



UNIVERSITE D'ANTANANARIVO
ECOLE SUPERIEURE POLYTECHNIQUE



DEPARTEMENT SCIENCES DES MATERIAUX
ET METALLURGIE

Mémoire de fin d'étude Présenté par

RATOVONDRAHONA Joahary Hasina
RAKOTONIRINA Zo Ny Aina

en vue de l'obtention du
DIPLOME D'ETUDE APPROFONDIE
Option : Sciences des Matériaux

**ESSAI DE FABRICATION D'UNE RESINE
MINERALE
PAR LE PROCEDE DE GEOPOLYMERISATION**

Soutenue le 18 Septembre 2006



UNIVERSITE D'ANTANANARIVO
ECOLE SUPERIEURE POLYTECHNIQUE



DEPARTEMENT SCIENCES DES MATERIAUX
ET METALLURGIE

Mémoire de fin d'étude Présenté par

RATOVONDRAHONA Joahary Hasina
RAKOTONIRINA Zo Ny Aina

en vue de l'obtention du
DIPLOME D'ETUDE APPROFONDIE
Option : Sciences des Matériaux

**ESSAI DE FABRICATION D'UNE RESINE
MINERALE
PAR LE PROCEDE DE GEOPOLYMERISATION**

Soutenue le 18 Septembre 2006, devant le jury composé de :

Président : Dr. RANARIVELO Michel
Rapporteurs : Pr. RANAIVONIARIVO Velomanantsoa Gabriely
Examineurs : Pr. RAKOTOMARIA Etienne
Pr. ANDRIANARY Philippe
Dr. ANDRIAMANDRANTO Daniel

REMERCIEMENTS

Ce mémoire a pu être réalisé grâce à :

Dieu Tout Puissant à qui nous louons sa Puissance et sa miséricorde

Il a aussi vu le jour grâce à plusieurs personnes dont nous ne pouvons les citer toutes ici au risque de commettre des omissions, mais à eux sans distinction aucune, nous adressons nos plus vifs remerciements.

Par contre, nous nous permettons d'exprimer ici notre profonde gratitude à l'endroit de ces personnes :

- *Monsieur Le Professeur RAMANANTSIZEHENA Pascal, Directeur de l'Ecole Supérieure Polytechnique d'Antananarivo*
- *Monsieur RANARIVelo Michel, Chef de Département Sciences des Matériaux et Métallurgie à l'Ecole Supérieure Polytechnique d'Antananarivo, pour le grand honneur qu'il nous fait d'avoir accepté de présider cette soutenance de mémoire*
- *Professeur RAKOTOMARIA Etienne, Professeur ANDRIANARY Philippe et Monsieur ANDRIAMANDRANTO Daniel, maître de conférence, membres de Jury qui ont accepté avec sympathie d'examiner ce travail*
- *Notre Directeur de mémoire Monsieur le Professeur RANAIVONIRIVO Velomanatsoa Gabriely, qui a beaucoup apporté sans ménagement à la réalisation de ce travail. Vos conseils nous ont été de grandes utilités. Vos assistances à notre personne ont été très précieuses depuis la préparation de notre ingénieur jusqu'à maintenant*
- *Les Responsables de laboratoire de Chimie minérale de l'ESPA*
- *Madame LANDINIAINA qui nous aide beaucoup à la réalisation de ce document*

Puisse Dieu vous combler de sa Générosité. Merci !

SOMMAIRE

REMERCIEMENTS	I
LISTE DES TABLEAUX	
IV	
LISTE DES FIGURES	V
LISTE DES PHOTOS	VI
ABREVIATIONS	
VII	
INTRODUCTION GENERALE	1
Chapitre I : GENERALITES SUR LES SILICATES	4
<i><u>1.1. NOTION SUR LA SILICE</u></i>	<i><u>4</u></i>
<i><u>1.2. LES SILICATES (4)</u></i>	<i><u>9</u></i>
<i><u>1.3. CONCLUSION</u></i>	<i><u>11</u></i>
Chapitre II : LES ARGILES	12
<i><u>2.1. DEFINITION</u></i>	<i><u>12</u></i>
<i><u>2.2. STRUCTURES ET CLASSIFICATIONS</u></i>	<i><u>12</u></i>
<i><u>2.3. LE KAOLIN</u></i>	<i><u>15</u></i>
<i><u>2.4. LES LATERITES</u></i>	<i><u>16</u></i>
<i><u>2.5. CONCLUSION</u></i>	<i><u>20</u></i>
Chapitre III : LES POLYMERES	21
<i><u>3.1. DEFINITION</u></i>	<i><u>21</u></i>
<i><u>3.2. MONOMERE</u></i>	<i><u>21</u></i>
<i><u>3.3. STRUCTURE DES POLYMERES</u></i>	<i><u>22</u></i>
<i><u>3.4. LES RESINES</u></i>	<i><u>23</u></i>
<i><u>3.5. POLYMERISATION</u></i>	<i><u>24</u></i>
<i><u>3.6. CONCLUSION</u></i>	<i><u>27</u></i>
Chapitre IV : NOTIONS SUR LES GEOPOLYMERES	28
<i><u>4.1. GENERALITES</u></i>	<i><u>28</u></i>
<i><u>4.2. DEFINITIONS</u></i>	<i><u>28</u></i>
<i><u>4.3. STRUCTURES ET PROPRIETES DES GEOPOLYMERES (16) ;(17)</u></i>	<i><u>29</u></i>

<u>4.4. DIFFERENTS PRODUITS GEOPOLYMERES</u>	<u>35</u>
<u>4.5. CONCLUSION</u>	<u>37</u>
Chapitre V : RAPPEL SUR LES METHODES DE PREPARATION DES SILICATES SOLUBLES	39
5.1. METHODE PAR VOIE HUMIDE	39
5.2. METHODE PAR VOIE SECHE OU FUSION ALCALINE	39
Chapitre VI : CARACTERISATIONS DES MATIERES PREMIERES	42
6.1. LES MATIERES PREMIERES POUR LA FABRICATION DE NOS PRODUITS	42
6.2. LES METHODES DE CARACTERISATION	43
6.3. CARACTERISATIONS DES MATIERE PREMIERES	48
6.4. PRE TRAITEMENTS DES MATIERES PREMIERES.	53
Chapitre VII : ESSAIS DE FABRICATION DE RESINE MINERALE	56
7.1. PARAMETRES INFLUENÇANT LA PREPARATION DE NOTRE PRODUIT	56
7.2. PRINCIPE DE LA FABRICATION	57
7.3. MODES OPERATOIRES	58
7.4. ESSAIS DE FABRICATION	61
7. 5. CARACTERISATION DU PRODUIT FINIS	68
7.6. CONCLUSION	69
Chapitre VIII : APPLICATIONS AUX MATERIAUX DE CONSTRUCTION	70
8.1. LES AGGLOMERES A BASE DE SABLE	70
8. 2. APPLICATION A LA STABILISATION DES BRIQUES DE LATERITE	75
8.3. AGGLOMERES A BASE DE SCIURE DE BOIS	79
8.4. AUTRES APPLICATIONS	81
<u>CONCLUSION GENERALE</u>	<u>82</u>

LISTE DES TABLEAUX

Tab 1	: Variation de la chaleur massique de la silice	6
Tab 2	: Variation de la conductivité thermique de la silice fondue	7
Tab 3	: Variation de la conductivité thermique de la silice transparente et opaque	7
Tab 4	: Application sur les géopolymères	37
Tab 5	: Caractéristiques physiques des matières premières	49
Tab 6	: Composition chimique élémentaire des matières premières	49
Tab 7	: Paramètres fixes	61
Tab 8	: Rendement de transformation de la silice en fonction de la température de recalcination	62
Tab 9	: Paramètres fixes	64
Tab 10	: Rendement en fonction de la normalité en soude	64
Tab 11	: Paramètres fixes	66
Tab 12	: Rendement en fonction du temps de cuisson	66
Tab 13	: Paramètres expérimentaux pour fabriquer une résine minérale	67
Tab 14	: Résistance à la compression en fonction de la quantité de liant	74
Tab 15	: Comparaison de la résistance à la compression	78

LISTE DES FIGURES

Fig 1 :	Structure tétraédrique	12
Fig 2 :	Structure octaédrique	12
Fig 3 :	Couche tétraédrique	13
Fig 4 :	Couche octaédrique	13
Fig 5 :	Structure des copolymères	22
Fig 6 :	Structure chimique d'un poly(siloxo-sialate)	29
Fig 7 :	Monomère de base	30
Fig 8 :	Structure d'un PS	30
Fig 9 :	Structure d'un PSS	31
Fig 10 :	Structure d'un PSDS	31
Fig 11 :	Sodium poly-(sialate) Na-PS	32
Fig 12 :	Potassium poly-(sialate) K-PS	32
Fig 13 :	Potassium –poly-(sialate-siloxo) K-PSS	33
Fig 14 :	Sodium,Potassium –poly-(sialate-siloxo) Na,K-PSS	33
Fig 15 :	Calcium,Potassium –poly-(sialate-siloxo) Ca,K-PSS	34
Fig16 :	Diffractogramme X du Kaolin d'Analabe	50
Fig 17 :	Diffractogramme X des cendres de balle de riz	50
Fig 18 :	Spectres infra rouge du Kaolin d'Analabe	51
Fig 19 :	Spectres infra-rouge du CBR :SIR du CBR	51
Fig 20 :	Courbe d'Analyse thermique différentielle du Kaolin d'Analabe	52
Fig 21 :	Flowsheet de fabrication d'un résine minéral	57
Fig 22 :	Rendement de transformation en resine de la silice recalcinée en fonction de la température de recalcination	62
Fig 23 :	Rendement pour l'obtention de résine minéral en fonction de la normalité en soude de la solution	65
Fig 24 :	Rendement pour l'obtention de résine minéral en fonction du temps de cuisson	67
Fig 25 :	Flowsheet de fabrication des briques à base de sable	73
Fig 26 :	Résistance à la compression en fonction de la quantité de liant	74
Fig 27 :	Flowsheet de fabrication de brique à base de latérite	76

LISTE DES PHOTOS

PHOTO 01 : Kaolin	42
PHOTO 02 : Metakaolin	54
PHOTO 03 : Four de calcination	55
PHOTO 04 : Balance	59
PHOTO 05 : Plaque chauffante	60
PHOTO 06 : Cendre de balle de paddy	63
PHOTO 07 : Briques stabilisées au résine minérale	79
PHOTO 08 : Agglomères a base de sciure de bois	80
PHOTO 09 : Plaquette géopolymère	81

LISTE DES ABREVIATIONS

ATD	: Analyse Thermique Differentielle
DRX	: Diffraction des Rayons X
IR	: Infra-rouge
SIR	: Spectre Inra-rouge
UV	: Ultra-violet
CBR	: Cendre de balle de riz
PS	: Poly(sialate)
PSS	: Poly(sialate-siloxo)
PSDS	: Poly(sialate-disiloxo)
Na-PS	: Sodium Poly(sialate)
K-PS	: Potassium Poly(sialate)
K-PSS	: Potassium Poly(sialate-siloxo)
Na,K-PSS	: Sodium, Potassium Poly(sialate-siloxo)
M.O	: Matiere organique

INTRODUCTION GENERALE

A l'aube de ce troisième millénaire, il se trouve que le monde vit une situation exceptionnelle. La vie est dure disaient les uns, elle est moins dure que cela ne paraît, disaient les autres. C'est selon. . .

En tout cas, aucun pays ne pourra plus échapper au phénomène de la mondialisation, quand on parle d'économie en particulier. Et c'est justement cette mondialisation qui fait que tout le monde actuellement s'active à faire de leur mieux pour rendre une vie plus meilleure.

Cette situation est un prétexte qui a fait avancer les recherches scientifiques d'un grand pas. Dans le domaine des sciences des matériaux, domaine qui nous intéresse plus particulièrement, la découverte de la géosynthèse a porté une grande innovation dans la fabrication de matériaux de construction. Ainsi à titre d'exemple, de nouveaux types de ciment sont fabriqués par géopolymérisation.

Ces nouveaux produits sont durs, plus résistants que les ciments classiques. En plus, ils sont économiques et leur utilisation n'affecte pas l'environnement.

C'est dans cet esprit qu'un groupe de recherche sur les géopolymères et la géosynthèse a été créé au sein du département Sciences des Matériaux de l'Ecole Supérieure Polytechnique d'Antananarivo.

C'est encore dans cet esprit : souci d'innovation, de perfectionnement, de recherche de moindre coût, que nous avons eu l'idée d'essayer de fabriquer de la résine minérale par ce nouveau procédé qu'est la géopolymérisation.

Notre travail est divisé en deux grandes parties :

- La première partie est consacrée à des études bibliographiques, notamment sur les silicates en générale et sur les argiles en particulier.

La notion de polymère et de polymérisation fait aussi l'objet d'un chapitre spécial. Cette partie d'études est clôturée par le traitement de la géosynthèse et des géopolymères ; un chapitre qui nous introduit dans les expérimentations que nous avons entreprises. Pour illustrer les recherches qui ont été déjà faites en utilisant ce procédé par polymérisation, nous évoquons dans la dernière partie de ce chapitre quelques produits géopolymères tels les ciments et briques géopolymères.

- La seconde partie traitera des études expérimentales que nous avons entreprises afin de parvenir à notre essai de fabrication de résine minérale .Il a fallu dans ces études faire un petit rappel sur les méthodes de préparation des silicates solubles, puis procéder après à plusieurs analyses au laboratoire pour la caractérisation des matières premières que nous avons utilisées. Les résultats de ces analyses vont nous permettre de connaître la pertinence des travaux, sa fiabilité, et l'intérêt du produit fini dans ses diverses applications.

Ce travail constitue une avant première des recherches que le groupe s'est fixé ultérieurement d'approfondir.

Première Partie :
ETUDES BIBLIOGRAPHIQUES

Chapitre I : GENERALITES SUR LES SILICATES

1.1. NOTION SUR LA SILICE

La silice est un des éléments qui forment en grande partie les géopolymères. Aussi faut – il connaître ce matériau, tant sur ses propriétés physiques que sur ses propriétés chimiques. L'objet de ce chapitre est donc de mettre en exergue et de rappeler brièvement ces différentes propriétés. En outre, à la fin de ce chapitre, nous allons parler des silicates en générale

1.1.1. Définition

On appelle silice ou anhydride silicique ou oxyde de silicium (SiO_2) la combinaison chimique de l'atome de silicium (numéro atomique 14 ; masse atomique 28.086 ; densité 2.35 couleur brune à l'état amorphe et gris de plomb à l'état cristallisé) avec l'oxygène (1).

La silice et les silicates constituent la majeure partie de l'écorce terrestre qui renferme environ 26 à 27% de silicium

1.1.2. Différents états de la silice (2), (3)

La silice existe sous deux états différents :

- Etat anhydre SiO_2
- Etat hydraté $\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$; $n = 3$ ou 4 en général

La silice anhydre se présente à l'état naturel en quatre espèces :

- Trois cristallisées : le quartz, la tridymite, la cristobalite
- Une non cristallisée ou amorphe : le verre de silice

1. 1. 3. Les propriétés de la silice

Ce sous-paragraphe va traiter des différentes propriétés de la silice à savoir ses propriétés physiques, chimiques, thermiques et électriques

➤ Propriétés physiques

La silice sous forme de quartz possède une dureté égale à 7 par rapport à l'échelle de Mohs ; il raye facilement le verre et n'est pas rayé par une lame d'acier. Le quartz est très difficile à fondre (température de fusion 1710°C)

➤ Propriétés chimiques

La silice est un composé très stable dont l'énergie de liaison est élevée, de l'ordre de 220 cal/mole ; elle est très insoluble dans l'eau. Elle est très peu réactive et n'est pas attaquée par l'acide à l'exception de l'acide fluorhydrique HF à froid et de l'acide phosphorique au-dessus de 400°C. La silice est aussi attaquée par les oxydes métalliques à l'état fondu par les chlorures, par les oxydes alcalins et alcalino-terreux à chaud ; et par l'aluminium en fusion pur ou allié

➤ Propriétés thermiques

La silice a le plus faible coefficient de dilatation de tous les corps connus ; allongement de 0.55mm/m pour une variation de température de 20 à 1000°C. Elle résiste bien aux choc thermiques, et est de ce fait, supérieure aux autres réfractaires.

Les tableaux 1, 2, et 3 montrent la variation de la chaleur massique et de la conductivité thermique de la silice

Tableau 1 : *Variation de la chaleur massique de la silice*

TEMPERATURE (°C)	CHALEUR MASSIQUE (Kcal/kg°C)
100	0.1850
200	0.2006
250	0.2068
400	0.2229
600	0.2385
800	0.2506
1000	0.2584
1200	0.2621
1400	0.2691
1600	0.2777

Source : LUCAZEAU –Technique de l'ingénieur

Tableau 2 : Variation de la conductivité thermique de la silice fondue

T (°C)	SILICE FONDUE λ (Cal/cm.s°C)
104	0.00412
214	0.00458
398	0.00602
488	0.00835
691	0.0131
819	0.0185

Source : KNAPP –Technique de l'ingénieur

Tableau 3 : Variation de la conductivité thermique de la silice transparente et opaque

TEMPERATURE (°C)	SILICE TRANSPARENTE λ (Kcal/m.h°C)	SILICE OPAQUE λ (Kcal/m.h°C)
20	1.19	0.935
100	1.26	
200	1.33	
300	1.44	
400	1.58	
900	2.31	

Source : HERAEUS –Technique de l'ingénieur

➤ **Propriété électrique**

Le verre est un bon isolant, même à température élevée et en atmosphère humide. Le quartz qui est une variété de silice à l'état naturel, présente le phénomène de la piézoélectricité. Si l'on comprime une lamelle de quartz dans la direction de l'axe binaire, on fait apparaître des charges électriques aux deux extrémités de cet axe. Le phénomène donne lieu à la dilatation ou à la contraction électrique du quartz (2).

1. 1. 4. Notion de silice active

La variété de silice la plus rencontrée dans la nature est le quartz ; il est très stable, très insoluble dans l'eau.

Nous avons dit que la silice est très peu réactive à l'état naturel, pour qu'elle devienne réactive, il faut qu'elle subisse certaines transformations physiques ou chimiques.

On dit alors que la silice est activée quand elle est capable de se combiner avec d'autres éléments ou composés chimiques.

