

Mousses de géopolymères : optimisation des performances thermomécaniques

Gabriel Samson¹ et Martin Cyr²

¹ Docteur, Laboratoire Matériaux et Durabilité des Constructions de Toulouse, samson@insa-toulouse.fr

² Professeur, Laboratoire Matériaux et Durabilité des Constructions de Toulouse, cyr@insa-toulouse.fr

RÉSUMÉ. La production et la caractérisation de mousses minérales à base de géopolymères est réalisée. L'étude débute par l'identification d'une composition optimale de pâte. Huit mélanges (ternaire entre extrait sec de solution alcaline, métakaolin et cendres volantes) sont produits. La caractérisation de ces pâtes (temps de début de prise, retrait, résistance mécanique) permet d'identifier une composition optimale, obtenue avec 25 % d'extrait sec de solution alcaline, 62,5 % de métakaolin et 12,5 % de cendres volantes. Les mousses minérales sont ensuite produites par insertion d'une quantité variable d'H₂O₂ (1, 1,5 et 2 %) au sein de la suspension minérale. Un tensioactif est utilisé (3 dosages différents) afin d'assurer le maintien de la structure porale jusqu'à la prise. Les mousses de géopolymères présentent des masses volumiques apparentes faibles ($225 < \rho < 506 \text{ kg/m}^3$) associées à de faibles conductivités thermiques ($0,07 < \lambda < 0,12 \text{ W/(m.K)}$). Une influence significative du dosage en tensioactif sur la structure porale et les performances mécaniques est démontrée. Le dosage le plus faible en tensioactif permet d'atteindre les meilleures résistances mécaniques.

ABSTRACT. The production and characterization of geopolymer mineral foams are performed. This study starts with the identification of an optimal paste composition. Eight mixtures are realized (ternary diagram of dry extract of alkaline solution, metakaolin and fly ash). The characterization of these pastes (setting time, shrinkage and compressive strength) enables to identify an optimal composition corresponding to 25% of solution dry extract, 62.5% of metakaolin and 12.5% of fly ash. The mineral foams are then produced by inserting variable amount of H₂O₂ (1, 1.5 and 2%) through the mineral paste. Geopolymer foams have low densities ($225 < \rho < 506 \text{ kg/m}^3$) associated with low thermal conductivities ($0.07 < \lambda < 0.12 \text{ W/(m.K)}$). A significant influence of the surfactant content on the porous structure is demonstrated. The lower surfactant content leads to the best mechanical performances.

MOTS-CLÉS : Mousse minérale, métakaolin, cendres volantes, résistance à la compression, conductivité thermique

1. Introduction

La consommation énergétique mondiale ne cesse de croître. En Europe, le secteur du bâtiment représente 40 % de l'énergie primaire consommée. En dépit des réglementations thermiques mises en place, le chauffage et la climatisation représentent toujours 60 % de l'énergie totale consommée par les bâtiments. Le transfert thermique à travers l'enveloppe des bâtiments reste donc la principale cause de consommation énergétique. Les solutions isolantes classiques présentent généralement de bonnes performances thermiques grâce à leurs faibles densités ($\rho < 150 \text{ kg/m}^3$). Cependant, il est nécessaire d'associer ces matériaux à une structure porteuse en raison de leurs mauvaises performances mécaniques. Une solution alternative consiste à utiliser des matériaux assurant simultanément le maintien de l'enveloppe, mais aussi son isolation, tel que le béton mousse. De tels matériaux facilitent également la phase de construction. Les bétons mousses (aussi appelés bétons cellulaires) sont produits en insérant du gaz au sein d'une matrice minérale à l'état frais. La prise permet de figer la structure porale. Les performances mécaniques des mousses minérales sont fortement corrélées à leur masse volumique, mais dépendent également d'autres paramètres (méthode de production, composition du liant, cure thermique...). La conductivité thermique dépend quasi exclusivement de la masse volumique [Sams15]. La grande majorité des bétons mousses sont produits à partir de ciment Portland et ont été intensivement étudiés dans la littérature. Les performances de certains de ces matériaux sont très satisfaisantes, mais les performances des mousses produites sont limitées par les performances des matrices cimentaires classiques utilisées. Depuis plusieurs années, les géopolymères apparaissent comme étant un liant alternatif intéressant aux liants cimentaires classiques [DFPL06]. Ils présentent d'excellentes performances en termes de résistance mécanique et de durabilité et pourraient potentiellement être utilisés pour produire des mousses minérales de meilleure qualité que les mousses minérales classiques.

Les matériaux géopolymères sont des matériaux alcali-activés produits par réaction entre une solution alcaline et des aluminosilicates. Plusieurs liants peuvent être alkali-activés tel que le métakaolin ou des sous-produits industriels tels que le laitier ou les cendres volantes... Les géopolymères présentent de nombreux avantages par rapport aux matériaux cimentaires ordinaires. Leurs performances mécaniques sont généralement élevées et leur durabilité est excellente. Ces matériaux souffrent peu ou pas de problèmes de corrosion, de carbonatation ou d'alcali-réactions en présence de granulats. Les différents avantages des géopolymères expliquent pourquoi ces matériaux sont de plus en plus utilisés pour produire des mousses minérales [ZPRW14]. Arellano Aguilar et al. [ArBE10] ont également utilisé de la poudre d'aluminium pour produire des mousses de métakaolin et des mousses composites (75 % métakaolin - 25 % cendres volantes). Les masses volumiques s'étendent de 1200 à 600 kg/m^3 pour des résistances à la compression allant de 2 à 14 MPa.

