



# Analyse de la stabilité structurale de la smectite sous hautes pressions et hautes températures

*Frederico Alabarse*

Directeur de Thèse: Prof. Dr. Rommulo Vieira Conceição

Co-directeur de Thèse : Profa. Dra. Naira Maria Balzaretti



**Journée scientifique  
Montpelliéraine  
autour de la pression**  
*UM2 - France*

**Master Thèse, Octobre 2009.**  
*Porto Alegre - Brésil*



# ***Structure des smectites***

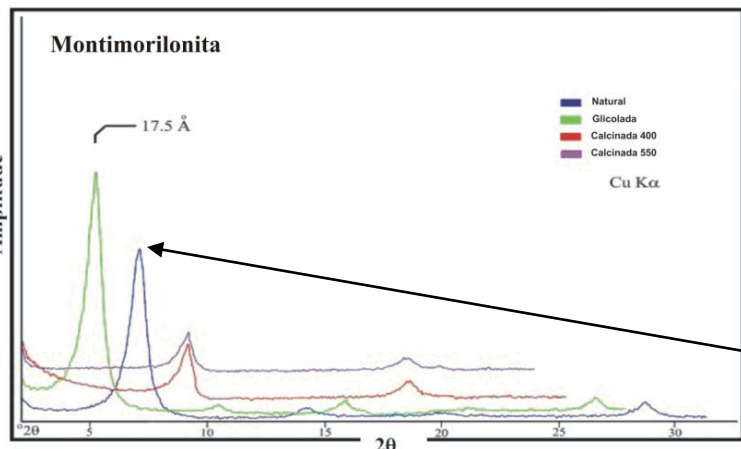
Les bentonites sont des roches provenant de l'altération du matériel volcanique: cenres volcaniques.

Les cenres volcaniques, lorsqu'elles se déposent au fond de la mer ou un lac continental forment de minéraux du groupe de la smectite, principalement montmorillonite.



# Organisation structurale de la smectite

Avec l'hydratation il y a l'expansion de l'argile.

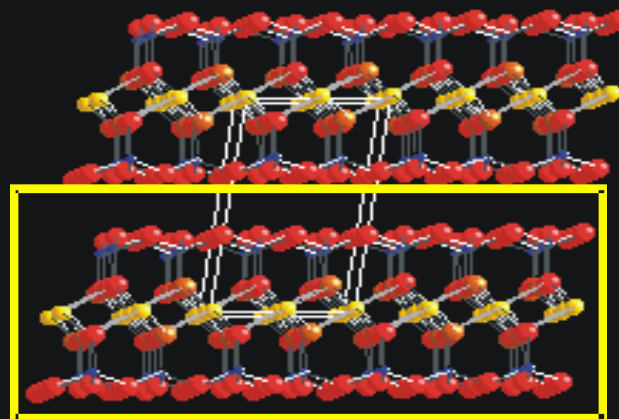


Rayons X de la Montmorillonite

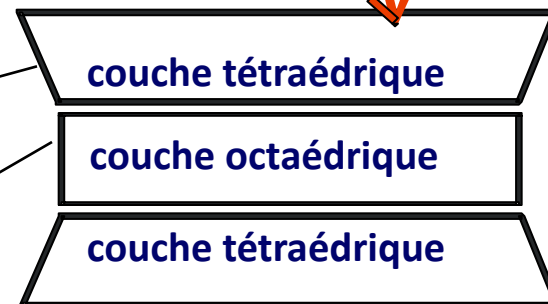
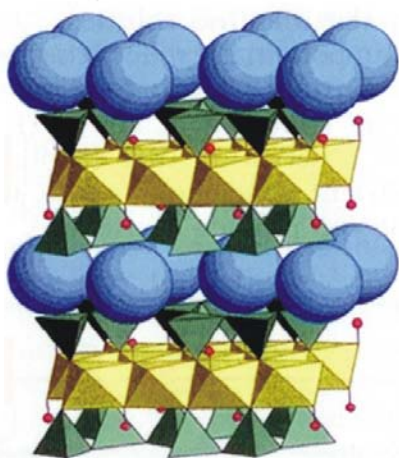
Structure de la smectite

structure 2:1

14,4 - 15,6 Å

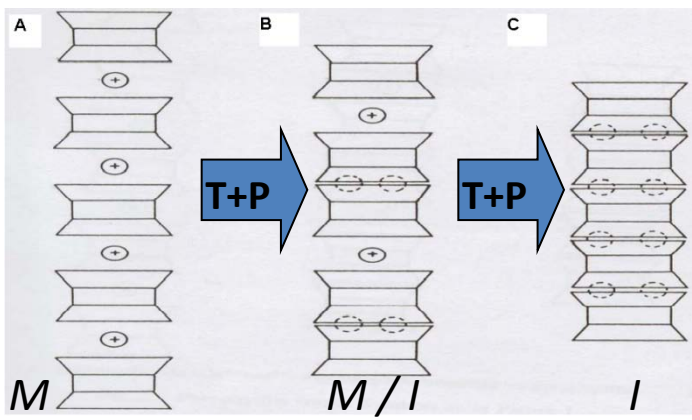
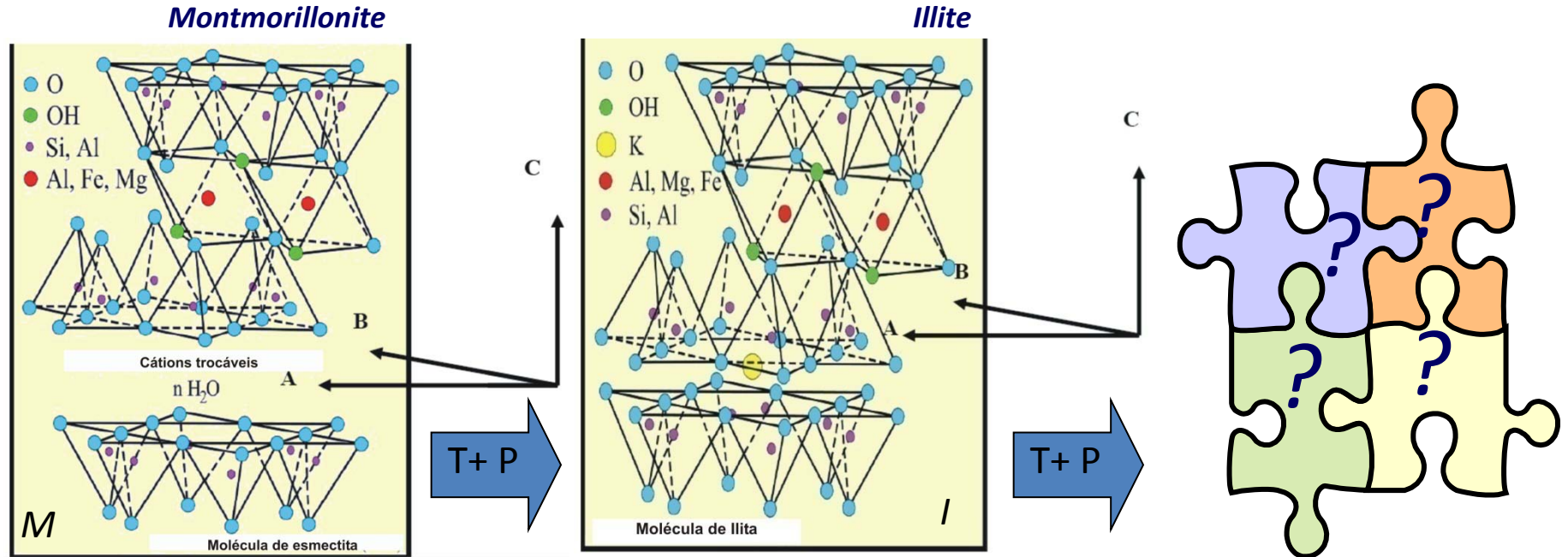


