

" Synthèse d'un nouveau matériau géopolymère à partir d'une source aluminosilicate "

"Safa MKAOUAR "1, 2

"Walid MAHERZI "2

"Patrick PIZETTE "2

"Hicham ZAITAN "3

"Mourad BENZINA "2

¹ " Ecole Nationale d'Ingénieurs de Sfax, Université Sfax, Laboratoire 'Eau, Energie et Environnement ' (LR3E), B.P.3038 Sfax-Tunisie " safa_mkaouar@yahoo.com, mourad_benzina@yahoo.fr

² " Institut Mines Télécom Lille Douai, Univ. Lille, Laboratoire 'Génie Civil et Environnement ' (LGCgE), F-59000 Lille, France " safa_mkaouar@yahoo.com, walid.maherzi@imt-lille-douai.fr, patrick.pizette@imt-lille-douai.fr

³ " Faculté des Sciences et Techniques, Université Sidi Mohamed Ben Abdellah, Laboratoire de Chimie de la Matière Condensée, B.P. 2202, Fès, Maroc " hicham.zaitan@usmba.ac.ma

Résumé :

Ce travail est basé sur la formulation et l'élaboration d'un nouveau liant de type géopolymère obtenu par activation de la source aluminosilicate. L'élaboration d'un matériau modèle à base du métakaolin à un intérêt mondial en termes de construction économiquement et écologiquement rentable.

Dans ce cadre de travail, plusieurs échantillons et formulations ont été préparés et testés en variant les ratios molaires $\text{SiO}_2 / \text{Al}_2\text{O}_3$, $\text{Na}_2\text{O} / \text{Al}_2\text{O}_3$ et $\text{H}_2\text{O} / \text{Na}_2\text{O}$ aussi que le rapport solide liquide dans le mélange.

Une faisabilité des matériaux consolidés et homogènes a été étudiée afin d'établir une formulation performante ; notamment d'un point de vue des propriétés mécaniques.

1. Introduction

L'industrie du ciment est un grand défi vu sa conséquence négative du réchauffement climatique en raison des émissions de CO₂. D'où face aux impératifs de préservation de l'environnement et dans un esprit de développement durable, un nouvel essor est envisagé. Il apparaît nécessaire de développer des matériaux alternatifs avec des références environnementales plus favorables. La fabrication du matériau géopolymère est l'une des techniques les plus performantes utilisées. En effet, l'utilisation de matériaux géopolymères permet de réduire 80% des émissions de gaz à effet de serre et de surmonter les problèmes environnementaux liés à la production de ciment.

Les géopolymères sont des produits inorganiques riches en silicium et en aluminium qui réagissent avec des activateurs alcalins dites solution activante pour se transformer en chaînes polymères tridimensionnelles de sialate et de poly (sialate) (Si-O-Al-O).

Des recherches antérieures indiquent que les réactions chimiques et le développement de la résistance du géopolymère sont contrôlés par un certain nombre de paramètres tels que la composition et le dosage de l'activateur chimique, les matières premières et les conditions de durcissement.

Ce présent papier vise à étudier les principaux paramètres affectant le comportement géopolymère et à optimiser ses performances mécaniques. Une étude expérimentale a été réalisée sur un matériau géopolymère à base de métakaolin pur. Le méta kaolin nous fournit du géopolymère avec des propriétés plus homogènes.

2. Matériels et méthodes

Un métakaolin pur riche en silice et alumine en proportions égaux a été utilisé comme une source aluminosilicate. Une solution activante formé par le mélange d'un silicate de sodium de formule chimique Na₂SiO₃, des granules de NaOH et de l'eau a été ajoutée pour la formulation et la synthèse du géopolymère. Le tout est mis dans un malaxeur pour l'obtention d'une pâte homogène. Ensuite, on place les matériaux obtenus dans des moules, puis dans l'étuve pendant 24 h et 7 jours à 60°C. On fait le démoulage du géopolymère pour tester sa faisabilité et sa résistance à la compression.

La figure 1 présente le protocole expérimental pour la fabrication du matériau géopolymère.