Cette étude se concentre sur la production de mousses de géopolymères à base de métakaolin et de cendres volantes produites par méthode gazeuse (H_2O_2). L'objectif est de formuler, de caractériser et d'optimiser des mousses minérales de masse volumique inférieure à 600 kg/m^3 présentant une faible conductivité thermique ($\lambda < 0,12 \text{ W/(m.K)}$) tout en conservant une résistance mécanique acceptable ($R_c > 1 \text{ MPa}$). Les propriétés du liant sont d'abord étudiées. Plusieurs mélanges entre métakaolin, cendres volantes et extrait sec de solution alcaline sont étudiés (temps de début de prise, résistance à la compression, retrait) et présentés sous la forme de diagrammes ternaires. Le mélange optimal sera utilisé pour produire des mousses par méthode gazeuse à l'aide d' H_2O_2 . L'influence de la quantité d' H_2O_2 et du dosage en tensioactif sur la structure porale est démontrée. Enfin, l'influence de trois cures thermiques est étudiée.

2. Matériaux

Le métakaolin utilisé est produit dans le sud-ouest de la France (Argeco Développement ®) par calcination flash à environ 700°C. Les particules de kaolinite sont transformées en métakaolin au passage d'une flamme pendant quelques dixièmes de secondes. Ce procédé présente l'avantage d'être très rapide et de consommer moins d'énergie que les méthodes classiques de production de métakaolin (four rotatif par exemple) [SaCE13]. Les essais DRX et l'analyse Rietveld réalisée par Pouhet [Pouh15] révèlent que ce métakaolin contient une quantité importante d'impuretés (quartz, anatase, mullite, kaolinite). La quantité des différents oxydes est obtenu par analyse ICP est présentée dans le Tableau 1. L'ensemble des analyses indiquent que la quantité de silice et d'aluminium amorphes sont respectivement de $\text{SiO}_2 = 29 \%$ et $\text{Al}_2\text{O}_3 = 24 \%$.

Tableau 1. Pourcentage massique des oxydes (métakaolin, cendres volantes et silicate de sodium).

	SiO_2	Al_2O_3	CaO	MgO	Fe_2O_3	K_2O	Na_2O	TiO_2	H_2O	Perte feu
Métakaolin	68,1	24,1	0,20	0,2	3,7	0,35	0,1	1,1		1,8
Cendres volantes	51,9	25,2	5,12	1,3	6,0	2,20	0,9	1,3		2,5
Silicate de sodium	27,5						16,9		55,6	

Les cendres volantes utilisées sont un sous-produit issu des centrales thermiques à charbon (Silicoline®). Leur masse volumique absolue se situe entre 2060 et 2800 kg/m³. L'indice de réactivité de ces cendres est de 80 %. La quantité de chaque oxyde réactif est supposée égale à 80 % de la quantité de chaque oxyde. L'activation des différents mélanges métakaolin - cendres volantes est réalisée à l'aide d'une solution alcaline de silicate de sodium (Bétol 47T - Woellner®). Le pourcentage massique des oxydes la composant est donné dans le Tableau 1. Le ratio molaire SiO₂/Na₂O est 1,68. Un faible ajout de soude est réalisé pour améliorer l'activation (au final SiO₂/Na₂O = 1,57). La formation de bulles au sein de la suspension minérale se fait par ajout d'eau oxygénée H₂O₂ (pureté = 50 % - Solvay®). L'eau oxygénée libère du dihydrogène et forme de l'eau. Enfin, le maintien de la structure porale jusqu'à la prise est assuré par l'ajout d'une molécule tensioactive. Par souci de confidentialité, la formule chimique du tensioactif utilisé n'est pas donnée.

3. Méthodes

Afin d'identifier un mélange intéressant pour former des mousses minérales, une étude sur la pâte est tout d'abord menée. Le mélange fournissant les meilleures performances sera utilisé pour créer des mousses. Les différents mélanges sont obtenus grâce au diagramme ternaire présenté Figure 1 - a. Ce diagramme est construit en faisant varier trois paramètres : le pourcentage massique de métakaolin, de cendres volantes et d'extrait sec de solution alcaline. Le Tableau 1 indique que la solution alcaline contient 55,6 % d'eau. L'extrait sec de solution alcaline correspond ainsi à 44,4 % de la masse de solution alcaline. La notation des différentes compositions est introduite Figure 1 - b. Comme l'indique la Figure 1 - a, deux niveaux d'activation sont étudiés, 15 et 25 %. Deux mélanges ne contiennent pas de cendres volantes (A₁₅MK₈₅ et A₂₅MK₈₅). À partir de ces deux compositions, la quantité de cendres est progressivement augmentée.

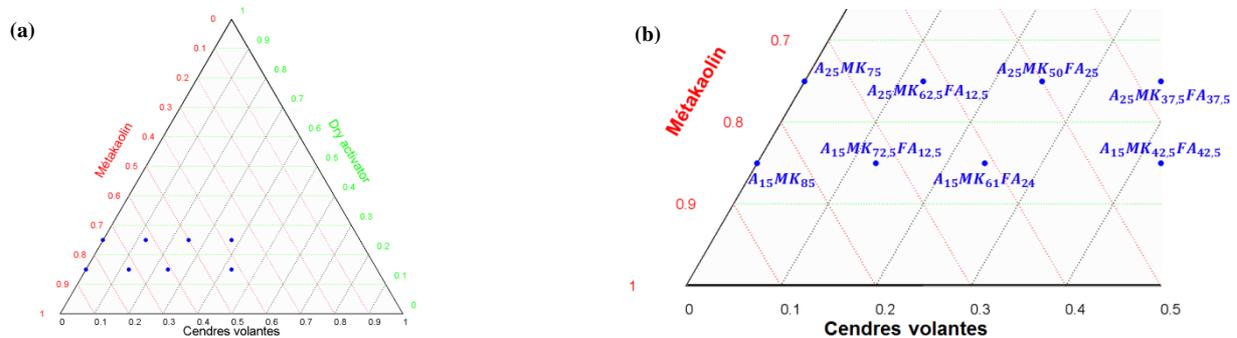


Figure 1. Ternaire massique des différents mélanges étudiés.