Lamelles avec une charge négative sur la surface des tétraèdres



cations interlamellaires

# Température et pression : montmorillonite, illite et ?



*phase D ?*

*Quels sont le nouveaux minéraux formés après application de la température et de la pression ?*

## *Applications technologiques et motivation*

- **Des déchets radioactifs - Ingénierie de la barrière**
  - Conséquence de la demande croissante d'énergie nucléaire en tant que matrice énergétique.
- **Pétrole**
  - Comprendre le mécanisme de la transformation smectite-illite.
- **Géologie - les zones de subduction**
  - La vérification expérimentale des conditions de pression et de température dans l'asthénosphère.
- **Matériaux**
  - Pour étudier la stabilité de la structure de la smectite à hautes pressions et hautes températures.

## *Objectifs*

- **Hautes pressions :**
  - Analyse de la structure de la smectite sous hautes pressions.
- **Hautes pressions et hautes températures :**
  - Analyse de la structure de la smectite à hautes pressions et hautes températures.
  - Caractérisation des minéraux formés à hautes pressions et hautes températures de la bentonite.

## Méthodologie



*cellule à enclume de diamants*

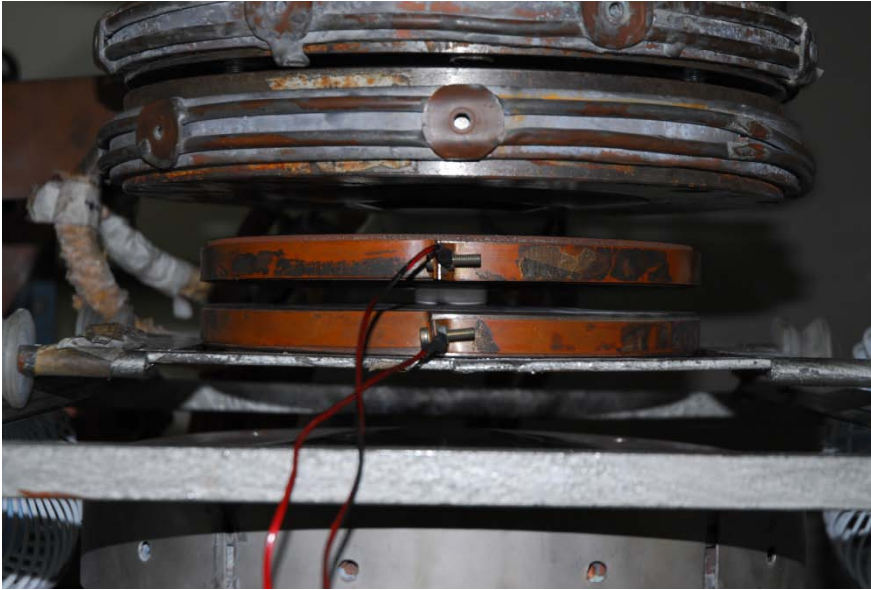
Expériences :

1. Hautes pressions - l'analyse de FTIR *in situ* avec une cellule à enclume de diamants ;
2. Hautes pressions et hautes températures – presse hydraulique de 1000T ;

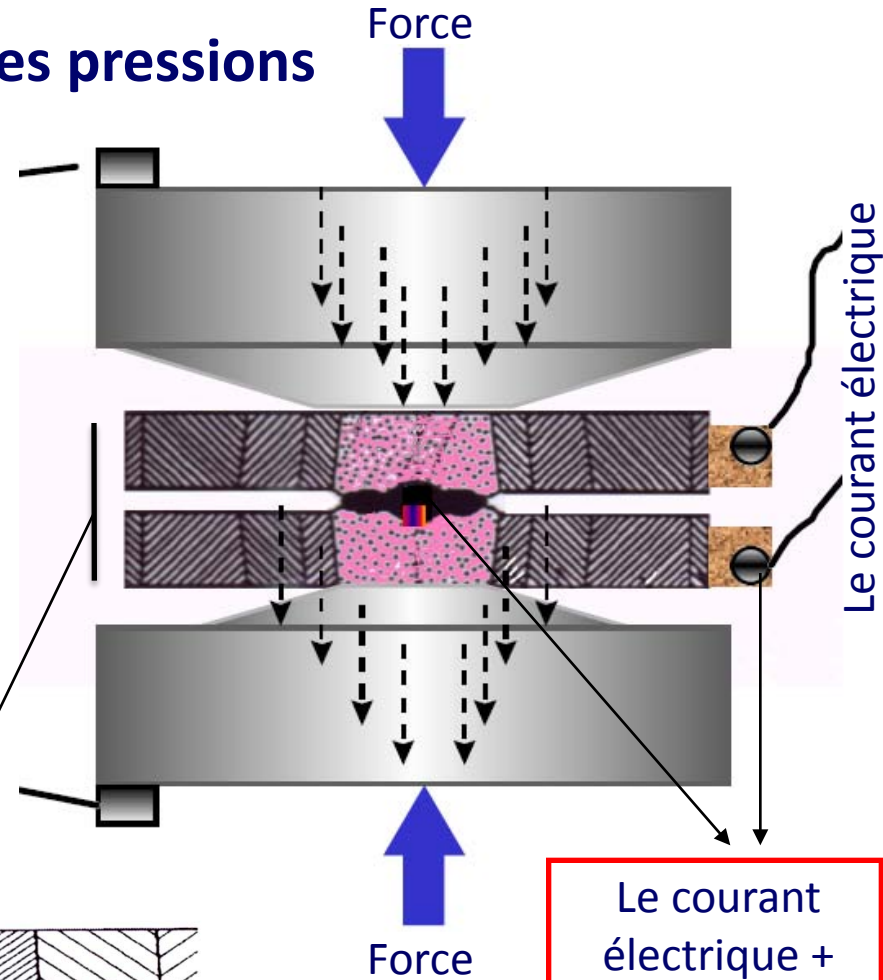
Analyses - la caractérisation de l'échantillon et les échantillons traités :