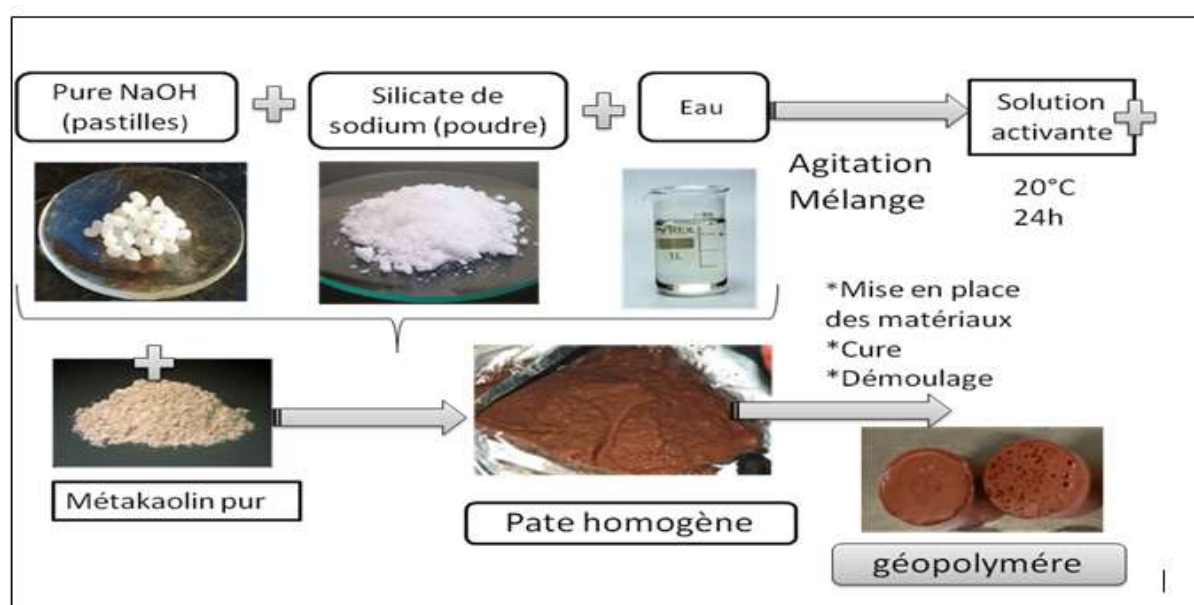


Figure 1. Protocole expérimental de la production du géopolymère

La synthèse du géopolymère dépend de la concentration du métakaolin, la concentration en éléments activateurs donc sur le calcul des ratios molaires suivants :

***SiO₂/Al₂O₃** : permet de calculer la quantité supplémentaire de silice qui devrait être fournie par la solution d'activation, ce rapport influe directement sur la structure des géopolymères et ces propriétés physico chimiques.

***Na₂O / Al₂O₃** : permet de déterminer la quantité des alkali

***H₂O / Na₂O** : c'est un Indicateur de la quantité totale d'eau dans le mélange ; ce rapport nous donne des idées sur la structure du géopolmyère donc entre autre sa résistance à la compression.

***Eau / liant** : ce rapport est lié aux trois ratios précédents

Le métakaolin pur, dont la valeur de SiO₂ / Al₂O₃ est environ = à 1 (c'est la composition chimique qu'on va utiliser. Le silicate de sodium fournit au laboratoire a un rapport silice/sodium = 2.

3. Résultats et discussion : Evaluation des propriétés mécaniques

Afin d'évaluer les propriétés mécaniques de ces échantillons, des essais de test de compression (figure 2) ont été réalisés après séchage des éprouvettes à l'étuve à 60°C.



Figure 2. test de compression

Le tableau 1 montre les différentes formulations réalisées en variant les ratios molaires décrits précédemment.

Tableau 1. Différentes formulations de géopolymères

Formulation	SiO ₂ / Al ₂ O ₃	Na ₂ O / Al ₂ O ₃	H ₂ O/ Na ₂ O	E / L	R _c 1 J
F4	3	1	13	0.67	0.88
F6	3.8	1.2	10	0.53	1.98
F7	3.6	1	13	0.61	0.41
F8	3.6	1	10	0.47	2.79
F9	3.6	0.9	10	0.43	5.07

Par la suite des expériences, on choisit une formulation la plus adéquate qui donne la meilleure résistance à la compression et on joue sur le rapport solide liquide comme indique dans le tableau 2.

Tableau 2. Différentes mélanges de formulations de géopolymères

Formulation	SiO ₂ / Al ₂ O ₃	Na ₂ O / Al ₂ O ₃	H ₂ O/ Na ₂ O	E / L	R _c 1 J
M1	3.6	0.9	4.6	0.2	17.87
M2	3.6	0.9	5.7	0.25	2.88
M3	3.6	0.9	6.86	0.3	2.93
M4	3.6	0.9	8	0.35	3.06
M5	3.6	0.9	9.15	0.4	1.64
M6	3.6	0.9	10	0.45	-

La figure ci-dessus présente l'aspect des différents matériaux de géopolymères obtenus en variant le rapport solide liant.