L'ensemble des mélanges (pâtes et mousses) est réalisé avec un rapport massique E/L de 0,36. La masse L correspond à la masse du métakaolin, des cendres, de la soude et de l'extrait sec de la solution alcaline. L'eau provient de la solution d'activation et d'un ajout d'eau calculé pour chaque composition permettant de satisfaire au rapport massique constant. La soude est diluée dans l'eau puis cette solution est mélangée à la solution de silicate de sodium. Le métakaolin, les cendres et le ciment (et le tensioactif, lors de la fabrication des mousses) sont mélangés puis la solution (solution alcaline + eau + soude) est ajoutée. Cet instant correspond au temps initial t = 0. Un malaxage à vitesse lente (1 minute) puis à vitesse rapide (2 minutes) sont ensuite effectués. La caractérisation de la pâte est réalisée à l'état frais (temps de prise) et à l'état durci (résistance à la compression, retrait, perte de masse). La dimension des échantillons, leurs nombres ainsi que les différentes échéances sont résumés dans le Tableau 2. Le temps de début de prise est déterminé grâce à un appareil Vicat automatique (Vicatron®). Les échantillons cubiques et prismatiques sont démoulés à 24h. Les échantillons cubiques sont conservés dans des sacs plastiques imperméables à 20°C. Ces conditions de conservation limitent la carbonatation et la perte d'eau [Pouh15]. La résistance en compression est mesurée à 1, 7 et 28 jours. Huit échantillons sont testés à chaque échéance (presse IGM® 100 kN, vitesse de chargement 0,5 kN/s). Les trois échantillons prismatiques (retrait, perte de masse) sont immédiatement placés dans une salle à 20°C et 50 % HR après le démoulage à 24h sans aucune protection imperméable. Ces conditions de retrait sont sévères au regard du jeune âge des éprouvettes. Les échantillons sont mesurés et pesés aux échéances indiquées dans le Tableau 2.

Tableau 2. Synthèse des essais menés sur pâte.

Test	Grandeur mesurée	Moules	Échéances
Temps de prise	mins	Tronconique - hauteur 40 mm - diamètre 80 mm	0
Résistance à la	MPa	Cubiques (x 8) - hauteur 20 mm	1, 7, 28
Retrait	%	Prismatiques (x 3) - 20 x 20 x 160 mm	1, 2, 7, 14, 21,
Perte de masse	%		28

Une fois la solution optimale identifiée, les mousses minérales sont créées grâce à l'insertion d'un agent moussant, de l'eau oxygénée H_2O_2 , au sein de la suspension minérale. La pâte est produite avec le même protocole que celui présenté précédemment. L'eau oxygénée est simplement ajoutée à la fin du malaxage de la pâte. L'ensemble est malaxé 30 secondes à vitesse lente puis 30 secondes à vitesse rapide pour bien disperser l'eau oxygénée dans la suspension. La pâte est coulée dans des moules cylindriques (diamètre 118 mm, hauteur 220 mm). Sous l'effet du dégagement progressif de dihydrogène, la pâte monte progressivement (environ 2h30). Le tensioactif permet de maintenir la structure porale pendant ce processus. La prise permet ensuite de la figer. Un film plastique placé en haut du moule permet de limiter la perte d'eau des mousses. Trois conditions de cure sont étudiées. La première est à 20°C. Pour la seconde, les mousses sont placées dans une enceinte climatique à 40°C, 15 minutes après le début du malaxage (le dégagement de dihydrogène est encore faible). Enfin, la dernière cure consiste à placer les mousses à 40°C après 3h. À ce stade, l'intégralité du dihydrogène a été dégagée, la mousse a atteint sa hauteur maximale. Les mousses sont démoulées après 1 semaine puis débitées afin d'obtenir des mousses d'élancement 1, à savoir une hauteur de 118 mm. Les mousses sont placés dans une enceinte climatique à 40°C et 50 % HR afin de les sécher, pendant 7 jours. La masse volumique apparente est déterminée par pesée. La conductivité thermique est mesurée par la méthode du fil chaud (Neotim®) en faisant la moyenne de trois mesures sur chaque mousse. Les résistances à la compression sont évaluées avec une vitesse de charge de 0,2 kN/s.

4. Résultats

4.1. Pâtes

Les performances des matrices géopolymères dépendent fortement des ratios molaires suivants : SiO_2/Al_2O_3 , Na_2O/Al_2O_3 et H_2O/Na_2O . Les trois éléments du diagramme ternaire fournissent une quantité différente de chacun des oxydes (Tableau 1). Les mélanges obtenus présentent des ratios molaires différents présentés dans la Figure 2 - a, b et c. Le ratio molaire SiO_2/Al_2O_3 varie entre 2,8 et 4,2. Les cendres volantes contiennent plus de silice que le métakaolin et expliquent l'augmentation du ratio SiO_2/Al_2O_3 avec la quantité de cendres. Le ratio Na_2O/Al_2O_3 (Figure 2 - b) dépend quasi exclusivement du taux d'activation puisque la solution alcaline fournit la grande majorité du sodium. Enfin, le rapport massique E/L étant constant pour l'ensemble des compositions étudiées, le ratio Na_2O/H_2O est maximal pour le taux d'activation le plus fort, 25 % (Figure 2 - c). Ces ratios massiques seront par la suite mis en relation avec les résultats des différentes caractérisations effectuées sur pâte.

