

**RÉPUBLIQUE ALGERIENNE DÉMOCRATIQUE ET
POPULAIRE
MINISTÈRE D'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE**

*Université Abderrahmane Mira-BEJAIA
Faculté de Technologie
Département de Génie des Procédés*

MÉMOIRE

En vue de l'obtention du diplôme de
Master

**En : Génie des Procédés
Option : Génie des Matériaux**

Thème

**Valorisation des rejets du traitement des minéraux
dans le domaine des géopolymères**

Présentées par :

BOUBEKEUR Zouina
SLIMANI Salima

Encadrés par :

Dr. N. BOUZIDI
CO- Promotrice :

Mme K. BOUGUERMOUH

Devant le jury

Président : Mme AIT BRAHAM LAILA

Professeur U.A.M.B

Examinatrice : Dr. D. HAMMICHE

Année Universitaire : 2018/2019

Chapitre I : Généralités sur les géopolymères

Les géopolymères apparaissent comme une alternative prometteuse aux matériaux cimentaires traditionnels : stabilité hydrothermale et résistance aux milieux acides et/ou réducteurs. Les aluminosilicates alcalins communément appelés géopolymères par Davidovits, sont des "gels" de silicoaluminates amorphes, très denses obtenus par attaque d'une solution alcaline de silicate sur un minerai contenant de l'alumine et éventuellement de la silice (tels que le métakaolin ou des cendres volantes) [3].

Les géopolymères sont des matériaux présentant un grand nombre de propriétés. Quelles soient chimiques, mécaniques ou thermiques, celles-ci vont fortement dépendre des matières premières utilisées et de la composition initiale du mélange [4].

I.1.Définition

Les géopolymères font partie de la famille des aluminosilicates. Ces matériaux résultent de la synthèse d'un silicate alcalin et d'oxydes pulvérulents d'aluminium et de silicium à une température inférieure à 100° C. Les géopolymères peuvent être assimilés à des polymères minéraux qui présentent une bonne stabilité à la température, aux attaques acides et de bonnes propriétés mécaniques [5].

Les géopolymères sont de formule générale:



z : rapport molaire Si/Al

M⁺ : un cation monovalent

n : le degré de polymérisation

Les géopolymères sont caractérisés par une structure polymérique, succession de tétraèdres SiO₄ et AlO (figure I.1). Ce réseau est apparenté à celui de certaines zéolithes 4 mais diffère de ces dernières par une structure amorphe.

La position de l'aluminium comme ion formateur du réseau provoque un déficit de charge qui est compensé par les ions M⁺ (Na⁺ ou K⁺) dont la présence est essentielle au maintien de la neutralité de la matrice.

Les géopolymères se différencient par le rapport molaire Si/ Al. Ce rapport est à l'origine de leur nomenclature. La figure I.1 présente quelques exemples de composés de la famille des géopolymères:

Si/ Al = 1 nommé le PolySialate (PS)

Si/ Al = 2 nommé le PolySialate Siloxo (PSS)

Si/ Al = 3 nommé le PolySialate DiSiloxo (PSDS)

La valeur du rapport Si/ Al influence la structure des géopolymères et leurs propriétés physicochimiques.

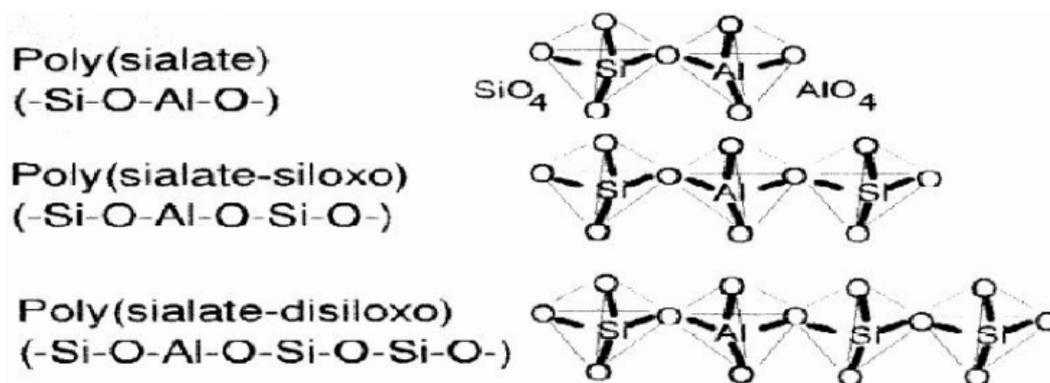


Figure I.1 : Nom du géopolymère en fonction du rapport Si/ Al [5].

I.2.Historique de la technologie des géopolymères

Joseph Davidovits, chimiste Français, responsable d'un laboratoire de recherche textile à Saint-Quentin a été confronté dans ses activités au danger d'inflammabilité lié au port des blouses et des bas en nylon. L'horrible incendie du collège Edouard- Pailleron à Paris entre 1970 et 1973 est la preuve cruellement administrée que les matériaux de type polyester représente un danger invraisemblable. Il était impératif d'installer sur le marché, des matériaux ininflammables. Dans l'industrie chimique, il était connu que cela est possible grâce à l'introduction de phosphines au sein du matériau. Cependant, les phosphines constituent des produits toxiques qu'il n'est pas convenable d'utiliser, sachant que leur emploi reviendrait à remplacer un mal par un autre [6].

Pour pallier ce danger, Davidovits décide de se lancer activement dans cette réflexion et crée sa propre société en 1972. Tout le problème est de parvenir à réaliser des matières plastiques qui ne brûlent pas et qui ne fassent pas appel à des produits carbonés. La solution est

d'utiliser des éléments minéraux, telle la silice, mais à basse température. C'est ainsi que Davidovits découvre qu'il existe des réactions minérales tout à fait similaires à certaines réactions en chimie organique appelées polymères minéraux [6]. Cette découverte conduit à la transformation à basse température des argiles pour la fabrication de panneaux de particules ininflammables. Mais le choc pétrolier issu des événements de 1973 remet tout en question. L'idée impose donc à Davidovits de s'orienter vers des applications plus pointues. Dans ses travaux, il met au point des matériaux formés de résine minérale ayant des propriétés liantes et pouvant résister aux températures allant de 1000 à 2000 °C [7]. C'est ainsi qu'en 1979, il utilise le terme géopolymère pour qualifier ces polymères minéraux [6].

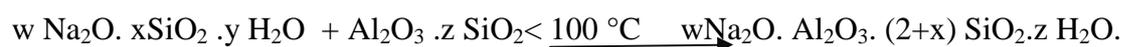
En 1980, cette propriété de stabilité thermique est utilisée pour la transformation des thermoplastiques. L'extension est alors opérée en vue de réaliser le formage superplastique d'aluminium pour lequel la gamme des températures est comprise entre 500 et 550 °C. Cette stabilité thermique oriente la recherche vers le secteur aéronautique [7].

En 1988, les travaux de Davidovits montrent que les recherches peuvent être orientées vers de nouvelles gammes de liants appelés ciments géopolymères, ce qui constitue une réelle alternative au ciment Portland [8].

Les premiers géopolymères ont été synthétisés à partir d'un mélange d'argile kaolinitique, de quartz et de sodium hydroxyde ou de potassium à basse température (150 °C), et ont conduit aux matériaux solides ayant des propriétés mécaniques élevées [9].

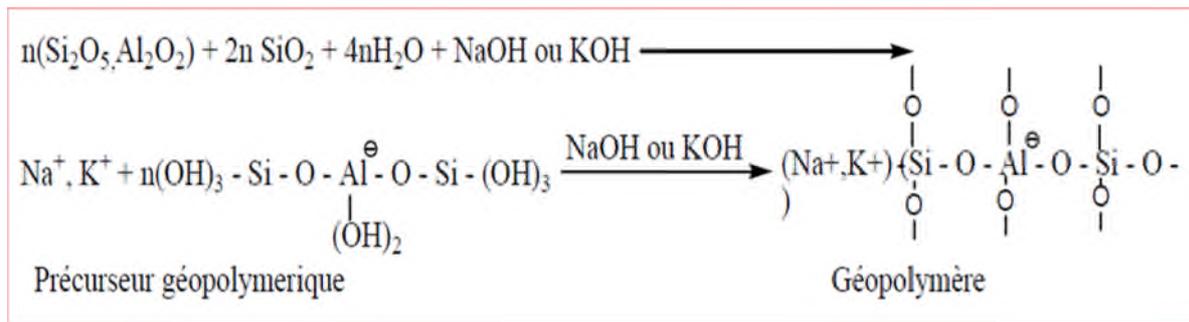
Cependant ces propriétés deviennent améliorées lorsque le kaolin est converti en metakaolin par calcination à 650-750 °C pendant quelques heures.

Les produits obtenus présentent des résistances au feu, des propriétés de dureté et de longévité exceptionnelle comme une roche naturelle [10]. Pour leur synthèse, Rahier et al. (1997) suggèrent que les polymères inorganiques peuvent être synthétisés selon la réaction chimique :



Où w , x et y dépendent de la composition de la solution alcaline et z est le degré d'hydratation. Cependant le mécanisme de cette réaction n'est pas connu, ce qui conduit Davidovits à proposer un processus qui fait intervenir les réactions de polycondensation des monomères (ions orthosialates).

Il explique ce qui précède par les réactions suivantes :



I.3.Terminologie et structure chimique des géopolymères

Les géopolymères résultent d'une réaction chimique entre les matériaux aluminosilicates et les solutions alcalines concentrées ; encore appelées solutions activantes. Le nom chimique utilisé pour désigner les géopolymères est poly (sialate). Sialate est une abréviation de silicon-oxo-aluminate et le réseau sialate est constitué des tétraèdres SiO_4 et AlO_4 liés alternativement par la mise en commun de tous les atomes d'oxygène [11].

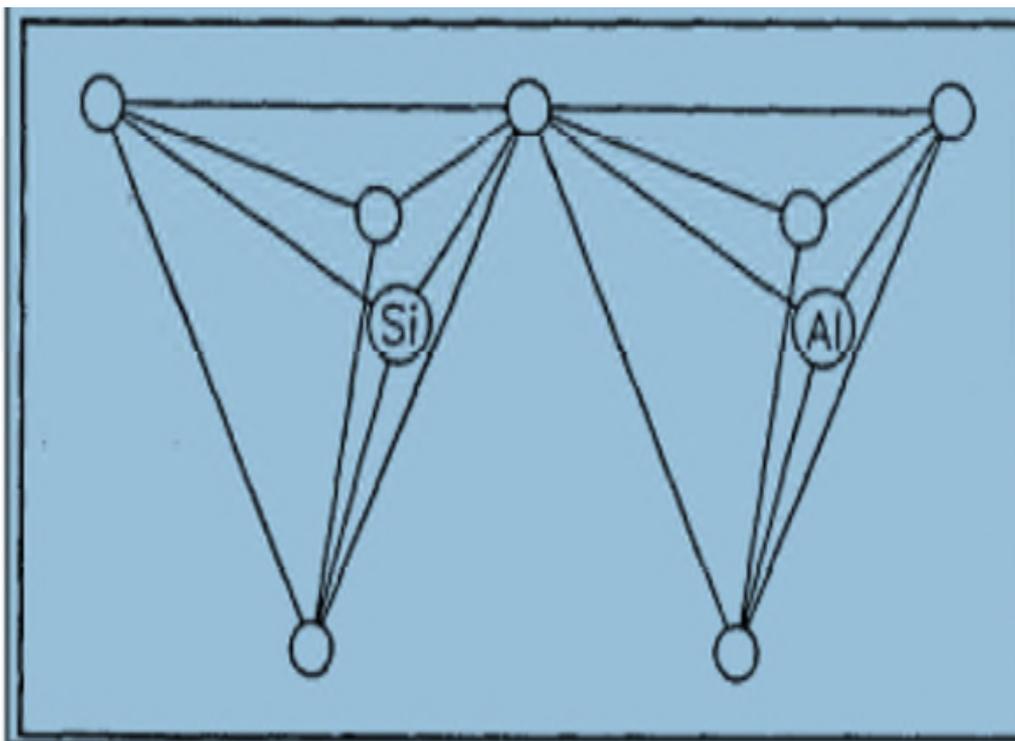
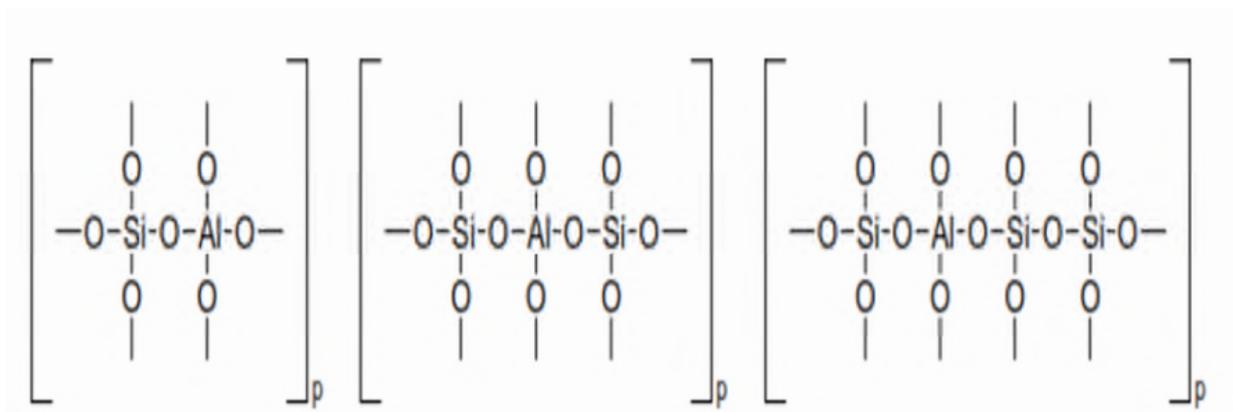


Figure I.2 Structure de base du réseau sialate (tétraèdres SiO_4 et AlO_4) [11].