Figure 3. Aspect des matériaux géopolymères

L'évolution des valeurs de contrainte moyenne déterminées par compression en fonction des différentes formulations sont présents sur la figure 4.

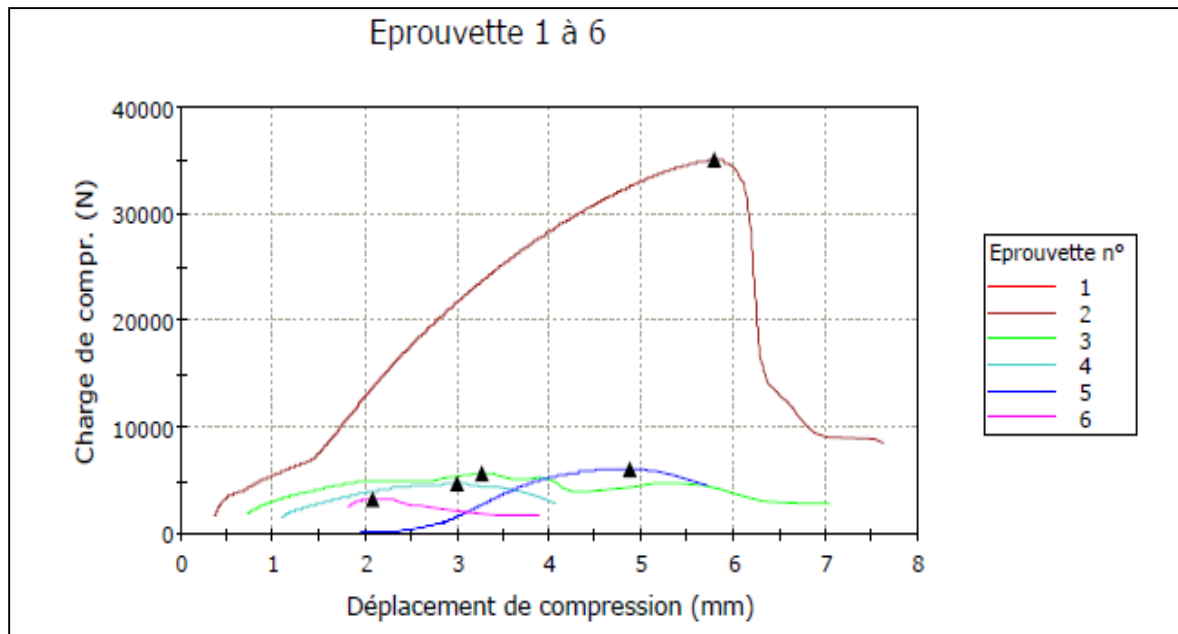


Figure 4. Évolution de la contrainte de compression

D'après les expériences réalisées et les résultats obtenus, on constate que le rapport solide liquide est très important pour la formulation d'un géopolymère de haute performance mécanique.

Il est remarqué que dans le cas où ce rapport est supérieur à 0.4, on n'aura pas une solidification du matériau. Alors que pour un rapport de 0.2 le matériau formé a un aspect poreux, lisse et brillant. La présence de petites pores et cavités offre une propriété importante comme isolant et liant dans la formulation des matériaux de construction. La structure est donc homogène et pure. La résistance à la compression atteint des valeurs implorantes de l'ordre de 5.07 et 17.87 MPa ce qui confirme la présence d'un matériau dure et consolidé.

Dans un second lieu, on a fait l'application pour la construction des mortiers standards en ajoutant du sable. Nous avons utilisé une moule cubique (4cm * 4cm * 16cm), puis on passe les échantillons pour le test de flexion (figure 5). On remplace le 450 g du ciment par le métakaolin puis on ajoute 225g d'eau et 1350 g de sable.



Figure 5. Test de flexion

Après quelques jours (4 et 7 suivant les conditions du laboratoire), nous avons fait les tests de compression et de flexion. La figure 6 montre les échantillons de mortier après leurs compressions et flexions.



Figure 6. Echantillons de mortiers de géopolymères

Le tableau suivant montre deux différentes formulations choisies après fixer le rapport solide liquide égal à 0.2 et 0.25 vu la performance au niveau de la résistance mécanique.

