

Valorisation des Ressources Naturelles Locales à Madagascar Tels que la Balle de Riz et le Kaolin pour la Fabrication des Matériaux Géopolymères qui Résistent à des Températures Élevées

Hery Mikaela Ratsimbazafy ^{1,2}, Guy Joel Robsonarison ¹, Harimbinintsoa Ravaomialitiana ¹,
Herimamy Naharitra Rabemanantsoa ¹, Zolimboahangy Rakotomalala ², Rija Lalaina
Rakotosaona ² Velomanantsoa Gabriely Ranaivoniarivo ²

¹Centre National de Recherches Industrielle et Technologique, Département Matériaux et Génie Civil BP
2694 Antananarivo 101 Madagascar

²Université d'Antananarivo, Ecole Supérieure Polytechnique d'Antananarivo, Mention Science et
Ingénierie des Matériaux, BP 1500 Antananarivo, 101 Madagascar



Résumé – Actuellement dans les pays en voie de développement et en particuliers à Madagascar, on parle souvent de développement rapide et durable qui est basé sur la promotion de l'industrie local, en valorisant les matières premières disponibles, tout en respectant l'environnement. Aujourd'hui à Madagascar les entreprises qui utilisent des matériaux qui résistent aux températures élevées rencontrent des graves problèmes, car les besoins locaux sont énormes, or ces produits sont très chers, et en général ils sont importés. L'utilisation de la technique de géopolymérisation est une opportunité à saisir pour résoudre ses problèmes. Les matériaux géopolymères possèdent des nombreux avantages : techniques (inflammabilité, résistance aux agents corrosifs, qualité confort, prise rapide, résistance structurelle élevée, faible retrait, réactifs à température ambiante), économiques (disponibilité des matières premières, forte valeur ajoutée, possibilité de fabriquer à partir des technologies appropriées établies dans les conditions locales même avec les outils de production traditionnels, contribution au recyclage de déchets encombrants (balle de riz), matière première très bon marché (baisse du coût de revient), peu consommateur d'énergie), environnemental (diminution des émissions de CO₂ liées à la production du clinker du ciment ordinaire). L'objectif de cette étude est de montrer expérimentalement que nos matériaux géopolymères à base de cendre de balle de riz et du métakaolin résistent très bien à des températures élevées. Nous avons déterminés des propriétés physiques et mécaniques des éprouvettes géopolymères qui ont subi un traitement thermique de l'ordre de 1000°C : porosité, perte massique, retrait dimensionnel, densité apparente et résistance à la compression simple. Sous l'effet de la cuisson nos éprouvettes géopolymères conservent leur forme initiale, et sa couleur devient blanchâtre. Les résultats obtenus nous montrent que les produits finis présentent : une résistance à la compression de l'ordre de 12,44 MPa, une perte massique environ de 1,21%, un faible retrait volumique égal à 1,51%, une densité apparente de 1,21, et une porosité de l'ordre 42,39 %. Les résultats expérimentaux nous confirment que pendant l'étude de la formulation, une teneur élevée en métakaolin influe directement sur les performances de nos matériaux géopolymères anti-feu.

Mots Clés – Cendre De Balle De Riz, Métakaolin, Géopolymère, Anti-Feu, Silicate De Soude

Abstract – Currently in developing countries and in particular in Madagascar, we often talk about rapid and sustainable development which is based on the promotion of local industry, by making the most of available raw materials, while respecting the environment. Today in Madagascar companies that use materials that resist high temperatures face serious problems, because local needs are enormous, yet these products are very expensive, and in general they are imported. The use of the geopolymerization technique is an opportunity to seize to solve its problems. Geopolymer materials have many advantages: technical (non-flammability, resistance to corrosive agents, comfort quality, rapid setting, high structural resistance, low shrinkage, reagents at room temperature), economic (availability of raw materials, high added value, possibility of manufacturing from appropriate technologies established in local conditions even with

traditional production tools, contribution to the recycling of bulky waste (rice husks), very cheap raw material (lower cost price), low energy consumption), environmental (reduction in CO₂ emissions linked to the production of ordinary cement clinker). The objective of this study is to show experimentally that our geopolymer materials based on rice hull ash and metakaolin resist very well to high temperatures. We determined the physical and mechanical properties of geopolymer specimens which underwent a heat treatment of around 1000 °C: porosity, mass loss, dimensional shrinkage, bulk density and simple compressive strength. Under the effect of firing, our geopolymer test specimens retain their initial shape, and its color becomes whitish. The results obtained show us that the finished products exhibit: a compressive strength of the order of 12.44 MPa, a mass loss of approximately 1.21%, a low volume shrinkage equal to 1.51%, an apparent density of 1.21, and a porosity of the order of 42.39%. The experimental results confirm to us that during the study of the formulation, a high content of metakaolin directly influences the performance of our fire-resistant geopolymer materials.

Keywords – Rice Husk Ash, Metakaolin, Geopolymer, Fire Retardant, Sodium Silicate

I. INTRODUCTION

De nos jours l'industrie cimentière productrice du ciment standard constitue une vraie menace pour notre environnement, parce qu'elle contribue énormément au réchauffement planétaire actuel. Dans l'optique de la réduction des émissions de gaz carbonique liées à la production de ciment, il est possible de produire du ciment sans utiliser de clinker. A ce titre, il faut le remplacer par des matériaux n'induisant pas ou peu d'émissions de gaz carbonique mais permettant de fabriquer des liants structurels solide : à titre d'exemple les ciments géopolymériques.

La science des géopolymères est très récente et les ciments géopolymériques résultent d'une réaction de polycondensation minérale dite géosynthèse, qui est l'art de fabriquer à une température inférieure à 100°C de la matière minérale, de manière artificielle pour en obtenir toutes les qualités (inflammabilité, dureté, longévité, stabilité, etc.). Il s'agit de synthétiser par la géochimie, un analogue géologique, c'est-à-dire un matériau ressemblant à une roche naturelle. A cet effet une des performances des matériaux géopolymères est ses capacités qui résistent à une température élevée.

A Madagascar les industries qui ont besoin de ces matériaux anti-feu sont : les sucreries comme SIRAMA et SIRANALA, les brasseries STAR et SKOL, la papeterie PAPMAD, les biscuiteries tels que l'entreprise JB, les chocolateries ROBERT, les entreprises minières comme DYNATEC d'AMBATOVY, les zones franches, les fabricants d'huiles essentielles, etc... A défaut de producteurs locaux, la majeure partie de l'offre de ces matériaux se fait par le biais de l'importation.

Actuellement des Chercheurs-Enseignant du CNRIT et des Enseignant-Chercheurs de l'ESPA (mention Science et Ingénierie des Matériaux) collaborent pour effectuer des essais expérimentaux et étudier le comportement des matériaux géopolymères qui subissent des traitements thermiques à des températures élevées, en utilisant les

ressources minérales locales en grandes quantités tels que la balle de riz qui est un déchet agricole, et le kaolin, d'où le thème de notre article qui s'intitule « Valorisation des ressources minérales locales à Madagascar tels que la balle de riz et le kaolin pour la fabrication des matériaux géopolymères qui résistent à des températures élevées ».

II. MATERIELS ET METHODES

Dans cette partie nous montrons comment élaborer notre matériau géopolymère qui résiste à haute température en présentant les matières premières utilisées, les matériels d'expérimentation ainsi que les matériels d'essais de caractérisations des éprouvettes, et enfin nous présentons le processus de fabrication des éprouvettes géopolymères anti-feu.

2.1) Les matières premières

Les matières premières que nous avons utilisées pendant l'élaboration des matériaux géopolymères anti-feu sont :

- L'alumino-silicate composé de Cendre de Balle de Riz (CBR) et du métakaolin (MK)
- Sable
- eau
- Silicate de soude

2.2) Les matériels utilisés

2.2.1) Les matériels d'expérimentation

Lors des essais expérimentaux, les matériels que nous avons utilisés sont :

- Balance de précision
- Moules cylindriques d'élancement 2 (d = 5cm et h = 10 cm)
- Moule cubique de dimensions 6cm x 6 cm x 6cm
- Machine de compression TESTWELL du bloc technique d'Ankatso
- Four électrique de l'OMNIS

2.2.2) Les matériels d'essais de caractérisation des éprouvettes

2.2.2.1) Pied à coulisse



Photo 1 : Mesure des dimensions à l'aide d'un pied à coulisse

2.2.2.2) Presse universelle pour les essais mécanique



Photo2 : Presse universelle TESTWELL

2.3) Le processus de fabrication des matériaux géopolymères anti-feu

La figure 1 nous montre le processus de fabrication des matériaux géopolymères anti-feu.