1. 1. 5. Stabilité de la silice

Plusieurs études ont montré que la silice est très stable à l'état naturel. Cette stabilité naturelle ne peut être détruite qu'en présence des forces physiques et/ou chimiques comme la chaleur, la pulvérisation des grains, la présence de catalyseur ou minéralisateur (oxydes métalliques, les chlorures, les oxydes alcalins et alcalino-terreux).

1. 2. LES SILICATES (4)

1. 2. 1. Définition

Une portion importante de l'écorce terrestre est formée de minerais silicatés et d'argile alumino-silicatée.

Tous les silicates sont formés à partir d'un squelette de tétraèdre et d'octaèdre dont les sommets sont occupés par des ions négatifs O^{2-} et au centre desquels se trouvent les ions positifs ($Si^{4+}, Al^{3+} \dots$)

1. 2. 2. Les Différents types de silicates

Le type et la classification des silicates sont déterminés par l'assemblage de ses tétraèdres :

- Les orthosilicates renfermant les tétraèdres $(SiO_4)^{4-}$ individualisés.
- Les pyrosilicates renfermant l'ion $(Si_2O_7)^{6-}$ dans lequel un ion O^{2-} réunit deux unités tétraédriques
- Les silicates cycliques quand un tétraèdre partage deux oxygène avec ses voisins.

L'extension du silicate cyclique entraîne :

- Soit des chaînes simples appelées pyroxène $(SiO_3)_n^{2n-}$
- Soit des chaînes doubles appelées amphibole, de formule $(Si_4O_{11})_n^{6n-}$ constitué par deux chaînes liées par mise en commun d'atome d'oxygène et dans ce cas certains tétraèdres partagent 3 atomes d'oxygène avec ses voisins et d'autres en partagent deux .
- Soit des silicates en feuillets ou phyllosilicates de formule empirique $(Si_2O_5)_n^{2n-}$

1. 2. 3. Notion de silicates solubles

En général on peut classer les silicates solubles en 2 groupes :

- Les silicates alcalins
- Le silicate d'ammonium

➤ Les silicates alcalins

Les silicates alcalins les plus utilisés sont le silicate de soude et le silicate de potasse.

Leur solution possède une valeur pH comprise entre 10.5 et 11.5 donc elles sont basiques .On définit aussi les solution aqueuses de silicate par leur densité et également par leur module.

On appelle module des silicates alcalins noté R le rapport pondéral entre la silice et l'oxyde alcalin

$$R = \frac{\text{SiO}_2}{\text{Na}_2\text{O}} \quad \text{ou} \quad R = \frac{\text{SiO}_2}{\text{K}_2\text{O}}$$

Les solutions de silicate alcalin possèdent deux propriétés fondamentales. Par exemple le silicate de soude est caractérisé par :

- Par son pouvoir détersif quand R tend vers 2
- Par son pouvoir adhésif quand R tend vers 4

➤ **Le silicate d'ammonium**

Il est moins utilisé que le premier type de silicate .On l'obtient par réaction d'échange d'ions en traitant une solution de silicate de soude :

- Soit par une solution ammoniacale
- Soit par les solutions de sels ammoniacaux

En effet, un précipité blanc de silicate d'ammonium se dissout dans de l'eau chaude

1.3. CONCLUSION

La stabilité de ce matériau qu'est la silice, sa plus faible dilatation à l'action de la chaleur, ses propriétés isolatrices, sont des caractères particuliers qui vont nous obliger à trouver des méthodes simples et pratiques qui peuvent le rendre réactive et permettre d'utiliser ce matériau dans nos expérimentations de géosynthèse.

CHAPITRE II : LES ARGILES

Ce chapitre va traiter les structures et la classification des argiles en générale, puis on va parler des kaolin et des latérites en particulier : leurs propriétés physiques et chimiques, enfin les caractéristiques spécifiques des sols latéritiques.

2.1. DEFINITION

Les argiles sont des silicates hydratés à structure cristallisée phylliteuse ou lamelle et formés généralement par de particules très fines (5). La limite conventionnelle de la fraction argileuse a été très longtemps fixée à $2\mu\text{m}$

2. 2. STRUCTURES ET CLASSIFICATIONS

Les minéraux argileux se distinguent des autres silicates par leur structure constituée de tétraèdre ou octaèdre enchaîné dans un espace à deux dimensions .Ils sont constitués d'ions qu'on représente par des sphères.

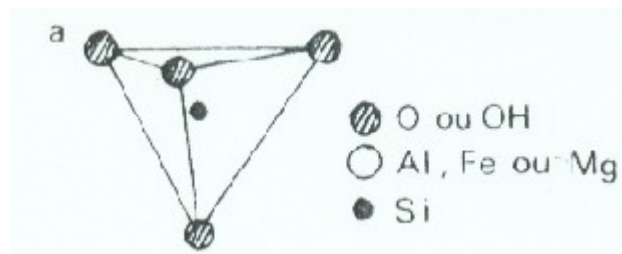


Fig. 1 : Structure tétraédrique

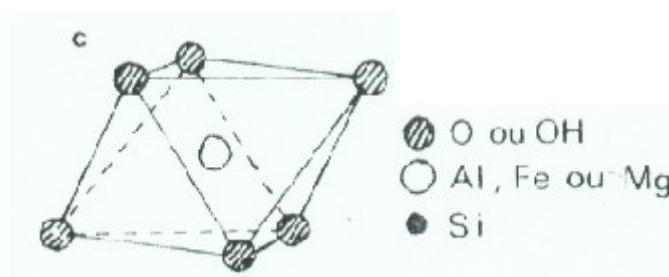


Fig. 2 : Structure octaédrique

On les classe en 2 grandes catégories :

- Les minéraux 1/1 feuillets constitués par une couche tétraédrique et une couche octaédrique (Fig. 3)

- Les minéraux 2/1 feuillets constitués par deux couches tétraédriques et une couche octaédrique (Fig 4)

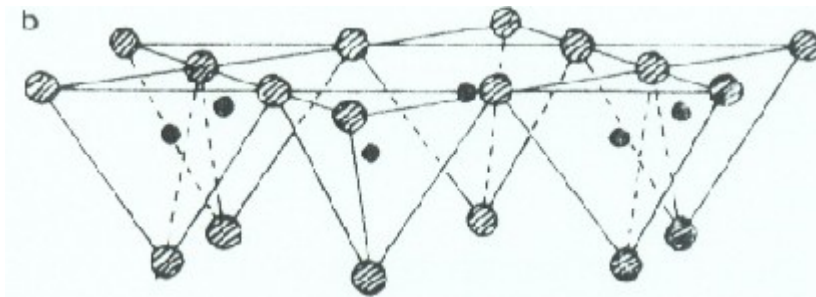


Fig. 3 : couche tétraédrique

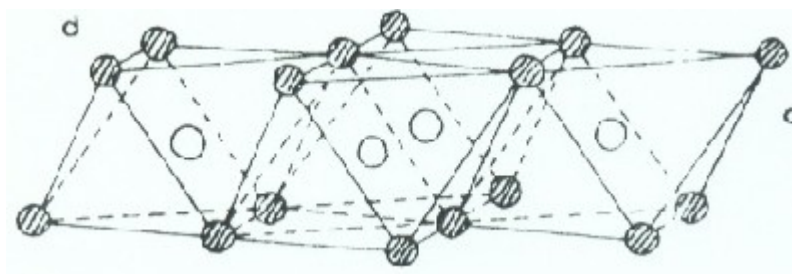


Fig. 4 : Couche octaédrique

2. 2. 1. Les minéraux 1/1.

➤ Famille des kaolinites

Les kaolinites sont constituées par l'empilement élémentaire d'une couche de tétraèdre SiO_4 et d'une couche d'octaèdre Al_2O et avec de rare substitution octaédrique

Les kaolinites ont pour formule général $\text{Si}_2\text{O}_5\text{Al}_2(\text{OH})_4$

➤ Famille des halloysites

Les halloysites sont constitués des feuillets de kaolinite séparés par des couches d'eau.

2.2.2. Les minéraux 2/1

➤ Famille des pyrophyllites

Le minéral magnésium type est le talc de formule général $\text{Mg}_3(\text{Si}_4\text{O}_{10})(\text{OH})_2$.

L'alumineux est le pyrophyllite dont la formule structurale est $\text{Al}_2(\text{Si}_4\text{O}_{10})(\text{OH})_2$. La pyrophyllite est un minéral relativement rare, elle est tendre et possède un éclat nacré comme le talc.

➤ Famille des smectites

a. Les Monmorillonites

Les monmorillonites dérivent de la pyrophyllite par remplacement de silicium des couches tétraédriques par des aluminium trivalents, et de la substitution d'ion aluminium de la couche dioctaédrique par des magnésium divalents

b. Les Beidellites

Elles ne diffèrent des monmorillonites que par leur proportion plus forte en ion Al^{3+} substitué au Si^{4+} dans la couche tétraédrique

c. Les Nontronites

C'est un minéral assez rare qui se présente le plus souvent sous forme de rognon ou de poches terreuses disséminées dans le kaolin

d. Les Stevensites

Elles se présentent en particules allongées d'apparence fibreuse au microscope électronique

➤ **Famille des vermiculites**

Les vermiculites sont des minéraux d'altération hydrothermale des micas. Elles ont généralement un caractère trioctaédrique. La couche inter foliaire qui assure la compensation d'une partie du déficit tétraédrique est constituée de cations et de molécules d'eau

2.3. LE KAOLIN

2.3.1. Définition

Etymologiquement le mot kaolin provient du mot chinois "kaoling", colline élevée nom du lieu où l'on extrait le kaolin pour la première fois. C'est le plus commun d'un groupe de silicates hydratés d'Al qui résultent de la décomposition de silicate d'Al comme le feldspath ou la néphéline.

Le kaolin pur correspond à la formule chimique $\text{Si}_2\text{O}_5\text{Al}_2(\text{OH})_4$ et apparaît en masse argileuse blanche, des impuretés peuvent lui donner des couleurs ou teintes variées.

2.3.2. Propriétés et caractéristiques du kaolin

➤ **Propriétés physiques**

Le kaolin pur, est de couleur blanche ou blanchâtre. Néanmoins, il peut être diversement coloré : jaunâtre, rougeâtre grisâtre ... en raison des impuretés constituées principalement par des micas, quartz ,et des hydroxydes de fer .Il est opaque et sa température de fusion est d'environ 1750°C. On peut dire alors que le kaolin est un matériau réfractaire.

➤ **Propriétés chimiques**

Les kaolins ne sont pas attaqués par les acides et les bases diluées ; par contre ils se décomposent sous l'effet de l'acide sulfurique concentré.

Comme toutes les argiles, le kaolin présente des propriétés absorbantes et adsorbantes :

- Absorption d'eau
- Absorption de matières grasses

➤ **Propriétés mécaniques**

La propriété mécanique caractéristique du kaolin est sa plasticité. Avec l'eau il forme une pâte très plastique.

2. 4. LES LATERITES

2.4.1. Définitions

Le mot latérite est tiré du latin « later » qui signifie brique. D'après Dreyfus (6),(7), les premières latérites étaient décrites par le géologue BUCHANAN en 1807, il désigna ainsi un matériau ferrugineux utilisé dans la construction .

Selon RAZAFIMANDIMBY A . : le terme latérite a été utilisé depuis le début du XIX siècle pour désigner à peu près tout sol rouge ; la couleur rouge est due à l'accumulation du fer qui est l'élément chimique le plus facilement libéré lors de l'altération des roches soumises aux différents types de climats ; en particulier dans les régions tropicales ou équatoriales.

D'après AUTRET P. (8) ; beaucoup d'ingénieurs se sont réunis pour définir la latérite comme suit : « matériau de structure vacuolaire, très souvent nuancé et de couleur variant du jaune au rouge plus ou moins foncée et même noire, constitué par une croûte plus ou moins continue, d'épaisseur et de dureté variable ayant beaucoup de vide ; de plus ou moins grande résistance en mélangeant avec une fraction argileuse. »

MUKERJI (8) a défini que les « latérites sont des mélanges très variables d'oxyde de fer et d'aluminium, ainsi que du quartz et d'autres minéraux .On les trouve abondamment, dans la ceinture tropicale et subtropicale, généralement juste en dessous de la surface des immenses plaines ou clairière dans des régions subissant une précipitation importante.

Leur caractéristique d'ameublissement naturel varie du conglomérat compact à la terre friable .La couleur est très variable : ocre, rouge brun , violette et noire. Le matériau est facile à découper, et il durcit très vite à l'air et devient assez résistant aux agents climatiques »

2.4.2. Formation

La formation de la latérite est spécifique aux régions tropicales chaudes et humides. Il s'agit d'une altération de la roche mère dont la caractéristique essentielle réside dans la mise en solution puis le départ de la silice par le phénomène de lessivage, accompagné d'un enrichissement en fer et en alumine sous forme de sesquioxydes Fe_2O_3 et Al_2O_3

2.4.3. Composition chimique et minéralogique des latérites.

Plusieurs études ont montré que les latérites sont composées essentiellement d'oxydes de fer , d'oxydes d'aluminium et de minéraux argileux.

Les oxydes de fer peuvent se trouver sous forme de goethite $\text{FeO}(\text{OH})$ ou d'hématite Fe_2O_3 .

L'aluminium se combine à l'oxygène pour former la gibbsite $\text{Al}(\text{OH})_3$.

La silice qui se trouve sous forme de quartz ou à l'état combiné joue le rôle d'éléments dégraissants et tient une place importante dans le squelette du produit fini.

La teneur en alumine influe sur la plasticité du matériau.

Le fer présent sous forme d'oxyde contribue à la coloration de la latérite.

2.4.4. Classifications des latérites

Les latérites ou sols latéritiques sont abondants à Madagascar et recouvrent la plus grande partie du socle cristallin (9).

Certains auteurs (10),(11), les ont classés en plusieurs types tels que :

- Les sols ferralitiques : dans ce cas, la quantité de matières organiques peut être abondante.

- Les sols ferrisols : c'est l'argile de type Kaolinite qui y prédomine

- Les sols tropicaux : ils renferment essentiellement de la monmorillonite, dans laquelle la terre dépasse en général 50%.

Les classifications des latérites étaient basées sur les proportions relatives de silice, d'alumine et d'oxyde de fer contenus dans la latérite(12) .

Parmi ces proportions on distingue, les constantes k_i et k_r définies par :

$$K_i = \frac{\frac{\text{SiO}_2}{60}}{\frac{\text{Al}_2\text{O}_3}{102}}$$

Et

$$K_r = \frac{\frac{\text{SiO}_2}{60}}{\frac{\text{Al}_2\text{O}_3}{102} + \frac{\text{Fe}_2\text{O}_3}{160}}$$

Une valeur de k_i faible est attribuée aux latérites .D'autre part suivant les valeurs de k_r on peut classer les latérites en :

- Latérites vraies : si $k_r < 1.33$
- Roches latéritiques : si $1.33 < k_r < 2$
- Sols tropicaux non latéritiques si $k_r > 2$

2.4.5. Caractéristiques spécifiques des sols latéritiques

Le phénomène d'induration est l'une des caractéristiques spécifiques des latérites. L'induration des latérites est supposée liée, depuis déjà fort longtemps, à l'évolution des sesquioxides constitutifs. Ces derniers se précipiteraient, se concentreraient et se cristalliseraient sous l'action de la dissociation. Autrement dit, l'induration est le durcissement rapide et important de sols latéritiques exposés à l'air.

2.5. CONCLUSION

Les caractéristiques physico - chimiques et minéralogiques des latérites confèrent à ce matériau diverses possibilités d'utilisation. Elles sont exploitées dans diverses branches : en génie civil, en métallurgie et dans l'industrie céramique.

Parmi ces divers domaines, l'utilisation en génie civil domine partout dans le monde. Ce qui nous emmène à porter notre intérêt sur la stabilisation de la latérite par géopolymérisation.

CHAPITRE III : LES POLYMERES

Ce chapitre qui est relativement court va nous permettre de faire un rappel sur les différents types de polymérisation. La maîtrise de ce phénomène est nécessaire pour pouvoir entamer le procédé de géopolymérisation.

3.1. DEFINITION

Un polymère est une substance en général organique, liquide ou solide à température ambiante qui est constituée de macromolécules ayant la même nature chimique.

Un polymère peut être d'origine naturelle, obtenu par modification chimique d'un polymère naturel ou bien synthétisé par voie chimique ou enzymatique par une réaction de polymérisation. Ces réactions de polymérisation conduisent à la formation de macromolécules, ayant une structure tridimensionnelle, par établissement de liaisons covalentes entre de petites molécules elles-mêmes appelées monomères.

On peut donc définir un polymère comme étant un matériau composé d'une répétition d'unité relativement simple ou monomère (13).

3.2. MONOMERE

Les monomères ou substances simples de base sont de petites molécules formées de quelques dizaines d'atomes au plus.

3.3. STRUCTURE DES POLYMERES

3.3.1. Structure primaire

On parle d'homopolymères s'il y a une seule sorte de monomères, et de copolymères s'il y en a davantage. On distingue ensuite plusieurs types de copolymères suivant l'organisation entre les différents monomères. Dans le cas le plus fréquent, on a un copolymère statistique où les différents monomères se mélangent au hasard. Les propriétés mécaniques sont alors moyennées. En revanche, dans un copolymère à blocs (appelé également copolymère séquencé) ou dans un copolymère alterné, il peut y avoir combinaison des propriétés mécaniques.

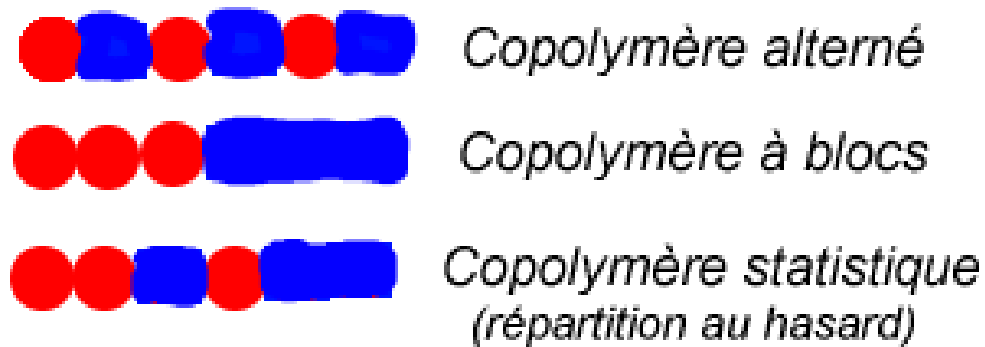


Fig. 5 structure des copolymères

Les polymères les plus simples sont linéaires.

