

République algérienne démocratique et populaire  
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي  
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique  
جامعة عين تموشنت بلحاج بوشعيب  
Université-Ain-Temouchent Belhadj Bouchaib  
Faculté des Sciences et de la Technologie  
Département de Génie mécanique



Projet de Fin d'études  
Pour l'obtention du diplôme de Master  
Domaine : SCIENCES ET TECHNOLOGIE  
Filière : Génie des procédés  
Spécialité : Génie des procédés des matériaux

**Thème :**

**Elaboration d'un Géopolymère à partir d'un matériau naturel**

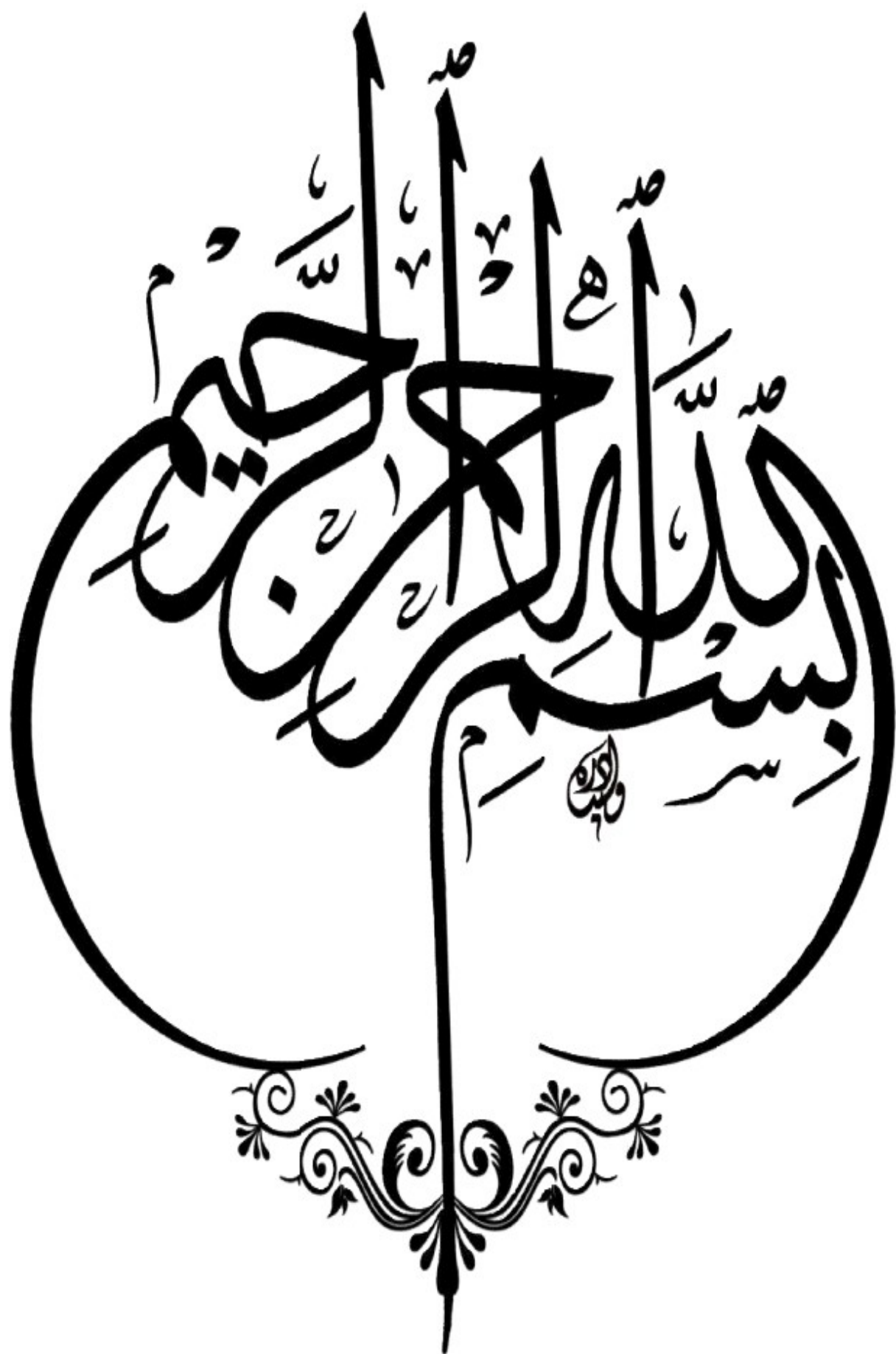
**Présenté Par :**

- 1) Melle Benchama Khadidja.
- 2) Melle Benameur Noor EL Imane.

**Devant le jury composé de :**

- |                     |            |              |
|---------------------|------------|--------------|
| 1) BACHIR Cherifa   | Professeur | Présidente   |
| 2) BELKHADEM Fatima | Docteur    | Examinatrice |
| 3) MERABTENE Meriem | Docteur    | Encadreur    |

**Année Universitaire : 2022/2023**



## Remerciement

- Tout d'abord, nous remercions Dieu le tout puissant de m'avoir donné la santé, la force et la volonté d'entamer et de terminer ce mémoire.
- Nous adressons nos sincères remerciements et notre grand respect à nos familles pour leurs encouragements tout au long de notre étude et leurs prières pour notre succès et notre réussite.
- Nous remercions notre encadreur **Dr MERABTENE Meriem** pour la qualité de son encadrement exceptionnel, pour sa patience et sa disponibilité durant notre préparation de ce travail.
- Nous remercions également tous les membres de jury pour l'honneur qu'ils me font en acceptant de juger ce travail. Leurs commentaires, leurs critiques et leurs questions sont autant d'encouragements à poursuivre ce travail.
- Merci pour votre amitié précieuse aux étudiants du génie des procédés des matériaux et toute la promotion 2022/2023.
- Enfin, nos profonds remerciements vont également à toutes personnes qui m'ont aidés et soutenus de près ou de loin.

## Résumé

L'objectif de notre étude est d'élaborer des liants géopolymères qui ont des propriétés physiques exceptionnelles et un impact positif sur l'environnement par rapport au ciment conventionnel.

Dans ce travail, le métakaolin est utilisé comme matière première, où ce dernier est obtenu par la calcination du kaolin de DjbelTamazert à 800°C. Le procédé de synthèse consiste à faire dissoudre la poudre de métakaolin dans une solution alcaline (KOH) +  $Al_2O_3$  pour l'obtention des géopolymères qui sont des matériaux amorphes ou semi-cristallins.

La diffractométrie des rayons X, la technique de BET, l'infrarouge et les essais mécaniques sont des techniques utilisés pour la caractérisation de ces géopolymères et pour confirmer aussi l'excellence de ces matériaux.

**Mots clés :** Sciences de l'environnement, Géochimie, Géopolymère, Solution alcaline, kaolin.

## **Abstract**

The objective of our study is to develop geopolymer binders with exceptional physical properties and a positive impact on the environment compared to conventional cement.

In this work, metakaolin is used as a raw material, where the latter is obtained by the calcination of kaolin from Djbel Tamazert at 800°C. The synthesis of process consists of dissolving metakaolin powder in an alkaline solution (KOH) + Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> to obtain geopolymers which are amorphous or semi-crystalline materials.

X-ray diffractometry, the BET technique, thermal analyses, scanning electron microscopy, infrared and mechanical tests are techniques used for the characterization of these geopolymers and also to confirm the excellence of these materials.

**Keywords :** Environmental, sciences, geochemistry, geopolymer, alkaline, solution, kaolin.

## ملخص

الهدف من دراستنا هو تطوير مجلدات جيوبوليمر ذات خصائص فيزيائية استثنائية وتأثير إيجابي على البيئة مقارنة بالأسمنت التقليدي.

في هذا العمل، يتم استخدام الميتاكاولين كمادة خام، حيث يتم الحصول على الأخيرة عن طريق استخراج الكاولين من جبل تامازيرت عند 800 درجة مئوية. يتكون تركيب العملية من إذابة مسحوق الميتاكاولين في محلول قلوي (هيدروكسيد الصوديوم) + أكسيد الألمنيوم.

قياس حيود الأشعة السينية، التحليلات الحرارية، الفحص المجهر الإلكتروني، الأشعة تحت الحمراء و الاختبارات الميكانيكية هي تقنيات مستخدمة لتوصيف هذه الجيوبوليمرات و أيضا لتأكيد تميز هذه المواد.

**الكلمات المفتاحية:** البيئة، العلوم، الجيوكيميا، الجيوبوليمر، القلوية، المحلول، الكاولين.

# Sommaire

<b>Introduction générale.....</b>	<b>1</b>
-----------------------------------	----------

## Partie Théorique

### Chapitre I : Généralités sur le ciment

1. Historique.....	2
2. Définition.....	2
3. Les cimenteries trouvées en Algérie.....	3
4. Principaux constituants de ciment.....	5
4.1. Matières premières principales.....	5
4.1.1. Le calcaire.....	5
4.1.2. L'argile.....	6
4.1.3. Autres éléments argileux calcaires.....	6
4.2. Les matières secondaires (les ajouts).....	6
4.2.1. Le laitier.....	7
4.2.2. Le gypse.....	7
4.2.3. Fumée de silice.....	8
4.2.4. Les fillers.....	8
4.2.5. Cendres volantes.....	9
4.2.6. La pouzzolane.....	9
4.3. Les matières de correction.....	10
4.3.1. Le minerai de fer.....	10

4.3.2. Le sable.....	10
4.3.3. La bauxite.....	11
5. Chaîne de fabrication de ciment.....	11
5.1. Extraction.....	11
5.2. Concassage.....	12
5.3. Pré homogénéisation.....	13
5.4. Broyage du cru.....	13
5.5. Atelier de cuisson.....	14
a. Préchauffeur.....	14
b. Four rotatif.....	15
c. Refroidisseur.....	15
5.6. Stockage du clinker.....	16
5.7. Broyage du clinker.....	16
5.8. Stockage, ensachage et expédition.....	17
6. Contrôle qualité des produits.....	18
7. Les types des ciments.....	19
8. Principales propriétés de ciment.....	19
8.1. Propriétés physiques.....	20
8.2. Propriétés mécaniques.....	21
9. Domaines d'utilisation des ciments.....	22
<b>Chapitre II : Généralités sur les géopolymères</b>	
1. Historique.....	26
2. Définition.....	27



3. Différents types.....	27
4. Chimie des géopolymères.....	28
5. Elaboration des géopolymères.....	30
5.1. Matériaux aluminosilicates.....	30
5.2. Solutions activatrices.....	32
6. Mécanisme de formation.....	32
7. Structure des géopolymères.....	34
8. Les propriétés des géopolymères.....	35
9. Facteurs influant sur les propriétés.....	36
9.1. Effet de la température de vieillissement.....	36
9.2. Effet des rapports Si/Al et SiO <sub>2</sub> /Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	37
10. Comparaisons entre ciments portlands et liants géopolymères.....	37
11. Utilisation des géopolymères.....	38

## **Partie Pratique**

### **Chapitre III : Matériaux et méthodes**

1. Matériaux utilisés.....	42
1.1. Matériau argileux.....	42
1.1.1. Kaolin.....	42
1.1.2. Solution alcaline.....	43
2. Préparation des matières premières.....	43
2.1. Préparation du métakaolin.....	43
2.2. Préparation de la solution alcaline.....	45
3. Mode opératoire.....	46

4. Techniques de caractérisation.....	48
4.1. Granulométrie laser.....	48
4.2. Surface spécifique par la méthode de BET.....	48
4.3. Diffractométrie des rayons X.....	49
4.4. Spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier.....	49
4.5. Microscopie électronique à balayage.....	50
4.6. Analyses thermiques.....	51
4.6.1. Analyse thermique différentielle (ATD).....	51
4.6.2. Analyse thermique gravimétrique (ATG).....	51
4.7. Essai de prise.....	52
4.8. Essais mécaniques.....	53

#### **Chapitre IV : Résultats et discussions**

1. Caractérisation du kaolin.....	55
1.1. Analyses chimiques.....	55
1.2. Analyse granulométrique et surface spécifique.....	56
1.3. Analyse minéralogique par diffractométrie des rayons X.....	57
1.4. Analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier.....	59
2. Caractérisation des liants géopolymères à base de métakaolin.....	60
2.1. Analyse chimique.....	60
2.2. Diffractométrie des rayons X du GMK.....	61
2.3. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier du GMK.....	62
2.4. Résistance à la compression de la pâte géopolymère élaborée (GMK)...	64
Conclusion générale.....	66

## Liste des figures

Figure I.1 : Le ciment, un liant hydraulique.....	3
Figure I.2 : Localisation des cimenteries d'Algérie.....	3
Figure I.3 : Taux de contribution ventes ciments à l'échelle groupe GICA Année 2012.....	5
Figure I.4 : Roche calcaire.....	5
Figure I.5 : Roche argile.....	6
Figure I.6 : Echantillon de laitier granulé.....	7
Figure I.7 : Le gypse.....	7
Figure I.8 : Fumée de silice.....	8
Figure I.9 : Fillers calcaires.....	8
Figure I.10 : Cendres volantes.....	9
Figure I.11 : La pouzzolane.....	9
Figure I.12 : Minerai de fer.....	10
Figure I.13 : Le sable.....	10
Figure I.14 : La bauxite.....	11
Figure I.15 : Carrière d'extraction d'argile et de calcaire.....	12
Figure I.16 : Concassage des matières premières au niveau de la carrière.....	12
Figure I.17 : Hall de pré-homogénéisation.....	13
Figure I.18 : Broyeur cru.....	14
Figure I.19 : Préchauffeur.....	14
Figure I.20 : Four rotatif.....	15
Figure I.21 : Refroidisseur à grille.....	16
Figure I.22 : Bulle de stockage du clinker.....	16
Figure I.23 : Broyeur ciment.....	17

Figure I.24 : Stockage et expédition.....	17
Figure I.25 : Des appareils pour le contrôle qualité des produits.....	18
Figure II.1 : Buildings made with alkali-activated binders based on slag.....	27
Figure II.2 : Structure de base du réseau sialate (tétraèdres SiO <sub>4</sub> et AlO <sub>4</sub> ).....	28
Figure II.3 : Structure des poly (sialates).....	29
Figure II.4 : Structure de base tridimensionnelle de la notation Q <sup>n</sup> (mAl).....	30
Figure II.5 : Assemblage inorganique dans les géopolymères.....	33
Figure II.6 : Processus de la géopolymérisation.....	34
Figure II.7 : Structure proposée pour le géopolymère K-Poly (sialate-siloxo).....	35
Figure III.1 : Le kaolin.....	43
Figure III.2 : Etuve de type Wiseven utilisée pour le séchage des matières premières.....	44
Figure III.3 : Le métakaolin.....	44
Figure III.4 : Four électrique.....	45
Figure III.5 : Une étuve.....	45
Figure III.6 : La poudre de métakaolin+la solution alcaline.....	46
Figure III.7 : La pâte homogène de mélange.....	47
Figure III.8 : Les moules.....	47
Figure III.9 : Les échantillons des géopolymères.....	47
Figure III.10 : L'appareil de Vicat.....	52
Figure IV.1 : Distribution granulométrique du kaolin (K) déterminée par la technique de Granulométrie Laser.....	56
Figure IV.2 : Diffractogramme des rayons X du kaolin (K) et du métakaolin (MK).....	58
Figure IV.3 : Spectre infrarouge du kaolin et métakaolin.....	59
Figure IV.4 : Diffractogramme des rayons X du Géopolymère à base de Métakaolin(GMK) à 0, 14, 28 et 90 jours de durcissement.....	62
Figure IV.5 : Spectres Infrarouge (FTIR) du GMK durci à 28 jours et de ses matières premières (Kaolin et Métakaolin).....	63
Figure IV.6 : Comparaison de la Résistance à la compression du GMK et du CEM I 42,5...	65

## Liste des Tableaux

Tableau I.1 : Les différents types de ciment.....	19
Tableau I.2 : Domaines d'utilisation des ciments.....	22
Tableau II.1 : Classification des poly (sialates) et leurs utilisations.....	39
Tableau IV.1 : Composition chimique par fluorescence X du kaolin utilisé.....	55
Tableau IV.2 : Surface spécifique du kaolin et métakaolin.....	57
Tableau IV.3 : Formules chimiques et références de cartes ICDD des différentes phases minéralogiques.....	58
Tableau IV.4 : Composition chimique, déterminée par Fluorescence X, du géopolymère obtenu (GMK).....	60
Tableau IV.5 : Principaux rapports molaires et massiques des oxydes du Géopolymère Liant synthétisé.....	63

# Introduction Générale

Les enjeux climatiques liés à la production du ciment portland sont énormes. En effet la production d'une tonne de ciment portland émet environ 1 tonne de CO<sub>2</sub> dans l'atmosphère. L'industrie du ciment contribue ainsi pour 5-8% d'émission mondiale de CO<sub>2</sub> et rejet des gaz tels que NOX et SOX responsables de l'effet de serre et de pluies acides. Ceci a un sérieux impact sur l'environnement. Afin de pallier ces problèmes environnementaux de nouveaux liants ont été développés, parmi lesquels les ciments géopolymères. [1]

Le ciment géopolymère est un liant obtenu par activation de matières premières : les aluminosilicates « kaolin, métakaolin, laitier, cendres volantes... » associés à des solutions alcalines « NaOH, KOH, silicate de sodium, silicate de potassium... » créent un véritable liant performant et durable. Des travaux de recherches antérieurs ont montré que les liants géopolymères ont des propriétés mécaniques égales ou supérieures aux liants de ciment portland traditionnels, une bonne résistance aux hautes températures et aux produits chimiques. Cependant, l'attribut d'état Les propriétés physiques telles que l'ouvrabilité et le temps de prise n'ont pas été largement étudiés. [2]

L'Algérie est parmi les pays qui disposent de nombreux gisements d'argiles comme celle provenant de la wilaya de Jijel, Daïra d'El Milia et précisément de la région de Tamazert. L'utilisation de ce type de kaolin dans les applications industrielles est importante à cause de leurs propriétés physicochimiques spécifiques. [3]

Ce travail s'inscrit dans le cadre d'élaboration des géopolymères à partir de kaolin de DjbelTamazert. Notre mémoire se compose de deux grandes parties :

La première partie est dédiée à l'étude bibliographique, elle se divise en deux chapitres :

- Le premier est consacré à des généralités sur le ciment, ses principaux constituants ainsi que sa chaîne de fabrication.
- La deuxième comporte des généralités sur les géopolymères, les matières premières nécessaires à leurs formulations, leurs structures et les différents domaines d'utilisation.

