 % Na_2O et 5 % CaO . Il est utilisé pour les vitrages, les bouteilles et les ampoules électriques. C'est à cette famille qu'appartient le verre broyé utilisé dans notre étude.

Verres de chalcogénures : ils incorporent des éléments de la colonne des chalcogènes (soufre, sélénium, tellure). Leur particularité est de transmettre le rayonnement infrarouge, ce qui les rend précieux pour l'optique infrarouge (capteurs, fibres optiques pour télécommunications) et les dispositifs de détection thermique.

Verres halogénés et fluorés : à base d'halogénures (fluor, chlore, brome) ou de fluorures métalliques, ils présentent une excellente transmission dans l'infrarouge moyen. L'exemple le plus connu est le verre ZBLAN, composé de fluorures de zirconium, baryum, lanthane, aluminium et sodium, utilisé pour les fibres optiques à très faible perte de signal [6].

Verres organiques : ce sont des polymères transparents, comme le Plexiglas (polyméthacrylate de méthyle, PMMA) ou le polycarbonate. Plus légers (densité $\sim 1,2 \text{ g/cm}^3$) et moins fragiles que les verres minéraux, ils sont utilisés dans l'optique, l'automobile (phares, vitres), le bâtiment (verrières, garde-corps) et les équipements de protection (visières, lunettes de sécurité).

Verres métalliques (ou alliages amorphes) : ce sont des alliages métalliques dont la structure atomique est désordonnée. Obtenus par refroidissement ultra-rapide (vitesses de refroidissement de l'ordre de 10^6 K/s), ils possèdent des propriétés mécaniques exceptionnelles : haute résistance à la traction, grande élasticité, et excellente résistance à

l'usure. Ils trouvent des applications dans l'électronique, le sport (têtes de clubs de golf) et l'aéronautique.

1.1.4. Propriétés du verre

Les propriétés du verre sont étroitement liées à sa composition chimique et à sa structure amorphe. Elles déterminent ses domaines d'applications et son comportement dans les composites.

1.1.4.1. Propriétés physiques

- **Propriétés optiques**

Le verre peut être transparent, translucide, opaque ou opalescent selon sa composition et son traitement thermique. La transparence dans le domaine visible est due à l'absence de joints de grains (structure amorphe) et à une large bande interdite (> 3 eV). L'ajout d'oxydes métalliques (fer, chrome, cobalt) permet d'obtenir des verres colorés pour des applications spécifiques (filtration optique, décoration).

- **Dureté**

Le verre présente une dureté élevée, généralement comprise entre 5 et 7 sur l'échelle de Mohs, et entre 400 et 600 HV (Vickers) pour les verres courants. Cette dureté lui confère une bonne résistance à l'abrasion, ce qui en fait un matériau de choix pour les surfaces vitrées et les écrans. Cependant, cette dureté s'accompagne d'une fragilité intrinsèque due à l'absence de plans de glissement, rendant le verre sensible aux chocs et aux rayures.

- **Densité**

La densité des verres varie selon leur composition. Pour le verre sodocalcique le plus courant, elle est d'environ $2,5 \text{ g/cm}^3$. Les verres au plomb peuvent atteindre $3,0$ à $4,0 \text{ g/cm}^3$, tandis que les verres de silice pure présentent une densité plus faible ($\sim 2,2 \text{ g/cm}^3$). Cette légèreté relative (comparée aux métaux) est un atout pour les applications dans le bâtiment et les transports.

- **Résistance mécanique**

Le verre possède une bonne résistance à la compression, de l'ordre de 600 à 1200 MPa pour les verres courants. En revanche, sa résistance à la traction est très faible (30 à 80 MPa) en raison de la présence de microfissures en surface qui agissent comme des concentrateurs de contraintes. Cette caractéristique justifie l'utilisation de traitements de surface (trempe thermique ou chimique) pour améliorer sa résistance, ou son incorporation dans des composites où la matrice absorbe les efforts de traction.

- **Propriétés acoustiques** : Le verre possède de bonnes propriétés d'isolation acoustique, notamment sous forme de vitrages multiples ou feuilletés, avec des performances qui dépendent de l'épaisseur et de la nature des intercalaires [5, 6].

1.1.4.2. Propriétés thermiques

- **Coefficient de dilatation thermique**

Le verre sodocalcique présente un coefficient de dilatation linéique d'environ $9 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, ce qui est relativement faible comparé aux métaux (par exemple, l'aluminium : $24 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$). Les verres borosilicatés (type Pyrex) ont un coefficient encore plus faible ($\sim 3,3 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$), ce qui leur confère une excellente résistance aux chocs thermiques.

- **Conductivité thermique**

Le verre est un mauvais conducteur de chaleur, avec une conductivité thermique d'environ 1 à $1,5 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ pour les verres courants. Cette propriété en fait un bon isolant thermique, largement utilisé dans le bâtiment pour les vitrages isolants.

- **Température de transition vitreuse (T_g)**

Elle se situe généralement entre 500 et 600 °C pour les verres sodocalciques. Au-delà de cette température, le matériau perd sa rigidité et devient visqueux, ce qui permet sa mise en forme par soufflage, pressage ou étirage.

- **Capacité thermique massique**

Elle est d'environ $0,8 \text{ J} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ à température ambiante, valeur comparable à celle de nombreux autres matériaux inorganiques.

1.1.4.3. Propriétés chimiques

- **Inertie chimique**

Le verre présente une grande inertie chimique vis-à-vis de la plupart des produits (eau, acides, bases diluées), ce qui le rend durable et résistant à la corrosion. Cette propriété est essentielle pour les applications en milieu agressif (industrie chimique, emballage alimentaire, stockage de déchets).

- **Résistance à l'hydrolyse** : Le verre est résistant à l'eau, mais une attaque superficielle peut se produire à long terme, libérant des ions alcalins (Na^+) et formant une couche de gel de silice en surface. Ce phénomène est limité pour les verres de qualité chimique.
- **Attaque spécifique** : Le verre est attaqué par l'acide fluorhydrique (HF) et les bases fortes (soude caustique concentrée). L'attaque par HF est utilisée en gravure chimique

pour le marquage ou la décoration. La résistance chimique du verre dépend de sa composition, les verres borosilicatés étant plus résistants que les verres sodocalciques.

- Absorption d'eau : Le verre est considéré comme non hygroscopique, avec une absorption d'eau quasi nulle, ce qui lui confère une stabilité dimensionnelle et une durabilité en milieu humide [6].

1.1.5. Verre dans la construction et les composites

Le verre est largement intégré dans les matériaux composites. Sous forme de fibres, de poudre ou de granulats recyclés, il est incorporé dans des matrices comme le ciment ou le gypse afin d'améliorer les performances mécaniques et la durabilité [7, 8].

1.2. Gypse

1.2.1. Historique et propriétés du plâtre

Le plâtre est l'un des matériaux de construction les plus anciens, utilisé par l'homme depuis environ 9000 ans. Sa fabrication est simple grâce à la faible température nécessaire et à la disponibilité abondante du gypse dans la nature [9].

De nos jours, le plâtre est utilisé sous différentes formes (enduits, plaques, carreaux). Sa faible conductivité thermique (environ $0,26 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$) est liée à sa structure poreuse. Le plâtre contient de l'eau de cristallisation, ce qui lui confère une excellente résistance au feu [10, 11].

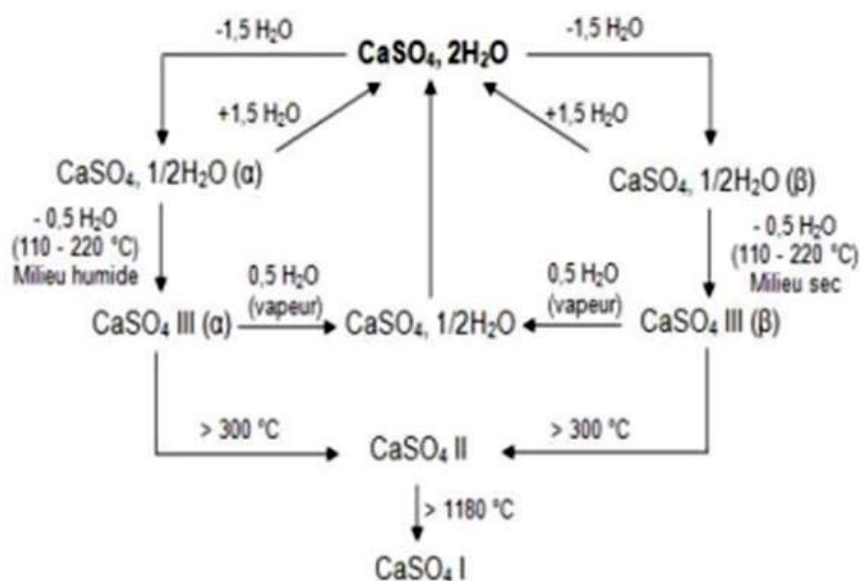


Figure 1.2 Modification de structure au cours de déshydratation de $\text{CaSO}_4, \text{H}_2\text{O}$ [4].

Le tableau ci-dessous montre les caractéristiques des phases de déshydratation du Gypse

Tableau1. 1 Caractéristiques des phases de déshydratation du Gypse [4].

	$\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	$\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$		CaSO_4		
		Forme α	Forme β	Forme III	Forme II	Forme I
Appellation	Gypse	semi-hydrate α	semi-hydrate β	Anhydrite III	Anhydrite II	Anhydrite I
Système cristallin	Monoclinique	Rhomboédrique		Hexagonal	Orthorombique	Cubique faces centrées
Teneur en eau (% massique)	20,92	6,20	6,20	0	0	0
Masse volumique (g.cm^{-3})	2,31	2,76	2,63	2,58	2,93 à 2,97	2,93 à 3
Masse molaire (g.mol^{-1})	172,17	145,15	145,15	136,14	136,14	136,10
Volume molaire ($\text{cm}^3.\text{mol}^{-1}$)	74,50	52,40	55,20	52,80	45,8 à 46,4	

1.2.2. Gypse naturel et gypse de synthèse

Le gypse naturel cristallise dans le système monoclinique. Dans la nature, il existe sous différentes formes : gypse lamellaire, albâtre, gypse fibreux, rose des sables.