- Diffraction des rayons X (DRX) ;
- Spectroscopie infrarouge (FTIR) ;
- Fluorescence de rayons X (FRX) ;
- Microscopie électronique à balayage (MEB) ;
- Spectroscopie des rayons X (EDS) ;
- L'analyse thermogravimétrique (ATG) ;
- Surface spécifique ;

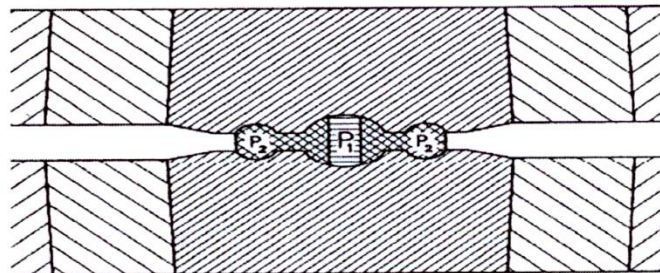
# Presse hydraulique : système de hautes pressions et hautes températures



presse hydraulique



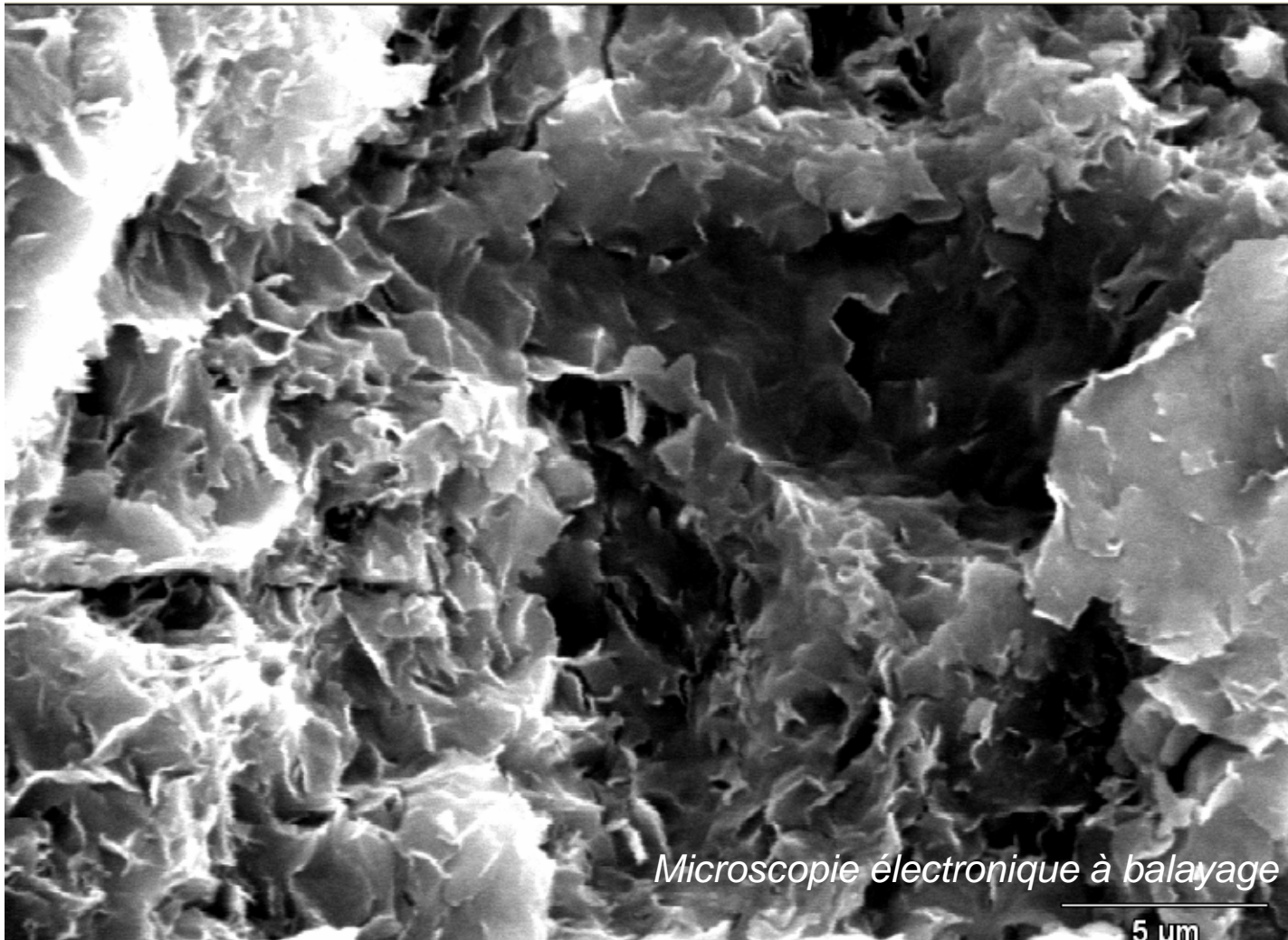
pression isostatique



Le courant électrique +  
four en graphite =  
Chauffage !