3.3.2. Structure bi- ou tridimensionnelle

Il existe parfois des liaisons covalentes vers d'autres morceaux de chaînes polymères. On parle alors de molécules branchées ou ramifiées. On sait synthétiser par exemple des molécules en peigne ou en étoile. Lorsque de nombreuses molécules ont été réunies par un certain nombre de liaisons covalentes (les points de branchement sont appelés points de réticulation), elles ne forment plus qu'une macromolécule gigantesque, et on parle alors d'un réseau réticulé.

3.4. LES RESINES

3.4.1. Définition

Les résines sont généralement un plastique thermodurcissable. Elles sont des mélanges de polymères linéaires de différentes longueurs de chaîne.

Une résine peut résulter de types principaux de réactions :

- polycondensation ;
- polyaddition.

On les distingue en :

- polymérisât : résine de polyaddition constituée par un mélange de polymères linéaires ou non de toutes dimensions
- polycondensat : résine de polycondensation constituée par un mélange de polymères linéaires ou non de toutes dimensions.

Les polymérisats et les polycondensats peuvent former différentes sortes de réseaux : linéaire, linéaire ramifié, linéaire greffé, linéaire réticulable, multibranches naissantes.

3.4.2. Domaines d'utilisations des résines

Les applications les plus importantes des résines sont : les matières plastiques, les adhésifs et les revêtements

➤ Les matières plastiques

Une plastique est une matière à mouler contenant une résine avec ou sans adjuvants. C'est aussi l'objet fabriqué avec cette matière, même s'il n'a quelquefois plus aucune plasticité. On distingue :

- les thermoplastes qui sont des résines indéfiniment plastiques à chaud et rigides à froid ; ils sont constitués par des résines linéaires,

-les thermodurcissables qui sont des résines à réseau multi branches peu développé ,fluidisables puis rigidifiables définitivement au cours du premier chauffage.

➤ **Colles et adhésifs**

Les colles sont des substances résineuses capables d'assurer, sous certaines conditions, l'adhérence aux surfaces de deux solides. Les adhésifs sont des colles appliquées sur un support.

➤ **Les revêtements**

Les revêtements sont des couches minces de 5 à 30/100 mm appliquées sur un support dans le but de préserver les surfaces à protéger certaines attaques chimiques et/ou pour des considérations esthétiques.

3.5. POLYMERISATION

3.5.1. Définition

On appelle polymérisation la réaction chimique ou le procédé permettant la synthèse d'un polymère. Autrement dit c'est le processus au cours duquel de nombreuses molécules relativement simples s'unissent pour former de longues chaînes de molécules appelées aussi macromolécules. Le produit obtenu est un polymère synthétique, comme par exemple le polyéthylène. Après polymérisation, le polymère se présente sous forme d'un réseau tridimensionnel

3.5.2. Différents types de polymérisation

➤ **Polymérisation radicalaire**

La polymérisation radicalaire est une réaction en chaîne qui fait intervenir comme espèce active des radicaux. Elle est constituée en trois étapes

a. 1ere étape : L'amorçage

Cette étape est également nommée initiation. Elle comprend deux réactions successives.

La première est la génération de radicaux dits primaires à l'aide d'une substance dénommée amorceur (ou initiateur). Plusieurs procédés de production de radicaux primaires sont utilisables.

On distingue :

- Les amorceurs thermiques, générant les radicaux par décomposition thermique

- Les amorceurs photochimiques, générant les radicaux sous l'action d'un rayonnement lumineux ou UV

- Les amorceurs redox, pour lesquels la production de radicaux résulte d'une réaction d'oxydo- réduction. Ces derniers sont souvent solubles et utilisés dans l'eau.

La deuxième réaction est l'addition du radical primaire sur une première unité monomère pour former le premier maillon de chaîne polymère en croissance.

C'est d'une manière générale la première réaction qui constitue l'étape lente et gouverne donc la vitesse globale du processus d'amorçage

b. 2ème étape : La propagation

La propagation est la principale étape de la polymérisation radicalaire .C'est au cours de cette étape que la chaîne macromoléculaire se forme par addition successive d'unités monomères sur le macro-radical en croissance.

c. 3ème étape : La terminaison

Les réactions de terminaison mettent en jeu deux macro-radicaux en croissance :

- Dans le premier cas, la réaction de recombinaison : deux macro-radicaux reforment une liaison covalente

- Dans le deuxième cas, la réaction de dismutation : les deux macro-radicaux donnent lieu à une réaction de transfert d'hydrogène, suivie d'une recombinaison

➤ **Polymérisation en émulsion**

Le milieu réactionnel d'une polymérisation en émulsion est généralement constitué par l'eau, un ou plusieurs monomères peu solubles dans l'eau, un émulsifiant et un générateur de radicaux

Il se passe alors trois formations :

- Formation de l'eau : dans laquelle est dissoute une faible quantité de monomère et d'émulsifiant

- Formation des gouttelettes de monomères dont la taille est de l'ordre de $1\mu\text{m}$

- Formation des micelles de monomère et d'agent tensioactif dont le diamètre est de l'ordre de 10nm.

➤ **Polycondensation**

Contrairement aux deux autres modes de synthèse de macromolécules qui procèdent par addition successive de molécules sur un centre actif (réaction de polymérisation en chaîne ou polyaddition), la polycondensation est une réaction chimique entre molécule de base possédant des groupements fonctionnels différents. Cette réaction mène à l'élaboration de macromolécule nommé polycondensat.

La polycondensation est un procédé de synthèse très utilisé au plan industriel

➤ **Polyaddition**

Une réaction de polyaddition ou polymérisation en chaîne est une réaction conduisant à la formation de polymère par addition successive de monomère sur une extrémité active de la chaîne macromoléculaire.

3.6. CONCLUSION

On a vu que ces différents types de polymérisation ont chacune leur caractéristique particulière. L'utilisation de l'un de ces types dépend du choix des études qu'on va effectuer, tant sur la pertinence que sur l'utilité.

CHAPITRE IV : NOTIONS SUR LES GEOPOLYMERES

4.1. GENERALITES

Etymologiquement, le mot géopolymère vient du mot grec « géo » qui signifie terre et du mot polymère. Les géopolymères sont donc des polymères d'origine minérale et font partie de la famille des aluminosilicates (1).

Le professeur Joseph Davidovits, inventeur et développeur de la géopolymerisation a créé le terme en 1978 pour classer la nouvelle application de la géosynthèse qui produit des matériaux en polymère inorganique.

4.2. DEFINITIONS

4.2.1. Géosynthèse

La géosynthèse est l'art de fabriquer à une température inférieure à 150°C de la roche de manière artificielle pour en obtenir toutes les qualités (duretés, longévités, stabilités) ; ou une réaction qui intègre chimiquement des minéraux (15).

4.2.2. Chimie des géopolymère

Les géopolymères sont la réciproque des polymères organiques. A la place de dérivés du pétrole et de la chaîne carbonée, on utilise de la matière minérale composée de silice et d'alumine.

En d'autre terme, les géopolymères sont basés sur des aluminosilicates désignés sous le terme poly (sialate), qui est une abréviation de poly (silico-oxo-aluminate) ou (-Si-O-Al-O-)_n (avec n le degré de polymérisation).

Les produits géopolymères ont des propriétés similaires aux plastiques, mais ils n'ont aucun solvant dangereux, ne brûlent pas et ne dégagent pas de gaz ni des fumées toxiques (15).

La structure générale de ces composés est une association de tétraèdre SiO_4 , AlO_4

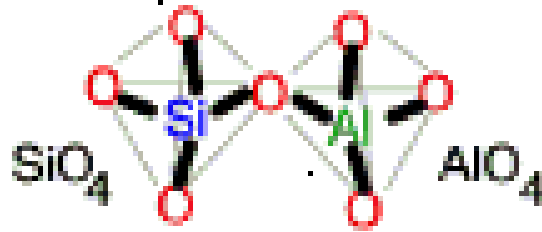


Fig. 7 : Monomère de base

Dans cette structure, l'excès de charge négative de l'aluminium tétraédrique est compensé par un cation métallique tel que Na^+ , K^+ ou Ca^{2+} suivant la nature de la base utilisée dans la réaction de synthèse.

Généralement, les polysialates ont pour formule : $\text{M}_n\{(\text{SiO}_2)_z\text{-AlO}_2\}_n \cdot w\text{H}_2\text{O}$ Avec :

- M est un cation métallique : sodium, potassium ou calcium
- n : degré de polymérisation
- z= 1, 2,3

On peut donc rencontrer trois chaînes de polysialates selon la valeur de z :

- Polysialates ou PS : (Si-O-Al) pour z=1



Fig. 8 : Structure d'un PS

- Poly(sialate-siloxo) ou PSS : (Si-O-Al-Si-O) pour z = 2

On pense que le mécanisme de la synthèse géochimique se fait par l'intermédiaire d'oligomères (dimère, trimère) qui constituent les véritables groupements structuraux unitaires formant la structure macromoléculaire tridimensionnelle, selon les schémas de la figure 11, 12, 13, 14, 15.

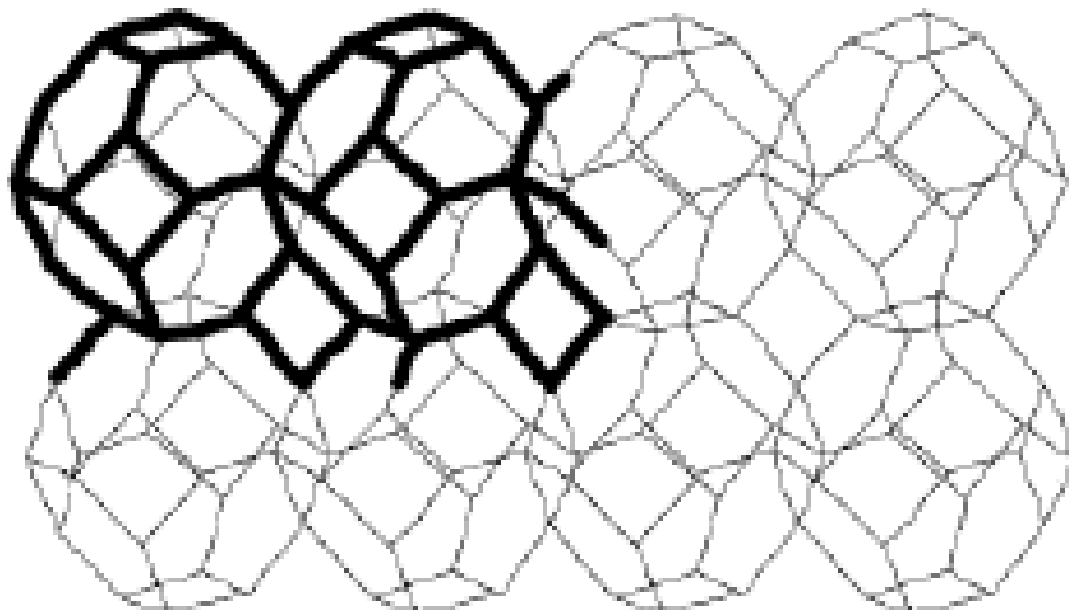


Fig. 11: *Sodium Poly(sialate) Na-PS*

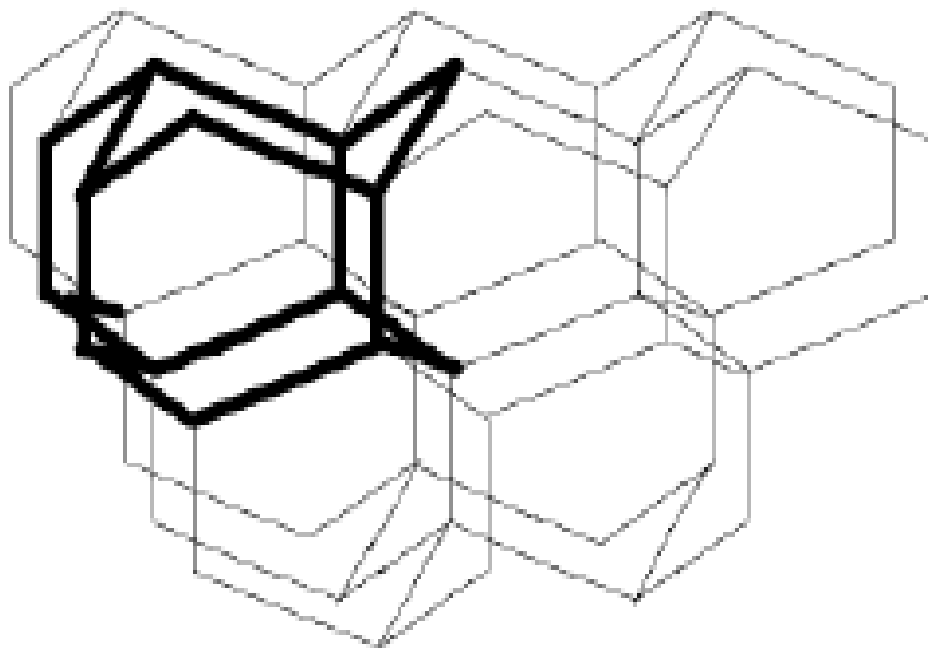


Fig. 12: *Potassium poly-(sialate) K-PS*

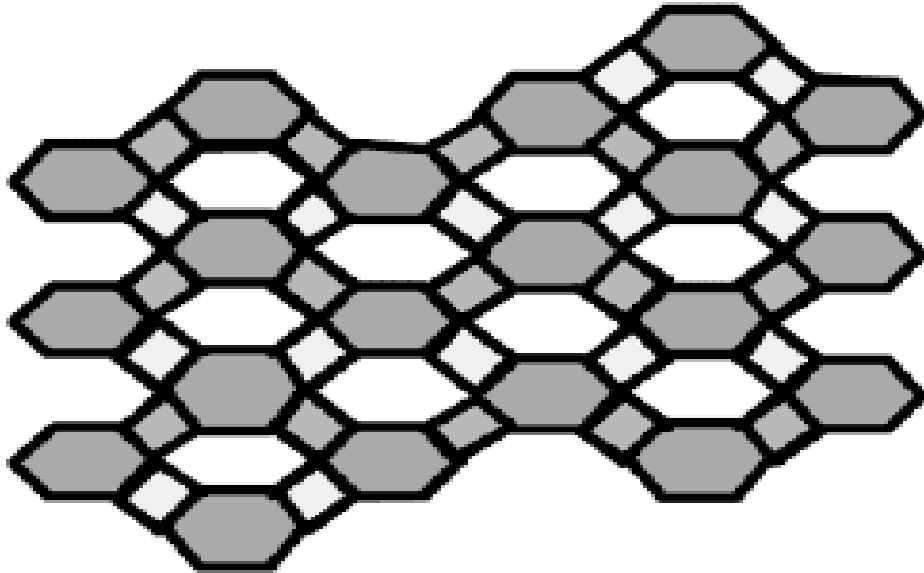


Fig. 13: *Potassium –poly-(sialate-siloxo) K-PSS*

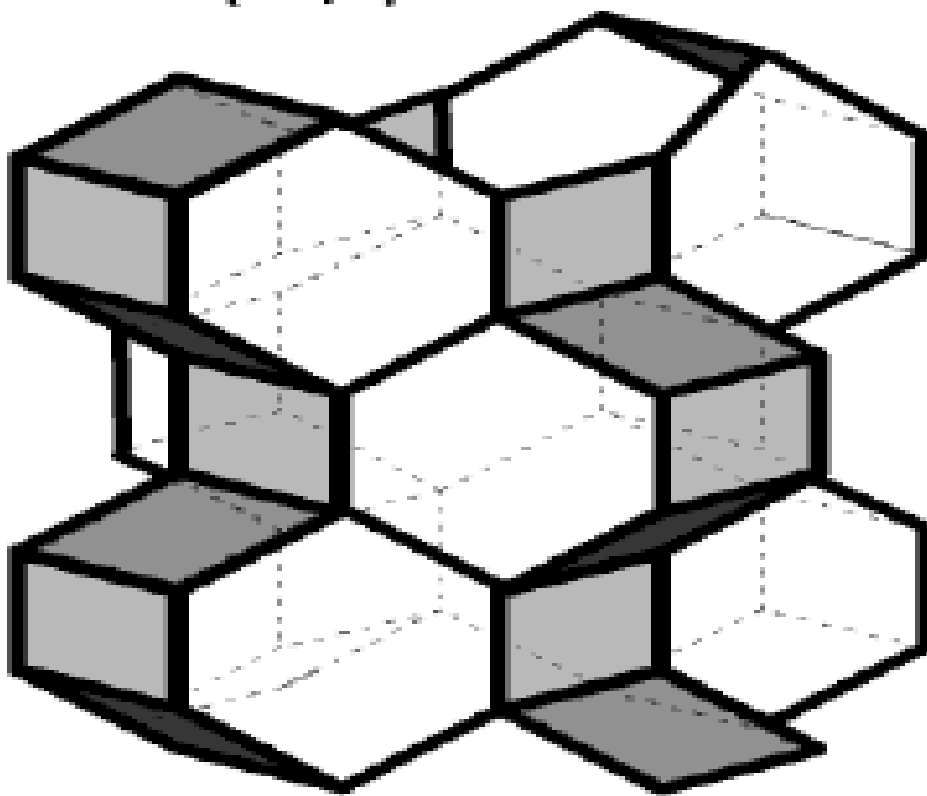


Fig. 14 : *Sodium, Potassium-poly-(sialate-siloxo) Na,K-PSS*

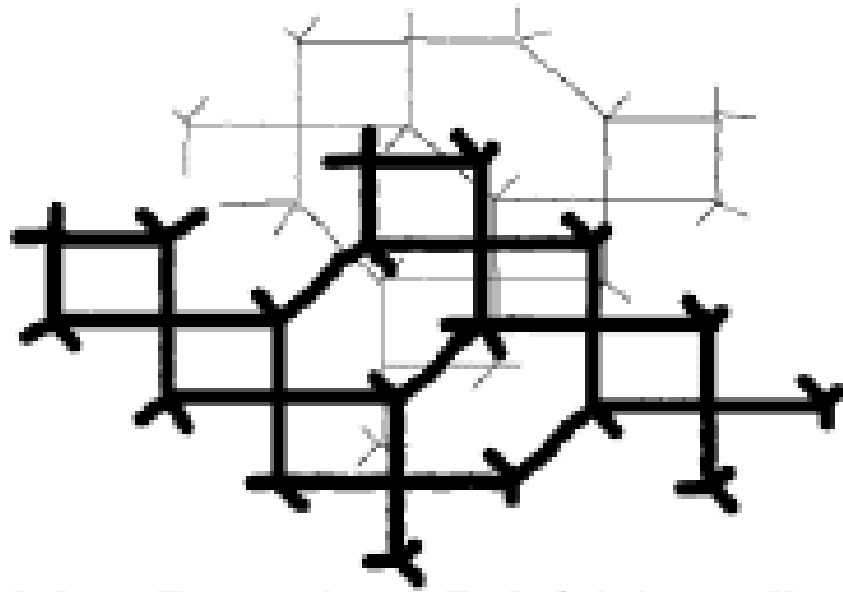


Fig.15 : *Calcium, Potassium-poly(sialate-siloxo) Ca,K-PSS*

4.4. DIFFERENTS PRODUITS GEOPOLYMERES

4.4.1. Liant ou résine géopolymère (18)

Il y a différents types de liant géopolymère mais nous avons cité dans notre travail le K-PSS (K polysialate –siloxo) de formule chimique $[1.3 K_2O][Al_2O_3 ; 4.55SiO_2]$ et le Na,K-PSS (Na,K polysialate – siloxo) de formule chimique $[0.6Na_2O, 0.65K_2O][Al_2O_3 ; 4.6SiO_2]$

Les liants géopolymères sont préparés en mélangeant divers silico-aluminates pré condensés avec un durcisseur. Ils doivent être durcis dans une étuve pour de meilleurs résultats.