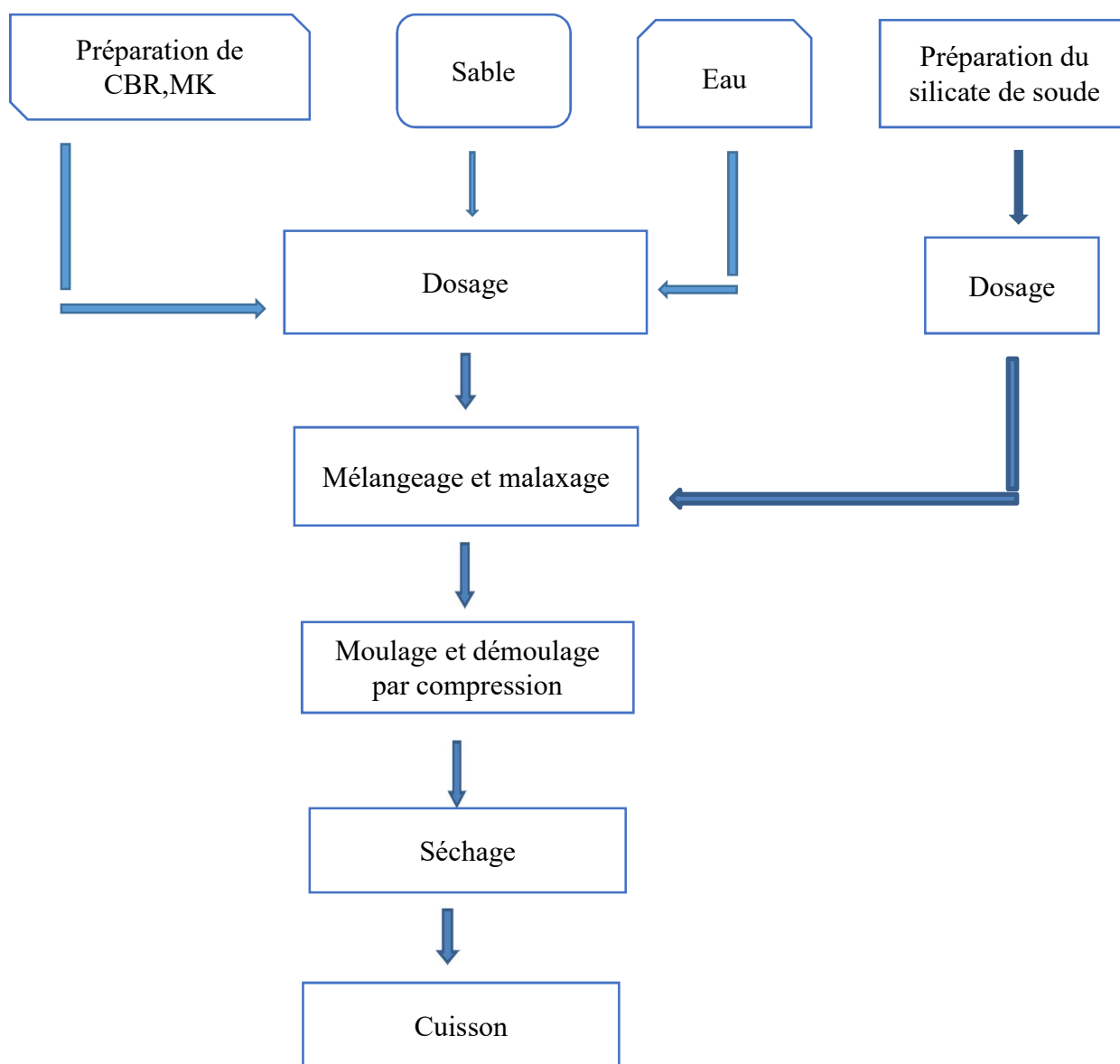


Figure 1: Processus de production des matériaux géopolymères anti-feu

2.3.1) Préparation des matières premières

2.3.1.1) Préparation du métakaolin (MK)

- Calcination du kaolin

Pour avoir le métakaolin, il est nécessaire de transformer le kaolin en métakaolin par calcination dans un four à 750°C pendant 2h puis on le laisse refroidir. Le but de cette calcination est d'avoir le métakaolin dont la silice et l'alumine deviennent particulièrement réactives.



Photo 1: Calcination du Kaolin à 750°C

2.3.1.2) Préparation des cendres de balle de riz (CBR)

- Conception de l'incinérateur de balle de riz

La cuisson se fait dans un incinérateur construit en briques d'un mètre de côté et d'une hauteur de 1m et dont la

partie supérieure est fermée par un couvercle en tôle avec une cheminée. On a créé des systèmes d'aérations au bas du four, pour pouvoir contrôler la température et l'action du vent atmosphérique

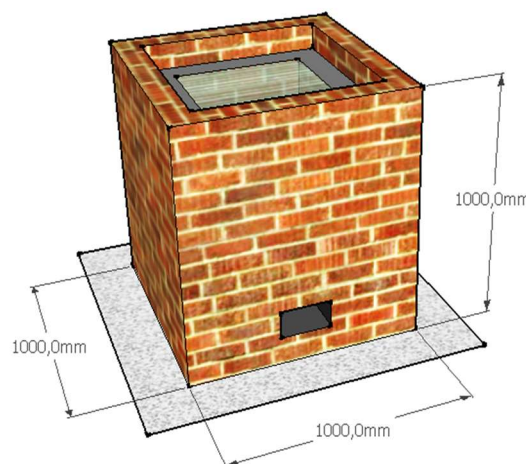


Figure 2 : Incinérateur à balle de riz

- Incinération des balles de riz

Les photos suivantes illustrent l'incinération des balles de riz



Photo 4 : Incinérateur des balles de riz



Photo 5 : Cendres de Balle Riz riche en silice active

- Broyage du cendre de balle de riz

La cendre de balle de riz est broyée pour le rendre fine et active. Nous avons utilisés le broyeur à boulet du CNRIT.



Photo 6 : Broyeur à boulet du CNRIT

2.3.1.3) Préparation du silicate de soude

Lorsque la soude est soluble dans l'eau, on ajoute de la cendre de balle de riz dans la solution et on fait malaxer pendant 5min environ et cette réaction est exothermique et l'opération se fait à la température ambiante.

2.3.2) Dosage

Cette opération consiste à peser les matières premières utilisées.

2.3.3) Mélangeage et malaxage

Une fois les quantités nécessaires de CBR, MK, sable sont prêtes, on fait le mélangeage jusqu'à l'obtention de mélange homogène.



Photo 7 : Mélangeage des matières premières



Photo 8 : Homogénéisation des matières premières

Puis on ajout de l'eau et du silicate de soude dans le mélange et on fait malaxer manuellement



Photo 9 : Gâchage



Photo 10 : malaxage

2.3.4) Moulage et démoulage

Cette opération vise à façonner la pâte homogène et bien malaxée à l'aide d'un moule pour obtenir des briquettes de forme géométrique bien définie : en générale parallélépipédique. Les dimensions internes du moule sont généralement standardisées. Mais pour les essais de fabrication, on peut les choisir en fonction du besoin.

Les matériaux anti-feu doivent avoir une bonne tenue mécanique aux hautes températures. Par conséquent ils doivent être denses et compacts, non poreux pour limiter l'apparition de fissures. Ces paramètres nous amènent à choisir l'utilisation du moulage par compression en utilisant la machine WOLPERT TESTWELL au bloc technique

Ankatso. Il faut souligner que la teneur en eau joue un grand rôle pour le moulage ainsi que pour le démoulage.

Les étapes de moulage et de démoulage des éprouvettes sont montrées par les photos suivantes.

2.3.4.1) Remplissage du moule



Photo 11 : Remplissage du moule

2.3.4.2) Pressage avec une charge de 3 000 daN



Photo 12 : Pressage de l'éprouvette

2.3.4.3) Démoulage



Photo 13 : Démoulage de l'éprouvette

2.3.4.4) Séchage

L'opération de séchage vise à évaporer lentement l'eau de gâchage, avec la façon la plus naturelle possible. Une évaporation brutale provoque presque toujours une déformation et une fissuration des briques. Nous avons séché les échantillons à l'air libre à l'abri du soleil et chaque jour on prélève la masse des échantillons, et nous avons conclu par expérience que le temps de séchage est environ 14 jours.



Photo 14 : Séchage des éprouvettes cylindriques d'élancement 2



Photo 14 : Séchage des éprouvettes cubiques 6x6x6cm

2.3.4.5) Cuisson

C'est la dernière mais la plus importante des opérations pour la fabrication des matériaux géopolymères anti-feu. La cuisson doit être bien étudiée pour avoir une qualité excellente du produit fini. Les matériaux anti-feu destinés à des utilisations à haute température doivent nécessairement subir une cuisson. Les paramètres importants d'une cuisson sont les températures de paliers, les temps des paliers. Les températures de cuisson correspondent en général aux températures d'utilisation.

Cette opération consiste à soumettre les éprouvettes à des variations de températures. En effet, le comportement du produit après la cuisson nous permet de dire s'il résiste ou non à une température bien déterminée. Pendant les essais nos températures de cuisson pour notre expérimentation sont : 800°C, 900°C et 1000°C. Par faute d'appareillage, on n'a pas pu faire au-delà de 1000°C.

Le tableau suivant montre la conduite de cuisson des échantillons de notre matériau géopolymère anti-feu.

Tableau 1 : Conduite de cuisson des échantillons

TEMPERATURE [°C]		DUREE [H : mn]		
Initiale	Finale	Remontée	Maintien	Refroidissement
25	800	1 : 30	3 : 00	6 : 44
25	900	2 : 30	3 : 00	8 : 00

25	1000	4 : 00	3 : 00	10 : 00
----	------	--------	--------	---------

Les photos suivantes nous montrent les échantillons avant et après cuisson



Photo 15 : Eprouvettes avant cuisson



Photo 16 : Eprouvettes après cuisson

D'une manière générale, la couleur des éprouvettes avant la cuisson est grise. Par contre après cuisson la tendance de la couleur des échantillons est blanche.

III. RESULTATS ET INTERPRETATIONS

Avant les essais de formulations, les essais préliminaires s'avèrent primordiales pour identifier et varier les paramètres qui déterminent la qualité de nos éprouvettes.