Le gypse de synthèse est obtenu comme sous-produit industriel :

- Phospho-gypse (fabrication d'acide phosphorique) ;
- Désulfo-gypse (désulfuration des gaz industriels) [12].

1.2.3. Formes et cristallographie

On distingue deux formes principales de sulfate de calcium [12] :

- Gypse** : forme hydratée monoclinique ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)
- Anhydrite** : forme orthorhombique anhydre (CaSO_4)

Composition du gypse : CaO : 32,6 %, SO_3 : 46,5 %, H_2O : 20,9 %

Composition de l'anhydrite : CaO : 41,2 %, SO_3 : 58,8 % [12].

1.2.4. Composition et propriétés physico-chimiques

Le gypse est un minéral tendre (dureté Mohs : 1,5 à 2). Sa solubilité dans l'eau varie avec la température : 1,75 g/L à 0 °C, 2,1 g/L à 38 °C, 1,69 g/L à 100 °C [12].

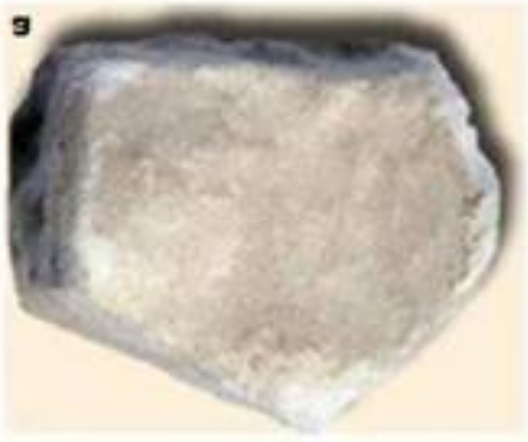


Figure1. 3 : Image représentative la forme de Gypse [3,4]

Rôle des sulfates en présence de silice :

Lorsque le gypse est associé à la silice (SiO_2), le mélange acquiert des propriétés liantes au contact de l'eau [12,13] :

1. **Dissolution** : $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Ca}^{2+} + \text{SO}_4^{2-} + 2\text{H}_2\text{O}$
2. **Sursaturation**
3. **Recristallisation** : $\text{Ca}^{2+} + \text{SO}_4^{2-} + 2\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Parallèlement, la silice réagit avec les ions calcium pour former des silicates de calcium hydratés (C-S-H), responsables du développement progressif des résistances mécaniques [11, 13].

1.2.5. Dissolution et comportement hydrogéologique

Les formations gypseuses sont sensibles à l'eau, ce qui peut provoquer des phénomènes de dissolution et la formation de vides souterrains, générant des instabilités du sol. La solubilité du gypse dans l'eau est d'environ 2,5 g/L à 20 °C [14,15].

1.2.6. Production et utilisations industrielles

La production du gypse débute par son extraction en carrière. La roche extraite est ensuite soumise à un concassage afin de réduire sa taille, suivi d'un broyage pour obtenir une granulométrie adaptée. Le matériau est ensuite séché afin d'éliminer l'humidité résiduelle, puis cuit à une température comprise entre 120 et 180 °C pour provoquer sa déshydratation partielle et obtenir le plâtre. Après la cuisson, le produit est refroidi, puis tamisé afin d'obtenir une poudre homogène répondant aux exigences de qualité. Enfin, le plâtre est stocké dans des conditions appropriées avant son conditionnement ou son utilisation dans diverses applications industrielles. [16]

Utilisations :

- Industrie cimentière : régulateur de prise (3 à 6 %)
- Industries chimiques : fabrication de CaS, H₂ S, soufre
- Charge minérale
- Décoration intérieure [16].

1.3. Conclusion

Ce chapitre a présenté les caractéristiques fondamentales du verre et du gypse. Le verre, riche en silice, est un matériau inerte aux propriétés mécaniques intéressantes. Le gypse, matériau de construction ancestral, possède d'excellentes propriétés d'isolation et de résistance au feu, mais une résistance mécanique modérée. L'association de ces deux matériaux constitue la base de l'étude expérimentale.

CHAPITRE II :
MATERIAUX COMPOSITES
PRINCIPES ET APPLICATIONS

2.1. Définition et intérêt des composites

Un matériau composite est formé de plusieurs phases distinctes appelées renfort et matrice. À l'état non endommagé, ces deux constituants sont parfaitement liés [17]. Les renforts assurent la résistance mécanique, tandis que la matrice maintient la cohésion et répartit les contraintes.

2.2. Constituants des matériaux composites

2.2.1. Matrices

Trois grandes familles existent :

- Composites à matrice organique (CMO) : les plus répandus
- Composites à matrice céramique (CMC) : haute température
- Composites à matrice métallique (CMM) : exigences mécaniques élevées[18].

2.2.2. Renforts

Les renforts peuvent se présenter sous différentes formes :

- Forme linéique (fils, mèches)
- Forme surfacique (tissus, mats)
- Forme multidirectionnelle (tresses, architectures 3D) [17].

2.2.3. Additifs

Les additifs sont incorporés en faible quantité pour modifier ou améliorer certaines propriétés :

- Accélérateurs / retardateurs de prise
- Plastifiants
- Agents hydrophobes
- Agents de couplage (ex: silanes) [17].

2.3. Propriétés mécaniques des composites

Les propriétés dépendent fortement de l'arrangement et de l'orientation des fibres . Les matériaux composites à base de gypse et de silice constituent une approche innovante : le gypse joue le rôle de matrice, tandis que la silice (phase dispersée) améliore les propriétés mécaniques et réduit la porosité [18].

2.4. Domaines d'utilisation

Les composites sont utilisés dans l'automobile, l'aéronautique, le spatial et le bâtiment. Ils offrent une grande flexibilité de conception et permettent d'optimiser poids et résistance.



Figure 2.1 : Evolution du pourcentage d'utilisateurs des matériaux composites [17].

2.5. Mélange du verre avec le gypse

2.5.1. Effet de la poudre de verre et de la silice sur le gypse

L'ajout de poudre de verre améliore la résistance à la compression grâce à la réaction de la silice avec le calcium, formant des silicates de calcium hydratés (C-S-H) [19, 20]. Cependant, une teneur excessive (au-delà de 7,5 %) peut diminuer la résistance [21].

2.5.2. Propriétés mécaniques du mélange verre-gypse

- **Résistance à la compression** : augmente de 10-20 MPa (gypse pur) à 30-38 MPa avec ajout de verre [7, 22]
- **Résistance à la flexion** : améliorée pour de faibles à moyennes teneurs [23]
- **Densité** : augmente (1670 → 1960 kg/m³)
- **Absorption d'eau** : diminue fortement (9-10 % → 3 %) [20].

2.5.3. Rôle du gypse modifié dans la construction durable

Cette approche permet de valoriser les déchets verriers, de réduire la consommation de ressources naturelles, d'améliorer les propriétés mécaniques et de diminuer l'impact environnemental [1, 24].

2.6. Techniques de caractérisation des composites

2.6.1. Analyse thermogravimétrique (ATG)

L'ATG permet de suivre les variations de masse en fonction de la température [25] :

- Entre 100 et 150 °C : $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O} + \frac{3}{2}\text{H}_2\text{O}$
- À plus haute température : $\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{CaSO}_4 + \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$

2.6.2. Analyse calorimétrique différentielle (DSC/ATD)

Ces techniques mesurent la différence de température ou les variations de flux thermique pour identifier les transitions de phase [25].

2.6.3. Microscopie électronique à balayage (MEB)

Le MEB permet d'observer la microstructure, la morphologie des cristaux, la porosité, et l'interface entre les phases, avec des grossissements allant de 20 à 40 000 fois [25].

2.6.4. Analyse par fluorescence X (XRF)

La fluorescence X permet de déterminer la composition chimique élémentaire et la teneur en oxydes des matériaux [26, 27].

2.6.5. Essais mécaniques (Flexion, compression)

Les essais mécaniques sont indispensables pour évaluer le comportement d'un matériau composite sous sollicitations. Ils permettent de quantifier sa résistance, sa rigidité et sa ténacité, et de valider son aptitude à une application donnée. Pour les composites à base de gypse, les essais de flexion et de compression sont les plus couramment utilisés car ils reflètent les sollicitations réelles rencontrées dans le bâtiment (planchers, cloisons, enduits) [28, 29].

2.6.5.1. Essai de flexion (3 points ou 4 points)

1. Principe d'essai de flexion

Une éprouvette de section rectangulaire (généralement 4×4×4×16 cm selon la norme EN 13279-2) est posée sur deux appuis inférieurs. Une charge est appliquée verticalement jusqu'à rupture, soit en un point central (flexion 3 points), soit en deux points symétriques (flexion 4 points) [30].

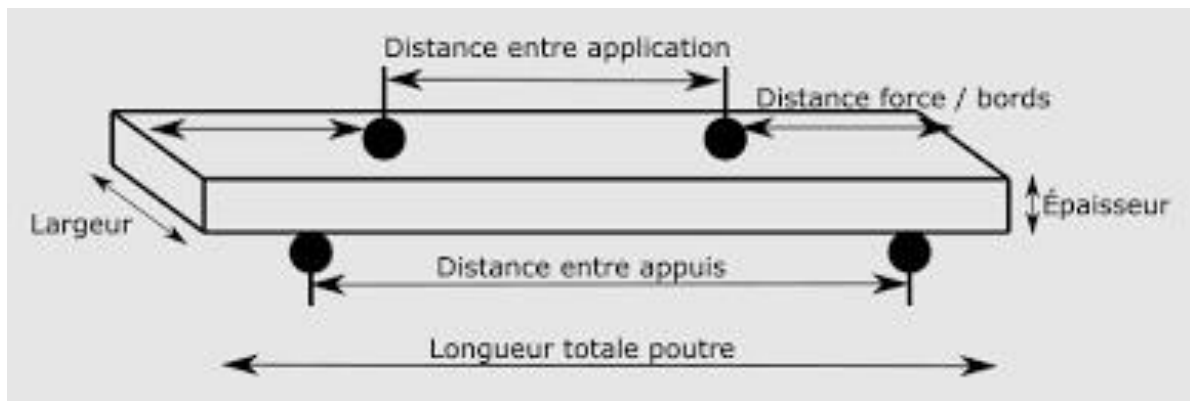


Figure 2.2 : Schéma de principe d'un essai de flexion (4 points) [30].