Si le matériau est à l'air libre , il doit être couvert d'un film pour permettre une prise stable , afin d'empêcher une évaporation d'eau. La géopolymerisation est exothermique.

La polycondensation de résine K-PSS ou Na,K-PSS se fait à température ambiante ou entre 20°C et 85°C

4.4.2. Ciment géopolymère (19)

Le ciment géopolymère « K,Ca-PSS » est un liant à prise rapide ,de résistance supérieure .

Il se définit comme un ciment polymère inorganique (un polysialate) dérivé de matériaux géologiques à base de silice et d'alumine.

La fabrication de ce ciment de qualité supérieure n'emploie aucun calcaire , mais utilise à sa place un silico-aluminate naturel.

Ce ciment est propre, écologique, respecte l'environnement. Sa fabrication émet jusqu'à 90% moins de CO₂ que le ciment classique de type portland (20).

Une dalle de ciment géopolymère de 1.6 m de côté et 18 cm d'épaisseur, après seulement 4h de prise peut développer une résistance suffisante pour résister à une charge de 12.2 t appliquées par le train d'atterrissage d'un avion de chasse F-4.

4.4.3. Brique géopolymère (21)

La brique géopolymère utilise la terre d'argile latéritique comme matière première. Cette terre mélangée à un simple liant géopolymère est compressée pour donner la forme d'une brique puis cuite dans un four.

Cuite à 85°C la brique est stable à l'eau et a une résistance suffisante pour en faire un mur.

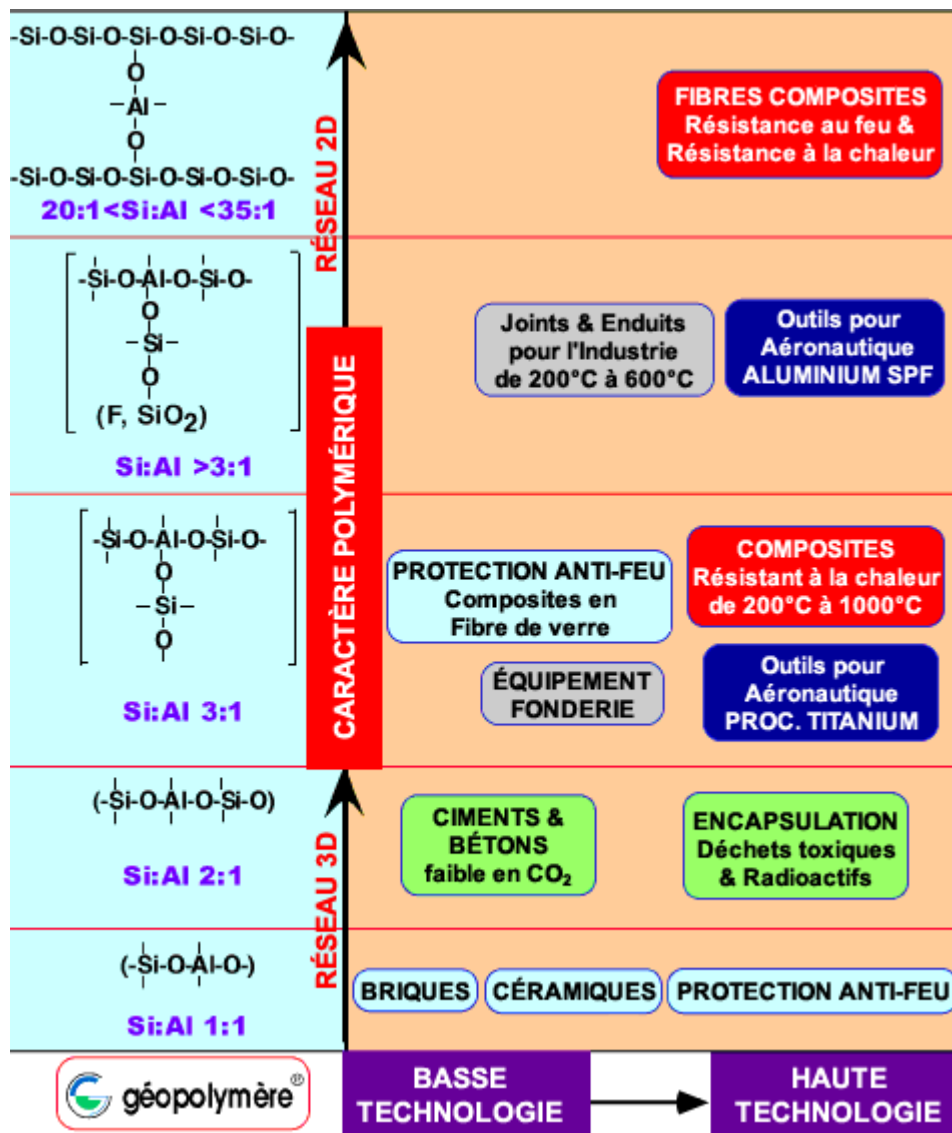
Cuite à 250°C elle résiste au gel.

Cuite à 450°C, sa résistance augmente encore, permettant de fabriquer des éléments de structure comme les poutres pour les portes et fenêtre.

Par rapport à une brique traditionnelle cuite après de 600 - 1000°C , la brique géopolymère consomme en moyenne huit fois moins d'énergie pour une résistance équivalente.

On peut résumer dans le tableau 4 les applications sur les géopolymères

Tableau 4 : Applications sur les géopolymères



Source : Davidovits J

4.5. CONCLUSION

Ce que nous venons de citer plus haut ne sont que des exemples de produits géopolymères. Le tableau 4 ci-dessus récapitule les différentes applications du procédé de géopolymérisation, allant de la fabrication de fibres composite à celle de différents matériaux de construction, en passant par les outils pour l'aéronautique.

Partant de ce procédé donc, nous allons essayer de fabriquer une résine minérale. Ce qui va être l'objet de la partie suivante de ce travail.

Deuxième partie
ETUDES EXPERIMENTALES

CHAPITRE V : RAPPEL SUR LES METHODES DE PREPARATION DES SILICATES SOLUBLES

D'après nos études bibliographiques (4), (22) ; nous connaissons deux méthodes de préparation de silicate soluble :

- méthode par voie humide ;
- méthode par voie sèche.

5.1. METHODE PAR VOIE HUMIDE

5.1.1. Cuisson sous pression

On dissout directement la silice dans une lessive de soude ou de potasse caustique. On effectue l'opération dans un autoclave en acier inox, dans des conditions bien déterminées : température ; pression et temps de cuisson

5.1.2. Cuisson à la pression atmosphérique

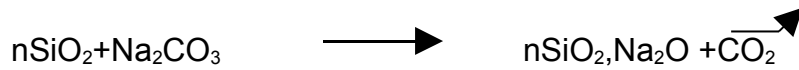
Cette méthode dérive de la précédente .On dissout par ébullition la silice finement broyée dans une lessive de soude ou de potasse caustique sans faire intervenir la pression .L'opération dure quelques heures.

5.2. METHODE PAR VOIE SECHE OU FUSION ALCALINE

On obtient aussi les silicates par fusion de la silice avec des alcalis et du charbon. Le mélange intime de la silice et des alcalis est soumis à une température élevée pendant 5 à 8 heures.

Les sels entrent en fusion, favorisée par la température et le charbon agissant comme réducteur selon les réactions suivantes :

(i) - à partir des carbonates (22)

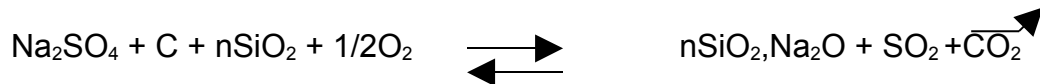


La réaction se passe à la température de 1200-1500°C.

La nature des produits de réaction obtenus dépend essentiellement des proportions respectives du carbonate et de la silice.

-Pour un rapport $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{SiO}_2 = 1,2$ ou 3 , il se forme des méta silicates Na_2SiO_3 ; si le rapport est très grand, on obtient l'orthosilicate Na_4SiO_4 .

(ii) - à partir du Na_2SO_4 (23)



(iii) - à partir de NaCl (24)



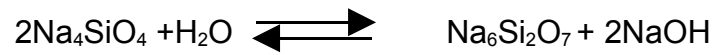
La formation de Na_2SiO_3 commence à 800°C et on arrive à une transformation de SiO_2 en silicate à 80% vers 1100°C.

Pour chacune de ces trois réactions, la masse en fusion bien liquéfiée est refroidie. Elle se fige en un fondu vitreux. Les morceaux de verre solubles sont envoyés au concasseur, puis au broyeur.

On traite la poudre obtenue par l'eau sous pression jusqu'à dissolution totale. La solution obtenue est alors évaporée jusqu'à la concentration voulue

(iii) - à partir de la soude (24)

Avec la soude fondue, la formation de l'orthosilicate se fait à 700°C, et sous l'action de l'eau, ce dernier se transforme en diorthosilicate avec recyclage de la moitié de la soude



CHAPITRE VI : CARACTERISATION DES MATIERES PREMIERES

6.1. LES MATIERES PREMIERES POUR LA FABRICATION DE NOS PRODUITS

Pour la fabrication de notre résine minérale nous avons utilisé trois matières premières de base :

-le Kaolin, dont le minéral principale est la kaolinite de formule chimique $(\text{Si}_2\text{O}_5, \text{Al}_2(\text{OH})_4)$



PHOTO 01 : *Kaolin*

- les cendres de balle de paddy qui contient 80% à 90% de silice
- la soude caustique de formule chimique NaOH

Comme nos essais étaient exécutés dans les laboratoires de sciences des matériaux et chimie minérale à Vontovorona nous avons utilisé les produits déjà existants dans ces laboratoires.

Pour le Kaolin nous avons un stock qui venait d'Analabe ; le gisement d'Analabe se trouve à 216 Km au Sud d'Antananarivo. Le massif d'Ibity est constitué par ailleurs des cipolins calcaires renfermant quelques lentilles de pegmatites et des petits gîtes de talc.

Pour les cendres nous les avons prises dans un briqueterie artisanale.

6.2. LES METHODES DE CARACTERISATION

Nous avons divisé en deux parties nos essais de caractérisation :

- caractérisation physique ;
- caractérisation chimique et minéralogique

6.2.1. Caractéristiques physiques

➤ Teneur en eau naturelle

Les matériaux sont placés dans une étuve à 105 °C jusqu'à l'obtention d'un poids constant.

Soient P_0 le poids initial du matériau et P_1 son poids exempt de toute eau d'adsorption.

L'expression de la teneur en eau W est :

$$W[\%] = 100. (P_0 - P_1) / P_0$$

➤ Limites d'Atterberg

Ce sont des teneurs en eau qui sont caractérisées sur la fraction du matériau dont la granulométrie est inférieure à 1.25mm (tamis 32 de la série AFNOR).

⇒ *Limite de plasticité L_p* :

C'est la frontière entre l'état solide et l'état plastique pour un matériau. Elle correspond à la teneur en eau minimale à laquelle le matériau est encore plastique. Cet état correspond à une teneur en eau pour laquelle on peut rouler la pâte en fil de 3 mm de section sans qu'elle se rompe.

⇒ *Limite de liquidité L_l :*

C'est la frontière entre l'état plastique et l'état liquide pour un matériau. Elle correspond à une teneur en eau au delà de laquelle la pâte devient liquide ; sa détermination préconise l'utilisation de l'appareil de CASAGRANDE.

⇒ *Indice de plasticité I_p :*

Il caractérise la malléabilité ou le caractère plastique d'un matériau. Il mesure l'étendue de la plage de teneurs en eau dans laquelle un matériau se trouve à l'état plastique.

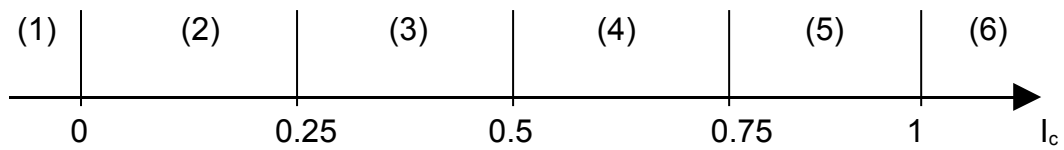
$$I_p[\%] = L_l - L_p$$

⇒ *Indice de consistance I_c :*

Il caractérise la fermeté d'un matériau selon sa teneur en eau naturelle

$$I_c[\%] = (L_l - W) / (L_l - L_p)$$

TERZAGHI définit une échelle de consistance en fonction de la valeur de I_c :



(1) : Liquide

(2) : Pâteux

(3) : Mou

(4) : Ferme

(5) : Très ferme

(6) : Dur

➤ Densités

⇒ *Masse volumique ρ* :

C'est le poids de l'unité de volume du matériau vides entre les grains inclus.

Sa détermination consiste à :

- remplir un récipient taré de 1l avec le matériau versé en filet continu avec un entonnoir,
- à raser ensuite la surface en évitant de tasser,
- peser le tout.

⇒ *Poids spécifique γ* :

C'est le poids d'une quantité de matériau tel que le volume réellement occupé par la matière solide est égal à l'unité. Sa détermination préconise l'utilisation d'un pycnomètre.

6.2.2. Caractéristiques chimiques et minéralogiques

➤ Analyse chimique

L'analyse chimique donne la composition élémentaire ou les proportions des constituants chimiques des échantillons. Elle est indispensable mais ne renseigne pas sur les modes de combinaison des éléments.

Les résultats sont exprimés sous forme d'oxyde. L'analyse chimique du sol renseigne aussi sur sa teneur en matière organique (M.O) ; ainsi que sur sa perte aux feux (P.F) : perte de masse lorsqu'on le calcine.

➤ Analyse minéralogique

L'analyse minéralogique a pour but d'identifier et de doser les minéraux. De ce fait, il faut prendre des précautions dans la préparation des échantillons destinés aux analyses. La structure cristalline ou les édifices d'assemblage des ions ou des atomes doit être conservé.

Par exemple : ne pas casser les structures cristallines par des broyages trop poussés ou une température trop élevée, car au cas extrême on peut aboutir à un matériau au caractère amorphe à cause de la destruction du réseau cristallin du composé ; et donc aucune indication exploitable sur les diffractogramme.

⇒ *Diffraction des rayons X ou DRX*

Cette méthode permet de prévoir l'état de cristallisation des matériaux. Elle sert aussi à la détermination qualitative, quantitative des constituants minéralogiques des échantillons.

⇒ *Spectrométrie Infra-rouge ou SIR*

La spectrométrie infra-rouge et la diffraction des rayons X sont complémentaires pour les études des matériaux.

Les mesures sont en général réalisées par transmission. Quels que soient leurs arrangements, les atomes, les ions et les électrons peuvent vibrer autour de leur position d'équilibre. Ils deviennent ainsi de véritables oscillateurs dont les fréquences propres sont variables selon la nature des types de liaison.

Irradiés, ces oscillateurs sont excités et lorsque la fréquence de rayonnement est égale à l'une des fréquences propres du système, il y a absorption d'énergie électromagnétique. Les spectres d'absorption IR constituent de véritables « empreintes digitales » de la matière et permettent de déterminer le type de liaison des atomes, ions ou groupements fonctionnels.

La SIR renseigne sur les informations suivantes :

- identification des liaisons, notamment dans les mélanges à plusieurs constituants ;
- altération des structures soumises à un traitement thermique ou chimique ;
- étude des différentes formes d'eau ;
- état de cristallinité.

⇒ *Analyse thermique différentielle ou ATD*

La méthode consiste à enregistrer les transformations endothermiques et exothermiques d'un produit au cours d'une montée linéaire en température . Ces transformations peuvent traduire des pertes d'eau ou des changements d'états. Les températures auxquelles se produisent ces transformations permettent d'identifier un certain nombre de produits.

L'appareil de mesure est constitué de 4 creusets, d'un four et d'un enregistreur. Il permet d'analyser simultanément deux produits. Les deux creusets contenant les substances à analyser sont reliés à des thermocouples montés en opposition avec

un troisième disposé dans un autre creuset contenant un corps inerte (témoin). Un autre thermocouple disposé dans le quatrième creuset permet d'enregistrer la montée en température.

Les conditions expérimentales sont les suivantes :

- le matériau à étudier est finement broyé et passé au tamis de 100 μ ;
- la masse de l'échantillon est de 600mg
- la vitesse de chauffe adoptée est de 300°C/heure entre l'ambiante et 1000°C.
- les thermocouples sont des couples Nickel Chrome-Nickel allié

⇒ *Microscopie électronique à balayage ou MEB*

La microscopie électronique à balayage est une technique qui permet de visualiser les structures grâce à des appareils dont la source de rayonnement émet des électrons.

Ces électrons incidents vont exciter la couche superficielle de l'échantillon, produisant par suite une émission d'électrons secondaires. Ceux-ci seront plus facilement émis par les reliefs de la surface en donnant naissance à des zones lumineuses, alors que les creux (zones plus attaquées par les réactifs) apparaîtront en sombre.