Les essais préliminaires nous montrent que pour $R_m = \frac{nSiO_2}{nNa_2O} \leq 2$, la majorité des éprouvettes après avoir subi une cuisson de 800°C sont tous déformées et ramollies, car les silicates de sodas utilisées sont en module basiques, et l'excès de soude à cette température sont en fusion, et qui abime la paroi intérieure du four.

Les paramètres à étudier sont classés en deux catégories :

- **Les paramètres variables :**
 - rapport molaire $R_m = \frac{nSiO_2}{nNa_2O}$
 - quantité du métakaolin
- **Les paramètres fixes :**

Métakaolin = 75g

Cendre de balle de riz = 75g

Masse du liant = 90 g

Sable = 50g

Eau de gâchage = 70g

Temps de séchage : 14 jours

3.1) Influence du rapport molaire $R_m = \frac{nSiO_2}{nNa_2O}$

Nous avons effectués cinq formulations $R_m = \frac{nSiO_2}{nNa_2O}$: 2,5 ; 3 ; 3,5 ; 4 et 4,5

Dans cette partie les résultats que nous présentons sont les résultats des essais physiques (retrait dimensionnel et massique, densité apparente) après séchage et après traitement thermique des éprouvettes cylindriques d'éclatement 2 (d = 5cm et h = 10 cm) pour les températures de cuisson : 800°C, 900°C et 1000°C et de l'essai mécanique (résistance à la compression simple) pour les éprouvettes après cuisson à 1000°C et après séchage.

3.1.1) Les résultats des essais physiques

3.1.1.1) Après séchage de 14 jours

- Retrait dimensionnel

Le tableau 2 nous montre les résultats des mesures de dimensions des éprouvettes avant et après séchage, ainsi que les pourcentages des retraits volumiques après séchage

Tableau2 : Résultats sur les pourcentages des retraits volumiques en fonction du rapport molaire

$R_m = \frac{nSiO_2}{nNa_2O}$ après

séchage des éprouvettes pendant 14 jours

	R_m	2,5	3	3,5	4	4,5
AVS	h[cm]	5,2	4,1	4,4	4,7	4,6
	d[cm]	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0
	V[cm ³]	102,05	80,46	86,35	92,24	90,28
APS	h[cm]	5,2	4,1	4,4	4,7	5,0
	d[cm]	4,97	4,97	5,0	5,0	5,0
	V[cm ³]	100,83	79,50	86,35	92,24	90,28
RVS[cm ³]		1,22	0,96	0	0	0

Pourcentage du retrait volumique RVS[%]	1,20	1,20	0	0	0
---	------	------	---	---	---

Pour les notations/ AVS : Dimension Avant séchage APS : Dimension Après séchage RVS : Retrait volumique après séchage

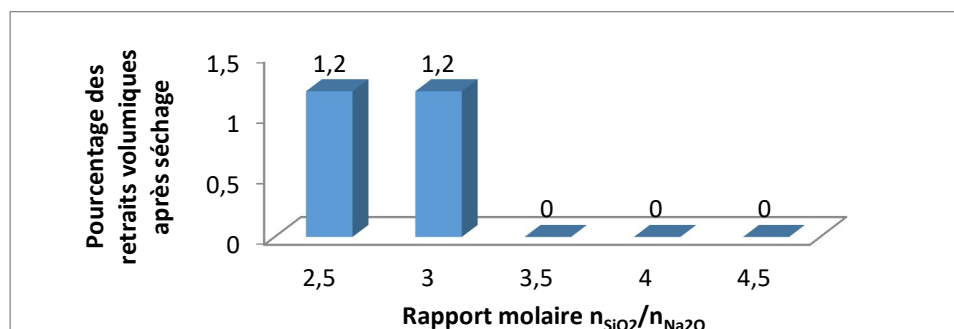


Figure 3 : Evolution des pourcentages des retraits volumiques en fonction du rapport molaire $Rm = n_{SiO_2}/n_{Na_2O}$ des éprouvettes après séchage de 14 jours

La figure 3 nous informe qu'après séchage :

- Pour $Rm \leq 3$, les éprouvettes ont un faible pourcentage de retrait volumique de l'ordre de 1,2% ;
- Pour $Rm > 3$ les retraits volumiques des éprouvettes sont nuls, cela veut dire que si le module du silicate

de soude devient de plus en plus acide (forte teneur en silice pour le silicate de soude), les éprouvettes n'ont pas de retrait dimensionnel après séchage à l'air libre.

- Perte massique et densité apparente

Tableau 3 : Masse avant et après séchage, pourcentage massique et densité apparente

Echantillons	1	2	3	4	5
Rm	2,5	3	3,5	4	4,5
Masse avant séchage[g]	176	140	142	154	140
Masse après séchage[g]	145	114	110	120	106
Retrait massique[g]	31	26	32	34	34
Pourcentage de retrait massique en %	17,61	18,57	22,53	22,08	24,28
Densité apparente après séchage	1,44	1,43	1,27	1,30	1,17

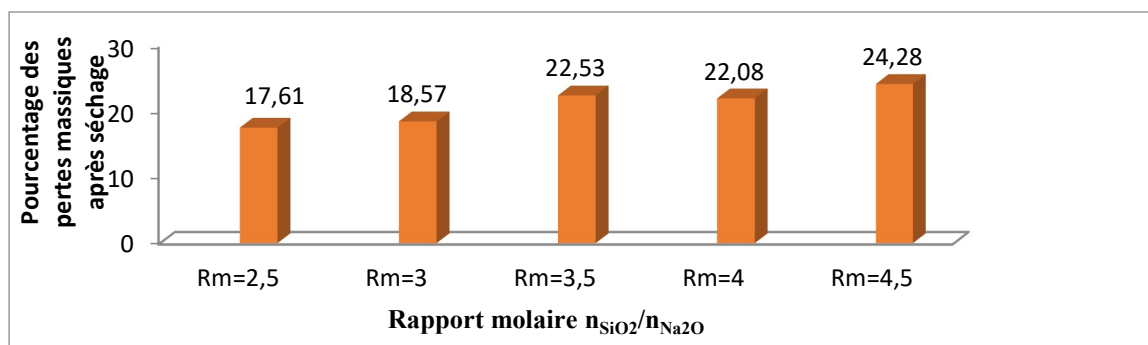


Figure 4 : Evolution des pourcentages des pertes massiques en fonction du rapport molaire des éprouvettes après séchage de 14 jours

$Rm = n_{SiO_2} / n_{Na_2O}$

Cette figure nous montre que plus le rapport molaire Rm augmente, plus les pourcentages des retraits massiques des éprouvettes après séchage augmentent également

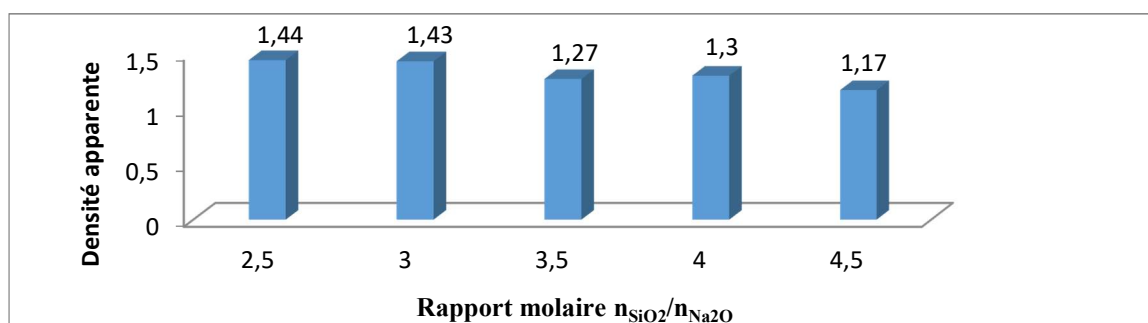


Figure 5 : Evolution des densités apparentes en fonction du rapport molaire $Rm = n_{SiO_2}/n_{Na_2O}$ des éprouvettes après séchage de 14 jours

Contrairement à la figure précédente, si on accroît le rapport molaire $Rm = n_{SiO_2}/n_{Na_2O}$, la densité apparente des éprouvettes après séchage diminue mais faiblement, ceci est dû à la légèreté de la CBR.

3.1.1.2) Après cuisson à 800°C

- Retrait dimensionnel

Tableau 4 : Résultats sur les retraits volumiques des éprouvettes après cuisson à 800°C en fonction du rapport molaire $Rm = n_{SiO_2}/n_{Na_2O}$

Echantillons	N°	6	7	8	9	10
Rm		2,5	3	3,5	4	4,5
Avant cuisson	h[cm]	5,2	4,1	4,4	4,7	4,6
	d[cm]	4,97	4,97	5,0	5,0	5,0
	V[cm³]	100,83	79,50	86,35	92,24	90,28
Après cuisson 800°C	h[cm]	5,11	4,1	4,4	4,7	4,6
	d[mm]	4,87	4,91	5,0	5,0	5,0
	V[cm³]	95,14	77,59	86,35	92,24	90,28
RV ₈₀₀ [cm³]		5,69	1,91	0	0	0
Pourcentage de retrait RV ₈₀₀ [%]		5,64	2,40	0	0	0

