



Journal of Materials and Engineering Structures

Research Paper

Etude de la pouzzolanité de deux argiles de Kindia (Guinée) en vue de leur utilisation dans la formulation de liant hydraulique

Study of the pozzolanicity of two clays from Kindia (Guinea) with a view to their use in the formulation of hydraulic binder

Y. Balde ^{a, b} *, C.N. Djangang ^a, O.T. Balde ^b, P. Blanchart ^c, D. Njopwouo ^a

^a Département de Chimie Inorganique, Université de Yaoundé I, BP 812 Yaoundé, Cameroun.

^b Département de Chimie, Université Gamal Abdel Nasser de Conakry, BP 1147 Conakry, Guinée.

^c Institut de Recherche en Céramique – IRCER, 12 rue Atlantis 87068 Limoges, France

ARTICLE INFO

Historique de l'article :

Recu : 24 avril 2021

Révisé : 7 juin 2022

Accepté : 12 juin 2022

Mots clés:

Argile

Pouzzolanité

Liant hydraulique

Débélé

Keywords :

Clay

Pozzolanicity

Hydraulic binder

Debele

RESUME

Ce travail présente, dans un premier temps, les résultats d'essais de pouzzolanité de deux variétés d'argile, codifiées respectivement ABD et ARD, prélevées à Débélé. Dans un second temps, les propriétés physiques des mortiers obtenus à partir de ces deux argiles par substitution du ciment au taux de 20 % sont présentées et discutées. Le comportement mécanique des mortiers manifeste des variations acceptables avec des masses volumiques apparentes comprises entre 1,800 et 2,090 g/cm³. Les résistances mécaniques restent inférieures à celle du mortier témoin pour les hybrides à base d'argiles brutes, mais celles des hybrides à base d'argiles calcinées sont supérieures à celle du mortier témoin au-delà du 28^{ème}. Ces résultats attestent le caractère pouzzolanique des argiles de Débélé et constituent une contribution pour leur valorisation dans la formulation des liants hydrauliques.

ABSTRACT

This work presents, firstly, the results of pozzolanicity tests on two varieties of clay, codified respectively ABD and ARD, taken at Débélé. In a second step, the physical properties of the mortars obtained from these two clays by substitution of cement at a rate of 20% are presented and discussed. The mechanical behaviour of the mortars shows acceptable variations with apparent densities between 1.800 and 2.090 g/cm³. The mechanical resistance is lower than that of the control mortar for hybrids based on raw clays, but those of hybrids based on calcined clays are higher than that of the control mortar beyond the 28th. These results attest to the pozzolanic character of the Débélé clays and constitute a contribution to their valorisation in the formulation of hydraulic binders.

* Corresponding author. Tel.: +224 622 152 909.

E-mail address: baldez201073@yahoo.com

1 Introduction

Les grands édifices tels que les bâtiments pour habitat et autres ouvrages sont de gros consommateurs du matériau « mortier » servant de liant dans lequel des quantités non négligeables de ciment sont utilisées pour leur réalisation. En effet, le ciment portland, continue de faire l'objet de nombreuses investigations à la fois scientifiques et techniques pour améliorer ses propriétés d'usage, sa durabilité et son coût de revient. De plus, sa fabrication entraîne le dégagement des gaz à effet de serre (CO₂) qui constituent une préoccupation principale liée au respect des exigences environnementales. Par ailleurs, la substitution partielle d'une certaine quantité de ciment portland par des minéraux disponibles à moindre coût s'est démontrée avantageuse, non seulement du point de vue économique et écologique, mais aussi du point de vue de performance des produits [1-6].

Pour ces différentes raisons, la fabrication des ciments composés, par utilisation des additifs minéraux à caractère pouzzolanique, telles que les argiles, finement broyées et/ou calcinées, représente un double intérêt ; d'une part, elles permettent de diminuer les émissions de CO₂ dès lors que la consommation de ciment diminue et d'autre part, elles favorisent l'obtention des liants moins coûteux et qui impulsent la dynamique de valorisation des matières locales, très disponibles [7, 8]. L'un des critères de choix d'additif minéral pouzzolanique réside dans l'aptitude de celui-ci à répondre aux dispositions de la norme ASTM C125-07. En effet, une Pouzzolane est un matériau siliceux ou silico-alumineux, qui ne possède pas lui-même de propriétés liantes mais qui, sous forme finement divisée et en présence d'humidité, réagit chimiquement avec l'hydroxyde de calcium (CH) à température ordinaire pour former des composés possédant des propriétés liantes [9]. Un matériau est donc dit pouzzolanique si, en présence d'eau, il présente la propriété de se combiner avec la chaux pour former un liant. Puisque c'est le caractère pouzzolanique d'un matériau qui en fait une pouzzolane, soit naturelle, soit artificielle, sont rangés sous cette dénomination des matériaux qui n'ont aucune parenté géologique entre eux. Dans des conditions requises, les pouzzolanes forment des silicates de calcium hydratés, semblables à ceux produits par l'hydratation du silicate tricalcique (C3S) (C3A.SiO₂), composé principal du ciment Portland selon la réaction suivante [10, 11]:



Il a été constaté que la réaction pouzzolanique consomme de l'hydroxyde de calcium ou Portlandite (CH), contrairement à l'hydratation du clinker qui en libère. Plusieurs recherches ont été effectuées pour évaluer l'activité pouzzolanique des matériaux et des produits qui en résultent. Il en ressort que l'activité pouzzolanique des matériaux est essentiellement liée à la teneur en silice et en alumine réactives, à la structure amorphe ou encore au désordre cristallin des phases minérales qui les constituent [12, 13]. Ce qui laisse croire que l'aptitude des pouzzolanes à fixer la portlandite en présence d'eau dépend de ces différents facteurs en relation avec la taille des particules et leur surface spécifique [3, 8, 14, 15]. L'interaction pouzzolane – portlandite aboutit, du point de vue chimique et minéralogique, à plusieurs composés pouvant agir efficacement à l'amélioration des propriétés rhéologiques, mécaniques et de la durabilité des bétons et mortiers [16-19]. Les principaux produits qui en résultent sont le silicate de calcium hydraté (CSH) et l'Aluminate tétracalcique hydraté (C4AH13). A côté de ceux-ci, ils se forment, sous certaines conditions, la Gehlénite hydratée (C2 ASH8), l'Ettringite (3CaO.Al₂O₃.3SO₄Ca.32H₂O) ainsi que le monosulfoaluminate (3CaO.Al₂O₃.CaSO₄.12H₂O) [12, 20].

Par ailleurs, malgré l'intensification de la consommation des additifs minéraux à caractère pouzzolanique, tels que les argiles, leur utilisation reste très peu développée dans certains pays comme la Guinée. Les matériaux argileux s'y retrouvent en abondance sur toute l'étendue du territoire, mais leur utilisation reste toutefois très limitée [21]. En effet, ces matériaux argileux ne sont jusqu'ici exploités que pour la poterie artisanale. Pourtant, ces ressources peuvent être transformées en matériaux de construction de base pour les murs, toitures et sols afin d'apporter une solution à la précarité du logement qui reste encore une préoccupation du pays [22]. Après une première étude sur les deux variétés d'argile [21], consacrée à leur caractérisation physico-chimique, minéralogique et comportement thermique, le présent travail porte sur l'étude de pouzzolanité de ces matériaux. Ce qui permettra la valorisation de ces ressources minérales dans la formulation de liant hydraulique, plus respectueux de l'environnement, avec à la clé des possibilités d'investissement et de création d'emploi.