6.3. CARACTERISTIQUES DES MATIERE PREMIERES

6.3.1. Expression des résultats

➤ Caractéristiques physiques

Les résultats des analyses physiques des matières premières sont donnés par le tableau 5

Tableau 5 : caractéristiques physiques des matières premières

Caractéristiques physiques	W(%)	L _i (%)	L _p (%)	I _c (%)	I _p	ρ (Kg/l)	γ (Kg/l)
Kaolin	4.5	26	50	1.83	25	1.12	2.35
Cendre de Balle de paddy	-	-	-	-	-	1.34	2.78

➤ **Caractéristiques chimiques**

Les résultats des analyses chimiques des matières premières sont données par le tableau 6

Tableau 6 : compositions chimiques élémentaires des matières premières

Oxydes	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	SO ₃	Cr ₂ O ₃	P.F
Kaolin	50.62	32.30	1.95	-	Trace	0.44	0.15	0.72	-	Trace	13.5
Cendre de balle paddy	80.70	2.71	1.82	3.20	3.01	0.95	1.25	-	0.8	-	4.70

➤ **Caractéristiques minéralogiques**

Les résultats des analyses minéralogiques sont donnés par les figures suivantes :

✓ Diffraction des rayons X :DRX

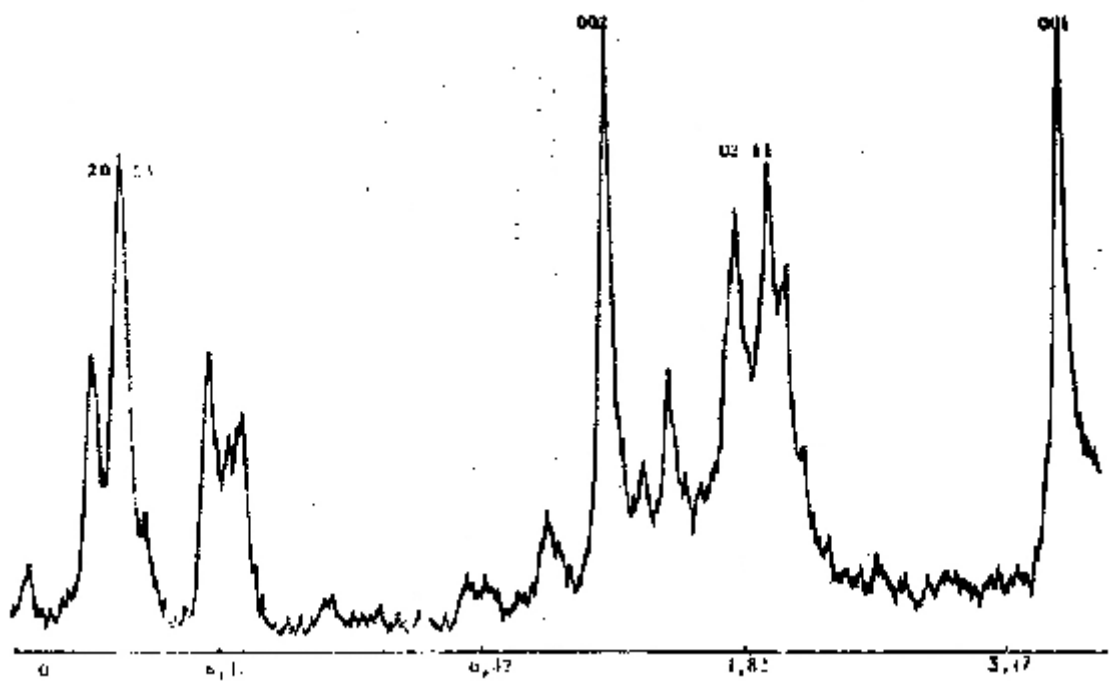


Figure 16: diffractogramme X du Kaolin d'Analabe (21)

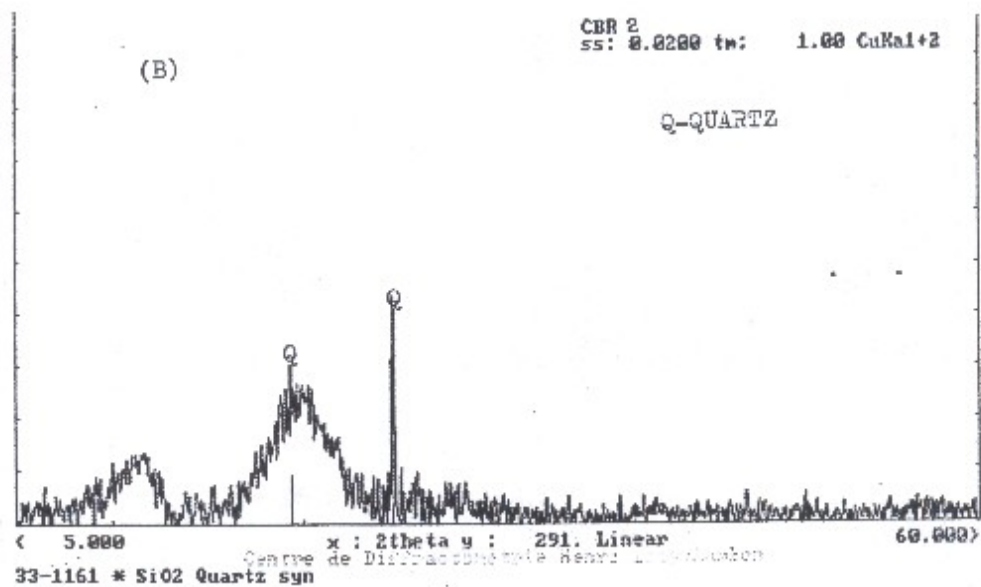


Figure 17 : *Diffractogramme X des cendres de balle de riz*

✓ Spectrométrie infra-rouge : SIR

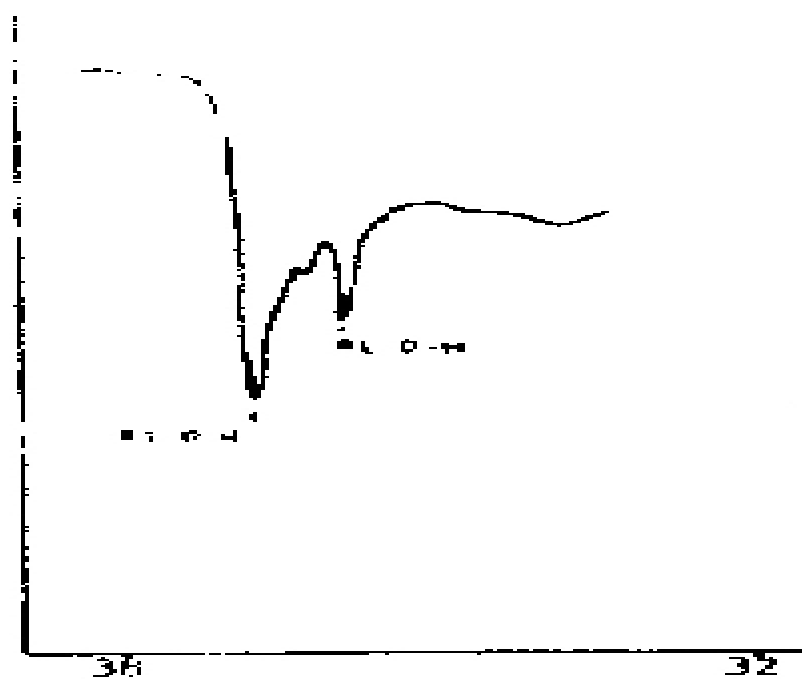


Figure 18 : *Spectres infra rouge du Kaolin d'Analabe*

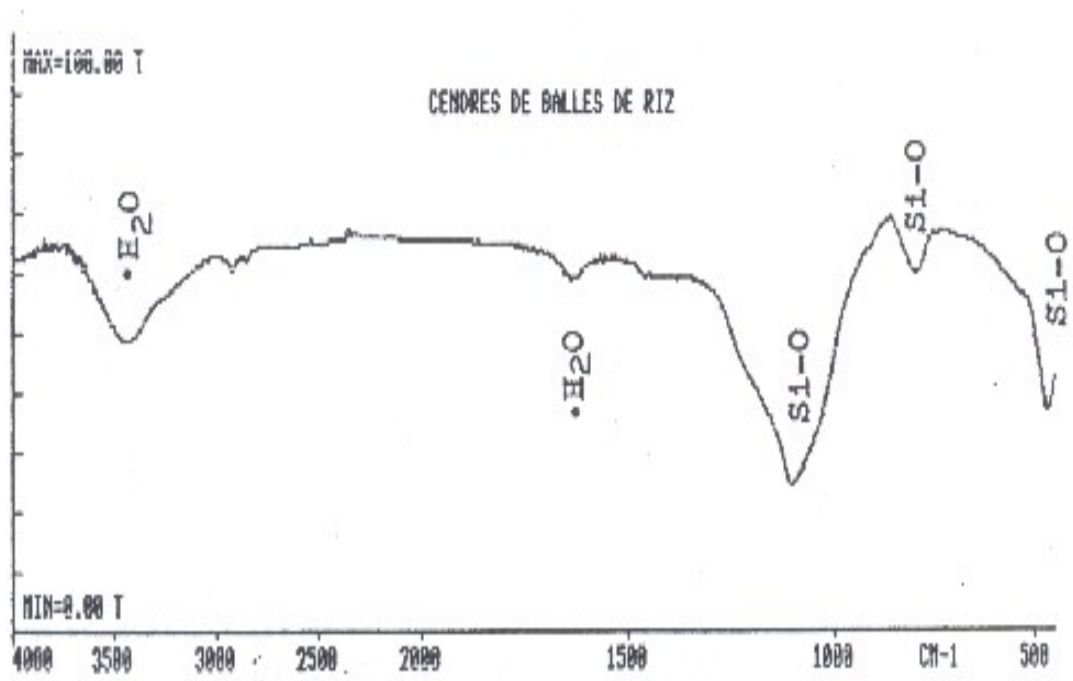


Figure 19 : Spectres infra-rouge du CBR :SIR du CBR

✓ Analyse thermique différentielle ATD

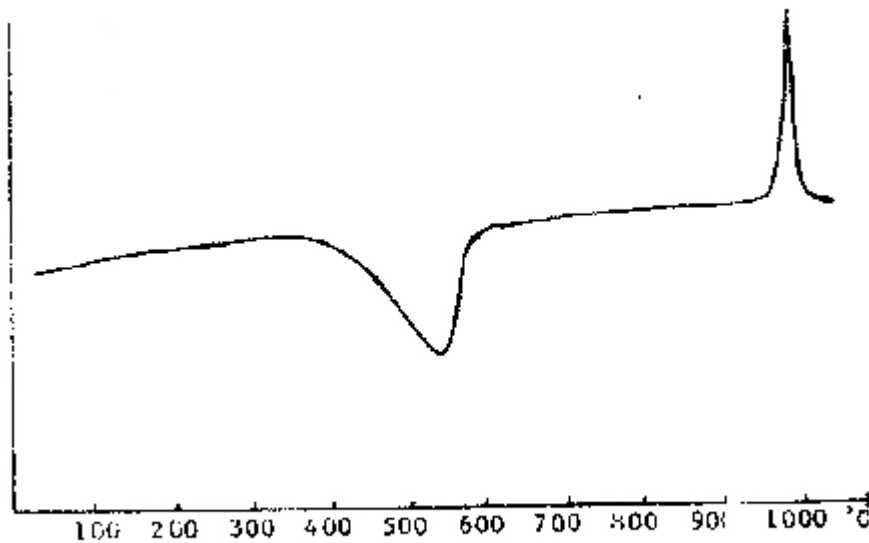


Figure 20 : Courbe d'Analyse thermique différentielle du Kaolin d'Analabe

6.3.2. Interprétations.

➤ **Pour le kaolin.**

D'après l'analyse chimique on voit bien que le rapport molaire entre la silice et l'alumine correspond bien à une argile kaolinite ($\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3=2$) .

On peut affirmer que notre kaolin est l'un des sources en silice et en alumine.

La courbe ATD donnée par la fig 20 montre bien qu'on est en présence d'une kaolinite ; l'allure du pic endothermique à 550°C représente la déshydratation de la kaolinite et du pic exothermique à 990°C révèle la cristallisation du metakaolin.

La DRX de ce kaolin montre des pics bien résolus correspondant à une kaolinite bien cristallisée ; ceci confirme le résultat obtenu par l'ATD .

La SIR montre qu'on a un spectre typique d'une kaolinite bien cristallisée..

➤ **Pour les cendres.**

On observe d'après l'analyse chimique une assez forte teneur en silice de l'ordre de 81%, la combustion de balle de riz donne donc des cendres à haut pourcentage en silice. Une perte au feu assez faible, qui est due essentiellement aux imbrûlés.

La diffractogramme X des cendres de balle de riz correspond à celui d'un produit dans un état d'amorphisation avancé avec une élévation de bruit de fond surtout dans la zone $2\theta = 20^\circ$. On voit aussi quelques pics qui correspondent au quartz. On peut dire que nos cendres sont aussi source de silice

6.4. PRE TRAITEMENTS DES MATIERES PREMIERES.

-Pour le kaolin nous avons calciné pendant 6h entre 450°C à 750°C pour avoir le metakaolin, ce qui permet d'avoir de la silice et de l'alumine particulièrement réactives.

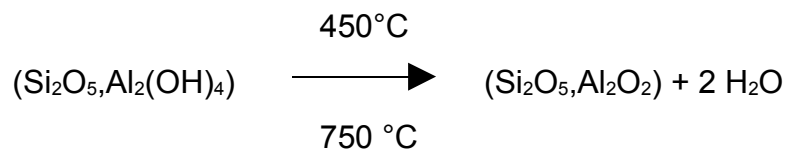


PHOTO 02 : *Metakaolin*

-Pour les cendres, à calcination naturelle c'est à dire à la température de cuisson d'un brique artisanale ; il contient un certain taux de carbone. Une des possibilités d'élimination de ce taux de carbone est de transformer ce dernier en gaz carbonique par combustion dans l'oxygène de l'air, ou on pourrait le recalcinée dans un four pendant un certain temps à une température suffisante et éviter que la silice recristallise perdant ainsi son caractère très réactive.

Les cendres sont utilisés dans notre cas, pour renforcer la silice apportée par le kaolin et pour atteindre certains rapports $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ et $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ requis



PHOTO 03 : *Four de calcination*

CHAPITRE VII : ESSAIS DE FABRICATION DE RESINE MINERALE

7.1. PARAMETRES INFLUENÇANT LA PREPARATION DE NOTRE PRODUIT

Nous considérons deux groupes de paramètres influençant la fabrication de notre résine minérale :

- Paramètres fixes,
- Paramètres variables.

7.1.1. Paramètres fixes

Les paramètres fixes pour fabriquer nos produits sont :

- Le rapport molaire : le rapport entre la silice et l'alumine est fixé à 4

$$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 4$$

- La température de cuisson : elle est fixée à 100°C, température d'ébullition de l'eau (méthode par voie humide)

- La pression : comme nous avons choisi la méthode de préparation par voie humide à pression atmosphérique, la pression de travail est donc la pression atmosphérique

- L'agitation

7.1.2. Paramètres variables

Les paramètres que nous avons faits varier sont :

- la température de re calcination du CBR
- la normalité ou la concentration en soude de la solution aqueuse initiale
- le temps de cuisson de notre résine

7.2. PRINCIPE DE LA FABRICATION

7.2.1. Processus de fabrication

Le processus de fabrication se déroule comme suit :

D'abord on fait le pré traitement des matières premières (obtention du metakaolin, re calcination du CBR), ensuite on malaxe bien ces matières premières et on prépare la solution aqueuse du soude, enfin on fait la cuisson en additionnant de tant en tant de l'eau chaude.