Les poly(sialates) ont pour formule empirique : $M_p \{(\text{SiO}_2)_z \text{AlO}_2\} p \cdot w\text{H}_2\text{O}$ où M désigne un cation, P est le degré de polycondensation, z valant 1, 2 ou 3 et w décrivant l'hydratation du composé. Les poly(sialates) sont décrits comme étant des chaînes et des anneaux de polymères avec des cations Si^{4+} et Al^{4+} en coordination IV, avec des anions O^{2-} [11].

La figure I.3 présente la structure de ces polymères inorganiques.



Z=1: Poly(sialate) Z=2: Poly(sialate-siloxo) Z=3: Poly(sialate-disiloxo)

Figure I.3 présente la structure de ces polymères inorganiques.

La structure sialate comporte une charge négative qui est compensée par un cation, tels que : Na^+ , K^+ , Li^+ , Ca^{2+} , Ba^{2+} , NH_4 ou H_3O^+ [11].

Les poly(sialates) n'autorisent pas la formation des liaisons Al-O-Al. Bien qu'elles soient thermodynamiquement défavorables ; elles ne sont pas impossibles [12]. Quelque temps après que Davidovits ait utilisé la nomenclature poly(sialates) pour décrire la structure des géopolymères, de nombreuses études sur les zéolites et les minéraux aluminosilicates ont été menées.

Une nouvelle notation a été introduite par Engelhardt, pour décrire les squelettes des n aluminosilicates alcalins : la notation Q (mAl), où n est le nombre de coordination de l'atome central de silicium (Si) avec des atomes de Si ou d'aluminium (Al) comme seconds voisins, m étant le nombre de Al second voisin, avec $0 \leq m \leq n \leq 4$ [12]. La figure I.4 présente la structure de base tridimensionnelle de la notation Q (mAl) où n est égal à 4, correspondant à la valeur observée dans la matrice géopolymère.

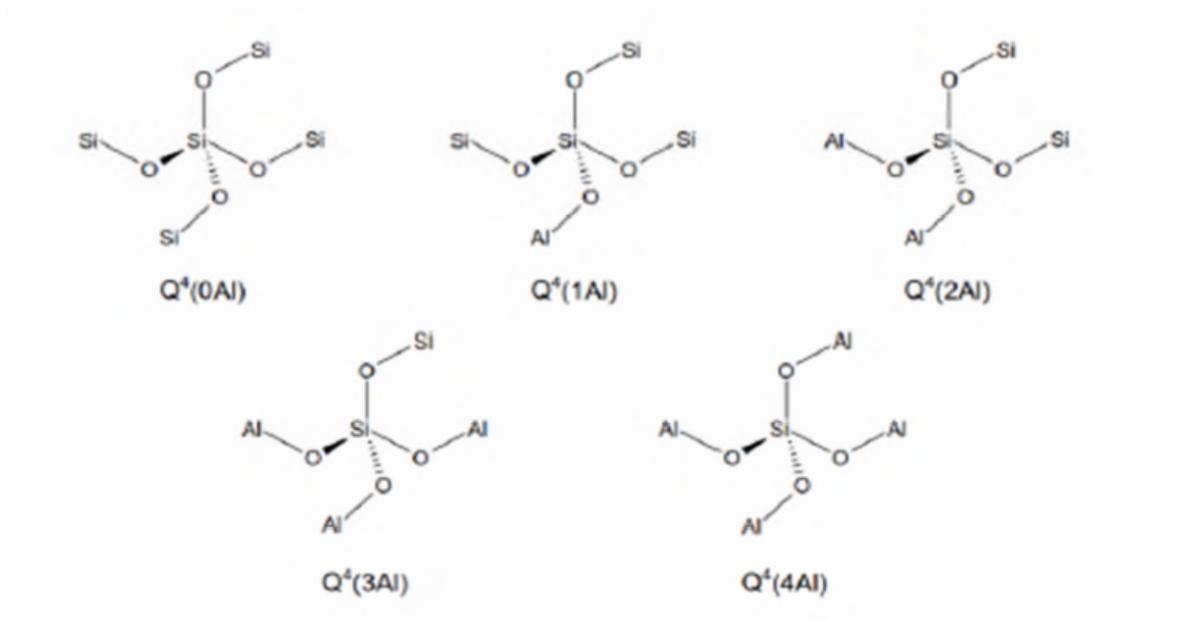


Figure I.4 Structure de base tridimensionnelle de la notation Q (mAl) [12].

I.4. Chimie des géopolymères

La méthode utilisée pour la synthèse des géopolymères est le procédé sol-gel qui permet de former par polymérisation aux températures proches de l'ambiante un réseau d'oxyde. Elle est une méthode de synthèse des matériaux à partir de précurseurs moléculaires en solution aqueuse. Le principe de ce procédé repose sur la condensation et l'hydroxylation de précurseurs moléculaires. L'idée de base consiste à gélifier une solution, l'on obtient ainsi des espèces de plus en plus condensées qui forment un gel ; ce gel qui peut être rigide (gel de silice) ou élastique, crée progressivement un réseau tridimensionnel d'oxyde par un traitement thermique [13]. Cette technique a été largement utilisée, d'abord pour fabriquer des combustibles nucléaires dans les années 60 puis pour élaborer des catalyseurs, des verres ordinaires, des céramiques, des dépôts en couche mince, des fibres, etc... [14]. Cette méthode de synthèse a été utilisée pour les avantages qu'elle a pu offrir par rapport à la méthode traditionnelle, car elle permet d'obtenir des matériaux à de plus basses températures [14]. La viscosité des sols et des gels permet d'élaborer directement les matériaux sous les formes des plus variées : couches minces, fibres, poudres fines et matériaux massifs, matériaux obtenus avec une grande pureté et une meilleure homogénéité.

Ce procédé, connu pour la synthèse des gels de silice et des verres comprend les étapes suivantes :

- l'hydrolyse et la condensation des espèces silicatées ;
- le vieillissement du gel ;
- le traitement post-gélation.

I.5. Mécanismes de formation d'un géopolymère

Le mécanisme exact de la géopolymérisation demeure inconnu en raison notamment de la rapidité de la réaction. Toutefois, la plupart des auteurs s'accordent pour dire qu'il s'agit d'un mécanisme de dissolution des composés initiaux utilisés (comme le métakaolin) suivie d'une polycondensation sous forme de gel. En 1956, Glukhovsky[15], a proposé un mécanisme général pour l'activation alcaline des matériaux comprenant de la silice et de l'alumine réactive.

Il a divisé le processus de géopolymérisation en trois étapes : destruction/coagulation, coagulation/polycondensation et condensation/cristallisation. Des études récentes basées sur un mécanisme de Davidovits et d'autres auteurs (Xu et vanDeventer)[16] divisent la réaction en trois étapes : dissolution/hydrolyse, restructuration et polycondensation/gélification. Ces trois étapes sont concomitantes et en partie réversibles. Les étapes essentielles de la réaction sont résumées dans la Figure I.5 [17]. En effet, la cinétique de chaque étape dépend de plusieurs facteurs comme le type de minéral d'aluminosilicate, le ratio solide/liquide, les concentrations en silicates et alcalins.

1.5.1. L'étape de dissolution/hydrolyse

Commence avec l'hydrolyse des protons H^+ par les cations monovalents (Na^+ , K^+) de la solution alcaline sur la surface du minéral d'aluminosilicate. Puis l'étape de dissolution, c'est-à-dire la rupture des liaisons Si-O-Si et Si-O-Al du minéral pour former des précurseurs réactifs $Si(OH)_4$ et $Al(OH)_4^-$ dans la solution.

1.5.2. L'étape de restructuration

Intervient dans la solution, lorsque les précurseurs aluminosilicates sont mobiles et se conforment de manière thermodynamiquement stable, avant d'être gélifiés.

I.5.3.L'étape de polycondensation

Est immédiate lorsque la concentration en précurseurs atteint la saturation [17].

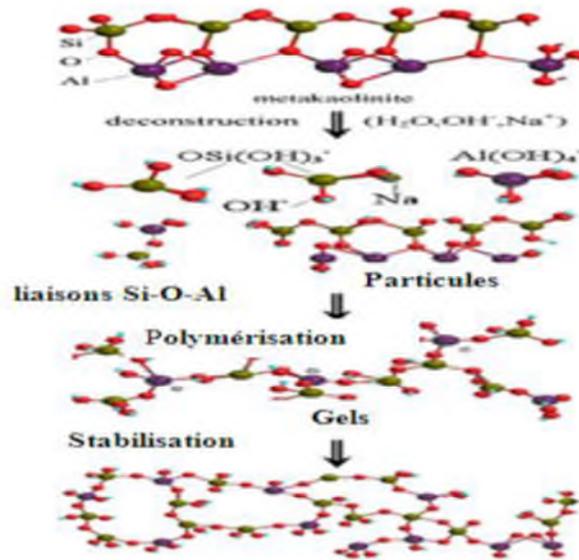


Figure I.5 : Les étapes essentielles de géopolymérisation [17].

I.6. Propriétés des matériaux géopolymères

Les tests faits par Davidovits (1944a) et Walla and Rangan (2006) ont montré que des ciments géopolymères possèdent de très grandes résistances mécaniques et se solidifient rapidement à la température ambiante ou peu élevée. Une résistance à la compression de l'ordre de 20 MPa peut être obtenue après 4 heures de séchage à 20 °C et de l'ordre de 70 à 100 MPa après 28 jours. Les ciments géopolymères ont un faible retrait[12]. Ils ont la capacité de résister aux feux et aux agents atmosphériques, chimiques et biologiques pendant plusieurs dizaines de milliers d'années comme le granite, faible conductivité thermique encapsulation des métaux lourds temps de début de prise. La teneur en alcalis ne présente aucun danger pour les ciments géopolymères comparée aux ciments Portland. Les propriétés des géopolymères peuvent être améliorées en faisant une adjonction des cendres volantes au metakaolin.

I.7. Facteurs affectant les propriétés des matériaux géopolymères

Plusieurs facteurs ont été identifiés comme paramètres importants affectant les propriétés des matériaux géopolymères.

I.7.1 Température

La température est un accélérateur de réaction dans la géopolymérisation. Elle affecte significativement les résistances mécaniques, la durée de gâchage et le type de liquide alcalin. Il a été montré qu'une température de traitement élevée et un temps de gâchage long donnent un matériau géopolymère avec une résistance à la compression élevée. La teneur en eau et les conditions de calcination de l'argile kaolinitique affectent les propriétés des géopolymères. Cependant, un traitement à une température trop élevée fait apparaître des craquelures et a un effet négatif sur les propriétés chimiques et mécaniques du matériau [12].

I.7.2 Nature et concentration des solutions alcalines

Les alcalis, les solutions de sodium ou de potassium silicates ou encore un mélange de ses solutions pour la production des ciments géopolymères à base du metakaolin ont fait l'objet d'études. Le liquide alcalin (solutions de sodium ou de potassium silicates) contenant les silicates solubles accroît la vitesse de la réaction, comparé aux solutions alcalines qui contiennent seulement de l'hydroxyde de sodium ou de potassium. Cependant, lorsqu'on augmente la température du milieu de synthèse et la concentration des alcalis (NaOH, KOH), les propriétés mécaniques des géopolymères croissent exponentiellement. Ont étudié les propriétés des géopolymères en utilisant la solution de NaOH comme activatrice. Ils ont reporté que les propriétés des géopolymères dépendent de la concentration de la solution de NaOH. Les résistances à la compression, les résistances à la flexion et la densité apparente des géopolymères augmentent avec la concentration de la solution de NaOH. Ces résultats sont attribués à l'augmentation du degré de géopolymérisation dans le milieu réactionnel [18].

I.7.3. Rapport molaire $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$, $\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O}$, $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$

L'étude statistique des paramètres permettant d'obtenir des géopolymères à base du metakaolin montre que la composition molaire des oxydes contenus dans le matériau aluminosilicate joue un rôle très important. Ainsi, certains auteurs estiment que la composition optimale est obtenue lorsque le ratio $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ est de 0,25 et celui de $\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O}$ de 10 (Barbosa et al. 2005 ; Talling and Krinvenko, 1997). Les effets du rapport

molaire $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sur la résistance à la compression et la microstructure des géopolymères à base du metakaolin activé par les alcalis ont été étudiés par plusieurs auteurs (van Jaarveld and van Deventer, 1989 ; Rahier et al., 2003); la meilleure résistance est obtenue en faisant un mélange ayant un rapport molaire $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ qui varie de 3,0 à 3,8 couplé à un rapport $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ proche de 1 (Fernandez-Jimenez and Palomo, 2005a). Les facteurs tels que le pourcentage en CaO, K_2O et le rapport molaire de Si/Al dans le matériau influent de manière significative sur la résistance à la compression des ciments géopolymères (Davidovits, 1991).