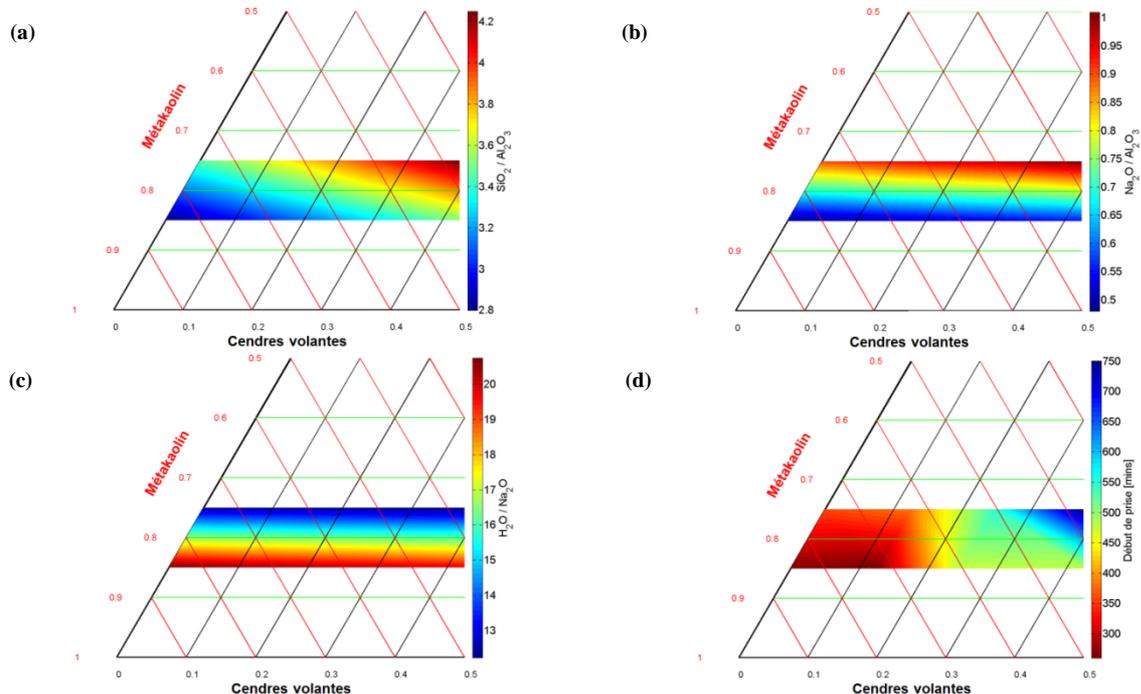


Figure 2. Ratios molaires : (a) SiO_2/Al_2O_3 , (b) SiO_2/Al_2O_3 et (c) H_2O/Na_2O ; (d) Temps de début de prise.

Les résultats des essais de prise sont présentés sur la Figure 2 - d. Pour rappel, le temps de prise doit être supérieur au temps de montée de la mousse, environ 2h30. Pour les deux niveaux d'activation, le temps de prise est minimal lorsque le liant est composé exclusivement de métakaolin. L'augmentation progressive de la quantité de cendres entraîne une augmentation considérable du temps de début de prise qui est maximal pour le

mélange $A_{25}MK_{37,5}FA_{37,5}$, 750 minutes. Le temps de prise de $A_{15}MK_{42,5}FA_{42,5}$ est plus faible et correspond à une activation plus faible. Ce temps de prise très élevé s'explique par une vitesse de réaction plus lente des cendres (ratio SiO_2/Al_2O_3 élevé - Figure 2 - a). L'ajout d'une forte quantité de cendres semble peu propice à la production de mousses puisque dans l'idéal, la prise a lieu peu après la fin de la montée de la mousse (2h30).

Les résultats des essais de retrait et de perte de masse sont présentés dans la Figure 3. Les mousses, en raison de leur structure porale plus ou moins aérée, sont très sensibles au retrait et explique pourquoi ce dernier est tout d'abord étudié sur pâte. Les retraits et pertes de masses de l'échantillon $A_{15}MK_{42,5}FA_{42,5}$ n'ont pas pu être déterminés car les échantillons, trop fragiles, se sont cassés lors du démoulage. La perte d'eau est la principale responsable du retrait des matériaux cimentaires classiques et géopolymères. Pour les géopolymères, l'eau utilisée sert essentiellement à fluidifier le mélange. Elle participe peu aux réactions chimiques permettant aux échantillons d'acquies leurs performances mécaniques (contrairement aux pâtes de ciment par exemple). Ceci explique pourquoi la perte de masse est importante (supérieure à 11 % pour l'ensemble des compositions à 28 jours - Figure 3 - c). La perte de masse (Figure 3 - a, b et c) semble fortement corrélée au ratio molaire H_2O/Na_2O (Figure 2 - c). Ceci semblerait indiquer qu'une faible quantité d'eau est impliquée dans la formation d'hydrates si l'activation est forte. En effet, la stabilisation massique est atteinte à 28 jours, l'intégralité de l'eau liquide devrait être sortie de l'échantillon. Enfin, une porosité différente, plus fermée, dans le cas d'une activation forte pourrait également expliquer ces résultats.

