



République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la
Recherche Scientifique
Université A.MIRA-BEJAIA
Faculté de Technologie Département Génie Des Procédés

Mémoire

Présenté par

ZEMAM Lydia

LEKRIM Samira

Pour l'obtention du diplôme de Master

Filière : Génie des Procédés

Option : Génie Chimique

**Effet des paramètres de synthèse sur les
formulations des géopolymères : application
environnementale**

Soutenu le : 30/09/2020

Devant le Jury composé de :

M^r MOUSSACEB Karim	Professeur	Univ de Béjaïa	Promoteur
M^r TIGHZERT Hamid	MCB	Univ de Béjaïa	President
M^r HAMMOU Touffik	MAA	Univ de Béjaïa	Examineur

Année Universitaire : 2019/2020.

Remerciements

A l'issu de ce travail, nous tenant à remercier en premier lieu le bon dieu tout puissant qui nous a donné la force de réaliser ce modeste travail.

*Nous tenant à exprimer tout d'abord nos vifs remerciements pour notre promoteur **Mr MOUSSACEB Karim**, de nous avoir encadré pour réaliser ce travail par la disponibilité de son temps précieux. Et à notre Co-promotrice **M^{me} CHABANE Loubna** pour tout son aide et ces conseils durant ce travail et par la disponibilité de son temps précieux malgré cette période de pandémie.*

Nous tenant également à remercier vivement les membres de jury pour l'honneur qu'ils nous ont fait en acceptant de juger ce travail.

Nous adressons à la même occasion nos sincères remerciements à nos parents qui ont su parfaitement nous accompagner durant nos études universitaires tant sur le plan matériel, financier et moral. Qu'ils trouvent ici l'assurance de notre totale reconnaissance et notre profonde humilité.

Nos remerciements vont aussi à tous nos enseignants et toutes les personnes qui nous ont soutenues jusqu'au bout.

Dédicace

Je dédie ce modeste travail

*A mes chers parents, **SABIHA** et **HOCINE** qui n'ont pas cessé de m'encourager et de prier pour moi, pour que je suive le bon chemin dans ma vie et mes études. Ce travail est le fruit de vos sacrifices que vous avez consentis pour mon éducation et ma formation.*

*A mon cher frangin, **SOFIANE**. Puisse Dieu, le tout puissant, l'avoir en sa sainte miséricorde.*

*A mon cher et adorable frère **LYES**, présent dans tous mes moments d'examens par son soutien moral et son aide.*

*A tous mes oncles et tantes, surtout mon oncle **YAHIA BELHABIB** ; ses conseils et son soutien m'ont été d'un grand apport tout au long de mon cursus.*

*A tous mes chers cousins qui m'ont toujours encouragé, sans oublier ma chère cousine **NEFISSA ABERBACHE** qui m'a toujours soutenu tout au long de ma carrière universitaire. Ainsi mes deux chères cousines **HANANE** et **SABRINA**.*

*A mes chères amies **SANA**, **SOUAD** et **NOUARA** qui ont été toujours à mes cotés.*

*Une Dédicace spéciale à mon cher binôme **LYDIA**.*

A tous ceux qui m'ont aidé à réaliser ce travail de près ou de loin



Dédicace

Avant tout, je remercie Dieu de m'avoir donné la force, la chance et la patience d'en arriver jusque là.

Je dédie ce travail

*A la mémoire de **mon cher père** que Dieu le tout puissant lui accorde son infinie miséricorde*

et l'accueille dans son éternel paradis, qui a souhaité vivre pour Longtemps juste pour nous voir Qu'est-ce que nous allons devenir

*A ma très chère maman **ZAKIA** : Toi qui as sacrifié ta jeunesse et ta vie pour nous éduquer, Toi qui as tout fait pour moi de mon premier souffle*

*A mon unique sœur **SABRINA** qui fait tout pour ma réussite*

Une pensée toute particulière à ma famille, que dieu me les gardent pour qu'ils soient présents dans d'autres réussites

*À mon cher Fiancé **HAKIM** qui est toujours à mes cotés
À ma chère amie **KENZA**, avec qui j'ai vécu des moments inoubliables, trouve ici l'expression de mes sincères sentiments d'amitié*

*A mon cher binôme **SAMIRA**, pour toute sa sympathie et son sérieux*

A tous ceux qui m'ont aidé à réaliser ce travail de près ou de loin



Liste des abréviations

DRX : Diffraction aux rayons X

EDX : Spectrométrie à dispersion d'énergie

FTIR / IR : Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier

G^{NA} : Géopolymère à base Sodium

G^K : Géopolymère à base de Potassium

G^{NA}_[NaOH] : Géopolymère a base de sodium à une concentration définie

G^K_[KOH] : Géopolymère a base de potassium à une concentration définie

MEB : Microscope électronique à balayage

MPa : Méga pascal

S/L : Solide /liquide

Liste des figures

Figure I-1	Formation d'argile	6
Figure I-2	La couche tétraédrique	7
Figure I-3	La couche octaédrique	7
Figure I-4	Morphologie d'une kaolinite bien cristallisée	9
Figure I-5	Coupe schématique d'un gisement de kaolin primaire	10
Figure I-6	Les constituants des matières organiques	13
Figure I-7	Structure de base du réseau sialate (tétraèdres SiO_4 et AlO_4)	17
Figure I-8	Structure générale d'un géopolymère au sodium et le cliché MEB de géopolymère synthétisé à base de métakaolin d'après Duxson et al	18
Figure I-9	Terminologie et classes des différents géopolymères en fonction du rapport molaire Si/Al proposé par Davidovits	19
Figure I-10	Diffractogrammes aux rayons X de matériaux géopolymériques de Davidovits	19
Figure I-11	Mécanisme de réaction de géopolymérisation selon Duxson, Fernández-Jiménez, Provis, Lukey, Palomo et Deventer	26
Figure I-12	Applications des géopolymères en fonction du ratio Si/Al dans la structure poly(sialate)	31
Figure II-1	Schéma du protocole de synthèse des matériaux géopolymères	37
Figure II-2	Schéma d'un spectrophotomètre de diffusion des rayons X	49
Figure II-3	Schéma d'un diffractomètre expliquant le principe d'analyse par l'infrarouge	40
Figure II-4	Schéma de principe d'un microscope électronique à balayage	41
Figure II-5	Appareillage d'essai de résistance à la compression	42
Figure III-1	Résistance à la compression des géopolymères par rapport à la concentration d'alcalis après 3 jours de vieillissement	45
Figure III-2	Diagrammes DRX représentatifs des géopolymères	46
Figure III-3	Spectres IR des géopolymères Na-géopolymères(a), K-géopolymères (b) dans la région $1200\text{-}3200\text{ cm}^{-1}$	47
Figure III-4	Micrographie MEB des géopolymères Na représentatifs	47
Figure III-5	Micrographies MEB des géopolymères K représentatifs	48

Figure III-6	Les phases cristallographiques obtenues par DRX de kaolin et de produits du géopolymère au jour 3	48
Figure III-7	Spectres FTIR de géopolymères de kaolin et de kaolin à diverses solutions de NaOH au jour	49
Figure III-8	Micrographies MEB de géopolymères de kaolin utilisant des concentrations de NaOH de 6 M à 12 M	50
Figure III-9	Résistance à la compression des géopolymères de kaolin aux jours 1, 2 et 3 et densité apparente des géopolymères de kaolin au jour 3 avec diverses concentrations de NaOH	52
Figure III-10	Quantité de phase dissoute dans les géopolymères par rapport à la concentration alcaline	52
Figure III-11	Résistance à la compression des géopolymères de kaolin durcis à différentes températures de durcissement pendant (a) 1 jour ; (b) 2 jours et (c) 3 jours	54

Liste des tableaux

Tableau I-1	Propriétés générales du kaolin	8
Tableau I-2	Minéraux ferreux. Les principaux pics en diffraction X	11
Tableau I-3	Les propriétés cristallines des trois variétés d'oxyde de titane	12
Tableau I-4	Représente les principaux utilisateurs de kaolin en Algérie	14
Tableau I-5	Classification des structures poly (sialates) avec leurs applications	31
Tableau II-1	Caractéristiques chimiques des matières premières	35
Tableau II-2	compositions des solutions silicates	36

Remerciement	i
--------------------	---

Sommaire

Sommaire	ii
Liste des abréviations	iii
Table des figures	ix
Liste des tableaux	xi
INTRODUCTION GENERALE	1

CHAPITRE I

REVUES BIBLIOGRAPHIQUES

I.1 ARGILES ET KAOLINS.....	4
I.1.1 Définition de l'argile	4
I.1.2 Origines géologiques	4
I.1.3 Formation des argiles.....	5
I.1.4 Types des minéraux argileux	6
I.1.5 Kaolins.....	7
I.1.5.1 Formation des kaolins	7
I.1.5.2 Composition granulométriques du kaolin	8
I.1.6 Kaolinite	8
I.1.6.1 Morphologie de la kaolinite	8
I.1.7 Origines des kaolins et minéraux associés	9
I.1.7.1 Origines des kaolins	9
I.1.7.1.1 Kaolin primaire.....	9
I.1.7.1.2 Kaolin secondaire	10
I.1.7.2 Minéraux accessoires	11
I.1.8 Kaolin en Algérie.....	13
I.1.9 Condition de formation de gisements	14
I.1.10 Propriétés des kaolins industriels.....	14
I.1.11 Différentes applications du kaolin	15
I.1.11.1 Applications médicales et cosmétiques.....	15
I.1.11.2 Utilisations modernes pharmaceutiques.....	15
I.1.11.3 D'autre usage.....	16

I.2_GEOPOLYMERES	16
I.1.12 Définition des géopolymères	16
I.1.13 Historique de la technologie des géopolymères.....	16
I.1.14 Chimie des géopolymères	17
I.1.15 Structure chimique	18
I.1.16 Matières premières utilisées pour élaborer des géopolymères.....	19
I.1.16.1 Matériaux aluminosilicate	19
I.1.16.2 Solution alcalines	22
I.1.16.3 Renforcement des matériaux géopolymères.....	22
I.1.17 Mécanisme de formation.....	24
I.1.18 Propriétés des matériaux géopolymères.....	26
I.1.19 Facteurs affectant les propriétés des matériaux géopolymères	27
I.1.19.1 Influence de l'activateur alcalin	27
I.1.19.2 Influence de la quantité d'eau	28
I.1.19.3 Influence du rapport Si /Al.....	28
I.1.19.4 Influence des paramètres de cure	28
I.1.20 Méthodes de caractérisation des géopolymères	29
I.1.21 Utilisation industrielles des matériaux géopolymères	30

CHAPITRE II:

PROTOCOLE EXPERIMENTALE

II.1 Matière première et caractérisation	35
II.1.1 Kaolin	35
II.1.2 Solution activatrice	36
II.2Méthodes de préparation des échantillons.....	36
II.3 Essais de caractérisation des matières premières	38
II.1.3 Diffractions de rayons X (DRX)	38
II.4 Caractérisation physico-chimique et microstructurale	39
II.4.1 Spectrophotométrie infrarouge par transformée de Fourier (FTIR)	39
II.4.2 Microscopie Electronique à Balayage MEB couplé à l'EDX	40

II.5 Essais mécaniques Resistance à la compression	41
---	-----------

CHAPITRE III

RESULATS BIBLIOGRAPHIQUE

III.1 Effet de la concentration	45
--	-----------

III.2 Effet de l'activateur alcalin.....	50
---	-----------

III.1.1 Effet du type de l'activateur alcalin	51
---	----

III.3 Effet des paramètres de cure	53
---	-----------

III.4 Conclusion	54
-------------------------------	-----------

CONCLUSION GENERALE.....	55
---------------------------------	-----------

BIBLIOGRAPHIE

INTRODUCTION
GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

La modernisation et l'industrialisation de notre société ont généré depuis la fin du 19^{ème} siècle un certain nombre de pollutions et de nuisances. Ces pollutions ont des effets diversifiés sur la nature et l'environnement tels que la dégradation de la couche d'ozone, le réchauffement de la planète, la pollution industrielle ou agricole des cours d'eau et des nappes phréatiques. Il s'ensuit que les déchets font de plus en plus partie de notre quotidien et posent un réel problème.

Le liant hydraulique le plus couramment utilisé dans le monde est le ciment Portland ordinaire (CPO). Cependant, les problèmes environnementaux liés à sa production sont une préoccupation majeure pour le monde du 21^{ème} siècle. Le processus de fabrication d'CPO émet un total de 80% de dioxyde de carbone pour 1 kg d'CPO soit pour une tonne de ciment ordinaire revient à rejeter 0.6 tonne de CO₂ dans l'atmosphère ; ceci résulte de la transformation en chaux hydraulique du calcaire et de la consommation d'énergie fossile pour atteindre une température de 1450°C, nécessaire aux réactions de clinkérisation (BOUGUERMOUH, 2017) (CHAABANE, 2019). Le dioxyde de carbone (CO₂) et d'autres gaz à effet de serre tels que le protoxyde d'azote (NO_x) et le dioxyde de soufre (SO₂) sont responsables des changements du climat mondial dus au réchauffement climatique (FUNMILAYO, Adeniyi, & B, 2020). Les efforts visant à réduire l'utilisation de l'CPO ont conduit à l'utilisation de géopolymères, une alternative plus verte dans l'industrie de la construction. (FUNMILAYO, Adeniyi, & B, 2020)

Géopolymère, un polymère inorganique est une alternative plus verte au ciment Portland en raison de moins d'émissions de CO₂ générées lors de sa synthèse. (FUNMILAYO, Adeniyi, & B, 2020). La synthèse des géopolymères dépend de nombreux facteurs dont le plus important est la nature des matières premières utilisées. Les principaux précurseurs nécessaires à sa formation sont la silice et l'alumine. Les matériaux de source géopolymère sont principalement les cendres volantes, les scories de haut fourneau, l'argile de kaolin calcinée (BOUGUERMOUH, 2017) . La réalisation d'un géopolymère à base de kaolin ne nécessite que la calcination de celui-ci à 750°C, ce qui correspond à une réduction de 80% des émissions de CO₂ (CHAABANE, 2019) (BOUGUERMOUH, 2017).

La synthèse de géopolymères nécessite un faible apport d'énergie et ses excellentes propriétés comprennent une résistance initiale élevée, une résistance à la compression élevée, une résistance au feu et aux produits chimiques (FUNMILAYO, Adeniyi, & B, 2020) .

Ce mémoire est composé d'une introduction générale, trois chapitres et une conclusion générale et des perspectives :

Le premier chapitre, une description sur les argiles et les géopolymères est détaillée en citant leur classification, leur origines géologiques, leur formation, propriétés physico-chimiques, les gisements du kaolin et ses différentes utilisations et les différentes matières premières et solutions alcalines nécessaires pour élaborer un matériau aluminosilicate (géopolymère).

Le deuxième chapitre présente les différentes méthodes et différents protocoles expérimentaux utilisés pour synthétiser les géopolymères. La synthèse est réalisée à partir de trois articles.

Le troisième chapitre présente l'étude comparative des résultats présentés par plusieurs auteurs résumés dans les trois articles.

Pour finir une conclusion générale résumant l'ensemble des résultats et les perspectives dédiées à cette étude.

CHAPITRE I :
REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

L'argile est une terre naturelle. C'est plus précisément une roche terreuse à texture très fine, imperméable lorsqu'elle est sèche, plastique lorsqu'elle est humide. L'argile joue un rôle important dans certains domaines d'activités, tels que la fabrication de médicaments, le traitement des eaux polluées par exemple dans l'adsorption décomposée organiques toxiques et aussi dans la synthèse des géopolymères (KAFI, 2013). Ce chapitre apportera les éléments nécessaires à une meilleure compréhension des argiles et du matériau géopolymère.

I.1 ARGILES ET KAOLINS

I.1.1 Définition de l'argile

"Argile" vient du latin *argilla* (prononcer dur), emprunt probable au grec *argillos*, de même racine que *argentum* (*arguus* : éclat, blancheur) ; *argillos* est probablement apparenté à *argos* "d'une blancheur éclatante", et au latin *argentum* (argent); *argus* vient du verbe *arguere*, "faire briller, éclairer", ou figuré : démontrer, convaincre (SOUALI, 2015).

Ce sont des aluminosilicates dont la structure est formée d'un empilement de feuillets. Il n'existe pas de définition unique du terme « argile ». Ce mot englobe deux connotations, l'une liée à la taille des grains et l'autre à la minéralogie (SOUALI, 2015).

Cette définition dépend de la discipline concernée : Le géologue ou le pédologue considère comme « argile » tout minéral de faible granulométrie, la limite étant fixée à 2 ou 4 microns selon les cas. Les ingénieurs s'attachent plutôt aux propriétés de plasticité des matériaux argileux quelque soit leur taille. Les céramistes regroupent les matériaux selon leurs comportements au chauffage (SOUALI, 2015)

I.1.2 Origines géologiques

a) L'héritage

Le minéral argileux est directement de la roche mère sans modification de ses caractéristiques cristallochimique c'est un minéral argileux primaire (micas et illite de plusieurs dizaines de microns ; chlorite tri octaédrique ...) (BOUGUERMOUTH, 2017).

b) La transformation

Les conditions de surface entraînent une modification des caractéristiques cristallographiques du minéral argileux, néanmoins sa structure de base originelle reste conservée (BOUGUERMOUH, 2017).

c) La néoformation

Les conditions de surface entraînent la dissolution des minéraux primaires contenus dans la roche mère (argileux et/ou non argileux). Les cations et anions issus de cette dissolution passent dans la solution du sol. Si les conditions de nucléation et de croissance d'un minéral argileux sont réunies, un nouveau minéral argileux est formé dans le sol. Le minéral argileux est dans ce cas un minéral argileux secondaire néoformé (kaolinite des sols latéritiques, smectite des vertisols en base de toposéquence) (BOUGUERMOUH, 2017).

I.1.3 Formation des argiles

Les argiles naissent du sol en constant mouvement. Elles apparaissent selon trois grands processus de formation, juxtaposables. Le premier est relatif à la simple décomposition des roches par érosion. Les phénomènes caractérisant une érosion des sols sont nombreux. La pluie, le vent, le gel, le dégel, les vagues et bien d'autres sont autant de phénomènes naturels à l'origine de la formation des argiles. Le deuxième processus est appelé néoformation. Ceci correspond à la formation du minéral. Par combinaison, des substances transportées par l'eau du sol vont s'arranger pour former une structure minérale. Le troisième mécanisme correspond au processus de transformation des minéraux évoluant par dégradation (perte d'équilibre du sol) ou aggradation (accumulation de sédiments dans un cours d'eau par excès de transport par l'eau) d'ions minéraux argileux (HERNOT, 2006) comme montré en **figure I-1**.