La deuxième partie est consacrée aux études expérimentales et aux analyses des résultats, elle est structurée comme suit :

- Une description détaillée de toutes les techniques, les matériaux et les méthodes utilisées.
- Le quatrième chapitre présente les résultats obtenus et leurs discussions.

# **Chapitre I**

## **Généralités sur le ciment**

## 1. Historique :

Il y a plus de 2000 ans, les Romains et les Grecs savaient déjà fabriquer du liant hydraulique en faisant réagir de la "chaux éteinte"  $[\text{Ca}(\text{OH})_2]$  et des cendres volcaniques. L'histoire du ciment moderne a commencé en 1756 par John Smeaton qui a pu clarifier l'influence de l'argile sur les caractères hydrauliques du calcaire après calcination. En 1796, James Parker découvre le ciment prompt qu'il baptise commercialement « Ciment Romain ». [4]

En 1817, le Français Louis Vicat, étudiant scientifiquement et non plus Empiriquement, comme ses prédécesseurs, les chaux hydrauliques, découvre les principes chimiques des ciments et définit leurs règles de fabrication. Aussi en est-il considéré comme l'inventeur du ciment moderne, mais il publie ses travaux sans prendre de brevets. [5]

C'est l'Anglais Joseph Aspdin qui fait breveter en 1824 le ciment "Portland", obtenu à partir d'un procédé de calcination combinant la cuisson de calcaire et d'argile dans des fours alimentés au charbon. La dénomination "Portland", due simplement à la similarité de couleur et de dureté avec la pierre de Portland (Sud de l'Angleterre), est à l'heure actuelle toujours employée dans l'industrie. [6]

## 2. Définition :

Le ciment est un liant hydraulique, c'est-à-dire un matériau finement moulu qui, gâché avec de l'eau, forme une pâte qui fait prise par suite de réactions et processus d'hydratation et qui après durcissement, conserve sa résistance et sa stabilité même sous l'eau.

Dans le langage courant, le terme de ciment peut être source de confusion lorsqu'il est utilisé pour désigner à la fois la poudre de ciment, la pâte de ciment et le produit obtenu après Durcissement. [7]

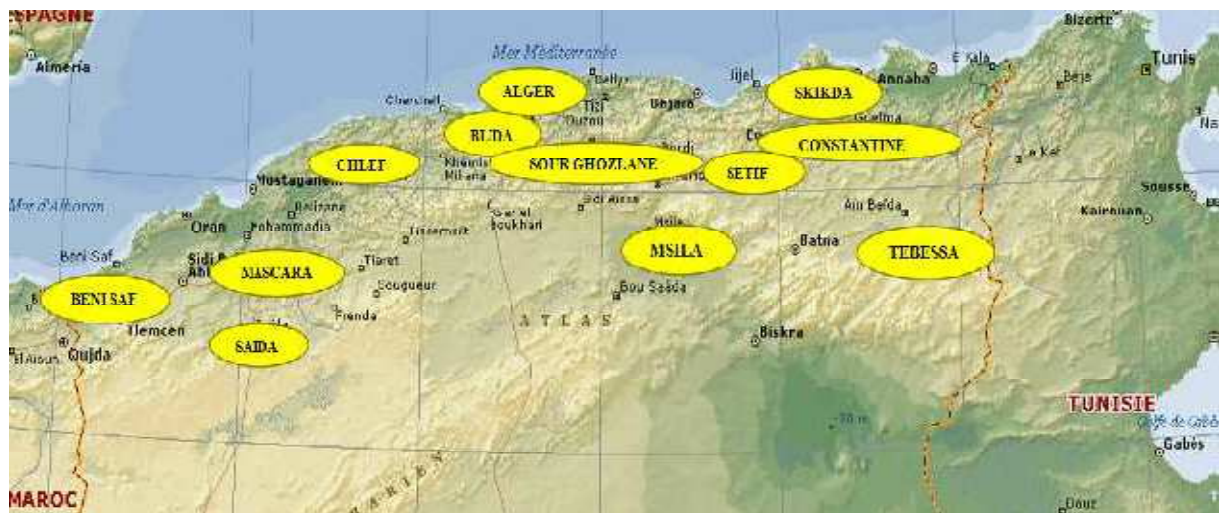




**Figure I.1** : le ciment, un liant hydraulique. [8]

### 3. Les cimenteries en Algérie :

Le Groupe Industriel des Ciments d'Algérie "Groupe GICA" a été créé en date du 26 novembre 2009. Il est composé de (23) filiales spécialisées, dont (14) cimenteries, (3) sociétés de Granulats et BPE, une (01) société de distribution, deux (02) sociétés de maintenance industrielle, un (01) centre d'assistance technique, un (01) centre de formation et perfectionnement, et une (01) société de gardiennage. [9]



**Figure I.2** : Localisation des cimenteries d'Algérie.

### **07 Cimenteries dont le Capital social est détenu à 100 % :**

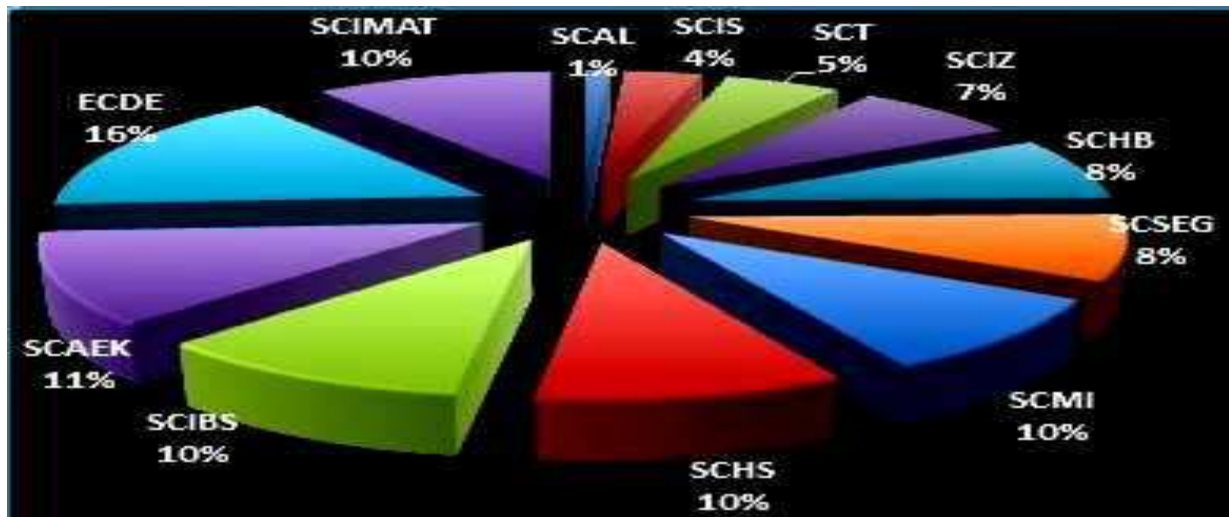
- Société des Ciments d'Ain El Kebira (SCAEK).
- Société des Ciments d'Ain Touta (SCIMAT).
- Société des Ciments de Hama Bouziane (SCHB).
- Société des Ciments de Tébessa (SCT).
- Société des Ciments de l'Algérois (SCAL).
- des Ciments de Saida (SCIS).
- Entreprise des Ciments de Chlef (ECDE).

### **05 Cimenteries dont le Capital Social est détenu à 65% :**

- Société des Ciments de Béni Saf (SCIBS), dont le capital social a été ouvert à hauteur de 35% au profit du Groupe Pharaon (Arabie Saoudite).
- Société des Ciments de Zahana (SCIZ), dont le capital social a été ouvert à hauteur de 35% au profit de la société ASEC (Egypte).
- Société des Ciments de Sour El Ghozlane (SCSEG), dont le capital social a été Ouvert à hauteur de 35% au profit de la société BUZZI UNICEM (Italie).
- Société des Ciments de HadjarSoud (SCHS), dont le capital social a été ouvert à hauteur de 35% au profit de la société BUZZI UNICEM (Italie).
- Société des Ciments de la MITIDJA (SCMI), dont le capital social a été ouvert à hauteur de 35% au profit du Groupe Lafarge (France).

### **Production Ciment (tonne) :**

- Clinker : 9 492 463 tonnes.
- Ciment : 11 216 140 tonnes.
- Expéditions : 11 032 215 tonnes.



**Figure I.3** : Taux de contribution ventes ciments à l'échelle groupe GICA Année 2012. [10]

## 4. Principaux constituants de ciment :

### 4.1. Matières premières principales :

#### 4.1.1. Le calcaire :

Le calcaire est une roche sédimentaire carbonatée, composée d'au moins 50% de calcite  $\text{CaCO}_3$  (ou carbonate de calcium) et pouvant contenir de la dolomite, de l'aragonite. Les calcaires se forment soit par accumulation de fragments de squelettes ou de coquilles calcaires (coraux, bivalves, foraminifères...), soit par précipitation chimique ou biochimique de carbonates de calcium. [11]



**Figure I.4** : Roche calcaire. [12]

#### 4.1.2. L'argile :

L'argile se définit par des grains de taille très petite présentés par des phyllosilicates qui sont sous forme d'empilement de feuillets.

Les argiles sont des composés minéraux, ils se caractérisent par une forme géométrique sous forme de plaquettes (feuillets) de silicate empilés avec un espace interfoliaire plein des cations compensables.

Un matériau argileux est une roche sédimentaire ou résiduelle à grains très fins contenant au moins 50% de minéraux argileux. [13]



**Figure I.5 :** Roche argile. [14]

#### 4.1.3. Autres éléments argileux calcaires :

Un calcaire argileux est une roche sédimentaire, mélange de calcaire ( $\text{CaCO}_3$ ) dans une proportion de 95 % à 65 % et d'argile dans une proportion 5 % à 35%, les termes de « calcaire marneux » ou de « marne calcaire », parfois utilisés, sont impropres car ils associent un des éléments constitutifs (le calcaire) avec un mélange de calcaire et d'argile (marne). Ses éléments principaux nécessaires à la fabrication du ciment.

- La présence de calcaire est due à la décomposition de sédiments. On trouve quelquefois le calcaire argileux présent dans une alternance de strates avec des marnes, c'est un type de formation marno-calcaire. En fonction de la distribution de l'argile au sein du calcaire, les caractéristiques mécaniques et la résistance à l'eau varient fortement. [15]

#### 4.2. Les matières secondaires (les ajouts) :

Ces constituants sont introduits au clinker, c'est pourquoi ils sont appelés "les matières secondaires", leur objectif est de modifier certaines de ses propriétés pour résoudre les différents problèmes qui se posent lors de la réalisation de certains ouvrages, On rencontre

plusieurs ajouts cimentaires parmi lesquelles : le Laitier, le gypse, Fumée de silice, Fillers, Cendres volantes, la Pouzzolane....

#### 4.2.1 Le laitier :

Le laitier est un déchet pierreux séparé des métaux lors de la fusion ou de l'affinage du minerai. Sous-produit de la métallurgie et de la combustion, le laitier est composé principalement d'un mélange d'oxydes de silice, de soufre, de phosphore et d'aluminium. Il sert de matériau pour la construction de routes, de ballast ou de source d'engrais phosphatés. [16]



**Figure I.6** : Echantillon de laitier granulé. [17]

#### 4.2.2 Le gypse :

C'est une espèce minérale composée de sulfate hydraté de calcium de formule  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ . Le mot gypse désigne aussi une roche sédimentaire évaporitique qui peut être accompagnée par des impuretés minérales comme l'argile et de la silice et il permet de fabriquer le plâtre. [18]



**Figure I.7** : Le gypse. [19]

#### 4.2.3 Fumée de silice :

Constituant éventuel des ciments et/ou addition éventuelle des bétons, composé de particules vitreuses et sphériques très fines .La fumée de silice provient de la réduction de quartz de grande pureté par du charbon dans des fours à arc électrique utilisés pour la production de silicium et d'alliages de ferrosilicium ; elle est formée de particules sphériques très fines (environ 0,001 mm) contenant au moins 85 % en masse de dioxyde de silicium amorphe. La teneur en silicium élémentaire, si elle est déterminée conformément à l'ISO 9286, ne doit pas être supérieure à 0,4 % en masse. [20]



**Figure I.8** : Fumée de silice. [21]

#### 4.2.4 Les Fillers :

C'est un granulat composé d'éléments de très petites dimensions utilisé soit comme charge de remplissage pour augmenter la compacité notamment d'un béton, d'un sol, soit comme constituant de certains liants hydrauliques (ciments), soit comme agent de rigidification des mélanges bitumineux. [22]



**Figure I.9** : Fillers calcaires. [23]

#### 4.2.5 Cendres volantes :

Les cendres volantes constituent une matière première intéressante pour la fabrication de certains ciments, voire pour la formulation de bétons. Elles appartiennent alors à la famille des additions pour béton. Elles sont le résidu finement divisé résultant de la combustion du charbon pulvérisé. Elles constituent un produit minéral pulvérulent, consécutif du dépoussiérage des fumées rejetées par les centrales thermiques, qui utilisent du charbon broyé comme combustible en présence ou non de matériaux de co-combustibles. Ces cendres sont obtenues par précipitation électrostatique ou mécanique de particules pulvérulentes contenues dans les gaz de fumée des chaudières. [24]



**Figure I.10** : Cendres volantes. [25]

#### 4.2.6 La Pouzzolane :

Le terme de pouzzolane provient de Pouzzoles, nom d'une ville italienne de la région de Naples. C'est une roche siliceuse d'origine volcanique, faiblement agglomérée, friable, dont la couleur varie du gris au rougeâtre, utilisée depuis l'Antiquité comme constituant secondaire des ciments et des mortiers. [26]



**Figure I.11** : La pouzzolane. [27]

### 4.3. Les matières de Correction :

Le mélange Calcaire ( $\text{CaCO}_3$ ) - argile ( $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) peut être corrigé par apport de bauxite, oxyde de fer ou autres matériaux fournissant le complément d'alumine et de silice requis, ils existent plusieurs matières de correction parmi lesquelles on cite : le minerai de fer, le sable, la bauxite ...

#### 4.3.1. Le minerai de Fer :

Le minerai de fer est une roche composé d'oxydes et de carbonates de fer. Le but de ce élément est d'apporter un plus d'oxyde de fer ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) dans le mélange cru. Ses formes minérales les plus importantes sont la magnétite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , 72,4 % de fer métallique), l'hématite ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , 69,9 % de fer métallique) et la sidérite ( $\text{FeCO}_3$ , 48,29 % de fer métallique). [28]



**Figure I.12** : Minerai de fer. [29]

#### 4.3.2 Le sable :

Le sable est un sédiment meuble composé de milliers de petits grains issus de la désagrégation de roches. Sa composition chimique est très riche en silice  $\text{SiO}_2$ . Il peut révéler jusqu'à 180 minéraux différents (quartz, micas, feldspaths) ainsi que des débris calcaires de coquillage et de corail. [30]



**Figure I.13** : Le sable. [31]



### 4.3.3 La bauxite :

La bauxite est une roche sédimentaire blanche, rouge ou grise, caractérisée par sa forte teneur en alumine  $Al_2O_3$  et en oxydes de fer. Cette roche constitue le principal minerai permettant la production d'aluminium et de gallium.

Elle se forme par altération continentale en climat chaud et humide. De structure variée, elle contient dans des proportions variables des hydrates d'alumine, de la kaolinite, de la silice et des oxydes de fer qui lui confèrent souvent une coloration rouge. [32]



**Figure I.14** : La bauxite. [33]

## 5. Chaîne de fabrication de ciment :

La mise en œuvre de deux matières essentielles au moins ; il s'agit du calcaire et l'argile, et parfois quand la nécessité le demande on fait appel à des matières de correction telle que le sable et minerai de fer ; ces matières de correction sont utilisées quand les matières premières de base pauvres en silice et en oxyde de fer.

### 5.1 Extraction :

Les matières premières sont extraites des carrières. Traditionnellement, l'extraction se faisait par des moyens manuels (pics, pioches...). On a recours actuellement l'utilisation d'explosifs (tirs de mine) pour faciliter l'extraction de la roche. Les blocs ainsi obtenus sont de la roche, charriés par des pelles mécaniques et déposés dans des camions chargeurs. Ils sont acheminés vers les ateliers de préparation, où débute leur transformation (concassage). [34]



**Figure I.15** : Carrière d'extraction d'argile et de calcaire.

## 5.2 Concassage :

Le calcaire et l'argile sont ramenés au concasseur par deux alimentateurs entraînés par des moteurs de vitesse variable. La possibilité de variation de vitesse des alimentateurs assure le contrôle :

- Du débit de concasseur.
- Des proportions de calcaire et l'argile qui peuvent être corrigées en fonction des valeurs mesurées à l'échantillonnage.
- L'opération du concassage du mélange se fait à l'aide d'un concasseur à battoire d'un débit nominale de 1200T /h d'un mélange cru égale 75% de calcaire et de 25% d'argile, ce concasseur est pour rôle de réduire le mélange à une granulométrie finale de 0 à 25 mm.