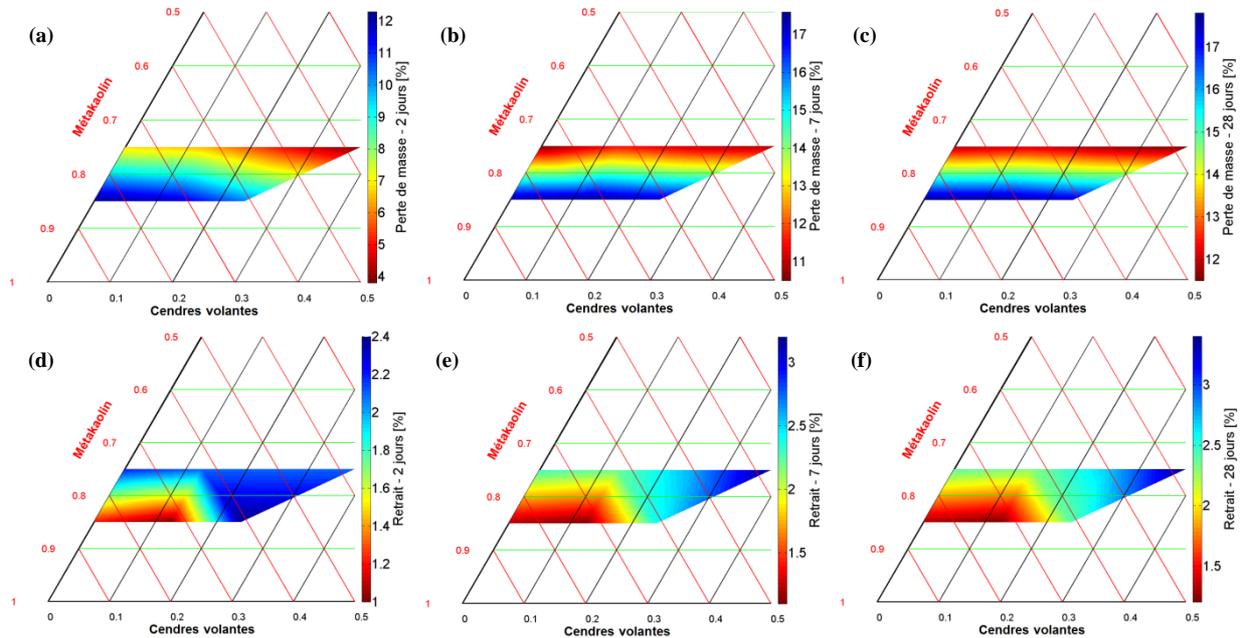


Figure 3. Perte de masse : 2 (a), 7 (b) et 28 jours (c) ; Retrait : 2 (d), 7 (e) et 28 (f).

Le retrait est important puisqu'il est supérieur à 1,2 % pour l'ensemble des compositions, à 28 jours (Figure 3 - f). Les échantillons sont placés dans une atmosphère très sèche après seulement 24h. Le squelette de géopolymère est encore loin de ses résistances mécaniques finales et explique ces valeurs de retrait importantes. Les valeurs minimales de retrait sont obtenues pour un taux d'activation faible (échantillons $A_{15}MK_{85}$ et $A_{15}MK_{62,5}FA_{12,5}$) et correspondent également avec une perte d'eau maximale. Enfin, pour les deux niveaux d'activation, le retrait augmente sensiblement lorsque la quantité de cendre devient importante (≥ 24 %). Un fort taux de cendres est donc à nouveau à proscrire.

L'évolution des résistances à la compression est présentée Figure 4. À 1 jour, les résistances maximales sont obtenues pour une activation forte et atteignent 22 MPa pour $A_{25}MK_{62,5}FA_{12,5}$ (21,4 MPa pour $A_{25}MK_{75}$). L'ajout de cendres volantes au-delà de 12,5 % entraîne une chute des résistances à 1 jour ($Rc_{A_{25}MK_{50}FA_{25}} = 7,8$ MPa et $Rc_{A_{25}MK_{37,5}FA_{37,5}} = 3,6$ MPa). Une activation plus faible ne permet pas d'acquies des résistances élevées à 1 jour quel que soit le pourcentage de cendres volantes ($Rc \leq 5,6$ MPa). À 7 jours, l'ensemble des résistances a augmenté. Les échantillons étant conditionnés en sacs plastiques, l'eau est maintenue dans le géopolymère, les réactions de géopolymérisation se poursuivent sans apparition d'endommagement due à des phénomènes de retrait. Les résistances maximales sont à nouveau obtenues par $A_{25}MK_{62,5}FA_{12,5}$ et $A_{25}MK_{75}$ avec respectivement 52,0 MPa et 50,5 MPa. Les résistances mécaniques évoluent peu entre 7 et 28 jours. La résistance maximale est obtenue par $A_{25}MK_{62,5}FA_{12,5}$ avec 54,2 MPa.

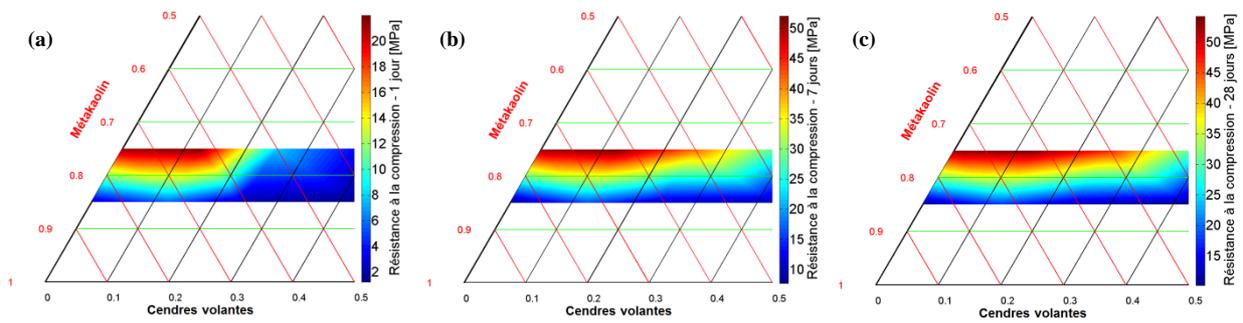


Figure 4. Résistance à la compression à 2 jours (a), 7 jours (b) et 28 jours (c).