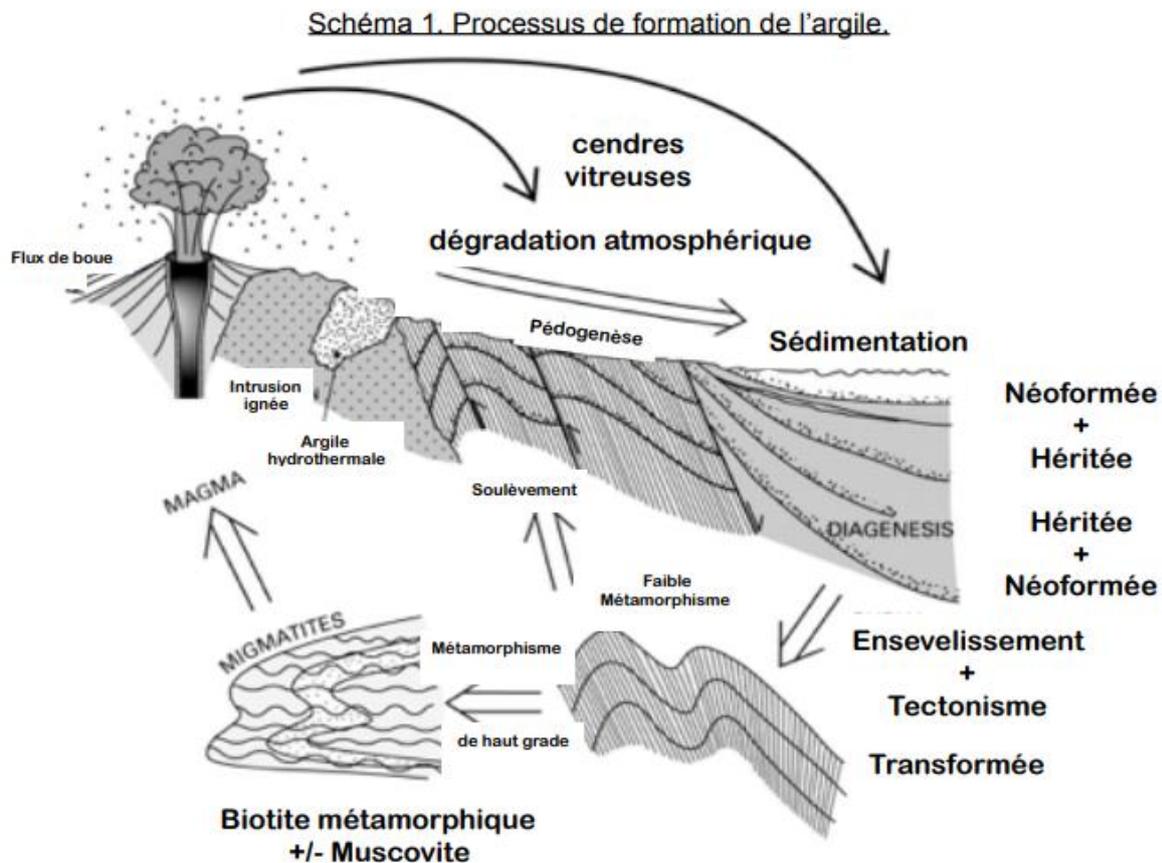


Figure I-1: Formation d'argile (HERNOT, 2006)

I.1.4 Types des minéraux argileux

Selon le nombre des couches octaédriques **figure I-2** (O) et tétraédrique **figure I-3** (T), on distingue trois principaux types de minéraux : (BOUGUERMOUH, 2017)

- Les minéraux de type (T-O) à une couche d'octaèdres et une couche de tétraèdres l'équidistance est environ 7.2 \AA , ce type correspond le groupe de la kaolinite.
- Les minéraux de type (T-O-T) à une couche d'octaèdre encadrée par deux couches tétraédriques. L'équidistance caractéristique varie de 10 à 15 \AA selon le contenu de l'inter feuillet, ce type correspond aux groupes du talc, des smectites, des vermiculites et celui des micas.
- Les minéraux de type (T-O-T-O) à une couche d'octaèdres encadrée par deux couches tétraédriques, et un inter feuillet constitué par une couche d'octaèdre ; l'équidistance caractéristique est alors environ 14 \AA ; ce type correspond au groupe du chlorite.

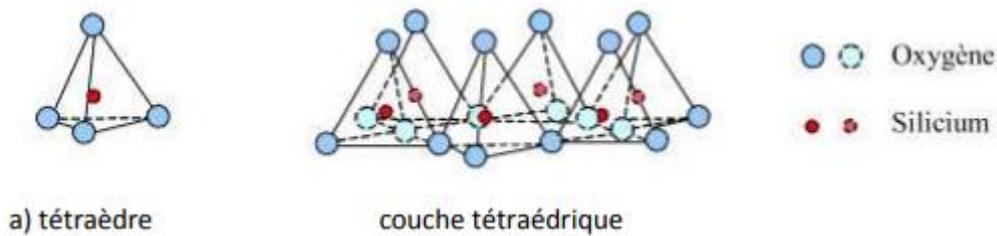


Figure I-2 : La couche tétraédrique (FEKHAR, 2017)

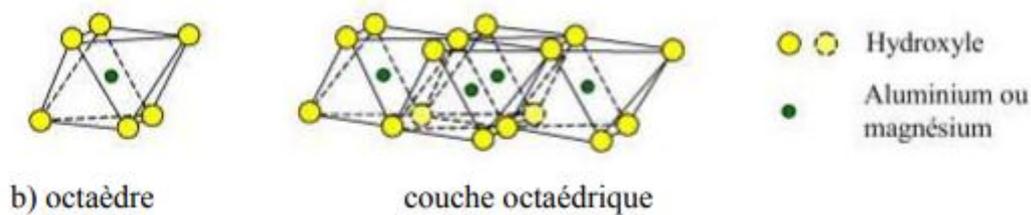


Figure I-3 : La couche octaédrique (FEKHAR, 2017)

I.1.5 Kaolins

I.1.5.1 Formation des kaolins

La plupart des argiles et minéraux argileux proviennent de la transformation de silicates primaires ou de roches volcaniques, sous l'influence de processus physiques et chimiques impliquant l'eau de la surface de l'écorce terrestre (BOUGUERMOUH, 2017).

Certaines substances, une fois dissoutes dans l'eau, elles augmentent le caractère acide de celle-ci et accélèrent ainsi la décomposition des minéraux primaires. Helgson et Mackenzie ont montré que la dissolution du gaz carbonique atmosphérique peut, lors de l'hydrolyse tripler les vitesses de décomposition des feldspaths potassiques et la formation de la kaolinite. Si le drainage de ces roches par l'eau est abondant, ce processus géochimique naturel conduit directement à la formation de la kaolinite. Les kaolins primaires peuvent être entraînés par les eaux de ruissellement. Ils se mélangent alors au sable et se déposent dans des fosses. Ils constituent alors des kaolins dits secondaires ou sédimentaire (BOUGUERMOUH, 2017).

I.1.5.2 Composition granulométriques du kaolin

Les kaolins sont des roches polydispersées composées de trois principales fractions ; la première c'est la fraction inférieure à 2 microns et attribuée à la kaolinite, la deuxième c'est la fraction de particule supérieure à 20 microns au quartz et enfin la troisième c'est la fraction intermédiaire dite poussière composés de particule de 2 à 20 microns Le **tableau I-1** suivant représente les principales propriétés des kaolins (BOUGUERMOUTH, 2017) .

Tableau 1.1. Propriétés générales du kaolin (REBEHI, 2013)

Propriétés	Valeurs
Masse volumique (g /cm ³)	2.60-2.63
Dureté (Mohs)	2- 2.5
Coefficient de dilatation linéaire (20-700°)	5-7.10-3
Conductivité thermique (cal/cm.s.C°)	4-5.10-3
Température d'utilisation(C°)	1400
Resistance a la flexion (kg/cm ²)	50-210

I.1.6 Kaolinite

La kaolinite est composée de l'empilement de deux feuillets. Chaque feuillet est composé de deux couches différentes (couche tétraédrique et couche octaédrique). Le cœur de la couche tétraédrique est siliceux, par contre, celui de la couche octaédrique est alumineux. La kaolinite est électriquement neutre puisqu'il y a un équilibre entre 14 charges négatives et 14 charges positives. Les charges négatives appartenant aux ions d'oxygène et d'hydroxyles et les charges positives appartenant aux ions d'aluminium et de silicium. La périodicité régulière de l'empilement des feuillets est de 7Å° environ. Au microscope électronique, la kaolinite se présente sous forme de plaquettes hexagonales généralement bien délimitées. Parfois, les cristaux sont petits et mal formés ce qui donne un empilement désordonné. (CHOUFA, 2016)

I.1.6.1 Morphologie de la kaolinite

La morphologie des cristaux est généralement assez régulière. Ceux-ci se présente sous la forme de plaquettes hexagonales, parfois allongées ou réduites à de simples losanges, délimitées par les faces basales (001) et les faces latérales (110), (110) et (020) comme présentée dans la **figure I-4** (REBEHI, 2013).

Les dimensions des cristaux varient sensiblement, leur diamètre est compris entre 0,04 et 5 μ m et leur épaisseur entre 10 et 200 nanomètres. Les faces latérales portent des groupes $-\text{SiOH}$ ou $-\text{AlOH}$, susceptibles de dissociations amphotériques en fonction du pH du milieu (REBEHI, 2013).

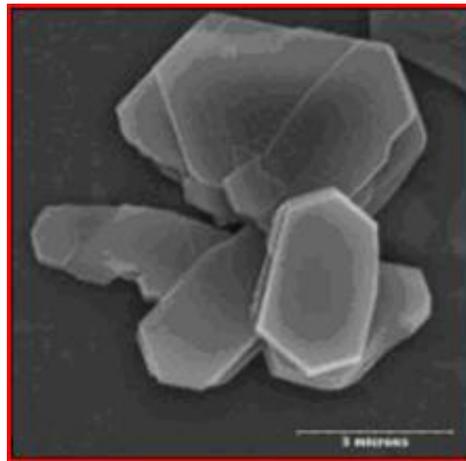


Figure I-4 : Morphologie d'une kaolinite bien cristallisée (REBEHI, 2013)

I.1.7 Origines des kaolins et minéraux associés

I.1.7.1 Origines des kaolins

I.1.7.1.1 Kaolin primaire

Les gisements primaires sont les dépôts résiduels provenant de l'altération en place, de roches silico-alumineuses, essentiellement les roches quartzo-feldspathiques acides (ex : granites, leucogranites, granodiorites, rhyolites, dacites, trachytes, migmatites, gneiss). L'altération se fait par les fluides météoriques et/ou hydrothermaux. Les roches basiques, plus pauvres en silice et malgré tout riches en feldspaths conduisent le plus souvent à la formation de smectite ou de sépiolite-palygorskite. Quant aux roches sous-saturées en silice comme les roches ultrabasiques, hyperalcalines ou hyperalumineuses, elles ne donnent pas de kaolinite ; Il faut mentionner le cas particulier de l'altération des arkoses (roche sédimentaire) qui va suivre le même schéma que l'altération des granites riches en feldspath, la distinction entre kaolin primaire et secondaire devenant ici inappropriée comme montrée en **Figure I-5**. (CHARLES N., 2018)

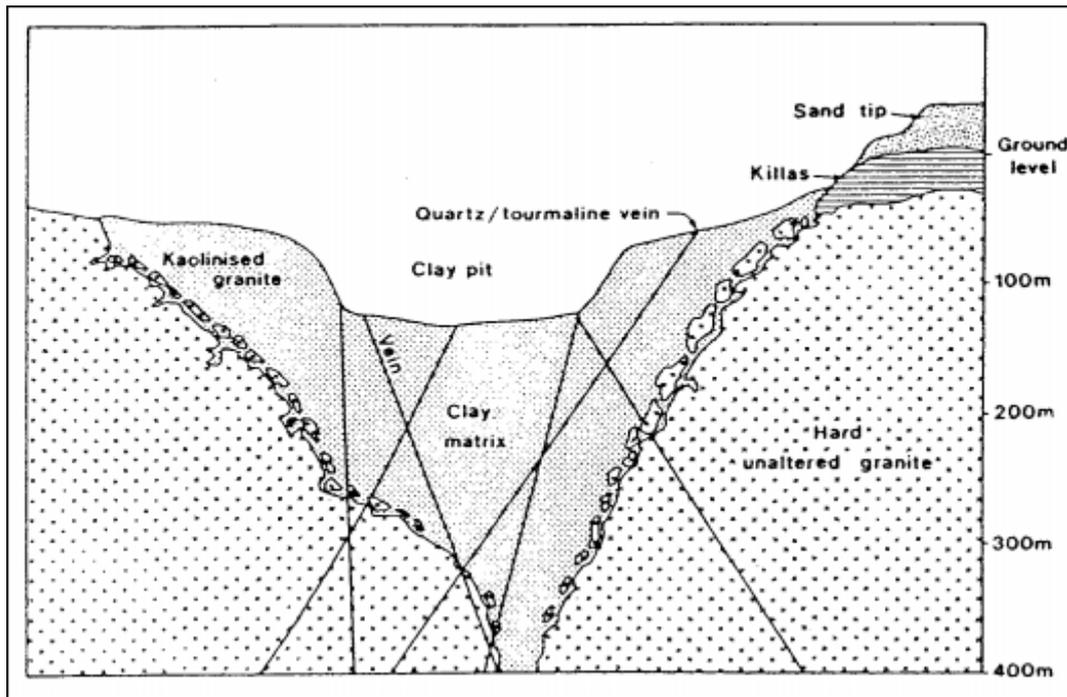


Figure I-5 : Coupe schématique d'un gisement de kaolin primaire (BOUZIDI, 2012)

I.1.7.1.2 Kaolin secondaire

Les kaolins dits secondaires ont pour origine des kaolins primaires entraînés par les eaux de ruissellement puis déposés. Les gisements de kaolin sédimentaire se rencontrent dans les dépôts continentaux à épicontinentaux, mis en place en général au cours de cycles transgression - régression. Ils peuvent être rencontrés à différentes époques géologiques durant lesquelles prévalait un climat de type tropical favorisant une intense altération.

La formation de ces dépôts est possible dans deux zones : (BOUZIDI, 2012)

- **En eau de mer :**

Au contact de l'eau de mer, riche en cations, près de 90% des argiles chargées négativement flocculent. Ces dépôts, qui forment alors des bouchons constitués de kaolinite impure, sont communément appelés argiles kaolinitiques (mélange avec d'autres éléments tels que micas, quartz en eau douce).

- **En eau douce :**

Si les argiles, généralement chargées négativement dans l'eau "pure", ne rencontrent pas de cations susceptibles de favoriser leur floculation, elles restent longtemps en suspension. Il s'ensuit un tri sélectif des éléments indésirables en fonction de leur aptitude à sédimenter. Les particules les plus lourdes, qui se déposent en premier, sont ainsi

recouvertes par un kaolin riche en kaolinite. Les micas, formés de feuillets qui flottent également longtemps sur l'eau, se retrouvent alors généralement mélangés à la kaolinite.

I.1.7.2 Minéraux accessoires

a) Composés du fer

Le fer est un élément extrêmement répandu dans le milieu naturel. Il constitue l'une des impuretés les plus fréquemment associées aux minéraux argileux. On la rencontre, d'ailleurs, sous formes très variées. On le trouve dans les argiles essentiellement sous forme d'oxydes, d'oxyhydroxydes et/ou d'hydroxydes. Les minéraux principaux sont représentés dans le **tableau I-2** (DJILALI, 2016)

Tableau I-2 : Minéraux ferreux. Les principaux pics en diffraction X (BOUZIDI, 2012).

Nom	Goethite	Lépidocrocite	Akaganéite	Magnétite	Hématite
Formule	FeOOH α	FeOOH γ	FeOOH β	Fe ₃ O ₄ γ	Fe ₃ O ₄ α

b) Quartz

La silice libre se rencontre essentiellement sous forme de quartz dans le kaolin. Les particules de quartz sont beaucoup plus grosses que les particules argileuses (de 20 à 60 μm) dans les gisements primaires. Dans les gisements secondaires le dépôt simultané du quartz et du kaolin correspond à une similarité de granulométrie, les densités étant peu différentes (DJILALI, 2016).

c) Mica

La muscovite est encore appelée mica potassique, mica blanc, ou mica rubis, suivant ses origines, elle est constituée d'un assemblage régulier de feuillets à structure tétraédrique et octaédrique. La muscovite est un phyllosilicates 2:1 dioctaédrique dans lequel la couche octaédrique présente une lacune tout les trois sites, les deux autres sites étant occupés chacun par un cation Al³⁺, elle a une charge de feuillet importante qui est compensée par une intercalation de cations K⁺ dans l'espace interfoliaire, ces cations interfoliaires sont rattachés à deux feuillets consécutifs dont ils compensent les charges négatives (DJILALI, 2016).

d) Feldspaths

Les feldspaths résiduels sont les feldspaths qui ont résisté aux différents facteurs d'altération physico-chimiques externes. Les kaolins primaires contiennent presque toujours

des feldspaths résiduels. A l'inverse ils sont inconnus dans les kaolins secondaires. Ils sont porteurs de potasse et de soude et ont donc tendance à abaisser les températures d'apparitions du verre (DJILALI, 2016).

e) Oxydes de titane

L'oxyde de titane TiO_2 se présente sous trois formes cristallines : l'anatase, le rutile et le brookite qui se retrouvent dans la nature altérée pouvant contenir diverses impuretés, Fe, Cr, V, etc.... L'anatase et le rutile cristallisent dans le système quadratique (tetragonal), le brookite est orthorhombique. L'Anatase existe sous forme de particules fines qui donnent aux kaolins une couleur gris jaunâtre, elle se trouve généralement dans la roche en particules individualisées libre de kaolinite. Les propriétés cristallines des trois variétés de titane sont regroupées dans le **tableau 1-3** (BOUZIDI, 2012).

Tableau 1-3 : Les propriétés cristallines des trois variétés d'oxyde de titane (BOUZIDI, 2012).

		Anatase	Brookite	Rutile
Structure cristalline		Quadratique uni-axe (négatif)	Orthorhombique bi-axe (positif)	Quadratique uni-axe (positif)
Densité (g/cm³)		3.9	4.1	4.23
Dureté de Mohs		5.5 à 6	5.5 à 6	7 à 7.5
Dimension de maille en (mm)	a	0.3758	0.9166	0.485
	b	0.5436
	c	0.9514	0.5135	2.953

f) Les matières organiques

Les matières organiques sont l'ensemble des constituants organiques d'un sol, morts ou vivants, d'origine végétale, animale ou microbienne, fortement transformés ou non. Les matières organiques qui ne représentent que quelques pourcents du poids du sol, peuvent être divisées en trois fractions principales qui sont en constante évolution, interagissant les unes avec les autres : (BOUZIDI, 2012)

- Les constituants vivants.

- Les débris constitués de morceaux de racines, d'animaux, de feuilles.
- L'humus, constitué de composés organiques issus de la dégradation des résidus précédents.