**Figure I.16** : Concassage des matières premières au niveau de la carrière.

### 5.3 Pré homogénéisation :

Le mélange, acheminé à l'usine par transporteur couvert, est stocké dans un hall de pré homogénéisation qui comporte deux tas (de 30000 à 35000 Tonne) l'un en constitution l'aide d'un shaker et l'autre en reprise. Une correction est prévue au niveau du broyeur cru par ajout de fer et de calcaire. Ces ajouts sont stockés dans deux trémies.

Une trémie tom ponde 90 t reçoit le mélange ; cette dernière est alimentée de façon discontinue à partir du tas de pré homogénéisation par un pont grateur dont le débit peut atteindre 450 t/h. [35]



**Figure I.17** : Hall de pré-homogénéisation.

### 5.4 Broyage du cru :

- Les grains de calcaire et d'argile sont intimement mélangés par broyage, dans des proportions définies, en un mélange très fin, appelé le « cru ». À ce niveau, des corrections de composition peuvent être effectuées en incorporant, en faible proportion, de la bauxite, de l'oxyde de fer, etc. Le mélange cru est préparé automatiquement en fonction de la technique de fabrication utilisée.

- La farine crue est homogénéisée et prête à la cuisson et stockée dans des silos d'homogénéisation.



**Figure I.18** : Broyeur cru.

## 5.5 Atelier de Cuisson :

### a. Préchauffeur :

Le cru est préchauffé jusqu'à 950°C grâce à des échangeurs Air/Solide à cyclones ou à grille. La farine crue descend en tourbillons dans les cyclones successifs à contre-courant des gaz chauds.

Lors de ce préchauffage, le phénomène du calcaire intervient. Cette décarbonatation représente 60% du CO<sub>2</sub> émis par la fabrication du clinker. [36]



**Figure I.19** : Préchauffeur.

**b. Four Rotatif :**

Le cru est introduit dans un four pour y être cuit à une température de 1450°C et une énergie consommée se situe entre 3 200 et 4 200 kJ par tonne de clinker, qui est le produit semi fini obtenu à la fin du cycle de cuisson. Il se présente sous forme de granules grises.

Le clinker est le résultat d'un ensemble de réactions physico-chimiques progressives (clinkérisation) permettant :

- La décarbonatation du carbonate de calcium (donnant la chaux vive).
- La scission de l'argile en silice et alumine.
- La combinaison de la silice et de l'alumine avec la chaux pour former des silicates et des aluminates de calcium. [37]



**Figure I.20 :** Four rotatif.

**c. Refroidisseur :**

Lorsque le clinker sort du four, à une température de 1200°C passe par un refroidisseur qui assure trois fonctions principales :

- Refroidir le clinker sortant du four, par l'air frais fourni par des ventilateurs à  $T = 90^{\circ}\text{C}$ .
- Récupérer le maximum de chaleur contenu dans le clinker.
- Assurer la trempe du clinker par un refroidissement énergétique et rapide. [38]



**Figure I.21** : Refroidisseur à grille.

### 5.6 Stockage Du Clinker :

Le clinker refroidi est transporté et stocké dans un hall de plusieurs dizaines de milliers de tonnes, permettant ainsi d'assurer une continuité de la production du ciment, y compris lors des arrêts de la ligne de cuisson pour la maintenance annuelle, par exemple. [39]



**Figure I.22** : Bulle de stockage du clinker.

### 5.7 Broyage Du Clinker :

Le clinker additionné de gypse comme retardateur de prise avec une proportion qui ne dépasse pas 5% et éventuellement de produits secondaires (pouzzolane, calcaire...) sont broyés dans des broyeurs ciment pour obtenir le produit fini qui est le ciment.



**Figure I.23** : Broyeur ciment.

### **5.8 Stockage, Ensachage Et Expédition :**

Le ciment fabriqué est ensuite stocké dans des silos et prêt à être vendu soit par sacs ou en vrac. A la sortie du broyeur, le ciment est transporté vers des silos de grandes capacités qui alimentent par la suite les ateliers d'ensachage pour les l'expédition en sacs, ou les dispositifs de chargement et livraisons en VRAC. Donc les expéditions comprennent le stockage du ciment, son conditionnement (ensachage) en cas de livraison par sacs ou via un vrac et son chargement sur l'outil de transport (camion). C'est l'interface de l'usine avec le client. [40]



**Figure I.24** : Stockage et expédition.

## 6. Contrôle qualité des produits :

A chaque étape du processus de fabrication, des contrôles qualité sont effectués : sur le Cru pour vérifier si la composition est conforme au cahier des charges, sur le clinker pour vérifier sa composition et certains paramètres de cuisson, sur les produits finis pour en accepter la commercialisation et vérifier leur conformité aux normes en vigueur.

Les essais sont donc réalisés tant sur les produits semi finis ou finis (analyses Chimiques et minéralogiques), que sur les mortiers, voire les bétons, pour en vérifier leurs Caractéristiques (prise, résistance mécanique, ...). [41]



**Figure I.25** : Des appareils pour le contrôle qualité des produits.



## 7. Les types de ciments :

La nouvelle normalisation comporte cinq types principaux de ciments présentés dans le tableau suivant :

Désignations	Notation	Clinker	Autres constituants	Constituants secondaires
Ciment portland	CPA-CEM I	95-100	---	0-5
Ciment portland composé	CPJ-CEM II/A CPJ-CEM II/B	80-94 65-79	6-20 21-35	--- ---
Ciment de haut fourneau	CHF-CEM III/A CHF-CEM III/B CLK-CEM III/C	35-64 20-34 5-19	36-65 66-80 81-95	0-5 0-5 0-5
Ciment pouzzolanique	CPZ-CEM IV/A CPZ-CEM IV/B	65-89 45-64	11-35 36-55	0-5 0-5

**Tableau I.1** : Les différents types de ciment. [42]

Il existe d'autres ciments comme :

1. ciments (prise mer) (PM).
2. ciments à faible chaleur d'hydratation initiale à teneur en sulfures limitée.
3. ciments prompts (CNP).
4. ciment Alumineux fondu.
5. Ciments blancs.
6. Ciment pour béton précontraint. [43]

## 8. Principales propriétés de ciment :

Le ciment, ce liant hydraulique il a plusieurs propriétés nous sommes présentés ici les principales propriétés, ce sont les propriétés physiques et mécaniques.

## 8.1 Propriétés physiques :

### - La consistance :

La consistance est le pourcentage optimal d'eau qui permet d'obtenir une pâte de ciment de consistance normale. On utilise généralement l'appareil de "Vicat" pour mesurer cette consistance.

### - La prise :

C'est le terme employé pour décrire le raidissement de la pâte de ciment. La prise est définie comme étant le changement d'un état fluide à un état solide. Le début de prise correspond à l'augmentation brusque de la viscosité de la pâte de ciment et à une élévation de sa température. La fin de prise correspond à la transformation régulière et progressive de la pâte de ciment en un bloc rigide. Pour mesurer le temps de début et de fin de prise, on utilise généralement l'essai de "Vicat".

### - Fausse prise :

Dans la composition des ciments la présence du gypse ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) est indispensable. Si le clinker est trop chaud ou s'échauffe trop au cours du broyage, il se forme alors un peu de déplâtre ( $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}$ ) dont la prise très rapide donne l'impression d'un début de prise, c'est la fausse prise. Dans ce cas il ne faut surtout pas ajouter d'eau mais augmenter la durée de malaxage.

### - Expansion :

Les volumes des pâtes de ciment, les mortiers et les bétons gonflent en présence d'humidité ou d'eau. Les principales causes de l'expansion sont : excès de gypse, excès de la chaux libre  $\text{CaO}$  et excès de magnésium libre  $\text{MgO}$ . [44]

### - Masse volumique :

La masse volumique pour un ciment Portland (anhydre), est entre 2900 à 3150  $\text{Kg/ m}^3$ , mesurée avec pycnomètre à alcool.

**- Finesse du ciment :**

Une propriété très importante au ciment est caractérisée par sa surface spécifique des grains de ciment, exprimée en ( $\text{cm}^2/\text{g}$ ). Dans la normale est de l'ordre 3000 à 3500  $\text{cm}^2/\text{g}$ .

Lors du gâchage, si la finesse de mouture est plus grande la réaction d'hydratation est plus rapide et complète au temps de contact avec l'eau, la même chose pour la résistance au jeune âge qui élevée. En revanche, un ciment plus sensible, conduit au retrait plus important.

Est donc, la finesse de mouture influe sur la plasticité et la cohésion de la pâte de ciment à l'état frais, ainsi que son pouvoir de rétention d'eau et la ressuée.

On utilise le perméabilimètre de Blaine pour mesurer la finesse du ciment. La surface spécifique Blaine est souvent utilisée pour classer les ciments en termes de finesse de mouture.

**8.2. Propriétés mécaniques :**

Les propriétés mécaniques de ciment sont leurs résistances à la compression et à la traction, et sont déterminées par des essais sur mortier nommée (normale) à 28 jours par éprouvettes normalisées. En considérer la résistance du mortier comme significative de la résistance du ciment. Elle est liée à la classe de ciment et est exprimée en Mpa.

Le mortier utilisé est réalisé conformément à la norme EN 196-1. Le sable utilisé est un sable appelé "sable normaliser CEN EN 196- 1 ".

Il y a plusieurs classes de résistances pour chaque type de ciment, les fabricants garantissent des valeurs minimales et maximales. [45]

**9. Domaines d'utilisation des ciments :**

<b>type de ciment</b>	<b>Domaine d'utilisation</b>
CEMI 32.5	- Travaux de maçonnerie, courants ou travaux d'enduit.
CEMI 42.5 N	- Béton de haute performance. - Travaux de carrelage ou de revêtements de sol. - Béton prêt à l'emploi. - Préfabrication d'éléments précontraints.
CEMI Blanc	- Jointoiement de dalles de pierres ou de carrés larges, pavgs, dalles préfabriqué. - Béton colorés. - Béton architectonique (esthétiques).
CEM II 32.5/A ou B	- Travaux de maçonnerie, confection d'enduit (utilisé seul ou avec la chaux pour confectionner des mortiers patards ...). - Travaux routiers (réalisation des chaussées, dépisets,....). - Travaux de bétonnage en grande masse, barrage, piles .... - Bétons courants armés ou non armés n'exigent pas des contraintes particulièrement élevés.
CEMII42.5/A ou B	- Constructions d'ouvrage d'art. - Travaux routiers, autoroutes, pistes d'aéroport, béton de voirie, dallages ..... - Béton prêt a l'emploi.

**Tableau I.2** : Domaines d'utilisation des ciments. [46]

## Références Bibliographiques

- [1] : DJOBO YANKWA Jean Noël. Effets de l'incorporation d'adjuvants minéraux sur les propriétés de ciments géopolymères à base de scories volcaniques, 2013.
- [2] : BELKORCHIA Bouzid ; BEN MAMMAR Messaoud. Etude de la nature des nouvelles additions sur le comportement physique et mécanique des géopolymères, 2021/2022.
- [3] : SOUALMI Khadidja ; SEMGHOUNI Hassina. Etudes des propriétés des géopolymères élaborés à partir des kaolins de TAMAZERT, 2015.
- [4] : AMIRI Abdelmadjid. Influence des matières premières auxiliaires sur la qualité de ciment, 2020.
- [5] : MOUMENE Sara ; ATHAMNIA Ghania. Ciment et cimenteries en Algérie : production et normalisation, 2013.
- [6] : BENSEBAA Okba. Rôle et importance des matières premières principales dans la fabrication du ciment, 2020.
- [7] : DAHRI Lila. Analyse expérimentale d'un béton avec ajout de déchet de verre coloré et non coloré (étude comparative), 2019.
- [8] : Infociments.fr. Le ciment, un liant hydraulique, Novembre 2018.
- [9] : [Accueil FR - Groupe Industriel des Ciments d'Algérie. Disponible sur : < www.gica.dz >](http://www.gica.dz) (page consultée le 27/05/23).
- [10] : MOUMENE Sara ; ATHAMNIA Ghania. Ciment et cimenteries en Algérie : production et normalisation, 2013.
- [11] : Définition/ Calcaire/ Futura Planète. Disponible sur :  [<www.futura-sciences.com >](http://www.futura-sciences.com) (page consultée le 26/05/23).
- [12] : Glassfonster.fr, Comment enlever le calcaire sur ses vitres : trucs et astuces, 20 juillet 2021.
- [13] : S.Guggenheim ; R.Martin. Definition of clay and claymineral : joint report of the AIPEA nomenclature and CMS nomenclature committees. Clays and clayminerals, 1995.
- [14] : Pinterest.fr, L'argile rouge : Une REVELATION.
- [15] : BENSEBAA Okba. Rôle et importance des matières premières principales dans la fabrication du ciment, 2020.
- [16] : Laitier : définition illustrée et explications. Disponible sur :  [<www.aquaportail.com >](http://www.aquaportail.com) (page consultée le 25/05/23).

- [17] : Wikipedia.org, Laitier (métallurgie), 27 janvier 2023.
- [18] : Gypse – Définition et Explications. Disponible sur : <[www.techno-science.net](http://www.techno-science.net)> (page consultée le 25/05/23).
- [19] : Wikipédia.org, Gypse (roche), 14 octobre 2022.
- [20] : Fumée de silice : définition – Glossaire. Disponible sur : <[www.infociments.fr](http://www.infociments.fr)>
- [21] : BâtiProtex.com, Fumée de Silice.
- [22] : Définition filler. Disponible sur : <[www.le-dictionnaire.com](http://www.le-dictionnaire.com)>
- [23] : Europages.fr, FILLERS CALCAIRES, Calcaires industriels.
- [24] : Les cendres volantes. Disponible sur : <[www.acpresse.fr](http://www.acpresse.fr)> (page consultée le 25/05/23).
- [25] : ACPresse.fr, Les cendres volantes, 24/04/2019.
- [26] : BOURGET. Définition de POUZZOLANE. Disponible sur : <[www.cnrtl.fr](http://www.cnrtl.fr)> (page consultée le 25/05/23).
- [27] : Futura Sciences.com, Définition (Pouzzolane) Futura Maison, 01 Mai 2022.
- [28] : Minerai de fer et métallurgie du fer/ Dossier. Disponible sur : <[www.futura-sciences.com](http://www.futura-sciences.com)> (page consultée le 30/05/23).
- [29] : Made-in-China.com, Le minerai de fer, fer de sable, de la puissance de sable de fer.
- [30] : Définition de SABLE. Disponible sur : <[www.cnrtl.fr](http://www.cnrtl.fr)>
- [31] : Vecteezy.com, Hill of Sand at construction site. Building material for foundation. Yellow Sand. Pro Photo.
- [32] : Bauxite. Disponible sur : < [fr.m.wikipedia.org](http://fr.m.wikipedia.org) >
- [33] : Abidjan.net, Bauxite : L'exploitation des gisements du Moronou présentée aux populations.
- [34] : Dr. Toufik BOUBEKEUR. Matériaux de construction 01, Mai 2017.
- [35] : BENAÏSSA Abouseyf ; HASSINOUI Yousouf. Optimisation du Taux Incuits dans le ciment CEM II/A 42,5, 2018.
- [36] : Etape 4 de la fabrication du ciment : le préchauffage et la cuisson du cru. Disponible sur : <[www.metiers-ciment.fr](http://www.metiers-ciment.fr)>
- [37] : Fabrication du ciment courant, ou ciment portland. Disponible sur : <[www.techno-science.net](http://www.techno-science.net)>

[38] : Chapitre1. Disponible sur : <[www.mcours.net](http://www.mcours.net)> (page consultée le 26/05/23).

[39] : Le stockage du clinker. Disponible sur : <[www.infociments.fr](http://www.infociments.fr)>

[40] : ARIDJ ABDERRAHMANE. Impact de la minéralogie de clinker sur la broyabilité et les performances des broyeurs ciment, 2020.

[41] : MOUMENE Sara ; ATHAMNIA Ghania. Ciment et cimenteries en Algérie : production et normalisation, 2013.

[42] : DAHRI Lila. Analyse expérimentale d'un béton avec ajout de déchet de verre coloré et non coloré (étude comparative), 2019.

[43] : DJEKRIFF Daoud ; BENCHIKH Abdelouahab. Etude de comportement physique et mécanique du mortier et béton à base des ciments ternaires, 2013.

[44] : HABOUL Samia. Etude de l'influence du gypse et de la pouzzolane sur les propriétés du ciment, 2018.

[45] : Hamza Kabbab. Chapitre I : Chimie du ciment. Disponible sur : <[www.academia.edu](http://www.academia.edu)> (page consultée le 26/02/23).

[46] : Domaines D'utilisation Du Ciment. Disponible sur : < [fr.scribd.com](http://fr.scribd.com) > (page consultée le 27/02/23).