# Microscopie électronique à balayage

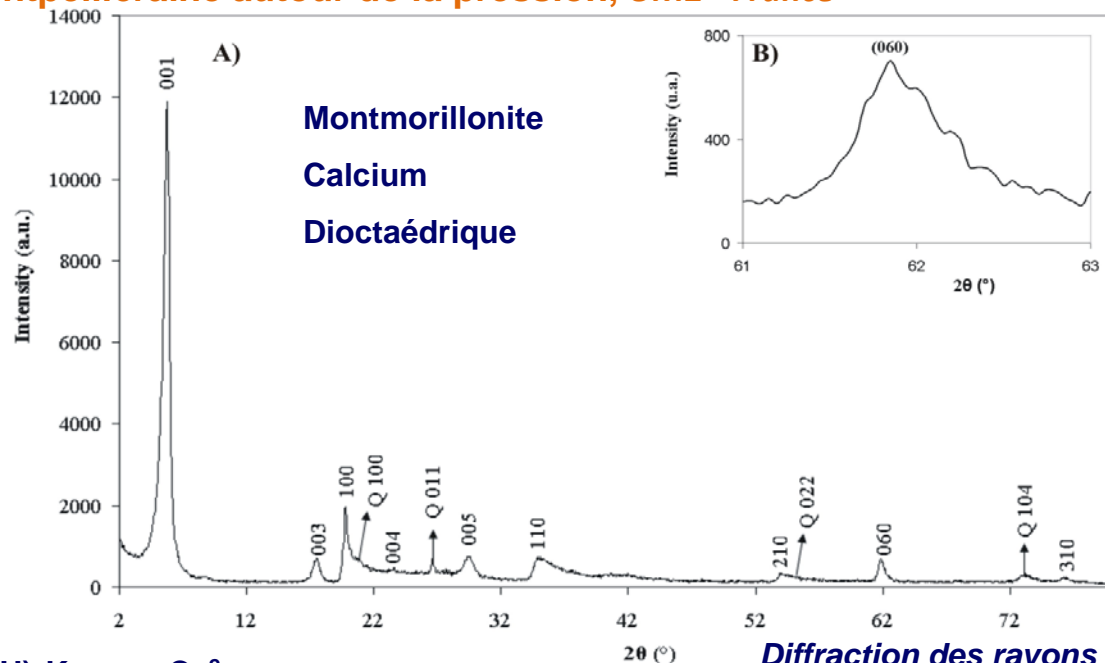


**Bentonite**

# Caractérisation de l'échantillon

Surface spécifique 67m<sup>2</sup>/g

Fluorescence de rayons X

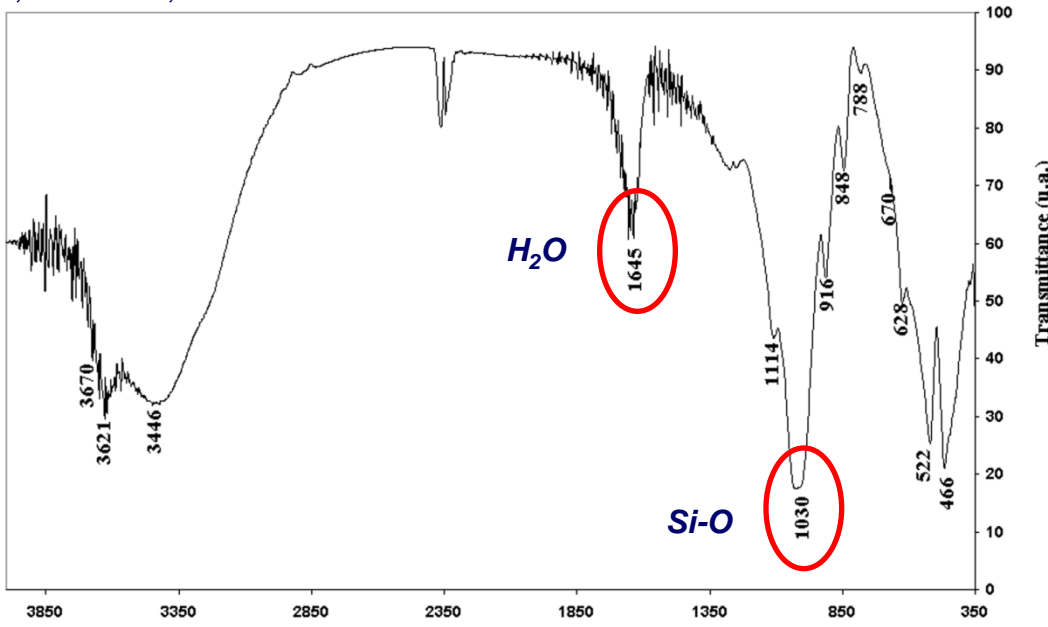


Diffraction des rayons X



## L'analyse thermogravimétrique

(i) 50 - 200°C	8,70 %
(ii) 200 - 500°C	1,37 %
(iii) 500 - 800°C	2,85 %
<b>Total:</b>	<b>12,92 %</b>