7.2.2. Le flowsheet de fabrication

La fabrication d'une résine minérale se résume comme indiquée dans la figure 21

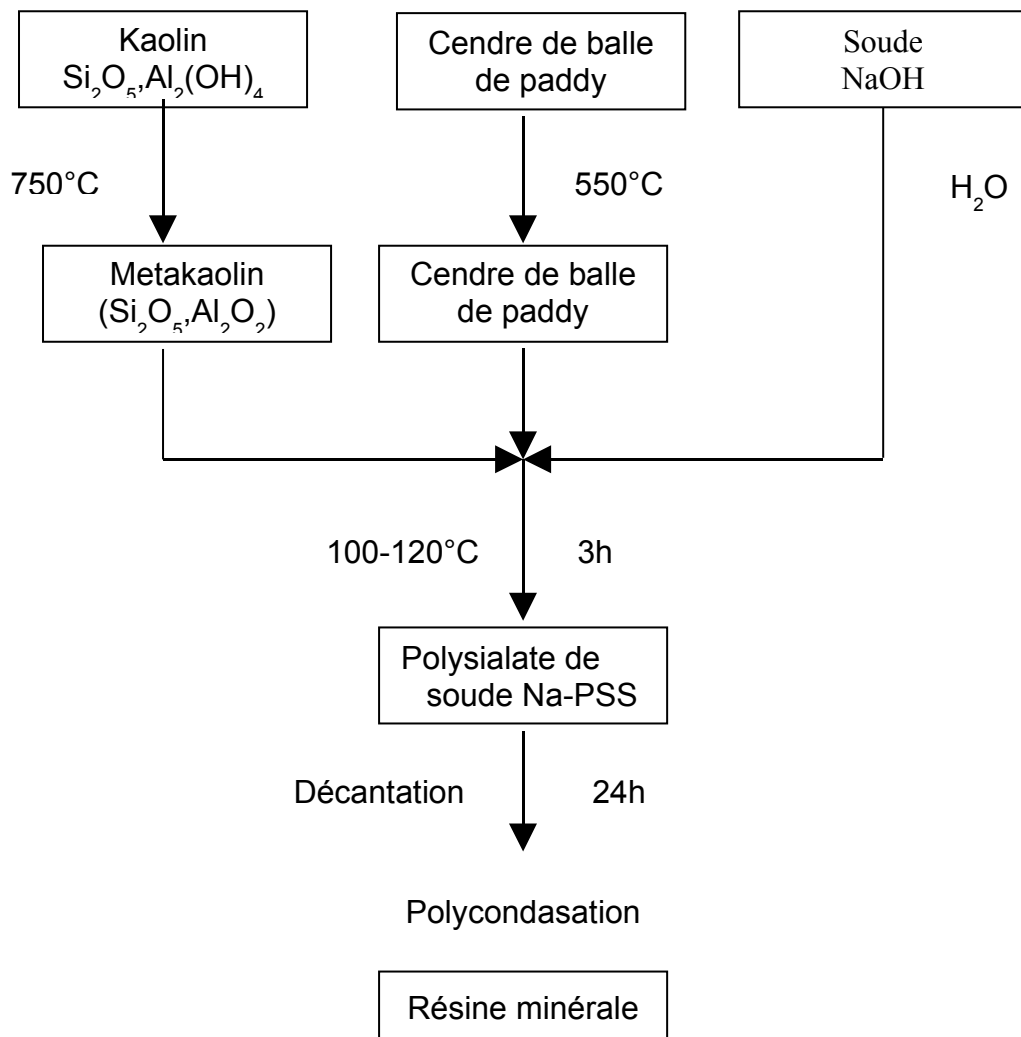
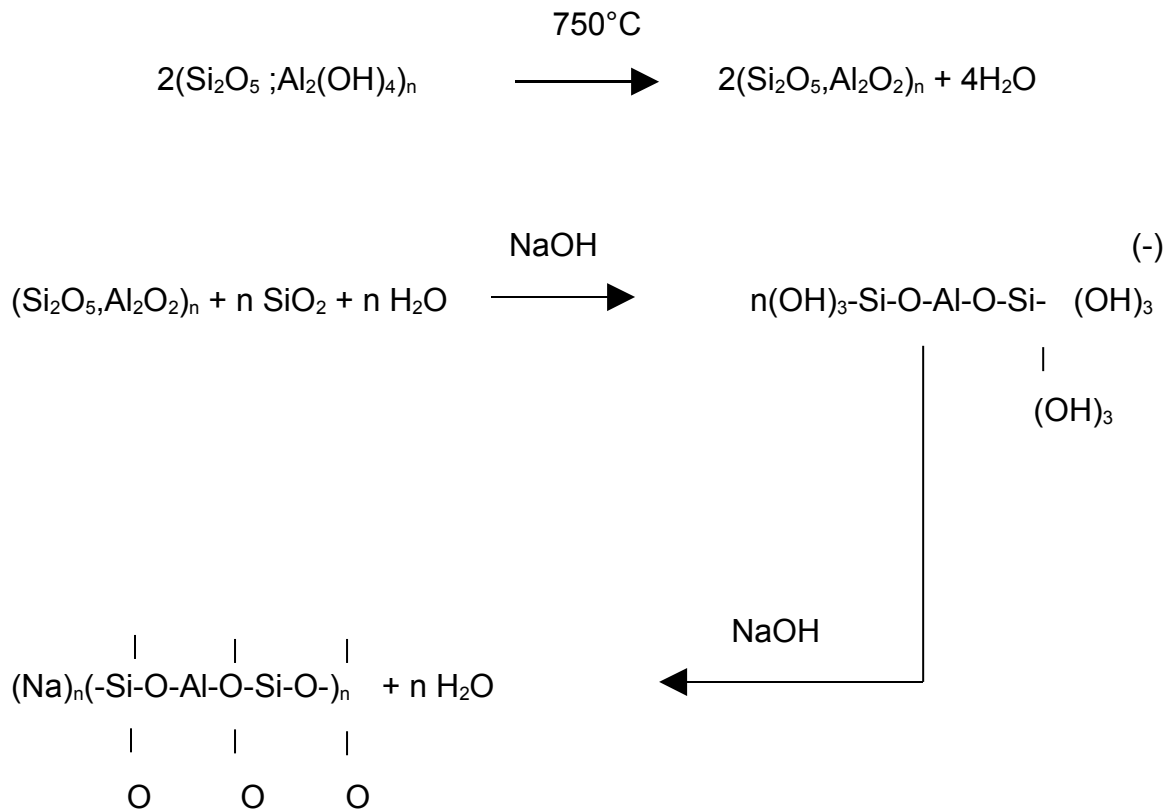


Fig 21 : Flowsheet de fabrication d'un résine minéral

7.2.3. Les réactions mises en jeu dans la fabrication

Les réactions chimiques régissant ce processus se déroulent comme suit :



7.3. MODES OPERATOIRES

7.3.1. Pesage

En se référant sur le rapport molaire que nous avons donné auparavant ; on pèse les matières premières à l'aide d'un balance photo (4)



PHOTO 04 : *Balance*

7.3.2. Malaxage

Le malaxage consiste à mélanger intimement le metakaolin et la cendre de balle de paddy ; puis on prépare une solution aqueuse de soude (soude + eau). Le mélange metakaolin sera introduit dans la solution alcaline obtenue

7.3.3. Cuisson

Le mélange obtenu après le malaxage sera cuit à ébullition pendant 3 heures sur une plaque chauffante photo (5). Et pour tenir le volume d'eau constant pendant la cuisson, on y ajoute de temps en temps de l'eau chaude. L'agitation est nécessaire pendant le temps de cuisson



PHOTO 05 : *Plaque chauffante*

7.3.4. Décantation

Après la cuisson il faut laisser reposer le produit pendant 24h. On observe alors deux parties bien distinctes : en surface, des liquides en suspensions et au fond du récipient, les résidus

7.3.5. Polycondensation

Le liquide décanté est filtré à l'aide des papiers filtres, puis on le place sur une plaque chauffante jusqu'à ébullition pour faire disparaître les molécules d'eau. On obtient alors la résine minérale

7.4. ESSAIS DE FABRICATION

7.4.1. Influence de l'agitation

Nos observations sur les essais préliminaires montrent que l'agitation est très utile durant la préparation de la résine minérale par voie humide à pression atmosphérique.

Si l'on n'agite pas la préparation, il y a des dépôts sur les parois et le fond du récipient. En plus, il y a formation d'une pellicule à la surface du liquide bouillant.

Cette agitation est aussi nécessaire pour favoriser l'homogénéisation de la température du milieu réactionnel.

7.4.2. Influence de la température de recalcination de la cendre de balle de paddy

Pour éliminer certain taux de carbone dans les cendres , il faut que celles-ci soient recalcinées.

Le tableau 7 représente les paramètres que nous avons fixés

Tableau 7 :paramètres fixes

Paramètres fixes	Temps de cuisson (mn)	Température de cuisson (°C)	Pression	Normalité (N)	Rapport molaire $\frac{\text{SiO}_2}{\text{Al}_2\text{O}_3}$
Valeurs	60	100	Pression atmosphérique	1	4

Et on a fait varier la température de recalcination.

Le tableau 8 et la figure 22 donnent le rendement de transformation de la silice recalcinée en résine minérale en fonction de la température de recalcination.

Tableau 8 : rendement de transformation de la silice en fonction de la température de recalcination

Température de recalcination (°C)	400	500	600	650	700	750	800	850
Rendement (%)	59.2	60.9	61.3	59	53.1	45.6	39.7	34.4

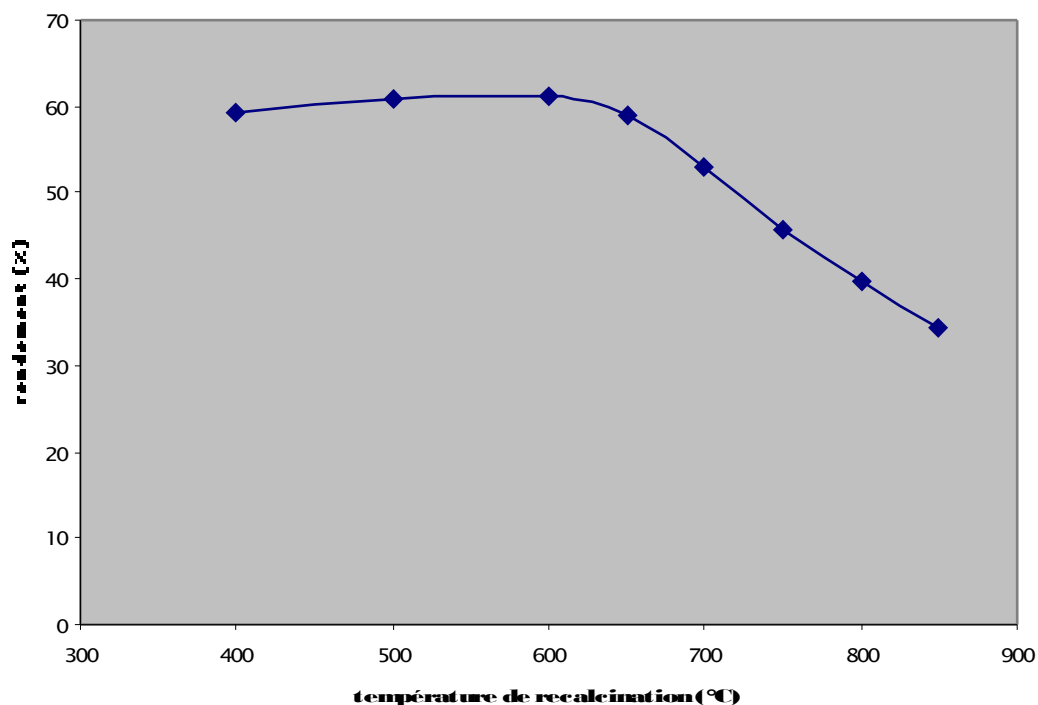


Fig 22 : *Rendement de transformation en résine de la silice recalcinée en fonction de la température de recalcination*

Ce graphique montre que la recalcination entre 500 à 600°C donne le maximum de rendement de solubilisation de la silice .

On observe en outre une chute du rendement de transformation lorsque la température monte ; ceci peut s'expliquer par la perte d'activité de la silice suite à un rétablissement de l'ordre dans son réseau cristallin

Donc nous avons recalcinée notre cendre à 500°C



PHOTO 06 : *Cendre de balle de riz*

7.4.3. Influence de la normalité de la solution de soude

Nous avons récapitulé dans le tableau 9 les paramètres que nous avons fixés.

Tableau 9 : paramètres fixes

Paramètres fixes	Temps de cuisson (mn)	Température de cuisson (°C)	Pression	Rapport molaire $\frac{\text{SiO}_2}{\text{Al}_2\text{O}_3}$	Température de recalcination du CBR (°C)
Valeurs	60	100	Pression atmosphérique	4	550

Nous avons fait varier la normalité de 1/2N ,1N, 2N, 3N, 4N

D'après les essais que nous avons entrepris, le rendement de transformation du kaolin et des cendres de balle de riz en résine minérale est donné par le tableau 10 et représenté par la figure 23

Tableau 10 : Rendement de transformation des matieres premieres en resine en fonction de la normalité en soude

Normalité	1/2N	1N	2N	3N	4N
Rendement (%)	56.9	60.9	62.6	64.2	65.9

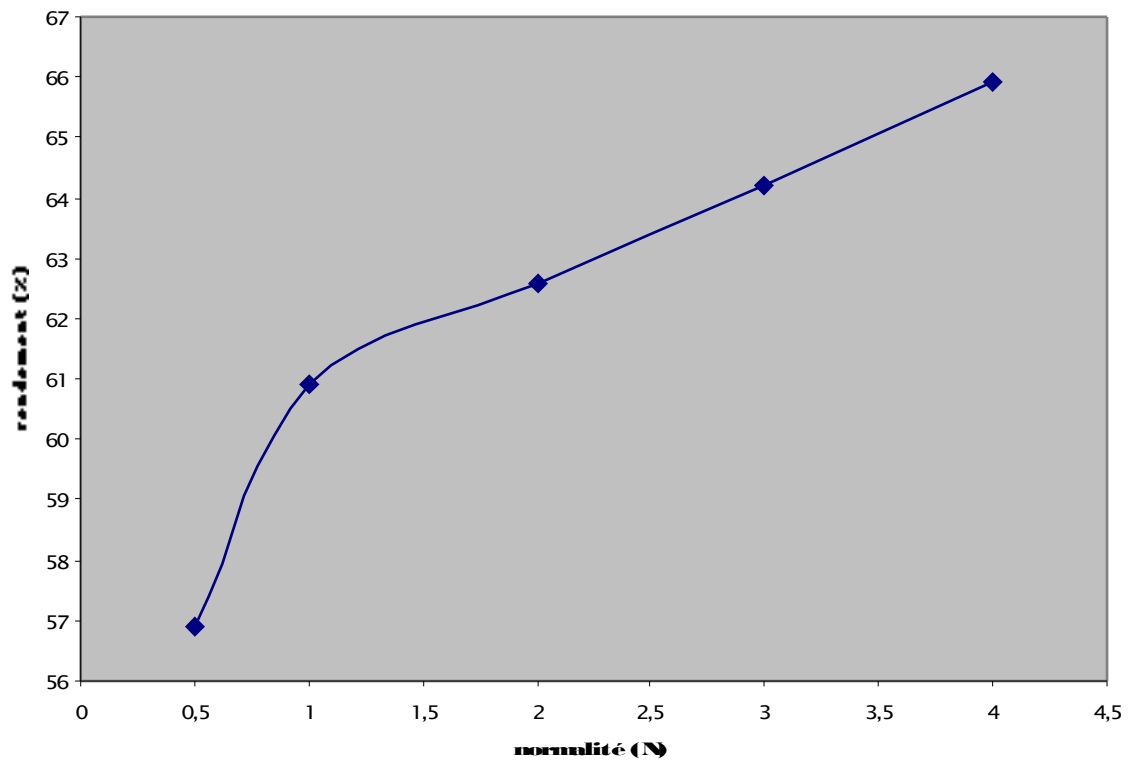


Fig 23 : Rendement pour l'obtention de résine minéral en fonction de la normalité en soude de la solution

D'après la courbe sur la figure 23 ; on voit bien que le rendement de transformation des matières premières en résine minérale croît avec la normalité de la solution alcaline initiale, et ceci d'une manière pratiquement linéaire.

7.4.4. Influence du temps de cuisson

Nous avons récapitulé dans le tableau 11 les paramètres que nous avons fixés.

Tableau 11 : paramètres fixes

Paramètres fixes	Température de cuisson (°C)	Pression	Rapport molaire $\frac{\text{SiO}_2}{\text{Al}_2\text{O}_3}$	Normalité (N)	Température de recalcination du CBR (°C)
Valeurs	100	Pression atmosphérique	4	1	550

Nous avons fait varier le temps de cuisson de 30,60,90,120,150,180,210 mn

Les données expérimentales sont exprimées dans le tableau 12 et figure 24 ci-dessous :

Tableau 12 : rendement en fonction du temps de cuisson

Temps (mn)	30	60	90	120	150	180	210
Rendement (%)	58.5	60.9	62.3	64.3	65.5	66.2	67.8

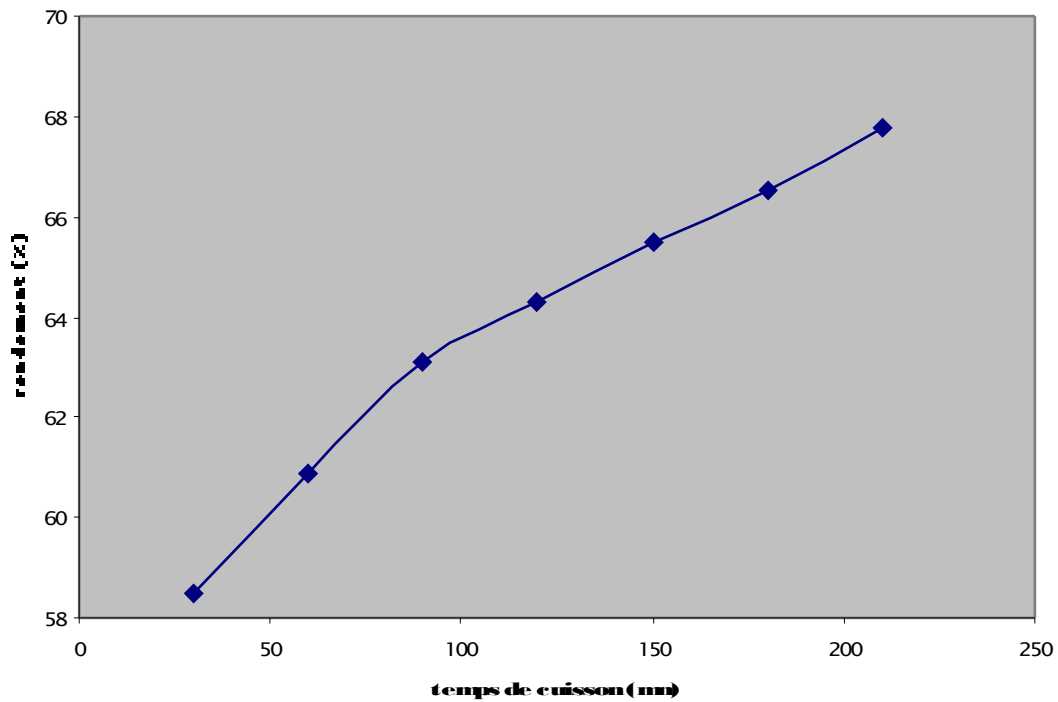


Fig 24 : Rendement pour l'obtention de résine minéral en fonction du temps de cuisson

On voit bien aussi que le rendement augmente quand le temps augmente.

D'après les essais et les résultats que nous avons obtenus ; nous proposons dans le tableau 13 des valeurs des paramètres expérimentaux pour fabriquer une résine minérale de bonnes qualités.

Tableau 13 : paramètres expérimentaux pour fabriquer une résine minérale

Paramètres experimentaux	Temps de cuisson (mn)	Températur e de cuisson (°C)	Températur e de recalcination du CBR (°C)	Pression	Normalité (N)
Valeurs	180	100	500	Pression atmosphérique	2

Le mélange utilisé correspond aux rapports molaires suivants :

$$\frac{\text{SiO}_2}{\text{Al}_2\text{O}_3} = 4$$

$$\frac{\text{SiO}_2}{\text{Na}_2\text{O}} = 4$$

$$\frac{\text{Al}_2\text{O}_3}{\text{Na}_2\text{O}} = 1$$

$$\frac{\text{H}_2\text{O}}{\text{Na}_2\text{O}} = 17.5$$

7. 5. CARACTERISATION DU PRODUIT FINI

Nous avons caractérisé notre produit physiquement en donnant la densité de notre produit et chimiquement en dosant la soude dans la résine

7. 5. 1. La densité et le degré Baumé

La concentration d'une solution de sicalate est caractérisée par sa densité souvent exprimée en degré baumé.

Pour les liquides de densité supérieure à celle de l'eau (densité de l'eau =1), densité et Degré Baumé sont reliés par la formule :

$$\text{Degré Baumé} = 144.32 \frac{\text{Densité} - 1}{\text{Densité}}$$

Deux méthodes de mesure de la densité peuvent être utilisés :

- l'emploi d'un densimètre
- la mesure par pesée d'un flacon de volume parfaitement connu.