## **Chapitre II**

# **Généralités sur les géopolymères**



## 1. Historique :

Les matériaux géopolymères furent développés en tant qu'alternative aux polymères organiques. Les premières applications se trouvèrent donc dans le domaine de la construction navale, des résines, de la protection des structures en bois, des adhésifs résistants aux hautes températures, des réfractaires, et dans de nombreux autres domaines. Le terme géopolymérisation regroupe toutes les réactions transformant un solide composé d'aluminosilicate amorphe ou de silicate avec une solution alcaline, avec ou sans silicate soluble, sous différentes conditions expérimentales, en gel d'aluminosilicate. C'est dans le contexte de limiter les fortes catastrophes d'incendies que Davidovits décide d'orienter ses travaux vers la conception de nouveaux matériaux. Dans cette quête, il remarque une similarité dans les conditions de synthèse de certains matériaux plastiques organiques d'une part, et de minéraux feldspathoïdes et zéolites résistants au feu d'autre part. Ces deux types de synthèse se déroulent en milieu alcalin concentré, à la pression atmosphérique et à une température inférieure à 150° C. Cependant leur utilisation principale aujourd'hui se situe dans le domaine de la construction. [47]

Au début des années 1970, un scientifique français, Joseph Davidovits, découvre que sous un bon ensemble de conditions, ces composantes peuvent pleinement réagir les unes avec les autres pour former un réseau polymérique étendu, surtout pour la liaison d'aluminosilicates (Al-O-Si) .il a inventé le terme géo polymère pour désigner cette nouvelle classe de matériaux. [48]



**Figure II.1** : Buildings made with alkali-activated binders based on slag :

a) in Lipetsk (Russia) from 1994. [49]

b) in Mariupol (Ukraine) from 1960. [50]

## 2. Définition :

Les géopolymères sont des éco matériaux de type polymères inorganiques aluminosilicates obtenus par activation à température ambiante, d'une source aluminosilicatée à faible teneur en calcium par une solution d'hydroxyde alcalin. Ce type de matériaux a l'avantage de pouvoir être formulé à partir d'une large gamme de minéraux d'aluminosilicate autre que le kaolin et le métakaolin, comme les cendres volantes, les laitiers de hauts fourneaux ou de minéraux naturels comme les argiles. [51]

## 3. Différents types :

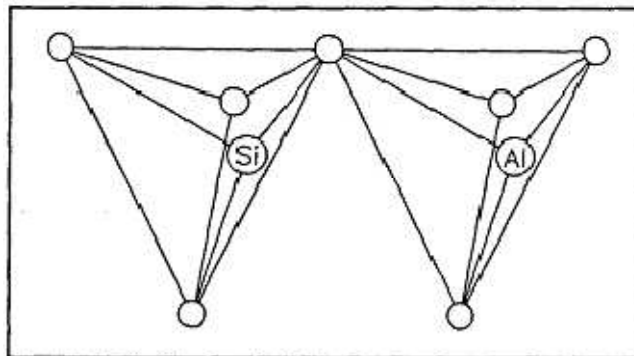
Les géopolymères sont actuellement développés et appliqués dans 9 principales classes de matériaux :

- Géopolymère à base de silicate.
- Géopolymère à base de kaolinite.
- Géopolymère à base de métakaolin.
- Géopolymère à base de calcium silico-aluminate.

- Géopolymère à base de roches volcaniques.
- Géopolymère à base de silices.
- Géopolymère à base de cendres volantes.
- Géopolymère à base de phosphate.
- Géopolymère à base d'organo-minéral. [52]

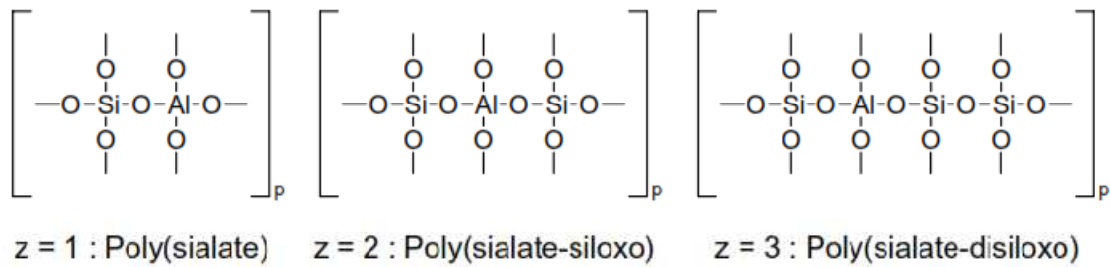
#### 4. Chimie des Géopolymères :

Les géopolymères résultent d'une réaction chimique entre les matériaux aluminosilicates et les solutions alcalines concentrées ; encore appelées solutions activantes. Le nom chimique utilisé pour désigner les géopolymères est poly (sialate). Sialate est une abréviation de silicon-oxo-aluminate et le réseau sialate est constitué des tétraèdres  $\text{SiO}_4$  et  $\text{AlO}_4$  liés alternativement par la mise en commun de tous les atomes d'oxygène. La figure suivante présente la structure de base du réseau sialate.



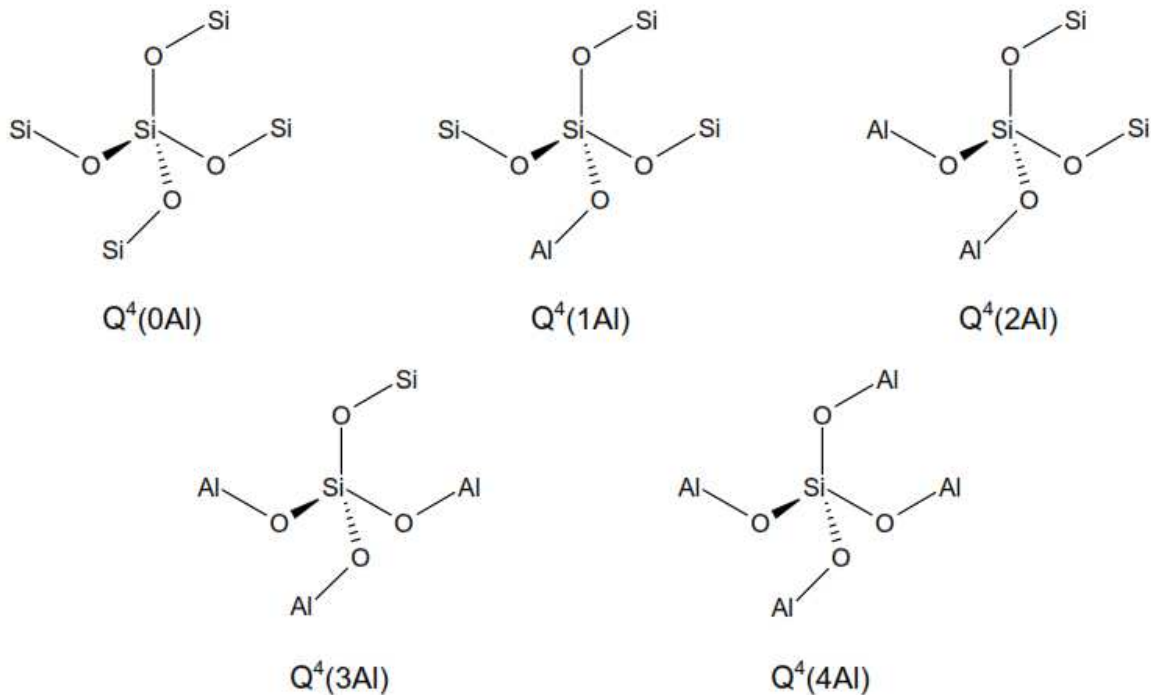
**Figure II.2** : Structure de base du réseau sialate (tétraèdres  $\text{SiO}_4$  et  $\text{AlO}_4$ ).

Les poly (sialates) ont pour formule empirique :  $M_p\{(\text{SiO}_2)_z\text{AlO}_2\}_p \cdot w\text{H}_2\text{O}$  où M désigne un cation, P est le degré de polycondensation, z valant 1, 2 ou 3 et w décrivant l'hydratation du composé. Les poly (sialates) sont décrits comme étant des chaînes et des anneaux de polymères avec des cations  $\text{Si}^{4+}$  et  $\text{Al}^{3+}$  en coordination IV, avec des anions  $\text{O}^{2-}$ . La figure suivante présente la structure de ces polymères.



**Figure II.3 :** Structure des poly (sialates).

La structure sialate comporte une charge négative qui est compensée par un cation, tels que :  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Li}^+$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Ba}^{2+}$ ,  $\text{NH}_4^+$  ou  $\text{H}_3\text{O}^+$ . Les poly (sialates) n'autorisent pas la formation des liaisons Al-O-Al. Bien qu'elles soient thermodynamiquement défavorables ; elles ne sont pas impossibles (Duxson, 2006). Quelque temps après que Davidovits ait utilisé la nomenclature poly (sialates) pour décrire la structure des géopolymères, de nombreuses études sur les zéolites et les minéraux aluminosilicates ont été menées. Une nouvelle notation a été introduite par Engelhardt, pour décrire les squelettes des aluminosilicates alcalins : la notation  $Q^n$  (mAl), où n est le nombre de coordination de l'atome central de silicium (Si) avec des atomes de Si ou d'aluminium (Al) comme seconds voisins, m étant le nombre de Al second voisin, avec  $0 \leq m \leq n \leq 4$ . La figure suivante présente la structure de base tridimensionnelle de la notation  $Q^n$  (mAl) où n est égal à 4, correspondant à la valeur observée dans la matrice géopolymère.



**Figure II.4** : Structure de base tridimensionnelle de la notation  $Q^n (mAl)$ . [53]

## 5. Elaboration des Géopolymères :

Les géopolymères sont obtenus par activation alcaline d'un solide inorganique aluminosilicate.

### 5.1 Matériaux aluminosilicates :

Ce sont des matériaux issus de la nature ou des sous-produits de l'industrie. Ils sont constitués majoritairement de silice ( $SiO_2$ ) et d'alumine ( $Al_2O_3$ ) d'où leur nom d'aluminosilicate. Des études récentes ont montré que certains matériaux riches en alumine ( $Al_2O_3$ ) et en oxyde de fer ( $Fe_2O_3$ ); silice ( $SiO_2$ ) et oxyde de fer (III) ( $Fe_2O_3$ ) peuvent aussi être utilisés comme précurseurs pour la géopolymérisation. Ces matériaux sont généralement ceux utilisés comme ajouts lors de la fabrication du ciment Portland, parmi eux on peut citer :

#### - Métakaolin :

Poudre de grande surface spécifique obtenue par calcination broyage ou broyage calcination d'une argile composée majoritairement de kaolinite. Le Métakaolin est constitué principalement de particules de silicate d'alumine amorphes ayant des propriétés

pouzzolaniques, il est composé essentiellement de  $\text{SiO}_2$  et d' $\text{Al}_2\text{O}_3$  réactifs. Les températures de calcination sont comprises entre 600 °C et 850 °C suivant le degré d'ordre de la kaolinite. Il se produit une réaction de déshydroxylation du matériau avec une destruction de la structure cristalline initiale conduisant à une amorphisation du matériau. Le Métakaolin se présente sous forme pulvérulente ou sous forme de suspension. [54]

**- Laitier granulé de haut fourneau :**

Sous-produits de l'industrie sidérurgique lors de la fabrication de la fonte dans les hauts fourneaux, les laitiers sont formés de constituants non ferreux, des fondants et des cendres de coke. Leur composition en oxydes et leur structure vitreuse obtenue par trempe à l'eau leur confèrent des propriétés hydrauliques latentes, ce qui permet d'envisager leur utilisation en tant qu'ajout dans les ciments.

**- Cendres Volantes :**

Les cendres volantes sont des matériaux minéraux finement divisés, issus de la précipitation électrostatique ou mécanique de particules minérales contenues dans les fumées des chaudières alimentées au charbon pulvérisé. Ce sont donc des matériaux pulvérulents, de texture majoritairement vitreuse et de composition silico-alumineuse ou silico-calcique. Les cendres siliceuses ont des propriétés pouzzolaniques et les cendres calciques peuvent posséder des propriétés hydrauliques et /ou pouzzolaniques. Les cendres volantes sont utilisées soit addition au béton, soit comme constituant principal autre que le clinker dans les ciments et contribuent ainsi à la réduction des émissions de  $\text{CO}_2$ . Elles peuvent être utilisées dans certains ciments de types CEM II, IV, et V. (Voir NF EN 197-1 pour plus de détails). [56]

**- Scorie volcanique :**

Elles sont obtenues lors des éruptions volcaniques et sont composés majoritairement de silice ( $\text{SiO}_2$ ), d'alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), et d'oxyde de fer ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ). Des études récentes ont mis en évidence leurs propriétés physicochimiques et étudiées leurs effets comme ajouts dans le ciment portland. Ce matériau bien qu'étant un aluminosilicate reste très peu utilisé pour l'élaboration du ciment géopolymère, malgré son abondance et son accessibilité.

## 5.2 Solutions activatrices :

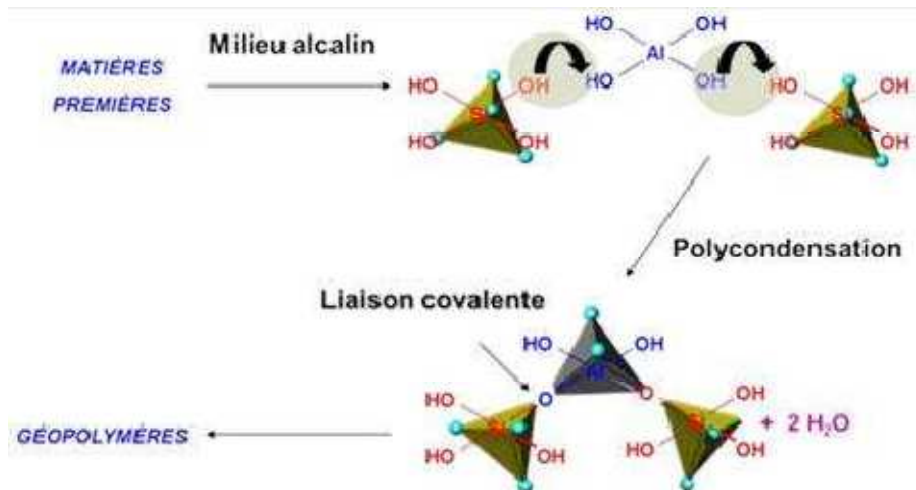
La synthèse des géopolymères passe par une étape d'activation d'une poudre d'aluminosilicate par une solution. Ainsi le choix de la solution activatrice est très important car les propriétés du produit obtenu en dépendent fortement. Glukhovsky (1981) a classifié les solutions pouvant être utilisé pour activer les matériaux silico-alumineux en six groupes :

- \* Alcalis, MOH.
- \* Sels d'acides faibles,  $M_2CO_3$ ,  $M_2SO_3$ ,  $M_3PO_4$ , MF.
- \* Les silicates,  $M_2O.nSiO_3$ .
- \* Aluminates,  $M_2O.nAl_2O_3$ .
- \* Aluminosilicates,  $M_2O.Al_2O_3.(2-6)SiO_2$ .
- \* Sels d'acides fort,  $M_2SO_4$ . Avec M est un cation alcalin généralement  $K^+$  ou  $Na^+$ .

Les solutions alcalines (solution activatrice) les plus utilisées pour la synthèse des géopolymères, sont des mélanges d'hydroxydes alcalins (NaOH ou KOH) avec le silicate de sodium ou de potassium ( $Na_2SiO_3$ ,  $K_2SiO_3$ ). Des travaux ont montré que la géopolymérisation est plus rapide lorsque la solution alcaline contient le silicate de sodium ou de potassium comparée à celle ne contenant que l'hydroxyde alcalin, et que pour une solution contenant le mélange (NaOH +  $Na_2SiO_3$ ) les propriétés mécaniques sont meilleures. [57]

## 6. Mécanisme de formation :

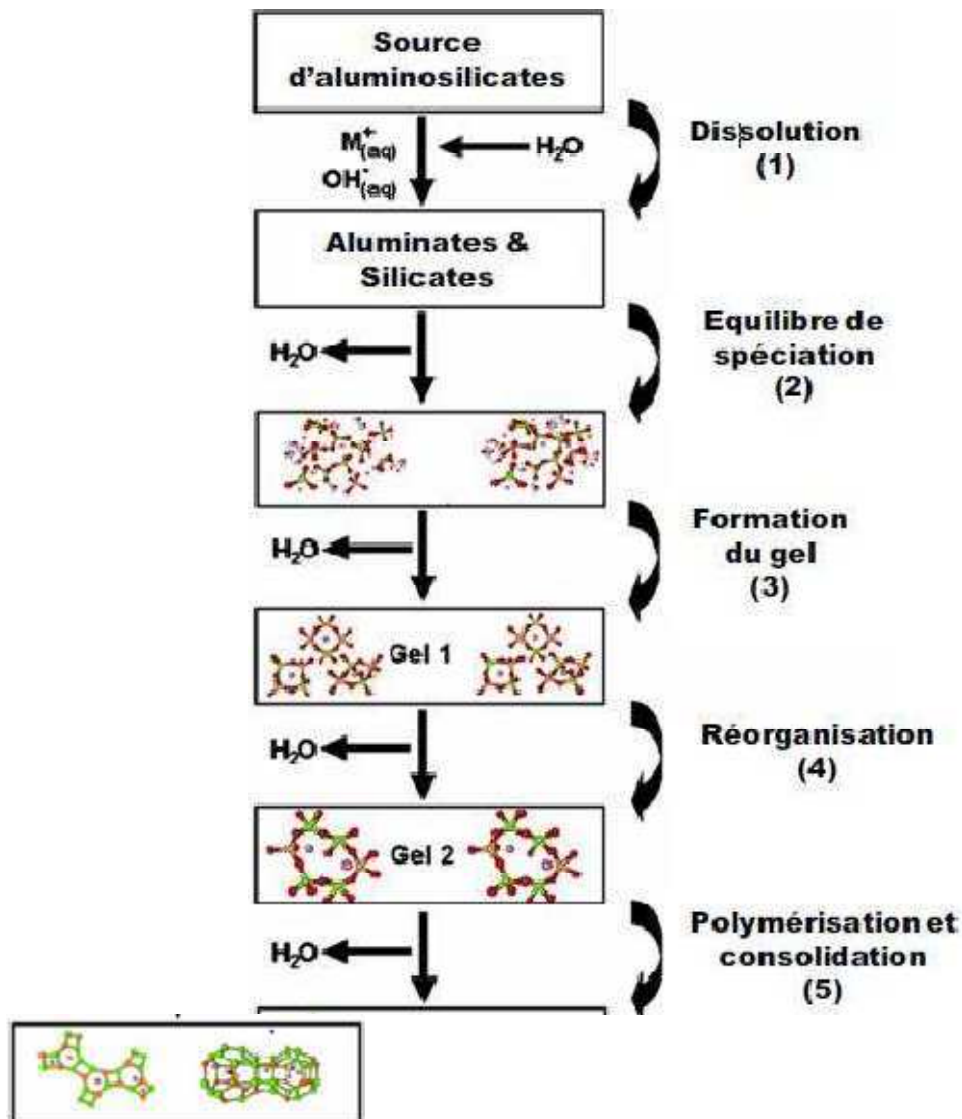
Le mécanisme de formation des géopolymères est complexe. Plusieurs auteurs ont donné une tentative d'explication aux différentes étapes qui animent le processus de géopolymérisation. Ainsi selon Atchlolil'on peut le résumer en deux phénomènes : un mécanisme de dissolution, suivi d'une polycondensation sous forme de gel.