2. Paramètres géométriques :

- a) L : distance entre appuis inférieurs (portée) = 100 mm dans cette étude.
- b) l : distance entre les deux points de chargement supérieurs = 40 mm (soit $L/3$ de chaque côté).
- c) b : largeur de l'éprouvette (≈ 40 mm).
- d) h : hauteur de l'éprouvette (≈ 40 mm).

2.6.5.2 . Comparaison entre flexion en 3 points et flexion en 4 points .

Le tableau ci-dessous montre une comparaison entre deux types de flexion en 3 points et flexion en 4 points à différents critères.

Tableau 2.1 : Comparaison de flexion en 3 points et en 4 points [30].

Critère	Flexion 3 points	Flexion 4 points
Zone de contrainte max	Uniquement sous le point de charge central	Sur toute la zone entre les deux points de charge (moment constant)
Répartition des contraintes	Non uniforme (pic au centre)	Uniforme sur la zone centrale
Sensibilité aux défauts	Élevée (défaut au centre $\rightarrow$ rupture prématurée)	Plus faible (la rupture se produit au défaut le plus critique dans la zone)
Utilisation	Essai de contrôle rapide	Essai de caractérisation plus fiable
Norme	ASTM C78	ASTM C1609 (utilisée ici)

2.6.5.3. Grandeurs mesurées et calculées

- a) Force maximale à la rupture F_{max} (en N) : directement lue sur la machine.
- b) Flèche maximale f (en mm) : déplacement au centre sous charge maximale.

c) Contrainte à la rupture (Module de rupture) σ_f :

- Pour la flexion 4 points (zone de moment constant) :

$$\sigma_f = \frac{F \times L}{b \times h^2} \text{ (en N/mm}^2 \text{ ou MPa)} \quad (3.1)$$

(Avec L = distance entre appuis extérieurs, b = largeur, h = hauteur) ;

- Pour la flexion 3 points :

$$\sigma_f = \frac{3F \times L}{2b \times h^2} \text{ (en N/mm}^2 \text{ ou MPa)} \quad (3.2)$$

d) Module d'élasticité en flexion E_f (rigidité) :

$$\text{➤ } E_f = \frac{L^3 \times m}{4b \times h^3} \text{ (en N/mm}^2 \text{ ou MPa)} \quad (3.3)$$

- Pour 4 points, en supposant un comportement linéaire élastique) [30].

2.7. Avantages et inconvénients des composites

A/ Avantages :

Les matériaux composites présentent plusieurs avantages, notamment leur **légèreté**, leur **bonne résistance mécanique** et leur **flexibilité de conception**. Ils permettent également la **valorisation des déchets**, contribuant ainsi à la protection de l'environnement

B/ Inconvénients :

Les matériaux composites présentent aussi quelques inconvénients, tels qu'un coût de fabrication élevé, une fragilité dans certaines applications et une sensibilité à l'humidité pour certains types de composites. [17, 18].

2.8. Conclusion

Ce chapitre a présenté les principes fondamentaux des matériaux composites, leurs constituants et leurs domaines d'application. L'incorporation de silice ou de verre recyclé dans une matrice de gypse permet d'améliorer les propriétés mécaniques et la durabilité.

Les techniques de caractérisation (ATG, DSC, MEB, XRF, essais mécaniques) permettent d'évaluer les performances de ces composites.

CHAPITRE III :
ETUDE EXPERIMENTALE
MATERIAUX, METHODE ET RESULTATS

3.1. Introduction

Ce chapitre est consacré à l'élaboration et à la caractérisation d'un nouveau matériau composite à base de gypse et de verre broyé. Il décrit les matériaux utilisés, la formulation des mélanges, la procédure expérimentale, les méthodes de caractérisation, ainsi que les résultats obtenus et leurs discussions.

3.2. Matières et Matériels utilisé

3.2.1. Matières premières

- Le matériau de base utilisé est un gypse commercial de type **COLPA**, composé essentiellement de sulfate de calcium dihydraté ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$). Ce liant a été choisi comme matrice du composite en raison de sa disponibilité, de sa facilité de mise en œuvre et de son usage largement répandu dans les matériaux de construction. En outre, ses propriétés intrinsèques, notamment sa bonne aptitude au moulage et son comportement vis-à-vis des applications de construction, justifient son emploi dans cette étude [16,31].



Figure 3.1 : Gypse commercial utilisé de type COLPA [30].

- **Activateur** : ciment (10 % des solides)

Un ciment a été utilisé comme agent activateur afin d'améliorer les propriétés mécaniques du composite à base de gypse et de silice. Incorporé à hauteur de **10 % de la masse totale des solides**, il contribue au renforcement de la cohésion de la matrice et favorise le développement d'une microstructure plus compacte, ce qui se traduit par une amélioration des performances mécaniques du matériau [31].



Figure 3.2 : *Activeurs (ciment)*

Silice : La source de silice utilisée dans cette étude est constituée d'un mélange de **sable** (granulométrie de **200 à 400 µm**) et de **verre broyé** (granulométrie **< 200 µm**), tous deux riches en dioxyde de silicium (SiO_2). Ce mélange a été incorporé au composite afin de fournir la phase siliceuse et de contribuer à l'amélioration de ses propriétés physiques et mécaniques. [13, 21]



Figure 3.3 : *Silice (sable + verre broyé)*

- **Eau** : potable, rapport Eau/Solides = 0,5

3.2.2. Matériel utilisé

- Balance de précision KERN PLS 360-3 ($\pm 0,1$ g)

La pesée des différents constituants du mélange a été réalisée à l'aide d'une balance électronique de précision de type **KERN PLS 360-3**, présentant une résolution de

0,1 g. Cet équipement permet de mesurer avec précision les quantités de gypse, de sable, de verre broyé, de ciment et d'eau conformément aux proportions définies pour chaque formulation expérimentale.

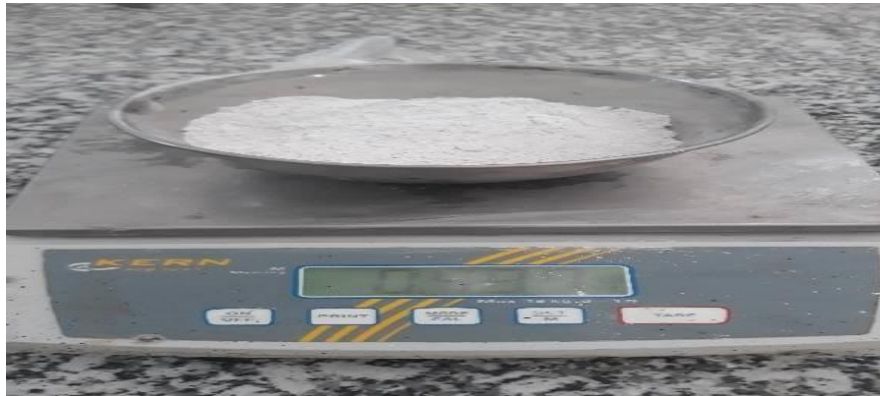


Figure 3.4 : Balance de précision ($\pm 0,1$ g)

L'homogénéisation du mélange est réalisée à l'aide d'un malaxeur mécanique, permettant d'assurer une répartition uniforme des différents constituants. Ce procédé garantit une meilleure dispersion des particules de plâtre, de sable et de verre broyé, tout en réduisant la formation d'agglomérats. L'utilisation de ce dispositif améliore ainsi la qualité du mélange et contribue à la reproductibilité des résultats expérimental



Figure 3.5 : Malaxeur mécanique

Tamiseur vibrant : Le tamisage des matériaux a été réalisé à l'aide d'un **tamiseur vibrant**, permettant de séparer les particules selon leur granulométrie. Cette opération garantit l'obtention de fractions granulaires homogènes pour le sable et le verre broyé, assurant ainsi une meilleure reproductibilité des essais expérimentaux ainsi qu'une qualité et une homogénéité accrues des mélanges préparés.



Figure 3.6 : Tamiseur vibrant

- Four de laboratoires.
Les échantillons sont traités thermiquement à l'aide d'un four de type Mamert Oven, permettant un contrôle précis de la température. Ce dispositif assure un chauffage uniforme des échantillons, garantissant ainsi des conditions expérimentales fiables et reproductibles.



Figure 3.7 : Four type Mamert Ovin

- Moules $4 \times 4 \times 16$ cm [29]
- Étuve
- Machine d'essai Zwick/Roell Z100 [28]
- Appareil XRF Rigaku ZSX Primus IV [26, 27]

3.3. Formulation des mélanges et plan expérimental

Les mélanges sont préparés avec une masse totale de 1000 g et un rapport Eau/Solides = 0,5.

Les quantités sont déterminées comme suit :

- Eau : 333 g
- Solides totaux : 667 g (activateur : 67 g; gypse + silice : 600 g)
- Activateur : 10 % des solides (67 g)
- Gypse + Silice : 600g Moules pour éprouvettes (ex : cylindres 4x4x16 cm)



Figure 3.8 : Matériels et les composants du mélange

Neuf (09) lots sont préparés en faisant varier les deux rapports:

- Le rapport Gypse/Silice : 50/50, 25/75, 75/25
- Le rapport Sable/Verre broyé : 90/10, 80/20, 70/30 [22, 20].

Tableau 3.1 : Proportions des constituants de chaque mélange

Lot	Gypse/Silice (%)	Sable/Verre broyé (%)	Gypse (g)	Sable (g)	Verre broyé (g)	Activateur (g)	Eau (g)	Total (g)
1	50/50	90/10	300	270	30	67	333	1000
2	50/50	80/20	300	240	60	67	333	1000
3	50/50	70/30	300	210	90	67	333	1000
4	25/75	90/10	150	405	45	67	333	1000
5	25/75	80/20	150	360	90	67	333	1000
6	25/75	70/30	150	315	135	67	333	1000
7	75/25	90/10	450	135	15	67	333	1000
8	75/25	80/20	450	120	30	67	333	1000
9	75/25	70/30	450	105	45	67	333	1000

3.4. Procédure expérimentale

3.4.1. Préparation des mélanges

Les matériaux secs sont mélangés pendant 2 minutes, puis l'eau est ajoutée progressivement. Le malaxage est poursuivi 3 à 5 minutes jusqu'à obtention d'une pâte homogène [29].