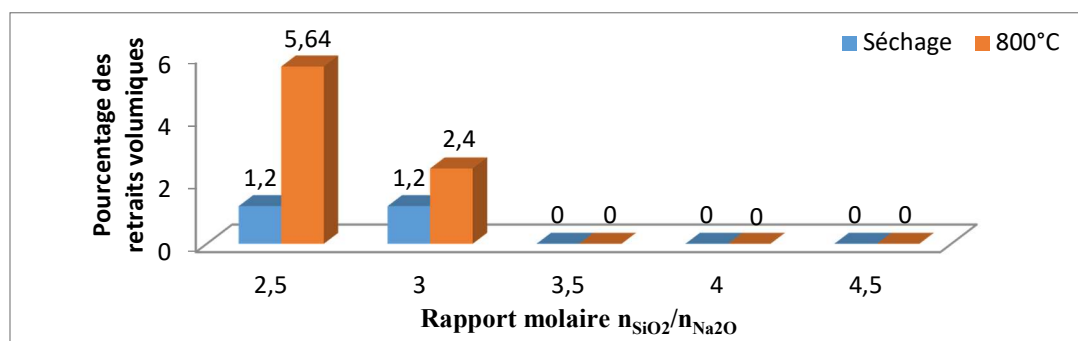


Figure 6 : Evolution des pourcentages des retraits volumiques en fonction du rapport molaire $Rm = n_{SiO_2}/n_{Na_2O}$ des éprouvettes après séchage (14 jours) et après cuisson à 800°C

Cette figure 6 nous informe que :

- Pour $Rm \geq 3,5$ Les retraits volumiques sont nuls pour toutes les éprouvettes que ce soient séchées à l'air libre ou après cuisson à 800°C ;
- Pour $2,5 \leq Rm \leq 3$, à 800°C le retrait volumique décroît si on augmente le rapport molaire. Cette diminution est de l'ordre de 43%. Mais par rapport aux éprouvettes séchées à l'air libre, les retraits volumiques des éprouvettes après cuisson à 800°C sont énormes, elle passe de 1,2% (l'air libre) à

5,6% (800°C) pour Rm=2,5 et 1,2% (l'air libre) et 2,4% (800°C) pour Rm= 3.

■ Pourcentage massique et densité apparente

Tableau 5 : Résultats sur les retraits massiques après cuisson à 800°C et densités apparentes

Echantillons	6	7	8	9	10
Rm	2,5	3	3,5	4	4,5
MAVC[g] (Masse avant cuisson)	145	114	110	120	106
MAPC ₈₀₀ [g] (Masse après cuisson 800°C)	119.93	96.21	95.75	103.40	94.45
RM ₈₀₀ [g](retrait massique à 800°C)	25,07	17,79	14,25	16,60	11,55
Pourcentage de RM ₈₀₀	17,28	15,60	12,95	13,83	10,90
Densité apparente après cuisson 800°C	1,26	1,24	1,11	1,12	1,05

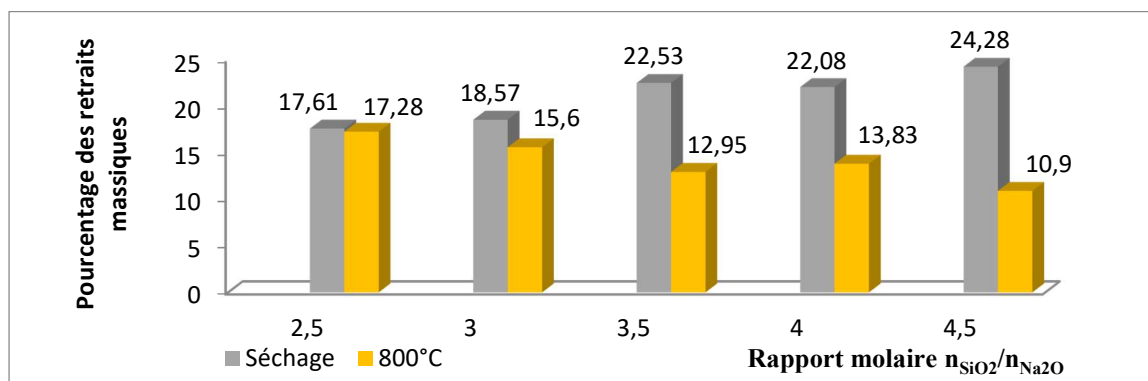


Figure 7 : Evolution des pourcentages des pertes massiques en fonction du rapport molaire n_{SiO_2}/n_{Na_2O} des éprouvettes après séchage de 14 jours et après cuisson à 800°C

Rm =

Cette figure7 nous met en exergue que :

- Les allures de ces deux diagrammes sont en contradictoires si on augmente le rapport molaire, l'un est croissant (séchage pendant 14 jours) et l'autre décroissant (à 800°C);
- A 800°C pour Rm=2,5 et Rm=3, les pertes massiques sont grandes de l'ordre de 17,28%

(Rm=2,5) et 15,6% (Rm=3). Par contre, elles sont un peu plus bas au environ 10,9% (pour Rm=4,5), cela veut dire que plus le module du silicate de soude est plutôt acide (forte teneur de silice dans le silicate de soude), plus les retraits massiques sont de plus en plus faibles.

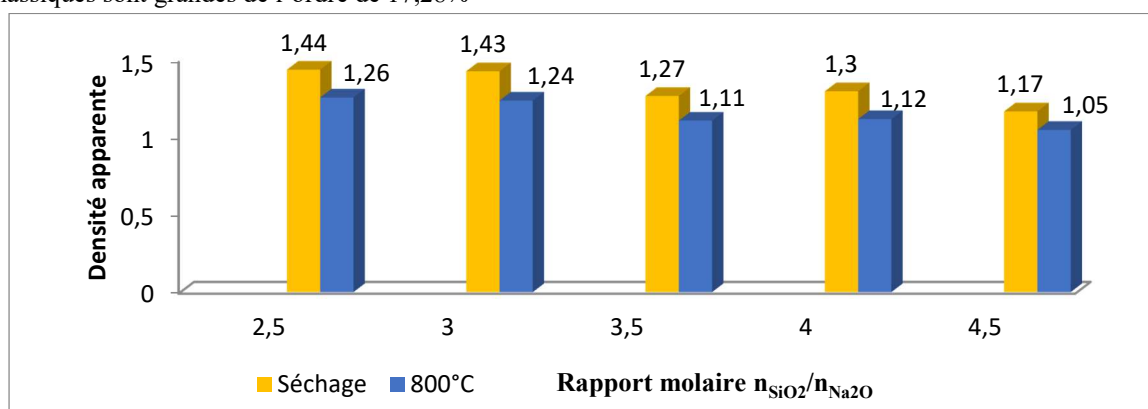


Figure 8 : Evolution des densités apparentes en fonction du rapport molaire $Rm = n_{SiO_2}/n_{Na_2O}$ des éprouvettes après séchage (14 jours) et après cuisson à 800°C

La figure nous montre que les deux histogrammes ont les mêmes allures, elles sont décroissantes, c'est-à-dire les densités apparentes des éprouvettes séchées à l'air libre et les éprouvettes sous l'effet de la cuisson à 800°C diminuent mais faiblement, si on augmente le rapport molaire

3.1.1.3) Après cuisson à 900°C

■ Retrait volumique

Le tableau 6 nous montre les résultats obtenus pendant l'essai de cuisson à 900°C

Tableau 6 : Résultats sur les retraits volumiques après cuisson à 900°C

Echantillons		11	12	13	14	15
Rm		2,5	3	3,5	4	4,5
Avant cuisson	h[cm]	5,2	4,1	4,4	4,7	4,6
	d[cm]	4,97	4,97	5,0	5,0	5,0
	V[cm ³]	100,83	79,50	86,35	92,24	90,28
Après cuisson 900°C	h[cm]	5,11	4,1	4,4	4,7	4,6
	d[cm]	4,87	4,9	5,0	5,0	5,0
	V[cm ³]	95,14	77,27	86,35	92,24	90,28
	RV ₉₀₀ [cm ³]	5,69	2,23	0	0	0
Pourcentage de retrait RV ₉₀₀		5,64	2,8	0	0	0

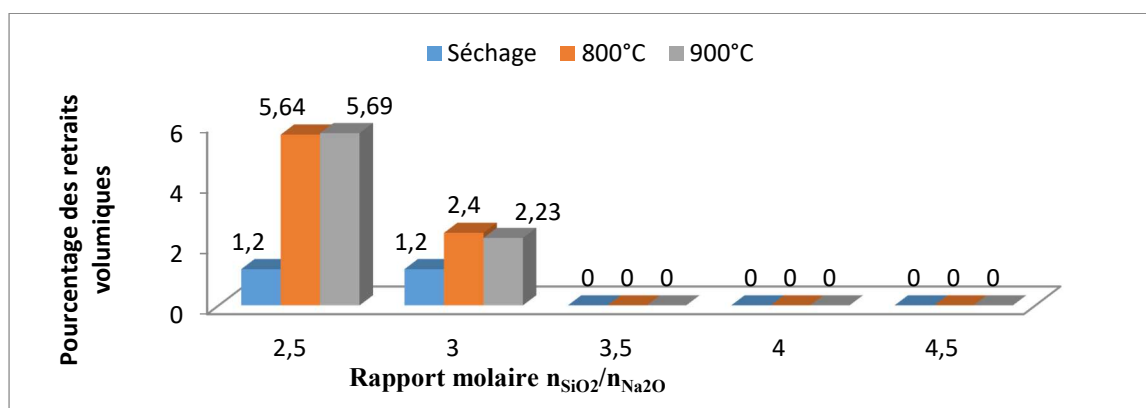


Figure 9 : Evolution des pourcentages des retraits volumiques en fonction du rapport molaire $Rm = n_{SiO_2}/n_{Na_2O}$ des éprouvettes après séchage (14 jours) et après cuisson à 800°C et à 900°C

En générale même remarque que pour la figure X, mais cette figure nous informe que l'augmentation de la température de cuisson entre 800°C à 900°C n'influe pas énormément sur les retraits volumiques, pour $Rm=2,5$; 5,64% (à 800°C) et 5,69% (à 900°C) et pour $Rm=3$; 2,4% (à 800°C) et 2,23% (à 900°C).