**Figure II.5 :** Assemblage inorganique dans les géopolymères.

Par ailleurs, un modèle résumé en trois étapes a été proposé par Glukhovsky en 1950. En effet selon ce dernier on a une réaction de destruction/coagulation, coagulation/condensation et condensation/cristallisation. Les récentes études menées par Duxson et al ont proposé un mécanisme général de la réaction en cinq étapes, mais le mécanisme précis de la synthèse géochimique conduisant à une structure macromoléculaire tridimensionnelle reste dépendant des matières premières utilisées et n'est pas encore totalement élucidé. Le plus souvent, on caractérise le constituant principal, à savoir le silicate alcalin, par son rapport  $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$  qui va déterminer le degré d'interconnexion et la vitesse de réaction. Ces étapes sont présentées à la figure suivante : [58]





**Figure II.6** : Processus de la géopolymérisation. [59]

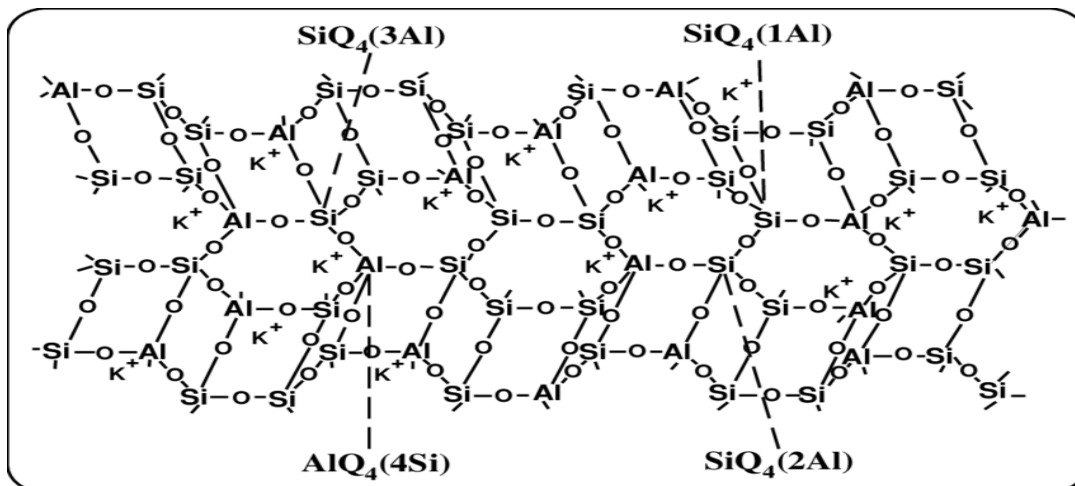
## 7. Structure des Géopolymères :

La majorité des géopolymères synthétisés à partir des diverses sources de matières premières sont des mélanges de particules cristallines et/ou semi cristallines d'aluminosilicates avec un gel amorphe d'aluminosilicate. Selon Davidovits, les géopolymères ont une structure macromoléculaire semblable à celle des zéolithes, mais sans un ordre régulier sur une grande distance.

En se référant au modèle poly (sialate) proposé par Davidovits, le rapport atomique Si/Al influence la structure des géopolymères. Un ration faible de Si/Al (1, 2, 3) confère un réseau

3D qui est très rigide. L'augmentation du rapport Si/Al fournit un caractère polymérique au matériau.

La figure suivante présente la structure proposée par Davidovits pour le géopolymère K-Poly (sialate-siloxo). Dans cet édifice, les tétraèdres  $\text{SiO}_4$  et  $\text{AlO}_4$  s'enchaînent de façon aléatoire en offrant une structure désordonnée qui possède des cavités occupées par des cations alcalins.



**Figure II.7 :** Structure proposée pour le géopolymère K-Poly (sialate-siloxo). [60]

## 8. Les propriétés des Géopolymères :

Les propriétés les plus importantes des géopolymères sont :

- \* Gain de résistance à la compression élevée.
- \* Bonne résistance à l'abrasion, en particulier lorsqu'il est mélangé avec remplissage de PTFE.
- \* Réglage rapide et contrôlable du durcissement.
- \* Résistance au feu (jusqu'à 1000 ° C) et aucune émission de fumées toxiques en cas de chauffage, soit sous la forme d'une fibre de carbone géopolymère composite ou comme un géopolymère pur (par exemple un revêtement géopolymérique sur une surface exposée).
- \* Haut niveau de résistance à une gamme de différents acides et les solutions à base de sel.

- \* Non soumis à des réactions alcalis-granulats néfastes.
- \* Faible retrait et une faible conductivité thermique.
- \* Adhésion au frais et vieux béton substrats, l'acier, verre et céramique.
- \* Haute définition de surface qui reproduit des modèles de moulage.
- \* La protection inhérente de l'acier d'armature raison du PH résiduel fort et le taux de diffusion de chlorure bas. [61]

## 9. Facteurs influant sur les propriétés :

Ces dernières années, dans le souci de comprendre le mécanisme de la géopolymérisation, plusieurs études ont été menées sur les facteurs influençant les propriétés des géopolymères comme décrit ci-dessous:

### 9.1 Effet de la température de vieillissement :

La température est un accélérateur de réaction dans la géopolymérisation. Il a été montré qu'une température de traitement élevée et un temps de gâchage long donnent un matériau géopolymère avec une résistance à la compression élevée. La teneur en eau et la condition de calcination de l'argile kaolinique affectent aussi les propriétés des géopolymères.

Rovnanika étudié l'effet de la température sur les propriétés des géopolymères à base de la métakaolinite. Il ressort de ses travaux que l'augmentation de la température de synthèse des géopolymères améliore leurs propriétés mécaniques et augmente la taille et le volume total des pores.

Une étude similaire réalisée par Muniz-Villarealet ala montré qu'il existe une température optimale de traitement (60 °C) à laquelle les géopolymères présentent de meilleurs propriétés mécaniques et physiques.

Shindhunata et alont montré que l'augmentation de la température de traitement accroît la dissolution des précurseurs et le taux de polycondensation dans la réaction de

géopolymérisation. Cependant, un traitement à une température trop élevée fait apparaître des craquelures et un effet négatif particulièrement sur les propriétés mécaniques des matériaux.

### 9.2 Effet des rapports Si/Al et SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> :

Duxson et al ont étudié l'effet des rapports Si/Al compris entre 1,15 et 2,15 sur les propriétés mécaniques et la microstructure des géopolymères à base de la métakaolinite. Il obtient une meilleure résistance à la compression pour le rapport Si/Al égale à 1,90; les analyses microstructurales montrent que les matériaux présentent une porosité importante et sont peu structurés pour Si/Al  $\leq 1,40$ , tandis que pour Si/Al  $\geq 1,65$  les matériaux ont des pores de l'ordre du micron et sont plus homogènes.

De Silva et al ont étudié le rôle de la silice et de l'alumine dans la cinétique de la géopolymérisation. Ils ont remarqué que le temps de prise augmente avec le ratio SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. [62]

## 10. Comparaisons entre ciments Portland et liants Géopolymères :

Les ciments Portland et les liants géopolymères se différencient selon plusieurs caractéristiques. Dans ce qui suit nous exposons les principales différences entre ces deux types de matériaux liants :

- Tout composé pouzzolanique ou aluminosilicate qui se dissout rapidement dans une solution alcaline peut être pris comme source de production de matériaux géopolymères. Tandis que pour le ciment, la présence de la matière calcique est primordiale car la chaux (CaO) constitue le principal oxyde menant à la formation de tous les minéraux de ce liant. [63]

- D'un point de vue environnemental, les ciments dits géopolymères sont une bonne solution aux problèmes liés aux émissions de gaz à effet de serre. En effet, une réduction significative des émissions de CO<sub>2</sub> de 40% à 80% peut être obtenue lors de la fabrication du ciment géopolymère par rapport au ciment Portland qui produit environ une tonne de CO<sub>2</sub> par une tonne de ciment fabriqué. De plus, la quantité d'énergie consommée dans la production de ciment Portland est d'environ 4700MJ/tonne, bien plus important que ce qui est nécessaire pour produire du ciment géopolymères. Cette dernière nécessite une énergie moyenne d'environ 2715 MJ/tonne et est principalement utilisée pour la calcination d'aluminosilicates

naturels(kaolinite, halloysite). Lorsque du laitier de haut fourneau est utilisé, cette énergie peut être réduite à 1965 MJ/t. Un ciment géopolymère plus écologique et économe en énergie semble être un bon choix du Ciment portland. [64]

- Les mortiers géopolymères possèdent un temps de prise, à peu près, deux fois plus rapide que celui du mortier portland. Autrement dit, le temps de durcissement du ciment portland est plus long que celui du ciment géopolymère.

- Les ciments portland font prise par le phénomène d'hydratation tandis que le processus chimique à l'origine de la prise et le durcissement dans les géopolymères est la polycondensation des espèces aluminosilicates.

- Les matériaux à base de ciment géopolymères montrent des résistances mécaniques comparables, voire meilleures, que celles des mortiers portland. [65]

## 11. Utilisation des Géopolymères :

Le rapport atomique Si/Al dans la structure du poly (sialate) détermine les propriétés et le domaine d'utilisation des matériaux géopolymères (Tableau II.1). Cette nouvelle génération de matériaux, qu'ils soient utilisés tels quels ou renforcés avec des charges, trouvent désormais des applications dans certains domaines de l'industrie. Ces applications se trouvent dans l'industrie automobile, aérospatiale, fonderies non ferreuses, métallurgie, génie civil, industries du plastique, gestion des déchets ultimes, art et décoration, restauration des bâtiments et en médecine (biomatériaux de comblements osseux).

<u>Classification</u>	<u>Utilisations</u>
Poly (sialate) PS (Si/Al=1)	Brique, céramique, isolation thermique et anti-feu, médecine.
Poly (sialate-siloxo) PSS (Si/Al=2)	Ciment à teneur faible en CO <sub>2</sub> , encapsulation de déchets toxiques et radioactifs, résistance en feu.
Poly (sialate-disiloxo) PSDS (Si/Al=3)	Protection anti-feu (composite en fibre de verre), équipement de fonderie.

**Tableau II.1** : Classification des poly (sialates) et leurs utilisations. [66]

## Références Bibliographiques

- [47] : PUEPI KOM Hervé. Elaboration de ciments géopolymères poreux par utilisation du peroxyde d'hydrogène comme agent porogène, 2013.
- [48] : MILLIKEN INFRASTRUCTURE. Qu'est-ce qu'un géopolymère. Disponible sur : <[www.aquafixrehab.com](http://www.aquafixrehab.com)>
- [49] : BELKORCHIA Bouzid ; BEN MAMMAR Messaoud. Etude de la nature des nouvelles additions sur le comportement physique et mécanique des géopolymères, 2021/2022.
- [50] : ResearchGate.net, The first residential building made of alkali.
- [51] : BENAICHE Leila. Valorisation du kaolin pour la synthèse des géopolymères : Etude bibliographique, 2020.
- [52] : FameThemes. Qu'est-ce qu'un géopolymère ? Introduction. Disponible sur : <[www.geopolymer.org](http://www.geopolymer.org)> (page consultée le 07/03/23).
- [53] : TCHADJIE NOUBISSIE Léonel. Comportement thermique des géopolymères obtenus à partir d'une argile kaolonite, 2011/2012.
- [54] : Information normative : le point sur les métakaolins. Disponible sur : < doc.lerm.fr > (page consultée le 27/05/23).
- [55] : Laitiers de hauts-fourneaux-définition. Disponible sur : < m.actu-environnement.com > (page consultée le 27/05/23).
- [56] : Cendres volantes : définition- Glossaire. Disponible sur : <[www.infociments.fr](http://www.infociments.fr)> (page consultée le 27/05/23).
- [57] : DJOBO YANKWA Jean Noël. Effets de l'incorporation d'adjuvants minéraux sur les propriétés de ciments géopolymères à base de scories volcaniques, 2013.
- [58] : KPAN G MARIUS. Physico-chimie d'un géopolymère issu de l'activation alcaline d'un mélange de déchets de verre et d'une argile de Côte d'Ivoire : cas de l'argile de YAOU, 2016/2017.
- [59] : Nazneen ; SC. Daggubati ; V. Lakshminarayana. Le géopolymère un liant alternative potentiel pour le développement durable du béton dans ciment portland ordinaire, 2017.
- [60] : BENAICHE Leila. Valorisation du kaolin pour la synthèse des géopolymères : Etude bibliographique, 2020.
- [61] : SOUALMI Khadidja ; SEMGHOUNI Hassina. Etudes des propriétés des géopolymères élaborés à partir des kaolins de TAMAZERT, 2015.
- [62] : FARDJAOUI Noor El Houda. Synthèse des aluminosilicates de type géopolymères et zéolithe LTA à partir des kaolins. Application à l'adsorption des métaux lourds (Cu(II), Cr(VI)) et des colorants textiles (jaune bezanyl, vert nylomine), 2018.

[63] : Zongjin L ; Zhu D ; Yunsheng Z. Development of sustainable cementitious materials, international workshop on sustainable development and concrete technology. Chinese (2005).

[64] : BELKORCHIA Bouzid, BEN MAMMAR Messaoud. Etude de la nature des nouvelles additions sur le comportement physique et mécanique des géopolymères, 2021/2022.

[65] : Abdelaziz HASNAOUI ; Elhem GHORBEL ; George WARDEH. Comparaison entre des mortiers géopolymères et un mortier normalisé de même classe de résistance.

[66] : Davidovits J. Geopolymer chemistry and properties. In : J. Davidovits, J. Orlins, editor, Proceedings of the first European conference of soft mineralogy. The geopolymer Institute, Compiègne (1988).



# **Chapitre III**

## **Matériaux et méthodes**

## 1. Matériaux utilisés :

Pour élaborer les géopolymères dans notre étude, nous avons utilisé :

- Un matériau aluminosilicate : Métakaolin.
- Une solution alcaline.

### 1.1. Matériau argileux :

#### 1.1.1. Kaolin :

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 de kaolin.

Le gisement de Tamazert est situé au Nord-est de l'Algérie dans la Daïra d'El Milia (Wilaya de Jijel). Il est situé à 17 Km au Nord d'El Milia et entouré au Nord-Ouest par Djbel Adjar, à l'ouest par le douar Ould Boufaa, au sud par douar Boubazine et à l'est par les Collines d'azrar. Le gisement est compris entre longitude de 6°5 et la latitude boréale 36°5. Le douar M'chatt où se trouve le gisement de kaolin fait partie d'un massif montagneux au cœur des monts de la Kabylie de Collo d'El Milia. Le point culminant de la région se trouve à 701mètres (Ain sar). Les reliefs sont relativement abrupts.

Les utilisations de ce kaolin sont régies par plusieurs facteurs comprenant la composition minéralogique et les propriétés physiques et chimiques tels que : 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 viscosité, la plasticité, la résistance mécanique.....etc. [67]



**Figure III.1** : Le kaolin.

### 1.1.2. Solution alcaline :

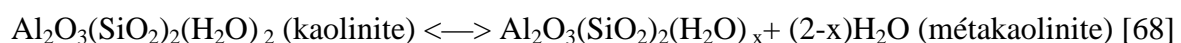
Une solution alcaline est un mélange de bases solides dissoutes dans l'eau. Le potentiel de l'hydrogène, également connu sous le nom d'échelle de PH, mesure le niveau d'alcalinité ou d'acidité d'une solution. Pour une solution alcaline, le niveau de PH doit être supérieur à 7. Une solution alcaline peut être synthétisée en laboratoire et peut également être formée dans des processus naturels tels que l'érosion.

Dans notre cas, nous avons préparé une solution alcaline par le mélange d'une solution aqueuse de l'hydroxyde de potassium avec l'alumine.

## 2. Préparation des matières premières :

### 2.1. Préparation du Métakaolin :

Les métakaolins sont obtenus par calcination d'argile kaolinique (silicate d'alumine hydraté) à une température de 800°C dans un four électrique pendant 24 heures. La température de calcination dépend du degré de pureté en kaolin (autrement dénommé kaolinite) de l'argile kaolinique utilisée. La calcination entraîne la déshydroxylation et une destruction de la structure cristalline initiale du kaolin. Le composé formé est la métakaolinite (kaolinite calcinée).



Le Kaolin en poudre fourni par le groupe LAFARGE fut d'abord séché à l'air libre ensuite dans une étuve de type WaseVen (Figure III.2) à 105°C durant 2 heures. Le Kaolin séché a été tamisé à 80 $\mu$ m puis calciné à 800°C pendant 24 heures dans un four électrique (Figure III.4), avec une vitesse de montée en température de 30°C/min. Le produit ainsi obtenu, appelé Métakaolin, fut conservé dans un récipient sec et étanche, à l'abri de toute contamination en humidité ou CO<sub>2</sub> pour éviter toute possibilité d'hydratation ou de carbonatation.