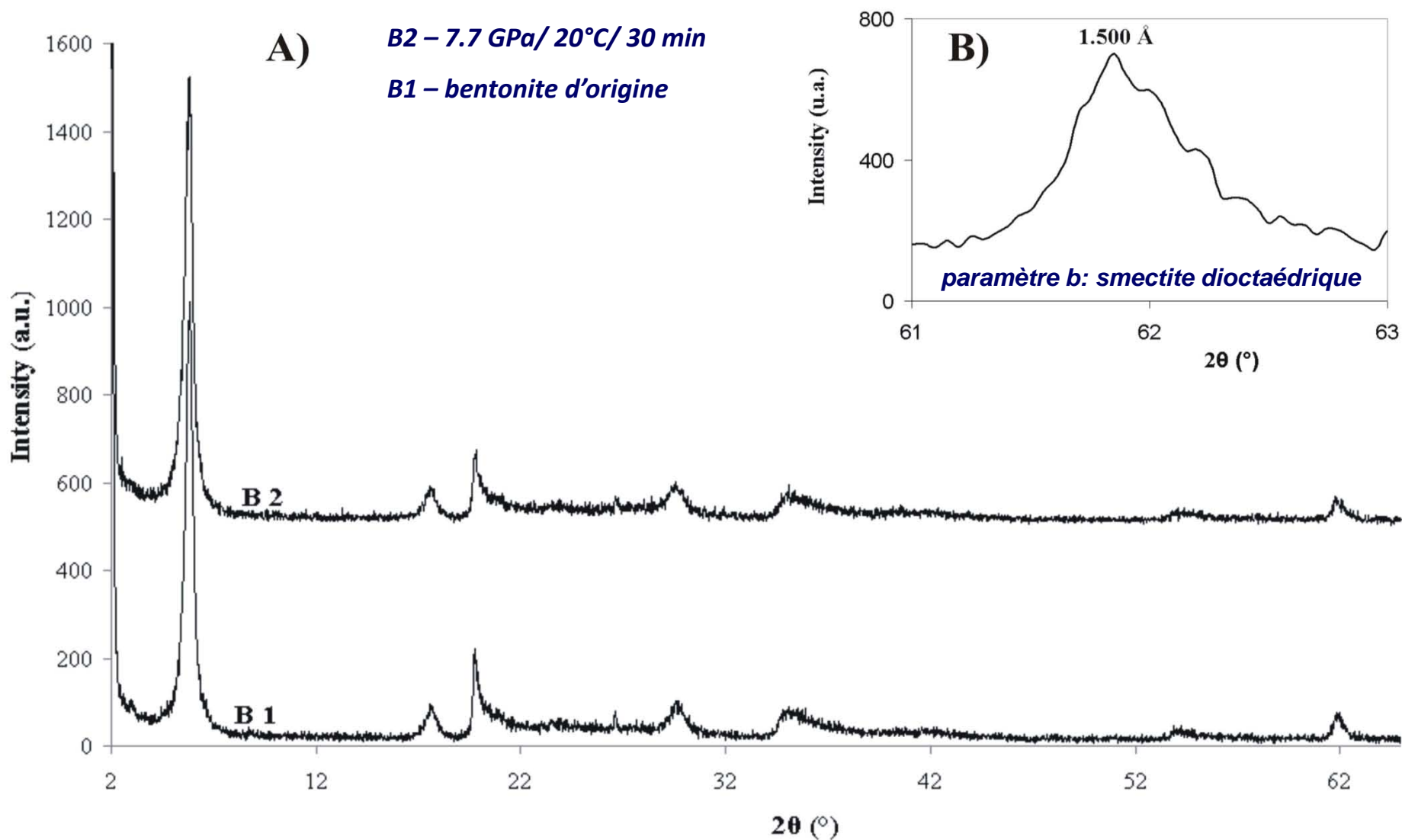


Spectroscopie infrarouge

# *Hautes pressions*

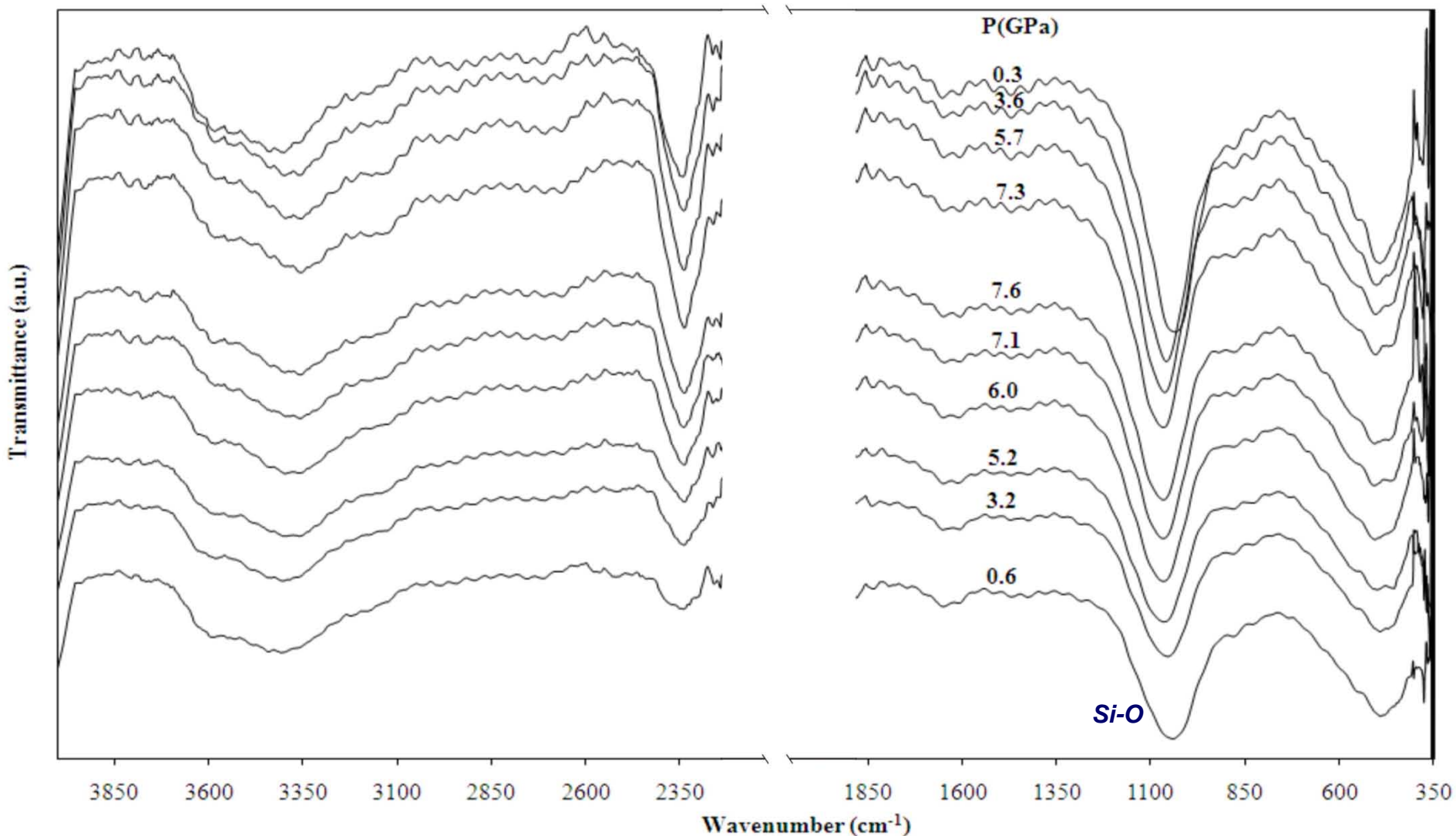
## Hautes pressions - Diffraction des rayons X