- On effectue le tamisage du sable et du verre broyé, en prenant une fraction de 200 μm pour le verre broyé, et une fraction comprise entre 200 et 400 μm pour le sable.
- Pour chaque lot : les matériaux secs (gypse, sable, verre broyé et activateur) sont mélangés pendant 2 minutes.
- L'eau est ensuite ajoutée progressivement.
- Le malaxage est poursuivi pendant 3 à 5 minutes jusqu'à obtention d'une pâte homogène.

3.4.2. Mise en moule et conservation

Les moules sont huilés, le mélange est coulé en deux couches avec vibration pour éliminer les bulles d'air [28]. Les éprouvettes sont conservées 24 heures à température ambiante avant démoulage.

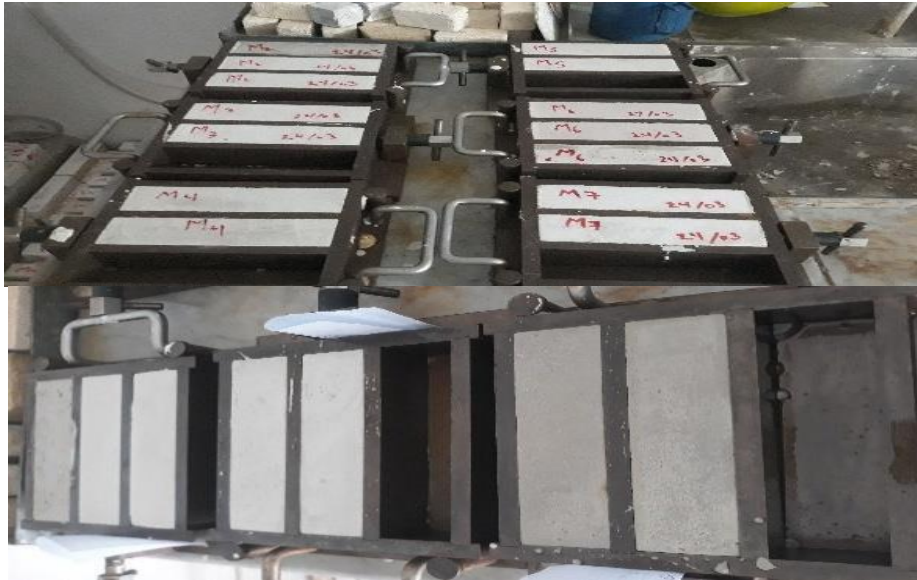


Figure 3.9 : Protocole de moulage

3.4.3. Traitement thermique

Les échantillons sont soumis à un traitement thermique à 70 °C pendant 48 heures [10]



Figure 3.10 : Traitement thermique

3.5. Méthodes de caractérisation

3.5.1. Essai de flexion quatre points

Les essais mécaniques ont été réalisés à l'aide d'une machine d'essai universelle de type Zwick/Roell Z100. La résistance des éprouvettes a été évaluée par un essai de flexion à quatre points, permettant une application progressive et contrôlée de la charge. La distance entre les appuis extérieurs est fixée à 100 mm, tandis que l'écartement entre les deux points de chargement intérieurs est de 40 mm. L'essai est effectué à une vitesse de déplacement constante de 1 mm/min. [28, 29]



Figure 3.11 : Essai de flexion à quatre points (Zwick/Roell Z100)

Ce dispositif assure une répartition plus homogène des contraintes dans la zone centrale de l'éprouvette, réduisant ainsi les effets de concentration de contraintes et améliorant la fiabilité et la reproductibilité des résultats obtenus.

3.5.2. Analyse par fluorescence X (XRF)

Appareil Rigaku ZSX Primus IV. Permet de déterminer la composition chimique élémentaire et la teneur en oxydes des échantillons [26, 27]. L'essai de fluorescence X (XRF) est une technique d'analyse utilisée pour déterminer la composition chimique des matériaux. Il permet d'identifier les éléments présents dans un échantillon et de quantifier leurs proportions, notamment les différents oxydes dans les matériaux minéraux. L'objectif de cet essai est de caractériser les matières premières et les matériaux étudiés afin de mieux

comprendre leur nature chimique et d'expliquer leurs propriétés physiques et mécaniques. Cette analyse est essentielle pour vérifier la qualité des matériaux et assurer leur conformité aux exigences du projet.

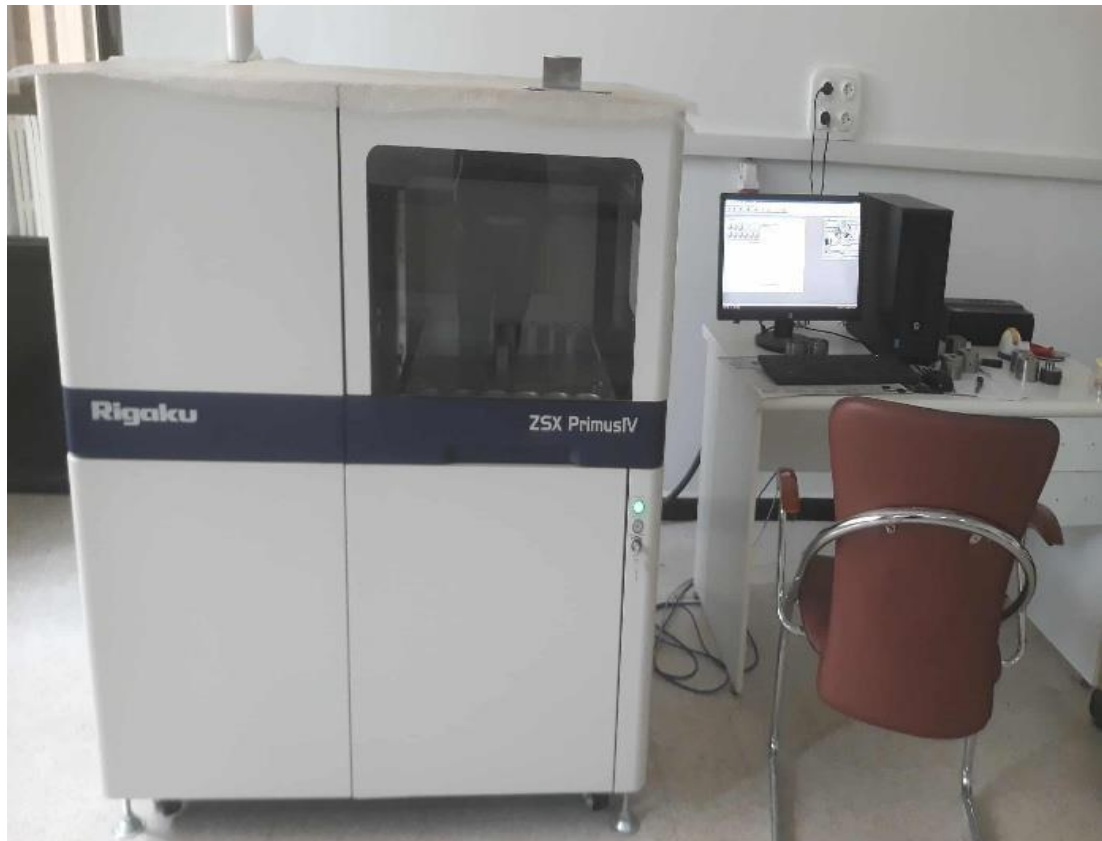


Figure 3.12 : L'appareil Rigaku ZSX Primus IV.

3.6. Résultats des essais de flexion

Tableau 3.2 : Résultats de l'essai de flexion quatre points

Lot	Force max (N)	Déplacement à rupture (mm)	Temps (s)
1	1400	0,8	50,03
2	1460	0,9	53,33
3	1480	0,9	53,23
4	532	0,9	52,16
5	553	0,7	44,34
6	570	0,8	49,99
7	2520	1,1	69,25
8	2320	0,9	55,11
9	1860	0,7	43,87

Analyse : Les lots 7 et 8 (rapport gypse/silice = 75/25) présentent les résistances les plus élevées (2520 N et 2320 N), traduisant une meilleure compacité et une réduction de la porosité [18, 22]. Les lots 4, 5 et 6 (rapport gypse/silice = 25/75) affichent les valeurs les plus faibles (532 N à 570 N). Les déplacements à la rupture restent faibles (0,7 à 1,1 mm), caractérisant un comportement fragile [11, 18].