■ Retrait massique et densité apparente

Les résultats obtenus pendant l'essai sont regroupés dans le tableau suivant

Tableau 7: Résultats sur les retraits massiques et densités apparentes après cuisson à 900°C

Echantillons	11	12	13	14	15
Rm	2,5	3	3,5	4	4,5
MAVC[g]	145	114	110	120	106
MAPC ₉₀₀ [g]	119,86	96,14	95,66	103,32	94,35
Retrait Massique à 900°C RM ₉₀₀ [g]	25,14	17,86	14,34	16,38	11,65
Pourcentage de RM ₉₀₀	17,34	15,67	13,04	13,65	10,99
Densité apparente à 900°C	1,26	1,24	1,11	1,12	1,04

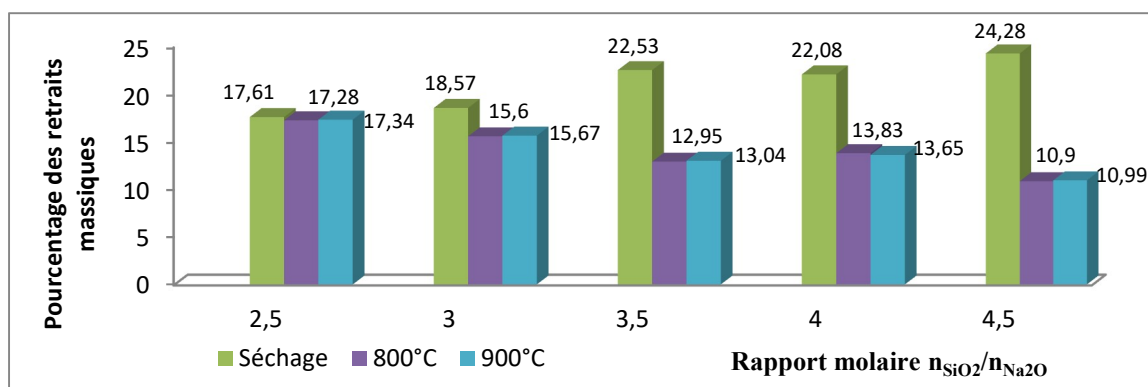


Figure 1 : Evolution des pourcentages des pertes massiques en fonction du rapport molaire $Rm = n_{SiO_2}/n_{Na_2O}$ des éprouvettes après séchage de 14 jours et après cuisson à 800°C et à 900°C

Cette figure 10 nous montre aussi que l'augmentation de température entre 800°C et 900°C n'a pas beaucoup d'impact sur les retraits massiques des éprouvettes confectionnées avec $Rm=2,5$ (17,34%) et $Rm= 3$ (15,67%), mais par contre pour $Rm= 4,5$ elle diminue brusquement jusqu'à 10,99%.

Nous avons regroupés les résultats obtenus dans le tableau suivant

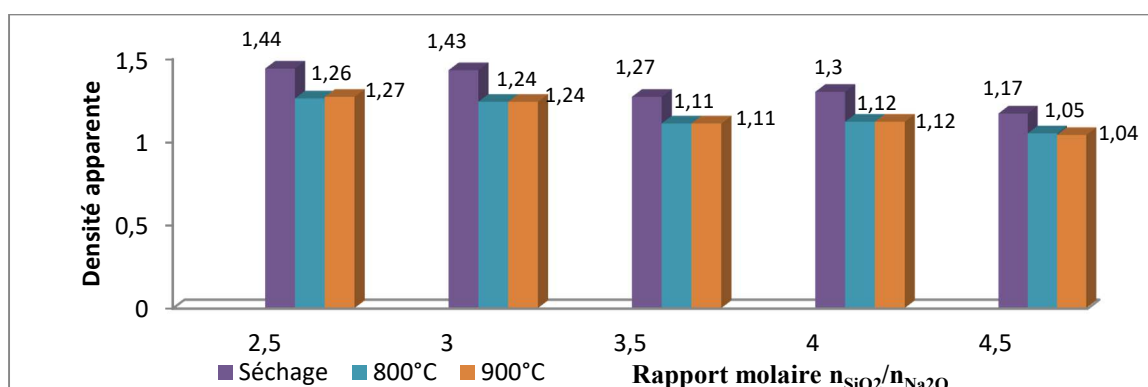


Figure 11 : Evolution des densités apparentes en fonction du rapport molaire $Rm = n_{SiO_2}/n_{Na_2O}$ des éprouvettes après séchage (14 jours) et après cuisson à 800°C et à 900°C

Cette figure 11 nous met en exergue que l'augmentation de la température de 800°C à 900°C n'a pas d'influence sur les densités apparentes des éprouvettes par exemple pour $Rm=2,5$ on a 1,26 (à 800°C) et 1,27 (à 900°C) et pour $Rm=4,5$ on a 1,05 (à 800°C) et 1,04 (à 900°C).

3.1.1.4) après cuisson à 1000°C

■ Retrait volumique

Le tableau suivant nous donne les résultats obtenus pendant l'essai

Tableau 8 : Résultats sur les retraits volumiques après cuisson à 1000°C

Echantillons		16	17	18	19	20
Rm		2,5	3	3,5	4	4,5
Avant cuisson	h[cm]	5,2	4,1	4,4	4,7	4,7
	d[cm]	4,97	4,97	5,0	5,0	5,0
	V[cm ³]	100,83	79,50	90,28	86,35	92,24
	h[cm]	5,03	4,1	4,54	4,4	4,68

Après cuisson 1000°C	d[cm]	4,82	4,9	5	4,98	5,0
	V[cm ³]	91,73	77,28	89,09	85,66	91,84
	RV ₁₀₀₀ [cm ³]	9,09	2,22	1,18	0,69	0,39
Pourcentage de retrait RV ₁₀₀₀		9,01	2,79	1,30	0,80	0,42

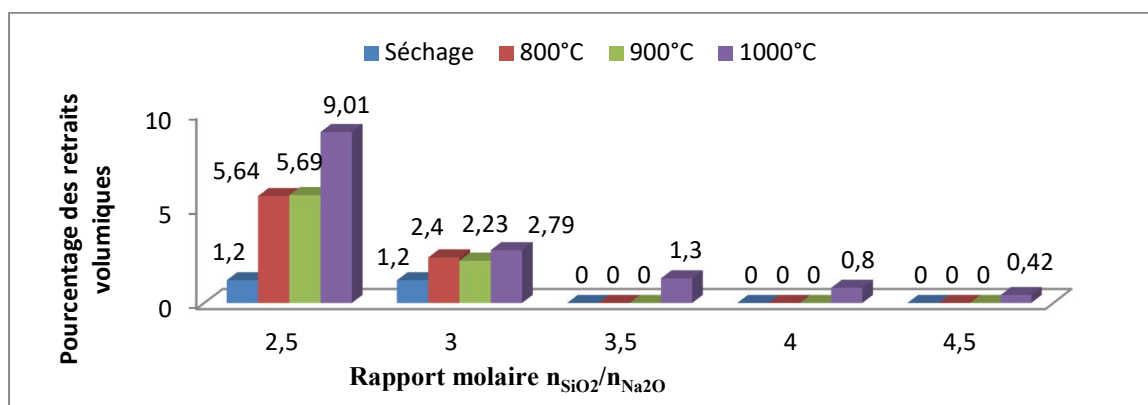


Figure 12 : Evolution des pourcentages des retraits volumiques en fonction du rapport molaire $Rm = n_{SiO_2}/n_{Na_2O}$ des éprouvettes après séchage (14 jours) et après cuisson à 800°C, à 900°C et à 1000°C

La figure 12 nous montre que :

- Le pourcentage des retraits volumiques évolue énormément si on augmente la température de 900°C à 1000°C, par exemple pour $Rm = 2,5$ elle passe de 5,69% (à 900°C) à 9,01% (à 1000°C), cette évolution est de l'ordre de 58,4% ;
- pour $Rm \geq 3,5$ nous constatons aussi qu'à partir 1000°C, les éprouvettes ont des faibles retraits volumiques de l'ordre de 1,3% ($Rm = 3,5$) et environ 0,42% ($Rm = 4,5$).
- Retrait massique et densité apparente

Tableau 9 : résultats sur les retraits massiques et densités apparents après cuisson à 1000°C

Echantillons	16	17	18	19	20
Rm	2,5	3	3,5	4	4,5
MAVC[g]	145	114	110	120	106
MAPC ₁₀₀₀ [g]	119,73	96	95,52	103,18	94,18
RM ₁₀₀₀ [g]	25,27	18	14,48	16,82	11,82
Pourcentage de RM ₁₀₀₀	17,43	15,79	13,16	14,02	11,15
Densité apparente après cuisson 1000°C	1,3	1,24	1,11	1,12	1,06