**Bentonite, après traitement à 7.7 GPa et la température ambiante pendant 30 min**



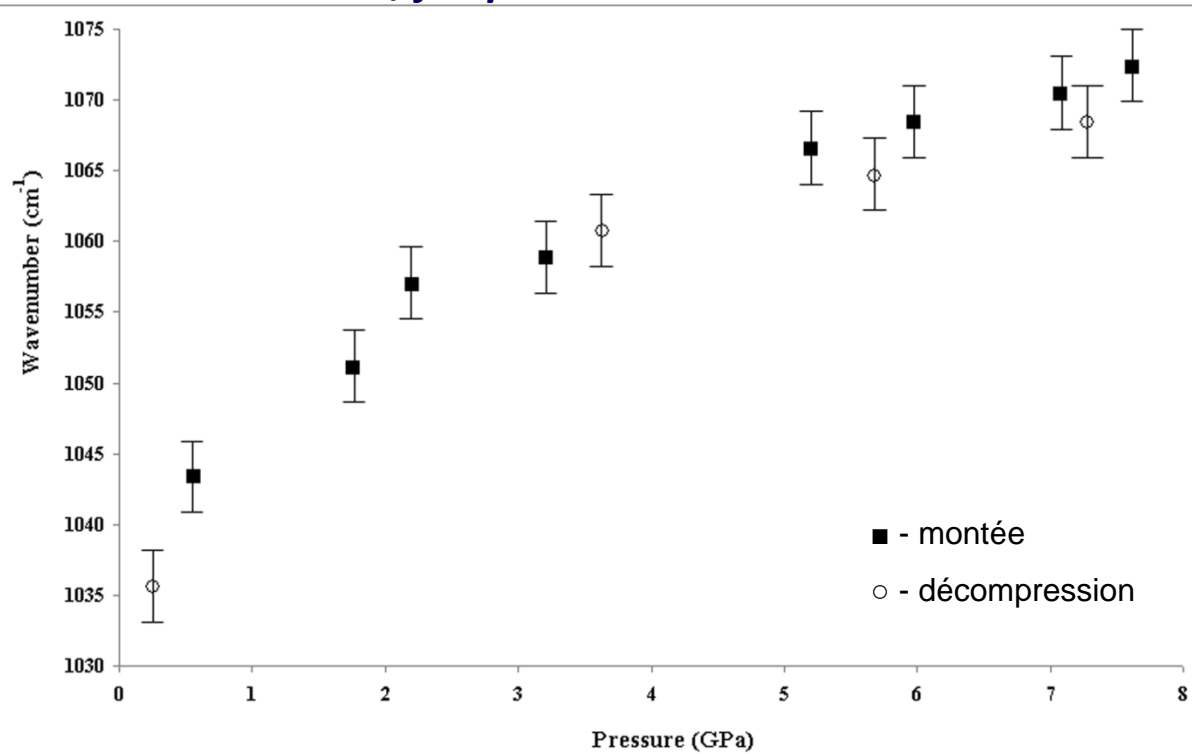
# Hautes pressions - l'analyse de FTIR *in situ* avec une cellule à enclume de diamants

1% bentonite en KBr, jusqu'à 7.6 GPa



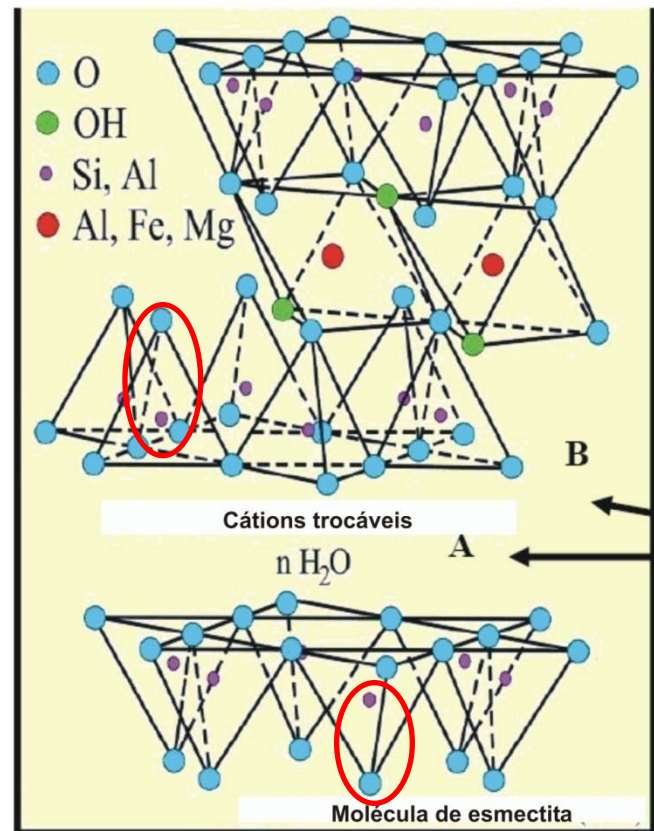
# Hautes pressions - l'analyse de FTIR *in situ* avec une cellule à enclume de diamants

1% bentonite en KBr, jusqu'à 7.6 GPa



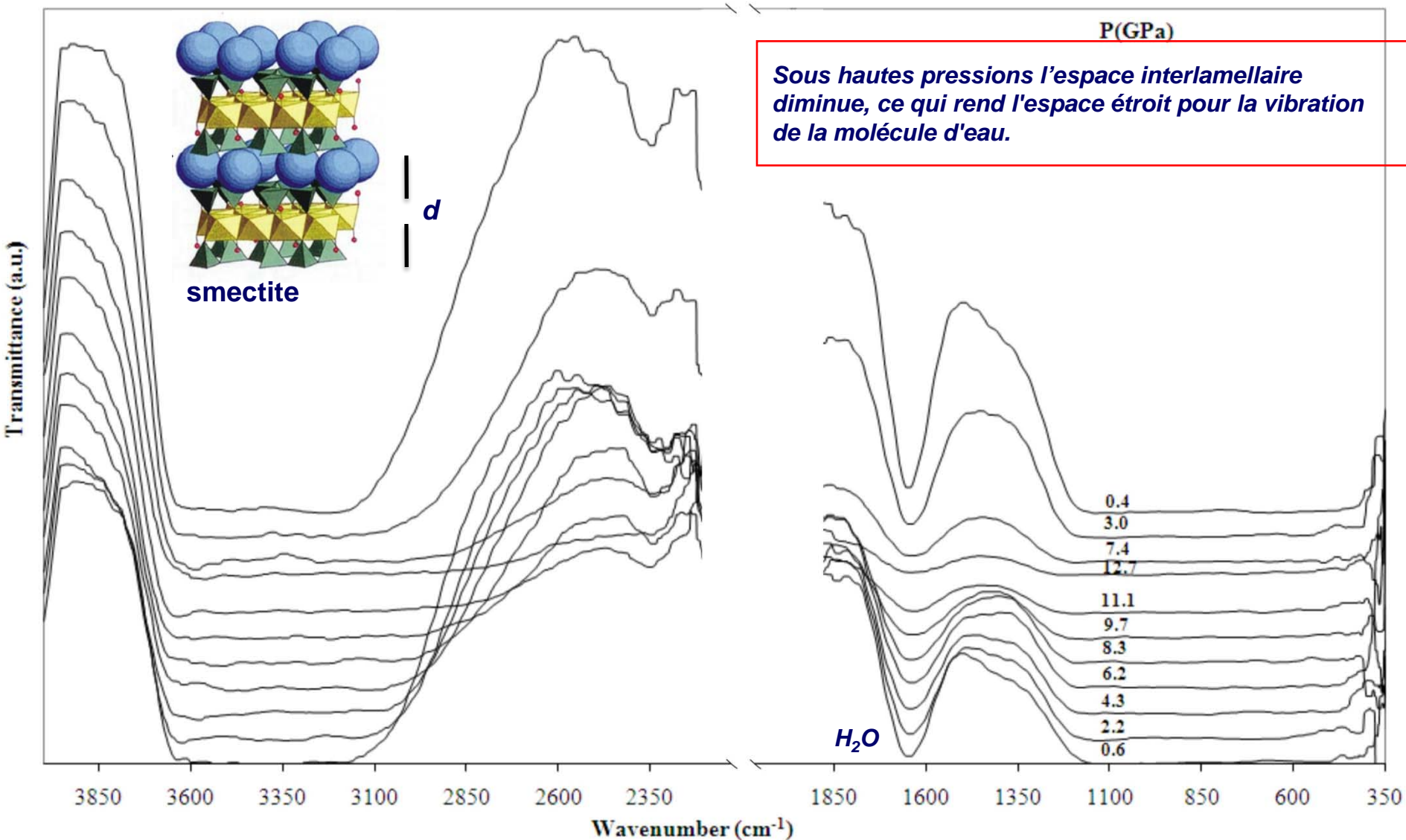
*comportement réversible,  
la liaison Si-O se déforme  
élastiquement*