Figure 3.13 : Essai de flexion

la teneur en silice influence fortement la résistance mécanique, avec l'existence d'une teneur optimale (éprouvettes 7 et permettant d'obtenir les meilleures performances

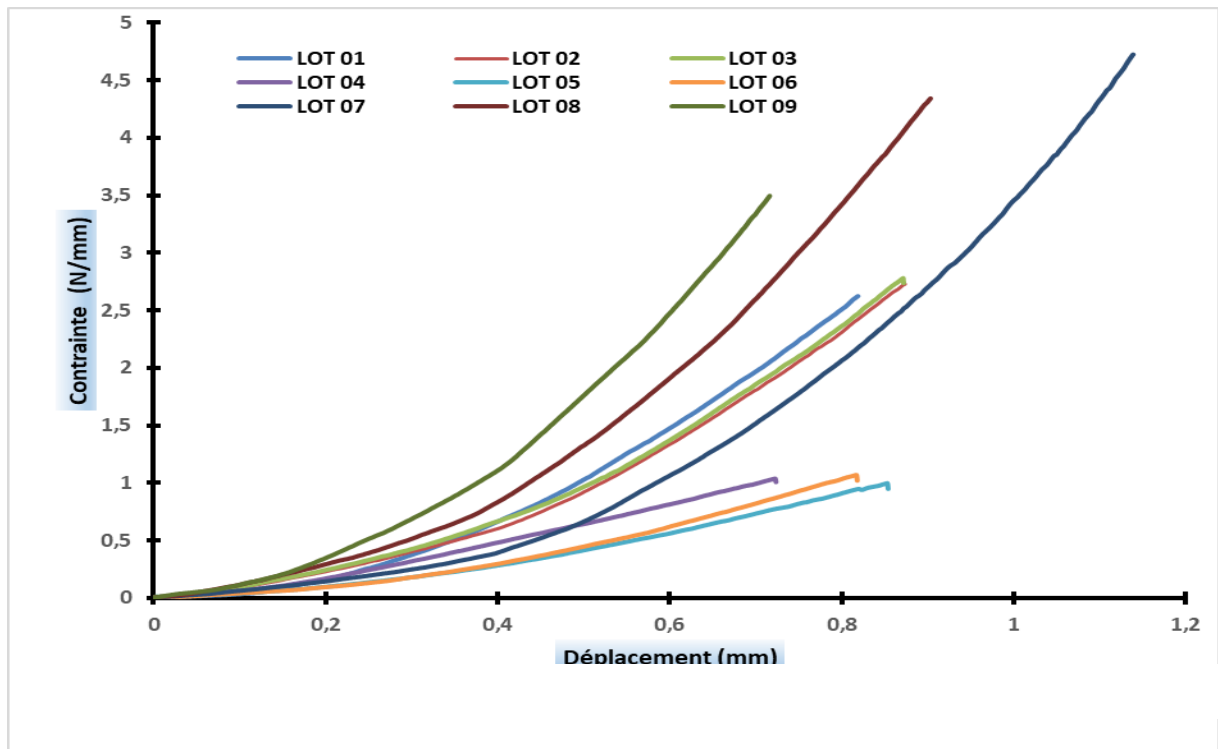


Figure 3.14 : Courbe Contrainte-Déplacement

La figure 3.14 présente l'évolution de la contrainte en fonction du déplacement pour les différentes éprouvettes testées en flexion. On observe une augmentation progressive de la contrainte avec le déplacement pour l'ensemble des éprouvettes, traduisant une bonne capacité de résistance à la flexion. Les éprouvettes LOT07, LOT08 et LOT09 enregistrent les valeurs de contrainte les plus élevées, atteignant respectivement environ 4,7 N/mm², 4,3 N/mm² et 3,5 N/mm², ce qui témoigne de meilleures performances mécaniques. En revanche, les éprouvettes LOT02, LOT04 et LOT05 présentent des contraintes plus faibles et des déplacements à la rupture relativement réduits. Ces résultats indiquent que la teneur en silice influence significativement le comportement mécanique des éprouvettes, avec l'existence d'une composition optimale permettant d'obtenir les meilleures performances en flexion

3.7 Évolution des forces de rupture

L'analyse des résultats des essais de flexion a permis de mettre en évidence l'influence significative de la composition sur les performances mécaniques du composite. La figure X présente l'évolution de la force de rupture maximale en fonction des neuf formulations testées.

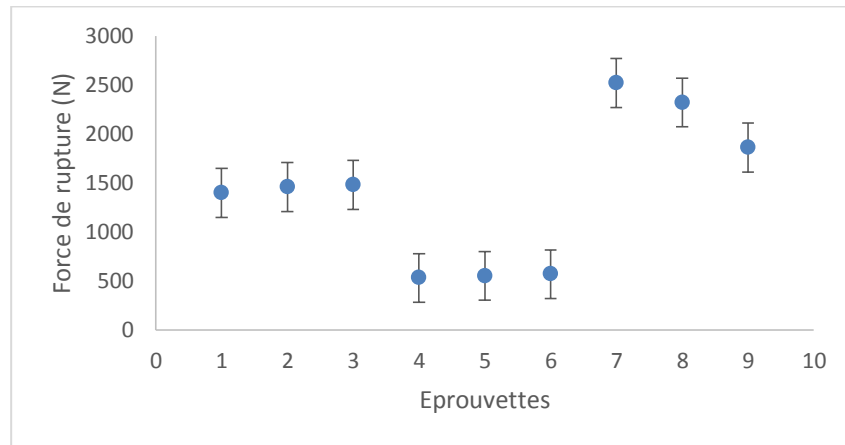


Figure 3.15 : Évolution de la force de rupture en flexion des composites gypse-silice en fonction de la formulation

L'examen de cette figure révèle trois zones de comportement distinctes :

1. Formulations à base de 75% de gypse (Lots 7, 8 et 9)

Ces formulations présentent les meilleures performances mécaniques, avec des forces de rupture comprises entre 1860 N et 2520 N. Le lot 7, composé de 75% de gypse, 25% de silice (dont 90% de sable et 10% de verre broyé), se distingue nettement avec une force maximale de 2520 N. Cette performance est attribuée à une meilleure compacité de la matrice et à une réduction de la porosité interne, confortant ainsi les conclusions de Soroka et Sereda [18] sur l'importance de la compacité dans les systèmes à base de gypse.

2. Formulations à base de 50% de gypse (Lots 1, 2 et 3)

Ces formulations montrent des performances intermédiaires, avec des forces de rupture autour de 1400-1480 N. Bien que ces valeurs soient supérieures à celles du gypse pur, elles restent sensiblement inférieures aux formulations à 75% de gypse, suggérant qu'un apport de silice modéré peut améliorer les propriétés, mais qu'un excès peut être préjudiciable.

3. Formulations à base de 25% de gypse (Lots 4, 5 et 6)

Ces formulations présentent les résistances les plus faibles, avec des forces de rupture ne dépassant pas 570 N. Cette chute de performance s'explique par une teneur en gypse insuffisante pour assurer une cohésion adéquate de la matrice.

L'analyse chimique (XRF) du lot 4 a révélé une teneur en SO_3 très inférieure (9,63%) par rapport aux formulations performantes, confirmant le rôle essentiel du gypse dans la résistance mécanique du composite. Cette gradation nette des performances selon la teneur en gypse confirme l'existence d'une composition optimale, située autour de 75% de gypse et 25% de silice, permettant d'atteindre un équilibre entre cohésion, homogénéité et

résistance

mécanique

[.....]

3.8 Résultats des analyses chimiques (XRF)

Afin d'identifier la composition chimique des mélanges élaborés, une analyse par fluorescence des rayons X (XRF) a été réalisée sur quatre échantillons sélectionnés parmi les neuf formulations préparées. Les échantillons retenus sont : Lot 2, Lot 4, Lot 7 et Lot 9. Le choix de ces formulations a été effectué sur la base des résultats obtenus lors de l'essai de flexion, afin d'étudier l'influence de la composition chimique sur le comportement mécanique des matériaux.

Ainsi, les échantillons présentant des comportements représentatifs et des performances différentes en résistance à la flexion ont été choisis pour cette caractérisation chimique.

L'analyse XRF permet de déterminer les principaux oxydes présents dans les formulations, notamment ceux liés à la silice issue du verre broyé, et d'établir une corrélation entre la composition chimique et les propriétés mécaniques obtenues

3.8.1. Lot 02 – Résistance moyenne (1460 N)

Les tableaux et les figures suivants présentent les résultats de l'analyse par fluorescence des rayons X (XRF) des différents échantillons étudiés. Cette technique permet de déterminer la composition chimique élémentaire ainsi que la composition en oxydes des matériaux analysés. Les résultats sont exprimés en pourcentage massique (%), ce qui permet d'identifier les éléments et les composés majoritaires et d'évaluer leur contribution à la composition globale des échantillons.

Tableau 3.3 : Composition Chimique élémentaire – Lot 02

Élément	Teneur (%)
Ca	79,5
S	10,2
Si	3,76
Fe	2,04
Autres	4,5

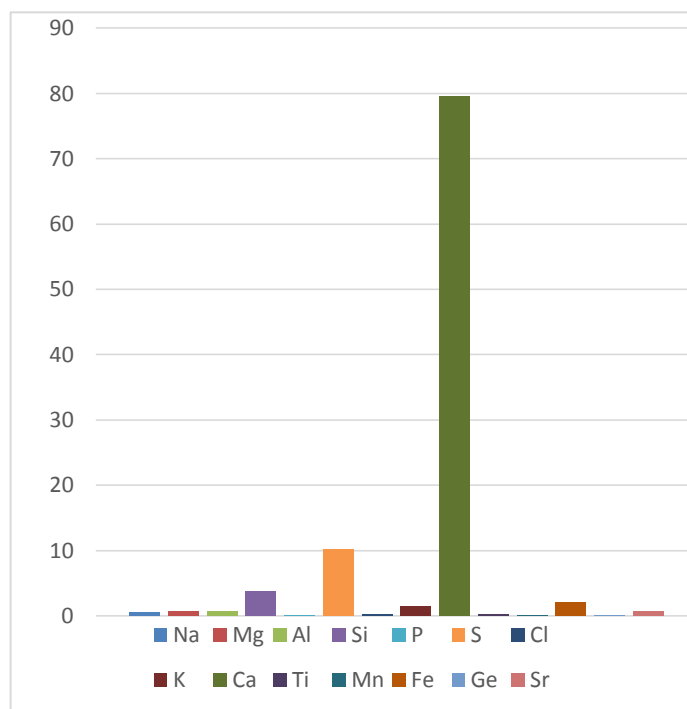


Figure 3.16 : Répartition des Composants Chimiques élémentaire de l'échantillon 02

La figure 3.16 présente la composition chimique élémentaire de l'échantillon 1 obtenue par analyse XRF. On remarque que le calcium (Ca) est l'élément majoritaire avec une teneur d'environ 79,5 %, suivi par le soufre (S) avec 10,2 % et le silicium (Si) avec 3,76 %. Les autres éléments sont présents en faibles quantités. Cette répartition met en évidence la prédominance des composés riches en calcium dans cet échantillon.

Tableau 3.4 : Composition Chimiques en oxydes – Lot 02

Oxyde	Teneur (%)
CaO	69,4
SO ₃	18,3
SiO ₂	6,15
Autres	6,15

Interprétation : Le lot 2 est dominé par le calcium et le soufre, correspondant à une matrice essentiellement gypseuse. La teneur en silice (6,15 %) est modérée.