2 Matériels et méthodes

2.1 Présentation des matériaux utilisés

2.1.1 Ciment

Le ciment utilisé est de type ROBUST fabriqué par la société CIMENCAM (Cimenterie du Cameroun) obtenu sur le marché. Son appellation normative est : NC CEM II/B-P 42,5 R. Ses caractéristiques physico-chimiques, fournies par le fabricant, sont consignées au Tableau 1.

Tableau 1 – Caractéristiques du ciment utilisé

Paramètres	Clinker (%)	Pouzzolane (%)	Gypse (%)	SS (m^2/g)	Densité (g/cm^3)	Rc à 28j (MPa)	Reference
Valeurs	65 - 79	21 - 35	3,5	3.8 – 4.1	3.06	42,5	NC 234/ 2017

2.1.2 Sable

L'agrégat utilisé est un sable reconstitué (normalisé) à partir d'un mélange de sable du fleuve Sanaga (Cameroun) et de fines particules. Les paramètres physiques du sable sont résumés dans le Tableau 2.

Tableau 2 : Caractéristiques physiques du sable normalisé

Paramètres	Module de finesse (%)	Équivalent de sable (%)		masse volumique absolue ρ (g/cm^3)
		Visuel	Piston	
Valeurs	2,30	89,61	89,55	2,63

2.1.3 Eau de gâchage

L'eau de gâchage utilisée pour la confection des mortiers est une eau distillée.

2.1.4 Argiles

Deux échantillons d'argiles étiquetés ABD et ARD ainsi que leur forme calcinée à 600°C (ABDc et ARDc) ont été utilisés dans ce travail. La Figure 1 illustre la photographie des échantillons bruts. Récoltées dans la localité de Débélé (Kindia, Guinée) et transportées au Laboratoire Physico-chimie des Matériaux Minéraux de l'Université de Yaoundé 1, les argiles ont été exposées à l'air libre pour séchage afin d'éliminer l'eau d'humidité. Les morceaux sont ensuite trempés dans l'eau pendant 24 heures, puis l'ensemble est homogénéisé pour obtenir une barbotine qui a subi un tamisage à 75 μm . Ce tamisage humide s'est fait sans refus, ce qui indique que les deux échantillons d'argile ne contiennent pas des particules grossières souvent rencontrées sous forme de sable dans les matériaux argileux. Les tamisats sont alors décantés pendant 24 heures, l'eau surnageant est versée et les résidus séchés à l'air libre puis à l'étuve à 110°C pendant 24 heures. Les poudres obtenues sont dénommées ABD et ARD. Les caractéristiques physico-chimiques et minéralogiques des deux argiles sont consignées dans le Tableau 3.



Figure 1 – Aspects des échantillons d'argile brute de la localité de Débélé (Kindia, Guinée)

Tableau 3 – Composition chimique et minéralogique des argiles des argiles [21]

Composants	ABD	ARD
Paramètres physiques		
Densité absolue (g/cm^3)	2,4	2,5
Surface spécifique active (m^2/g)	42,2	23,3
Composition chimique		
SiO ₂	52,40	51,20
Al ₂ O ₃	30,90	30,40
Fe ₂ O ₃	1,80	3,70
K ₂ O	5,90	4,80
TiO ₂	1,60	1,60
MgO	0,50	0,40
CaO	0,10	0,10
Na ₂ O	0,20	0,10
P ₂ O ₅	0,10	0,10
Cr ₂ O ₃	0,02	0,02
SO ₃	0,13	0,030
MnO	<0,01	<0,01
LOI	6,20	7,50
Total	99,74	99,96
Composition mineralogical (%)		
Kaolinite	57,4	55,1
Muscovite	27,0	19,9
Quartz	11,3	18,3
Hématite	1,8	/
Anatase	1,6	1,6
Gibbsite	0,6	0,5
Goethite	/	4,6
Total	99,70	100,00

2.2 Méthodes expérimentales

La proportion des phases amorphes, dans les échantillons bruts et calcinés, a été déterminée par une méthode récemment utilisée par Tchakounté et al. (2013) et Baenla et al. (2019) qui consiste à attaquer successivement l'échantillon par des solutions concentrées de soude et d'acide chlorhydrique pour dissoudre les phases amorphes [14, 23]. Dans un bécher de 100 mL on introduit, successivement, 3 g d'échantillon dans 30 ml de solution de soude (8M). Le mélange est tiédi à 50 °C pendant 30 minutes. La solution est lavée avec de l'eau distillée et centrifugée à l'aide d'une centrifugeuse de marque Eppendorf type 5840 R à 3000 tours/minute pendant 5 minutes jusqu'à l'obtention d'un pH neutre. Le produit est ensuite traité avec 30 ml de solution de HCl (0,5M). La solution obtenue est à nouveau lavée et centrifugée jusqu'à pH neutre. Ensuite le résidu obtenu est séché d'abord à la température ambiante (25 ± 3 °C) puis dans une étuve à 70 °C pendant 24 heures. Il est pesé à l'aide d'une balance (Mettler H10) et le taux de phases amorphes (TA, en %) dans le matériau expérimenté est obtenu par l'équation 1 :

$$TA = 100 \times \frac{m_1 - m_2}{m_1} \quad (1)$$

m_1 et m_2 désignent respectivement la masse d'échantillon soumis à l'essai et la masse du résidu étuvé.

La pouzzolanité des échantillons a été déterminée conformément aux normes ASTM C618 et C109 et la norme française NF P18-513 [24, 25]. Un matériau est qualifié, théoriquement, de pouzzolane si sa composition chimique satisfait à l'inéquation : % Al₂O₃ + % SiO₂ + % Fe₂O₃ > 70% [26].

Après vérification de ce principe, l'activité pouzzolanique des échantillons a été évaluée par le Test de Chapelle Modifié [25] qui repose sur la définition du matériau pouzzolanique en tant que matériau capable de se lier à la Portlandite (CH) en solution aqueuse. Pour cela, 2 g de CaO ont été dissouts dans 250 mL d'eau distillée exempte de CO₂ pour former une solution de chaux hydratée ou portlandite (CH) selon l'équation 2 :



Ensuite, pour chaque échantillon, 1 g a été ajouté à la solution de Portlandite ci-dessus qui a été chauffée et agitée à 90 ±5 ° C pendant 16 heures dans un ballon conique en verre de 500 ml avant d'être refroidie à la température ambiante. Une expérience à blanc a été réalisée de manière similaire, sans les matériaux étudiés à des fins de comparaison. La Portlandite qui n'a pas réagi a été extraite avec une solution de saccharose et titrée, après filtration, avec une solution de HCl (0,1N) [12, 15, 22, 27]. La différence entre la quantité de chaux introduite et celle restante permet de d'évaluer la quantité de portlandite fixée. Sa masse (en mg) est donnée par l'équation 3 :

$$m_{CH} = 2 \times \frac{(V_1 - V_2) \times 74}{56 \times V_1} \times 1000 \quad (3)$$

avec V_1 et V_2 , les volumes de HCl à l'équivalence respectivement pour l'essai à blanc et celui à base d'échantillon.