Desilva et al. (2007) ont étudié la cinétique de la géopolymérisation et concluent qu'une augmentation du rapport molaire $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ augmente le temps de prise. Pour des rapports molaires $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ se situant dans l'intervalle 3,4 - 3,8 ($1,7 < \text{Si}/\text{Al} < 1,9$), on observe un gain de résistance à la compression aux temps plus longs. De plus, des modifications mineures du rapport $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ peuvent altérer fortement les propriétés des géopolymères. Sagoe-Crentsil and Weng (2007) et (Weng et al., 2007) ont étudié le processus de dissolution du metakaolin et la réaction de condensation pendant la géopolymérisation, et plus précisément le mécanisme de spéciation de l'aluminium par RMN MAS du ^{27}Al . Pour des rapports $\text{Si}/\text{Al} \leq 1$, la présence d'aluminates $[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$ est détectée aux premiers instant de la réaction. Tandis qu'à des rapports de composition $\text{Si}/\text{Al} \geq 3$, la présence de ces mêmes espèces n'est pas détectée. Cette observation suggère, selon Sagoe-Crentsil and Weng (2007) et Weng and Sagoe-Crentsil (2007) que la réaction de condensation entre les aluminates $[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$ et les silicates en solution est assez rapide, et qu'ils sont consommés dès qu'ils sont formés. Mais comme le temps de condensation augmente avec le rapport Si/Al, Sagoe-Crentsil and Weng (2007) et (Weng et al. 2007) suggèrent que le processus de condensation se déroule en deux étapes: une condensation rapide entre les espèces aluminates et silicates suivie d'une condensation lente impliquant exclusivement des espèces silicatées [19].

I.7.4. Rapport massique solide/ liquide

La résistance à la compression décroît lorsque le rapport massique solide/ liquide (S/L) augmente. Ce rapport est analogue au rapport eau/ciment lors de la fabrication des pâtes, mortiers et bétons à partir des ciments Portland. Les travaux de Yao et al. (2009) ont montré que lorsque le rapport S/L est grand, la viscosité de la pâte est faible et lorsque ce rapport est faible, la viscosité de la pâte est élevée et par conséquent, le degré de la réaction de polycondensation est élevé. D'autre part, Zuhua et al. (2009) ont montré que la vitesse de dissolution du matériau aluminosilicate est améliorée lorsque le rapport massique S/L est

faible. Kong et al. (2007) ont montré que la résistance à la compression des géopolymères à base du metakaolin est optimale lorsque le rapport massique S/L est égal à 0,8 car ce rapport donne une bonne maniabilité de la pâte. Alors que la maniabilité de la pâte est faible lorsque ce rapport est plus grand que 0,8 et par conséquent, baisse les propriétés mécaniques du géopolymère [20].

I.8. Adjuvants dans les géopolymères

L'effet de l'introduction d'ajouts dans une matrice géopolymère est évalué à l'aide d'essais mécaniques. Différents types d'ajouts ont déjà été introduits en tant que adjuvants dans les matériaux géopolymères, tels que des cendres volantes (Guo et al., 2009), ou des fibres d'alcool polyvinylique (PVA) (Li et al., 2005). Les travaux de Li et al. (2005) ont mis en évidence les modifications importantes entraînées par l'ajout de fibres sur les propriétés mécaniques. En effet, lors de l'introduction de fibres dans une matrice 17 géopolymère, la ductilité du matériau est particulièrement améliorée comparée à certains géopolymères sans adjuvants. Alors que ces géopolymères présentent globalement un comportement mécanique fragile, l'introduction d'adjuvant peut engendrer un comportement ductile (Li et al., 2005). Les adjuvants ont pour rôle d'assurer la fonction mécanique du point de vue de résistance [21].

Il existe deux types d'adjuvants: les particules, principalement utilisées dans les matrices métalliques, et les fibres. Ces renforts peuvent être :

- inorganiques : verre, silice, céramiques, l'alumine amorphe ;
- organiques : aramide, polyester, polyamide, fibres végétales, fibres animales, le carbone.

a) Adjuvants inorganiques

- **Alumine**

L'alumine se trouve dans la nature sous la forme de minerais comme la bauxite, la bayerite, le corindon, la diaspore, la gibbsite. Elle a principalement deux types d'états cristallins et existe sous plusieurs formes :

- α - Al_2O_3 ou corindon est la forme pure obtenue par calcination de γ - Al_2O_3 à température élevée (au-dessous de 1500°C) ; est très cristallisée, thermodynamiquement stable et faiblement soluble dans une solution alcaline concentré.

- β - Al_2O_3 est un produit à base d'alumine contenant 3 à 5 % d'oxyde de sodium ($\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$) avec de très faibles quantités de silice et d'oxyde de fer qui favorise le frittage.

- γ - Al_2O_3 est un mélange de boehmite et de bayérite. Elle est obtenue à des températures inférieures à 1400 °C, par des hydroxylation des différents oxydes (gibbsite, boehmite, diaspore) ou par décomposition de l'alun aluminium vers 600°C. γ - Al_2O_3 est beaucoup plus réactive vis-à-vis de l'eau, de l'acide et des bases fortes (Huang, 2007). Elle peut être incorporée dans certaines matières premières pour modifier le rapport Si/Al dans le matériau aluminosilicate et compense ainsi le déficit en oxyde d'aluminium. L'alumine est utilisée dans la production de l'aluminium, de matériaux réfractaires, d'abrasifs synthétiques etc.

- **Silice**

La silice est la forme naturelle du dioxyde de silicium (SiO_2) qui entre dans la composition de nombreux minéraux. Elle existe à l'état libre sous différentes formes cristallines, amorphes ou combinées. Dans les silicates, les groupes SiO_2 sont liés à d'autres éléments (Al : Aluminium, Fe : Fer, Mg : Magnésium, Ca : Calcium, Na : Sodium, K : Potassium). La silice amorphe peut être utilisée comme adjuvant dans la production des 18 géopolymères pour compenser le déficit en oxyde de silicium dans la matière première aluminosilicate (Yunsheng et al., 2010).

- **Sable**

Le sable est également un matériau très utilisé pour la modification des propriétés mécaniques (Yunsheng et al., 2008 ; Kamseu et al., 2010 ; Prud'homme et al., 2010 ; Temuujin et al., 2010). En effet, des travaux ont montré que les polymorphes de silice subissent une réaction d'hydrolyse en milieu alcalin suivant l'équation : $\text{SiO}_2(\text{S}) + 2\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{H}_4\text{SiO}_4$. Cette réaction apparaît majoritairement dans le cas de l'attaque de silice amorphe, mais les travaux de Dove et al. (2008) ont montré que le quartz subissait également cette réaction. De plus, l'utilisation de solutions alcalines permet d'accélérer la dissolution hydrothermale du quartz, par action catalytique de K^+ et Na^{+a} en solution, dû à l'adsorption de ces cations à la surface du quartz (Xiao et Lasaga, 1995). La précipitation de la silice intervient lorsque la solution est sursaturée. Ce phénomène de dissolution / précipitation permettra donc la création d'interactions entre le sable et une matrice basique de type géopolymère, conduisant à la modification des propriétés mécaniques du composite.

- **Oxyde de calcium**

L'oxyde de calcium, communément appelé « chaux vive », est un produit obtenu par calcination du calcaire. Le calcaire est un minéral naturel abondant et bon marché. Il a été utilisé par Yip et al. (2008) comme adjuvant pour améliorer les propriétés mécaniques des géopolymères.

a) Adjuvants végétaux

L'incorporation de fibres végétales dans des mortiers connaît une réelle expansion depuis les années 90 suite aux problèmes liés à l'amiante. En effet, les fibres végétales sont beaucoup plus saines et leur incorporation dans un mortier n'engendre aucun problème de type sanitaire, La fonction des fibres dans une matrice minérale est de conférer au matériau composite des propriétés mécaniques adéquates tout en diminuant sa densité. Cependant, les propriétés obtenues sont fortement dépendantes de leur nature, de leur longueur, de leur forme, des conditions de séchages, etc.

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

I.9. Utilisation des géopolymères

Compte tenu des propriétés physiques et chimiques des géopolymères, des progrès technologiques ont été faits dans le sens du développement de leurs applications : génie civil,

automobile, aérospatiale, métallurgie, fonderie non-ferreuse, plastiques, gestion des déchets, architecture, restauration des bâtiments, décoration...etc

Dans le génie civil, on note l'élaboration de nouveaux ciments géopolymères à l'instar du ciment américain PYRAMENT ultra rapide et à haute performance, commercialisé aux États-Unis depuis 1988. Il est un produit idéal pour la réparation et la construction des pistes d'atterrissage en bétons [22].



Figure I.6 Application des géopolymères dans l'élaboration du ciment Pyrament [23].

Dans l'aérospatiale, on note l'utilisation des moules et des outils en géopolymères réfractaires pour le coulage en toute sécurité des alliages très corrosifs Aluminium/Lithium à l'état liquide.

Dans le domaine automobile, on note l'utilisation des composites carbone/ géopolymères pour la protection thermique des voitures de courses.



Figure I.7 Application des géopolymères dans l'industrie du fusible et dans la décoration [24].

Dans le domaine du traitement des déchets, on note l'utilisation des ciments géopolymères pour l'encapsulation des déchets toxiques et radioactifs[23].

Chapitre II : Matériels et méthodes

Ce chapitre décrit les matières premières utilisées pour la synthèse des différents échantillons géopolymères et leur méthode d'élaboration ainsi que l'ensemble des techniques de caractérisation physico-chimique.

II.1. Matériels utilisés

- Mortier et pilon en porcelaine
- Tamis 63 μ m
- Une plaque chauffante menée d'un agitateur
- Balance analytique
- Etuve
- Four

II.2. Réactifs utilisés

- Hydroxyde de sodium NaOH (97% de pureté).
- Silicate de sodium Na₂SiO₃.
- Acide acétique C₂H₄O₂.

II.3. Matières premières

- **Kaolin**

Le kaolin DD3 est extrait de Djebel Debbagh (Est algérien). Ce kaolin se distingue essentiellement par le taux d'alumine et sa couleur. Il est constitué de kaolinite désordonnée en présence d'impuretés. Il est d'abord concassé puis broyé (tamisé sur 63 μ m) pour avoir un lot d'échantillon homogène prêt à être utilisé. Dans cette étude le kaolin est utilisé après calcination à 750°C (figure II.1), il est ainsi nommé MDD3.



Figure II.1: Photo de MDD3.

- **Scories d'Aluminium**

Les scories d'aluminium utilisées sont fournies par la société ALGAI (M'sila). Elles sont de couleur gris et contiennent une importante quantité d'oxyde d'aluminium égale à 87,25% [25].



Figure II.2 : Photo de scories d'Aluminium.

III.4.Préparation et traitement mécanique de la matière première

- **Broyage**

Cette opération sert à réduire les dimensions des grains de la matière première, à une granulométrie assez fine de l'ordre de quelques micromètres à l'aide d'un broyage manuel en utilisant un mortier et un pilon en porcelaine.



Figure II.3 : Photo de pilon /mortier en porcelaine.

- **Tamisage**

Le tamisage est le passage d'un produit solide ou d'une suspension à travers un tamis pour réaliser la séparation et éventuellement l'analyse granulométrique de certains éléments, l'écartement des mailles du tamis est généralement compris entre quelques millimètres et quelques micromètres. On récupère les échantillons après tamisage à l'aide d'un tamis d'ouverture de maille $63\mu\text{m}$ dans des sachets hermétiquement fermés.

- **Calcination**

La calcination est un traitement thermique effectué en présence de l'air sur des corps solides pour transformer les métaux en leurs oxydes ou la transformation du calcaire en chaux et la destruction totale de la matière organique, qui en présence d'oxygène, conduit à sa volatilisation sous forme de dioxyde de carbone. La calcination consiste à introduire une quantité de poudre de kaolin (tamisée à $63\mu\text{m}$) dans un four (Figure II.4) à 750°C pendant 4 heures.



Figure II.4 : Photo du four.

II.5.Élaboration des géopolymères

- **Mode opératoire**

Le mélange réactif est obtenu en dissolvant d'abord l'hydroxyde de sodium dans le silicate de sodium, puis la poudre de métakaolin MDD3 mélangé préalablement avec la poudre de Scories d'aluminium est ajouté et mélanger pendant 30 min et une quantité d'eau a été ajusté. La pâte ainsi obtenu est versée dans des tubes cylindriques en polystyrène puis conservés à l'étuve à 70°C pendant 24 heures.

II.6.Nomenclature

Plusieurs nomenclatures ont été adoptées pour désigner les différentes argiles et les matériaux géopolymères. Le kaolin est désigné par DD3. Le kaolin après calcination est désigné par MDD3. Les matériaux consolidés synthétisés à base du métakaolin MDD3,scories d'aluminium et solutions silicate alcalines de sodium par G X% avec :

G : Géopolymère.

X% : Pourcentage massique de la scorie d'aluminium.

Exemple : Mélange : solution silicate de sodium alcalin+ MDD3 + 5% scories d'aluminium.

Nomenclature :G 5%.

II.7. Tests et analyses effectué sur les Géopolymères

II.7.1.Test TCLP

L'une des méthodes applicables pour déterminer l'immobilisation des différents ions de métaux lourds est le test TCLP (Toxicity Characteristic Leaching Procedure) qui permet de déterminer la stabilité et l'efficacité d'immobilisation chimique sur les matrices de géopolymères à différents pourcentages de scorie d'aluminium.

Le test TCLP consiste à mettre en contact pendant 18h une masse d'échantillon (5g ont été utilisé) de taille inférieure à 4 mm et un volume d'eau déminéralisée à un rapportsolide/liquide de 1/20 sous agitation rotative (10rpm). Au bout de 18h lasuspension est filtrée sur filtre à membrane de diamètre moyen de pore de 0,45 µm. Le filtratdit « lixiviat » est alors analysé afin de déterminer la concentration des métaux lourds : Ni,Fe. Le pH de ces lixiviats est mesuré avec un pH mètre.