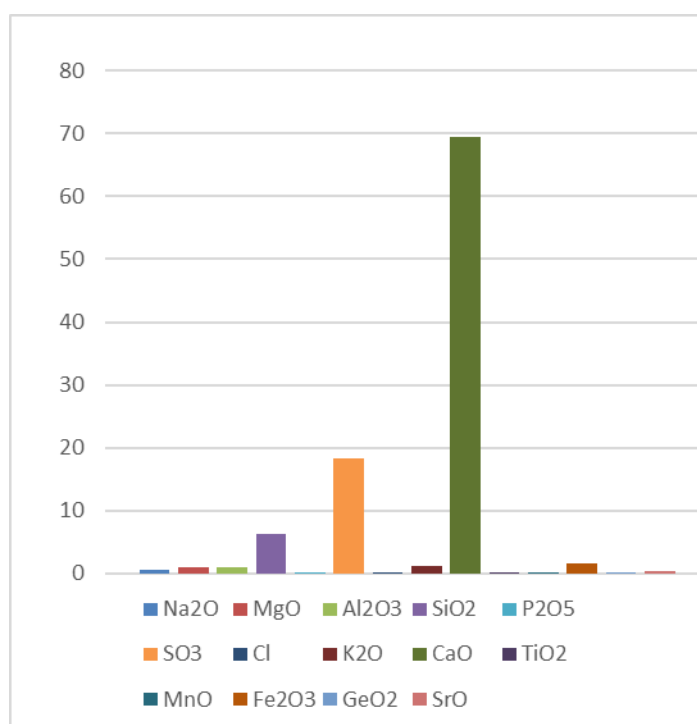


Figure 3.17 : Répartition des composants Chimiques en oxydes de l'échantillon 02

La figure 3.17 montre la composition chimique en oxydes de l'échantillon 1. On observe que l'oxyde de calcium (CaO) constitue la phase dominante avec une teneur d'environ 69,4 %, suivi par le trioxyde de soufre (SO₃) avec 18,3 % et la silice (SiO₂) avec 6,15 %. Les autres oxydes apparaissent en faibles proportions, ce qui confirme la nature essentiellement calcique de l'échantillon.

3.8.2. Lot 04 – Faible résistance (532 N)

Tableau 3.5 : Composition Chimiques élémentaire – Lot 04

Élément	Teneur (%)
Ca	80,1
Si	5,75
S	5,14
Fe	4,22
Autres	4,79

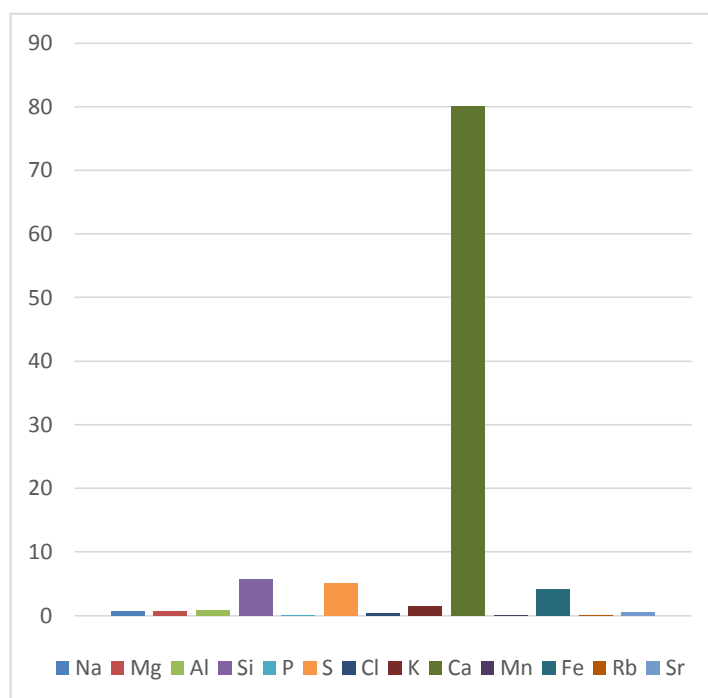


Figure 3.18 : Répartition des composants Chimiques élémentaire de l'échantillon 04

La figure 3.18 présente la composition chimique élémentaire de l'échantillon 2. Les résultats montrent que le calcium (Ca) demeure l'élément dominant avec une teneur d'environ 80,1 %, tandis que le silicium (Si) et le soufre (S) représentent respectivement 5,75 % et 5,14 %. Les autres éléments ne sont présents qu'en faibles proportions

Tableau 3.6 : Composition Chimiques en oxydes – Lot 04

Oxyde	Teneur (%)
CaO	72,9
SiO ₂	9,78
Oxyde	Teneur (%)
SO ₃	9,63
Autres	7,69

Interprétation : Une teneur en SiO₂ plus élevée (9,78 %) mais une teneur en SO₃ très inférieure (9,63 %). Cette diminution du gypse explique la chute de résistance [21].

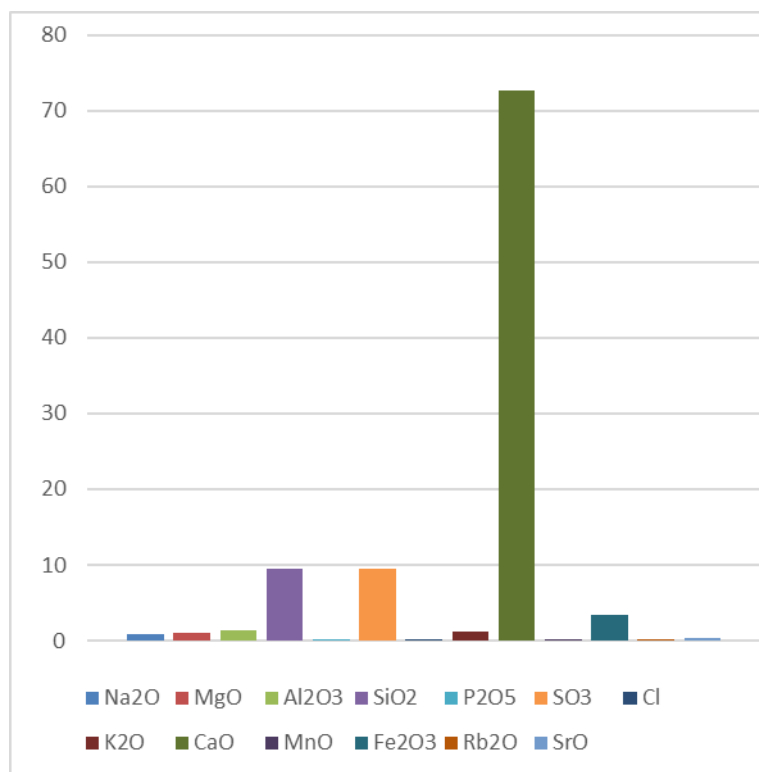


Figure 3.19 : Répartition des composants chimiques en oxydes de l'échantillon 04

La figure 3.19 illustre la composition chimique en oxydes de l'échantillon 2 obtenue par analyse XRF. On constate que le CaO est l'oxyde majoritaire avec une teneur d'environ 72,9 %, suivi du SiO₂ (9,78 %) et du SO₃ (9,63 %). Les autres oxydes sont présents en quantités relativement faibles, traduisant la prédominance des composés calciques dans cet échantillon

3.8.3. Lot 07 – Excellente résistance (2520 N)

Tableau 3.7 : Composition chimique élémentaire – Lot 07

Élément	Teneur (%)
Ca	63,9
S	28,5
Si	3,90
Autres	3,70

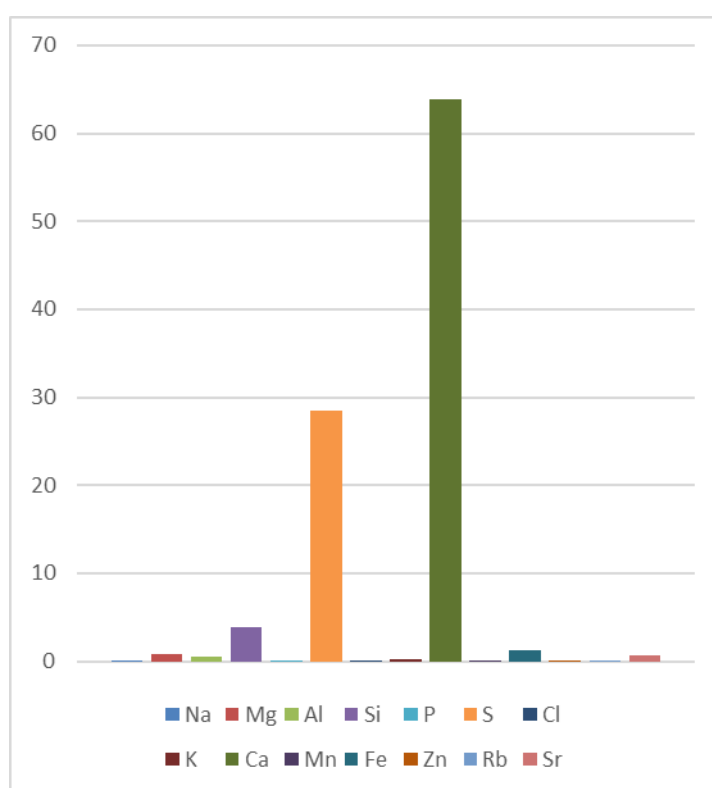


Figure3.20 : Répartition des composants chimiques élémentaire de l'échantillon 07

La figure 3.20 présente la composition chimique élémentaire de l'échantillon 3. On remarque que le calcium (Ca) est l'élément prédominant avec une teneur d'environ 63,9 %, suivi du soufre (S) avec 28,5 %. Les autres éléments, tels que le silicium (Si), le magnésium (Mg) et le fer (Fe), sont présents en faibles quantités. Cette composition met en évidence une teneur importante en soufre

Tableau 3.8 : Composition chimique en oxydes – Lot 07

Oxyde	Teneur (%)
CaO	46,2
SO ₃	44,8
SiO ₂	5,83
Autres	3,17

Interprétation : Rapport CaO/SO₃ proche de 1 (46,2 % / 44,8 %) et teneur modérée en silice (5,83 %). Cette composition équilibrée permet la meilleure résistance [22, 30].