Les poudres d'argile brute (ABD, ARD) et celles calcinées à 600 °C (ABDc, ARDc) ont ensuite été utilisées pour la formulation des mortiers dont la composition est illustrée dans le Tableau 4.

Tableau 4 – Composition des mortiers

Types de mortier	%C	% Argile	E/L	Sable (S/L)
MN	100	0	0,50	
ABD20	80	20	0,60	
ABDc20	80	20	0,60	3/1
ARD20	80	20	0,60	
ARDc20	80	20	0,60	

L'indice d'activité mécanique a été évalué en fonction des propriétés mécaniques des mortiers hybride, à base d'argiles brutes et calcinées, conformément à la norme ASTM C109 qui prescrit l'utilisation de 20% en poids d'une pouzzolane pour remplacer le ciment Portland [15, 27]. Quatre (4) types d'éprouvettes de mortiers sont confectionnés et comparés au mortier de référence (MN):

- Mortier à base d'argiles blanche à l'état naturel (ABD) ;
- Mortiers à base d'argile rougeâtre à l'état naturel (ARD);
- Mortier à base d'argiles blanche calcinée à 600 °C (ABDc) ;
- Mortier à base d'argiles rougeâtre calcinée à 600 °C (ARDc) ;

Le mélange a été introduit dans un malaxeur automatique de marque CONTROLAB (MIX MATIC) conformément la norme NF EN 196-1 [28]. Chaque prise d'essai est composée de 1350 g de sable normalisé, de 450 g de liant (mélange de ciment et de poudre d'argile). Après gâchage et coulage dans des moules normalisés, les éprouvettes ont été scellées dans des films plastiques et conservées pendant 24 heures à la température de 20±3 °C. Ces échantillons de mortiers de forme cubique de 4cm de côté ont été soumis aux différents tests après curage dans l'eau. La résistance à la compression est mesurée à l'aide d'une presse hydraulique LMC.C004 (N° 89/54800) avec un polynôme de correction : Y (en KN) = 1,02X + 0,24 ; X (en KN) étant la valeur de la force de rupture lue sur l'écran de la presse. La résistance à la compression R_c (en MPa) est donnée par l'équation 4:

$$R_c = \frac{F}{S} \quad (4)$$

où F est la force de rupture (en newton) ; S : la section de l'éprouvette (en mm^2).

L'indice d'activité mécanique a été évalué par l'équation 5 :

$$IP = 100 \times \frac{Rc(MH)}{Rc(MN)} \quad (5)$$

avec $Rc(MH)$: Résistance à la compression du mortier hybride à 20% de pouzzolane; $Rc(MN)$: résistance à la compression du mortier témoin à 100% de ciment portland.

La mesure des propriétés physiques des éprouvettes (masse volumique apparente, taux d'absorption d'eau, porosité ouverte) ont été faites par la méthode d'Archimède conformément à la norme ISO 5017 [29]. L'éprouvette est séchée à l'étuve à 105°C pendant 24 heures, refroidie complètement dans un dessiccateur et sa masse (M_1) est mesurée ; puis elle est immergée dans de l'eau distillée pendant 48 heures. La masse apparente (M_2) de l'éprouvette est déterminée par pesée hydrostatique. Après, l'éprouvette est retirée de l'eau et débarrassée rapidement des gouttelettes et du film d'eau superficielle par du linge absorbant puis, elle est immédiatement pesée ; on obtient ainsi sa masse à l'air (M_3). La masse volumique apparente (ρ_a , en g/cm^3) est donnée par l'équation 6 :

$$\rho_a = \frac{M_1}{M_3 - M_2} \times \rho_{eau} \quad (6)$$

où ρ_{eau} (g/cm^3) est la masse volumique de l'eau à la température de l'expérience.

La porosité ouverte (Π , en %) est donnée par l'équation 7 :

$$\Pi = \frac{M_3 - M_1}{M_3 - M_2} \times 100 \quad (7)$$

Le taux d'absorption d'eau (W , en %) est obtenu par l'équation 8 :

$$W = \frac{M_3 - M_1}{M_1} \times 100 \quad (8)$$

Chaque résultat de mesure est la moyenne obtenue pour cinq (5) éprouvettes.

3 Résultats et discussion

3.1 Quantités de phases amorphes

Les quantités de phases amorphes dans les échantillons d'argile brute et calcinée sont illustrées par la figure 2. Au regard des résultats, les matériaux bruts présentent des taux amorphes (TA) de 34,60 % (ABD) et de 29,60 % (ARD).

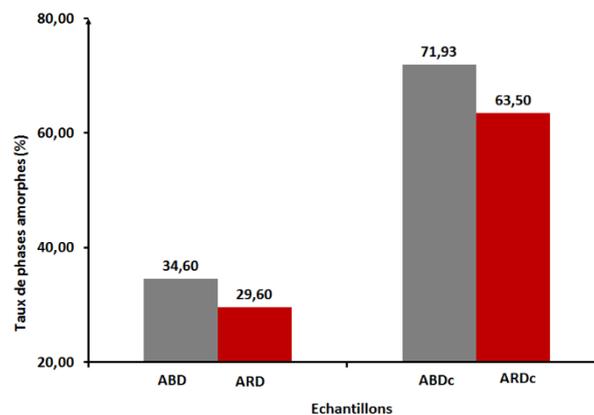


Figure 2 – Taux de phases amorphes des échantillons bruts et calcinés

Cependant, la calcination des argiles à 600 °C a favorisé l’augmentation du TA pour l’ensemble des échantillons avec 71,93 % dans ABDc et 63,50 % dans ARDc. Cette augmentation du taux de phase amorphe est étroitement liée à la composition minéralogique des matériaux. En effet, ABD et ARD contiennent des proportions importantes en termes de Kaolinite qui passe à la métakaolinite lors du traitement thermique [12]. Ce constat permet de prévoir une plus grande réactivité de ces matériaux dans la matrice cimentaire après calcination à plus de 600 °C. Il a été constaté que plus le matériau est riche en phase amorphe, plus sa réactivité est importante [14, 22, 30].

3.2 Pouzzolanité des argiles de Débélé

3.2.1 Selon la composition chimique

D’après le Tableau 3, la composition des échantillons bruts en termes d’oxydes de silicium, d’aluminium et de fer est de 85 et 85,27 % respectivement pour ABD et ARD. Au regard de cette composition, les échantillons soumis à l’étude remplissent l’une des conditions de pouzzolanité énoncée par la norme ASTM C618 [13, 31]. Toutefois, l’exploration de l’indice d’activité mécanique et leur aptitude à fixer la portlandite s’avèrent nécessaires pour tirer une conclusion plus générale sur leur comportement pouzzolanique.

3.2.2 Résultats d’Essai Chapelle Modifié

Les résultats obtenus par Essai Chapelle Modifié ont permis de quantifier la portlandite fixée par les échantillons. La Figure 3 présente ces résultats en termes de masses de CH fixée par les échantillons bruts ainsi que le produit de leur calcination.