Dans les kaolins, les matières organiques ne représentent qu'un très petit pourcentage (**figure I-6**). Elle participe à la coloration des kaolins crus. Elles disparaissent en général à des températures variant entre 400°C et 550°C. La présence de matières organiques s'accompagne d'un milieu réducteur dans lequel se développent fréquemment des sulfures (BOUZIDI, 2012)

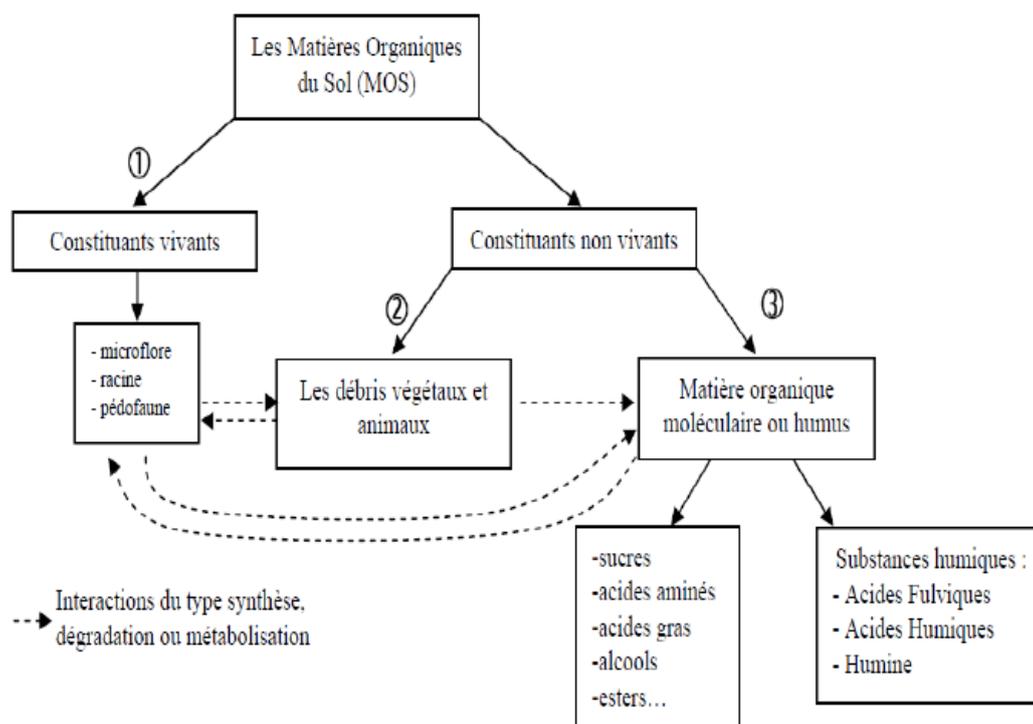


Figure 1-6 : Les constituants des matières organiques (adapté de Plette, 1996 ; Calvet, 2003)
(BOUZIDI, 2012)

I.1.8 Kaolin en Algérie

En Algérie, le kaolin est décelé dans quatre gisements qui sont situés à : Sidi Ali Bounab (Tizi Ouzou), Djbel Tamazert (El Milia, wilaya de Jijel), Chekfa et Collo. Mais des études effectuées sur des échantillons provenant de ces quatre gisements révèlent que l'unique gisement ayant un potentiel en argile kaolin est celui de Djbel Tamazert et que les autres ne répondent pas aux standards internationaux pour l'établissement de l'industrie commerciale (SOUALI, 2015) .Il existe d'autres gisements du kaolin, mais l'Algérie en importe toujours une partie. La consommation de kaolin en Algérie intéresse les branches industrielles présentées dans le **tableau 1-4** suivant :

Tableau 1-4 : Représente les principaux utilisateurs de kaolin en Algérie (CHOUFA, 2016)

Consommateurs	1980	1990
Porcelaine de Guelma céramique sanitaire (El- Milia, Cherchell et Maghnia) carreaux de faïence (Alger et Tlemcen)	25000 t/an	+
Unité de Skikda	16000 t/an	+
Papeterie et caoutchouc	15000 t/an	+

I.1.9 Condition de formation de gisements

La kaolinisation se distingue par le développement des terrains hydrothermaux transformés par des minéraux du groupe kaolinique tels que la kaolinite, la dickite et la nacrite. Le plus souvent ces minéraux produisent des roches de feldspaths, de muscovite et de chlorite. Les masses kaoliniques se forment généralement par processus supergènes dans la zone d'oxydation des minéraux sulfurés (BOUGUERMOUH, 2017).

L'existence d'autres éléments principalement sous forme d'oxyde et de carbonate dans le minerai du kaolin concorde le plus avec l'hypothèse de formation par un processus d'altération. La désagrégation des roches en place dans la couche superficielle du manteau débris est peut être l'une des principale causes de formation du kaolin de tamazert, caractérisé par la présence de bancs sableux. L'hydrolyse décompose les silicates en minéraux argileux d'où formation des oxydes libre et déshydroxydes d'aluminium, silicium, fer, manganèse, qui passent en solution par lessivage (BOUGUERMOUH, 2017).

I.1.10 Propriétés des kaolins industriels

Les utilisations du kaolin sont régies par plusieurs facteurs comprenant la composition minéralogique et les propriétés physiques et chimiques de l'ensemble, celles-ci étant déterminées par les conditions géologiques dans lesquelles le kaolin a été formé. Les caractéristiques importantes concernant les applications des minéraux argileux sont les suivantes : (SOUALI, 2015)

- la nature et les dimensions des particules

- leurs formes, la cristallinité
- la chimie globale et celle de la surface des cristaux
- la surface spécifique
- la charge de la surface et de la bordure et d'autres propriétés spécifiques aux applications particulières, telles que la viscosité, la plasticité, la résistance mécanique en vert, la résistance mécanique d'échantillon sec et cuit, l'absorption et l'adsorption, l'abrasivité et le ph.

I.1.11 Différentes applications du kaolin

I.1.11.1 Applications médicales et cosmétiques

Le kaolin a une longue tradition d'utilisation dans des applications médicales et cosmétiques. Ces marchés exigent les niveaux les plus élevés de pureté et des spécifications de produits qui, naturellement, ont un coût assez considérable (CHOUFA, 2016).

L'utilisation principale pour le kaolin en produits de beauté est le fond de teint. Les fonds de teint sont un mélange de la poudre teintée et parfumée employée pour améliorer l'aspect de peau. La quantité du kaolin dans un fond de teint peut varier de 3 % dans une poudre lâche à 10 % dans un gâteau serré, où la formulation est lourde. Le kaolin est concurrencé par le carbonate de calcium précipité (PCC) comme base dans les produits de beauté, mais le kaolin est encore considéré comme de loin supérieur dans cette application. Le kaolin est également utilisé dans la formulation de rouge à lèvres (BOUZIDI, 2012).

I.1.11.2 Utilisations modernes pharmaceutiques

Dans le secteur pharmaceutique, le kaolin est employé comme diluant et complément dans des médicaments et cataplasmes, comme par exemple en mélange avec de la morphine. Les propriétés absorbantes du kaolin peuvent réduire le taux auquel un médicament est libéré dans le corps et même la quantité réelle absorbée par le corps (BOUZIDI, 2012).

La quantité de kaolin change considérablement selon les applications, entre 7.5 et 55 % de kaolin dans des applications absorbantes, autour de 25 % dans des poudres de saupoudrage, et jusqu'à 55 % dans les cataplasmes. Le kaolin peut contenir des micro-organismes ; pour cette raison, le kaolin utilisé dans ces applications est stérilisé. Par ailleurs, on doit s'assurer que les taux en métaux lourds tels que Pb, As ou Cd doivent être faibles. Le kaolin est séché et stocké dans un compartiment adapté habituellement d'environ 200 tonnes. Une fois analysé par le laboratoire de contrôle de qualité, le kaolin est transféré à un silo équipé d'un appareil d'attrition à gaz. Ceci ramène le kaolin à l'état de poudre homogénéisée

fine et ramène simultanément l'humidité à moins de 1.5 % (Thioune et al. 2012) (CHOUFA, 2016)

I.1.11.3 D'autre usage

Au fil des ans, les propriétés particulières du kaolin liées à sa blancheur et à sa finesse de broyage ont amené de nouveaux usages: (REBEHI, 2013)

- matière première dans la fabrication des céramiques fines et des produits réfractaires (briques, ciments, mortier).
- charge minérale ou additif dans la fabrication du papier.
- charge inerte dans les peintures, les plastiques et le caoutchouc.
- source d'alumine et de silice dans la fabrication du ciment et de la fibre de verre.
- préparation de produits pharmaceutiques.
- additifs alimentaires et agents de blanchiment.

I.2 GEOPOLYMERES

I.1.12 Définition des géopolymères

Les géopolymères sont des polymères inorganiques obtenus par activation à basse température ou légèrement élevée par une réaction chimique, qui sont fabriqués à base de la matière minérale composée de silice et d'alumine et qui sont la réciproque des polymères organiques. Cette géosynthèse permet de réaliser des matériaux qui n'ont aucun solvant dangereux et ne dégagent pas de gaz ni fumées toxiques tel que les gaz à effet de serre (CO₂) pouvant remplacer certains plastiques (DAVIDOVITS, 2014) .

I.1.13 Historique de la technologie des géopolymères

Les différents incendies de grande ampleur provoqués par les matières plastiques qui avaient dans les années 1970, causé la mort de centaines de personnes sont à l'origine d'une volonté de mettre au point des matériaux plastiques sans carbone, résistants au feu et à la chaleur, qui a mené par la suite à la découverte des matériaux ininflammables (OUFFA, 2019). Cependant, le chimiste français Joseph Davidovits décide de se lancer activement dans cette réflexion afin de parvenir à réaliser des matières plastiques qui ne brûlent pas et qui ne fassent pas appel à des produits carbonés (TCHAKOUTE KOUAMO, 2013). La solution est d'utiliser des éléments minéraux, telle la silice, mais à basse température. Cette découverte conduit à la transformation à basse température des argiles pour la fabrication de panneaux de particules ininflammables. Dans ses travaux, il met au point des matériaux formés de résine minérale ayant des propriétés liantes et pouvant résister aux températures allant de 1000 à

2000 °C (TCHAKOUTE KOUAMO, 2013) . C'est ainsi qu'en 1979, il a introduit pour la première fois le terme «géopolymères» afin de désigner à la fois leur caractère inorganique et leur structure analogue aux polymères (CHAABANE, 2019).

En 1988, les travaux de Davidovits montrent que les recherches peuvent être de nouvelles gammes de liants appelés ciments géopolymères, ce qui constitue une alternative au ciment Portland (TCHAKOUTE KOUAMO, 2013). Les premiers géopolymères ont été synthétisés à partir d'un mélange d'argile kaolinitique, de quartz et de sodium hydroxyde ou de potassium à basse température (150 °C), et deviennent améliorées lorsque le kaolin est converti en métakaolin par calcination à 650-750 °C pendant quelques heures. Les produits obtenus présentent des résistances au feu, des propriétés de dureté et de longévité exceptionnelle comme une roche naturelle (TCHAKOUTE KOUAMO, 2013).

I.1.14 Chimie des géopolymères

Les géopolymères résultent d'une réaction chimique entre les matériaux aluminosilicates et les solutions alcalines concentrées ; encore appelées solutions activatrices. Le nom chimique utilisé pour désigner les géopolymères est polysialate. Sialate est une abréviation de silicon-oxo-aluminate et le réseau sialate est constitué des tétraèdres SiO_4 et AlO_4 liés alternativement par la mise en commun de tous les atomes d'oxygène. **Figure I.7.** (TCHADJIE NOUMBISSIE, 2012)

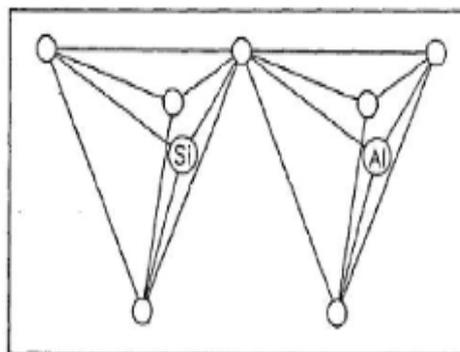


Figure I.7 : Structure de base du réseau sialate (tétraèdres SiO_4 et AlO_4). (TCHADJIE NOUMBISSIE, 2012)

I.1.15 Structure chimique

La structure du géopolymère est généralement décrite comme amorphe aux rayons X, constituée d'un réseau de tétraèdres d'aluminates et de silicates. L'aluminium étant en coordinance tétraédrique, il en résulte un déficit de charge compensé par un cation alcalin ($M = Na^+, K^+ \dots$) (PETLITCKAIA, 2018) (**Figure I.8**).

La formule empirique générale des géopolymères est présentée ci-après :



Où M est le cation monovalent, p est le degré de polycondensation, z est le rapport molaire Si/Al tel que $1 \leq z \leq 3$ et w est le degré de hydratation (CHAABANE, 2019). La nomenclature de géopolymère est basée sur le rapport molaire Si/Al correspondant et c'est ce dernier qui les différencie. La valeur de ce rapport influence sur la structure des géopolymères et leurs propriétés physico-chimiques. La consolidation résulterait soit la formation d'un gel géopolymérisation homogène, soit un hydrogel (gel colloïdal dans un milieu aqueux) jouant le rôle de liants. Davidovits classe la forme polymérique de Si-O-Al en trois classes qui varient selon le rapport molaire z (TCHAKOUTE KOUAMO, 2013) (**Figure I.9**)

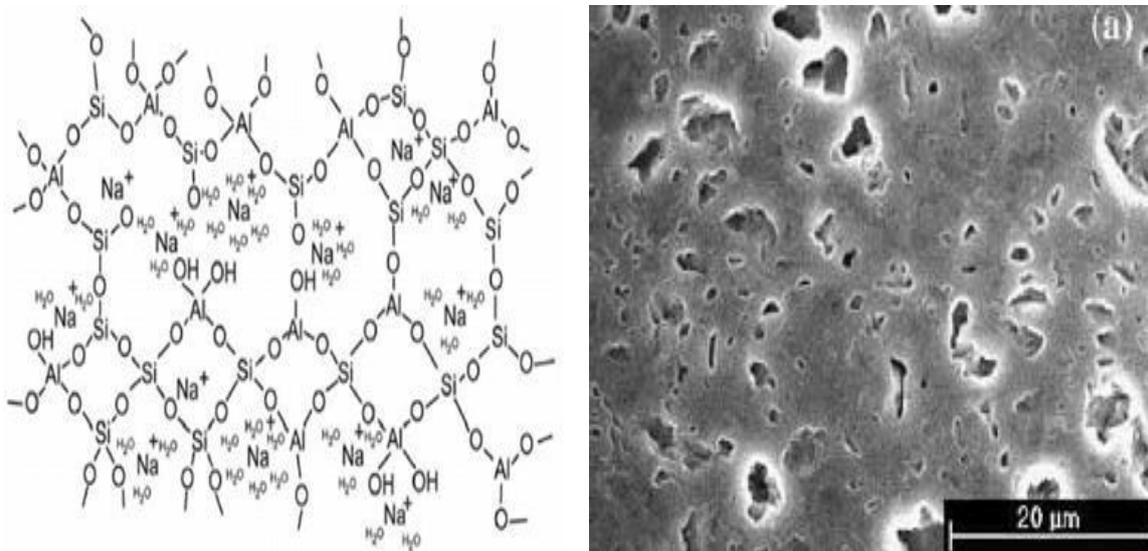


Figure I.8 : Structure générale d'un géopolymère au sodium et le cliché MEB de géopolymère synthétisé à base de métakaolin d'après Duxsonat al. (PETLITCKAIA, 2018) .

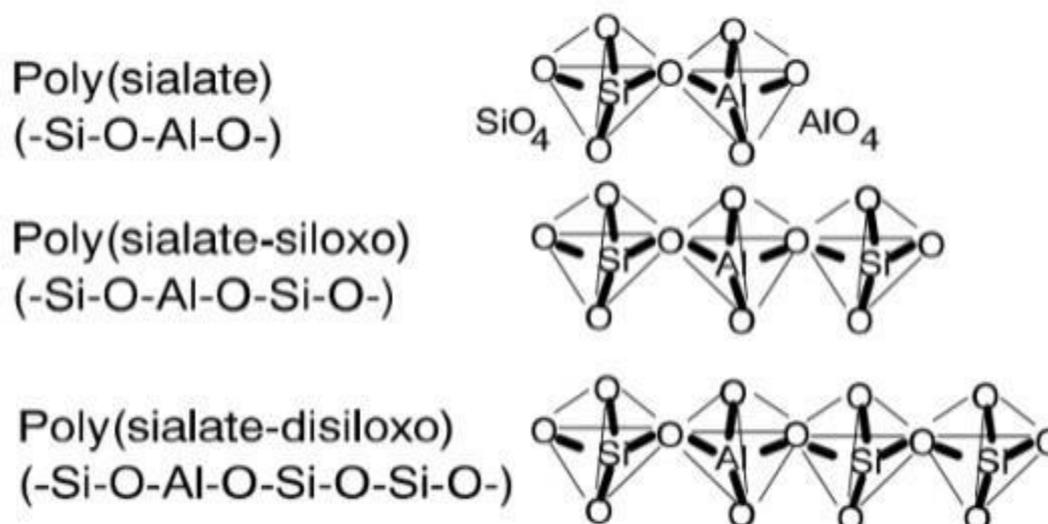


Figure I.9 : Terminologie et classes des différents géopolymères en fonction du rapport molaire Si/Al proposé par Davidovits. (POUHET, 2015.)

La plupart des études menées sur les poudres de géopolymères aux rayons X font apparaître un halo diffus à $3,05 - 3,30 \text{ \AA}$ ($27-29^\circ 2\theta_{\text{max}}$, Cu Ka) (**Figure I.10**) (BOURLON, 2010) .

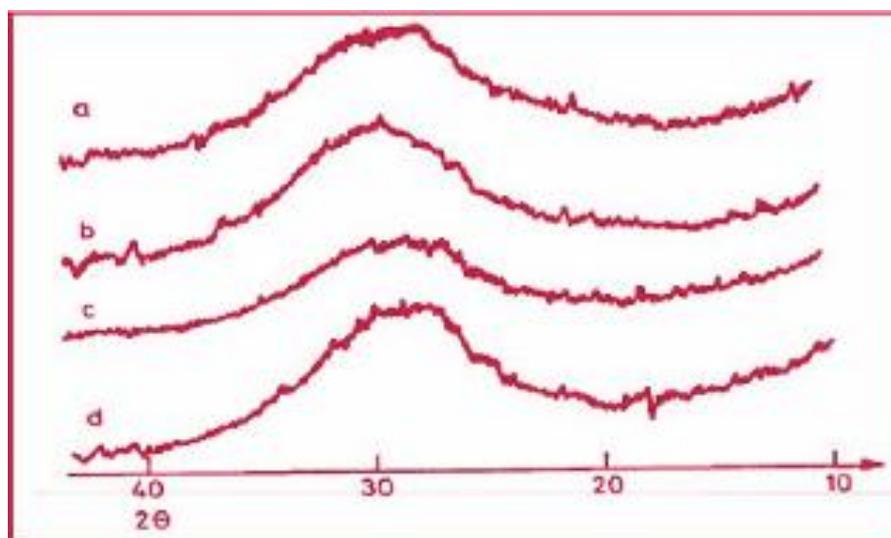


Figure I.10 : Diffractogrammes aux rayons X de matériaux géopolymériques de Davidovits (TCHADJIE NOUMBISSIE, 2012) .