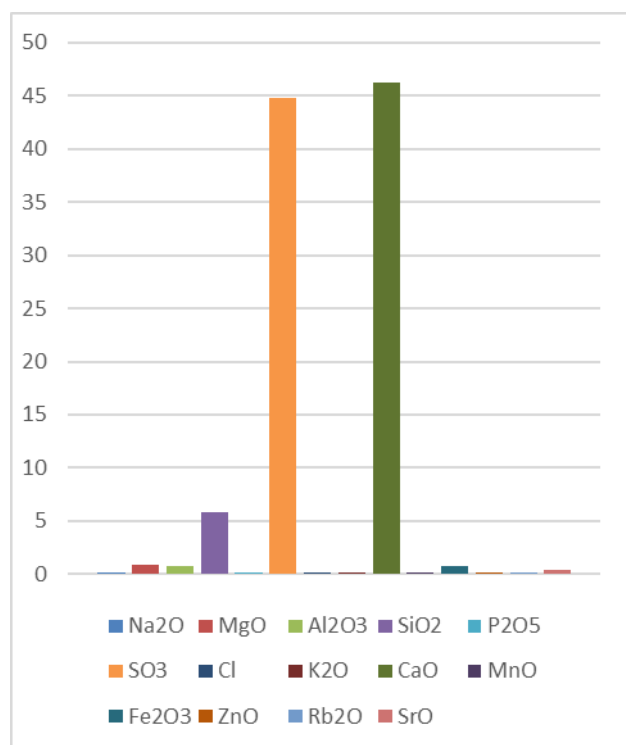


Figure 3.21 : Répartition des composants chimiques en oxydes de l'échantillon 07

La figure 3.21 montre la composition chimique en oxydes de l'échantillon 3. Les résultats indiquent que le CaO (46,2 %) et le SO₃ (44,8 %) constituent les oxydes dominants de l'échantillon, tandis que la teneur en SiO₂ est de l'ordre de 5,83 %. Les autres oxydes sont présents à l'état de traces ou en faibles proportions.

3.8.3. Lot 09 – Bonne résistance (1860 N)

Tableau 3.9 : Composition chimique élémentaire – Lot 09

Élément	Teneur (%)
Ca	63,4
S	29,0
Si	3,92
Autres	3,68

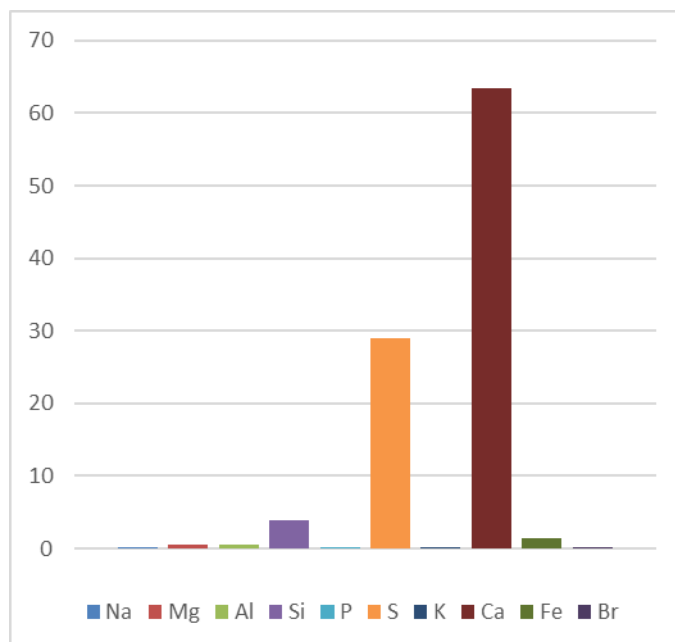


Figure 3.22 : Répartition des composants chimiques élémentaire de l'échantillon 09

La figure 3.22 présente la composition chimique élémentaire de l'échantillon 4. Les résultats révèlent que le calcium (Ca) demeure l'élément principal avec une teneur d'environ 63,4 %, suivi du soufre (S) avec 29,0 %. Les autres éléments apparaissent en faibles proportions. Cette répartition confirme la richesse de l'échantillon en composés calciques et sulfatés.

Tableau 3.10 : Composition chimique en oxydes – Lot 09

Oxyde	Teneur (%)
SO ₃	48,3
CaO	45,8
SiO ₂	5,85
Autres	0,05

Interprétation : Composition très similaire au lot 7. La très faible teneur en impuretés (0,05 %) témoigne d'une bonne homogénéité.

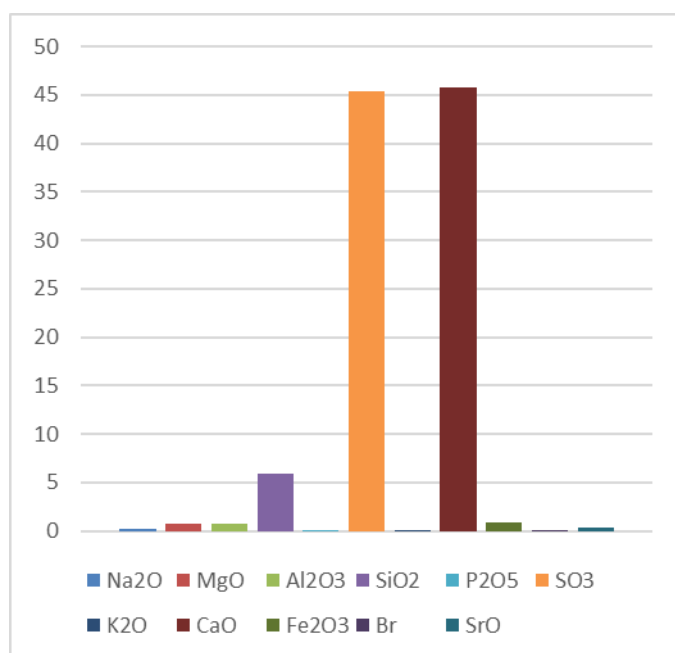


Figure 3.23 : Répartition des composants Chimiques en oxydes de l'échantillon 09

La figure 3.23 illustre la composition chimique en oxydes de l'échantillon 4. On observe que le SO_3 et le CaO sont les oxydes majoritaires avec des teneurs respectives d'environ 48,3 % et 45,8 %. La silice (SiO_2) représente environ 5,85 %, tandis que les autres oxydes sont présents en très faibles quantités. Cette composition confirme la prédominance des phases sulfatées et calciques dans l'échantillon analysé

3.9. Discussion générale

3.9.1. Influence de la teneur en silice

Une teneur optimale en silice (environ 6 % de SiO_2) permet d'améliorer la compacité et la résistance mécanique. La silice agit comme un filler qui comble les vides interstitiels entre les cristaux de gypse [18, 13].

3.9.2. Rôle du verre broyé et de l'activateur

Le verre broyé, source de silice amorphe, présente un comportement favorable. L'ajout de 10 % de ciment améliore les propriétés mécaniques par formation de phases hydratées supplémentaires (C-S-H, ettringite) [8, 30].

3.9.3. Comparaison avec la littérature

Les résistances maximales obtenues (2520 N, soit environ 4,7 N/mm²) sont comparables à celles rapportées dans la littérature [7, 22, 23].

3.10. Conclusion

Les résultats obtenus montrent que les performances mécaniques du composite sont fortement influencées par sa formulation. La composition correspondant au lot 7 (gypse/silice = 75/25 et sable/verre = 90/10) s'est révélée la plus performante, avec une charge maximale de 2520 N en flexion. L'analyse met également en évidence une corrélation entre la composition chimique du matériau, notamment un rapport CaO/SO_3 proche de 1 et une teneur en SiO_2 d'environ 5,8 %, et l'amélioration de sa résistance mécanique. Malgré un mode de rupture fragile, caractéristique des matériaux à base de gypse, l'incorporation de verre broyé contribue à renforcer le composite tout en offrant une voie de valorisation des déchets verriers. Ces résultats confirment l'intérêt de cette approche pour l'élaboration de matériaux de construction plus performants et durables.

CONCLUSION GENERALE

Conclusion générale

Le présent travail s'inscrit dans le cadre de la recherche de matériaux de construction innovants, performants et respectueux de l'environnement. Il avait pour objectif principal l'élaboration et la caractérisation d'un nouveau matériau composite à base de gypse et de silice issue du sable et du verre broyé recyclé, en vue d'évaluer son potentiel d'utilisation dans le domaine de la construction durable.

Pour atteindre cet objectif, plusieurs formulations ont été élaborées en faisant varier les proportions de gypse, de silice et de verre broyé. Une campagne expérimentale a ensuite été menée comprenant des essais mécaniques de flexion à quatre points ainsi que des analyses chimiques par fluorescence des rayons X (XRF). Ces investigations ont permis d'étudier l'influence de la composition du matériau sur ses performances mécaniques et sa structure chimique.

Les résultats obtenus ont montré que la composition du composite joue un rôle déterminant dans son comportement mécanique. Les essais de flexion ont révélé que le lot 7, composé de 75 % de gypse et 25 % de silice avec un rapport sable/verre de 90/10, présente les meilleures performances mécaniques avec une charge maximale de 2520 N. Cette amélioration est attribuée à une meilleure compacité de la matrice et à une réduction de la porosité interne. À l'inverse, les formulations contenant des proportions élevées de silice ont présenté une diminution significative de la résistance mécanique, mettant en évidence l'existence d'une teneur optimale permettant d'obtenir un équilibre entre cohésion, homogénéité et résistance.

Les analyses chimiques réalisées par XRF ont confirmé la prédominance des oxydes de calcium (CaO) et de soufre (SO₃), caractéristiques des matériaux à base de gypse. Elles ont également montré que les formulations les plus performantes sont associées à un rapport CaO/SO₃ proche de l'unité et à une teneur modérée en silice, de l'ordre de 5,8 % de SiO₂. Ces résultats démontrent que la silice agit comme un agent de densification capable de combler les vides entre les particules de gypse et d'améliorer ainsi la cohésion du matériau lorsqu'elle est incorporée en quantité adéquate.