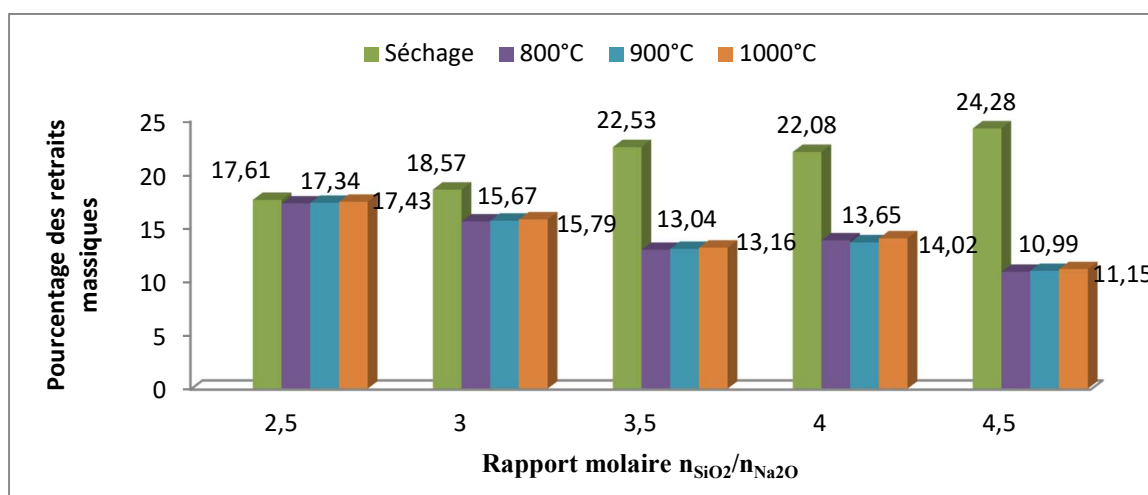


Figure 13 : Evolution des pourcentages des pertes massiques en fonction du rapport molaire $Rm = n_{SiO_2}/n_{Na_2O}$ des éprouvettes après séchage de 14 jours et après cuisson à 800°C, à 900°C et 1000°C

La figure 13 nous informe qu'en augmentant petit à petit le rapport molaire de $Rm = 2,5$ à $Rm = 4,5$ la courbe correspondante de la perte massique est décroissante pour une température de 1000°C, mais en comparant avec l'histogramme à 900°C, l'évolution de la perte massique est faible, par exemple pour $Rm = 2,5$ on a 17,34% (à 900°C) et 17,43% (à 1000°C), et pour $Rm = 4,5$ on a 10,99% (à 900°C)

et 11,15% (à 1000°C). Cela veut dire que, on augmentant la température de 900°C jusqu'à 1000°C, l'évolution des pertes massiques est très faible de ordre de 0,5% par exemple pour $Rm = 2,5$ on 17,34 % (à 900°C) et 17,43% (à 1000°C).

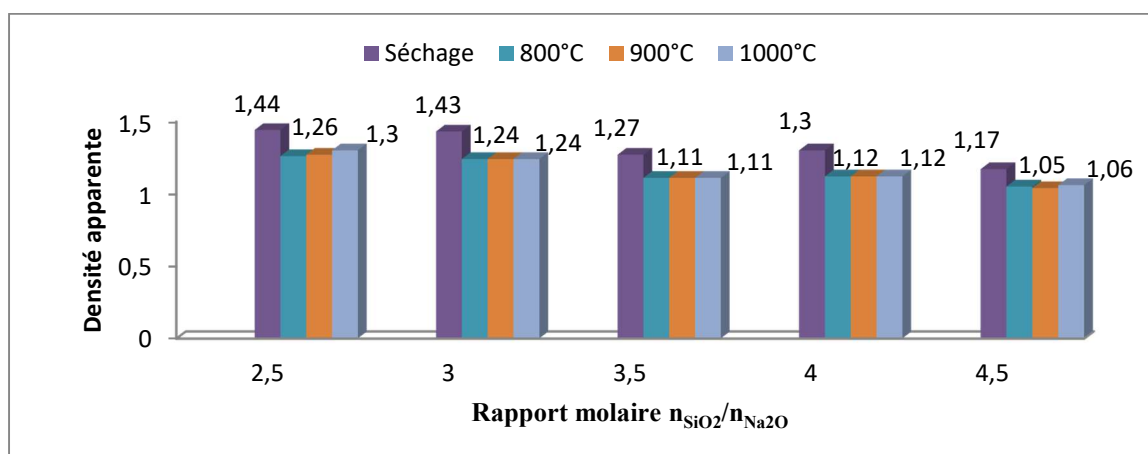


Figure 14 : Evolution des densités apparentes des éprouvettes après séchage (14 jours) et après cuisson à 800°C, à 900°C et à 1000°C en fonction du rapport molaire $Rm = n_{SiO_2}/n_{Na_2O}$

Cette figure 14 nous montre qu'en augmentant la température entre 800°C et 1000°C, les densités apparentes ont presque les mêmes à chaque rapport molaire, mais elles diminuent mais faiblement quand on augmente le rapport molaire.

3.1.2) les résultats de l'essai mécanique

Les résultats obtenus sont groupés dans les tableaux suivants

3.1.2.1) Résultats sur la résistance à la compression

- Après séchage

Tableau 10 : Résistance à la compression après séchage

Rm	2,5	3	3,5	4	4,5
F [daN]	1 400	1 230	950	1 000	1 280
S [mm ²]	1 939,02	1 939,02	1 962,5	1 962,5	1 962,5
Rc [MPa]	7,22	6,34	4,84	5,099	6,52

▪ *Après cuisson à 1000°C*

Tableau 11: Résultats sur les résistances à la compression après cuisson à 1000°C

Rm	2,5	3	3,5	4	4,5
F [daN]	1 600	1 520	360	900	380
S [mm ²]	1 823,74	1 884,78	1 923,45	1 962,5	1 962,5
Rc [MPa]	8,77	8,06	1,87	4,58	1,94

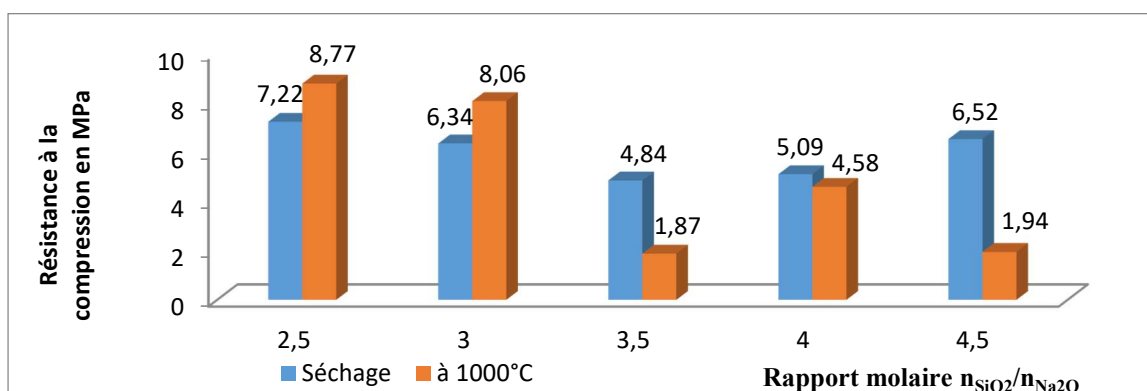


Figure15 : Evolution des résistances à la compression des éprouvettes après séchage et après cuisson à 1000°C en fonction du rapport molaire $Rm = n_{SiO_2} / n_{Na_2O}$

Cette figure 15 nous montre que :

- Pour $Rm = 2,5$ et $Rm = 3$ les résistances à la compression des éprouvettes après cuisson à 1000°C sont supérieures par rapport à celles qui sont conservées à l'air libre par exemple pour $Rm=2,5$, on a 8,77 MPa (à 1000°C) et 7,22 MPa (séchage), on peut alors confirmer que la température participe à la réaction de géopolymérisation;

- En revanche pour $Rm > 3$, les résistances à la compression des éprouvettes ayant subi un traitement de 1000°C sont largement inférieures à celles des éprouvettes

séchées à l'air libre, pour $Rm = 4,5$ on a 1,94 MPa (à 1000°C) et 6,52 MPa (séchage).

3.2) Influence sur le rapport massique MK / CBR

Dans cette partie on va prendre $Rm = 2,5$ et on fixera la température à 1000°C et ensuite nous avons étudié l'influence de la quantité du métakaolin dans chaque éprouvette en utilisant une moule cubique de dimensions 6cm x 6 cm x 6cm avec une force de compactage de 3000 daN

Nous avons étudié 5 formulations MK / CBR : 65 / 75 ; 75 / 75 ; 85 / 75 ; 95 / 75 ; 105 / 75

Tableau 12 : Variation du rapport massique MK /CBR

Échantillons	21	22	23	24	25
MK / CBR	65 / 75	75 /75	85 /75	95 /75	105 /75
Masse du liant [g]	108	108	108	108	108
Sable [g]	50	50	50	50	50
Eau de gâchage [g]	70	70	75	80	80

Pour chaque éprouvette, nous avons effectué des essais physiques (porosité, retrait volumique, perte massique, densité apparente) et l'essai mécanique (résistance à la compression simple), pour les éprouvettes séchées à l'air libre et sous l'effet de la cuisson à 1000°C.