Nous préparons une solution dans une fiole de 1L contenant environ 500 ml d'eau Déminéralisée, nous versons 5,7 ml d'acide acétique (HCH_3CO_2), nous pesons précisément 2,572 g d'hydroxyde de sodium (NaOH), le dissoudre dans la fiole, compléter ensuite au trait de jauge avec de l'eau distillée. Le pH de cette solution devrait être de 2.

Juste après le test on a mesuré la conductivité et le pH de chaque solution puis le contenu des récipients a été filtré afin de faire l'analyse SAA.

II.7.2. Techniques de caractérisation

Les propriétés des matériaux obtenus ont été évaluées à l'aide des analyses et mesures suivantes :SAA, IRTF,MEB, DRX.

a. Spectrophotométrie d'absorption atomique (SAA)

La SAA est une méthode d'analyse quantitative des solutions aqueuses ou organique repose sur des mesures d'absorption d'une radiation lumineuse, réalisées sur une substance ramenée à l'état d'atomes libre, elle nous permet de déterminer les quantités des éléments chimiques dans une solution suivant la relation de beer-lambert [26] :

Log $I_0/I = K.L.C$relation (II.1)

En désignant par :

I_0 : intensité de courant du flux incident.

I : intensité de courant du flux après absorption.

K : constante dépendant de la fréquence caractéristique de l'élément à doser.

C : concentration de l'élément à doser.

L : longueur du trajet optique dans la flamme contenant l'élément à doser.

L'appareil utilisé est de marque THERMO SCIENTIFIC (Figure II.5).



Figure II.5 : Photo d'un spectrophotomètre d'absorption atomique.

b. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier

La spectroscopie infrarouge est une méthode d'analyse structurale qui identifie les groupes fonctionnels des liaisons entre atomes dans une molécule. Le principe de cette méthode consiste à mesurer la quantité de la lumière absorbée par un matériau ou d'une substance en fonction de la longueur d'onde lors d'une interaction entre ce dernier et la radiation électromagnétique [27].

Le dispositif expérimental utilisé dans ce travail est un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier (Fourier Transform Infrared Spectroscopy) FTIR, de type SCHIMADZU8400 (Université A. Mira Bejaia) (Figure II.6).



Figure II.6 :Photo d'un appareil IR.

e. Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage est un moyen de produire une image avec un signal détectable et résultant de l'interaction entre un faisceau d'électrons et un échantillon cible.

Le principe du balayage consiste à explorer la surface de l'échantillon par lignes successives et à transmettre le signal du détecteur à un écran cathodique dont le balayage est exactement synchronisé avec celui du faisceau incident. Les microscopes à balayage utilisent un faisceau très fin qui balaie point par point la surface de l'échantillon. La microscopie électronique à balayage donne des informations sur les caractéristiques microstructurales d'un matériau [28].

L'appareil utilisé est MEB type Quanta 200, il est équipé d'un système de microanalyse (EDS) spectroscopie d'énergie dispersive (Figure II.7).



Figure II.7 : Photo du MEB.

d. Diffraction des rayons X (DRX)

La DRX est une technique d'analyse fondée sur la diffraction des rayons X par la matière. Lorsque la longueur d'onde λ d'un rayonnement incident et du même ordre de grandeur que les distances inter-réticulaires (d_{hkl}) d'un cristal ou d'une poudre, il y a interaction rayonnement-matière suivant la relation de Bragg [29].

$$n\lambda = 2d_{hkl}\sin\theta \dots\dots\dots\text{II.2.}$$

En désignant par :

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

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

d : distance entre les plans réticulaires d'une même famille désigné.

Conventionnellement par les indices de Miller h, k, l (Å).

θ : angle de diffraction.

Les différents diffractogrammes des poudres présentés ont été obtenus sur un appareil Brucker D 8 de type Debye-Sherrer utilisant la radiation $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda_{\text{K}\alpha} = 1,5406 \text{ \AA}$) et un monochromateur arrière en graphite. La gamme d'analyse est comprise entre 5 et 60° avec un pas de $0,02^\circ$ et un temps d'acquisition de 8 s .

Les phases cristallines présentes dans le matériau sont identifiées par comparaison avec les standards PDF (Powder Diffraction Files) de l'ICDD (International Center for Diffraction Data).

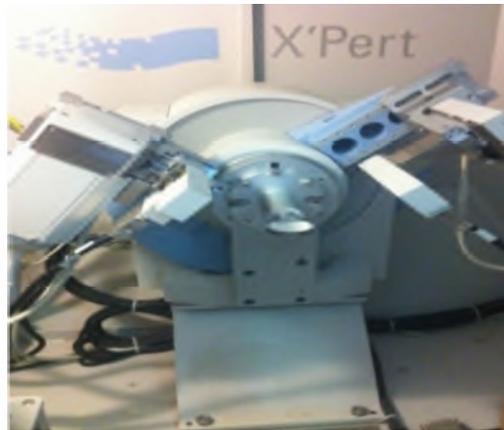


Figure II.8 Photo d'un appareil DRX

Chapitre III : Résultats et discussions

Dans cette partie de travail nous allons présenter les résultats obtenus lors de la pratique. Les résultats de l'Analyse par diffraction à Rayon X (DRX), de l'analyse spectrométrie d'absorption atomique (SAA), de la spectrométrie infrarouge (IR) et les observations au microscope électronique à balayage (MEB), ainsi que les résultats seront exposés et interprétés.

III.1. Caractérisations physico-chimiques des matières premières

Les matières premières utilisées dans nos travaux de thèse sont le kaolin et les scories d'aluminium. Le kaolin utilisé est extrait de Djebel Debbagh (Est algérien) et nommé DD3 (Figure III.1). Ce kaolin se distingue essentiellement par le taux d'alumine et sa couleur. Il est constitué de kaolinite désordonnée en présence d'impureté

Les scories d'aluminium utilisées sont fournies par la société ALGAI (M'sila). Elles sont de couleur gris et contiennent une importante quantité d'oxyde d'aluminium égale à 87,25% [25].

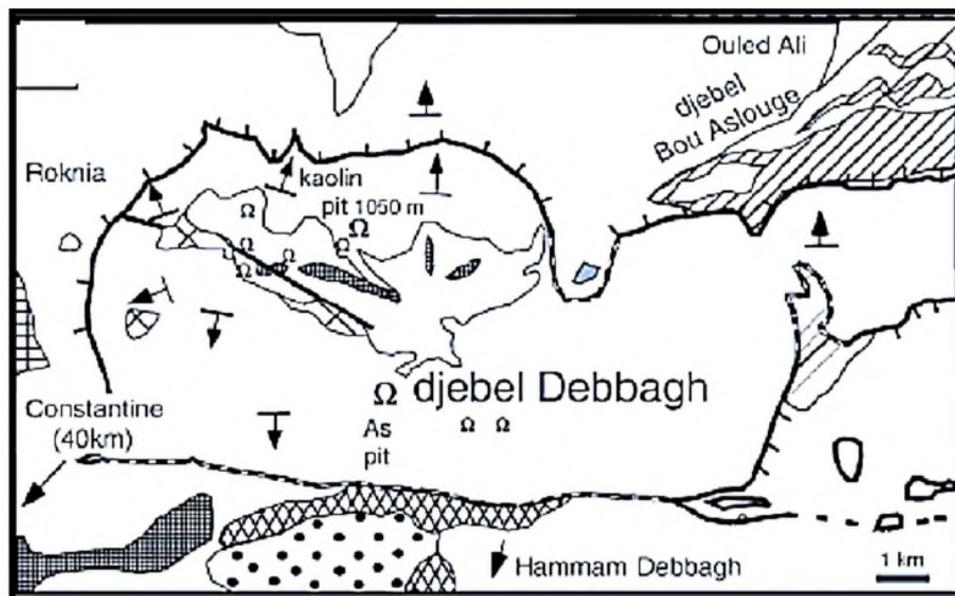


Figure III.1 : Position géographique de Djebel Debbagh [25].

III.1.1. Caractérisation physico-chimique

III.1.1.1. Composition chimique du kaolin

Le kaolin DD3 renferme de l'oxyde de manganèse (MnO) en quantité importante ce qui explique sa coloration noirâtre, il renferme également des teneurs non négligeables en CaO,

soit (0,5 %).une teneur importante de la PAF est signalée (17,33 %), elle est due à la combustion des matières organiques et la disparition des carbonates, la teneur en Fe_2O_3 est relativement faible on note aussi des éléments trace K_2O , TiO_2 .

Tableau III.1:Composition chimique pondérale du kaolin.

Oxydes(%)	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	MnO	MgO	CaO	Na_2O	K_2O	TiO_2	P_2O_5	P.F.	SiO_2/Al_2O_3
DD3	42,40	36,90	0,24	2,16	0,06	0,50	0,19	0,20	0,02	0,00	17,33	1,15

III.1.1.2. Analyses minéralogiques du kaolin par DRX

Le kaolin DD3 renferme de la kaolinite de l'halloysite, de la muscovite, du quartz, du gypse, de la calcite et de la todorokite (phase contenant du manganèse).

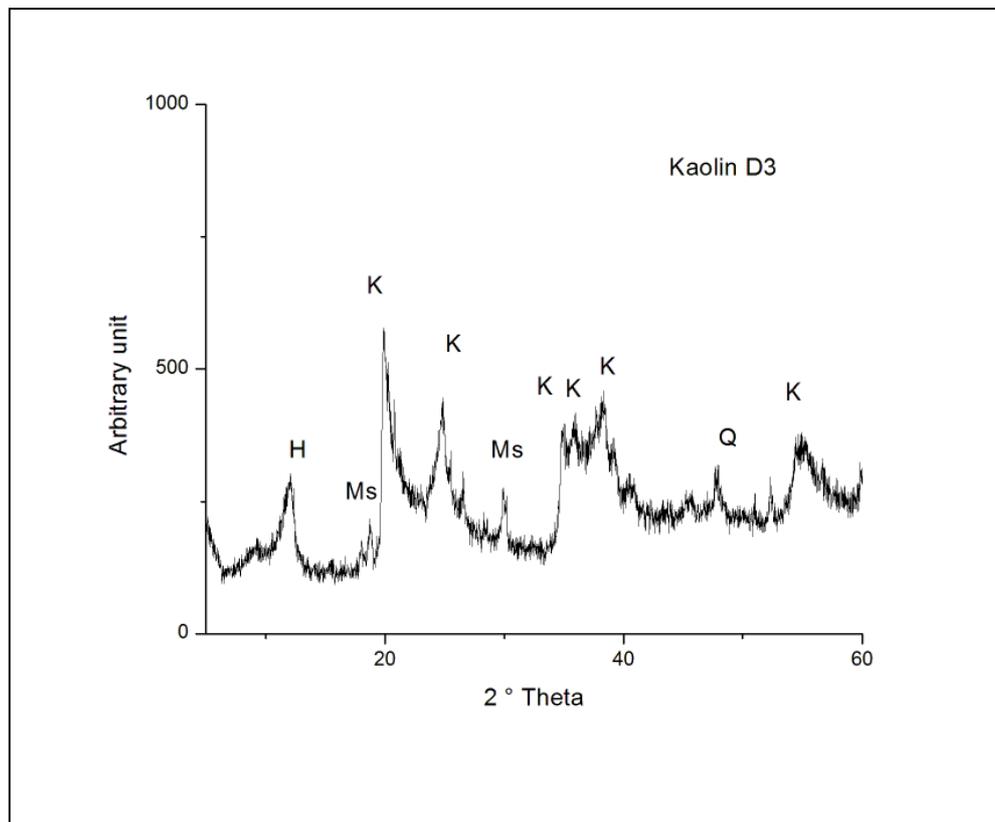


Figure III.2: Diagramme de diffraction des rayons X de DD3 [30].

III.1.1.3. Analyse par spectroscopie infrarouge

Le spectre infrarouge est divisé en 2 zones principales. La première zone correspond aux bandes de fréquences élevées situées entre $3700 - 3400 \text{ cm}^{-1}$, la seconde correspond aux fréquences plus faibles situées dans la zone des $1600 - 410 \text{ cm}^{-1}$. Les grandes fréquences

concernent vibrations des hydroxyles O-H, en revanche les bandes des petites fréquences (partie à droite) concernent les liaisons Al-OH, Si-O, Si-O-Si et Si-OAl [30].

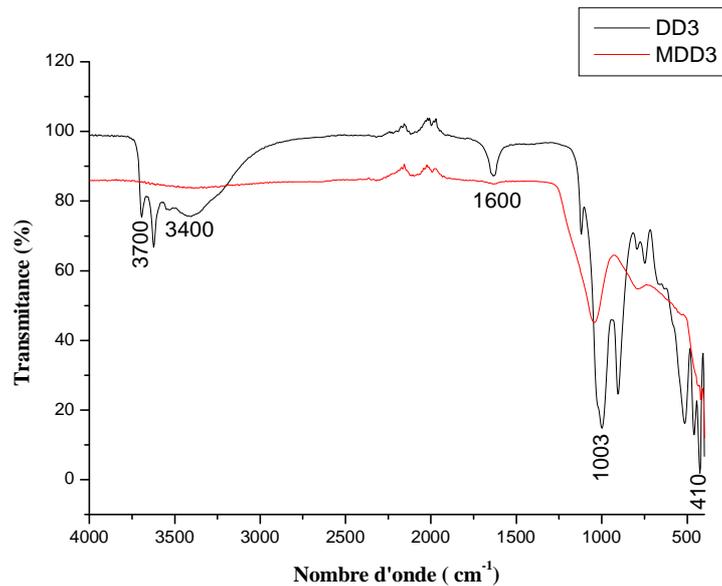


Figure III. 3 : Spectre IR de DD3 et MDD3.