I.1.16 Matières premières utilisées pour élaborer des géopolymères

I.1.16.1 Matériaux aluminosilicate

Les matériaux premiers aluminosilicates utilisés pour la synthèse des géopolymères doivent être à la fois riches en silice (SiO_2) et en alumine (Al_2O_3). Leur choix dépend de

plusieurs facteurs parmi lesquels la disponibilité, le coût et le type d'application. Ils peuvent être naturels (kaolin, micas, andalousite, spinelle, illite, scories volcaniques) ou synthétiques (métakaolin, cendres volantes, sous-produits calcines ou résidus d'exploitation industrielle). (BOUGUERMOUH, 2017). L'amorphisation de certains matériaux conduit aux produits présentant une forte résistance à la compression comparée à celle des produits obtenus à partir des matériaux non amorphisés (argile kaolinique et certains minéraux naturels). Parmi les matériaux aluminosilicates les plus utilisés : (TCHAKOUTE KOUAMO, 2013)

- **Les cendres volantes** : elles sont recueillies dans les centrales thermiques fonctionnant au charbon et sont généralement utilisées pour la finesse de leurs particules, ce qui accroît leur réactivité. Pour qu'une variété de cendres volantes à faible teneur en calcium puisse avoir des propriétés liantes optimales, elle doit avoir un pourcentage de matière non liante inférieure à 5%, une teneur en Fe_2O_3 inférieure ou égale à 10 % et celle en CaO qui doit être très faible. La teneur en aluminosilicate doit être comprise entre 40-90 % de particules d'un diamètre équivalent inférieur à 45 μm . Il existe trois types de classe de cendres volantes : (TCHAKOUTE KOUAMO, 2013)
 - les cendres volantes de classe C proviennent du lignite qui est riches en (CaO).
 - les cendres volantes de classe F (pauvres en CaO) proviennent de la combustion de la houille et qui sont les plus utilisées pour l'élaboration des géopolymères à cause de leur faible teneur en (CaO).
 - les cendres volantes de classe N qui sont des aluminosilicates naturels ou synthétiques dont la somme des oxydes de silicium, aluminium et de fer est supérieur à 70 % et le taux de SO_3 est inférieur à 4 %.
- **Le laitier granulé de haut fourneau** : c'est un sous produit de l'industrie métallurgique ayant des propriétés hydrauliques. Il est obtenu par refroidissement rapide de certaines scories fondues provenant de la fusion du minerai de fer dans le haut fourneau. Il est composé principalement de silicates, aluminosilicates et de silicate de calcium. Il existe différents types de scories : laitier de haut fourneau refroidi par air, laitier expansé ou expansé, granulé et laitier granulé de haut fourneau dont la production dépend de la méthode utilisée. Le laitier granulé de haut fourneau est généralement utilisé pour produire du ciment géopolymère. (TCHAKOUTE KOUAMO, 2013)
- **Les scories volcaniques** : Les vésicules de tailles variables que présentent les scories volcaniques sont dues aux gaz emprisonnés dans la lave ; plus celles-ci sont fluides moins elles sont vacuolaires. La forme extérieure provient des propriétés des

explosions volcaniques qui provoquent l'éjection des lambeaux de laves constitutifs des scories volcaniques après refroidissement. Cette structure confère aux granulats une porosité remarquable ainsi qu'un haut pouvoir d'isolation thermique. Les scories volcaniques par toutes les caractéristiques qu'elles offrent de façon naturelle tant sur le plan physico-chimique que sur le plan économique trouvent un éventail toujours croissant de domaines de valorisation. Que ce soit au niveau artisanal ou agricole, l'utilisation des scories volcaniques se diversifie surtout au voisinage des régions volcaniques. Parmi les principaux domaines d'utilisations : la fabrication des ciments : Elles sont utilisées dans la fabrication de certains types de ciments comme constituant secondaire. Elles sont utilisées comme filler, donc comme un produit plus ou moins réactif du point de vue hydraulique et donc la présence accroît la maniabilité et diminue la capillarité du ciment Portland. De nombreuses applications possibles avec les scories volcaniques dépendent directement des propriétés de ce matériau. Possédant des phases amorphes et principalement constitués d'oxydes de silicium, d'aluminium et de fer, les scories volcaniques peuvent être aussi utilisées pour l'élaboration de ciments géopolymères. (TCHAKOUTE KOUAMO, 2013)

- **Le métakaolin :** elle est obtenue par amorphisation des argiles kaolinitiques entre 500 et 800 °C. Le traitement au delà de 950 °C conduit à la formation d'un matériau qui a une structure cristalline de type spinelle Al ou celle de lamullite. La métakaolinite est une bonne source d'alumine et de silice. Elle a une grande réactivité au contact des solutions alcalines et peut être utilisée pour mieux comprendre le mécanisme de la géopolymérisation. La grande réactivité de ce matériau est liée à l'état de désorganisation de son réseau cristallin. Les propriétés pouzzolaniques de la métakaolinite dépendent aussi de plusieurs autres facteurs (TCHAKOUTE KOUAMO, 2013).
 - la cristallinité. Une kaolinite bien cristallisée donne après amorphisation une métakaolinite moins réactive.
 - la température de calcination. Une température de calcination autour de 700 °C conduit à une métakaolinite très réactive d'après (Elimbi et al., 2011., et Kakali et al., 2001)
 - la granularité. Les particules de petite taille confèrent une grande surface spécifique et par conséquent une grande réactivité.

I.1.16.2 Solution alcalines

La présence d'activateur fortement alcalin est indispensable pour que la réaction de géopolymérisation ait lieu. Son rôle est d'accélérer la dissolution de la source d'aluminosilicates afin de favoriser la formation des hydrates stables à faible solubilité. (CHAABANE, 2019) . La solution d'activation la plus simple reste une solution d'hydroxyde alcalin comme l'hydroxyde de potassium (KOH) ou l'hydroxyde de sodium (NaOH). NaOH reste l'activateur le plus utilisé dans la famille des hydroxydes car il est peu coûteux et facilement disponible. Cependant, son utilisation en géopolymérisation entraîne la formation de zéolites et plus particulièrement si la période de cure est longue et à température élevée. (AURELIE, 2013)

De plus, si la concentration d'hydroxyde de sodium est trop élevée, on va former de l'efflorescence c'est-à-dire du carbonate de sodium en surface. Les formations de nanocristaux de zéolites et d'efflorescence sont aussi connues avec des solutions d'hydroxydes de potassium. Duxson et al ont montré que la cristallisation de zéolites était plus rapide dans le cas d'un système KOH/métakaolin que dans un système NaOH/métakaolin, cet effet est inversé si on utilise des cendres volantes comme précurseurs solides. (AURELIE, 2013) .

I.1.16.3 Renforcement des matériaux géopolymères

L'effet de l'introduction d'ajouts dans une matrice géopolymère est évalué à l'aide d'essais mécaniques. Différents types d'ajouts ont déjà été introduits en tant que adjuvants dans les matériaux géopolymères, tels que des cendres volantes ou des fibres d'alcool polyvinylique (PVA). (TCHAKOUTE KOUAMO, 2013) (BOUGUERMOUH, 2017) . Les travaux de Li et al. (2005) ont mis en évidence les modifications importantes entraînées par l'ajout de fibres sur les propriétés mécaniques. En effet, lors de l'introduction de fibres dans une matrice géopolymère, la ductilité du matériau est particulièrement améliorée comparée à certains géopolymères sans adjuvants. (TCHAKOUTE KOUAMO, 2013) Selon Prud'homme (2011), le but des ajouts dans les géopolymères permet aussi de remédier au caractère mécanique à rupture sèche de la matrice et d'améliorer ainsi la ténacité du matériau. Deux principaux types d'ajouts : (KENGNE, 2013) (BOUGUERMOUH, 2017)

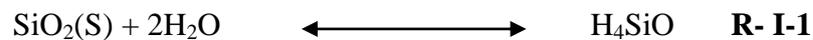
- **Inorganiques** : verre, silice, céramiques, l'alumine amorphe
- **Organiques** : aramide, polyester, polyamide, fibres végétales, fibres animales, le carbone.

a) Renfort inorganiques

L'amélioration des propriétés mécaniques des géopolymères est une voie de recherche importante, c'est pour cela, un grand nombre de matériaux inorganiques ont été utilisés tels que l'alumine, les fibres de carbone, de verre ou encore de PVA. (BOUGUERMOUH, 2017). L'alumine se trouve dans la nature sous la forme de minerais comme la bauxite, la bayerite, le corindon, la diaspore, la gibbsite

La silice est la forme naturelle du dioxyde de silicium (SiO_2) qui entre dans la composition de nombreux minéraux. Elle existe à l'état libre sous différentes formes cristallines, amorphes ou combinées. Dans les silicates, les groupes SiO_2 sont liés à d'autres éléments (Al : Aluminium, Fe : Fer, Mg : Magnésium, Ca : Calcium, Na : Sodium, K : Potassium). La silice amorphe peut être utilisée comme adjuvant dans la production des géopolymères pour compenser le déficit en oxyde de silicium dans la matière première aluminosilicate. (BOUGUERMOUH, 2017)

Le sable est également un matériau très utilisé pour la modification des propriétés mécaniques. En effet, des travaux ont montré que les polymorphes de silice subissaient une réaction d'hydrolyse en milieu alcalin suivant l'équation :



Cette réaction apparaît majoritairement dans le cas de l'attaque de silice amorphe, mais les travaux de Dove et al. ont montré que le quartz subissait également cette réaction. (BOUGUERMOUH, 2017). De plus, l'utilisation de solutions alcalines permet d'accélérer la dissolution hydrothermale du quartz, par action catalytique de K^+ et Na^+ en solution, dû à l'adsorption de ces cations à la surface du quartz. La précipitation de la silice intervient lorsque la solution est sursaturée. Ce phénomène de dissolution / précipitation permettra donc la création d'interactions entre le sable et une matrice basique de type géopolymère, conduisant à la modification des propriétés mécaniques du composite. (TCHAKOUTE KOUAMO, 2013).

L'oxyde de calcium, communément appelé « chaux vive », est un produit obtenu par calcination du calcaire. Le calcaire est un minéral naturel abondant et bon marché. (TCHAKOUTE KOUAMO, 2013)

b) Renfort organiques

L'incorporation de fibres végétales dans des mortiers connaît une réelle expansion depuis les années 90 suite aux problèmes liés à l'amiante. En effet, les fibres végétales sont beaucoup plus saines et leur incorporation dans un mortier n'engendre aucun problème de

type sanitaire (BOUGUERMOUH, 2017). La fonction des fibres dans une matrice minérale est de conférer au matériau composite des propriétés mécaniques adéquates tout en diminuant sa densité. Cependant, les propriétés obtenues sont fortement dépendantes de leur nature, de leur longueur, de leur forme, des conditions de séchages, etc. Les géopolymères étant particulièrement alcalin, le vieillissement de telles fibres dans ce milieu doit être pris en considération. Les fibres sont en effet affectées par l'humidité et la température extérieure, mais également par le milieu dans lequel elles sont immergées. L'alcalinité du milieu, susceptible de décomposer différents constituants de la fibre (hémicelluloses, lignines, etc.), ainsi que les variations dimensionnelles des fibres engendrent une dégradation des propriétés mécaniques des fibres à long terme (TCHAKOUTE KOUAMO, 2013). En effet, les études de Gram (1983) ont permis de conclure que le traitement alcalin entraînait une délignification des fibres, ce qui diminuait considérablement la résistance en traction. Cependant, peu de travaux font état des composites fibres végétales et matrice géopolymère. Al Rim et al. (1999) ont étudié les propriétés mécaniques de composites à base de copeaux de bois et d'une matrice ciment/argile et ont mis en évidence une diminution de la masse volumique, une diminution des propriétés mécaniques, mais également une augmentation du caractère déformable et isolant. Le problème de ce type de matériaux réside cependant dans leur sensibilité à l'eau, qui peut conduire à des problèmes de durabilité. (BOUGUERMOUH, 2017) (TCHAKOUTE KOUAMO, 2013)

I.1.17 Mécanisme de formation

Les mécanismes exact de géopolymérisation demeure inconnu et particulièrement complexe à étudier en raison de la rapidité de la réaction où beaucoup de recherches sont menées de nos jours afin de mieux les comprendre (CHAABANE, 2019) (BOURLON, 2010). Le mécanisme de géopolymérisation peut être développé en quatre étapes qui sont :

(CHAABANE, 2019) (CHUPIN, 2015)

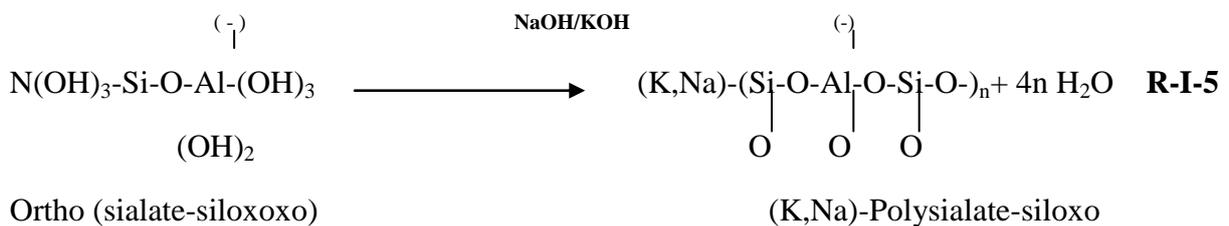
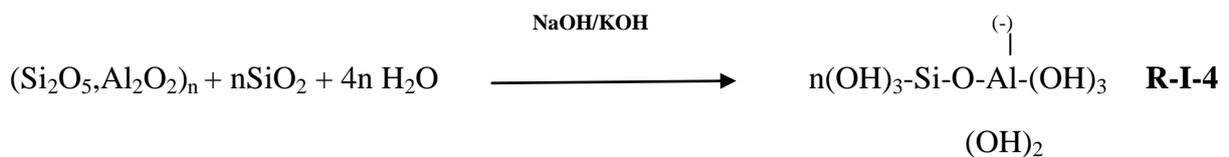
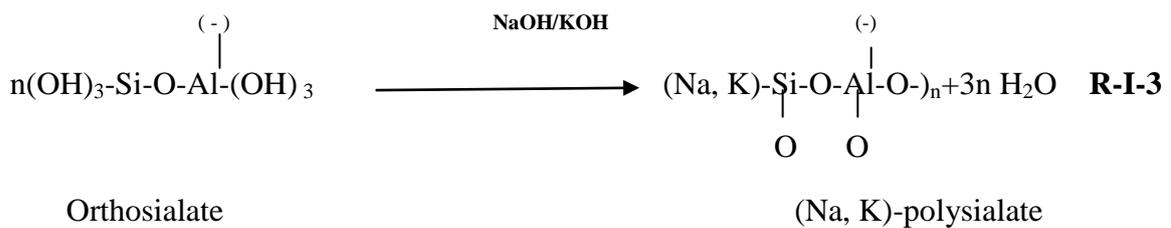
- ❖ Dissolution / hydrolyse
- ❖ Restructuration
- ❖ Polycondensation
- ❖ Solidification

Comme le montre la **Figure I.11**

L'étape de dissolution/hydrolyse commence avec l'hydrolyse des protons H^+ par les cations monovalents (Na^+ , K^+) de la solution alcaline sur la surface du minéral d'aluminosilicate. Il en résulte un relargage de monomères silicatés ($Si(OH)_4$) et aluminés

(Al(OH)₄⁻) provenant la rupture des liaisons Si-O-Si et Si-O-Al de la source alumino-silicatée qui l'étape de dissolution. Ces oligomères ne possèdent aucune liaison avec un autre atome de silicium ou d'aluminium, ainsi ils réagissent entre eux. Ces derniers sont alors formés jusqu'à atteindre un équilibre. Cette étape de restructuration est déterminante pour la formation de la microstructure et de la distribution en taille de pores. Une fois la solution est sursaturée, les oligomères forment entre eux des liaisons Si-O-Si et Si-O-Al plus dense formant ainsi un premier gel géopolymérique .C'est l'étape de polycondensation. Après la formation du gel, le système continue de se réorganiser pour former un réseau de plus en plus connecté d'alumino-silicates en trois dimensions et qui durci par la suite avec la polymérisation. C'est l'étape de solidification.

La réaction de géopolymérisation est donnée comme suit : (CHAABANE, 2019)



Dans ce mécanisme, l'eau sert de milieu réactionnel. L'étude du comportement de l'eau durant la géopolymérisation par la résonance paramagnétique électronique (RPE) montre que l'eau est consommée pendant l'hydrolyse et la dissolution du métakaolin avant d'être régénérée par l'étape de polycondensation dans la porosité du géopolymère. (CHUPIN, 2015)

D'ailleurs, la composition de la solution porale ainsi la composition de l'eau ont des informations importantes pour la compréhension du mécanisme de formation des

géopolymères et les mécanismes radicalaires entrant en jeu lors de l'irradiation. (CHUPIN, 2015)

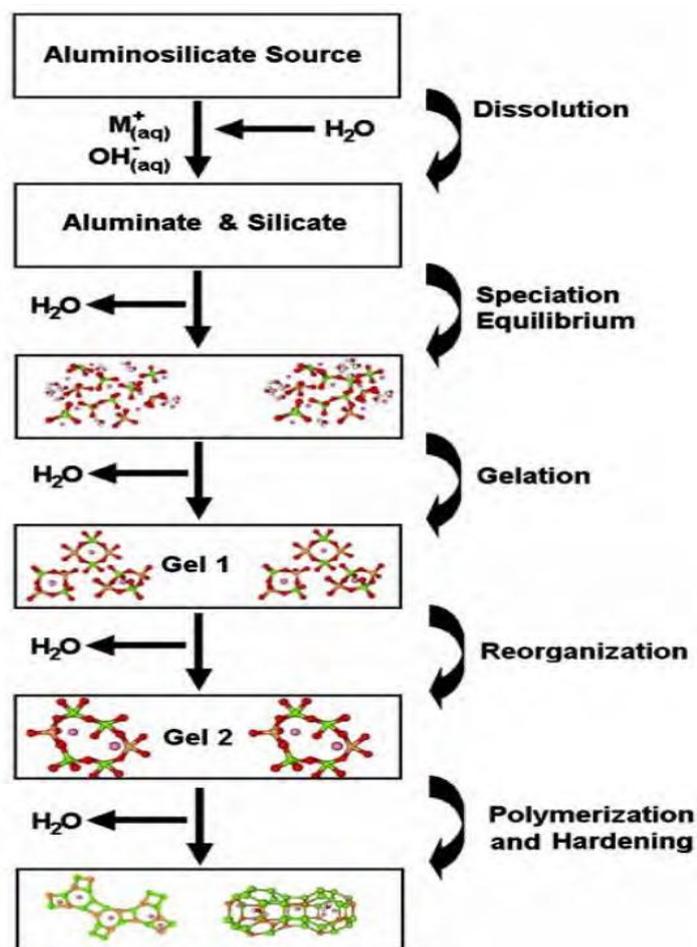


Figure I.11 : Mécanisme de réaction de géopolymérisation selon Duxson, Fernández-Jiménez, Provis, Lukey, Palomo et Deventer. (POUHET, 2015.)