**Figure III.2** : Etuve de type WaseVen utilisée pour le séchage des matières premières



**Figure III.3** : Le métakaolin.



**Figure III.4 :** Four électrique.

## 2.2 Préparation de la solution alcaline :

D'abord, nous avons préparé une solution de l'hydroxyde de potassium (KOH) de molarité 10M en dissolvant les pastilles de ce sel dans de l'eau distillée, puis on mélange bien pour homogénéiser la solution.

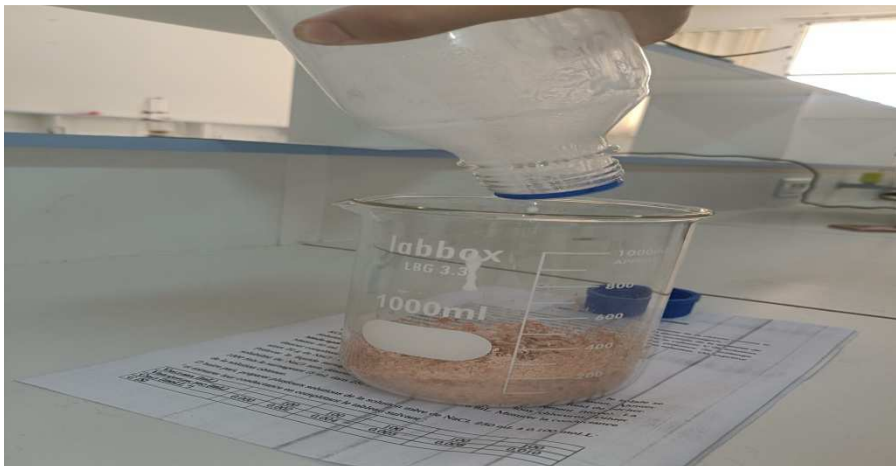
Ensuite, on prélève un volume de la solution préparée et on le met dans un flacon puis on verse une quantité de l'alumine, on ferme le flacon et on le mélange bien. Après la préparation de la solution alcaline, on le place dans une étuve à 75°C pendant au moins 16h.



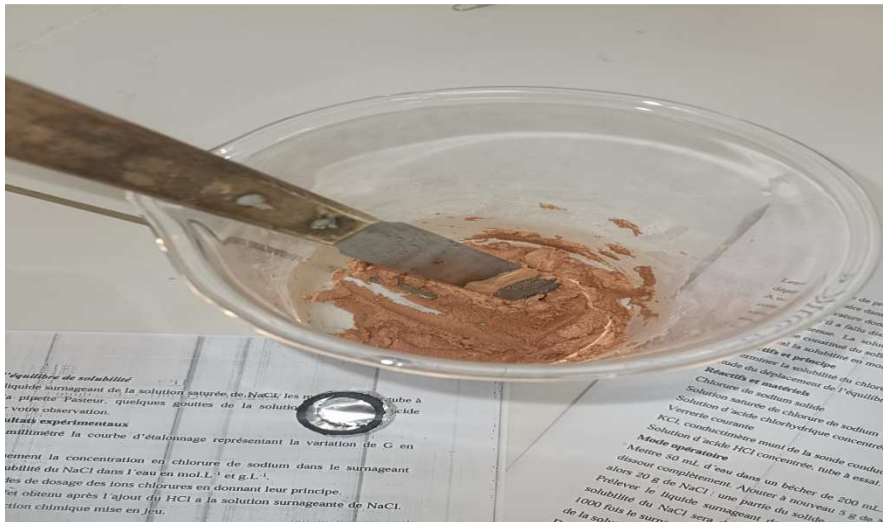
**Figure III.5 :** Une étuve.

### 3. Mode opératoire :

L'élaboration des pâtes de liants géopolymères de formule chimique  $(4\text{SiO}_2.\text{Al}_2\text{O}_3.\text{K}_2\text{O})$  à base de Métakaolin consiste à mélanger la solution alcaline préparée précédemment avec une poudre de Métakaolin selon un rapport molaire Si/Al égal à 3.26. On homogénéise le mélange à l'aide d'une spatule pendant 10 minutes d'où il en résulte une pâte homogène. Cette dernière est versée dans des moules cylindriques en PVC de 2 cm de diamètre recouvertes par le bas avec un papier d'aluminium et placée sur une plateforme vibrante durant 5 minutes pour extraire les bulles d'air contenues dans le mélange. Ensuite, on recouvre les moules par le haut avec un film transparent et chauffée à  $40^\circ\text{C}$  dans une étuve pendant 48 heures. Après ce temps, on retire le film et démoule les échantillons de géopolymères et conserve à  $40^\circ\text{C}$  dans la même étuve pendant 48 heures pour faire finalement la caractérisation.



**Figure III.6** : La poudre de métakaolin+la solution alcaline.



**Figure III.7 :** La pâte homogène de  $\text{KOH} + \text{Al}_2\text{O}_3$ .



**Figure III.8 :** Les moules.



**Figure III.9 :** Les échantillons des géopolymères.

## 4. Techniques de caractérisation :

### 4.1. Granulométrie Laser :

La granulométrie par diffusion laser est une technique de mesure indirecte utilisée pour déterminer la taille des particules des matériaux très fins. On entend par cela des matériaux qui mesurent seulement quelques centaines de nanomètres à plusieurs millimètres. Les appareils de granulométrie laser servent essentiellement aux industries qui traitent des matières en particules fines ou en poudre. Il n'est cependant pas rare d'en trouver dans des laboratoires et dans les centres médicaux. En effet, ces appareils de pointe permettent de mesurer avec précision des matériaux dont la taille est comprise entre  $0,01\mu$  et  $3500\mu\text{m}$ .

La granulométrie laser fonctionne grâce aux principes de diffraction et de diffusion d'un faisceau frappant une particule. Les particules passent à travers un rayon fixe et chacune d'elles diffracte la lumière en fonction de sa taille. La lumière diffractée est ensuite réceptionnée par un détecteur qui la transforme en une image de diffraction. À l'aide d'un modèle optique et d'une procédure appropriée, l'image va se transformer. À la fin, on obtient une courbe semi-logarithmique de la distribution de particules en volume. [69]

### 4.2. Surface spécifique par la méthode de BET :

La détermination des surfaces spécifiques par la méthode de BET représente une tâche majeure pour la caractérisation des solides poreux et finement dispersés. L'adsorption de gaz est la méthode la plus appropriée pour mesurer la surface spécifique BET. Si un gaz entre en contact avec un matériau solide, une partie des molécules de gaz dosées est adsorbée sur la surface de ce matériau.

La quantité de gaz adsorbé dépend de la pression du gaz, de la température, du type de gaz et de la taille de la surface. Après avoir choisi le gaz de mesure et la température, la surface spécifique d'un matériau solide peut être calculé de manière fiable et comparable à partir de l'isotherme d'adsorption.

Pour des raisons pratiques, l'adsorption de l'azote à une température de  $77^\circ\text{K}$  (azote liquide) a été établie comme méthode pour la détermination des surfaces spécifiques.



La formation d'une couche mono-moléculaire sur la surface est utilisée pour déterminer la surface spécifique, tandis que la condensation capillaire peut être utilisée pour évaluer le volume des pores et la distribution de la taille des pores. Avant l'analyse, l'échantillon est prétraité à température élevée sous vide ou sous gaz circulant dans le but d'éliminer tout contaminant. [70]

### **4.3. Diffractométrie des rayons X :**

La diffractométrie de rayons X (sur poudre) est une méthode d'analyse physico-chimique qualitative et quantitative. Cette technique permet de déterminer la nature de chaque phase cristalline au sein d'un échantillon mais aussi de remonter à la structure du système analysé (paramètres de maille, positions atomique, ...)

La diffractométrie de rayons X est une technique d'analyse basée sur la diffraction des rayons X par la matière. La méthode générale consiste à bombarder l'échantillon avec des rayons X, et à analyser l'intensité des rayons X qui est diffusée selon l'orientation dans l'espace. Les rayons X diffusés interfèrent entre eux, l'intensité présente donc des maxima dans certaines directions, on parle de phénomène de « diffraction ». On enregistre l'intensité détectée en fonction de l'angle de déviation  $2\theta$  du faisceau. [71]

### **4.4. Spectrométrie infrarouge à transformée de fourrier :**

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) est une technique utilisée pour obtenir un spectre infrarouge d'absorption ou d'émission à partir d'un solide, d'un liquide ou d'un gaz. Un spectromètre FTIR collecte simultanément des données à haute résolution spectrale sur une large plage spectrale. Les gaz typiques utilisés dans le FTIR sont l'azote et l'air zéro pour la purge et les mélanges de gaz pour l'étalonnage. [72]

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier est basée sur les ondes infrarouges. Ces ondes vont de  $12\ 800\text{ cm}^{-1}$  à  $10\text{ cm}^{-1}$  et sont divisées en trois groupes: le proche infrarouge, le moyen infrarouge et l'infrarouge lointain. La FTIR utilise quant à elle le moyen infrarouge qui s'étend de  $4\ 000\text{ cm}^{-1}$  à  $400\text{ cm}^{-1}$  ( $2,5\ \mu\text{m}$  à  $25\ \mu\text{m}$ ).

Quand une onde infrarouge est envoyée sur une molécule, cette dernière absorbe une partie de l'onde qui correspond aux liaisons présentes dans la molécule. L'absorption du rayonnement infrarouge ne peut avoir lieu que si la longueur d'onde correspond à l'énergie associée à un mode particulier de vibrations de la molécule. L'instrument a besoin d'un spectre de longueurs d'onde entre  $4.000\text{ cm}^{-1}$  à  $400\text{ cm}^{-1}$  car c'est dans ce domaine que la majorité des composés organiques produisent un spectre d'absorption unique.

La FTIR peut donc être considérée davantage comme une machine qui donne une idée des composants organiques d'un échantillon, mais qui ne peut pas déterminer à lui seul la constitution exacte de celui-ci. [73]

#### 4.5. Microscopie Électronique Balayage :

Le microscope électronique à balayage (MEB) (ou SEM Scanning Electron Microscope) est un appareil, pouvant fournir rapidement des informations sur la morphologie et la composition chimique d'un objet solide. Son utilisation est courante en biologie, chimie, métallurgie, médecine, géologie... Les premiers appareils ont été mis au point dans les années 40 mais les premiers appareils commerciaux ont été disponibles vers le milieu des années 60.

Le grandissement des microscopes optiques est limité à une valeur d'environ 1000 fois. En effet il n'est pas possible de séparer deux points plus proches l'un de l'autre que la longueur d'onde de la lumière utilisée.

De plus la profondeur de champ aux forts grandissements devient très faible et nécessite alors un polissage parfait des échantillons ce qui est incompatible avec une observation « dans l'état ».

Un MEB utilise un faisceau d'électron à la place des photons utilisés dans un microscope optique. Ceci permet de résoudre les deux inconvénients de la source lumineuse.

La longueur d'onde du faisceau électronique est 100000 fois plus faible que celle de la lumière, et d'autre part l'ouverture de ce faisceau est très faible.

Il en résulte que les appareils modernes permettent des grossissements jusqu'à 100 000 fois sur la plupart des matériaux solides tout en conservant une profondeur de champ compatible avec l'observation de surfaces tourmentées. [74]

#### **4.6. Analyses thermiques :**

##### **4.6.1. Analyse thermique différentielle (ATD) :**

L'analyse thermique différentielle (ATD) met en évidence les réactions exothermiques ou endothermiques qui ont lieu lors des différentes transformations pouvant se produire au cours du chauffage d'un échantillon de matériau. En ATD, on enregistre la différence de température (DT) entre l'échantillon étudié et une substance de référence qui ne manifeste aucun accident thermique dans la zone de température explorée. D'une manière générale, aux réactions endothermiques ( $DT < 0$ ) peuvent correspondre successivement le départ de l'eau absorbée, interfoliaire ou de constitution. Aux réactions exothermiques ( $DT > 0$ ), il peut correspondre la formation de nouveaux composés comme par exemple, la phase spinelle à partir du métakaolin à 980°C. [75]

##### **4.6.2. Analyse thermique gravimétrique (ATG) :**

L'analyse thermogravimétrique (ATG) consiste à enregistrer les pertes de masse d'un échantillon de matériau en fonction de la température, liées à des réactions chimiques ou à des départs de constituants volatils adsorbés ou combinés dans un matériau. Les températures où interviennent ces pertes de masses constituent des informations complémentaires à celles obtenues par ATD pour l'identification des phénomènes physico-chimiques impliqués, les deux caractérisations étant souvent effectuées simultanément dans le même appareil. [76]

#### 4.7. Essai de prise :

L'essai de prise a pour but de déterminer le temps de prise, c'est-à-dire qui s'écoule entre l'instant où le liant a été mis en contact avec l'eau de gâchage et respectivement le début de prise et fin de prise. On détermine le début de prise ou fin de prise à l'aide de l'aiguille de Vicat qui s'enfonce dans un moule tronconique rempli de pâte.

Le début de prise est l'intervalle de temps qui s'écoule entre l'instant du début de gâchage et celui où l'aiguille de Vicat ne prend plus jusqu'au fond c'est-à-dire s'arrête à une distance du fond du moule supérieure à  $4 \text{ mm} \pm 1$ .

Fin de prise c'est le temps qui sépare le début de gâchage de ciment jusqu'au moment où la sonde portant l'aiguille ne s'enfonce plus dans la pâte.

L'essai de prise est normalement effectué sur un mortier normal, il peut être effectué sur pâte normale, il est exécuté sur éprouvette conservée dans une armoire humide. [77]



**Figure III.10** : L'appareil de Vicat.

#### 4.8. Essais mécaniques :

Les essais de compression sont l'un des types d'essais mécaniques les plus fondamentaux, avec les essais de traction et de flexion. Les essais de compression sont utilisés pour déterminer le comportement d'un matériau sous des charges d'écrasement appliquées, et sont généralement réalisés en appliquant une pression de compression à un échantillon (généralement de géométrie cubique ou cylindrique) à l'aide de plateaux ou des montages spécialisés sur une machine d'essai universelle. Pendant l'essai, diverses propriétés du matériau sont calculées et représentées sous la forme d'un diagramme de contrainte-déformation qui sert à déterminer des qualités telles que la limite élastique, la limite proportionnelle, le point de limite d'élasticité, la limite d'élasticité, et pour certains matériaux, la résistance à la compression. [78]

## Références bibliographiques

[67] : SOUALMI Khadidja ; SEMGHOUNI Hassina. Etudes des propriétés des géopolymères élaborés à partir des kaolins de TAMAZERT. Mémoire : génie chimique. BEJAIA : Université A. MIRA, 2015, page 15.

[68] : Céline Perlot ; Patrick Rougeau. Intérêt des métakaolins dans les bétons, Septembre 2007, page 8.

[69] : Antoine. Qu'est-ce que la Granulométrie Laser. Disponible sur : <[www.francodiff.org](http://www.francodiff.org)> (page consultée le 30/04/23).

[70] : Analyse BET de surface – adsorption de gaz. Disponible sur : <[www.ribori-instrumentation.com](http://www.ribori-instrumentation.com)> (page consultée le 06/05/23).

[71] : Romuald SAINT-MARTIN. DRX sur poudre – icmmo. Disponible sur : <[www.icmmo.universite-paris-saclay.fr](http://www.icmmo.universite-paris-saclay.fr)>.

[72] : Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR). Disponible sur : <[www.airproducts.fr](http://www.airproducts.fr)> (page consultée le 01/05/23).

[73] : A. Bonneau. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR). Disponible sur : <[www.archeologie.qc.ca](http://www.archeologie.qc.ca)> (page consultée le 01/05/23).

[74] : Le microscope électronique à balayage. Disponible sur : <[www.ecam.fr](http://www.ecam.fr)> (page consultée le 01/05/23).

[75], [76] : TCHADJIE NOUBISSIE Léonel. Comportement thermique des géopolymères obtenus à partir d'une argile kaolonite. Mémoire : chimie inorganique. Cameroun : Université de Yaoundé 1, 2011/2012, page 21.

[77] : Rapport de stage, 2023.

[78] : Qu'est-ce qu'un test de compression. Disponible sur : <[www.instron.com](http://www.instron.com)> (page consultée le 08/05/23).

## **Chapitre IV**

### **Résultats et discussions**

## 1. Caractérisation du kaolin :

### 1.1. Analyses chimiques :

La connaissance de la composition chimique de la source aluminosilicate est très importante car celle-ci influence considérablement les propriétés mécaniques du géopolymère. Le tableau IV.1 montre les résultats des analyses chimiques exprimés en pourcentages massiques d'oxydes de la matière première (kaolin). Où d'après cette analyse, on remarque que notre argile est constituée majoritairement de la silice (53.14%) et de l'alumine (27.72%) avec des faibles quantités de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{SO}_3$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{Cl}$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$  et  $\text{TiO}_2$ . Le rapport  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3=3$  est une valeur importante traduit la présence de la silice libre dans l'argile.