La prise en compte des quatre caractéristiques mesurées (temps de début de prise, perte de masse, retrait et résistance à la compression) permet de sélectionner des compositions intéressantes pour la production de mousses minérales. La résistance mécanique des mousses dépend directement de la résistance de leur matrice, les deux meilleurs mélanges en termes de résistances sont donc retenus ($A_{25}MK_{75}$ et $A_{25}MK_{62,5}FA_{12,5}$). Le temps de début de prise est également un paramètre à maîtriser. Pour $A_{25}MK_{75}$ et $A_{25}MK_{62,5}FA_{12,5}$ ils sont sensiblement identiques (360 et 380 minutes). Ce temps de prise est nettement supérieur au temps de montée. À 20°C, la mousse a atteint sa hauteur maximale après 150 minutes environ. Le tensioactif doit alors assurer la stabilité de la structure porale pendant plus de 200 minutes avec ses deux compositions. La perte de masse n'est pas un paramètre discriminant quant au choix de la composition optimale. Les mousses minérales, de par leur structure très aérée et l'absence de granulats, sont très sensibles au retrait. Sur ce point, les performances de deux mélanges retenus sont sensiblement identiques (retrait de 2,4 et 2,3 %). Ainsi, ces deux mélanges sont donc deux candidats pour la réalisation de mousses minérales. Un paramètre supplémentaire, le coût, permet de choisir le mélange $A_{25}MK_{62,5}FA_{12,5}$. En effet, le prix à la tonne du métakaolin est supérieur à celui des cendres volantes. Incorporer 12,5 % de cendres volantes permet donc de réduire le coût du matériau sans en altérer les performances. Enfin, le temps de prise relativement long de ce mélange peut poser problème quant à la stabilité de la mousse jusqu'à la prise, surtout si on cherche simultanément à atteindre une masse volumique très faible et à limiter l'utilisation de tensioactif. Le remplacement d'un pourcent de métakaolin par du ciment CEM I permet de sensiblement réduire le temps de prise (de 380 à 290 minutes) sans modifier significativement les performances de la pâte.

4.2. Mousses

La première partie a permis d'identifier une composition optimale ($A_{25}MK_{62,5}FA_{12,5}$ + 1 % CEM I) qui est retenue pour réaliser l'ensemble des mousses minérales présentées par la suite. L'influence de deux paramètres de compositions (quantité d' H_2O_2 et dosage en tensioactif) et de trois cures différentes sur les performances thermomécaniques est évaluée. L'influence de la quantité d' H_2O_2 (pourcentage massique par rapport à la quantité de liant) sur la masse volumique est présentée Figure 5. Pour une quantité identique d' H_2O_2 , la masse volumique des mousses produites avec le dosage maximal en tensioactif est plus faible. Ceci indique qu'une quantité d'air avait déjà été incorporée dans la suspension minérale lors du malaxage rapide. C'est de cette façon que l'air est inséré dans la suspension avec la méthode par malaxage rapide. Cependant, la faible quantité de tensioactif utilisée n'est pas suffisante pour permettre une forte réduction de la masse volumique de la pâte.

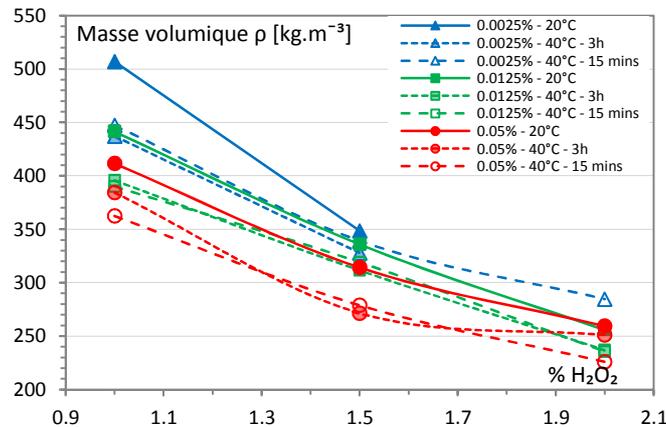


Figure 5. Influence de la quantité d' H_2O_2 et de la cure sur la masse volumique.

Il n'a pas été possible de fabriquer de mousses avec simultanément le plus faible dosage en tensioactif ($d = 0,0025 \%$) et la quantité maximale en H_2O_2 (2 %) pour les deux premières conditions de cures. Ces mousses sont montées normalement jusqu'à atteindre leur hauteur maximale, mais n'ont pu se stabiliser jusqu'à la prise en raison de problème de coalescence. Ce phénomène apparait lorsque la paroi entre deux bulles cède (par manque de tensioactif) pour former une bulle unique. Une succession de coalescences peut détruire la structure porale qui s'effondre sous son poids. Ceci permet néanmoins de se faire une idée du dosage minimal en tensioactif nécessaire au maintien de la structure pour ces masses volumiques très faibles ($\rho < 300 \text{ kg/m}^3$). Quelle que soit la condition de cure, l'augmentation de la quantité d' H_2O_2 entraîne une diminution de la masse volumique. Les masses volumiques atteintes sont faibles ($\rho \leq 506 \text{ kg/m}^3$). La conservation à 20°C fournit les mousses avec les masses volumiques les plus élevées. Peu de différences apparaissent entre les masses volumiques des mousses stockées à 40°C après 15 minutes ou 3h, mais les valeurs sont tout de même légèrement inférieures à celles à 20°C . Ces légères différences pourraient indiquer que l'eau forme quelques hydrates (potentiellement avec le ciment) si elle n'est pas rapidement chassée du géopolymère par séchage.