I.1.18 Propriétés des matériaux géopolymères

La synthèse des géopolymères à partir de diverses sources de matières premières aluminosilicates offre la possibilité d'obtenir des matériaux possédant des propriétés physiques et/ou chimiques variables. (TCHADJIE NOUMBISSIE, 2012) Les tests faits par Davidovits et Walla and Rangan ont montré que des ciments géopolymères possèdent de très grandes résistances mécaniques et se solidifient rapidement à la température élevée ou peu élevée. Une résistance à la compression de l'ordre de 20MPa peut être obtenue après 4 heures de séchage à 20° C et de l'ordre de 70 à 100MPa après 28 jours (BOUGUERMOUH, 2017) (TCHADJIE NOUMBISSIE, 2012). Les ciments géopolymères ont un faible retrait. Ils ont la

capacité de résister aux feux et aux agents atmosphériques, chimiques et biologiques pendant plusieurs dizaines de milliers d'années comme le granite, faible conductivité thermique, encapsulation des métaux lourds, temps de début de prise rapide. Comparée aux ciments Portland, la teneur en alcalins ne représente aucun danger pour les ciments géopolymères. Les propriétés des géopolymères peuvent être améliorées en faisant une adjonction des cendres volantes au métakaolin. (BOUGUERMOUH, 2017)

Plusieurs travaux montrent que la structure des géopolymères présente une faible perméabilité, favorisant leur utilisation pour l'immobilisation des métaux toxiques. D'après Davidovits, l'utilisation du ciment géopolymère dans le génie civil pourrait réduire les émissions de CO₂ de l'industrie cimentière actuelle de 80 %. (TCHADJIE NOUMBISSIE, 2012)

I.1.19 Facteurs affectant les propriétés des matériaux géopolymères

Selon la nature des matières premières utilisées et les conditions expérimentales, de nombreux facteurs peuvent influencer la réaction de géopolymérisation tel que le type de la composition, la nature et la concentration de l'activateur, la concentration des matières premières solides, le temps et la température de maturation, ...etc.

Les différents facteurs sont présentés dans ce qui suit :

I.1.19.1 Influence de l'activateur alcalin

Le choix de la solution activatrice est très important car les propriétés du produit obtenu en dépendent fortement. Glukhovsky, (1981) a reporté que certaines solutions peuvent être utilisées pour activer les matériaux aluminosilicates qui sont : (KENGNE, 2013).

- Alcalis, MOH
- Sels d'acides faibles, M₂CO₃, M₂SO₃, M₃PO₄, MF
- Les silicates, M₂O, nSiO₃
- Aluminates, M₂O, nAl₂O₃
- Aluminosilicates, M₂O, Al₂O₃, (2-6)SiO₂
- Sels d'acides forts, M₂SO₄

Avec M un cation alcalin, généralement K ou Na.

Le rôle de l'activateur alcalins est d'accélérer la dissolution de la source d'aluminosilicate afin de favoriser la formation des hydrates stables à faible solubilité et forme ainsi une structure compacte avec ces hydrates. (CHAABANE, 2019) La solution alcaline la plus utilisée pour l'élaboration des matériaux géopolymères est la combinaison d'une solution de sodium

ou de potassium hydroxyde (NaOH ou KOH) et le sodium ou potassium silicate ($\text{Na}_2\text{SiO}_3, \text{K}_2\text{SiO}_3$). (KENGNE, 2013) La quantité de silicates de sodium utilisée pour la synthèse de géopolymère a un effet sur la résistance à la compression finale car elle contrôle la concentration et la prédominance des silicates solubles dans le système géopolymérique. (CHAABANE, 2019) .

I.1.19.2 Influence de la quantité d'eau

Le processus de polymérisation est influencé par la quantité d'eau utilisée lors de la synthèse du géopolymère. Après l'étude de l'effet de la quantité d'eau par Panias et al montre que ce dernier joue un rôle important dans les étapes de dissolution, de polycondensation et durcissement lors de la réaction de géopolymérisation. (CHAABANE, 2019) . Celle-ci ne doit pas être trop faible afin de pouvoir mélanger les réactifs correctement et permettre un transfert ionique et ne doit pas être trop élevée pour ne pas diluer les réactifs, freiner la rencontre des oligomères et ainsi ralentir la polymérisation (CHUPIN, 2015). La réduction de la teneur en eau pendant la synthèse du géopolymère améliore la résistance à la compression. (CHAABANE, 2019)

I.1.19.3 Influence du rapport Si /Al

D'après l'étude de Lizcano et al (2012) sur l'effet du rapport Si/Al et l'activateur alcalin a démontré que la densité des matériaux augmente avec l'augmentation du rapport Si/Al. Ils ont trouvé que l'ajout du SiO_2 pour augmenter le rapport Si/Al rend la solution d'activation plus visqueuse et pleine d'éléments solides ce qui empêche une bonne et homogène dissolution du métakaolin. Ce qui permet la formation de larges pores et microfissures ainsi réduit les propriétés mécaniques des géopolymères (CHAABANE, 2019).

L'introduction de silice dans la solution d'activation conduit a des espèces silicates plus connectées. La connectivité importante des espèces silicates réduit la disponibilité des ions hydroxyde OH^- et ralentit l'hydrolyse du métakaolin (Duxson et Al., 2005b) (BOURLON, 2010). Ainsi, pour même fraction volumique en métakaolin, un rapport Si/Al élevé ralentit les vitesses de réaction et conduit à un temps de percolation plus élevé. (STEINS, 2014) .

I.1.19.4 Influence des paramètres de cure

a) Effet de la concentration

Les études faites par Hounsi et al (2014) sur l'effet de la concentration des solutions alcalines sur les propriétés des géopolymères issu du kaolin démontre que la dissolution du kaolin dépend du type de la solution et de sa concentration (CHAABANE, 2019). Pour les

géopolymères obtenus à partir de la solution de NaOH, l'augmentation de la concentration de NaOH de 4 M à 10 M conduit à une amélioration de 165% de la résistance à la compression. Par contre, une dégradation de 47% comparativement à la valeur obtenue à 10M lorsque la concentration est augmentée à 12M (HOUNSI, 2014). La solution de KOH a favorisée la dissolution du kaolin mieux que celle de NaOH, ce qui affecte la résistance mécanique qui augmente avec l'augmentation de la concentration de la solution alcaline. La résistance à la compression optimale atteinte est de 12MPa à 10 M de NaOH après 3 jours de cure et une valeur de 32MPa à 12M de KOH (HOUNSI, 2014) (CHAABANE, 2019) .

b) Effet de la température et du temps

La température a un effet sur les réactions de géopolymérisation et sur la texture du matériau final. La température de conservation des géopolymères influence sur la résistance mécanique, l'inhomogénéité de la microstructure et la porosité. D'après Sindhunata et al. , le volume total des pores et la surface spécifique augmentent avec la température de cure. (STEINS, 2014) . La dissolution des précurseurs augmente avec l'augmentation de la température de la réaction, ainsi le taux de nucléation et le taux de polycondensation.. Il a été montré qu'une température de traitement élevée et un temps long donnent un matériau géopolymère avec une résistance à la compression élevée (BOURLON, 2010). D'autres études ont montré aussi que le temps de séchage prolongé améliore le processus de géopolymérisation.

I.1.20 Méthodes de caractérisation des géopolymères

Les principales méthodes de caractérisation des géopolymères utilisent les informations tant sur le plan de la structure que de la microstructure. Sur le plan structural, le premier moyen de caractérisation utilisé est la DRX (Diffraction de Rayons X) ; ainsi, les diffractogrammes des géopolymères présentent généralement un halo diffus (tel que 2° max compris entre 18 et 40° sur anticathode de cuivre) plutôt que des raies pointues de diffractions (Davidovits, 1991). L'utilisation de cette méthode de caractérisation aboutit à la conclusion que les géopolymères sont des matériaux semi amorphes. Ainsi toute discussion sur la structure des géopolymères basée sur la DRX n'est pas précise, car elle offre une faible résolution pour les matériaux amorphes et elle n'est pas capable de détecter les cristaux d'une taille de 5-10 nm (BOUGUERMOUH, 2017)

La DRX est désormais associée à d'autres méthodes spectroscopiques tels que : l'infrarouge par transformée de Fourier (IRTF), qui permet de définir les différentes liaisons

dans le matériau et la résonance magnétique nucléaire RMN-MAS (*Magic-Angle-Spinning*) qui fournit des données structurales utiles sur les matériaux d'aluminosilicates (zéolites, argiles, céramiques, ciments, géopolymères) et en particulier la RMN-MAS du silicium (^{29}Si) et de l'aluminium (^{27}Al) (BOUGUERMOUH, 2017) (TCHADJIE NOUMBISSIE, 2012).

Sur le plan microstructural, les techniques microscopiques principalement utilisées pour l'analyse des géopolymères sont : la microscopie électronique à balayage (MEB) et la microscopie électronique à transmission (MET). (BOUGUERMOUH, 2017)

En plus des méthodes d'analyse citées précédemment, plusieurs autres méthodes sont utilisées complémentaires pour la caractérisation des géopolymères ; il s'agit des analyses thermiques (ATD, ATG et analyses dilatométriques) et des mesures mécaniques (BOUGUERMOUH, 2017) (TCHADJIE NOUMBISSIE, 2012)

I.1.21 Utilisation industrielles des matériaux géopolymères

Depuis la découverte des géopolymères, cette nouvelle génération de matériaux, qu'elle soit utilisée pure ou renforcée avec des charges, trouve des applications dans tous les domaines de l'industrie. Ces applications se trouvent par exemple en génie civil, dans les industries automobile, aérospatiale, métallurgie, fonderie non-ferreuse, plastiques, gestion des déchets, architecture, restauration des bâtiments, etc (BOUGUERMOUH, 2017) (TCHADJIE NOUMBISSIE, 2012).

- **Dans le génie civil :** On note l'élaboration de nouveaux ciments géopolymères à l'instar du ciment américain PYRAMENT ultra rapide et à haute performance, commercialisé aux États-Unis depuis 1988. Il est un produit idéal pour la réparation et la construction des pistes d'atterrissage en bétons.
- **Dans l'aérospatiale :** On note l'utilisation des moules et des outils en géopolymères réfractaires pour le coulage en toute sécurité des alliages très corrosifs Aluminium/Lithium à l'état liquide.
- **Dans le domaine automobile :** On note l'utilisation des composites carbone/géopolymères pour la protection thermique des voitures de courses.
- **Dans le domaine du traitement des déchets :** On note l'utilisation des ciments géopolymères pour l'encapsulation des déchets toxiques et radioactifs

La figure I.12 : Résume les applications des géopolymères

Les différents facteurs tels la composition, le rapport atomique Si/Al, l'eau du géopolymère et aussi la concentration en alcali (Al/M) sont des paramètres qui déterminent la structure et les propriétés physico-chimiques des matériaux géopolymères, ainsi que leur champ d'application (**Tableau I.5**).

Tableau I.5 : Classification des structures poly (sialates) avec leurs applications. (KENGNE, 2013)

Classification	Structures des monomères	Applications
Poly (sialate) PS Si/Al = 1	$M_n-(-Si-O-Al-O-)_n$	Brique, céramique, protection anti-feu, isolation thermique
Poly (sialate-siloxo)PSS Si/Al = 2	$M_n-(-Si-O-Al-O-Si-O-)_n$	Ciment et béton à teneur faible en CO ₂ , encapsulation des déchets toxiques et radioactifs, résistance au feu
Poly (sialate-disiloxo) PSDS Si/Al = 3	$M_n-(-Si-O-Al-O-Si-O-Si-O-)_n$	Protection anti-feu (composite en fibre de verre), composite (résistance à la chaleur de 200 à 1000°C), équipement de fonderie

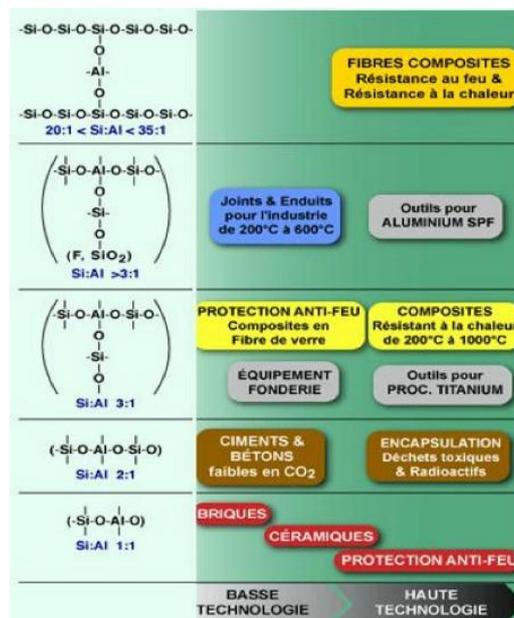


Figure I.12 : Applications des géopolymères en fonction du ratio Si/Al dans la structure poly(sialate) (TCHADJIE NOUMBISSIE, 2012)

CHAPITRE II: PROTOCOLE EXPERIMENTAL

Pour identifier et caractériser les produits de réaction des géopolymères formés dans les conditions optimales, des analyses minéralogique (DRX), microstructurale (MEB-EDX) et spectroscopique (IRTF) ont été menées sur certains échantillons. Les paramètres pris en compte sont l'effet de la concentration de NaOH et KOH, l'effet de la température et du temps.

I.1 MATIERES PREMIERES ET CARACTERISATON

II.1.1 Kaolin

La forme physique du kaolin brut fourni par Kaolin Industries Sdn.Bhd, Malaisie la est de type poudre, de taille de particules inferieure à 2 μm et un maximum de 2% de la teneur en humidité. Il a été utilisé comme matériau cimentaire Si-Al de densité à 20°C = 0.0014 g/cm^3 . Dont la composition chimique est indiquée dans le **tableau II-1** (HEAH C. Y., 2011).

Un kaolin brut commercial (kaolin BIP fourni par IMERYS de kaolin de Beauvoir, France) a été utilisé comme source d'aluminosilicate pour l'élaboration des géopolymères. La composition chimique et minéralogique sont indiquées dans le **tableau II-1** (HOUNSI, 2014).

Tableau II.1.Caractéristiques chimiques des matières premières (kaolin)

Caractéristiques physicochimiques	Paramètres	Produit		
		Kaolin (HEAH C. Y., 2011)	Kaolin (HOUNSI, 2014)	Kaolin (HEAH C. Y., 2013)
Composition chimique (teneur en massique %)	SiO ₂	50.00-52.00	48.1	50.00-52.00
	Al ₂ O ₃	33.00-35-00	36.9	33.00-35-00
	Fe ₂ O ₃	0.60-1.00	1.90	0.60-1.00
	TiO ₂	0.50-0.90	< 0.20	0.50-0.90
	CaO	< 0.50	< 0.20	< 0.50
	MgO	0.30-0.70	0.26	0.30-0.70
	K ₂ O	1.50-2.00	0.17	1.50-2.00
	Na ₂ O	0.01-0.05	< 0.25	0.01-0.05
	Li ₂ O	-	0.27	-
Composition minéralogique en %	Kaolinite	-	81.5	-
	Mica	-	10	-
	Quartz	-	3.5	-

II.1.2 Solution activatrice

- ✚ **Hydroxyde de sodium** : Toutes les solutions d'activation sont préparées avec des pastilles de NaOH (99.5%) ou KOH 85.6%), de l'eau déminéralisée et des solutions de silicates de sodium obtenues de la société VWR, de densité $d=0.33\text{g/cm}^3$ et la composition dans le **tableau II-2**. (HOUNSI, 2014).
- ✚ **Silicate de sodium** : Une solution de silicate de sodium (Na_2SiO_3) de qualité technique a été fournie par Industries chimiques du pacifique Sendirian Berhad(SOCI), en Malaisie, avec une composition chimique mentionnée dans le **tableau II-2** . Avec une densité de 1.4 g/cm^3 et une viscosité de 0.4 Pa s . (**HEAH C. Y., 2013**)

Tableau II-2 : compositions des solutions silicates.