<u>Oxydes</u>	<u>Proportion (% masse)</u>
$\text{SiO}_2$	53.14
$\text{Al}_2\text{O}_3$	27.72
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	0.75
$\text{CaO}$	2.63
$\text{MgO}$	0.40
$\text{SO}_3$	0.359
$\text{K}_2\text{O}$	3.77
$\text{Na}_2\text{O}$	0.199
$\text{Cl}$	0.005
$\text{P}_2\text{O}_5$	0.17
$\text{TiO}_2$	0.88

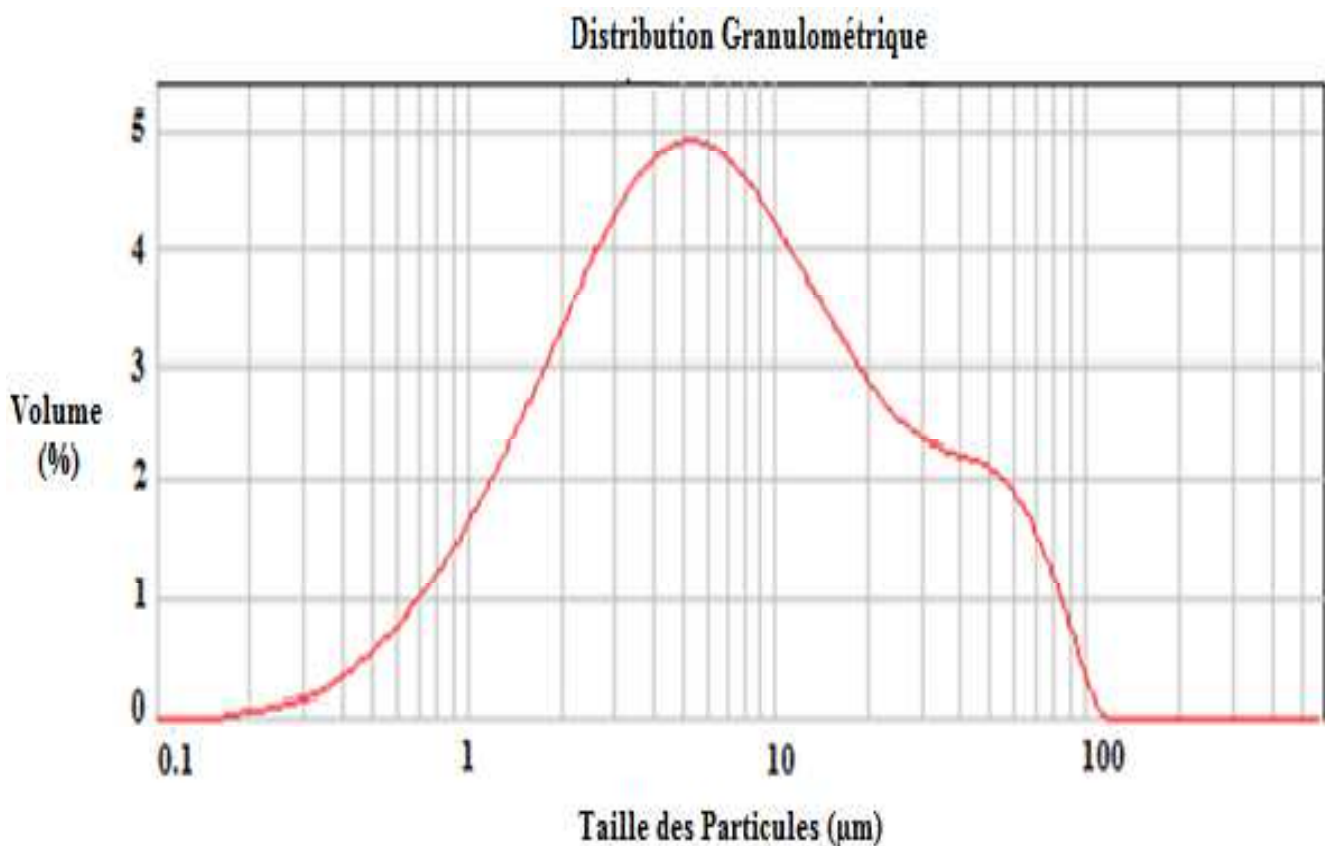
**Tableau IV.1** : Composition chimique par fluorescence X du kaolin utilisé.



### 1.2. Analyse granulométrique et surface spécifique :

Le Kaolin utilisé pour la synthèse du géopolymère dans cette étude a été caractérisé par la technique Lazer pour évaluer la granulométrie de la poudre. Les résultats de l'analyse sont donnés dans la Figure IV.1.

Les valeurs enregistrées par la technique Lazer (Figure IV.1) montrent que le Kaolin utilisé est de faible granulométrie, dont plus de 60% de la masse présente une taille de particule inférieure à 60  $\mu\text{m}$ . Cette taille réduite des particules du Kaolin facilite sa transformation minéralogique par calcination pour former un métakaolin de faible granulométrie conduisant à une grande activité chimique, ce qui catalyse la réaction de géopolymérisation.



**Figure IV.1.** Distribution granulométrique du Kaolin (K) déterminée par la technique de Granulométrie Laser.

Selon Kirschner et Harmuth, les matières premières des géopolymères nécessitent une surface spécifique comprise entre 16 et 29 m<sup>2</sup>/g, où cette dernière a une grande influence sur le degré de réactivité d'un matériau. Les surfaces spécifiques du Kaolin et Métakaolin, déterminées par la méthode de BET, sont données dans le Tableau IV.2. Il ressort de ce Tableau que la surface spécifique du Kaolin (24,2 m<sup>2</sup>/g) augmente après calcination à 800°C pour enregistrer une valeur de 26,8 m<sup>2</sup>/g après transformation totale en Métakaolin.

<u>Matériaux</u>	<u>Surface Spécifique (m<sup>2</sup>/g)</u>
Kaolin	24.2
Meta kaolin	26.8

**Tableau IV.2 :** Surface spécifique du Kaolin et métakaolin.

Les résultats donnés par la Figure IV.1 et le Tableau IV.2 montrent une forte corrélation entre la distribution granulométrique et la surface spécifique ; plus les particules du matériau ont une taille réduite, plus leur surface spécifique est grande, et plus le matériau est susceptible de réagir en présence de la solution alcaline.

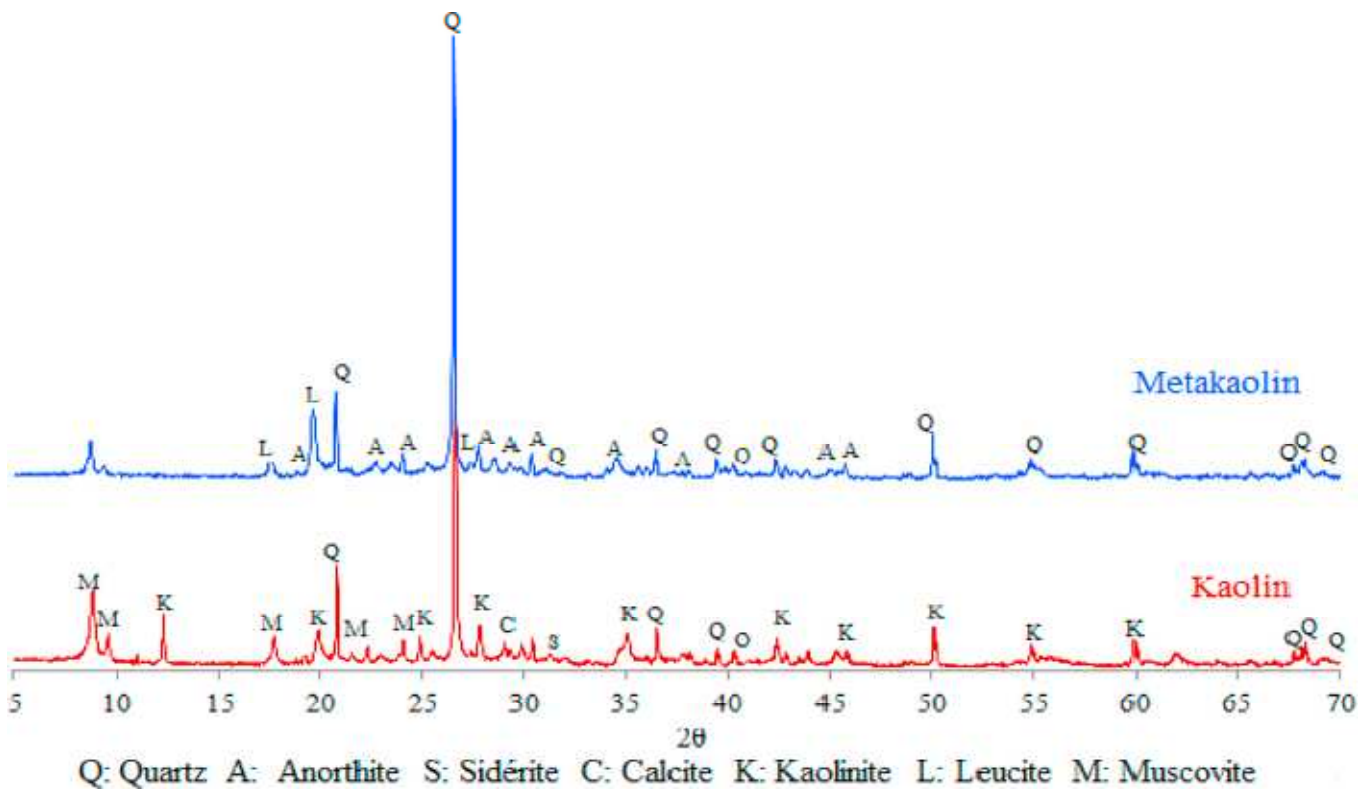
### 1.3. Analyse minéralogique par Diffractométrie des Rayons X (DRX) :

La composition minéralogique du Kaolin avant et après calcination à 800°C a été déterminée par diffraction des rayons X. Les résultats sont donnés dans la Figure IV.2. Les différentes phases minéralogiques contenues dans les matériaux de cette étude sont illustrées dans le Tableau IV.3. Le Kaolin contient les minéraux de Quartz, Kaolinite, Muscovite, Calcite et Sidérite (Figure IV.2). Après calcination à 800 ° C, le Kaolin a été transformé en une phase amorphe, qui est le Métakaolin (2θ/20-35°). Dans le mélange calciné nous remarquons une absence totale de la Kaolinite ce qui justifie sa transformation totale en Métakaolin. Ce dernier se trouve mélangé avec du Quartz, qui ne peut pas se décomposer à cette température, à côté de l'Anorthite qui en résulte de la réaction chimique à l'état solide du Métakaolin formé avec le CaO décomposé de la Calcite. La présence de la Leucite est également observée suite à la transformation thermique de la Muscovite (Figure IV.2). Il est également observé l'augmentation du pic de quartz après calcination à 800°C ce qui est probablement dû à l'augmentation de la quantité de silice. L'apport supplémentaire du quartz résulte de la décomposition partielle de la Kaolinite et la Muscovite à cette température. Le Métakaolin

avec sa structure désordonnée en addition des autres minéraux actifs peuvent accélérer les réactions de combinaison conduisant à la formation du géopolymère liant.

<u>Phases Minéralogiques</u>	<u>Désignations</u>	<u>Formules Chimiques</u>	<u>N°. ICDD</u>
Quartz	Q	SiO <sub>2</sub>	33-1161
Kaolinite	K	Al <sub>2</sub> Si <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (OH) <sub>4</sub>	14-164
Siderite	S	FeCO <sub>3</sub>	29-0696
Calcite	C	CaCO <sub>3</sub>	05-0586
Kalicinite	Ka	KHCO <sub>3</sub>	12-292
Muscovite Synthétique	M	KAl <sub>2</sub> Si <sub>3</sub> AlO <sub>18</sub> (OH) <sub>2</sub>	07-25
Biotite	B	K (Fe,Mg) <sub>3</sub> AlSi <sub>3</sub> O <sub>10</sub> (OH) <sub>2</sub>	02-45
Leucite	L	K(Si <sub>2</sub> AlO <sub>6</sub> )	27-24
Anorthite	A	CaAl <sub>2</sub> Si <sub>2</sub> O <sub>8</sub>	12-0301

**Tableau IV.3 :** Formules chimiques et références de cartes ICDD des différentes phases minéralogiques.



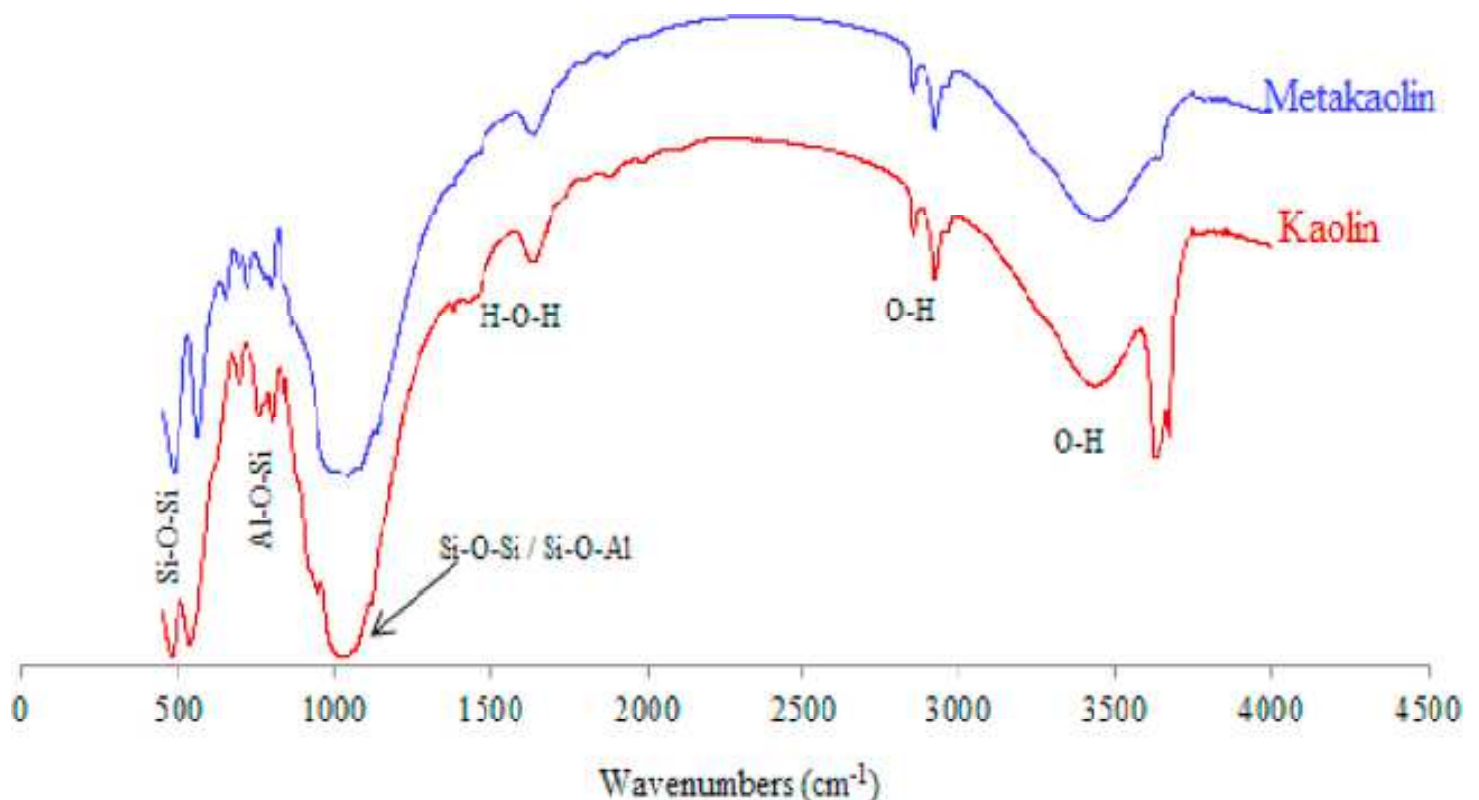
**Figure IV.2 :** Diffractogrammes des rayons X du Kaolin (K) et du Métakaolin (MK).

#### 1.4. Analyse par Spectroscopie Infrarouge à Transformé de Fourier (FTIR) :

La technique d'analyse par Infrarouge à Transformé de Fourier (FTIR) a également été utilisée pour montrer les groupes fonctionnels contenus dans les matériaux utilisés, Kaolin et Métakaolin (Figure IV.3). Les résultats indiquent la présence des groupes fonctionnels Si-O-Al, Si-O-Si et O-H dans les matières premières.

Le spectre FTIR du Kaolin est caractérisé par une double bande O-H entre 3550 et 3700  $\text{cm}^{-1}$  qui explique la présence d'eau chimique dans la structure de la Kaolinite. Après calcination à 800°C, ces bandes disparaissent, ce qui confirme la formation du Métakaolin.

La transformation de la Kaolinite en Métakaolin est confirmée par la disparition des bandes à 998 et 908  $\text{cm}^{-1}$  et la diminution des intensités des bandes Si-O-Si (550  $\text{cm}^{-1}$ ) et Si-O-Al (620  $\text{cm}^{-1}$ ) lorsque le Kaolin est calciné, ce qui explique la destruction des liaisons Si-O et Al-O d'argile ainsi que la présence de la silice amorphe dans le Métakaolin.



**Figure IV.3** : Spectre infrarouge du Kaolin et Métakaolin.

## 2. Caractérisation des liants géopolymères à base de métakaolin :

### 2.1 Analyse chimique :

<b><u>Oxydes</u></b>	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	SO <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	PF*
<b><u>Pourcentage</u></b> <b><u>massique</u></b> <b>(W<sub>t</sub>%)</b>	49.61	24.56	1.18	3.37	0.96	0.04	10.16	0.02	9.75

**Tableau IV.4** : Composition chimique, déterminée par Fluorescence X, du géopolymère obtenu (GMK).

Ce géopolymère liant est composé principalement de silice et d'alumine. Un pourcentage important de K<sub>2</sub>O est observé, ce qui est dû à la présence de cet oxyde dans le Métakaolin d'une part, et d'autre part, à l'utilisation de l'hydroxyde de potassium (KOH) comme solution alcaline. La perte au feu (PF\*) se trouve également en quantité importante et représente la présence de l'eau chimiquement liée aux molécules du géopolymère. D'autres oxydes sont présents mais en teneurs faibles comme CaO et Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ou en traces tels que SO<sub>3</sub>, MgO et Na<sub>2</sub>O.