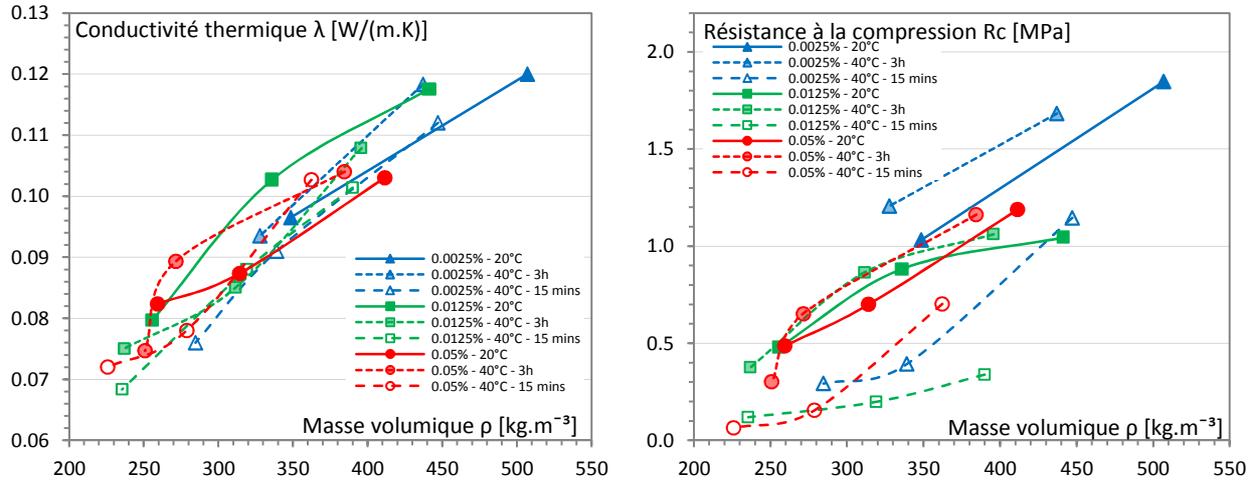
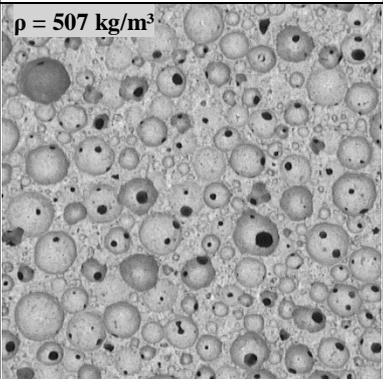
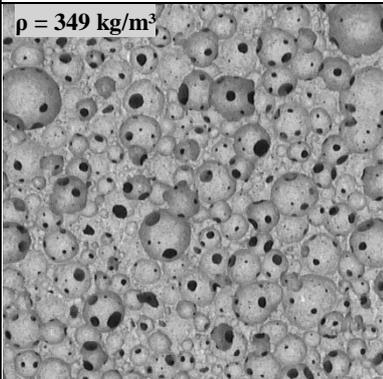
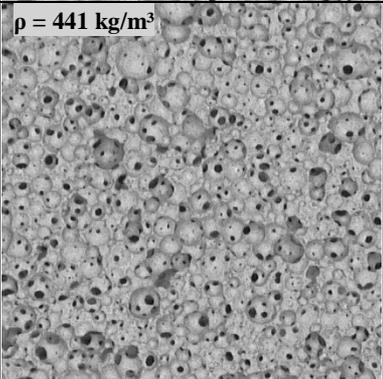
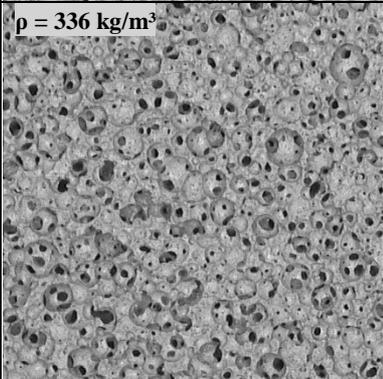
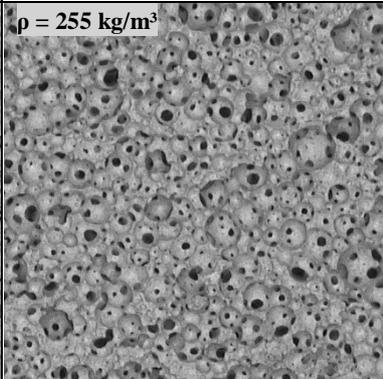
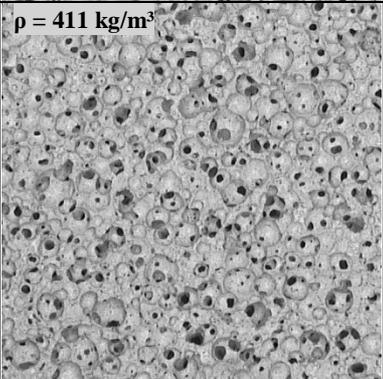
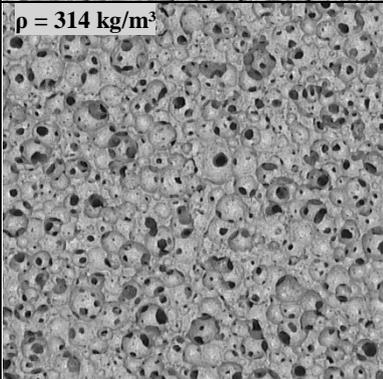
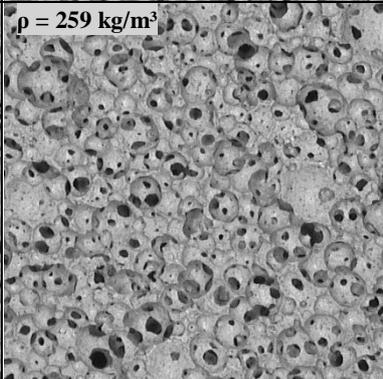


Figure 6. Conductivité thermique (a) - Résistance mécanique (b).

L'évolution de la conductivité thermique pour les neuf mousses est présentée sur la Figure 6 - a. La conductivité thermique n'est pas très sensible aux conditions de cure ou à la quantité de tensioactif. La conductivité thermique est très fortement corrélée à la masse volumique. En revanche, les performances mécaniques dépendent beaucoup de la cure réalisée. La cure à 40°C après 15 minutes est à proscrire puisqu'elle fournit les moins bonnes performances mécaniques, quel que soit le dosage en tensioactif considéré. Le chauffage des parois latérales peut avoir entraîné une prise plus rapide du matériau en périphérie. Ces mousses sont alors hétérogènes et moins solides. La seconde cure (40°C après 3h) permet une petite augmentation des résistances mécaniques (hormis pour $d = 0,05 \%$ et 2% d' H_2O_2). La structure porale étant figée par la prise, l'augmentation de résistance ne peut s'expliquer que par une augmentation de la résistance de la matrice. Les cendres volantes ont généralement besoin d'une température supérieure à la température ambiante pour s'activer.