Tableau III.2 : Valeurs des pics (cm⁻¹) et groupement fonctionnels observés pour DD3 et MDD3

Liaisons	O-H	H2O	Si-O	Si-O-Al
DD3	3700-3400	1600	1003	410
MDD3	-	-	1005	760

III.1.2. Caractérisations des scories d'aluminium

III.1.2.1. Analyse chimique

La composition chimique a été effectuée par fluorescence X. Les résultats de l'analyse des scories d'aluminium sont reportés dans le tableau (2). On remarque que la quantité d'oxyde d'aluminium dans ces scories est très importante. Par ailleurs la teneur en SiO₂ est moins importante (2,5%), on note aussi des éléments trace MgO, CaO, TiO₂, Fe₂O₃, Na₂O, K₂O. On remarque aussi une perte au feu de 9.52%, elle est due à la perte des carbonates et des hydroxydes liés à Al₂O₃.

Tableau III.3: Composition chimique des scories d'Aluminium (% en masse).

Oxydes	Al ₂ O ₃	MgO	SiO ₂	CaO	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	PF(%)
Scories Al	87	0.21	2.5	0.12	0.2	0.15	0.2	0.1	9.52%

III.1.2.2. Caractérisation minéralogique de la scorie d'Aluminium

Les diagrammes de diffraction ont été réalisés dans la gamme 2θ de 5 à 100 2θ avec. Les scories d'aluminium ont été broyées et tamisées jusqu'à une fraction de grains inférieure à 63 μm . La caractérisation des différentes phases est difficile, car il s'agit des scories d'aluminium, qui ne présente pas une catégorie bien définie d'alumine, en plus de la présence de beaucoup d'impureté.

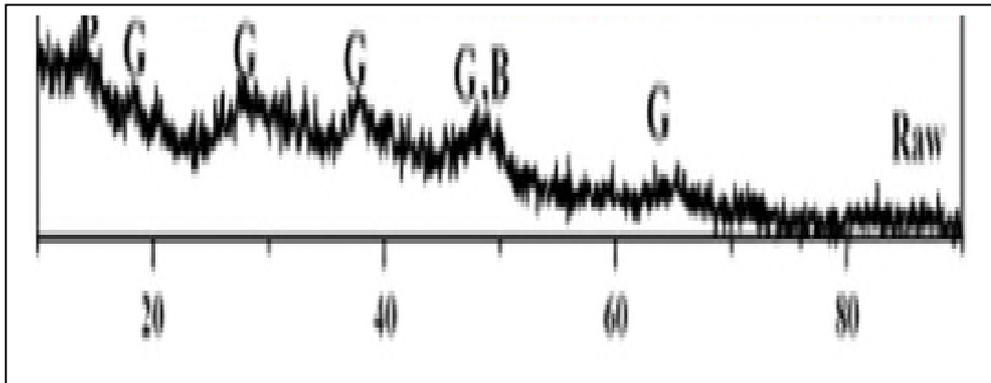


Figure III.4 : Phases minéralogique des scories d'Aluminium [25].

G : Gibbsite et B : Boehmite.

III.1.2.3. Analyse par spectroscopie infrarouge

Le spectre infrarouge à transformée de Fourier des scories d'aluminium sont représentés dans la figure (III.5)

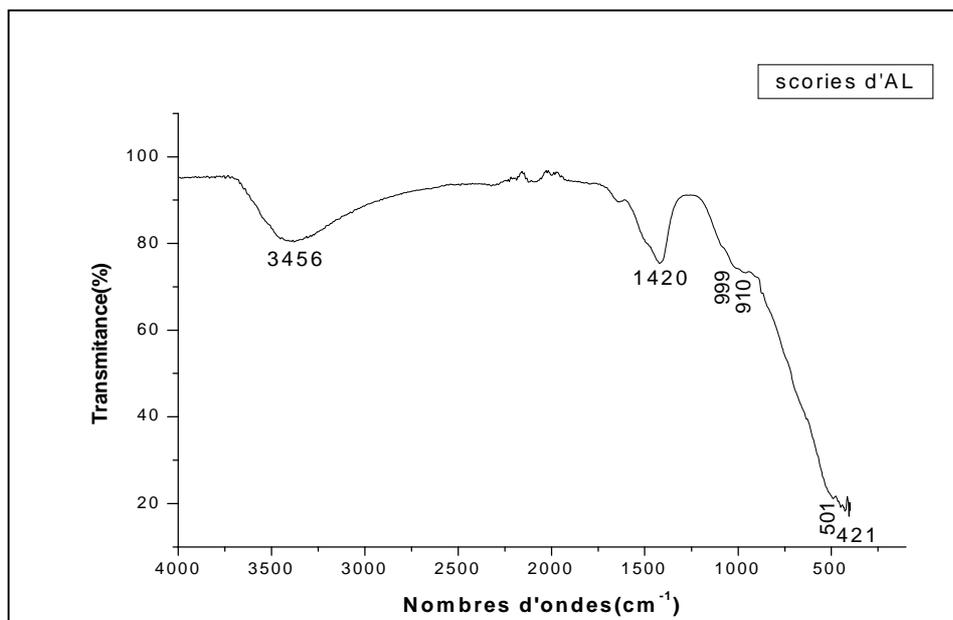


Figure III.5 : Spectre IR des scories d'Aluminium.

Tableau III.4 : Valeurs des pics (cm^{-1}) et groupements fonctionnels correspondants observés pour la scorie d'Aluminium sont résumées.

Scories d'Al	3456	1420	999-910	421	501
Groupements fonctionnels	Hydroxyles OH-	H-O-H	Al-OH	Si-O-Si	O-Si-Odu tétraèdre SiO ₄

Le spectre des scories d'aluminium brutes montre une bande large centrée à 3456 cm^{-1} correspondant aux vibrations de la liaison O-H de la molécule d'eau [31,32].

Aussi, en balayant le spectre vers la droite ; nous remarquons un deuxième domaine qui présente une bande située autour de 1420 cm^{-1} ; attribuée aux vibrations de la déformation des liaisons de valences H-O-H des molécules d'eau [32]. Les bandes situées à 999 et 910 cm^{-1} attribuées aux vibrations Al-O ou Al-OH caractéristiques du squelette d'alumine où Al est en coordination [33,34]. Enfin, les bandes d'absorptions à 421 et 501 cm^{-1} indiquent respectivement la vibration de déformation dans le plan des liaisons de valences Si-O-Si et O-Si-O du tétraèdre SiO₄ [31,32].

III.2. Lixiviation des géopolymères

III.2.1.1 Mode opératoire d'analyse chimique de lixiviat par SAA

III.2.1.1.1. Courbe d'étalonnage du Nickel

Une série de solutions filles a été préparée à partir d'une solution mère de nitrates de Nickel, en vue de l'établissement de la courbe d'étalonnage servant de support de comparaison pour notre dosage spectral. Cette dernière comprendra les concentrations suivantes : $0,2 \text{ mg/l}$, $0,5 \text{ mg/l}$, 1 mg/l , $1,5 \text{ mg/l}$, 2 mg/l et $2,5 \text{ mg/l}$ de nitrates de Nickel hydraté ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_2 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$).

L'analyse par spectrométrie d'absorption atomique a donné les résultats suivants :

Tableau III.5 : Données de la courbe d'étalonnage du nickel(Ni).

Echantillons	Concentration en (mg/l)	Absorbance en (nm)
G0	0	0.001
G05	0.5	0.02
G10	1.5	0.066
G15	2	0.8
G20	2.5	0.101

Ces résultats nous permettent de tracer la courbe suivante :

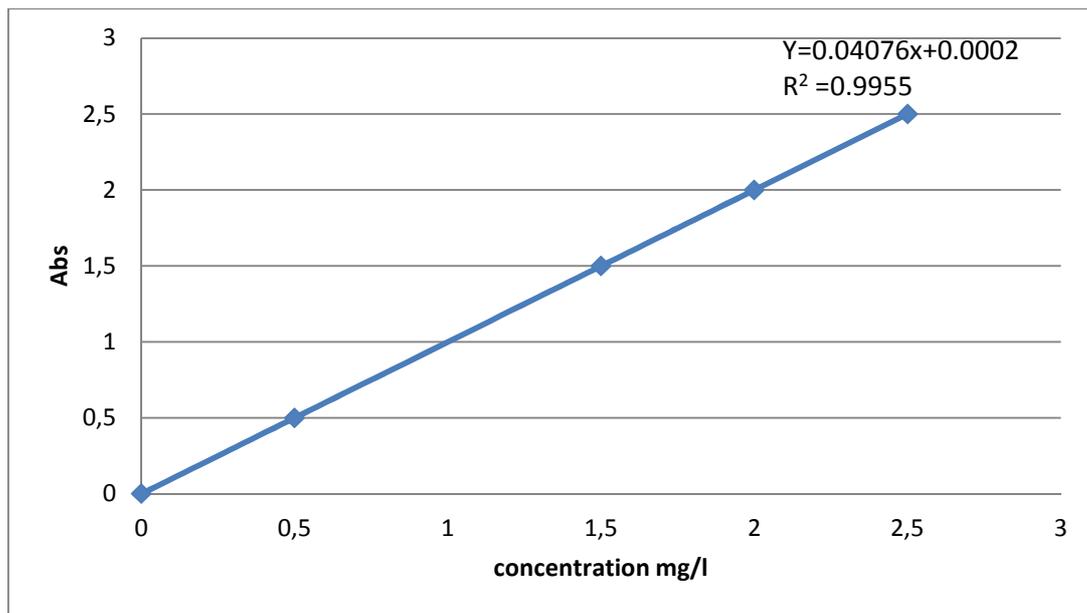


Figure III.6 : Courbe d'étalonnage de nickel (Ni).

La forme linéaire de cette courbe donne l'équation suivante :

$Y = a x + b$ ou ; $a = 0,04076$; $b = 0.0002$

$$Y = 0.04076x + 0.0002$$



$R^2 = 0.9955$

III.2.1.2. Courbe d'étalonnage du Fer

Une série de solution filles a été préparée à partir d'une solution mère de nitrates de fer, en vue de l'établissement de la courbe d'étalonnage servant de support de comparaison pour notre dosage spectral. Cette dernière comprendra les concentrations suivantes : 0.2mg/l, 0.5mg/l, 1mg/l, 1.5mg/l, 2mg/l et 2.5mg/l de nitrates de fer hydraté ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$).

L'analyse par spectrométrie d'absorption atomique à donner les résultats suivants :

Tableau III.6 : Données de la courbe d'étalonnage du Fer(Fe).

Echantillons	Concentration (mg/l)	Absorbance en (nm)
G0	2,6932	0.029
G05	1,2544	0.015
G10	1.3726	0.017
G15	1,2362	0.015
G20	1.3143	0.016

Ces résultats nous permettent de tracer la courbe suivante :

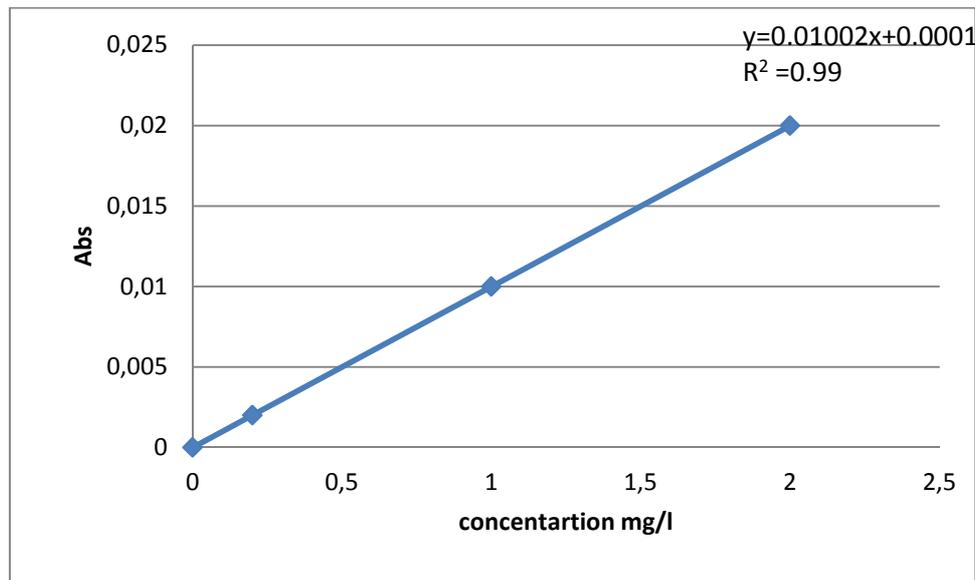


Figure III.7: Courbe d'étalonnage de nickel (Fe).

La forme linéaire de cette courbe donne l'équation suivante :

$$Y = a x + b \text{ ou } ; a = 0.01002 ; b = 0.0001$$

$$Y = 0.01002x + 0.0001$$



$$R^2 = 0.99.$$

III.2.2. Détermination du taux de lixiviation de fer et nickel par SAA

Les taux de lixiviation de Fe^{3+} et Ni^{2+} sont dressés dans les figures III.8, III.9 respectivement.