% massique	SiO_2	Na_2O	H_2O	Si/Na(K)
Solution				
SiNa (HEAH C. Y., 2013)	30.1	9.4	60.5	3.2
SiNa (HOUNSI, 2014)	26	8	-	0.20

II.2 METHODES DE PREPARATION DES ECHANTILLONS

Le mélange réactif est obtenu en dissolvant l'hydroxyde de potassium ou sodium dans le silicate de potassium ou sodium respectivement, puis l'ajout du kaolin selon les rapports molaires donnés dans le **tableau II-2**. Le mélange ainsi obtenu est placé dans des moules $50\times 50\times 50\text{ mm}$, qui sont conservés à l'étuve à différentes températures pendant 24 h. le protocole expérimental est résumé dans la **figure II-1** ci-dessous :

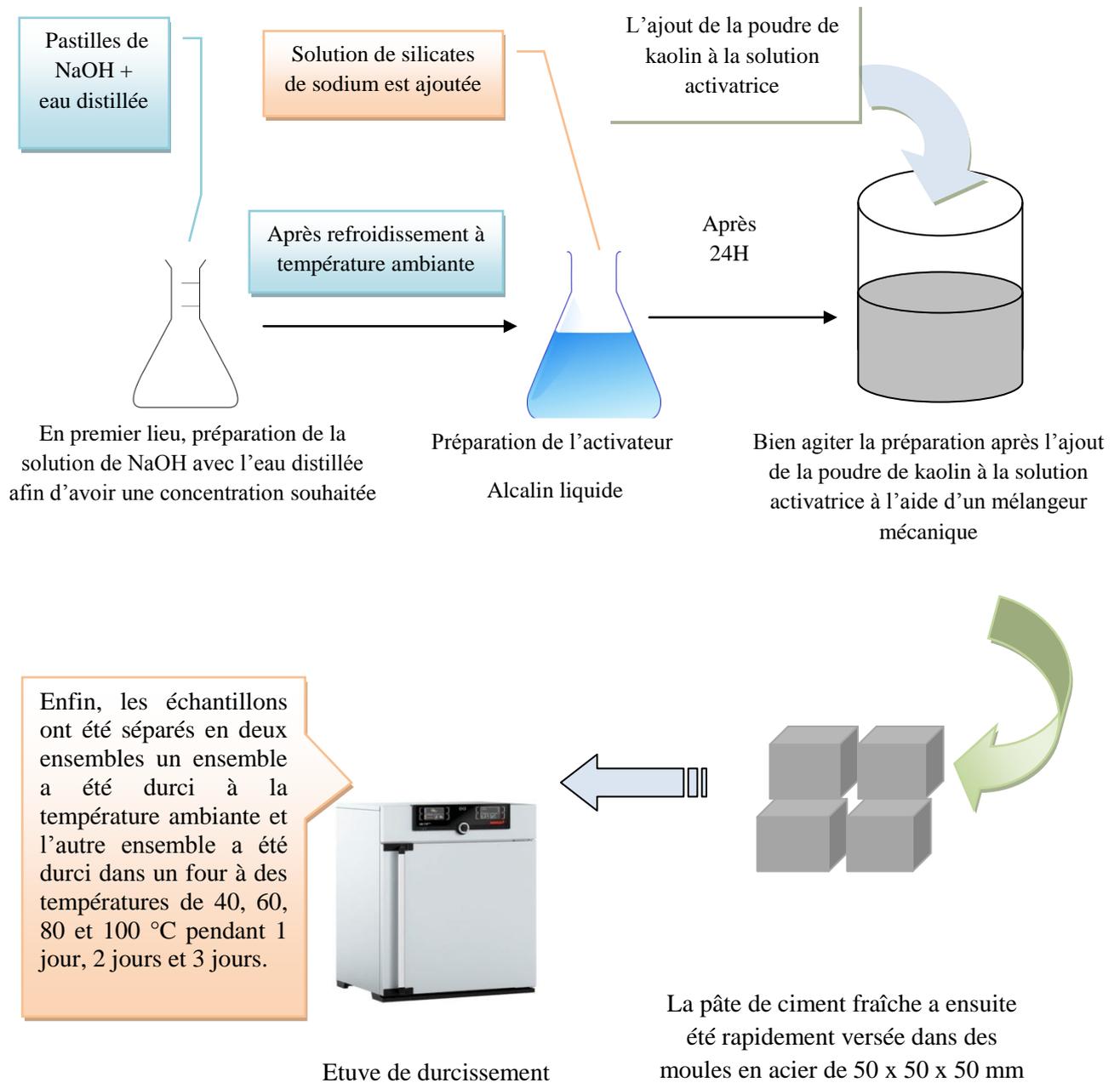


Figure II-1 : Schéma du protocole de synthèse des matériaux géopolymères.

II.3 ESSAIS DE CARACTERISATIONS DES MATIERES PREMIERES

II.1.3 Diffractions de rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X (DRX) est une technique d'analyse fondée sur l'interaction entre les rayons X et la matière. Lorsque la longueur d'onde λ d'un rayonnement incident est du même ordre de grandeur que les distances inter-réticulaires (d) d'un cristal ou d'une poudre, il y a interaction rayonnement-matière suivant la relation de Bragg : (CHAABANE, 2014)

$$n\lambda = 2d \sin\theta$$

En désignant par :

n : nombre entier correspondant à l'ordre de la diffraction.

λ : longueur d'onde du rayonnement utilisé (nm).

d : distance inter réticulaire entre deux plans diffractant d'un cristal

θ : angle de diffraction.

A. Principe

La méthode générale consiste à bombarder le matériau solide par un faisceau de rayons X monochromatique ($0,1 \text{ \AA} < \lambda < 10 \text{ \AA}$) de longueur d'onde $1,54051 \text{ \AA}$, produit par une anticathode de cuivre et à mesurer l'angle par rapport au rayonnement incident des rayons X diffractés et l'intensité des rayonnements X diffractés au moyen d'un compteur à scintillation. Celui-ci tourne autour du même axe que l'échantillon mais à une vitesse double de celle de l'échantillon. Pour un angle d'incidence, l'angle mesuré par le déplacement du compteur sera donc de 2 comme montrée en **figure II-2** . (CHAABANE, 2014)

Le traitement des diffractogrammes ou spectres s'effectue à l'aide d'un logiciel basé sur les fiches d'une base de données faisant correspondre les distances inter-réticulaires aux angles 2 enregistrés. La position des pics de diffraction permet l'identification des structures ou phases cristallines présentés et donc la détermination de la composition cristallographique de l'échantillon analysé.

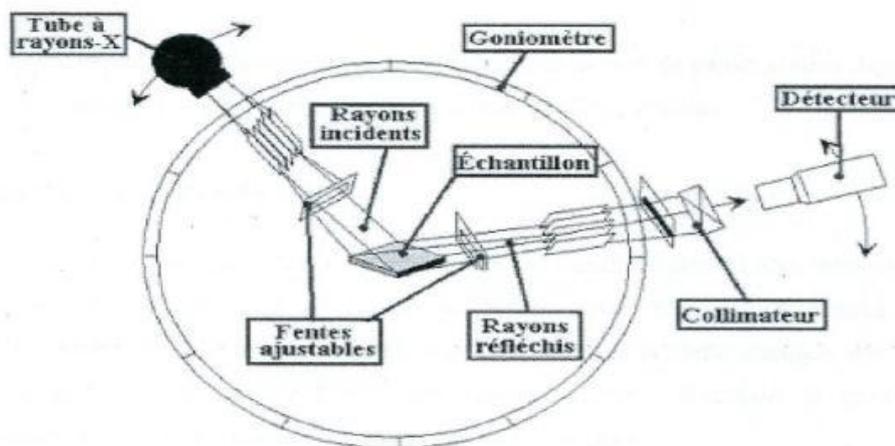


Figure II-2 : Schéma d'un spectrophotomètre de diffusion des rayons X (CHAABANE, 2014)

II.4 CARACTERISATION PHYSICO-CHIMIQUE ET MICROSTRUCTURE

II.4.1 Spectrophotométrie infrarouge par transformée de Fourier (FTIR)

La spectroscopie infrarouge à Transformée de Fourier est une technique d'analyse qualitative et quantitative, basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé. Elle permet, grâce à la détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques, de caractériser et d'identifier en même temps des fonctions chimiques présentes dans le matériau. Les spectres IR constituent de véritables « empreintes digitales de la matière » (AITOUAKLI.Nabila, 2010).

A. Principe

Les matériaux géopolymères sont principalement composés des éléments aluminium, silicium et d'un cation alcalin. La présence de ces trois éléments va favoriser un grand nombre de liaisons possibles (Si-O-Si, Si-O-Al, Si-O, Si-O-M, O-Si-O avec $M = K$), possédant chacune différents modes vibrationnels. (FUNMILAYO, Adeniyi, & B, 2020).

Les spectromètres utilisés sont de type Nicolet 380 FTIR (ThermoFischer Scientific) entre 4000 cm^{-1} et 400 cm^{-1} et Perkin Elmer FTIR spectre RX1 pour évaluer le groupe fonctionnel des échantillons, une petite quantité de bromure de potassium (KBr) et de poudre de géopolymère a été mise dans un moule. Par une presse à froid, le moule, qui contient de la

poudre et du KBr, a été pressé pendant quelques minutes pour produire des échantillons à examiner.

Le principe d'analyse par l'infrarouge est présente en **figure II-3**

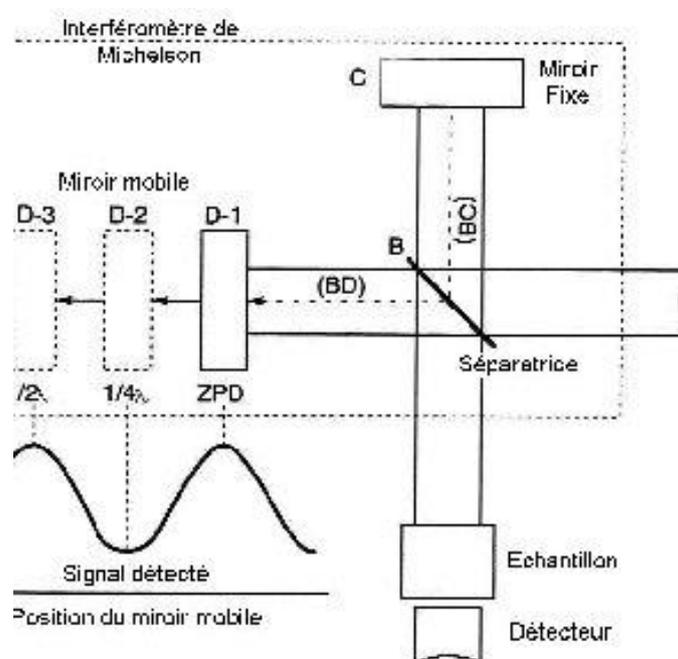


Figure II-3 : Schéma d'un diffractomètre expliquant le principe d'analyse par l'infrarouge (CHAABANE, 2019).

II.4.2 Microscopie Electronique à Balayage MEB couplé à l'EDX

Le principe de cette méthode consiste à utiliser des électrons émis par la surface d'un solide, lorsqu'elle est bombardée par un faisceau d'électrons dont l'énergie est de l'ordre de quelques KeV. Le faisceau d'électrons émis par un filament de tungstène est d'abord accéléré puis concentré sur une partie de la surface d'un matériau. Un dispositif intermédiaire permet au faisceau de balayer la surface à examiner. Au point d'impact, plusieurs rayonnements sont émis, mais seuls les électrons secondaires et rétro diffusés contribuent à la formation de l'image et de la topographie de l'échantillon **Figure II-4**.

Cette technique apporte des informations sur la morphologie des minéraux et des matériaux, des produits de calcination et des hydrates formés au cours du durcissement par chauffage. Le couplage de cette technique avec l'EDX, nous a permis de déterminer la composition chimique de nos échantillons (hybrides, rurs et céramiques) (AITOUAKLI.Nabila, 2010).

Les observations en microscopie électronique à balayage ont été réalisées avec des microscopes de type Stereoscan S260 MEB de Cambridge Instruments et (JEOL) JSM-6460LA.

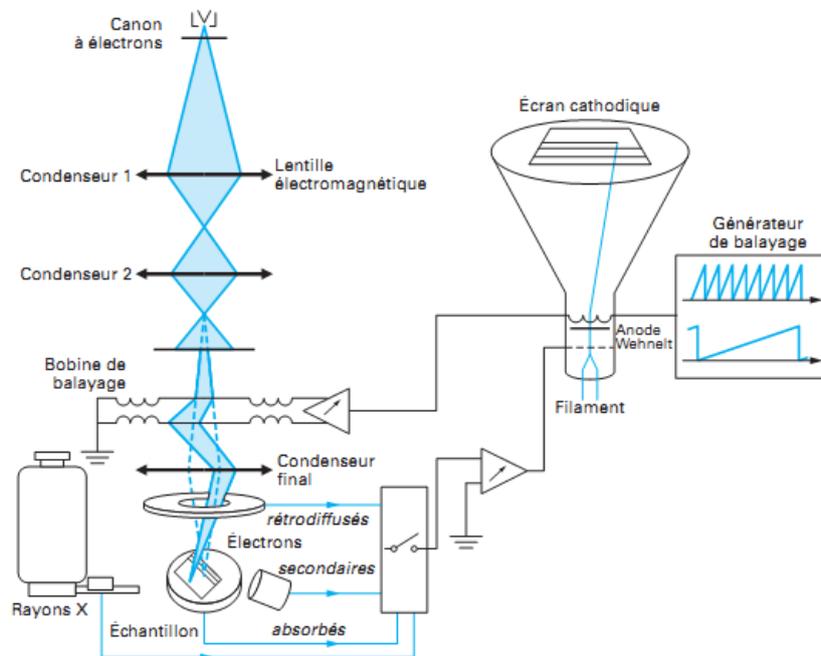


Figure II-4: Schéma du principe de fonctionnement d'un microscope électronique à balayage (CHAABANE, 2019)

II.5 ESSAIS MECANQUES DE RESISTANCE A LA

Les essais de compression ont été réalisés à l'aide d'un appareil Lloyd EZ20, et le taux d'essai utilisé était de 0,5 mm/min. Les essais ont été effectués avec des échantillons cylindriques d'un diamètre de 20 mm. Les surfaces d'échantillonnage étaient préalablement polies pour assurer la meilleure qualité de surface (parallélisme, planéité). Toutes les valeurs de la force de compression maximale rapportées dans cette étude sont des valeurs moyennes sur cinq tests dans les mêmes conditions. Avant les caractérisations, les échantillons étaient gardés scellés dans des sacs rétractables. **La figure II-5** montre l'appareillage de la résistance à la compression.



Figure II-5 : Appareillage d’essai de résistance à la compression (BALAGUAR.Pascual, 2014)

CHAPITRE III:
RESULTATS BIBLIOGRAPHIQUE

L'objectif de cette étude est de faire une analyse comparative et synthétique de trois recherches différentes qui sont basées sur l'effet des paramètres de synthèse sur le gel géopolymérique élaboré à partir du kaolin. Dont ces paramètres, l'effet de la concentration, effet de l'activateur alcalin et effet des paramètres de cure.

III.1 EFFET DE CONCENTRATION

L'effet de la concentration des solutions alcalines sur les propriétés des géopolymères issus du kaolin démontre que la dissolution du kaolin dépend du type de la solution et de sa concentration ; D'après l'étude de A.D ;Hounsi (2014), sur l'effet de la concentration des métaux alcalins K et Na sur le changement de l'âge précoce caractéristiques structurelles des géopolymères à base de kaolin a induit que les forces de compression augmentent avec la concentration d'hydroxyde de sodium de la solution alcaline. Figure III-1 (HOUNSI, 2014).

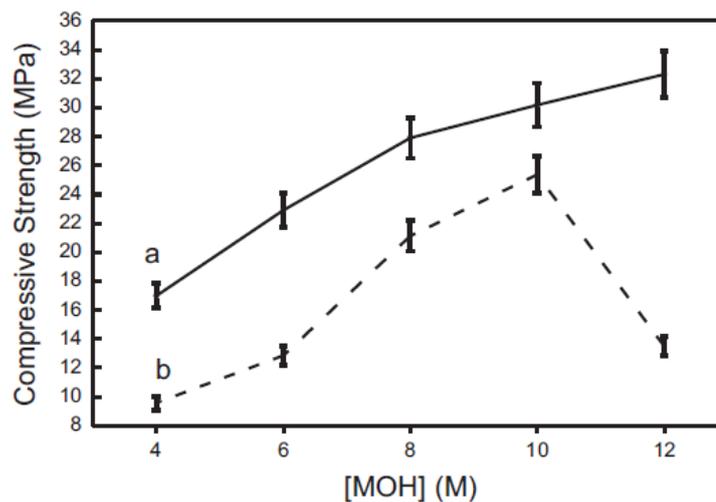


Figure III-1: Résistance à la compression des géopolymères par rapport à la concentration d'alcalis après 3 jours de vieillissement (a: K-géopolymères, b: Na-géopolymères). (HOUNSI, 2014)

De plus, il y a formation d'une nouvelle phase cristalline dans les Na-géopolymères synthétisés avec des concentrations de NaOH à 8 M identifiée comme étant le carbonate d'aluminium sodique hydroxyde hydrate $\text{Na}_8\text{Al}_6\text{Si}_6\text{O}_{24}(\text{CO}_3)_{0.5}(\text{OH})_3\text{H}_2\text{O}$ montrée par la technique de caractérisation aux rayons X **Figure III-2**. Cette nouvelle phase s'explique par le phénomène de carbonatation, d'hydroxylation et d'hydratations observées à travers les spectres IR **Figure III-a3** (HOUNSI, 2014).

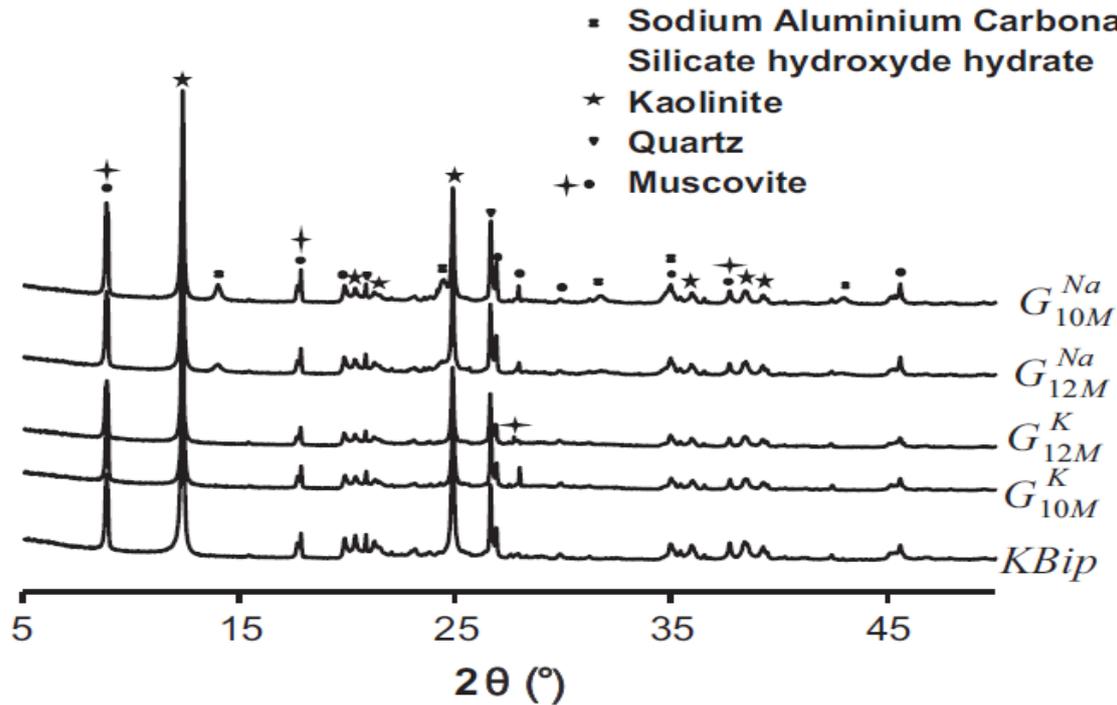


Figure III-2: Diagrammes DRX représentatifs des géopolymères. (HOUNSI, 2014)

L'analyse au microscope électronique à balayage de la géopolymère présentée dans les **figure III-4 et III-5**, les micrographies MEB présente une microstructure typique avec des plaquettes résiduelles d'argile, où des gels géopolymériques se forment dans une mesure limitée. La présence de plaquettes argileuses bien définies dans ces échantillons montre que la réaction de la géopolymérisation n'a pas été complètement atteinte. Les micrographies des géopolymères synthétisés utilisant une concentration plus élevée d'alcalin révèlent des morphologies différentes de celles des géopolymères synthétisés à faible concentration alcaline. Ces observations ne représentent que l'augmentation de la croissance des gels géopolymériques avec l'augmentation de la concentration alcaline induit l'augmentation de la force de compression, comme l'utilisation d'une concentration de 10 M en NaOH et de 12 M pour KOH.