Enfin, la comparaison de résistances obtenues à 20°C indique que les résistances sont maximales pour un dosage en tensioactif faible. La résistance des mousses minérales dépend fortement de la structure porale. Le Tableau 3 présente les structures porales des mousses conservées à 20°C . La structure porale est fortement impactée par le dosage en tensioactif et la quantité d' H_2O_2 . Quelle que soit la quantité d' H_2O_2 considérée, un faible dosage en tensioactif correspond à une structure porale avec de plus grosses bulles. À l'état initial, la pâte est dense et contient nécessairement des bulles entraînées lors du malaxage. Le dégagement d' H_2 crée de nombreuses bulles qui finissent par se rencontrer sous l'effet de la montée de la mousse. En fonction de la quantité de tensioactif présente, ces bulles peuvent coalescer ou se retrouver séparées par des membranes aqueuses de tensioactif. Une faible quantité de tensioactif est donc associée à davantage de coalescence. Le nombre de bulles diminue et le rayon moyen augmente (Tableau 3 - $d = 0,0025 \%$). Un dosage plus important en tensioactif limite ces phénomènes de coalescence, les bulles sont plus nombreuses, la structure porale est plus fine (Tableau 3 - $d = 0,05 \%$). Au regard des performances mécaniques obtenues, il semblerait qu'une structure porale composée de grandes bulles soit favorable aux performances mécaniques. En plus d'avoir une action sur la structure porale, le tensioactif peut également pénaliser le durcissement de la matrice. Ces phénomènes ont été mis en évidence pour une matrice de sulfate de calcium dans les travaux de Samson [Sams15]. En présence de géopolymères, les mécanismes entraînant le durcissement de la matrice sont très différents, mais une quantité importante de tensioactif peut également altérer les performances de la matrice et donc celle de la mousse.

Tableau 3. Évolution de la structure porale en fonction du dosage en H₂O₂ et tensioactif. Échelle 1/4.

		Quantité d'H ₂ O ₂		
		1 %	1,5 %	2 %
Dosage en tensioactif	0,0025 %	$\rho = 507 \text{ kg/m}^3$ 	$\rho = 349 \text{ kg/m}^3$ 	Coalescence
	0,0125 %	$\rho = 441 \text{ kg/m}^3$ 	$\rho = 336 \text{ kg/m}^3$ 	$\rho = 255 \text{ kg/m}^3$ 
	0,050 %	$\rho = 411 \text{ kg/m}^3$ 	$\rho = 314 \text{ kg/m}^3$ 	$\rho = 259 \text{ kg/m}^3$ 

5. Conclusion

La production de mousses minérales à base de géopolymères présentant de bonnes performances thermo-mécaniques a été effectuée. La recherche d'une proportion optimale entre métakaolin, cendres volantes et extrait sec de solution alcaline est réalisée. Le mélange optimal est obtenu avec 25 % d'extrait sec de solution alcaline, 62,5 % de métakaolin et 12,5 % de cendres volantes. Les mousses minérales sont produites par insertion d'une quantité variable d'H₂O₂ (1, 1,5 et 2 %) au sein de la suspension minérale. Un tensioactif est utilisé (3 dosages différents) afin d'assurer le maintien de la structure porale jusqu'à la prise. Les mousses de géopolymères présentent des masses volumiques apparentes faibles ($225 < \rho < 506 \text{ kg/m}^3$) associées à de faibles conductivités thermiques ($0,07 < \lambda < 0,12 \text{ W/(m.K)}$). Une influence significative du dosage en tensioactif sur la structure porale est démontrée. Une faible dose en tensioactif conduit à une structure porale constituée de bulles plus grosses. Cette structure porale permet d'atteindre les meilleures performances mécaniques. Enfin, une cure de 7 jours à 40°C réalisée après la fin de la montée de mousse permet d'augmenter les performances des mousses produites. L'utilisation d'une température de cure pourrait probablement activer davantage les cendres volantes et conduire encore à de meilleures performances thermo-mécaniques.

6. Bibliographie

- [ArBE10] ARELLANO AGUILAR, R. ; BURCIAGA DIAZ, O. ; ESCALANTE GARCIA, J. I.: Lightweight concretes of activated metakaolin-fly ash binders, with blast furnace slag aggregates. In: *Construction and Building Materials* Bd. 24 (2010), Nr. 7, S. 1166-1175
- [DFPL06] DUXSON, P. ; FERNANDEZ-JIMENEZ, A. ; PROVIS, J. L. ; LUKEY, G. C. ; PALOMO, A. ; DEVENTER, J. S. J. VAN: Geopolymer technology: the current state of the art. In: *Journal of Materials Science* Bd. 42 (2006), Nr. 9, S. 2917-2933
- [Pouh15] POUHET, RAPHAËLLE: Formulation and durability of metakaolin-based geopolymers (PhD Thesis). LMDC Toulouse, France, 2015
- [SaCE13] SAN NICOLAS, R. ; CYR, M. ; ESCADEILLAS, G.: Characteristics and applications of flash metakaolins. In: *Applied Clay Science* Bd. 83-84 (2013), S. 253-262
- [Sams15] SAMSON, GABRIEL: Synthèse et propriétés de mousses minérales (PhD Thesis). LGCGM Rennes, 2015
- [ZPRW14] ZHANG, ZUHUA ; PROVIS, JOHN L. ; REID, ANDREW ; WANG, HAO: Geopolymer foam concrete: An emerging material for sustainable construction. In: *Construction and Building Materials* Bd. 56 (2014), S. 113-127