Par ailleurs, cette étude met en évidence l'intérêt de la valorisation du verre broyé comme matière première secondaire dans la fabrication de matériaux composites. L'utilisation de ce déchet industriel contribue non seulement à réduire les quantités de déchets destinés à l'enfouissement, mais également à préserver les ressources naturelles en substituant partiellement certaines matières premières conventionnelles. Cette approche s'inscrit pleinement dans les principes de l'économie circulaire et du développement durable.

En définitive, les résultats obtenus démontrent la faisabilité de la conception d'un composite silice-gypse présentant des propriétés mécaniques satisfaisantes et un potentiel réel pour certaines applications non structurelles dans le secteur du bâtiment. Ce travail apporte ainsi une contribution au développement de matériaux de construction plus durables et ouvre des perspectives intéressantes pour l'optimisation des formulations, l'amélioration de la durabilité du matériau et l'étude de ses propriétés thermiques, acoustiques et environnementales.

Perspectives

Les résultats obtenus dans cette étude ouvrent plusieurs perspectives de recherche visant à approfondir la caractérisation et à améliorer les performances du composite silice-gypse. Les travaux futurs pourraient notamment porter sur :

- Étudier l'influence de teneurs en silice plus larges afin de déterminer avec précision la formulation optimale du composite.
- Évaluer la résistance du matériau à la compression, à la traction et aux chocs afin d'obtenir une caractérisation mécanique plus complète.
- Réaliser une caractérisation microstructurale par microscopie électronique à balayage (MEB) afin de mieux comprendre les mécanismes d'adhésion entre le gypse et les particules de verre broyé.
- Établir une corrélation entre la microstructure du composite et ses propriétés mécaniques.
- Évaluer les propriétés thermiques du matériau, notamment sa conductivité thermique et son potentiel d'isolation.
- Déterminer les performances acoustiques du composite pour des applications dans l'isolation phonique des bâtiments.
- Examiner l'effet de l'ajout de fibres naturelles ou synthétiques sur l'amélioration des propriétés mécaniques et de la ténacité du composite.
- Tester le matériau dans des conditions réelles d'utilisation afin de valider ses performances pour des applications non structurelles dans le secteur du bâtiment.

Références

- [1] Pacheco-Torgal, F. & Jalali, S. "Eco-efficient construction and building materials". Springer, London, 2011.
- [2] Zhang, L. & Zhao, X. "Sustainable use of industrial waste in gypsum-based construction materials". *Journal of Cleaner Production*, 278, 2021.
- [3] Rashad, A. M. "Gypsum composites with industrial wastes: A comprehensive review". *Construction and Building Materials*, 316, 2022.
- [4] Zarzycki, J. *Les verres et l'état vitreux*. Masson, Paris, 1982.
- [5] Shelby, J. E. *Introduction to Glass Science and Technology*. Royal Society of Chemistry, 2005.
- [6] Colomban, P. "Structure and properties of glass". *Comptes Rendus Physique*, 19(6), 402-415, 2018.
- [7] Garg, M. & Pundir, A. "Investigation of mechanical properties of gypsum composites reinforced with glass fibers". *Construction and Building Materials*, 127, 924-931, 2016.
- [8] Leiva, C., García, C. & Vilches, L. F. "Reuse of waste glass in gypsum plasters". *Waste Management & Research*, 34(8), 782-789, 2016.
- [9] Karni, J. & Karni, E. "Gypsum in construction: origin and properties". *Materials and Structures*, 28(2), 92-100, 1995.
- [10] Martias, C. *Synthèse et caractérisation de matériaux composites à base de sulfate de calcium*. Thèse, Université de Limoges, 2011.
- [11] Singh, N. B. & Middendorf, B. "Calcium sulphate hemihydrate hydration". *Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials*, 53(1), 57-77, 2007.
- [12] Marteau, P. *Mémento roches et minéraux industriels : gypse et anhydrite*. BRGM, Orléans, 1993.
- [13] Bouziani, T., Bederina, M. & Makhloufi, Z. "Influence of dune sand on gypsum-based mortars". *Journal of Adhesion Science and Technology*, 31(8), 841-855, 2017.
- [14] Coppée, T. *Étude de la durabilité du gypse dans les structures géotechniques*. Thèse, Université de Liège, 20

- [15] Zaier, K. *Étude des formations gypseuses*. Thèse, Université de Tunis, 2021.
- [16] Ouanouno, A. K. *Impact de la formation du gypse sur la qualité du plâtre*. Master, Université de Thiès, 2016.
- [17] Abidj, S. *Matériaux composites à haute tenue thermique*. Thèse, INSA Lyon, 2014.
- [18] Soroka, I. & Sereda, P. J. "Porosity and mechanical properties in gypsum systems". *Journal of the American Ceramic Society*, 51(6), 337-340, 1968.
- [19] Pedreño-Rojas, M. A. et al. "Influence of recycled glass on gypsum plasters". *Materials*, 13(8), 1942, 2020.
- [20] Saba, M., Laidi, A. & Bederina, M. "Effect of glass powder on gypsum-based materials". *Journal of Building Materials and Structures*, 8(1), 45-56, 2021.
- [21] Bilir, T. & Yüzer, N. "Effect of waste glass powder on gypsum". *Waste Management & Research*, 36(6), 523-530, 2018.
- [22] Khalil, A. A. et al. "Effect of glass powder on gypsum-based composites". *Journal of Building Engineering*, 34, 101895, 2021.
- [23] Herrero, S., Mayor, P. & Hernández-Olivares, F. "Glass fiber reinforcement in gypsum plasters". *Composite Structures*, 243, 112210, 2020.
- [24] Sanfelix, S. G., Navarrete, B. & López, J. "Life cycle assessment of gypsum-based composites". *Journal of Cleaner Production*, 258, 120789, 2020.
- [25] Guelmine, L. *Cours de méthodes expérimentales*. Université de Bordj Bou Arreridj, 2025.
- [26] Jenkins, R. *X-Ray Fluorescence Spectrometry*. 2nd ed., Wiley, 1999.
- [27] Beckhoff, B. et al. (Eds.). *Handbook of Practical X-Ray Fluorescence Analysis*. Springer, 2006.
- [28] ASTM C1609/C1609M-19. *Flexural Performance of Fiber-Reinforced Concrete*. ASTM, 2019.
- [29] EN 13279-2:2014. *Gypsum binders – Test methods*. CEN, 2014.
- [30] **EN 13279-2** : Gypsum binders and gypsum plasters – Part 2: Test methods. *European Committee for Standardization (CEN), Brussels, Belgium, 2014*.
- [31] Camarini, G. & De Miliato, J. A. "Gypsum hemihydrate–cement blends". *Construction and Building Materials*, 227, 116694, 2019

Résumé:

Cette étude porte sur l'élaboration et la caractérisation d'un matériau composite à base de gypse et de silice issue du sable et du verre broyé recyclé. L'objectif est d'améliorer les propriétés mécaniques du gypse tout en valorisant les déchets verriers dans une perspective de construction durable. Plusieurs formulations ont été élaborées en faisant varier les proportions de gypse, de silice, de sable et de verre broyé.

Les composites obtenus ont été évalués par des essais de flexion à quatre points, tandis que leur composition chimique a été analysée par fluorescence des rayons X (XRF). Les résultats montrent que la teneur en silice influence significativement les performances mécaniques des matériaux élaborés. La formulation correspondant au lot 7 a présenté les meilleures performances, avec une charge maximale en flexion de **2520 N**, attribuée à une meilleure compacité et à une répartition plus homogène des constituants au sein de la matrice.

L'analyse XRF a confirmé la prédominance des composés calciques et sulfatés caractéristiques du gypse, ainsi qu'une teneur importante en dioxyde de silicium (SiO_2), contribuant à l'amélioration des propriétés mécaniques du composite.

Cette étude démontre que l'incorporation de verre broyé dans une matrice de gypse constitue une solution prometteuse pour développer des matériaux composites plus performants et respectueux de l'environnement, tout en favorisant la valorisation des déchets verriers.

الملخص

تتناول هذه الدراسة تطوير وتوصيف مادة مركبة قائمة على الجبس ومدمجة بالسيليكا المستخلصة من الرمل والزجاج المطحون المعاد تدويره. تم إعداد وتجهيز إلى تحسين الخصائص الميكانيكية للجبس مع تامين نفايات الزجاج في إطار التوجه نحو مواد بناء أكثر استدامة وصديقة للبيئة عدة خلطات مختلفة من خلال تغيير نسب الجبس والسيليكا والرمل والزجاج المطحون. وقد خضعت العينات المحضرة لاختبار الانحناء بأربع أظهرت النتائج. لتحديد مكوناتها الرئيسية (XRF) نقاط لتقييم أدائها الميكانيكي، كما تم إجراء تحليل كيميائي باستخدام تقنية التألق بالأشعة السينية أن محتوى السيليكا يؤثر بشكل ملحوظ على الخصائص الميكانيكية للمادة المركبة. وقد سجلت العينة رقم (7) أفضل أداء، حيث بلغت الحمولة XRF نيوتن، ويعزى ذلك إلى التوزيع المتجانس للمكونات وتحسن كثافة البنية الداخلية للمادة. كما بين تحليل 2520القوى في اختبار الانحناء، مما ساهم في تحسين (SiO_2) هيمنة المركبات الكلسية والكربناتية المميزة للجبس، إضافة إلى وجود نسبة معتبرة من ثاني أكسيد السيليكون. الأداء الميكانيكي للمركب

Abstract:

This study focuses on the development and characterization of a gypsum-based composite material reinforced with silica obtained from sand and crushed glass. The main objective is to improve the mechanical properties of gypsum while promoting glass waste recycling within a sustainable construction approach. Several formulations were prepared by varying the gypsum/silica and sand/crushed glass ratios. The obtained composites were evaluated using four-point bending tests and X-ray fluorescence analysis (XRF).

The results indicate that silica content has a significant influence on the mechanical behavior of the composites. The optimal formulation was obtained for sample 7, which achieved the highest bending resistance of 2520 N due to its balanced chemical composition and improved compactness. XRF analysis confirmed the predominance of calcium and sulfate phases, with an appropriate SiO_2 content contributing to the enhancement of mechanical properties.

This work demonstrates that incorporating crushed glass into gypsum matrices is a promising approach for producing efficient and environmentally friendly composite materials.