**Variation de la fréquence de vibration (étirement de l'oxygène apical, 1050 cm<sup>-1</sup>) en fonction de la pression appliquée sur les liaisons Si-O à la base des tétraèdres.**



# Hautes pressions - l'analyse de FTIR *in situ* avec une cellule à enclume de diamants

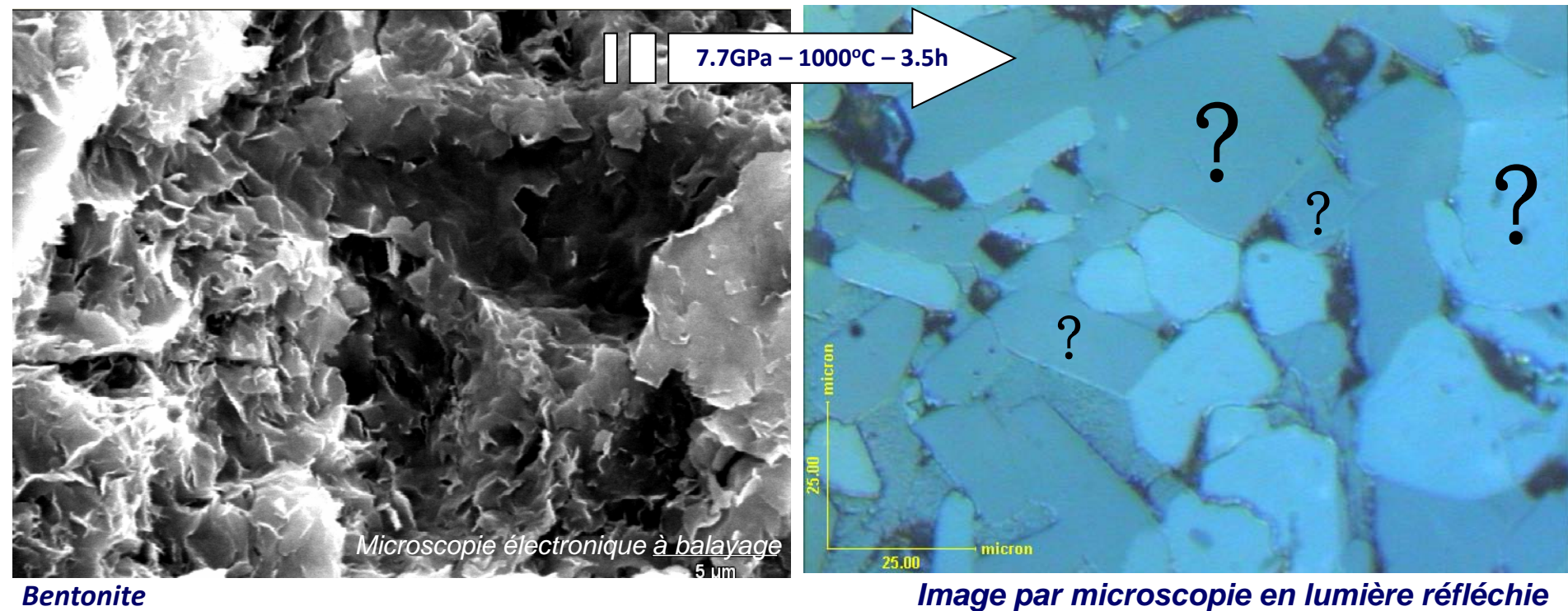
pure bentonite, jusqu'à 12.66 GPa



# *Hautes pressions et hautes températures*



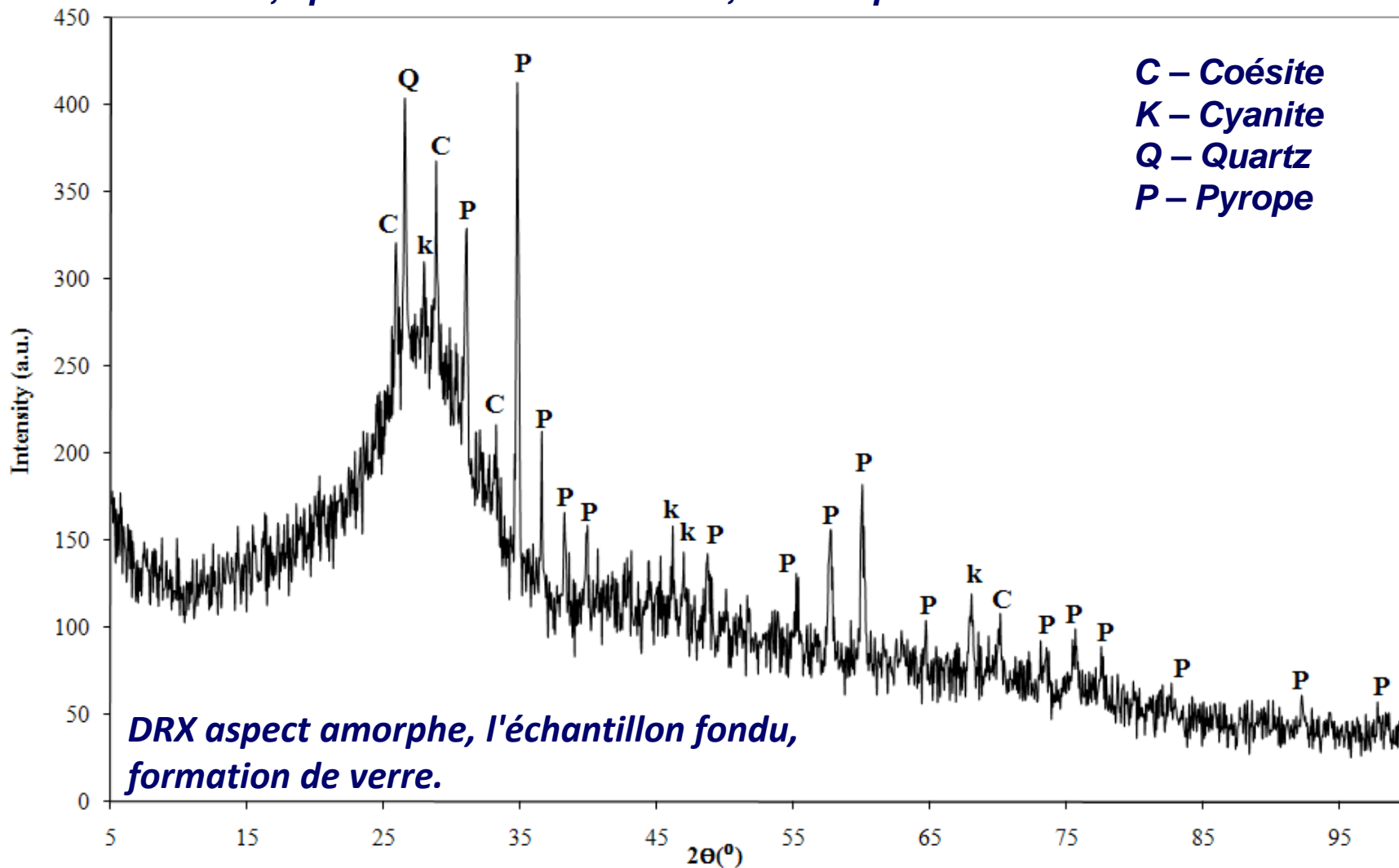
## *Hautes pressions et hautes températures*