Au regard des résultats illustrés par la Figure 3, les deux variétés d’argile, à l’état brut, manifestent des activités pouzzolaniques inférieures à la limite de 35 % (c’est-à-dire 700 mg de CH par gramme de matériau) avec des masses de CH fixées nettement insuffisantes. Cependant, les produits de calcination (ABDc et ARDc) manifestent une très bonne activité pouzzolanique avec des taux de 55,37% pour ABDc et 39,81% (ARDc) dont les masses respectives de CH sont de 1107,43 mg (ABDc) et 796,15 mg (ARDc). Ces résultats sont comparables données de la littérature [12, 15].

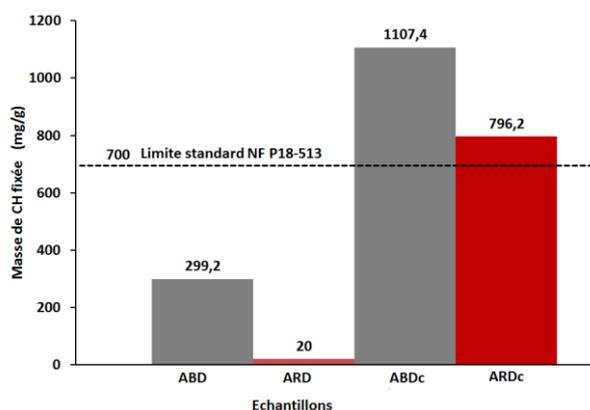


Figure 3 – Masse de CH fixée par les échantillons

Ainsi, la calcination des matériaux argileux améliore nettement leur activité pouzzolanique. Ce résultat est en bonne corrélation avec celui du taux déphase amorphe, paramètre important pour satisfaire à la définition de la norme NF P18-513 de la matière pouzzolanique [32]. Par ailleurs, même si ce résultat permet d’apprécier l’activité pouzzolanique d’un additif minéral, il semble nécessaire de noter l’absence de corrélation entre les résultats de l’Essai Chapelle et la pouzzolanité « théorique » obtenu par la composition chimique des échantillons bruts.

3.2.3 Indice d’activité mécanique

La détermination de l’indice d’activité mécanique (IP) à partir de la résistance mécanique des mortiers est nécessaire pour mieux évaluer le degré de réactivité des additifs dans la matrice cimentaire. En effet, cet indice montre clairement que

les matériaux actifs thermiquement permettent un niveau acceptable de développement de la résistance dans le mortier dès le 28^{ème} jour. L'évolution de l'indice d'activité mécanique (IP) avec l'âge des éprouvettes est illustrée par la Figure 4.

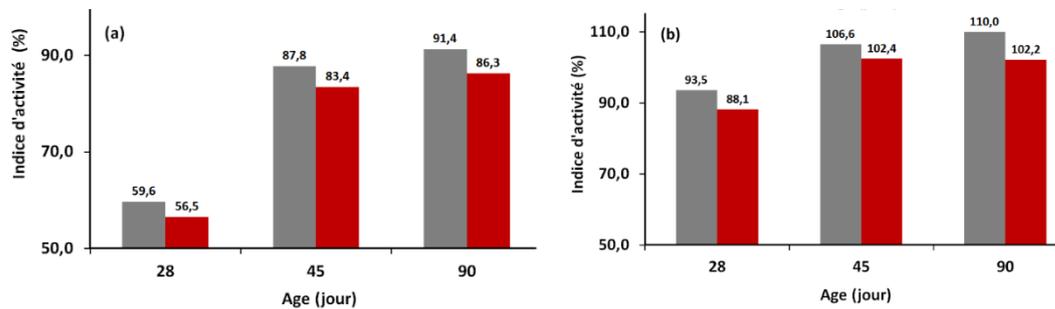


Figure 4 – Évolution de l'indice d'activité mécanique des mortiers : (a) : à base d'argile brute ; (b) : à base d'argile calcinée

Au regard des résultats obtenus, l'indice d'activité mécanique des mortiers à base d'argile brute à 28 jours de maturation est de 59,6 % (ABD) 56,5 % (ARD) contre 93,5 % et 88,1 % respectivement pour les mêmes échantillons après calcination à 600°C. Ainsi, les argiles brutes ne remplissent pas le précepte de 67% requis [16]. Par contre, avec les formes calcinées, on obtient des valeurs d'indice supérieures à la limite inférieure définie par la norme, pour les deux variétés. Par ailleurs, cet indice est caractérisé par une nette croissance avec l'âge des mortiers pour l'ensemble des séries et le type ABD présente les meilleures valeurs d'indice qui pourraient s'expliquer par la plus grande proportion de phase amorphe tel qu'il a été observé à la figure 2. L'analyse des résultats permet de constater que l'activité pouzzolanique de l'argile blanche évolue plus vite de la forme brute (Figure 4a) à la forme calcinée (Figure 4b) par rapport à celle rougeâtre. Cette bonne croissance serait étroitement liée à la composition minéralogique du matériau et de sa surface spécifique active plus grande. En effet, la calcination des argiles conduit au métakaolin ayant des propriétés réactives très appréciables dans la matrice cimentaire [12, 33]. L'ensemble des observations faites sur les valeurs d'indice d'activité pouzzolanique est en accord avec les résultats d'Essai Chapelle Modifié. En plus, la calcination est un moyen efficace pour accroître l'activité pouzzolanique ; ce qui laisse penser que l'augmentation de la température de calcination jusqu'à 800°C serait plus bénéfique quant à l'utilisation de ces deux argiles, riches en muscovite, dans la formulation des liants hydrauliques.

3.2 Propriétés physiques des mortiers à bases d'argile de Dèbélé

Différents essais de caractérisation physique ont été réalisés sur les éprouvettes de mortiers à l'état durci : porosité ouverte, absorption d'eau, masse volumique apparente et résistance mécanique à la compression à 7, 28, 45 et 90 jours.

3.2.1 Porosité ouverte et absorption d'eau

La caractérisation du réseau poral d'un matériau joue un rôle très important dans le processus de transfert d'humidité et la réalisation d'un mortier devant résister à l'action d'agents agressifs [19, 34]. Exprimées en pourcentage, les valeurs moyennes de porosité ouverte et d'absorption d'eau sont illustrées respectivement par les histogrammes (a, b, c & d) de la Figure 5.

L'on constate que la porosité ouverte (π) et l'absorption d'eau (W) décroissent globalement en fonction de l'âge avec des valeurs de π et W supérieures à celles du mortier témoin tout au long de la période d'essai. Du point de vue densité porale, cette décroissance s'explique par l'activité chimique (hydratation) entraînant l'accélération de la formation des hydrates secondaires, CSH et qui aboutit au remplissage des pores entre les particules au sein de la matrice [10, 18, 35]. Pour les mortiers à base d'argile brute (Figure 5a), la plus faible densité porale a été observée pour l'hybride ABD au 90^{ème} jour avec un taux de porosité de 15,84%. L'hybride ARD (au 7^{ème} jour) est le plus poreux dans cette série avec une valeur de π de 21 %. La même logique est observée dans la série des mortiers hybrides à base d'argile calcinée (Figure 5b) pour laquelle la plus faible densité porale est obtenue au 90^{ème} jour pour l'hybride ABDc avec 12,45 %, alors que l'hybride ARDc manifeste les plus fortes densités porales variant de 19,20 à 13,80 % entre le 7^{ème} et le 90^{ème} jour de maturation.