Nous avons pratiqué la mesure par pesée d'un flacon de volume parfaitement connu.

D'après les essais que nous avons entrepris, nous obtenons une valeur de la densité de notre résine à 1.3, ce qui est équivalent à 33.30 degré Baumé

7. 5. 2. Dosage de la soude dans le résine

La soude qui n'a pas réagi est dosée par acidimétrie à l'aide de l'acide chlorhydrique en présence du rouge de méthyle jusqu'au premier virage de jaune au rouge.

D'après l'analyse que nous avons effectué on a 33% soude qui n'a pas participé à la formation du géopolymère

7.6. CONCLUSION

Par ces différents essais au laboratoire, tout en tenant compte des différents paramètres fixes : rapport molaire, température, pression agitation, - et les paramètres variables : température de la recalcination de la CBR, normalité de la CBR, temps de cuisson ; nous avons pu avoir une résine minérale par le procédé de géopolymérisation,

La résine obtenue est utilisée comme liant dans les applications aux matériaux de construction que nous allons dans le chapitre suivant.

CHAPITRE VIII : APPLICATIONS AUX MATERIAUX DE CONSTRUCTION

En ce moment, les fabricants s'élancent dans la recherche de nouveaux matériaux de construction.

Parmi ces matériaux, nous avons retenu pour nos essais :

- les agglomérés à base de sable
- les briques de latérite
- les agglomérés à base de sciures de bois

8.1. LES AGGLOMERES A BASE DE SABLE

Les agglomérés à base de sable que nous avons effectué peuvent être utilisés comme des briques réfractaires.

8.1.1. Notion de réfractarité

La réfractarité est le pouvoir des matériaux de résister à l'action continue des hautes températures sans se déformer ou se fondre.

Les briques réfractaires sont donc des briques pouvant résister à l'action prolongée de la température, en général supérieure à 1500°C.

8.1.2. Les différents types de briques et produits réfractaires

Nous allons citer ci après différents types de briques et produits réfractaires :

- Les briques siliceuses ou brique de Dinas : elles renferment au minimum 93% de silice. Leur réfractarité varie de 1670°C à 1790°C
- Les briques réfractaires à base de silicate d'aluminium :elles sont composées de silice et de silicate d'aluminium en proportions variables, leur réfractarité varie de 1580°C à 1710°C
- Les briques de chamotte : composées de chamotte d'argile réfractaire. Elles sont thermiquement stables.

- Les réfractaires à haute teneur en alumine :formées de bauxite, diaspores ou corindon. Leur réfractarité varie de 1820°C à 1960°C

- Réfractaires magnésien : composées de 80 à 85% de périclase MgO. Leur réfractarité atteint 2000°C

- Les réfractaires chromeux : formées d'un mélange de chromite avec de la magnésite ou de l'alumine. Leur réfractarité varie entre 1800°C et 2000°C

- Les Réfractaires carboniques : fabriquées en graphites possédant une réfractarité supérieure à 1700°C

8. 1. 3. Principe de la fabrication de brique réfractaire de silice

Le Principe de la fabrication de brique réfractaire de silice consiste globalement à mélanger du sable siliceux à granulométrie bien définie avec un liant constitué d'une solution aqueuse de sialate, ajouté de kaolin à la dose voulue

➤ **Modes de fabrications**

- Matières premières :

•Sable siliceux qui contient encore des matières terreuses (boue) et des débris végétaux. Le sable est donc lavé et envoyé au séchage (exposition au soleil ou dans un four) afin de ne pas colmater la toile du tamis

- Dosage :

Notre but est de déterminer la quantité minimale de liant qu'on doit utiliser pour obtenir une résistance mécanique acceptable. Dans ce cas nous avons fixé la granulométrie du sable et la charge et on fait varier la quantité du liant

•Gros sable (0.8 / 2).....60 parties en volume

•Sable fin (0.08 / 0.2).....40 parties en volume

•Liant d=1.310 ;15 ;20 ;25 ; parties en volume

•Charge.....5 parties en volume

que l'on mélange intimement.

On introduit ensuite ce mélange dans la solution du liant additionnée de kaolin

- Malaxage : le mélange obtenu est malaxé fortement afin de l'homogénéiser au maximum

- Moulage : le moulage est fait dans un moule métallique

- Séchage : on effectue un séchage à l'ombre pendant plus de 12 heures suivi d'un séchage au four ou dans une étuve pendant 5 à 8 heures à la température de 150°C

➤ **Flowsheet de la fabrication**

La figure 25 présente le flowsheet de la fabrication

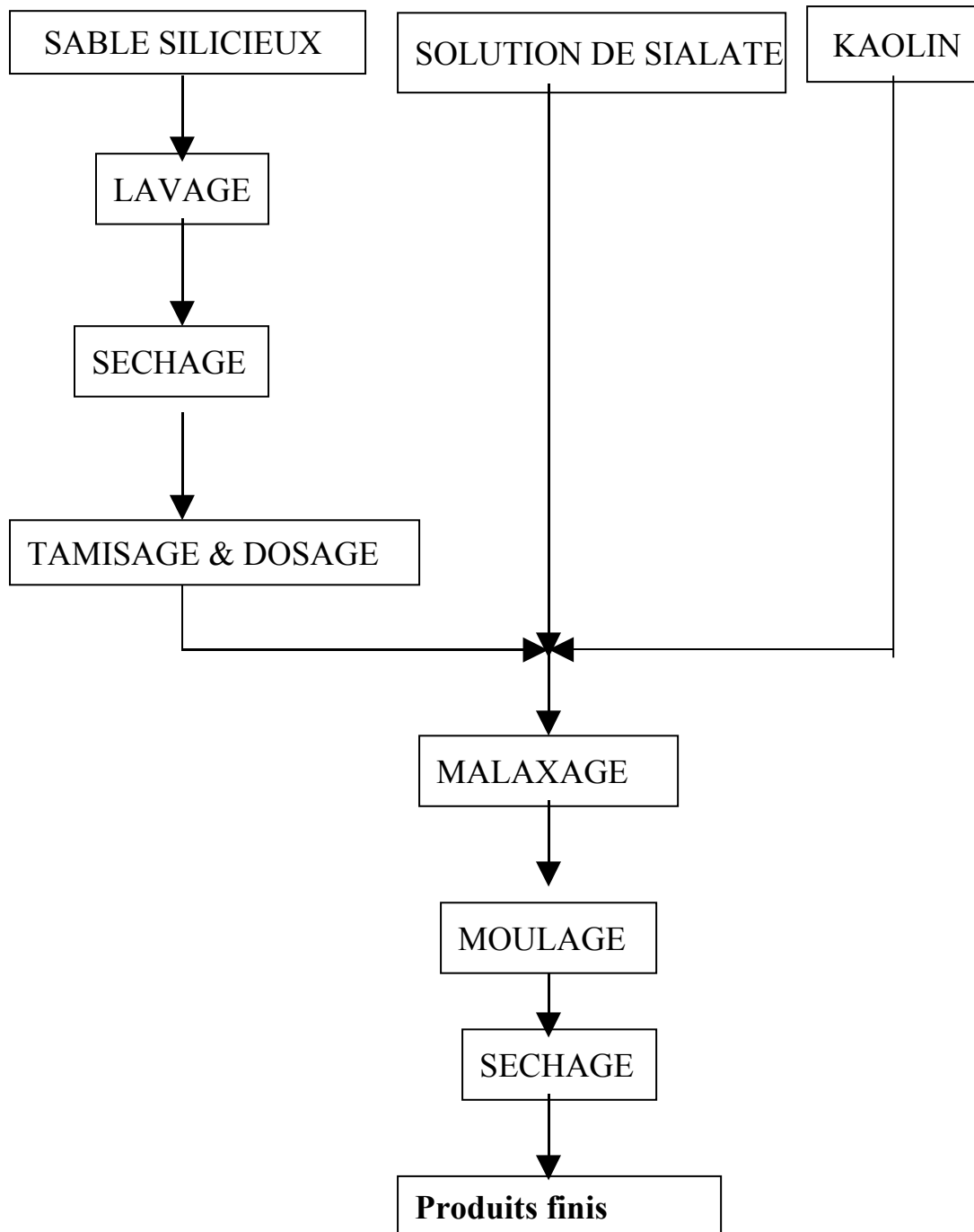


Fig 26 : *Flowsheet de fabrication des briques à base de sable*

➤ **Performance des briques de sable**

Les résultats des essais de compression après séchage sont donnés dans le tableau 14 et la fig 26

Tableau 14 : Résistance à la compression en fonction de la quantité de liant

Quantité de liant (partie en volume)	10	15	20	25
Résistance à la compression R _c (Bar)	19.7	22.3	79.2	169.5

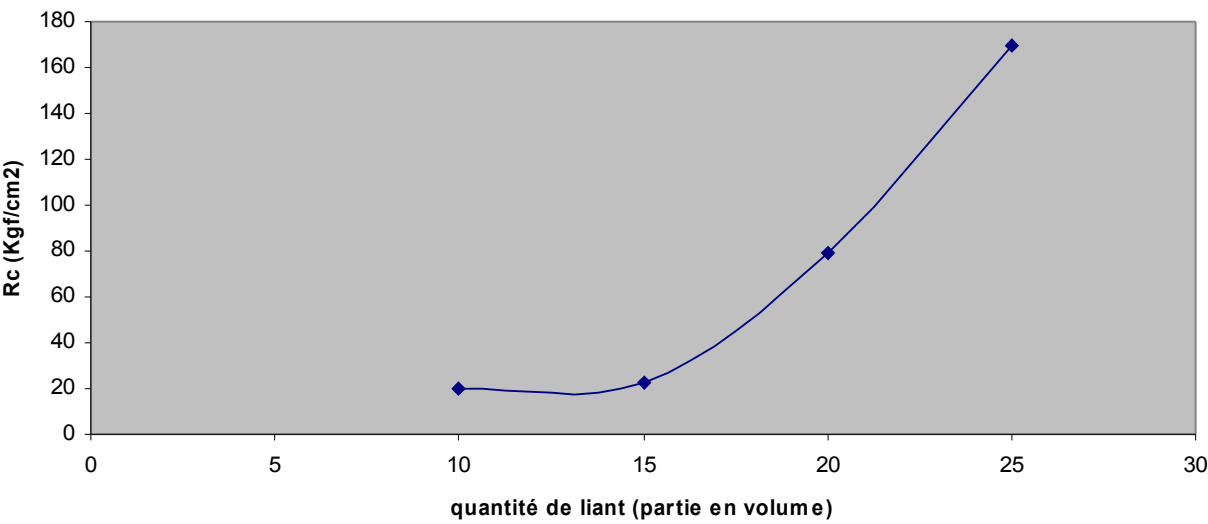


Fig 26 : Résistance à la compression en fonction de la quantité de liant

Nous constatons donc que plus la quantité de liant augmente, plus la résistance est bonne.

8. 2. APPLICATION A LA STABILISATION DES BRIQUES DE LATERITE

8. 2. 1. Principe

Nous avons utilisé notre produit comme un liant pour stabiliser la latérite. Notre latérite a été prise aux environs du campus de Vontovorona.

Le principe que nous avons utilisé n'est pas le même que pour la fabrication de brique réfractaire.

On fixe la quantité de la latérite ; celle du sable et celle du liant

8. 2. 2. Mode de fabrication

Le mode de fabrication de notre brique se décrit comme suit :

a) – Extraction des matières premières : nous avons extrait nos latérites aux environs du campus de Vontovorona. En effet, le sol dans ce quartier est majoritairement latéritique.

b) – Essais de dosage : par une approche purement intuitive, nous avons effectué plusieurs essais qui nous ont conduit au mélange suivant qui présentait les meilleurs résultats :

> Latérite.....60 partie en volume

> Sable40 partie en volume

> Liant d= 1.35 partie en volume

c) - Malaxage et moulage : Ce procédé consiste à mélanger intimement les produits cités en haut afin d'obtenir une pâte homogène , ensuite on coule cette pâte dans le même moule qu'on a utilisé pour la fabrication des briques siliceux

d) - Séchage : on laisse sécher le produit à l'ombre pendant 12 h. Celui-ci peut être activé dans un four ou en étuve

➤ **Flowsheet de la fabrication**

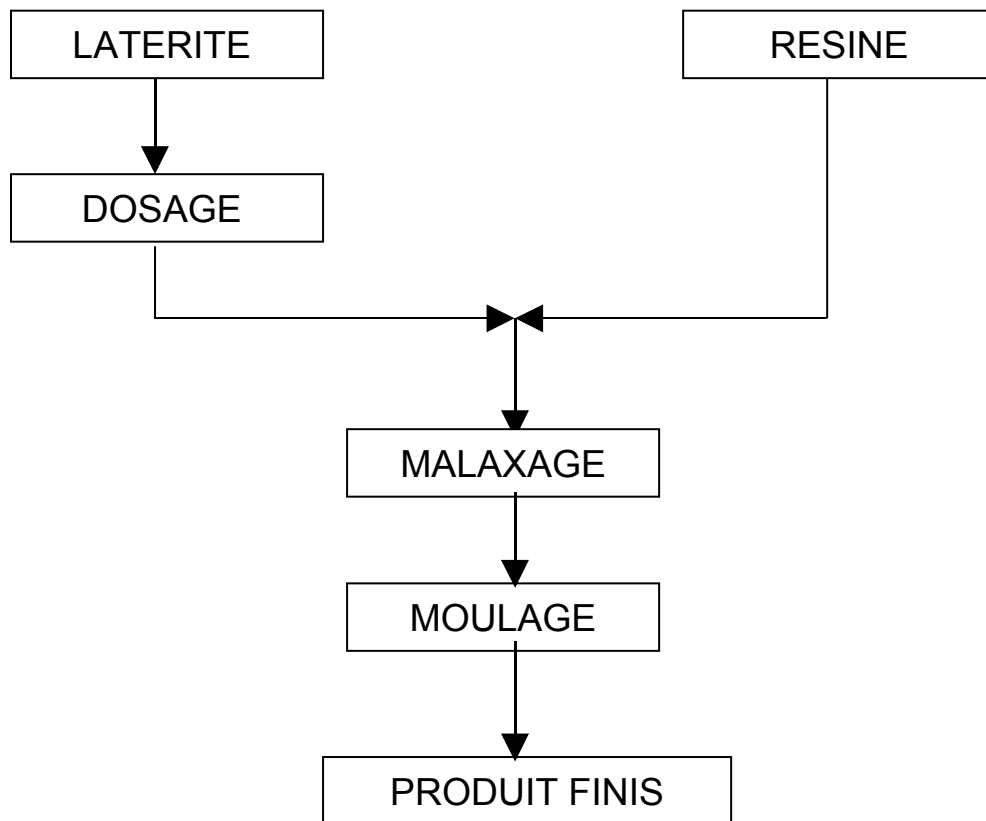


Fig 27 : Flowsheet de fabrication de brique à base de latérite

8.2.3. Tests sur les produits finis

Deux types de tests ont été effectués sur nos produits : des tests pratiques et des tests en laboratoire.

Nous avons effectué deux tests pratiques : le retrait au séchage et l'absorption d'eau ; et un test en laboratoire qui est la résistance à la compression.

- retrait au séchage :

On mesure la longueur du produit façonné frais, et on laisse sécher pendant 28 jours, et on mesure.

Soit l_1 : longueur du produit frais façonné

l_2 : longueur du produit complètement sec

on définit le retrait R tel que :

$$R(\%) = \frac{(l_1 - l_2)}{l_1} \times 100$$

D'après le calcul (voir annexe 3) ; le retrait au séchage est de l'ordre de 2%.

Nous constatons d'après ce résultat que le retrait au séchage de notre brique est assez faible et ne risque pas d'entraîner des variations dimensionnelles trop importantes dans les ouvrages.

- Absorption d'eau :

Le coefficient d'absorption d'eau C du produit est exprimé par la formule :

$$C(\%) = \frac{100 \times M}{S \times t}$$

C : coefficient d'absorption d'eau

M : masse d'eau (g), absorbée par le produit depuis le début de l'immersion

S : produit de la longueur par la largeur de la face immergée , c'est à dire la section immergée en cm^2

t : temps (mn) écoulé depuis le début de l'immersion.

L'absorption d'eau de notre produit après 48 h d'immersion est de l'ordre de 23%. Cette valeur est plus ou moins acceptable ; elle est tout de même inférieure aux résultats enregistrés sur des briques cuites artisanales prélevée sur le site d'Andohatapenaka (absorption d'eau 35 à 36%) .

Ce qui signifie que notre produit est assez compact et imperméable.

- Résistance à la compression

Les résultats de la résistance à la compression de notre produit comparée à celle des briques stabilisées au ciment, et des briques cuites artisanales sont donnés par le tableau 12 ci- dessous

Tableau 15 : comparaison de la résistance à la compression

	Résistance à la compression (Mpa)	
	A sec	Humide
Brique stabilisée a la résine minérale	2.80	1.30
Brique stabilisée au ciment	2.92	1.35
Brique cuite artisanale	2.15	1.45

D'après ce tableau, nous constatons que la résistance à la compression des briques stabilisées au résine minérale à sec ou humide ne diffère pas trop de celle des briques stabilisées au ciment ou des briques cuite artisanale.



PHOTO 07 : *Briques stabilisées au résine minérale*

8.3. AGGLOMERES A BASE DE SCIURE DE BOIS

Le produit que nous avons obtenu peut être appliqué à la fabrication de planchettes à dessin ou d'éléments de murs préfabriqués. Ce qui permettra de valoriser les sciures de bois, son produit encombre des installations de scierie.

➤ **Méthode de fabrication :**

- mélanger la sciure de bois , le liant, et la charge
- bien malaxer
- Etaler pour un séchage partiel
- Mouler
- Presser
- Démouler

- Séchage à la température ambiante

➤ **Dosage**

Après divers essais, nous avons pu trouver une combinaison adéquate

- sciure de bois150 parties en volume
- Liant d=1.3.....15 parties en volume
- Charges.....50 parties

➤ **Résultats**

Notre produit se prête bien à l'agglomération des particules de la sciure de bois.

Selon la densité du produit à fabriquer, nous préconisons l'utilisation ou non d'une presse pour sa confection.



PHOTO 08 : *Agglomères a base de sciure de bois*

8.4. AUTRES APPLICATIONS

On peut envisager plusieurs autres applications de notre résine minérale dans le domaine de fabrication de matériaux de construction ou autres.