***Bentonite: traitement à 7.7 GPa, 1000°C pendant 3.5 h***

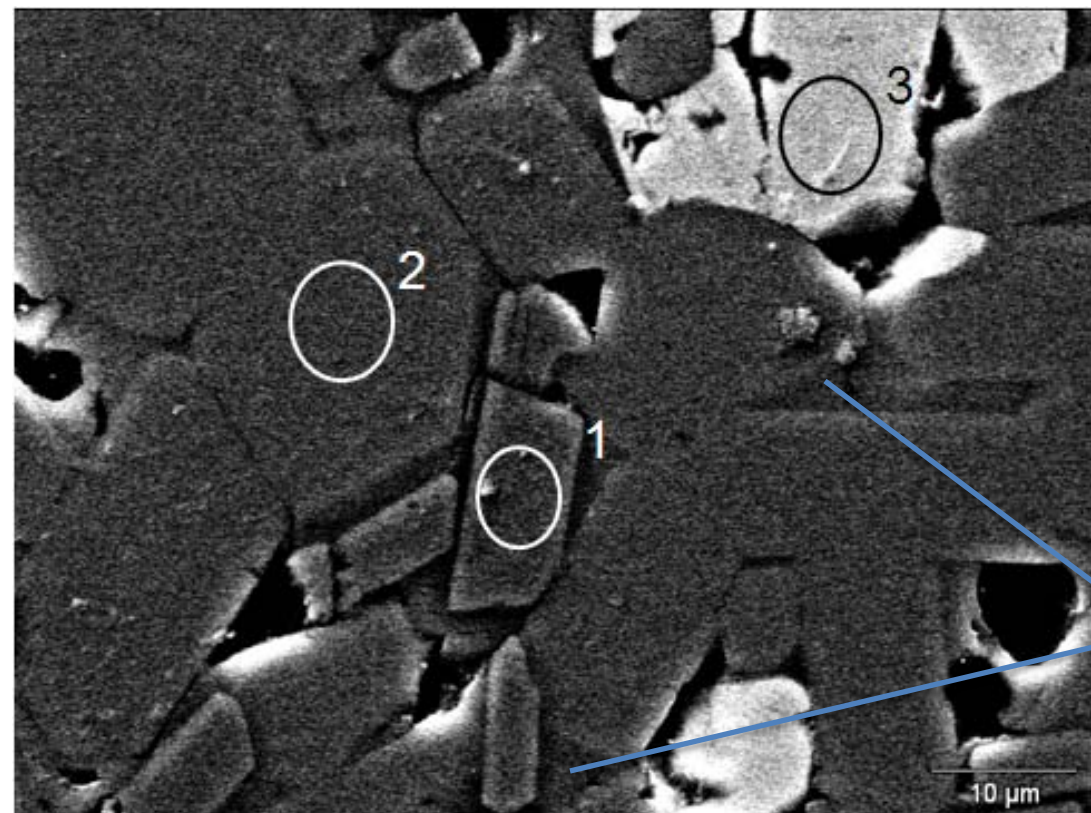
## Hautes pressions et hautes températures - Diffraction des rayons X

*Bentonite, après traitement à 7.7 GPa, 1000°C pendant 3.5 h*



# Microscopie électronique à balayage et Spectroscopie des rayons X

*Bentonite, après traitement à 7.7 GPa, 1000°C pendant 3.5 h*



MEB

1 – Cyanite ;  
 2 – Coésite / Quartz ;  
 3 – Pyrope.

verre

**La composition chimique des principaux éléments obtenue par l'analyse EDS. Les valeurs sont en pourcent.**

Region	Na <sub>2</sub> O	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Total
A1	0,00	2,18	58,38	37,96	0,00	0,15	0,00	0,00	98,65
A2	0,49	0,09	3,41	95,39	0,12	0,00	0,00	0,00	99,49
A3	0,61	14,50	20,71	42,27	0,10	8,31	0,72	11,88	99,11

## Conclusions

1. Smectite à hautes pressions : jusqu'à 7.7 GPa, la diffraction des rayons X a montré que la structure de la smectite est stable à température ambiante. La structure reste dioctaédrique après le traitement.
2. L'analyse de FTIR *in situ* avec une cellule à enclume de diamants : l'échantillon est stable et les changements observés dans les modes de vibration sont réversibles. La fréquence de vibration de la liaison Si-O de la structure tétraédrique varie en fonction de la pression appliquée de façon réversible.
3. Smectite sous hautes pressions et hautes températures : 1000°C sous 7.7 GPa pour 3.5 h, la smectite dans l'étude s'est transformée en quatre minéraux: *Cyanite*, *Coésite*, *Quartz* et *Pyrope* avec formation du verre, qui représente la partie fondue du matériau.



Porto Alegre - Brazil

Questions ?

Obrigado por sua atenção!

(Merci de votre attention !)

## Remerciements



Contact : [frederico@lpmc.univ-montp2.fr](mailto:frederico@lpmc.univ-montp2.fr)