Tableau III.7 : Données la SAA de lixiviation de Fe_2O_3

Echantillons	λ (cm^{-1})	C (mg/l)
G0	0.029	2.6932
G5	0.015	1.2544
G10	0.017	1.3726
G15	0.015	1.2362
G20	0.016	1.3143

Ces résultats nous permettent de tracer l'histogramme suivant :

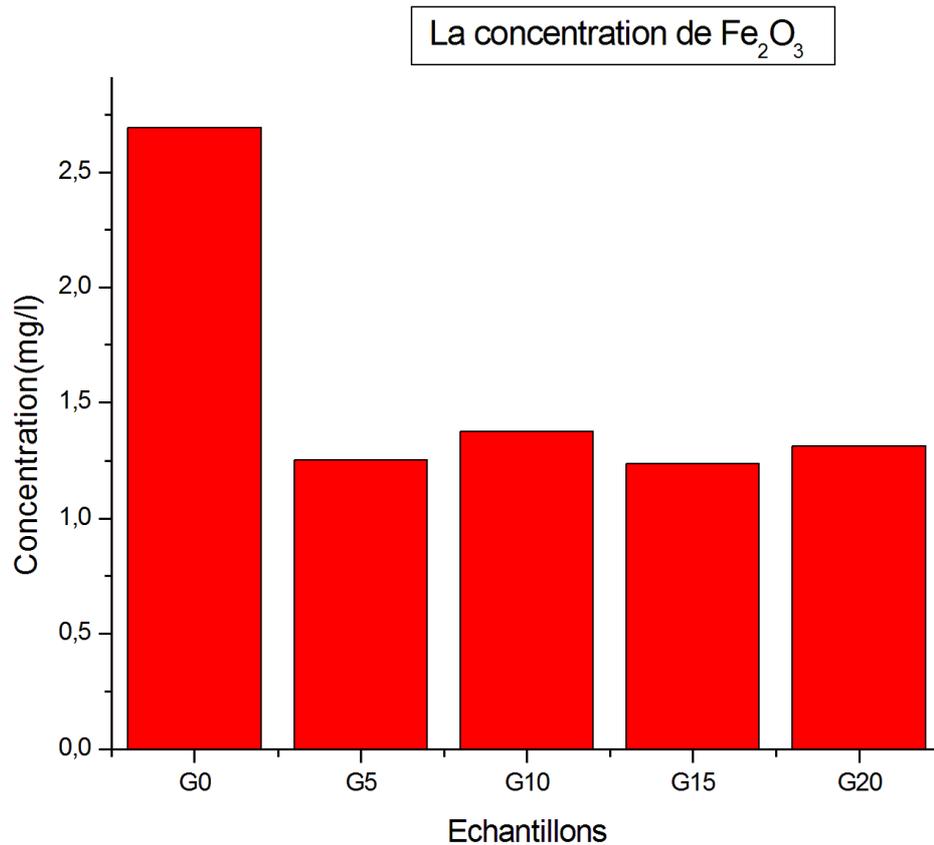


Figure III.8 : Résultats de la SAA de lixiviation de Fe^{3+} .

D'après Les résultats obtenu de on note que dans le cas de fer une valeur importante de 2.69 mg/l est enregistré dans le cas de G0% par comparaison aux matériaux incorporés de scories d'aluminium ce qui prouve que ces derniers ont un effet positif sur la rétention du fer au sein de la matrice de géopolymère [35].

Tableau III.8 : Données la SAA de lixiviation de Nickel

Echantillons	λ (cm^{-1})	C (mg/l)
G0	0.005	0.1111
G5	0.003	0.0453
G10	0.002	0
G15	0.001	0.0052
G20	0.002	0.02012

Ces résultats nous permettent de tracer l'histogramme suivant :

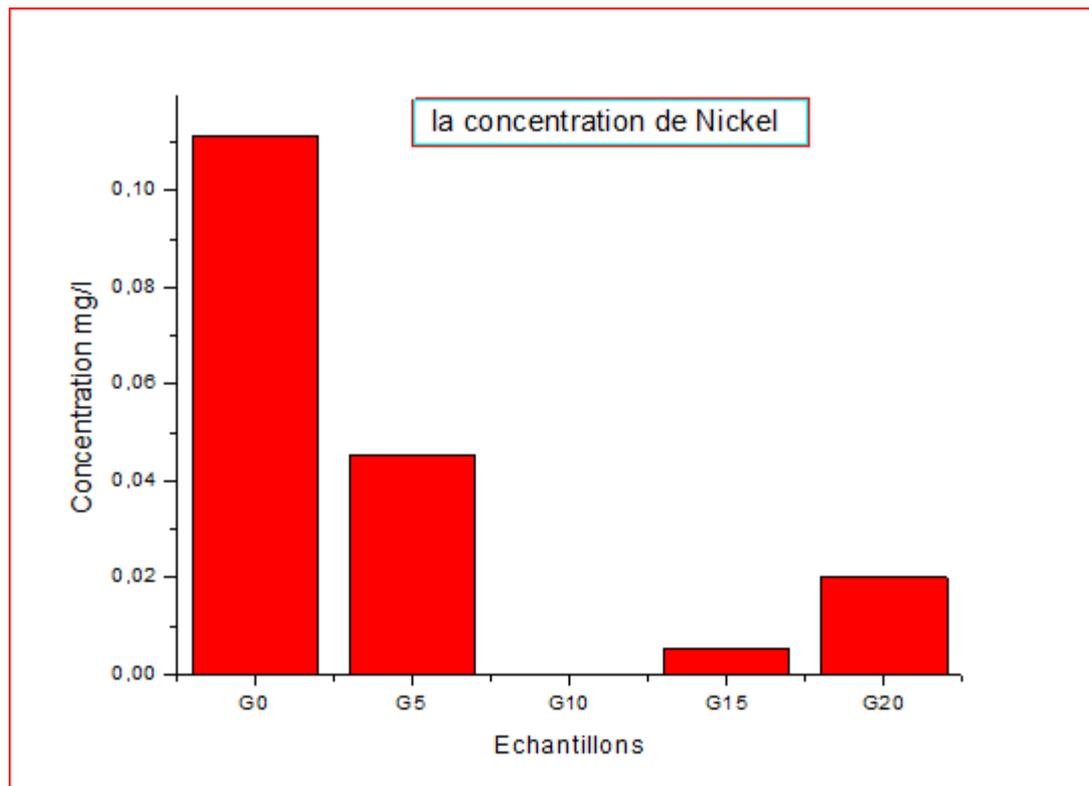


Figure III.9 : Résultats de la SAA de lixiviation de Ni.

Dans le cas du Nickel, on note que dans tous les cas les valeurs enregistrées sont inférieures à la norme qui est de 1mg/l. D'autre part, on remarque que le pourcentage de Ni dans les solutions des géopolymères incorporés de scories d'aluminium est inférieure à celui de G0% soit 0.11 mg/l et une valeur de 0 mg/l est noté dans le cas de G10% puis une augmentation légère du pourcentage du Ni à partir de 15% de scories d'aluminium dans le matériau. Cela peut être expliqué par le fait que la structure de base de géopolymère avec 10% de scories d'aluminium est plus stable par rapport aux autres formulations [35].

Toutefois les teneurs restent inadmissible pour l'environnement notamment pot G0. Il est clair que le Nickel est stabilisé par la structure du géopolymère.

III.3. Analyse par Infrarouge des géopolymères

L'analyse par IR des différents géopolymères sont représentés sur la figure III.10 qui suit :

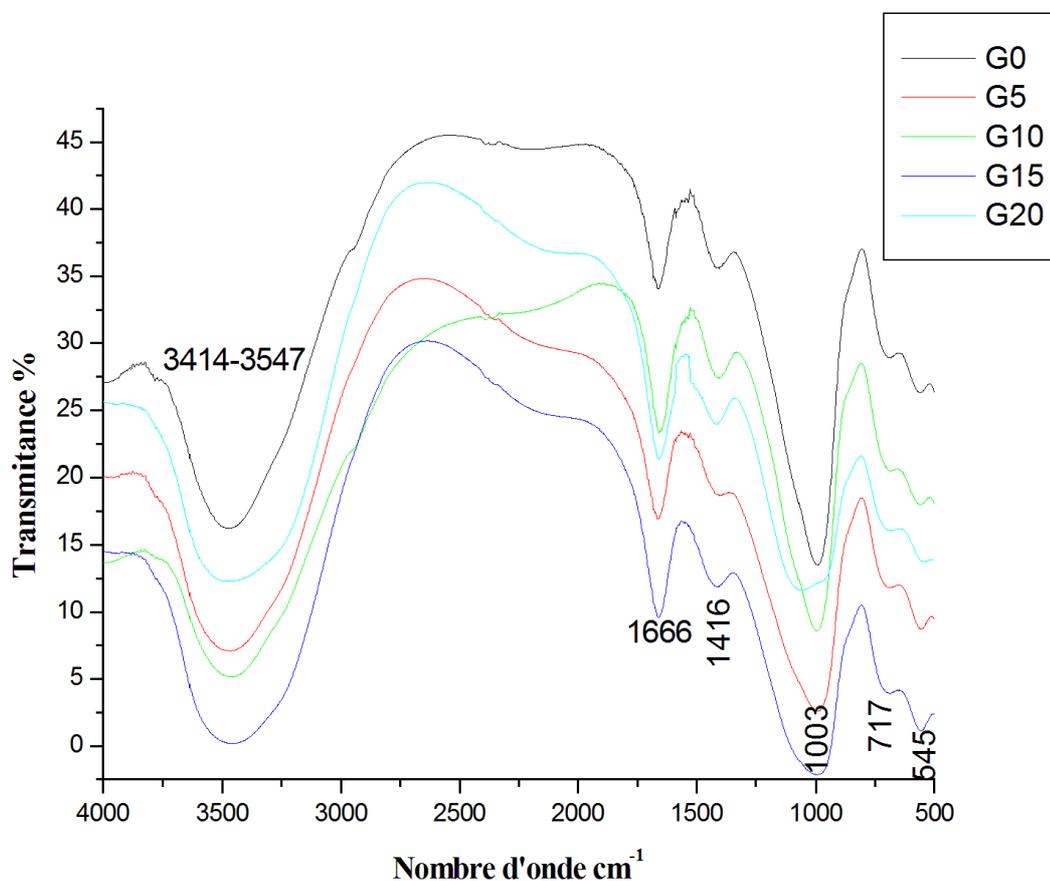


Figure III.10 : Spectre IR des différentes formulations (G0, G5, G10, G15, G20).

Tableau III .9 : Valeurs des pics (cm⁻¹) et groupements fonctionnels correspondants observés pour les différentes formulations.

Groupements Fonctionnels	Hydroxyles OH-	H ₂ O	Si-O	Si-O-Al ^{VI}	Si-O-Al ^{VI} Déformation
Nombres d'ondes (cm ⁻¹)	3414 3547	1666	1003	717	545

Ces analyses permettent d'identifier les différentes liaisons chimiques existantes. Après observation des spectres IR des différentes formulations (G0, G5, G10, G15, G20), les principaux groupements fonctionnels qui existent sont :

- La présence des bandes correspondant aux vibrations de valence de groupements OH. après calcination le métakaolin présente une seule et large bande entre 3414 cm^{-1} - 3547 cm^{-1} ce qui prouve la déshydroxylation [36,37].
- La bande à 1666 cm^{-1} est attribuée à la liaison H-O-H de l'eau. [38,36]
- La bande à 1003 cm^{-1} correspond à l'élongation de la liaison Si-O [39].
- La bande 717 cm^{-1} est attribuée aux vibrations d'élongation de la liaison Si-O-Al^{IV} [40].
- La bande vers 545 cm^{-1} correspond aux vibrations de déformation de la liaison Si-O-Al^{VI}. [41].

Dans les différentes bandes définies pour chaque géopolymère on remarque que les bandes dans G5, G10, G15, G20 sont plus large que celle en G0.

III.4. Observations au microscope électronique à balayage (MEB)

Les micrographies MEB des échantillons G0% et G15% sont illustrés sur la figure

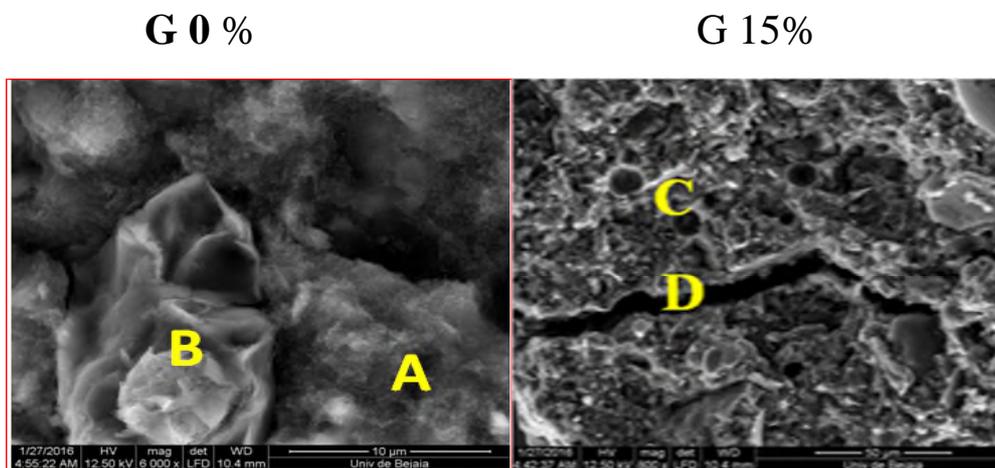


Figure III.11 : Photos MEB des échantillons G0% et G15%.

- A: Matrice géopolymère,
- B : Muscovite et un grain de géothite,
- C: Pores,
- D: Fissure.

Les résultats obtenus par micrographie MEB montrent que G0% montre une morphologie qui correspond à de géopolymère avec la présence de composant de la matière première tels que la muscovite et la goethite ce qui prouve que ces espèces n'ont pas participé à la réaction de géopolymérisation [42]. Par contre dans le cas de G15%.