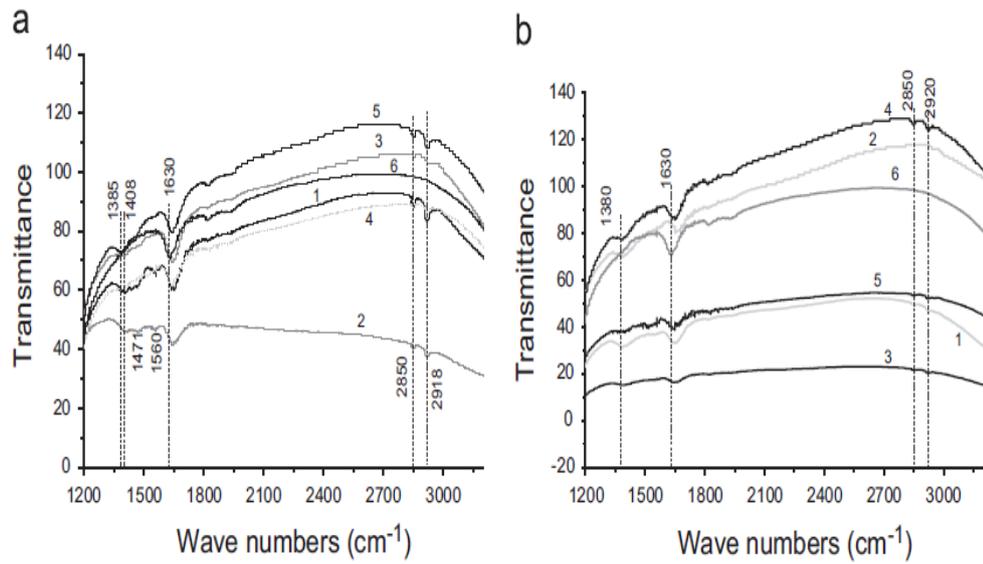


Figure III-3: Spectres IR des géopolymères Na-géopolymères (a), K-géopolymères (b) dans la région 1200-3200 cm^{-1} . (1) $[\text{MOH}] = 12 \text{ M}$; (2) $[\text{MOH}] = 10 \text{ M}$, (3) $[\text{MOH}] = 8 \text{ M}$; (4) $[\text{MOH}] = 6 \text{ M}$; (5) $[\text{MOH}] = 4 \text{ M}$; (6) KBip. (HOUNSI, 2014)

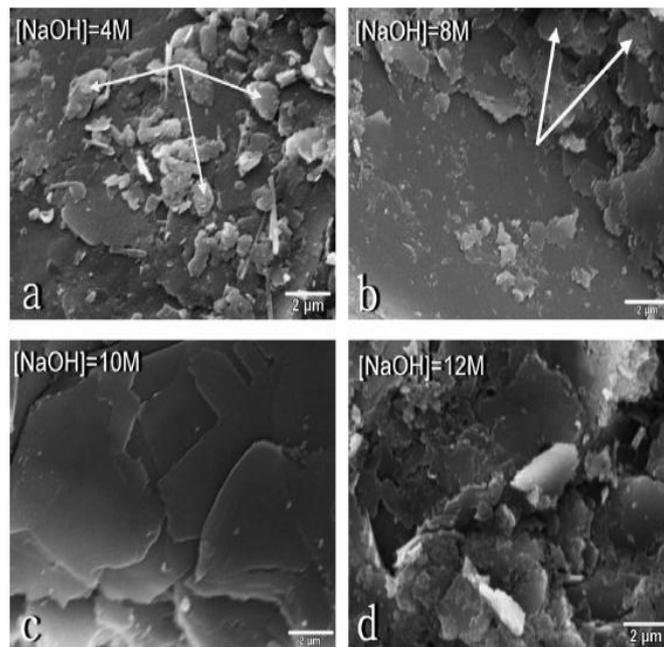


Figure III-4 : Micrographie MEB des géopolymères Na représentatifs : (a) $G^{\text{Na}}_{4\text{M}}$, (b) $G^{\text{Na}}_{8\text{M}}$, (c) $G^{\text{Na}}_{10\text{M}}$, et (d) $G^{\text{Na}}_{12\text{M}}$ (HOUNSI, 2014)

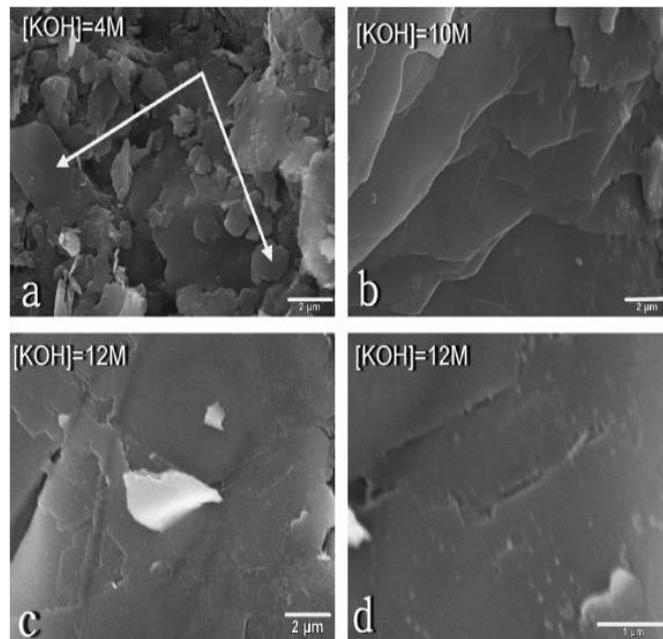


Figure III-5 : Micrographies MEB des géopolymères K représentatifs : (a) G^K_{4M} , (b) G^K_{8M} , (c) G^K_{10M} et (d) G^K_{12M} . (HOUNSI, 2014)

De plus, les caractérisations par DRX ont indiqué que les échantillons contenant 12 mol/L de solution de NaOH présentait une teneur amorphe plus élevée en produits géopolymères, ce qui est conforme à la force de compression mesurée, comme le montre la **Figure III-6** (HEAH C. Y., 2013)

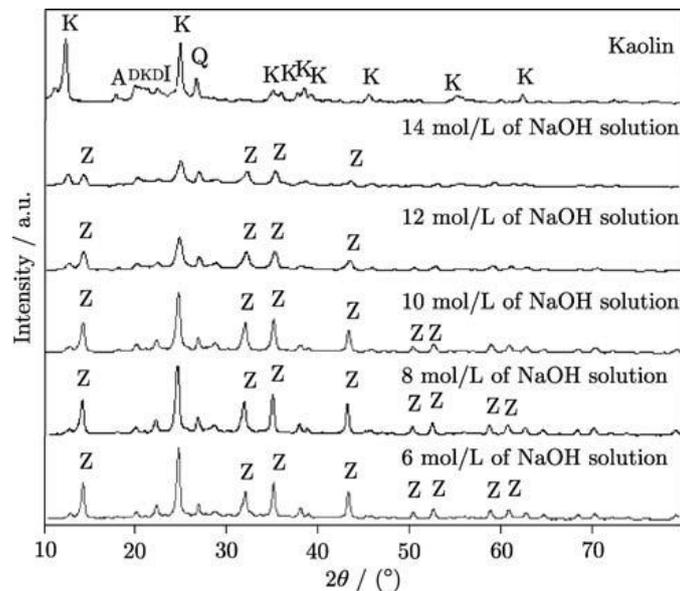


Figure III-6 : Les phases cristallographique obtenues par DRX de kaolin et de produits du géopolymère au jour 3 (K, kaolinite ; Q, quartz ; A, alunite ; D, dickite; I, illite; et Z, zéolite) (HEAH C. Y., 2013).

En supplément des information sur la concentration de la solution alcaline NaOH , la caractérisation par IR a donc mis en évidence des produits de kaolin et de géopolymère synthétisés, ont montré des changements dans la liaison chimique et la majeure partie du kaolin non réactivé ou encore conservée dans les géopolymères au troisième jour de durcissement. Les spectres de FTIR des géopolymères ont montré des bandes d'élongations à des nombres d'ondes similaires quelle que soit la concentration de NaOH mais avec des intensités différentes. La bande principale analysée dans le spectre FTIR des géopolymères était de l'ordre de 900 à 1300 cm^{-1} , ce qui correspond aux liaisons Si-O-T (HEAH C. Y., 2013).

Les spectres FTIR sont représentés sur la **Figure III-7**.

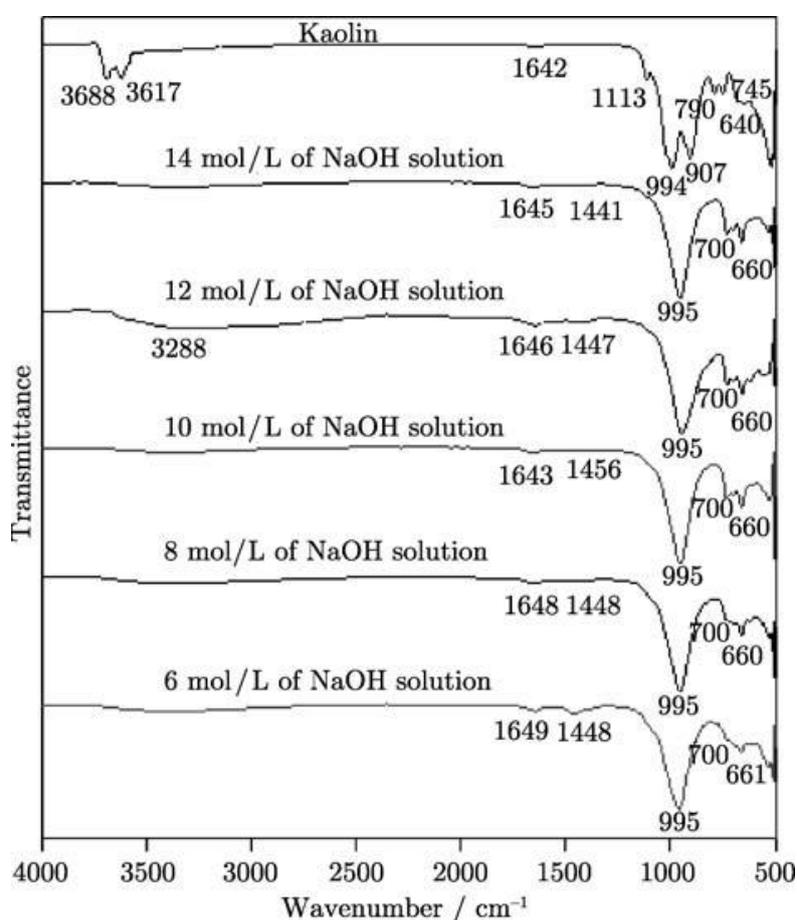


Figure III-7 : Spectres FTIR de géopolymères de kaolin et de kaolin à diverses solutions de NaOH au jour 3. (HEAH C. Y., 2013)

La **figure III-8** montre les changements morphologiques des pâtes de géopolymères pour diverses concentrations à 1 et 3 j de durcissement. L'activation du kaolin s'est produite à la surface des particules de kaolin, comme le montre la **figure III-8**. Des différences de microstructures ont pu être distinguées à diverses concentrations de NaOH. Cependant, il était

clair que les géopolymères de kaolin contenant 10 M de solution de NaOH présentait la formation la plus faible de gel de géopolymère (HEAH C. Y., 2013)

Lors du durcissement en 3 jours, les échantillons contenant une concentration de 12 M de solution de NaOH semblaient avoir plus de gel géopolymérique que les autres échantillons, ce qui contribue à la plus grande résistance à la compression au jour 3, qui est de 5,75 MPa.

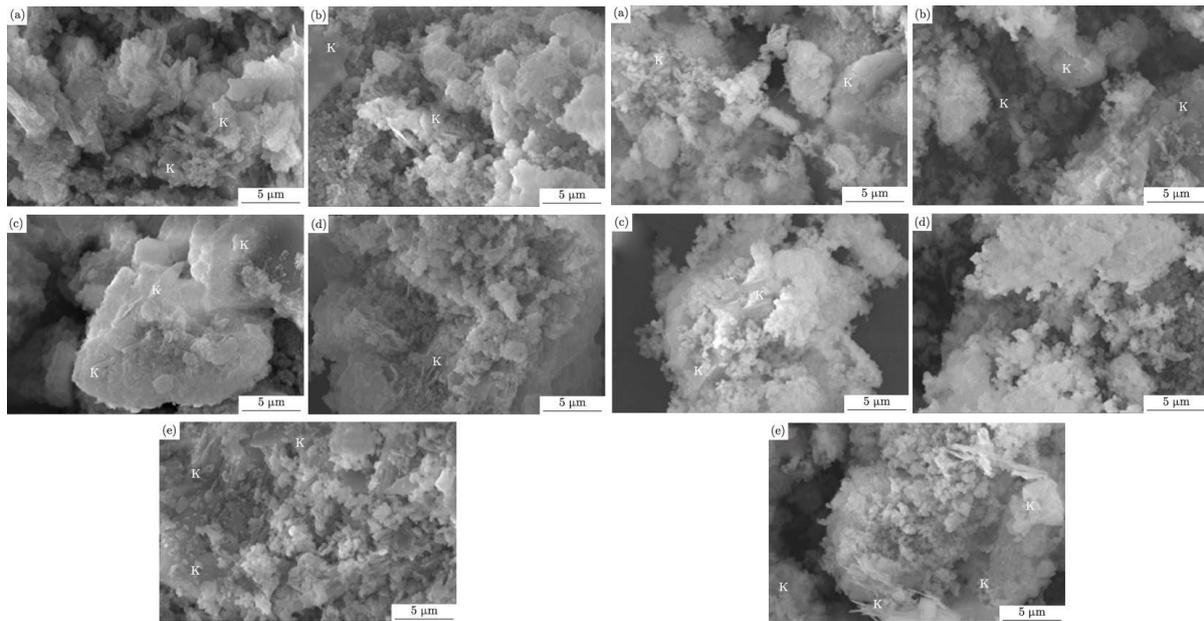


Figure III-8 : Micrographies MEB de géopolymères de kaolin utilisant des concentrations de NaOH de 6 M à 12 M (a), 8 mol / L (b), 10 mol / L (c), 12 mol / L (d) et 14 mol / L (e) à jour 1 et 3 jour respectivement de la cure (les sites K montrent des zones de kaolin n'ayant pas réagi). (HEAH C. Y., 2013)

En plus de ces différentes observations, la recherche menée par C.Y. Heah (2011), Confirme que la concentration de la solution alcaline doit être inférieure à 12 M pour une meilleure géopolymérisation ou elle est maintenue dans leur travail à 8M.

III.2 EFFET DE L'ACTIVATEUR ALCALIN

L'augmentation de la concentration en MOH (l'activateur alcalin) a conduit à une amélioration de la résistance à la compression dès le plus jeune âge, atteignant 32MPa. (HOUNSI, 2014). La teneur en Na_2O augmentait à mesure que la concentration de NaOH augmentait. Bien que la teneur en Na_2O ait pu améliorer la solubilité de la source d'aluminosilicate et la dissolution des matériaux de kaolin, cet excès de teneur en Na_2O dans le

système pourrait sérieusement affaiblir la structure formée mais aussi dégradé la résistance des géopolymères de kaolin (HEAH C. Y., 2013) . Les pics de kaolinite de tous les produits du géopolymère montrée par DRX en **Figure III-6** ont diminué en intensité avec l'augmentation de la concentration de NaOH. Cela signifiait que la capacité de dissolution était meilleure avec l'augmentation de la concentration de NaOH. (Heah.C.Y K. ,, 2013).

III.2.1 Effet du type de l'activateur alcalin

- **Activateur a base de KOH**

Pour les K-géopolymères, la force de compression augmente continuellement lorsque la concentration d'ions hydroxyde de potassium augmente jusqu'à 12 M. Une valeur de la force de compression maximale est de 32 MPa est atteinte à 12 M. Elle correspond à une amélioration de 88 % par rapport à celle de K-géopolymère préparé avec la concentration de 4 M **Figure III-1** (HOUNSI, 2014). Apparition d'un nouveau polytype de muscovite contenant des atomes de fer est détecté selon le diagramme de rayons X de l'échantillon K-géopolymères à 12 M **Figure III-2** (HOUNSI, 2014).