3.2.1) Résultats des essais physiques

3.2.1.1) Porosité

▪ Après séchage

Les résultats obtenus pendant l'essai sont groupés dans les tableaux suivants

Tableau 13 : résultats sur les porosités après séchage en fonction du rapport MK/CBR

Echantillons	21	22	23	24	25
MK / CBR	65 / 75	75 / 75	85 / 75	95 / 75	105 / 75
Masse à l'état sèche	136	132	144	120	125
Masse à l'état humide	155	156	171	155	162
Porosité [%]	13,97	18,18	18,75	29,16	29,6

▪ Après cuisson à 1000°C

Tableau 14 : Résultats sur les porosités après cuisson à 1000°C en fonction du rapport MK/CBR

Echantillons	26	27	28	29	30
MK / CBR	65 / 75	75 / 75	85 / 75	95 / 75	105 / 75
Masse à l'état sèche	119	92	86.81	90	92
Masse à l'état humide	144	116	116	125	131
Porosité à 1000°C [%]	21	26,09	33,62	38,88	42,39

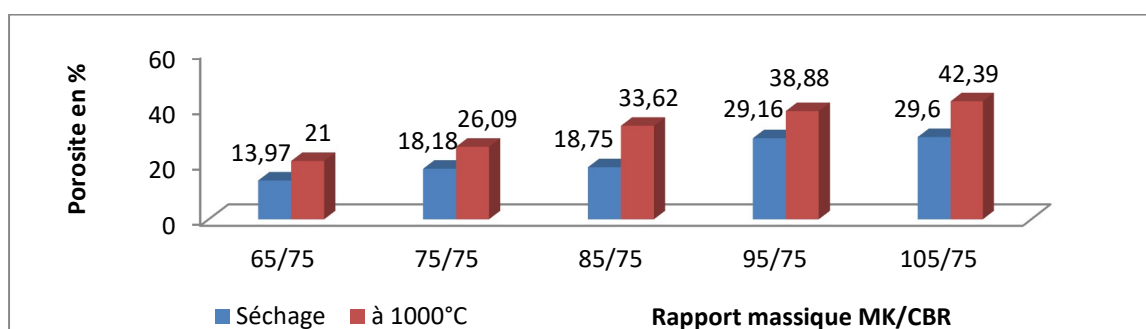


Figure 16 : Evolution des porosités des éprouvettes après séchage (14 jours) et après cuisson à 1000°C, à en fonction du rapport massique MK/CBR

Cette figure 16 nous montre que :

- Au fur et à mesure si on augmente le rapport massique MK/CBR, les porosités augmentent également ;
- Les éprouvettes ayant subi un traitement thermique à 1000°C ont des porosités largement supérieures

par rapport à celles qui sont séchées à l'air libre pendant 14 jours par exemple 18,75% (séchage) et 33,62% (85/75).

3.2.1.2) retrait volumique

▪ Après séchage

Tableau 15: Résultats sur les retraits volumiques des éprouvettes après séchage

Echantillons		26	27	28	29	30
MK / CBR		65 / 75	75 / 75	85 / 75	95 / 75	105 / 75
AVS	L[mm]	6	6	6	6	6
	l[cm]	6	6	6	6	6
	e[cm]	2,88	2,55	3	3,2	3,4
	V[cm ³]	103,68	91,8	108	115,2	122,4
APS	L[cm]	5,89	5,95	5,95	5,95	5,9
	l[cm]	5,89	5,95	5,95	5,95	5,9
	e[cm]	2,77	2,5	2,95	3,15	3,3
	V[cm ³]	96,09	88,5	104,44	111,52	118,35
RVS[cm ³]		7,58	3,3	3,56	3,68	4,05
Pourcentage de retrait		7,3	3,59	3,3	3,2	3,3

▪ *Après cuisson à 1000°C*

Tableau 16 : Résultats sur les retraits volumiques des éprouvettes après cuisson à 1000°C

Echantillons		26	27	28	29	30
MK / CBR		65 / 75	75 / 75	85 / 75	95 / 75	105 / 75
Avant cuisson	L[cm]	5,82	5,95	5,95	5,95	5,9
	l[cm]	5,82	5,95	5,95	5,95	5,9
	e[cm]	2,82	2,93	3,05	3,15	3,3
	V[cm ³]	95,52	103,73	107,98	111,52	114,87
Après cuisson 1000°C	L[cm]	5,75	5,83	5,89	5,92	5,9
	l[cm]	5,75	5,83	5,89	5,92	5,9
	e[cm]	2,78	2,85	2,95	3,1	3,25
	V[cm ³]	91,91	96,87	102,34	108,6	113,13
	RV ₁₀₀₀ [cm ³]	3,60	6,86	5,64	2,88	1,74
Pourcentage de retrait RV ₁₀₀₀		3,77	6,61	5,22	2,58	1,51

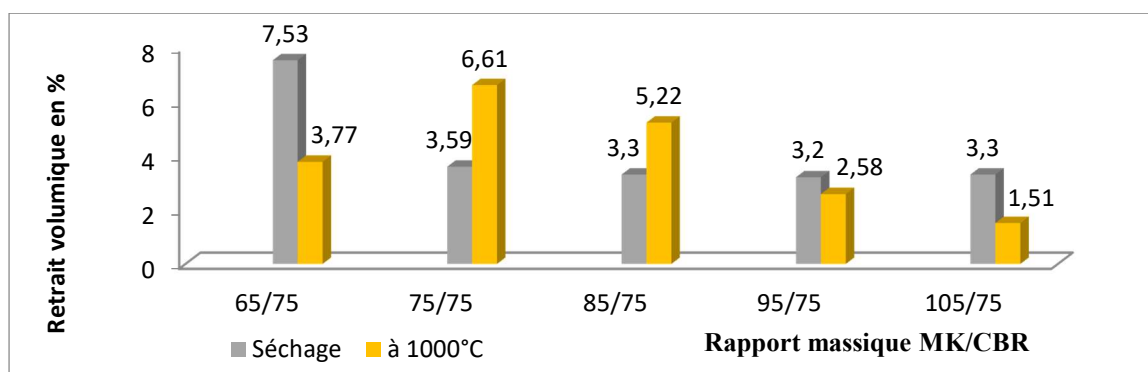


Figure 17 : Evolution des retraits volumiques des éprouvettes après séchage (14 jours) et après cuisson à 1000°C, à en fonction du rapport massique MK/GBR

Cette figure 17 nous informe que :

- Pour une teneur en métakaolin inférieure à celui du cendres de balle de riz (MK /GBR = 65/75), le retrait

volumique de l'éprouvette qui a subi une température de 1000°C (3,77%) est largement inférieure à celui qui est conservée à l'air libre 7,53 %, cette différence est de l'ordre 50% ;

- Mais pour $75/75 \leq \text{MK/CBR} \leq 85/75$ nous assistons à un renversement c'est-à-dire les retraits volumiques des éprouvettes après cuisson à 1000°C (3,59% pour 75/75 et 3,3% pour 85/75) sont nettement inférieures à celles qui sont séchées à l'air libre (6,61% pour 75/75 et 5,22% pour 85/75) ;

- Par contre pour les éprouvettes à forte teneur en métakaolin pour $\text{MK/CBR} > 85/75$, les retraits volumiques sont de plus en plus faible quelques que soient le mode traitement des éprouvettes, et surtout les retraits volumiques

des éprouvettes conservées à l'air libre (3,3% pour 105/75) sont largement supérieures à celle des qui ont subi un traitement thermique de 1000°C (1,51%), et cette différence est de l'ordre de 54%.

3.2.1.3) Retrait massique et densité apparente

Dans le tableau suivant, nous avons regroupés les résultats obtenus pendant l'essai

- Après séchage

Tableau 17 : Résultats des retraits massiques et densité apparente des éprouvettes après séchage

Echantillons	26	27	28	29	30
MK / CBR	65 / 75	75 / 75	85 / 75	95 / 75	105 / 75
Masse avant séchage[g]	165	178	181	194	200
Masse après séchage[g]	135,87	152,6	154,38	157,29	163
Retrait[g]	29,13	25,4	26,62	36,71	27
Pourcentage de retrait	17,65	14,27	14,70	18,92	13,5
Densité apparente après séchage	1,41	1,72	1,48	1,41	1,38

- Après 1000°C

Tableau 18 : Résultats des retraits massiques et densités apparentes des éprouvettes après cuisson 1000°C

Echantillons	26	27	28	29	30
MK / CBR	65 / 75	75 / 75	85 / 75	95 / 75	105 / 75
MAVC[g]	135,87	152,6	154,38	157,29	163
MAPC ₁₀₀₀ [g]	112,54	124,15	129,09	134,11	137,67
RM ₁₀₀₀ [g]	23,33	28,45	25,29	23,18	25,33
Pourcentage de RM ₁₀₀₀	17,17	18,64	16,38	14,76	15,54
Densité apparente après cuisson 1000°C	1,22	1,28	1,26	1,23	1,21

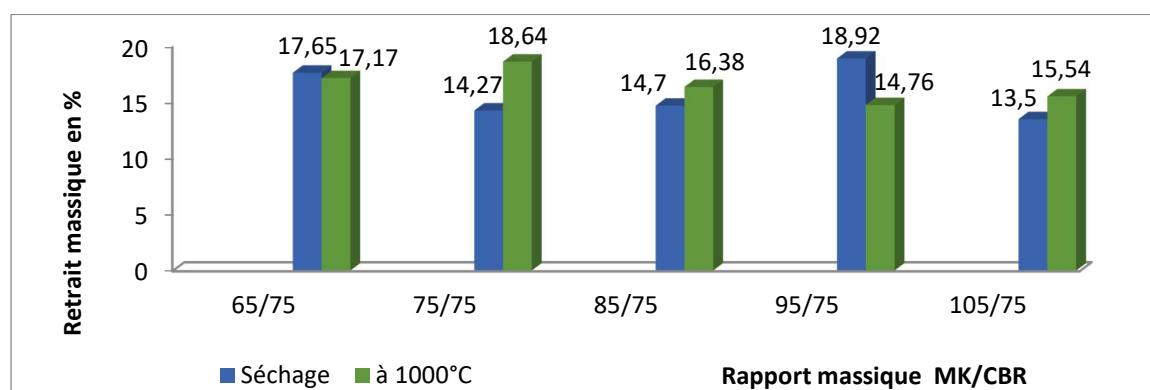


Figure 18: Evolution des retraits massiques des éprouvettes après séchage (14 jours) et après cuisson à 1000°C , à en fonction du rapport massique MK/CCR

Cette figure 18 nous montre que les histogrammes sont en dents de scies, mais d'une manière générale on peut conclure

que plus le rapport massique MK/CCR augmente plus les retraits massiques diminuent.