Nous citons deux autres essais d'application que nous avons entrepris :

- Agglomération d'une poudre de charbon de Sakoa
- Plaquette ou plaque géopolymère à base de sciure de bois (cœur) et de latérite (enveloppes), ce qui constitue un exemple des éléments pour préfabrication.



PHOTO 09 : *plaquette géopolymère*

CONCLUSION GENERALE

D'aucuns savent que la fabrication de la majorité des matériaux de construction quelque soit leur nature, leur procédé de fabrication, ne peut se faire sans l'utilisation de liants. Ces liants peuvent être d'origines diverses. Chacun d'eux présente des avantages et des inconvénients liés à leur origine (exemple : pollution de l'environnement ou toxicité), aux coûts du produit, à la résistance et à l'aspect du matériau obtenu...

Dans ce travail, nous avons essayé d'optimiser autant que possible les divers avantages qu'on peut obtenir en fabriquant un liant minéral par le procédé géopolymère. Qui plus est, les matières premières entrant dans cette fabrication sont facilement trouvables dans presque toutes les régions de notre pays ; les méthodes de fabrication sont relativement simples.

Ce que nous avons fait ne sont que des essais au laboratoire ; la vulgarisation de ce procédé sera à la charge des opérateurs.

En guise d'avant-goût, nous avons essayé de réaliser quelques applications de ce nouveau procédé dans des fabrications de matériaux de construction tels la fabrication des agglomérés à base de sable, la fabrication des agglomérés à base de sciure de bois et la fabrication de briques de latérite. Notre résine se prête bien à ces applications.

Nous ne pouvons pas prétendre que notre recherche est parfaite, elle fera certainement l'objet des recherches plus approfondies par d'autres chercheurs avec l'appui d'autres apports techniques plus performants. A titre d'exemple, nous avons le plaisir de signaler ici, la création récente d'un groupe de recherche sur les géopolymères et la géosynthèse au sein du département Sciences des Matériaux de l'Ecole Polytechnique de Vontovorona Antananarivo à qui nous souhaitons de fructueux travaux.

TABLES DES MATIERES

REMERCIEMENTS	I
LISTE DES TABLEAUX	II
LISTE DES FIGURES	III
LISTE DES PHOTOS	IV
ABREVIATIONS	V

INTRODUCTION GENERALE 10

CHAPITRE I : GENERALITES SUR LES SILICATES.....	13
1.1. NOTION SUR LA SILICE.....	13
1.1.1. Définition	13
1.1.2. Différents états de la silice (2), (3).....	13
1.1.3. Les propriétés de la silice.....	14
1.1.4. Notion de silice active.....	17
1.1.5. Stabilité de la silice.....	17
1.2. LES SILICATES (4).....	18
1.2.1. Définition.....	18
1.2.2. Les Différents types de silicates.....	18
1.2.3. Notion de silicates solubles.....	18
1.3. CONCLUSION.....	20
CHAPITRE II : LES ARGILES.....	21
2.1. DEFINITION.....	21
2.2. STRUCTURES ET CLASSIFICATIONS.....	21
2.2.1. Les minéraux 1/1.....	23
2.2.2. Les minéraux 2/1.....	23
2.3. LE KAOLIN.....	24
2.3.1. Définition.....	24
2.3.2. Propriétés et caractéristiques du kaolin.....	24
2.4. LES LATERITES.....	25
2.4.1. Définitions.....	25
2.4.2. Formation.....	26
2.4.3. Composition chimique et minéralogique des latérites.....	26
2.4.4. Classifications des latérites.....	27
2.4.5. Caractéristiques spécifiques des sols latéritiques.....	28
2.5. CONCLUSION.....	29
CHAPITRE III : LES POLYMERES.....	30
3.1. DEFINITION.....	30
3.2. MONOMERE.....	30
3.3. STRUCTURE DES POLYMERES.....	31
3.3.1. Structure primaire.....	31
3.3.2. Structure bi- ou tridimensionnelle.....	31
3.4. LES RESINES.....	32
3.4.1. Définition.....	32
3.4.2. Domaines d'utilisations des résines.....	32
3.5. POLYMERISATION.....	33
3.5.1. Définition.....	33
3.5.2. Différents types de polymérisation.....	33
3.6. CONCLUSION.....	36
CHAPITRE IV : NOTIONS SUR LES GEOPOLYMERES.....	37
4.1. GENERALITES.....	37
4.2. DEFINITIONS.....	37
4.2.1. Géosynthese	37
4.2.2. Chimie des géopolymère.....	37
4.3. STRUCTURES ET PROPRIETES DES GEOPOLYMERES (16) ;(17).....	38
4.4. DIFFERENTS PRODUITS GEOPOLYMERES	44
4.4.1. Liant ou résine géopolymère (18).....	44
4.4.2. Ciment géopolymère (19).....	44
4.4.3. Brique géopolymère (21).....	45
4.5. CONCLUSION	46

CHAPITRE V : RAPPEL SUR LES METHODES DE PREPARATION DES SILICATES SOLUBLES	48
5.1. METHODE PAR VOIE HUMIDE	48
5.1.1. Cuisson sous pression	48
5.1.2. Cuisson à la pression atmosphérique	48
5.2. METHODE PAR VOIE SECHE OU FUSION ALCALINE	48
CHAPITRE VI : CARACTERISATION DES MATIERES PREMIERES	51
6.1. LES MATIERES PREMIERES POUR LA FABRICATION DE NOS PRODUITS	51
6.2. LES METHODES DE CARACTERISATION	52
6.2.1. Caractéristiques physiques	52
6.2.2. Caractéristiques chimiques et minéralogiques	55
6.3. CARACTERISTIQUES DES MATIERES PREMIERES	57
6.3.1. Expression des résultats	57
6.3.2. Interprétations	62
6.4. PRE TRAITEMENTS DES MATIERES PREMIERES	63
CHAPITRE VII : ESSAIS DE FABRICATION DE RESINE MINERALE	66
7.1. PARAMETRES INFLUENÇANT LA PREPARATION DE NOTRE PRODUIT	66
7.1.1. Paramètres fixes	66
7.1.2. Paramètres variables	66
7.2. PRINCIPE DE LA FABRICATION	67
7.2.1. Processus de fabrication	67
7.2.2. Le flowsheet de fabrication	67
7.2.3. Les réactions mises en jeu dans la fabrication	68
7.3. MODES OPERATOIRES	68
7.3.1. Pesage	68
7.3.2. Malaxage	69
7.3.3. Cuisson	69
7.3.4. Décantation	70
7.3.5. Polycondensation	70
7.4. ESSAIS DE FABRICATION	71
7.4.1. Influence de l'agitation	71
7.4.2. Influence de la température de recalcination de la cendre de paddy	71
7.4.3. Influence de la normalité de la solution de soude	73
7.4.4. Influence du temps de cuisson	75
7.5. CARACTERISATION DU PRODUIT FINI	78
7.5.1. La densité et le degré Baumé	78
7.5.2. Dosage de la soude dans le résine	79
7.6. CONCLUSION	79
<i>Par ces différents essais au laboratoire, tout en tenant compte des différents paramètres fixes : rapport molaire, température, pression agitation, - et les paramètres variables : température de la recalcination de la CBR, normalité de la CBR, temps de cuisson ; nous avons pu avoir une résine minérale par le procédé de géopolymérisation.</i>	79
<i>La résine obtenue est utilisée comme liant dans les applications aux matériaux de construction que nous allons dans le chapitre suivant.</i>	79
CHAPITRE VIII : APPLICATIONS AUX MATERIAUX DE CONSTRUCTION	80
8.1. LES AGGLOMERES A BASE DE SABLE	80
8.1.1. Notion de réflectivité	80
8.1.2. Les différents types de briques et produits réfractaires	80
8.1.3. Principe de la fabrication de brique réfractaire de silice	81
8.2. APPLICATION A LA STABILISATION DES BRIQUES DE LATERITE	85
8.2.1. Principe	85
8.2.2. Mode de fabrication	85
8.2.3. Tests sur les produits finis	87
8.3. AGGLOMERES A BASE DE SCIURE DE BOIS	89
8.4. AUTRES APPLICATIONS	90

ANNEXE 01

DOSAGE DE Na_2O

On neutralise le Na_2O dans le silicate par l'acide chlorhydrique 0.1N

-On prend 10g de solution qu'on verse dans une fiole jaugée de 500 cm³ remplie d'eau distillée jusqu'au repère.

-On secoue énergiquement.

-On prélève 50cm³ de cette solution que l'on étend a 100 cm³.

-On ajoute 0.5cm³ de rouge de méthyle.

-On titre avec de l'acide chlorhydrique 0.1 N jusqu'à premier virage du jaune au rouge

Soit :

a = 10 g de l'échantillon dans 500cm³

x en g de cet échantillon se trouve dans la prise de 50cm³

$$x = \frac{50 \times a}{500} = \frac{a}{10}$$

Dans 0.1 N on a 0.1 mole de l'acide chlorhydrique dans 1000 cm³

On a y₁ mole de l'acide chlorhydrique pour b₁ cm³ d'acide versé

$$y_1 = \frac{0.1 \times b_1}{1000}$$

Na₂O est neutralisé par 2 HCl

$$y_{\text{Na}_2\text{O}} = \frac{0.1 \times b_1}{1000 \times 2} \text{ mole de Na}_2\text{O}$$

En masse :

$$M_{y\text{Na}_2\text{O}} = \frac{0.1}{1000} \times \frac{b_1}{2} \times M_{\text{Na}_2\text{O}}$$

Le pourcentage en Na_2O est donc :

$$\% \text{Na}_2\text{O} = \frac{\frac{0.1}{1000} \times \frac{b_1}{2} \times M_{\text{Na}_2\text{O}}}{\frac{a}{10}} \times 100$$

$$\text{Posons } F_1 = \frac{0.1}{1000} \times \frac{M_{\text{Na}_2\text{O}}}{2} \times 10$$

avec $M_{\text{Na}_2\text{O}} = 62 \text{ g}$ la masse molaire de Na_2O alors $F_1 = 0.031$

d'où :

$$\% \text{Na}_2\text{O} = \frac{F_1 \times b_1}{a} \times 100$$

ANNEXE 02

DOSAGE DE LA SILICE

Il s'effectue dans une solution neutralisée de silicate de soude à laquelle on ajoute un excès de fluorure de sodium. Cette addition provoque la formation de fluosilicate de sodium, et libère la soude selon la réaction



Cette dernière est titré avec de l'acide chlorhydrique 1N. On met $a = 10\text{g}$ de l'échantillon dans 500cm^3 d'eau distillée, soit x' quantité de l'échantillon dans la prise de 50cm^3 .

Dans HCl 1N on a une mole de HCl dans 1000cm^3 de solution on a y_2 mole des HCl pour $b_2 \text{ cm}^3$ de HCl versé

$$y_2 = \frac{1 \times b_2}{1000}$$

D'après la réaction on doit avoir 6 HCl pour NaOH

D'après cette même réaction on a une équivalence entre SiO_2 équivaut à 6 moles de NaOH libérées donc

$$y_{\text{SiO}_2} = \frac{1 \times b_2}{1000 \times 6} \text{ mole de SiO}_2$$

$$\text{En masse } M_{y_{\text{SiO}_2}} = \frac{1 \times b_2}{1000 \times 6} \times M_{\text{SiO}_2}$$

Le pourcentage en SiO₂ est donc :

$$\%SiO_2 = \frac{\frac{1 \times b_2}{1000 \times 6} \times M_{SiO_2}}{\frac{a}{10}} \times M_{SiO_2}$$

Posons $F_2 = \frac{10 \times 1}{1000 \times 6} \times M_{SiO_2}$

Avec $M_{SiO_2} = 60.09$ g la masse molaire de SiO₂ alors $F_2 = 0.10015$

D'où

$\%SiO_2 = \frac{F_2 \times b_2}{a} \times 100$

ANNEXE 03

PASSAGE D'UN RESULTAT EXPERIME EN ELEMENT A UN RESULTAT EN OXYDE

Symbole	Poids atomique	Oxydes	Poids moleculaire	Coefficient pour passer de l'élément à l'oxyde
O	16			
Al	27	Al ₂ O ₃	102	1.98
Ca	40.1	CaO	56.1	1.40
		CaCO ₃	100.1	2.496
Fe	55.9	Fe ₂ O ₃	159.7	1.428
		FeO	71.9	1.286
Mg	4.3	MgO	40.3	1.66
K	39.1	K ₂ O	94.2	1.205
Si	8.1	SiO ₂	60.1	2.14
Na	23.0	Na ₂ O	62	1.348
Ti	47.9	TiO ₂	79.9	1.67

Pour passer d'un résultat exprimé en élément a un résultat en oxyde il faut multiplier ce résultat par le coefficient correspondant ;

BIBLIOGRAPHIE

- 1- LAFUMA H : Chimie appliquée aux matériaux de construction chaux et ciments, céramique et verrerie.
MASSON ET CIE, Paris 1962
- 2- JOUENNE C.A : Céramique générale : Notion physico-chimique T.1
Edition Paris GAUTIER-VILARS 1960
- 3- Mr ROBUSTIN : « Contribution à l'étude de la production et quelques applications de la silice active »
Mémoire DEA 1999/2000
- 4- Mr RAKOTOMAMONJY Pierre et ses collègues : Contribution aux études sur la valorisation de la silice et silicate soluble
Mémoire d'ingénieur en Génie chimique
- 5- Mme RAZAFIMANDIMBY : « Etudes physique et physico-chimique de gisement d'argile malgache d'intérêt économique »
Thèse de doctorat 1987
- 6- DREYFUS : « Les latérites, généralités, leur utilisation en technique routière »
RGA N° 215 1952
- 7- EDMOND Bagarre : « Utilisation des graveleux latérites en technique routière »
ISTED 1990
- 8- P. AUTRET : « Latérites et graveleux latéritique »
ISTED 1983
- 9- LA CROIX A : « Minéralogie de Madagascar »
T.3 1923
- 10- HERVIEU. J : « Profil types des sols Malgaches
URSTOM-IRSM, pédologie 1966
- 11- PELLIER J.L : « Contribution à l'étude des minéraux argileux des sols de Madagascar »
Thèse : Université de Strasbourg 1965
- 12- Mr RANAIVONIARIVO Gabriely : « Contribution à l'étude des liants Pouzzolaniques de synthèse à base de matériaux thermiquement active à moyenne température, principalement les latérites calcinées »
Thèse de Docteur – Ingénieur 1982
- 13- ANDRIANARY Phillipe : « Cours de Polymère » DEA Science des matériaux
2005

- 14- DAVIDOVITS. J. ; ORLINSKI J. : « Proceeding of geopolymer » 88,
European conference on soft Mineralurgy
Université de Technologie, Compiègne
France, vol 1-2, 1988
- 15- DAVIDOVITS J. : « Mineral Polymers and Methods of Marketing them » US
Patent 1982
- 16- Anne – Cécile DERRIEN : “Synthèse et caractérisation physico-chimique de
géopolymères”
Application ; cinétique de minéralisation de géopolymères et du biomatériaux
CaCO₃ synthétiques »
Thèse : Université de Rennes 1
8 octobre 2004
- 17- DAVIDOVITS J. : « Géopolymères : Inorganic polymeric new materials » J.
Thermal Analysis, vol 37,
Pp 1633- 1656, 1991
- 18- DAVIDOVITS J. : “Synthesis of new High temperature Geopolymers for
Reinforced Plastic/composite”
SPE PACTEC’ 79 USA 1979
- 19- HEITZMANN R.F, GRAVITT B.B and Sawyer J.L
“Cement composition curable at low temperature” US Patent 1989
- 20- DAVIDOVITS J. : “Method for the obtention of Geopolymer cement, with no
CO₂ emission, and products there by obtained.
French patent 1992
- 21- ANDRIANIRIANA Feno R. : “Contribution à l’élaboration de briques de terres
stabilisée par polymérisation de la matrice argileuse, cas de la latérites de
Vontovorona “Mémoire DEA SMM 2003.
- 22- C MONTEIL : « Silicate alcalins » « Technique de l’ingénieur Tome J.6 1967
- 23- B, NEKRASOV : « Chimie Mineral » Edition Mir Moscou
- 24- P. PASCAL : “ Nouveau traité de chimie minérale” Masson & Cie
Tome II 1966

Auteurs : RATOVONDRAHONA Joahary Hasina
RAKOTONIRINA Zo Ny Aina

Titre : « Essai de fabrication d'une résine minérale par le procédé de géopolymérisation »

Nombre de pages : 82

Nombre de tableaux : 15

Nombre de figure : 27

Nombre de photo : 09

RESUME

La fabrication de matériau de construction par le procédé de géopolymérisation est une des innovations en vogue à l'ère de ce troisième millénaire dans le domaine des sciences des matériaux.

Le travail présenté dans ce document est donc notre modeste contribution à cette noble tâche. C'est un essai de fabrication de résine minérale par ce procédé. Les matières premières que nous avons utilisées sont le kaolin, les cendres de balle de paddy et la soude caustique. Ces matières sont facilement trouvables et peuvent être acquises avec des moindres coûts.

Nous ne nous sommes pas restés sur la fabrication de la résine ; nous avons aussi essayé d'expérimenter notre produit sur quelques applications aux matériaux de construction.

Comme nous avons mentionné tout au début de ce document, ce travail est une avant-première des recherches que le groupe de chercheurs sur les géopolymères et la géosynthèse au sein du département Sciences des Matériaux de l'ESPA s'est fixé ultérieurement d'approfondir.

Mots clés : Géosynthèse – Géopolymère – Silicate - Kaolin – Résine

ABSTRACT

The manufacture of construction material by the process of géopolymérisation is one of the innovations in vogue to the era of this third millennium in the domain of the sciences of the materials.

Work presented in this document is therefore our modest contribution to this noble tries. It is a test of mineral resin manufacture by this process. The raw materials that we used are the kaolin, the ashes of paddy bullet and the caustic sodium carbonate. These matters are easily obtainable and can be acquired with least costs.

We didn't remain ourselves on the manufacture of the resin; we also tried to experiment our product on some applications to the materials of construction.

As we mentioned this document right at the beginning, this work is a preview of the research that the group of researchers on the géopolymères and the géosynthèse within the department Sciences of the Materials of the ESPA set subsequently to deepen.

Key words: Géosynthèse - Géopolymère - Silicate - Kaolin - Resin

Directeur de mémoire :

Professeur RANAIVONIRIVO Velomanantsoa Gabriely

Adresse des l'auteurs : Lot FMV 74 bis Fenoarivo 102
Lot 014 b Maharidaza Carion 116

E- mail : rjoahary@yahoo.fr

zo.ny.aina@caramail.com