L'observation au microscope électronique montre la présence de fissures et de pores ce qui explique la fragilité de ces matériaux vis-à-vis de la compression mécanique.

III.5. Analyse par Diffraction à Rayon X des matériaux

Les résultats de la Diffraction à rayon X des différents échantillons élaborés présentés sur la Figure III.12.

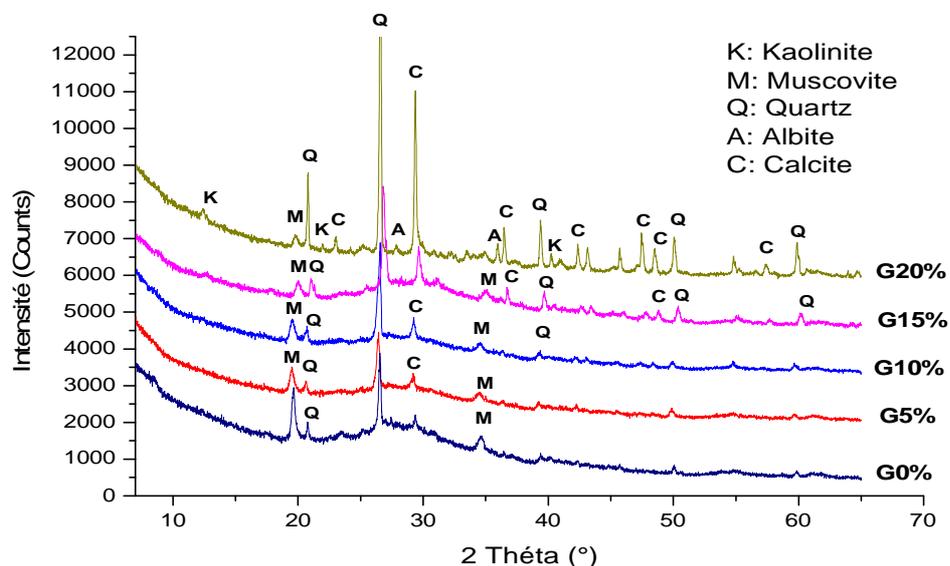


Figure III.12 : Diffractogrammes des Rayons X de différents matériaux élaborés.

La DRX des géopolymères indiquent qu'il est plus difficile de dissoudre les composants cristallisés dans les matières premières et par conséquent ces cristaux non réactifs jouent le rôle de charge. Les échantillons G0%, G5%, G10% et G15% présentent une large bosse entre $22-32^\circ 2\theta$, qui est le modèle typique de DRX pour un géopolymère amorphe. Cependant, en raison de la persistance des pics correspondant au quartz, muscovite et calcite la bosse est moins évidente.

Quelques pics de la matière première sont présents sur les diffractogrammes à RX des géopolymères mais avec une intensité réduite, cela est attribuée aux phases cristallines qui ne

sont pas réagi au cours du processus de la géopolymérisation, tel que le quartz autour de $20^{\circ}2\theta$ et $26^{\circ}2\theta$, et la muscovite autour de $35^{\circ}2\theta$ [40]. Il en est déjà montré que le quartz est non réactif [51] la persistance de ces phases cristallines indique qu'elles ne participent pas au processus de géopolymérisation, mais leurs intensités est réduites due à un effet de dilution [43,44].

III.6.Résistance à la compression

La résistance à la compression permet de déterminer le niveau de sollicitation admissible en compression pour une pierre dans un ouvrage, compte tenu de coefficients de sécurité adaptés. La connaissance de cette caractéristique est indispensable pour des applications structurelles où la pierre sera utilisée dans des éléments porteurs ainsi qu'elle est utilisée comme caractéristique d'identification d'une pierre ou en comparaison avec des valeurs de référence, comme indicatrice d'une altération après vieillissement [26].

Afin d'évaluer les propriétés mécaniques des matériaux obtenues à base des scories d'aluminium, des essais de compression sont réalisés sur cinq échantillons cylindriques.

Tableau.III.10 : Les valeurs des contraintes mécaniques des différents matériaux élaborés.

Echantillons	Contrainte (MPa)
G0%	14
G5%	8
G10%	5,2
G15%	3,6
G20%	2

D'après les résultats du tableau III.10 la contrainte mécanique diminue avec l'augmentation du % d'incorporation des scories d'aluminium et la valeur la plus élevée est enregistré pour l'échantillon géopolymère G0% soit 14 MPa.

Conclusion générale

L'objectif de cette étude était de valoriser les rejets du traitement des minéraux dans le domaine des géopolymères. L'incorporation du rejet scories d'aluminium a permis d'optimiser certaines caractéristiques des matériaux élaborés. La synthèse de ces matériaux a nécessité la caractérisation des matières premières. L'étude menée a abouti aux résultats suivants :

- Les résultats de la DRX des matières premières montrent que le kaolin DD3 est composé essentiellement de kaolinite, Muscovite, Halloyiste et du Quartz.
- Le kaolin DD3 renferme de l'oxyde de manganèse (MnO) en quantité importante, il renferme également des teneurs non négligeables en CaO.
- Les domaines IR des géopolymères révèlent la présence de différents groupements fonctionnels.
- Les échantillons G0%, G5%, G10%, G15% présentent une large bosse entre $22-23^{\circ}2\theta$, qui est le module typique de DRX pour un géopolymères amorphe. Cependant En raison de la persistance des pics correspondants au quartz, muscovite et calcite la bosse est moins évidente.
- La quantité d'oxyde d'aluminium dans les scories est très importante.
- Les résultats de la SAA de lixiviation de Fernous donne une valeur importante de 2.69 mg/l dans le cas de G0% par comparaison aux matériaux incorporés de scories d'aluminium ce qui prouve que ces derniers ont un effet positif sur la rétention du fer $*9$ au sein de la matrice de géopolymère.
- Les résultats de la SAA de lixiviation Nickel, montrent que dans tous les cas les valeurs enregistrées sont inférieures à la norme qui est de 1mg/l. D'autre part, on remarque que le pourcentage de Ni dans les solutions des géopolymères incorporés de scories d'aluminium est inférieure à celui de G0%, puis une augmentation légère du pourcentage du Ni à partir de 15% de scories d'aluminium dans le matériau. Cela peut être expliqué par le fait que la structure de base de géopolymère avec 10% de scories d'aluminium est plus stable par rapport aux autres formulations.
- la contrainte mécanique diminue avec l'augmentation du % d'incorporation des scories d'aluminium et la valeur la plus élevée est enregistré pour l'échantillon géopolymère G0% soit 14 MPa.

DEDICACES

Je dédie ce modeste travail à :

*Mes parents qui m'ont soutenu et encouragé durant
toute ma vie.*

Ma famille et mes amis

*A mes camarades, pour leurs aides et leurs soutiens
au cours de la réalisation de ce modeste travail.*

*Je témoigne toute ma reconnaissance et mes sincères
remerciements*

A toute la promotion GPM2019.

SLIMANI SALIMA

DEDICACES

Je dédie ce modeste travail à :

*Mes parents qui m'ont soutenu et encouragé durant
toute ma vie.*

Ma famille et mes amis

*A mes camarades, pour leurs aides et leurs soutiens
au cours de la réalisation de ce modeste travail.*

*Je témoigne toute ma reconnaissance et mes sincères
remerciements*

A toute la promotion GPM2019.

BOUBEKEUR ZOUINA

Introduction générale

Le globe terrestre regorge d'une grande diversité de matériaux que l'homme utilise à des fins diverses : construction, production d'énergie, alimentation, médecine, etc. Les géopolymères sont une classe de matériaux synthétiques obtenus à partir de certains matériaux du globe terrestre au cours de leur interaction avec un milieu très fortement basique. L'homme utilise ces géopolymères dans des domaines divers : génie civil, automobile, aérospatiale, métallurgie, fonderie non-ferreuse, plastiques, gestion des déchets, architecture, restauration des bâtiments, etc [1].

Plusieurs auteurs ont synthétisé les géopolymères à partir de diverses sources d'aluminosilicates : les argiles kaolinites, la métakaolinite, les cendres volantes, les scories volcaniques, les laitiers des hauts fourneaux, les pouzzolanes, etc. (Sabir et al., 2001 ; van Jaarsveld et al., 2002 ; Cheng et Chiu 2003 ; Davidovits, 2011 ;). Au cours de cette géosynthèse, la plupart des travaux effectués jusqu'ici ont utilisé comme source d'aluminosilicate la métakaolinite qui résulte de la deshydroxylation de la kaolinite. Le choix de la métakaolinite tient de la faible réactivité de la kaolinite, particulièrement à la température ambiante. Toutefois la kaolinite peut présenter une certaine réactivité qui permet d'obtenir dans certaines conditions, des matériaux de construction par synthèse géopolymères [1].

La réalisation d'un géopolymère à base de kaolin ne nécessite que la calcination de celui-ci à 750°C, ce qui correspond à une réduction de 80% des émissions de CO₂ [2].

L'objet de ce travail porte sur la valorisation des rejets du traitement des minéraux dans le domaine des géopolymères.

Le plan de notre travail s'articule autour de trois chapitres. Le premier chapitre est consacré aux généralités sur les géopolymères. Le second chapitre présente les matières premières et les méthodes expérimentales utilisées. Le troisième chapitre présente et discute les résultats.

Enfin une conclusion dans laquelle nous présentons nos principaux résultats ainsi que la perspective de cette étude met un terme à ce travail.

Liste des figures

- Figure I.1 :** Nom du géopolymère en fonction du rapport Si/ Al.
- Figure I.2 :** Structure de base du réseau sialate (tétraèdres SiO₄ et AlO₄).
- Figure I.3 :** Présente la structure de ces polymères inorganiques.
- Figure I.4 :** Structure de base tridimensionnelle de la notation Q (mAl).
- Figure I.5 :** Les étapes essentielles de géopolymérisation.
- Figure I.6 :** Application des géopolymères dans l'élaboration du ciment Pyrament.
- Figure I.7 :** Application des géopolymères dans l'industrie du fusible et dans la décoration.
- Figure II.1:** Photo de MDD3.
- Figure II.2 :** Photo de scories d'Aluminium.
- Figure II.3 :** Photo de pilon /mortier en porcelaine.
- Figure II.4 :** Photo du four.
- Figure II.5 :** Photo d'un spectrophotomètre d'absorption atomique.
- Figure II.6 :** Photo d'un appareil IR.
- Figure II.7 :** Photo du MEB.
- Figure II.8 :** Photo d'un appareil DRX.
- Figure III.1 :** Position géographique de Djebel Debbagh.
- Figure III.2 :** Diagramme de diffraction des rayons X de DD3.
- Figure III.3 :** Spectre IR de DD3 et MDD3.
- Figure III.4 :** Phases minéralogique des scories d'Aluminium.
- Figure III.5 :** Spectre IR des scories d'Aluminium.
- Figure III.6 :** Courbe d'étalonnage de nickel (Ni).
- Figure III.7 :** Courbe d'étalonnage de nickel (Ni).
- Figure III.8 :** Résultats de la SAA de lixiviation de Fe³⁺.
- Figure III.9 :** Résultats de la SAA de lixiviation de Ni.
- Figure III.10 :** Spectre IR des différentes formulations (G0, G5, G10, G15, G20).

Figure III.11 : Photos MEB des échantillons G0% et G15%.

Figure III.12 : Diffractogrammes des Rayons X de différents matériaux élaborés.

Liste des tableaux

Tableau III.1 : Composition chimique pondérale du kaolin.

Tableau III.2 : Valeurs des pics (cm⁻¹) et groupement fonctionnels observés pour DD3 et MDD3.

Tableau III.3: Composition chimique des scories d'Aluminium (% en masse).

Tableau III.4 : Valeurs des pics (cm⁻¹) et groupements fonctionnels correspondants observés pour la scorie d'Aluminium sont résumées.

Tableau III.5.Données de la courbe d'étalonnage du nickel(Ni).

Tableau III.6 : Données de la courbe d'étalonnage du Fer(Fe).

Tableau III.7 : Données la SAA de lixiviation de Fe₂O₃.

Tableau III.8 : Données la SAA de lixiviation de Nickel.

Tableau III.9 : Valeurs des pics (cm⁻¹) et groupements fonctionnels correspondants observés pour les différentes formulations.

Tableau III.10 : Les valeurs des contraintes mécaniques des différents matériaux élaborés.

Introduction générale

CHAPITRE I

Généralités sur les géopolymères

Chapitre II
Matériels et méthodes

Chapitre III
Résultats et discussion

Conclusion générale

Références bibliographique

Référence bibliographiques

- [1] mémoire master en chimie 2012.par leonel TCHADJIE NOUMBISSIE.
- [2] Raphaëlle Pouhet « Formulation and durability of metakaolin-based geopolymers» ,thèse Doctorat , Toulouse , 25 juin 2015 .
- [3] A.BOURLON, « Physico-chimie et rhéologie de géo polymères frais pour la cimentation des puits pétroliers ». Thèse de doctorat de l'université de Pierre et Marie Curie, 14/01/2011.
- [4] Maroua Zerzouri . «Valorisation de quelques argiles Marocaines pour, l'élaboration de matériaux géopolymères» Memoire de fin d'etudes Université de Limoge 2014-2015 .
- [5] P.ROVNANIK, (2010), « Effect of curing temperature on the development of hard structure of metakaolin-based géopolymer». Construction and Building Matériaux, 24, 1176-1183.
- [6]Delate J. and Facy G. Des bétons antiques aux géopolymères adopté de la revue arts et métiers.Géo polymèresInstitute 180 (1995) 8-16.
- [7]Van Deventer J.S.J., Provis J.L., Duxson P., Lukey G.C. Reaction mechanisms in the geopolymeric conversion of inorganic waste to useful products. Journal of Hazardous Materials 139 (2007) 506-513.
- [8] Yunsheng Z. and Sun-Wei. Fly ash based géopolymers concrete. The Indian Concrete Journal 9 (2006) 1-6.
- [9]HarjitoD. and Rangan B. V. Development and properties of low-calcium fly ash-based geopolymer concrete. Research report GC1. Faculty of Engineering, Curtin University of Technology Perth, Australia (2005) 94p.
- [10] Cioffi R., Maffucci L., Santoro. Optimization of geopolymer synthesis by calcination and polycondensation of a kaolinitic residue.Ressource, Conservation and Recycling 40 (2003) 27-38
- [11] J. DAVIDOVITS, «Geopolymers: Inorganic polymeric new materials. Journal of Thermal Analysis», vol. 37, p.1633-1656, (1991).