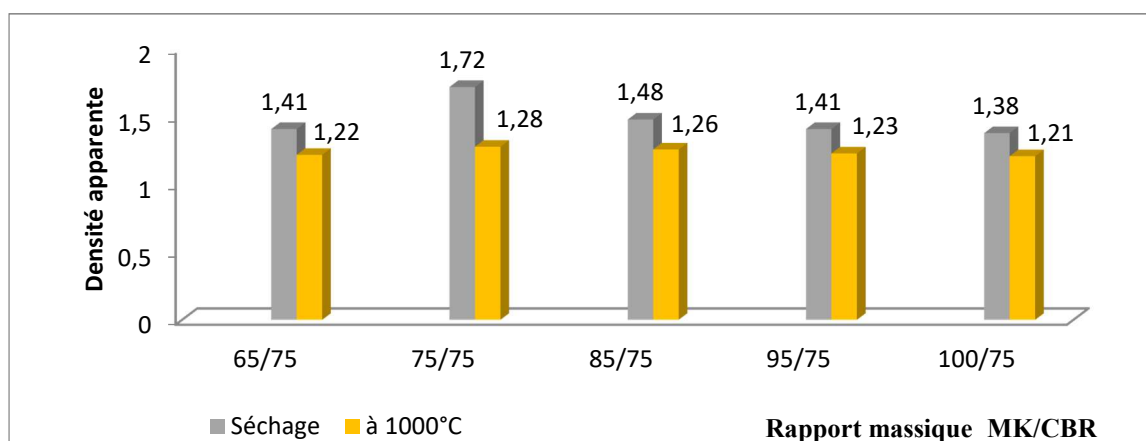


Figure 19 : Evolution des retraits massiques des éprouvettes après séchage (14 jours) et après cuisson à 1000°C, à en fonction du rapport massique MK/CBR

Cette figure 19 nous informe qu'en générale l'évolution des densités apparentes diminuent mais faiblement si on accroît le rapport massique MK/CBR quelques que soient le mode de traitement des éprouvettes à l'air libre ou après cuisson à 1000°C.

3.2.2) Les résultats des essais mécaniques

Les résultats obtenus pendant l'essai sont regroupés dans les tableaux suivants :

3.2.2.1) Après séchage

Tableau 19 : Résultats des résistances à la compression après séchage

Echantillons	26	27	28	29	30
MK / CBR	65 / 75	75 / 75	85 / 75	95 / 75	105 / 75
$F [daN]$	5760	5560	4930	3820	3060
$S [mm^2]$	3387,24	3540,25	3481	3540,25	3540,25
$Rc [MPa]$	17,00	15,70	14,16	10,79	8,64

3.2.2.2) Après cuisson à 1000°C

Tableau 20 : Résultats des résistances à la compression après cuisson 1000°C en fonction du rapport massique MK/CBR

Echantillons	26	27	28	29	30
MK / CBR	65 / 75	75 / 75	85 / 75	95 / 75	105 / 75
$F [daN]$	2900	1500	2200	3500	4330
$S [mm^2]$	3528,36	3306,25	3422,25	3481	3481
$Rc [MPa]$	8,22	4,54	6,43	10,05	12,44

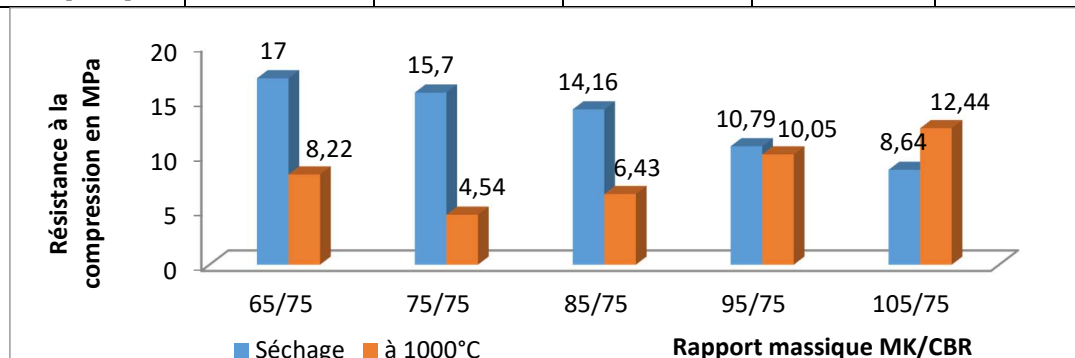


Figure 20 : Evolution des résistances à la compression des éprouvettes après séchage (14 jours) et après cuisson à 1000°C, à en fonction du rapport massique MK/CBR

Cette figure 20 nous montre que :

- Pour $MK/CBR \leq 95/75$, les résistances à compression des éprouvettes conservées à l'air libre pendant 14 jours sont largement supérieures à celles qui ont subi un traitement thermique de $1000^{\circ}C$ par exemple pour 85/75 on a 14,16MPa (à l'air libre) et 6,43 MPa (à $1000^{\circ}C$) ;

- Pour $MK/CBR > 95/75$ les résistances à la compression des éprouvettes augmentent, par exemple pour 105/75 nous avons obtenus une résistance maximale de l'ordre de 12,44 MPa (à $1000^{\circ}C$) contre 8,64 MPa (à l'air libre).

IV. CONCLUSION

L'objet de cette étude est de valoriser les ressources naturelles disponibles en grande quantité à Madagascar tels que le kaolin, et les balles de riz qui sont des déchets agricoles pour élaborer un nouveau matériau qui résiste à haute température en utilisant la technique de la géopolymérisation.

Après les études bibliographiques approfondies, nous avons effectués des essais expérimentaux pour confirmer et surtout comparer les résultats obtenus par les littératures géopolymères.

Pour atteindre les meilleurs résultats, nous avons déterminé et optimisé les paramètres les plus importants, tels que : variation du rapport molaire $Rm = \frac{nSiO_2}{nNa_2O}$, variation de la température ($800^{\circ}C$, $900^{\circ}C$, $1000^{\circ}C$), variation du rapport massique MK/CBR.

Les résultats expérimentaux nous montrent que :

- Pendant les essais préliminaires la majorité des éprouvettes après avoir subi une cuisson de $800^{\circ}C$ sont tous déformées et ramollies pour $Rm = \frac{nSiO_2}{nNa_2O} \leq 2$;
- Le rapport molaire $Rm = \frac{nSiO_2}{nNa_2O} = 2,5$ est l'optimum pour notre liant géopolymère ;
- L'éprouvette géopolymère atteint une résistance à la compression de 12,44 MPa après un traitement thermique de $1000^{\circ}C$;
- A $1000^{\circ}C$, le rapport massique 105/75 présente les meilleurs caractéristiques de notre matériau géopolymère anti-feu : un faible retrait volumique de l'ordre de 1,51%, une faible perte massique au

environ de 1,21%, une densité apparente de 1,21, et une porosité de l'ordre 42,39 %.

- Notre matériau géopolymère anti-feu ne présente pas des traces de fissure ni de changement notable de forme sous l'effet de la température à $1000^{\circ}C$

REFERENCES

- [1] Aliprandi .G (1979) Matériaux réfractaires et céramiques techniques, Editions Septima, Paris, , 612p.
- [2] Eje Kolli Mostafa (2008) . Elaboration et caractérisation thermomécanique de réfractaire à base de kaolin DD3, Thèse de Doctorat en Sciences, Université Ferhat Abbas-SétifUFAS (Algérie), 157 pages
- [3] Davidovits J. (1991). Géopolymers: Inorganic new materials. In: Journal of thermal Analysis and calorimetry. 37, 1633-1656. <https://doi.org/10.1007/BF01912193>
- [4] Davidovits J. (1992). Method for the obtention of geopolymer cement, with no CO₂ emission, and product there by obtained. French patent
- [5] JOURDAN .A (1966) « TECHNOLOGIE DES PRODUITS CERAMIQUES REFRACTAIRES » Paris Gauthier Villars
- [6] RAKOTONIRINA (2006) « CONTRIBUTION A L'ETUDE DES LATERITES POUR FABRICATION DE PRODUITS REFRACTAIRES » Mémoire de fin d'étude : Mention mines ESPA, Université d'Antananarivo
- [7] RAKOTOSON Nirina Heriniaina (2015) « Elaboration et caractérisation de brique réfractaire à base de liant géopolymère et de bauxite calcinée » Mémoire de fin d'études : Mention Science et Ingénierie des Matériaux de l'E.S.P.A, Université d'Antananarivo.
- [8] RAZAFINDRABE Salohiniaina Hantanirina (2008) « Etude sur l'utilisation de la bauxite et du kaolin pour la fabrication de réfractaire » Mémoire de fin d'études : Mention Génie chimique de l'E.S.P.A, Université d'Antananarivo.
- [9] Ratsimbazafy, H.M. (2012). Contribution à l'étude de la production d'un ciment géopolymérique à base de métakaolin, et de cendres de balle de riz. Thèse de Doctorat, Département Science des Matériaux et Métallurgie, Ecole Supérieure Polytechnique d'Antananarivo, Université d'Antananarivo, Antananarivo, Madagascar. Inédit. 190p