La forte absorption d'eau aux jeunes âges s'explique fondamentalement par l'activité chimique intense, nécessitant un fort appel d'eau et le dégagement de chaleur lié à l'hydratation [11]; c'est-à-dire, la réaction initiale entre l'eau et le liant

après le gâchage. Par ailleurs, il a été constaté que les premiers jours de maturation sont les plus efficaces et les plus importants en termes d'absorption d'eau impliquant sa diminution au fur du temps. Les mortiers hydrides à base d'argile calcinée (Figure 5d) présentent les taux d'absorption les plus faibles comparés à ceux des hybrides à base d'argile brute (Figure 5c). Ce constat est en corrélation avec la densité porale et du degré de réactivité, plus important pour les formes calcinées. Ce constat est en accord avec le taux de CH fixée tel qu'il a été observé lors de l'Essai Chapelle Modifié. Leur décroissance avec l'âge des éprouvettes constitue également un moyen de prédiction de performance et de durabilité des mortiers formulés [19, 36].

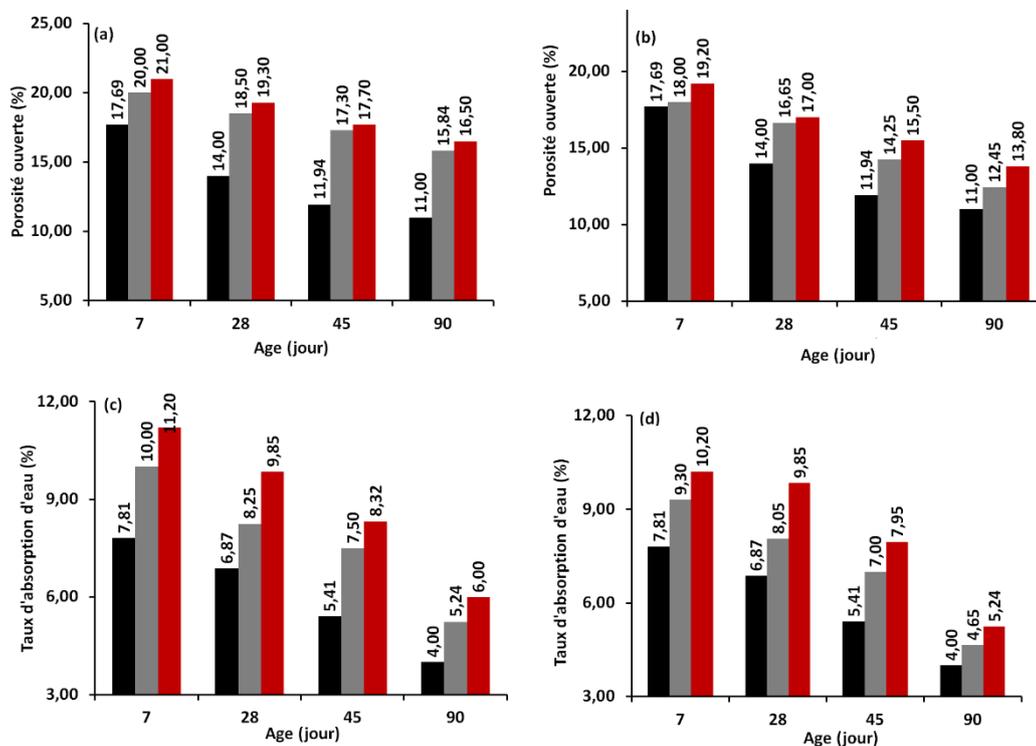


Figure 5 – Évolution de la porosité ouverte et d'absorption d'eau en fonction de l'âge des mortiers : (a & c) à base d'argile brute ; (b & d) à base d'argile calcinée

3.2.2 Masse volumique apparente

Les histogrammes (a & b) de la figure 6 présentent les résultats d'essai de masse volumique apparente des mortiers à base d'argile brute et calcinée. L'analyse de ces résultats permet de faire les constats majeurs suivants. D'une part, la masse volumique apparente est une fonction croissante de l'âge avec un incrément faible. L'accroissement de ρ_a avec l'âge des éprouvettes est plus important pour les hybrides comparé à celui du mortier témoin. Cet accroissement pourrait s'expliquer par la poursuite du phénomène d'hydratation conduisant à la fermeture partielle des pores grâce à la précipitation des produits d'hydratation. D'autre part, il a été observé un accroissement rapide de la masse volumique aux jeunes âges avec des valeurs relativement plus élevées pour les hybrides à base d'argile calcinée qui deviennent légèrement supérieures à celle du mortier témoin au-delà du 28ème jour.

Ce développement de ρ_a dans cette série (Figure 6b) peut s'expliquer par l'activité pouzzolannique plus intense des poudres calcinées tel qu'il a été observé précédemment sur les résultats d'Essai Chapelle Modifié et de l'IP. Ce comportement est par ailleurs dû aux caractéristiques hydrauliques des particules de métakaolin de la poudre calcinée [5, 12, 33]. L'ensemble des valeurs observées pour les deux types de mortiers est comparable à celles trouvées dans la littérature. A titre d'exemple, les briques à base d'aluminosilicate ont des masses volumiques apparentes comprises entre 1,8 et 2,2 g/cm³ pour des briques à teneurs moyennes en alumine et entre 2,3 et 3,2 g/cm³ pour les briques à hautes teneurs en alumine [37]. Dans ce travail, il a été constaté un développement appréciable de la densité après 28 jours de maturation avec des valeurs compétitives à celle du mortier témoin ; ce qui pourrait être un avantage considérable lorsqu'on sait que la densité permet d'évaluer la performance mécanique et le comportement d'un matériau face à la propagation de chaleur. Plus la densité est élevée, plus le matériau

sera capable d'emmagasiner la chaleur et donc de la retenir. Par ailleurs cette information permet d'adapter un matériau à un choix d'application afin de garantir sa durabilité [38, 39].

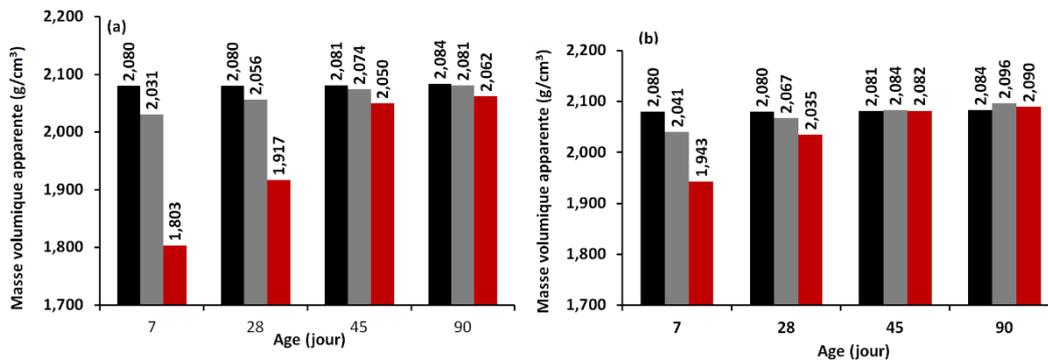


Figure 6 – Évolution de la masse volumique apparente (ρ_a) en fonction de l'âge des mortiers : a) à base d'argiles brutes ; b) à base d'argiles calcinées

3.2.3 Résistance mécanique à la compression

Les résultats d'essai mécanique à la compression (R_c) sur les éprouvettes de mortiers à base d'argile brute et calcinée sont représentés par les histogrammes (a & b) de la figure 7.