- **Activateur a base de NaOH**

L'étude menée par C.Y. Heah (2013)., sur l'influence de différentes concentrations de NaOH sur les géopolymères à base de kaolin a montré une résistance à la compression plus élevée (optimale) que les autres avec une solution de NaOH de 12 M en 3 jours de durcissement. Atteint une valeur de résistance à la compression de 5.7MPa **Figure III-9**. (HEAH C. Y., 2013)

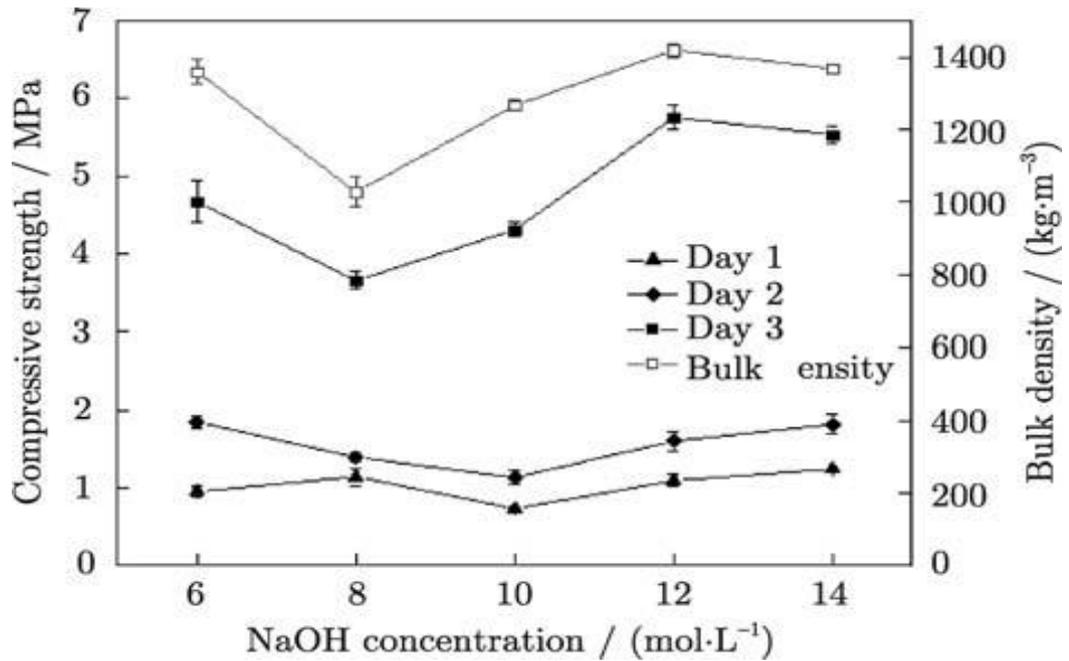


Figure III-9: Résistance à la compression des géopolymères de kaolin aux jours 1, 2 et 3 et densité apparente des géopolymères de kaolin au jour 3 avec diverses concentrations de NaOH. (HEAH C. Y., 2013)

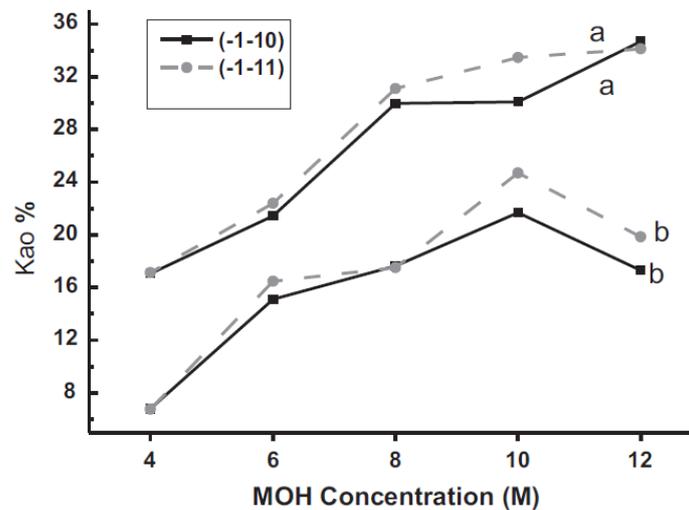


Figure III-10 : Quantité de phase dissoute dans les géopolymères par rapport à la concentration alcaline. (a) Géopolymères K (b) Géopolymères Na. (HOUNSI, 2014)

Pour toutes les concentrations, l'étendue de la dissolution est plus élevée dans les K-géopolymères que dans les Na-géopolymères. Cette tendance est en accord avec l'évolution de la force de compression **Figure III-10**. Les caractérisations structurales (DRX et IR) des géopolymères indiquent que l'activation basée sur les métaux alcalins Na et K entraîne la formation de gels aluminosilicates, similaires mais non identiques au produit de réaction

principal, et aussi à différentes phases cristallines comme produits secondaires Figures (III-2 et III-3) (HOUNSI, 2014) .

III.3 EFFET DE PARAMETRES DE CURE

La température et le temps de cure sont les principaux paramètres à étudier lors de la synthèse des géopolymères. La température a pour effet d'accélérer les cinétiques de réactions de géopolymérisation et sur la texture du matériau final. Ce pendant le durcissement à température ambiante, n'est pas favorisé en raison du retard remarqué pour le début de prise comme le montre la **Figure III-11**. D'après la **figure III-11c**, L'augmentation de la température a favorisé la dissolution des espèces réactives et le temps de séchage prolongé a amélioré le processus de géopolymérisation, mais au delà d'une température de 80°C, la résistance à la compression diminue car le durcissement prolongé à une température plus élevée entraîne une contraction du gel et provoquant une évaporation partielle de l'eau avec formation de microcavités qui conduisent à une défaillance de l'échantillon (Heah.C.Y , 2011). Cependant, le durcissement à une température de 60 °C semble être le meilleur pour les géopolymères obtenu à partir du kaolin car il a gagné un réglage initial plus rapide par rapport à 40 °C.

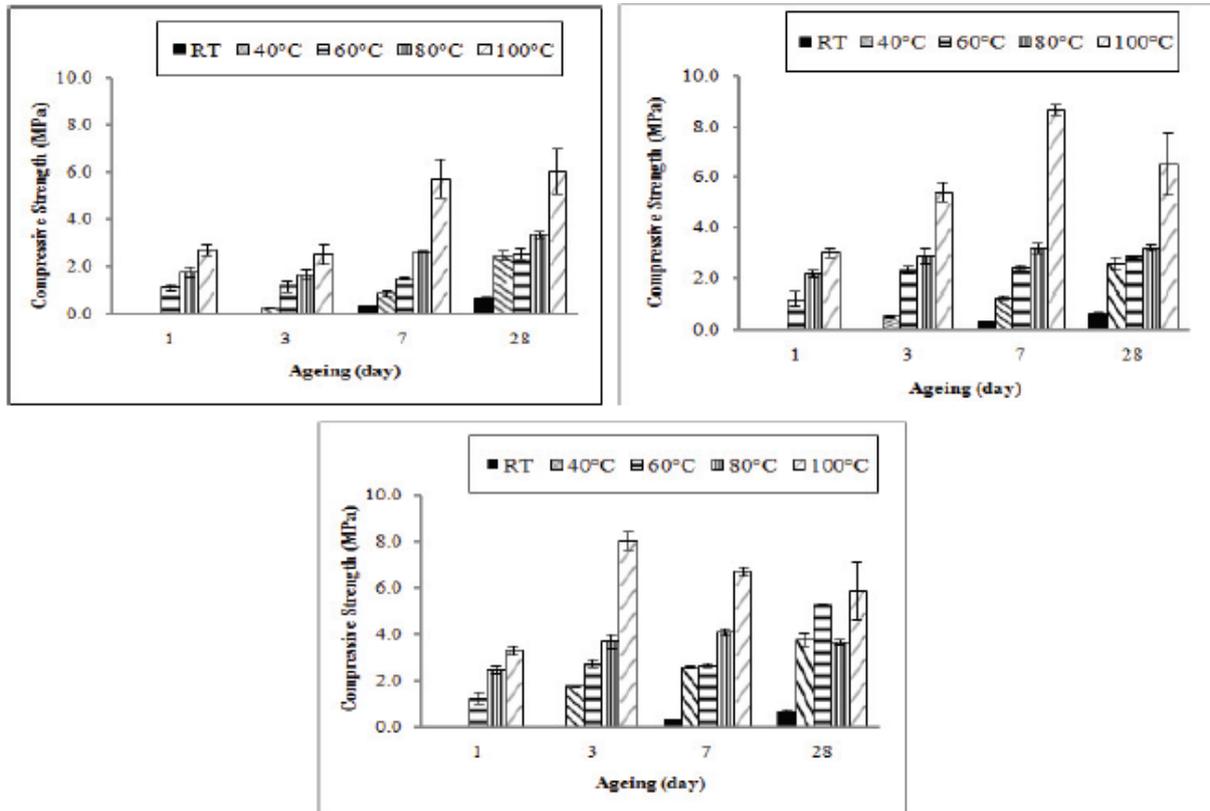


Figure III-11 : Résistance à la compression des géopolymères de kaolin durcis à différentes températures de durcissement pendant (a) 1 jour ; (b) 2 jours et (c) 3 jours. (HEAH C. Y., 2011)

III-4 Conclusion

D'après les résultats présentés dans ce chapitre, on déduit que le géopolymère synthétisé à partir de la solution d'hydroxyde de potassium est plus résistant et plus performant, car sa résistance à la compression maximale atteinte est de 32MPa en 3 jours de durcissement et à une concentration de 12M en KOH. Cependant les géopolymères obtenus à partir de la solution de NaOH, la valeur optimale de la résistance a la compression est de 25MPa a une concentration de 10M de NaOH après 3jours de cure. Tous ces paramètres ont un impact important sur la structure, la densité et la compacité du matériau aluminosilicate.

CONCLUSION

GENERALE

Conclusion générale

Les géopolymères apparaissent comme une alternative potentielle aux liants hydrauliques classiques, vu les propriétés si intéressantes qu'ils présentent ; leur forte résistance mécanique, leur résistance au feu et aux acides, leur solidification rapide à la température élevée ou peu élevée, leur faible perméabilité, favorisant leur utilisation pour l'immobilisation des métaux toxiques. Ils sont utilisés dans plusieurs domaines tels que la construction et la protection de l'environnement.

Dans ce travail, nous nous sommes intéressés à suivre l'étude de l'effet des paramètres de synthèse sur les propriétés finales du géopolymère. Une étude comparative théorique a été réalisée sur trois recherches qui portent sur la synthèse de géopolymère à partir du kaolin utilisé comme source d'alumine et de silice. Les paramètres suivis sont la concentration de la solution alcaline, le type de l'activateur alcalin (sodium ou potassium), les paramètres de cure essentiellement la température et le temps de cure.

Les résultats théoriques ont montré que :

- ✓ les géopolymères obtenus sont affectés par la concentration de NaOH, la teneur en eau et les régimes de durcissement.
 - La concentration de NaOH et KOH a un effet significatif sur la résistance à la compression des géopolymères obtenus. La résistance mécanique maximale a été enregistrée pour une concentration de 10M dans le cas des géopolymères obtenus à partir d'une solution d'activation à base du sodium Na et à une concentration de 12M pour les géopolymères à base de potassium K, les résistances à la compression sont d'ordre de 25MPa et 32MPa respectivement.
 - La résistance optimale a été enregistrée pour une activation à base du potassium ce qui implique que ce dernier favorise la géopolymérisation du kaolin par rapport au sodium.
 - Les échantillons contenant une concentration de 12 M de solution de NaOH semblaient avoir plus de gel géopolymérique que les autres échantillons, ce qui contribue à la plus grande résistance à la compression au jour 3, qui est de 5,75 MPa.
- ✓ Les spectres FTIR ont montré la persistance de quelques pics observés avec le kaolin brut et qui sont attribués aux particules n'ayant pas réagi.

- ✓ Les analyses par le MEB ont montré que les paramètres de cure tels que le temps et la température influencent sur la microstructure du géopolymère. Les paramètres optimums pour avoir un matériau aluminosilicate adéquat et dense, sont pour une température de cure 60°C pendant 3 jours de durcissement.

Perspectives

- Il est souhaitable d'étudier la synthèse des géopolymères obtenus à partir d'autres matières premières et l'optimisation des paramètres de synthèse expérimentalement.
- Il serait intéressant de modéliser les processus de géopolymérisation afin d'obtenir un outil de prédiction pour d'autres mélanges et d'optimiser la formulation en ce qui concerne les propriétés finales.
- L'utilisation des géopolymères dans le domaine de la protection de l'environnement présente un axe de recherche très intéressant.

Bibliographie

AITOUAKLI.Nabila. (2010). Modélisation et élaboration des matériaux hybrides de kaolin et de polymères. Application aux céramiques réfractaires. *Memoire de majister* . Universite be Bejaia.

AURELIE, F. (2013). Mécanisme de prise et rhéologie de liants. *Thèse de Doctorat* . Université Paris-Est.

BALAGUAR.Pascual, A. (2014). Elaboration de nouveaux liants minéraux pour la formulation de bétons écologiques et durables. *Mémoire de Maitrise* . Universite de SHERBROOKE.

BOUGUERMOUH, K. (2017). Elaboration et caractérisation de géopolymères à base de rejets silicieux issus du traitement du kaolin de TAMAZERT(Algerie). *Thèse de Doctorat* . Université de BEJAIA.

BOURLON, A. (2010). Physico-chimie et rhéologi de géopolymère frais pour la cimentation des puits pétroliers. *Thèse de Doctorat* . Université de PIERRE ET MARIE CURIE.

BOUZIDI, N. (2012). Influence des impuretés des kaolins sur les propriétés des produits de cuisson . *Thèse de Doctorat* . Université de Bejaia.

CHAABANE, L. (2019). Caractérisation de la mobilisation potentielle des polluants inorganiques dans les matrices cimentaires. *Thèse de Doctorat* . Université de BEJAIA.

CHAABANE, L. (2014). Méthodologie d'évaluation environnementale des déchets ultimes stabilisés/solidifiés par des liants hydrauliques. *Memoire Magister* . Universite Bejaia.

CHARLES N., C. S. (2018). *Kaolin et argiles kaoliniques - Mémento*. France: Centre scientifique et technique .Direction des Géorressources.

CHOUFA, M. (2016). Comportement du kaolin à l'enrichissement par flottation. *Thèse de Doctorat* . Université Badj Mokhtar Annaba.

CHUPIN, F. (2015). Caractérisation de l'effet des irradiations sur les géopolymères. *Thèse de Doctorat* . Université Marie et Curie.

DAVIDOVITS, J. (2014). Consulté le Juin 12, 2020, sur Techniques de l'ingenieur: <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/materiaux-th11/surfaces-et-structures-fonctionnelles-42534210/chimie-des-geopolymeres-introduction-n3300/>

DJILALI, B. (2016). Elaboration et caractérisation d'une céramique diélectrique à base de palydorskite. *Mémoire de Master* . Université M'Hamed Bouggara Boumerdes.

- FEKHAR, N. (2017).** Etude spectrométrique de la matière argileuse de la région de Hammam Boughrara. *Mémoire de Master* . Université Abou Bekr Belkaid Telemcen.
- FUNMILAYO, I., Adeniyi, M., & B, O. (2020).** Synthesis of geopolymer binders and mortars from Ijero-Ekiti calcined clay, blast furnace slag and river sand. *Earthline Journal of Chemical Sciences* , Volume 4 (numéro 1), 15-34.
- HEAH, C. Y. (2011).** Effect of curing profile on kaolin-based geopolymers. International Conference on Physics Science and Technology (ICPST 2011).
- HEAH, C. Y. (2013).** Kaolin-based geopolymers with various NaOH concentrations. International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials, Metallurgy and Materials Volume 20, Number 3, March 2013, Page 313. DOI: 10.1007/s12613-013-0729-0.
- HERNOT, F. (2006).** L'argile, son utilisation à l'officine. *Thèse docteur en Pharmacie* . Université Angers.
- HOUNSI, A. L.-N. (2014).** How does Na, K alkali metal concentration change the early age structural characteristic of kaolin-based geopolymers. *Ceramics International* 40,8953-8962.
- KAFI, N. (2013).** Traitement des eaux usées de Touggourt par l'argile de Bildet Omar. *Mémoire de Master*. Université KASDI MERBAH Ourgala.
- KENGNE, E. (2013).** Effets de l'ajout de la bauxite et de la coquille d'huître sur les propriétés de ciments géopolymères à base de métakaolin. *Mémoire de Maitrise* . Université de YAOUNDE I.
- MICHOT, A. (2008).** Caractéristiques thermo physiques de matériaux à base d'argile évolution avec des traitements thermiques jusqu'à 1400°C. *Thèse de Doctorat* . ENSCI LIMOGES.
- OUFFA, N. (2019).** Solubilité de différents minéraux aluminosilicatés en vue de leur contribution à la géopolymérisation dans les remblais miniers en pâte. *Mémoire de Maitrise* . Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue.
- PETLITCKAIA, S. (2018).** Synthèse de mousses géopolymères à porosité contrôlée: Application à la décontamination nucléaire. *Thèse de Doctorat* . Université de MONTPELLIER.
- POUHET, R. (2015.).** Formulation and durability of metakaolin-based geopolymers. *Thèse de Doctorat*. Université de TOULOUSE.
- REBEHI, B. (2013).** Evaluation des propriétés réfractaires et cimentaires du kaolin de Djabel Debbagh . *Thèse de Doctorat* . Université M'Hamed Bougara Boumerdes.
- SOUALI, K. .. (2015).** Etudes des propriétés des géopolymères élaborés à partir des kaolins de TAMAZERT . *Mémoire de Master*. Université Bejaia.

STEINS, P. (2014). Influence des paramètres de formulation sur la texturation et la structuration des géopolymères. *Thèse de Doctorat*. Université de LIMOGES.

TCHADJIE NOUMBISSIE, L. (2012). Consulté le Juin 13, 2020, sur memoire en ligne: <https://www.memoireonline.com/01/13/6748/Comportement-thermique-des-geopolymeres-obtenus--partir-dune-argile-kaolinite.html>

TCHAKOUTE KOUAMO, H. (2013). Elaboration et caractérisation de ciments géopolymères à base de scories volcaniques. *Thèse Doctorat* . Université de YAOUNDE I.

Résumé :

L'industrie du ciment fait face à un sérieux problème dû aux émissions du CO₂. Pour minimiser cet impact négatif sur l'environnement, une nouvelle classe de matériaux connue sous le nom géopolymère est apparue. Ces matériaux sont obtenus par activation alcaline d'une source d'aluminosilicate.

Dans cette étude nous avons donné dans un premier temps quelques notions de base sur les matériaux géopolymères, leurs propriétés, les paramètres influant ces caractéristiques tels que la concentration de la solution alcaline, le type de l'activateur alcalin (sodium ou potassium), les paramètres de cure essentiellement la température et le temps de cure.

Dans un second temps nous avons effectué une étude comparative sur trois recherches menées sur des matériaux géopolymères obtenus à partir du kaolin et sous différentes conditions qui s'agissent de la variation : de la concentration alcaline, du temps et de la température de cure.

Les analyses MEB, DRX et FTIR ont révélé que la variation de la concentration initiale utilisée pour l'activation de la solution et le type de l'activateur influe sur les propriétés de la matrice géopolymère. Ainsi, la résistance mécanique optimale du géopolymère à base de NaOH et KOH est obtenue pour une concentration de 10M et 12M respectivement.

Les résultats obtenus ont montré que les conditions optimales pour l'élaboration d'un géopolymère sont : une température élevée mais inférieure à 100°C (60°C à 80°C) , un temps du durcissement optimal est de 3 jours et des concentrations alcalines optimales de 10M et 12M pour NaOH et KOH respectivement.

Mots clés : géopolymère, kaolin, matériaux aluminosilicaté, activation alcaline, propriétés mécaniques.

Abstract :

The cement industry is facing a serious problem due to CO₂ emissions. To minimize this negative impact on the environment, a new class of materials known as geopolymer has emerged. These materials are obtained by alkaline activation of a source of aluminosilicate.

In this study we first gave some basic notions about geopolymer materials, their properties, the parameters influencing these characteristics such as the concentration of the alkaline solution, the type of alkaline activator (sodium or potassium), the cure parameters essentially the temperature and the cure time.

In a second phase, we carried out a comparative study on three researches conducted on geopolymer materials obtained from kaolin and under different conditions that are related to variation: alkaline concentration, time and cure temperature.

The SEM, DRX and FTIR analyses revealed that the variation in the initial concentration used to activate the solution and the type of activator affects the properties of the geopolymer matrix. Thus, the optimum mechanical resistance of the NaOH and KOH-based geopolymer is obtained at a concentration of 10M and 12M respectively.

The results obtained showed that the optimal conditions for the development of a geopolymer are: a high temperature but less than 100°C (60°C to 80°C) , an optimal curing time is 3 days and optimal alkaline concentrations of 10M and 12M for NaOH and KOH respectively.

Keywords: geopolymer, kaolin, aluminosilicate materials, alkaline activation, mechanical properties.