Les rapports	Rapport molaire			Rapport massique		
	Si/Al	K/Si	K/Al	SiO <sub>2</sub> /Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O/SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Géopolymère	1.73	0.27	0.46	2.02	0.21	0.41

**Tableau IV.5** : Principaux rapports molaires et massiques des oxydes du Géopolymère Liant synthétisé.

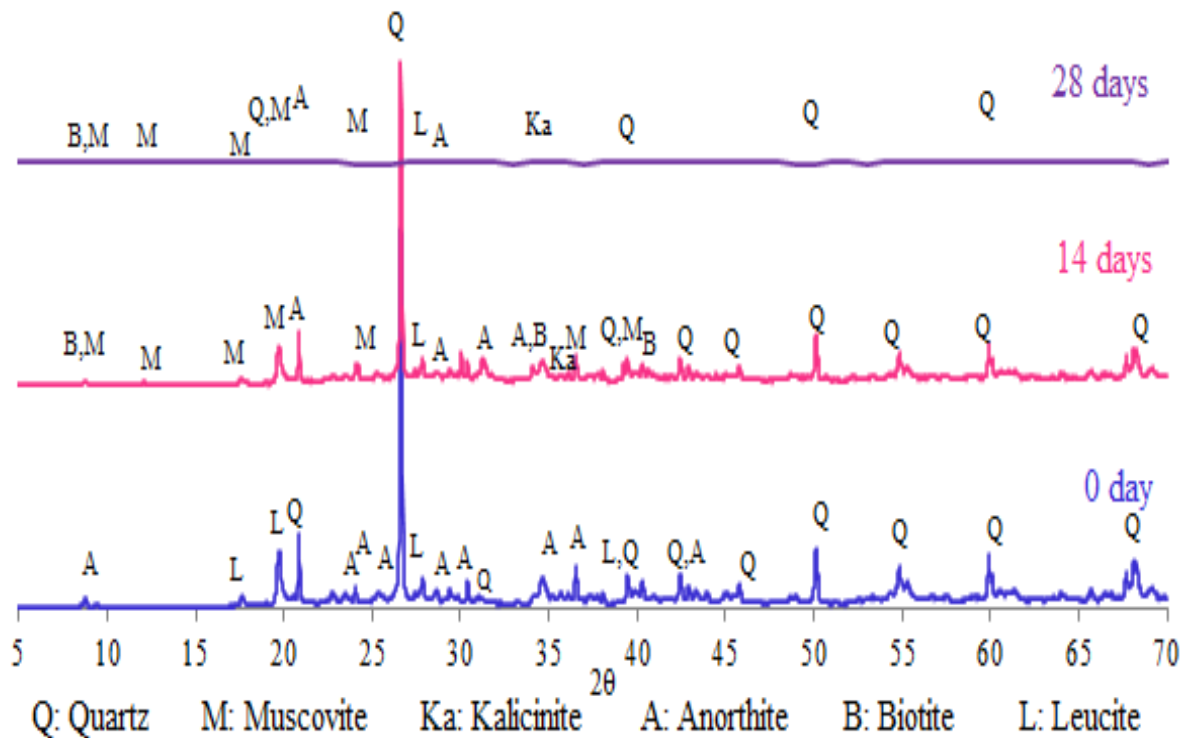
Le rapport Silice/Alumine est le plus important et dépasse 2 en masse, par contre les deux autres rapports Potasse/Silice et Potasse/Alumine sont inférieurs à l'unité (Tableau IV.5). Ceci est justifié par le pourcentage massique important de la Silice puis de l'Alumine devant celui de  $K_2O$ . Ces rapports seront utilisés plus tard dans cette étude pour interpréter les résultats des propriétés du géopolymère selon des études bibliographiques.

## 2.2. Diffractométrie des rayons X du GMK :

L'évolution du durcissement de la pâte du géopolymère obtenu à partir du Kaolin a été suivie par analyse DRX. Les résultats de cette analyse effectuée sur des pâtes du géopolymère après durcissement à différents âges (0, 14, 28 jours) sont illustrés dans la Figure IV.4.

Le géopolymère en début de durcissement est constitué principalement de métakaolin renfermant en plus du Quartz ( $SiO_2$ ), l'Anorthite ( $CaAl_2Si_2O_8$ ) et la Leucite ( $KSi_2AlO_6$ ). Ces deux derniers minéraux sont des anhydres d'aluminosilicates de calcium et de potassium résultant de la calcination du Kaolin à  $800^\circ C$ .

Après 14 jours de géopolymérisation, d'autres minéraux se sont formés en raison de la réaction chimique entre les oxydes d'aluminosilicates dans la solution alcaline de KOH. Les minéraux résultants sont la muscovite synthétique [ $KAl_2Si_3AlO_{18}(OH)_2$ ], la biotite [ $K(Fe,Mg)_3AlSi_3O_{10}(OH)_2$ ] et la Kalicinite ( $KHCO_3$ ). Avec l'augmentation du temps de durcissement, les pics DRX des minéraux diminuent pour atteindre de très faibles intensités à 28 jours. Ceci est probablement dû à l'amorphisation des hydrates dans le géopolymère à base de Kaolin. Les minéraux d'hydrates amorphes constituent le gel de la pâte et conduisent à la consolidation de la texture qui améliore la résistance à la compression du géopolymère. Ce phénomène est similaire à celui des pâtes de ciment Portland dont le durcissement des hydrates C-S-H conduit à l'amélioration des performances mécaniques du matériau.



**Figure IV.4 :** Diffractogrammes des Rayons X du Géopolymère à base de Métakaolin (GMK) à 0, 14 et 28 jours de durcissement.

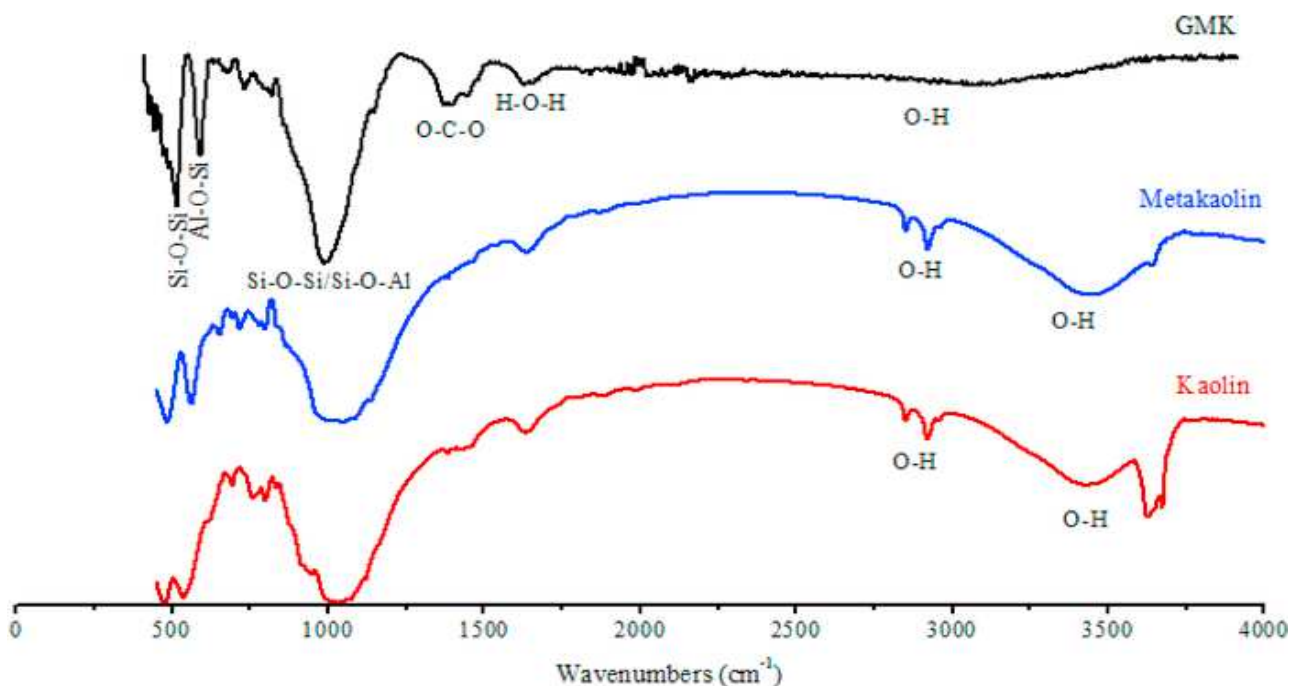
### 2.3. Analyse du géopolymère synthétisé par la technique Infrarouge (FTIR) :

La technique Infrarouge (FTIR) a été utilisée pour analyser la pâte du géopolymère après 28 jours de durcissement. Les résultats de l'analyse de cette pâte et du Kaolin et Métakaolin utilisés sont donnés dans la Figure IV.5.

Le spectre IR du géopolymère après 28 jours de durcissement et ceux du Kaolin et Métakaolin montrent certaines différences dans la formation des groupes fonctionnels. Le spectre du Kaolin est caractérisé par une double bande O–H entre  $3550$  et  $3700\text{ cm}^{-1}$  qui explique la présence de l'eau chimiquement liée dans la structure de la Kaolinite. Après calcination à  $800^\circ\text{C}$ , ces bandes disparaissent, ce qui confirme la formation du métakaolin. La bande formée entre  $2800$  et  $3600\text{ cm}^{-1}$ , attribuée à la liaison O–H de basse énergie résultant de l'humidité et de l'eau adsorbée dans le Kaolin et Métakaolin, disparaît du géopolymère du fait de la combinaison entre cette eau est les différents aluminosilicates lors de la géopolymérisation amorcée par la solution fortement alcaline de KOH. Vers  $1630\text{ cm}^{-1}$  la bande du groupe fonctionnel (H–O–H), caractérisant l'eau chimiquement liée dans le Kaolin

et le Métakaolin, apparaît également dans le géopolymère. Ceci explique la formation d'autres hydrates de gel amorphe dans la pâte du géopolymère.

La bande entre 1300 et 1430  $\text{cm}^{-1}$  dans le géopolymère est attribuée à une fonction O–C–O résultant de la carbonatation qui produit la Kalicinite ( $\text{KHCO}_3$ ) déjà observée dans les diffractogrammes des Rayons X (Figure IV.5). Il est également montré par cette analyse que les intensités des bandes caractérisant les groupes fonctionnels Si–O–Si ( $550 \text{ cm}^{-1}$ ) et Si–O–Al ( $620 \text{ cm}^{-1}$ ) diminuent lorsque le Kaolin est calcinée, ce qui explique la destruction des liaisons Si–O et Al–O d'argile. La bande entre 900 et 1100  $\text{cm}^{-1}$  est très large dans le Kaolin et le Métakaolin, mais dans le géopolymère elle s'intensifie et devient très aigue. Ceci explique la formation de très fortes liaisons dans les molécules d'aluminosilicates du géopolymère conduisant à l'augmentation de sa résistance mécanique. Cette caractéristique est également révélée par l'apparition dans le spectre du géopolymère d'une bande intense du groupe fonctionnels Si–O–Al à  $620 \text{ cm}^{-1}$ .



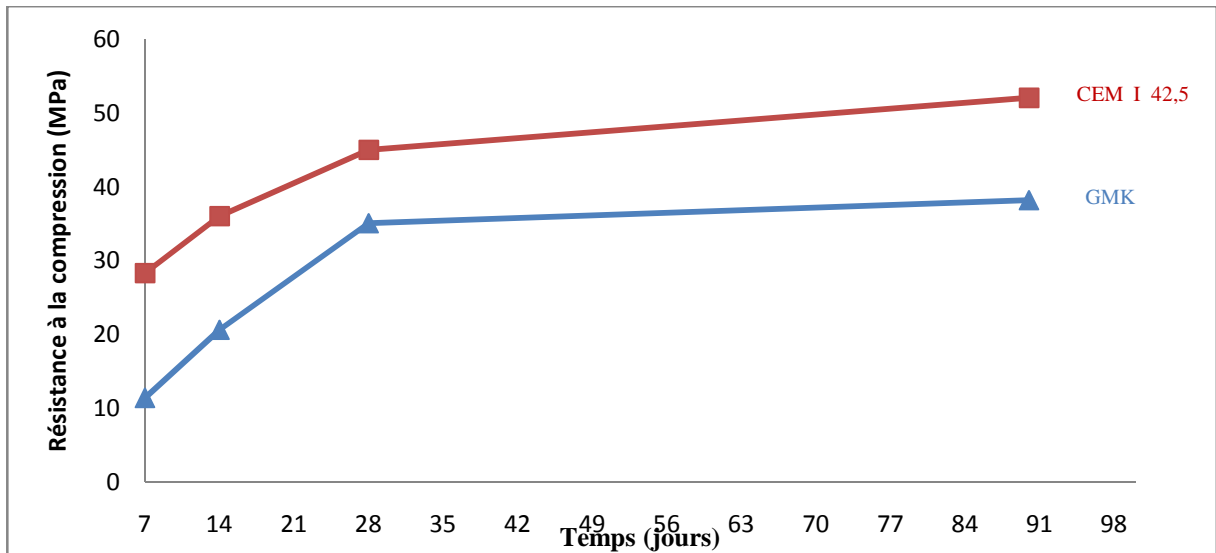
**Figure IV.5** : Spectres Infrarouge (FTIR) du GMK durci à 28 jours et de ses matières premières (Kaolin et Métakaolin).



## 2.4. Résistance à la compression de la pâte géopolymère élaborée (GMK) :

L'évolution rapide du durcissement de la pâte géopolymère au jeune âge est due à la cinétique des réactions chimiques des aluminosilicates contenues dans le métakaolin amorcé par la solution alcaline et catalysé par la présence de  $K_2O$ . Les valeurs de résistance à la compression de la pâte du GMK à tout âge de durcissement (14, 28 jours) sont très proches de celles du ciment Portland ordinaire de type CEM I 42,5 (Figure IV.6). Ceci montre que ce matériau géopolymère liant est de performances mécaniques importantes qui lui permettent de substituer totalement les liants conventionnels.

Dans le cas de cette étude, les performances mécaniques sont liées à la composition minéralogique, aux caractéristiques structurales et à la nature des liaisons dans les molécules du géopolymère obtenu (GMK). Comme cela a été montré par l'analyse DRX (Figure IV.4), le géopolymère durci GMK est riche en minéraux amorphes et cristallins d'hydrates d'aluminosilicates comme la Muscovite synthétique, la Phillipsite et la Biotite, contenant Ca, K, Na et Mg fortement liés aux Si et Al par des ponts d'oxygène avec des liaisons chimiques. Ces minéraux se caractérisent par de très fortes liaisons Si-O, Al-O, Si-O-Al, Si-OH, Al-OH, Si-O-Al-OH, Ca-O-Si, K-O-Si-OH, Na-Al-OH, ce qui a été mis en évidence par l'analyse FTIR (Figure IV.5). Ces caractéristiques sont à l'origine de la grande résistance à la compression de la pâte géopolymère élaborée. Selon Duxson et al. (2005) et Ozer et Soyer-Uzun (2015), la résistance à la compression du géopolymère à base de Métakaolin atteint sa valeur maximale lorsque les rapports molaires Si/Al et K/Al atteignent 1,7 à 2,2, ce qui est en accord avec nos travaux dans le cas du rapport Si/Al, mais le rapport K/Al est inférieur à cette valeur. Khale et Chaudhary (2007) ont montré que la plus grande résistance à la compression d'une pâte géopolymère est obtenue lorsque les rapports massiques de  $K_2O/SiO_2$ ,  $K_2O/Al_2O_3$  et  $SiO_2/Al_2O_3$  atteignent 0,2-0,48 ; 0,8-1,6 et 3,3-4,5 respectivement. Néanmoins, ces rapports enregistrent des valeurs inférieures dans le cas du géopolymère GMK synthétisé dans notre étude. Les résultats de notre étude nous permettent de déduire que les valeurs de la résistance à la compression de ce géopolymère synthétisé auraient été plus élevées si la concentration de KOH et de  $SiO_2$  était plus importante.



**Figure IV.6** : Comparaison de la Résistance à la compression du GMK et du CEM I 42,5.

## Conclusion générale :

Ce travail a permis de montrer que le Kaolin Algérien provenant de djebel Tamazert, El Milia, wilaya de Jijel peut être utilisé comme source de matières premières d'aluminosilicates pour l'élaboration de liants géopolymères et moins couteux en énergie à partir d'un matériau aluminosilicate .

L'ensemble des résultats obtenus permet de confirmer ce qui suit

- les analyses chimiques ont montré la richesse de ce Kaolin en Silice et Alumine avec la présence d'autres impuretés notamment  $K_2O$  et  $CaO$  qui ont pu jouer des rôles positifs dans la synthèse et les propriétés du géopolymère élaboré.
- La technique de granulométrie Lazer ainsi que la méthode BET ont permis de montrer la grande finesse du Kaolin et de déduire sa grande réactivité qui a facilité la géopolymérisation.
- La méthode de calcination de kaolin à  $800^\circ C$  améliore l'activité chimique nécessaire pour la géopolymérisation.
- L'analyse minéralogique par diffraction des rayons X a montré que le géopolymère à base de kaolin est composé d'un mélange des minéraux d'aluminosilicates tels que : la Muscovite, la Biotite, la Kalicinite.....etc. Ces minéraux consolident la texture des pâtes des géopolymères en améliorant leur résistance mécanique.
- L'analyse FTIR des géopolymère a base de Kaolin, montre la présence de plusieurs bandes comme : Si-O, Al-O, Si-O-Al, O-H, ce qui justifie la formation d'hydrates d'aluminosilicates. L'augmentation des intensités des bandes proportionnellement au temps de durcissement semble expliquer le développement des forces des liaisons conduisant au renforcement de la structure du géopolymère et par conséquent sa rigidité mécanique.
- Les essais mécaniques ont montré que la résistance à la compression du GMK augmente en fonction du temps de durcissement pour atteindre une valeur très importante après 28 jours.