Au regard des résultats obtenus, la résistance à la compression est une fonction croissante de l'âge des mortiers. Ce comportement, en rapport avec la masse volumique apparente (Figure 6), peut s'expliquer par le développement du phénomène d'hydratation du ciment et la précipitation des hydrates, en fonction du temps et en présence d'humidité suffisante. En outre, la résistance mécanique des hybrides à base d'argiles brutes reste inférieure à celle du mortier de référence sur toutes les échéances. Les faibles valeurs de résistance mécaniques observées pour ces hybrides et plus précisément aux jeunes âges, s'expliquent par l'apparition d'une macroporosité (Figure 5a) pénalisant leur développement [40]. Par contre, les gains de résistances obtenus pour les mortiers à base de poudre minérale calcinée semblent être directement liés à l'activité pouzzolanique plus forte de celles-ci. Ce constat est, à priori, conforté par les résultats d'Essai Chapelle Modifié (Figure 3) et du taux de phases amorphes (Figure 2) des poudres calcinées qui intensifient les réactions chimiques en améliorant la consommation de portlandite et la formation de CSH supplémentaire avec pour conséquence, la compacité de la matrice à long terme [11, 12, 40]. Pour la série de mortier à base d'argile brute (Figure 7a), la résistance varie de 14,02 MPa, la plus faible résistance (7ème jour) à 22,62 MPa, la plus grande résistance (90ème jour). Pour la série de mortiers à base d'argile calcinée (Figure 7b), l'évolution des résistances suit la même logique mais avec une nette amélioration à partir du 28ème jour de maturation. La plus faible valeur (15,77 MPa) est observée pour le mortier ARDc20% (7ème jour) et la plus grande (29,65 MPa) pour l'hybride ABDc20% (90ème).

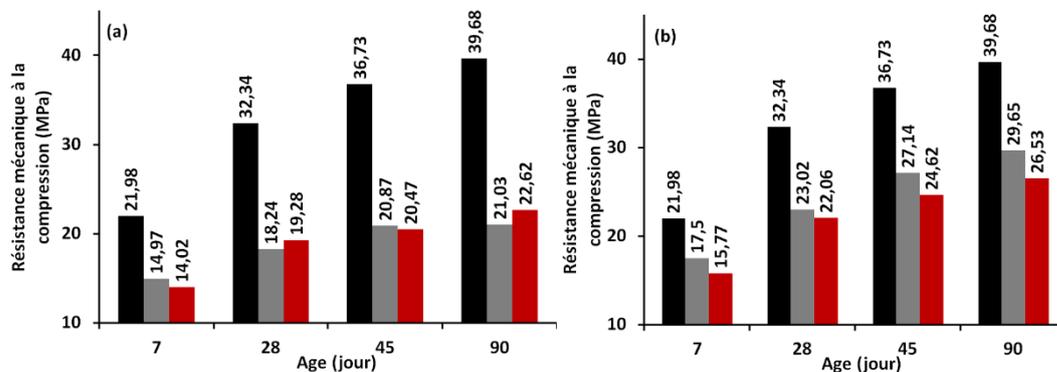


Figure 7 – Évolution de la résistance mécanique à la compression en fonction de l'âge des mortiers : a) à base d'argiles brutes ; b) à base d'argiles calcinées

Dans l'ensemble, toutes les séries de mortiers, à base d'argile brute et calcinée, manifestent une bonne performance en termes de densité et de résistance avec une prédominance des produits à base d'argile calcinée. Comme le montre la figure 8, la composition chimique ou minéralogique des matériaux bruts, à l'occurrence le taux de kaolinite et la surface spécifique (Tableau 1) ont une influence remarquable sur les performances observées. Cette influence se manifeste aussi bien pour les mortiers hybrides à base d'argiles brutes que sur ceux à base d'argiles calcinées.

Les figures 8a et 8b montrent l'influence de la surface spécifique sur l'aptitude des matériaux à fixer la portlandite et leur indice d'activité mécanique ; les figures 8c et 8d montre l'effet de la kaolinite sur la résistance mécanique et la densité apparente des mortiers.

Ces deux facteurs, taux de kaolinite et surface spécifiques active des matériaux bruts, permettent également d'expliquer l'origine de la différence de performance entre les hybrides issus des deux variétés d'argile. La surface spécifique des matériaux influe nettement sur leur aptitude à fixer la portlandite (Figure 8a) ainsi que sur l'indice d'activité mécanique (Figure 8b). La proportion de la kaolinite des argiles brutes a également un impact considérable sur la résistance mécanique et la densification des mortiers hybrides (Figure 8c&d). Plus la proportion de la kaolinite dans le matériau brut est importante, plus grande seront la masse volumique (Figure 8d) et la résistance mécanique (Figure 8c) des hybrides formulés à base de poudres calcinées. Ces paramètres associés à l'effet de la température de calcination offrent les meilleurs rendements en termes de réactivité des additifs dans la matrice cimentaire. Ce comportement est dû au fait que le produit de calcination des argiles kaoliniques (métakaolin) contribue efficacement à l'amélioration des propriétés physiques et mécaniques comme il a été rapporté par d'autres auteurs [12, 33, 41]. En effet, la grande réactivité pouzzolanique des argiles activées conduit à la formation de plusieurs gammes de composés dans la matrice cimentaire lors de l'hydratation. Parmi eux, figure au premier plan, les silicates de calcium hydratés (CSH) qui se forment suite à la consommation de portlandite. Le gel de CSH formé lie les particules de ciment à travers sa couche gélatineuse et contribue ainsi à la cohésion de la matrice par la diminution de volume du système de pores capillaires et la perméabilité de la pâte de ciment. Ce qui se traduit par un durcissement de la matrice conduisant à des performances, en termes de densité et de résistance en compression [10, 12, 42, 43].