Références bibliographique

- [12] P.DUXSON, « The structure and thermal evolution of metakaolingeopolymers», Thèse de Doctotat Ph.D., Department of chemical and biomolecular engineering, The University of Melbourne, p.355, (2006).
- [13] Phalipon J. Une nouvelle voie de synthèse d'oxydes : Applications aux verres. L'industrieCéramique 81 (2006) 11-18.
- [14] Brinker CJ, Scherrer GW. Sol science.The physics and chemistry of sol-gel processing. San Diego: Academic Press; 1990.
- [15] V.D. Glukhovsky, Soil silicates, Gosstroyizdat USSR, Kiev, 1959, p.154.
- [16] H.Xu, J.S.J. Van Deventer, "The geopolymerisation of alumino-silicate minerals. International Journal of MineralProcessing, 2000, vol. 59, p. 247-266.
- [17] C. Alzieu. Impact des dragages : programme de recherche IFREMER, Journées techniques et scientifiques du CETMEF, 2001, Paris.
- [18] F. GridiBennadji. « Matériaux de mullite à microdtructure organisée composés d'assemblage muscovite-kaolinite».thèse de doctorat, université de limoge département matériaux céramiques et traitements de surface, (2007).
- [19] Rees,catherine Anne « mechanism and kinetics of gel formatio in geopolymers »thèsedoctorat, the university of Melbourne,2007.
- [20] A .Michot. « Caractéristiques thermo physiques de matériaux à base d'argile, évolution avec des traitements thermiques jusqu'à 1400C ». Thèse de doctorat. ENSCI limoges(2008)).
- [21] T. K. Hervé, « Elaboration et caractérisation de ciments géopolymères à base de scories volcaniques »Thèse de doctorat de l'université de yaoundeI , 08 /05/ 2013.
- [22] M.Pentrak , J. Madejova, P. Komadel «Acide and alkali treatment of kaolins». Clay Minerals, vol. 44,p.511-523, (2011).
- [23] Huynh Hieu Thao , IFSTTAR, Département Matériaux et Structures (MAST) / Laboratoire Formulation, Microstructure, Modélisation et Durabilité (FM2D) , 2ème Séminaire Français sur les Géopolymères , 21-22 nov 2013 .

Références bibliographique

- [24] ELODIE Prudhomme « Rôles du cation alcalin et des renforts minéraux et végétaux sur les mécanismes de formation de géopolymères poreux ou denses » thèse doctorat , Limoges , 20 septembre 2011).
- [25] CHARGUI FOUZIA, Synthèse et caractérisation d'un mellite à base de matières Locales pour substrats de Silicium photovoltaïque, thèse de Doctorat, UNIVERSITE FERHAT ABBAS-SETIF 1 UFAS1 (ALGERIE).
- [26] S.leila. «Caractérisation et valorisation des rejets issus du traitement du minerai Pb/Zn (mine d'Amizour)».mémoire de magister de l'université de béjaia (2011-2012).
- [27] A. FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A. PALOMO, I. SOBRADOS, J. SANZ, «The role played by the reactive alumina content in the alkaline activation of fly ashes». Micropor. Mesopor. Mater, 91 (1-3), p. 111-119, (2006).Malaysia, (2006).
- [28] E. HERMANN, C.KUNZE, R. GATZWEILER, KIEBIG G. AND J.DAVIDOVITS, «Solidification de différents résidus radioactifs avec le géopolymère pour une stabilité à long-terme». Géopolymère '99 Proceedings, p.1-15, (1999)
- [29] H.O. Chee, Master thesis, Faculty of Civil Engineering, University Teknologi,
- [30] NedjimaBouzidi, Influence des impuretés des kaolins sur les propriétés des produits de cuisson, Thèse de Doctorat Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne,(2012).
- [31] A .Allahverdi ,Kani N.E., Yazdanipour M., Effects of blast-furnace slag on natural pozzolan- based geopolymer cement. Ceramics – Silikáty: 55 (2011).
- [32] K. Tchakoute. H., Elimbi A., Mbey J.A., C.J. NgallySabouang., Njopwouod., The effect of adding alumina-oxide to metakaolin and volcanic ash on geopolymer products: A comparative study», Construction and Building Materials: 35 (2012) 960–969.
- [33] M.C. Stegmann , D. Vivien, C. Mazieres, SpectrochimicaActa, Vol. 29A, p. 1653-63 (1973).
- [34] J.D. Russel, V.C •. Farmer, D.G. Lewis, SpectrochimicaActa, Vol. 34A, p.1151-53 (1978).
- [35] KarimaBouguermouh, NedjimaBouzidi, LailaMahtout, Tilelli Hassam, SarraMouhoub,

Références bibliographique

- Luis Pérez-Villarejo; Stabilization of flotation wastes resulting from the treatment of Pb/Zn ore based on geopolymers, *Materials Letters* 227 (2018) 221–224.
- [36] T. Lionel « Géo polymères obtenus à partir d'une argile kaolinite » mémoire de master en chimie, Université de youndéI,(2011-2012.)
- [37] P.Steins, A. Poulesquen, F. Frizon, O. Diat, J. Jestin, J. Cause, D. Lambertin and S.Rossignol. «Effect of aging and alkali activator on the porous structure of a geopolymer». *J of Appl Cryst*, vol. 47. P. 316–324, (2014).
- [38] X.X Michaud, E.Joussein, S. Rossignol. Gao, P «Behavior of metakaolin-based potassium geopolymers in acidic solutions» *Journal of Non-Crystalline Solids* 380 (2013)95–102.).
- [39] T.Delineau, T.Alliard, J.P Muller, O. Barres, J.Yvon, J.M Cases, "FTIR Reflectance vs EPR Studis of structural iron in kaolinites". *Clays & clay mineral.* 42,pp308-320. (1994).
- [40] M. Zhang, T. El-Korchi, G. Zhang, J. Liang, M. Tao, «Synthesis factors affecting mechanical properties. Microstructure and chemical composition of red mud–fly ash based geopolymers» *Fuel.* Vol. 134, p. 315–325,(2014).
- [41] S.Srivastava, R. Chaudhary et D. Khale «Influence of pH, curing time and environmental stress on the immobilization of hazardous waste using activated fly ash» *Hazardous Materials*,2008, vol. 153, p. 1103-1109.
- [42] F. Gouny « Nouveau système constructif multi matériaux bois/liant géopolymères/brique de terre crue: formulation, caractérisation et transfert d'échelle ». Université de Limoges,2013.
- [43] A. Elimbi, HK. Tchakoute, D. Njopwouo « Effects of calcination temperature of kaolinite clays on the properties of geopolymer cements» *Constr Build Mater*, vol. 25, p. 2805–2812, 2011.
- [44] M. Criado, A. Fernández-Jiménez, A. Palomo « study of the effect of the SiO₂/Na₂O ratio on the alkali activation of fly ash» *CemConcr Res*, vol. 37, p. 671–9, 2007.

Références bibliographique

Remerciements

Dieu merci pour nous avoir donnée la santé, la volonté et le courage sans lesquels ce travail n'aurait pas été réalisé.

Le travail présenté dans ce mémoire a été effectué au Laboratoire de génie des procédés de l'Université A/Mira de Bejaia.

Au terme de ce travail nous tenons à remercier notre promotrice M^{me}Bouzidi Nedjima, pour l'intérêt qu'elle a porté à ce travail, pour ces conseils, pour la patience et son grande disponibilité.

Nous remercions notre Co-promotrice M^{me}Bouguermouh Karima, de nous avoir suivis le long de ce travail et tous les efforts qu'elle a fait pour son accomplissement.

Nous remercions profondément les membres du jury, l'examinatrice M^{me} Attile Souad et la présidente M^{me} Ait Braham Laila, qui nous ont fait l'honneur de juger ce travail.

Nous adressons également notre remerciement à tous les enseignants qui ont contribué à notre formation.

Nous remercions tous ceux qui nous ont aidés de près ou de loin afin de réaliser ce travail.

Résumé

Le but de ce travail est la valorisation des rejets du traitement des minéraux dans le domaine des géopolymères. Pour cela l'incorporation du rejet scorie d'Aluminium, plusieurs techniques ont été utilisées pour caractériser les matériaux géopolymères après consolidation comme la DRX, IR, SAA, MEB. Les résultats de l'IR sur les échantillons G0%, G5%, G10%, G15% présentent une large bosse entre $22-23^\circ 2\theta$, qui est le module typique de DRX pour un géopolymères amorphe. L'étude des propriétés mécaniques montre que la contrainte mécanique diminue avec l'augmentation du % d'incorporation des scories d'Aluminium.

Mot clés : Géopolymères, métakaolin, scories d'Aluminium, valorisation

Abstract

The purpose of this work is the valorization of the rejections of the mineral treatment in the field of geopolymers. For this the incorporation of aluminum slag rejection, several techniques have been used to characterize geopolymer materials after consolidation such as DRX, IR, SAA, MEB. The results of the IR on the samples G0%, G5%, G10%, G15% show a large bump between $22-23^\circ 2\theta$, which is the typical XRD module for an amorphous geopolymer. The study of the mechanical properties shows that the mechanical stress decreases with the increase of the% incorporation of the aluminum slag.

Keywords: Geopolymer, metakaolin, aluminum slag., valorization

Table des matières

REMERCIEMENT

Dédicaces

Liste des figures

Liste des tableaux

Chapitre I : Généralités sur les géopolymères	<u>1</u>
I.1. Définition	<u>1</u>
I.2. Historique de la technologie des géopolymères	<u>2</u>
I.3. Terminologie et structure chimique des géopolymères	<u>4</u>
I.4. Chimie des géopolymères	<u>6</u>
I.5. Mécanismes de formation d'un géopolymère	<u>7</u>
1.5.1. L'étape de dissolution/hydrolyse	<u>7</u>
1.5.2. L'étape de restructuration	<u>7</u>
1.5.3. L'étape de polycondensation	<u>7</u>
I.6. Propriétés des matériaux géopolymères	<u>8</u>
I.7. Facteurs affectant les propriétés des matériaux géopolymères	<u>8</u>
I.7.1 Température	<u>9</u>
I.7.2 Nature et concentration des solutions alcalines	<u>9</u>
I.7.3. Rapport molaire $\text{SiO}_2 / \text{Al}_2\text{O}_3$, $\text{Na}_2\text{O} / \text{SiO}_2$, $\text{H}_2\text{O} / \text{Na}_2\text{O}$, $\text{Na}_2\text{O} / \text{Al}_2\text{O}_3$	<u>9</u>
I.7.4. Rapport massique solide/ liquide	<u>10</u>
I.8. Adjuvants dans les géopolymères	<u>10</u>
Chapitre II : Matériels et méthodes	<u>17</u>
II.1. Matériels utilisés	<u>17</u>
II.2. Réactifs utilisés	<u>17</u>
II.3. Matières premières	<u>17</u>
II.5. Elaboration des géopolymères	<u>19</u>
II.6. Nomenclature	<u>20</u>
II.7. Tests et analyses effectués sur les Géopolymères	<u>20</u>
II.7.1. Test TCLP	<u>20</u>
Chapitre III : Résultats et discussions	<u>25</u>
III.1. Caractérisations physico-chimiques des matières premières	<u>25</u>
III.1.1. Caractérisation physico-chimique	<u>25</u>

III.1.1.1.Composition chimique du kaolin.....	<u>25</u>
III.1.1.2.Analyses minéralogiques du kaolin par DRX	<u>26</u>
III.1.1.3.Analyse par spectroscopie infrarouge.....	<u>27</u>
III.1.2. Caractérisations des scories d'aluminium	<u>27</u>
III.1.2.1. Analyse chimique	<u>27</u>
III.1.2.2. Caractérisation minéralogique de la scorie d'Aluminium	<u>28</u>
III.1.2.3. Analyse par spectroscopie infrarouge.....	<u>28</u>
III.2. Lixiviation des géopolymères.....	<u>29</u>
III.2.1. Mode opératoire d'analyse chimique de lixiviat par SAA	<u>29</u>
III.2.1.1. Courbe d'étalonnage du Nickel	<u>29</u>
III.2.1.2. Courbe d'étalonnage du Fer	<u>30</u>
III.2.2.Détermination du taux de lixiviation de fer et nickel par SAA	<u>31</u>
III.3.Analyse par Infrarouge des géopolymères	<u>34</u>
III.4. Observations au microscope électronique à balayage(MEB).....	<u>35</u>
III.5.Analyse par Diffraction à Rayon X des matériaux.....	<u>36</u>
III.6.Résistance à la compression	<u>37</u>
CONCLUSION.....	<u>38</u>