Tableau 3. Les valeurs de résistance à la compression et la résistance de flexion

M	MK (g)	Na ₂ SiO ₃ (g)	NaOH (g)	H ₂ O (g)	Sable (g)	Compression (MPa)	Flexion (MPa)
M 1 (7 j)	450	370	0	205	1350	13.78	3.01
M 2 (4 j)	450	370	10.8	205	1350	20.35	4.43

Les valeurs de résistances sont plus importantes pour le mélange M 2 bien qu'ils sont testés après 4 jours (au lieu de 7 jours) vu la quantité de soude ajoutée jouant le rôle comme un renfort mécanique.

4. Conclusion

Ce travail a été initié afin de comprendre les mécanismes de formation de matériaux consolidés à base du métakaolin et en présence d'un milieu basique. La finalité était d'établir une relation entre la réactivité de la source aluminosilicate en relation avec les propriétés des matériaux formés.

L'expérience consistait donc à trouver un équilibre entre l'eau et le solide pour la formulation du géopolymère. Pendant le mélange, la manipulation devait être rapide à moins que le géopolymère ne soit pas trop dur pour être mélangé. Il était clair qu'un équilibre supérieur à 0,4 ne provoque pas une solidification du géopolymère. En outre, il y avait quelques problèmes avec les mélanges. En fait, il n'y avait pas totalement homogène ce qui pourrait causer des erreurs dans les résultats. A propos de l'aspect, il ressort que le géopolymère est plus poreux lorsque la ration W / C est plus élevée. En effet, les deux ratios optimaux sont 0,2 et 0,25.

5. Bibliographie

- [1] Ahmer Ali Siyala, Khairun Azizi Azizlia, Zakaria Mana, Hafeez Ullaha. Effects of Parameters on the Setting Time of Fly Ash Based Geopolymers Using Taguchi Method. Procedia Engineering 148 (2016) 302 – 307
- [2] P. Chindaprasirt, P. De Silva, K. Sagoe-Crentsil, and S. Hanjitsuwan, "Effect of SiO₂ and Al₂O₃ on the setting and hardening of high calcium fly ash-based geopolymer systems," Journal of Materials Science, vol. 47, pp. 4876-4883, 2012.

- [3] S. Hanjitsuwan, S. Hunpratub, P. Thongbai, S. Maensiri, V. Sata, and P. Chindaprasirt, "Effects of NaOH concentrations on physical and electrical properties of high calcium fly ash geopolymer paste," *Cement and Concrete Composites*, vol. 45, pp. 9-14, 2014.
- [4] Lateef Assi, SeyedAli Ghahari, Edward (Eddie) Deaver. Improvement of the early and final compressive strength of fly ash-based geopolymer concrete at ambient conditions. *Construction and Building Materials* 123 (2016) 806–813 Contents
- [5] Hua Xu, Van Deventer. The geopolymerisation of alumino-silicate minerals. *International Journal of Mineral Processing* June 2000, Pages 247–266
- [6] Ankur Mehta†, Rafat Siddique. An overview of geopolymers derived from industrial by-products. *Construction and Building Materials* 2016, Pages 183-198
- [7] S. Hanjitsuwan, S. Hunpratub, P. Thongbai, S. Maensiri, V. Sata, P. Chindaprasirt, Effects of NaOH concentrations on physical and electrical properties of high calcium fly ash geopolymer paste, *Cem. Concr. Compos.* 45 (2012) 9–14.
- [8] Mohammed Haloob Al-Majidi, Andreas Lampropoulos, Andrew Cundya, Steve Meikle. Development of geopolymer mortar under ambient temperature for in situ applications. *Construction and Building Materials* 120 (2016) 198–211
- [9] A. Kusbianoro, M.F. Nuruddin, N. Shafiq, S.A. Qazi. The effect of microwave incinerated rice husk ash on the compressive and bond strength of fly ash based geopolymer concrete. *Constr. Build. Mater.* 36 (2012) 695–703
- [10] J. He, J. Zhang, Y. Yu, G. Zhang. The strength and microstructure of two geopolymers derived from metakaolin and red mud-fly ash admixture: a comparative study. *Constr. Build. Mater.* 30 (2012) 80–91
- [11] F. Pacheco-Torgala, D. Mouraa, Yining Dingb, Said Jalalia. Composition, strength and workability of alkali-activated metakaolin based mortars. *Construction and Building Materials.* 25 (2011), 3732-3745
- [12] P. Nath, P.K. Sarker, Effect of GGBFS on setting. Workability and early strength properties of fly ash geopolymer concrete cured in ambient condition. *Constr. Build. Mater.* 66 (2014) 163–171