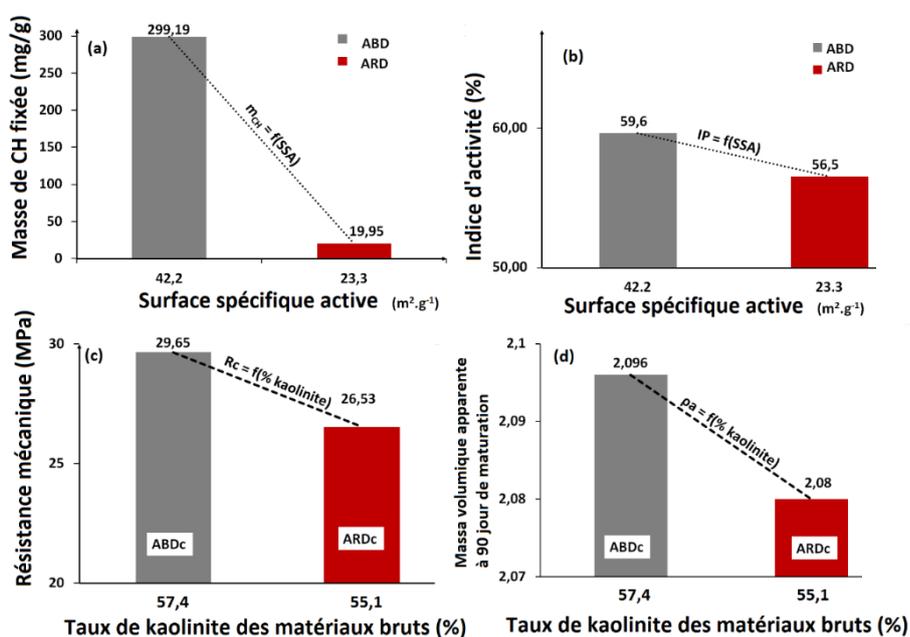


Figure 8 – Influence de la composition minéralogique et de la surface spécifique des additifs sur la performance mécanique des mortiers :

Les valeurs de résistance et de densité obtenues sur les mortiers mettent en lumière le comportement pouzzolanique des argiles de Débélé activées à 600°C et l'utilisation des liants, à base de ces matériaux, dans divers types d'applications dont entre autre, en maçonnerie intérieure portante et non portante qui exige des résistances de l'ordre de 2,5 à 5 MPa conformément à la Norme Néerlandaise WEN 3835 [39, 44]. Les liants obtenus sont également applicables en maçonnerie exposée ou non exposée à des intempéries particulièrement sévères telles que les pluies battantes avec une exigence de 5 à 10 MPa [44]. Leur utilisation en maçonnerie armée qui demande une résistance de 12 MPa constitue une autre application

de ces liants à base d'argile brute avec un avantage économique considérable (gain d'énergie). Les hybrides à base d'argile calcinée répondent également aux applications en maçonneries de contact avec des milieux agressifs (eaux usées, terre, eau de mer etc.) conformément à la norme Belge NBN EN 1052-1 qui exige une résistance de 20 MPa [39, 44].

4 Conclusion

L'étude de la pouzzolanité des argiles de Dèbèlé par le biais des essais de laboratoires a permis d'aboutir à des résultats intéressants. L'ensemble des essais physicochimiques et mécaniques révèlent une faible activité pouzzolanique des échantillons à l'état brut, avec des taux amorphes de 34,60% (ABD) et de 29,60% (ARD) ; la masse de portlandite fixée (299,19mg pour ABD et 19,95 mg pour ARD) reste inférieure à la limite standard de la norme NF P18-513 ; un indice d'activité pouzzolanique (59,6 % pour ABD) et 56,5 % pour ARD) en dessous de la norme ASTM C618-94. Cependant, les propriétés étudiées sont nettement améliorées par activation thermique des argiles à la température de 600°C. L'activité pouzzolanique de l'argile blanche croit ainsi de près de quatre (4) fois alors que celle rougeâtre voit son activité augmenter de près de quarante (40) fois avec un indice de 93,54 et 88,13 % respectivement pour ABDc et ARDc au 28^{ème} jour. Ce qui laisse penser qu'une augmentation de la température de cuisson pourrait améliorer davantage l'activité pouzzolanique de ces matériaux riches en muscovite dont la déshydroxylation a lieu entre 600 et 900°C.

Les propriétés physiques des mortiers hybrides formulés présentent des valeurs acceptables et une évolution normale : diminution de la densité porale et de l'absorption d'eau d'une part et d'autre part, le développement des densités apparentes et de la résistance mécanique en fonction de l'âge des éprouvettes. La résistance mécanique minimale étant 15 MPa au plus jeune âge, offre une large gamme d'applications en maçonnerie, des argiles de Dèbèlé dans la formulation de liant hydraulique moins coûteux et plus respectueux de l'environnement.

Au regard des performances mécaniques observées, les mortiers formulés à base d'argile brute ou calcinée de Dèbèlé sont applicables comme liant en « maçonnerie-moyen » et « épais » tel que prévu par les dispositions des normes techniques dans la construction de bâtiments et édifices divers.

Conflit d'intérêts

Les auteurs n'ont déclaré aucun conflit d'intérêts.

Remerciements

Les auteurs expriment leur gratitude à l'Université de Yaoundé I, pour avoir mis à disposition des installations grâce à son partenariat avec le laboratoire national de génie civil et la Mission de Promotion des Matériaux Locaux du Cameroun.

REFERENCES

- [1]- S. Alonso, A. Palomo, Alkaline activation of metakaolin and calcium hydroxide mixtures: influence of temperature, activator concentration and solids ratio. *Mater. Lett.*, 47(1) (2001) 55-62. doi:10.1016/S0167-577X(00)00212-3.
- [2]- C. Bich, J. Ambroise, J. Péra, Influence of degree of dehydroxylation on the pozzolanic activity of metakaolin. *Appl. Clay Sci.*, 44(3) (2009) 194-200. doi:10.1016/j.clay.2009.01.014.
- [3]- F.K. Aoual-Benslafa, A. Semcha, D. Kerdal, Influence des additions minérales sur la résistance mécanique des mortiers. *Afr. Sci. Rev. Int. Sci. Tech.*, 7(2) (2011).
- [4]- D.V. Ribeiro, J.A. Labrincha, M.R. Morelli, Potential use of natural red mud as pozzolan for Portland cement. *Mater. Res.*, 14(1) (2011) 60-66. doi:10.1590/S1516-14392011005000001.
- [5]- D.V. Ribeiro, A.S. Silva, J.A. Labrincha, M.R. Morelli, Rheological properties and hydration behavior of portland cement mortars containing calcined red mud. *Can J Civ Eng*, 40(6) (2013) 557-566. doi:10.1139/cjce-2012-0230.
- [6]- A.B. Pascual, A. Tagnit-Hamou, A. Yahia. Élaboration de nouveaux liants minéraux pour la formulation de bétons écologiques et durables. Thèse de doctorat. Université de Sherbrooke, 2014.
- [7]- G. Kakali, T. Perraki, S. Tsivilis, E. Badogiannis, Thermal treatment of kaolin: the effect of mineralogy on the pozzolanic activity. *Appl. Clay Sci.*, 20(1) (2001) 73-80. doi:10.1016/S0169-1317(01)00040-0.
- [8]- M. Benkaddour, F.K. Aoual, A. Semcha, Durabilité des mortiers à base de pouzzolane naturelle et de pouzzolane

- artificielle. *Nature & Technology*, (1) (2009) 63.
- [9]- ASTM, C125-07. Standard terminology relating to concrete and concrete aggregates, ASTM International West Conshohocken, USA. (2007).
- [10]- K. Igwilo, S. Okolie, P. Anawe, O. Roland, J. Odo, Evaluation of the Effects of Alcohol on De-Emulsification of Niger Delta Crude Oil Using Commercial De-Emulsifiers. *Open J. Yangtze Oil Gas*, 2(3) (2017) 168-175. doi:10.4236/ojogas.2017.23013.
- [11]- N. Savadogo. *Élaboration et caractérisation d'un écociment à base de poudre de mâchefer de charbon minéral*. Thèse de doctorat. INSA de Rennes, 2017.
- [12]- C.C. Tchamo Leussa, L. Libessart, C. Djelal, C. Njiomou Djangang, A. Elimbi, Pozzolanic activity of kaolins containing aluminum hydroxide. *Sci. Rep.*, 10(1) (2020) 13230. doi:10.1038/s41598-020-70146-3.
- [13]- A. Benhassaine, Influence de la taille des particules sur la reactivite pouzzolanique de poudres de quartz. *Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées*, (219) (1999) 17-28.
- [14]- J. Baenla, J.B. Bike Mbah, I.B. Djon Li Ndjock, A. Elimbi, Partial replacement of low reactive volcanic ash by cassava peel ash in the synthesis of volcanic ash based geopolymer. *Constr. Build. Mater.*, 227 (2019) 116689. doi:10.1016/j.conbuildmat.2019.116689.
- [15]- E. Ferraz, S. Andrejkovicova, W. Hajjaji, A.L. Velosa, A.S. Silva, F. Rocha, Pozzolanic activity of metakaolins by the French standard of the modified Chapelle test: a direct methodology. *Acta Geodynamica et Geomaterialia*, 12(3) (2015) 289-298. doi:10.13168/AGG.2015.0026.
- [16]- P. Ghosh, Q. Tran, Influence of parameters on surface resistivity of concrete. *Cem. Concr. Compos.*, 62 (2015) 134-145. doi:10.1016/j.cemconcomp.2015.06.003.
- [17]- J.P. Gonçalves, L.M. Tavares, R.D. Toledo Filho, E.M.R. Fairbairn, Performance evaluation of cement mortars modified with metakaolin or ground brick. *Constr. Build. Mater.*, 23(5) (2009) 1971-1979. doi:10.1016/j.conbuildmat.2008.08.027.
- [18]- A.S. Brykov, A.S. Vasil'ev, M.V. Mokeev, Hydration of Portland cement in the presence of high activity aluminum hydroxides. *Russ. J. Appl. Chem.*, 85(12) (2012) 1793-1799. doi:10.1134/S1070427212120014.
- [19]- N. Bur, S. Roux, L. Delmas, Y. Géraud, F. Feugeas, Porosité des mortiers et bioréceptivité. *Matériaux & Techniques*, 98(1) (2010) 31-40. doi:10.1051/mattech/2009047.
- [20]- A. Benosman, H. Taibi, M. Mouli, M. Belbachir, Application of infrared fourier transform (IRTF) spectrometry for characterizing anhydrous cement and the hydration of polymer-mortar composites. *Phys. Chem. News*, (26) (2005) 109-117.
- [21]- M.Y. Balde, C. Njiomou Djangang, A. Bah, P. Blanchart, D. Njopwouo, Effect of physicochemical characteristics on the use of clays from Kindia (Guinea) in ceramic compositions. *Int. J. App. Cer. Tech.*, 18(3) (2021) 1033-1042. doi:10.1111/ijac.13669.
- [22]- M.Y. Balde, C.N. Djangang, R.B. Diallo, P. Blanchart, D. Njopwouo, Physicochemical Characterisation for Potential Uses as Industrial Mineral of Bauxite from Dèbélé, Guinea. *J. Mater. Sci. Chem. Eng.*, 9(3) (2021) 9-22. doi:10.4236/msce.2021.93002.
- [23]- H.K. Tchakoute, A. Elimbi, E. Yanne, C.N. Djangang, Utilization of volcanic ashes for the production of geopolymers cured at ambient temperature. *Cem. Concr. Compos.*, 38 (2013) 75-81. doi:10.1016/j.cemconcomp.2013.03.010.
- [24]- ASTM, C109 . Méthode d'essai conforme à la norme ASTM C109 pour la résistance à la compression des mortiers de ciment hydrauliques, ASTM International West Conshohocken, USA. (2008).
- [25]- NF, P18-513 - Métakaolin, addition pouzzolanique pour bétons: Définitions, spécifications, critères de conformité. AFNOR, Paris, (2010).
- [26]- ASTM, C618-08. Standard Specification for Coal Fly Ash and Raw or Calcined Natural Pozzolan for Use in Concrete, West Conshohocken, PA: Annual Book of ASTM Standards, ASTM International West Conshohocken, USA. (2008).
- [27]- F. Ntimugura, S.O. Sore, L. Bello, A. Messan, The influence of Metakaolin from Saaba (Burkina Faso) over physico-mechanical and durability properties of mortars. *Open J. Civ. Eng.*, 7(3) (2017) 389 - 408. doi:10.4236/ojce.2017.73027.
- [28]- NF, EN 196-1 - Méthodes d'essais des ciments-Partie 1: détermination des résistances mécaniques. AFNOR, Paris, (2006).
- [29]- N. Française, NF-ISO 5017 - Dense shaped refractory products; Determination of bulk density, apparent porosity

and true porosity. (2013) 1988.

- [30]- [30] - E.I. Diaz, E.N. Allouche, S. Eklund, Factors affecting the suitability of fly ash as source material for geopolymers. *Fuel*, 89(5) (2010) 992-996. doi:10.1016/j.fuel.2009.09.012.
- [31]- C.N. Djangang, C. Tealdi, A.S. Cattaneo, P. Mustarelli, E. Kamseu, C. Leonelli, Cold-setting refractory composites from cordierite and mullite–cordierite design with geopolymer paste as binder: Thermal behavior and phase evolution. *Mater. Chem. Phys.*, 154 (2015) 66-77. doi:10.1016/j.matchemphys.2015.01.046.
- [32]- D. Geryville, L. Hacimi, M. Cyr, P. Clastres, Amélioration et étude de l'activité pouzzolanique de certains matériaux d'aluminosilicates naturels, en: Actes de la 29ème Rencontre de l'AUGC (XXIXe Rencontres Universitaires de Génie Civil, Tlemcen, Algérie, 29-31 mai, 2011), Rd. Université Abou Bekr Belkaïd, 2 (2011) 148-157.
- [33]- M. Cyr. Contribution to the characterisation of mineral additives and to the comprehension of their effect on the rheological behaviour of cementitious materials. Thèse de doctorat. INSA de Toulouse. Université de Sherbrooke, 1999.
- [34]- T. Ikumi, S.H.P. Cavalaro, I. Segura, The role of porosity in external sulphate attack. *Cem. Concr. Compos.*, 97 (2019) 1-12. doi:10.1016/j.cemconcomp.2018.12.016.
- [35]- L. Zingg. Influence de la porosité et du degré d'humidité interne sur le comportement triaxial du béton. Thèse de doctorat. Grenoble, 2013.
- [36]- M. Rabehi. Apport à la caractérisation de la porosité ouverte du béton d'enrobage par l'utilisation des tests d'absorption capillaire. Thèse de doctorat. Université Mohamed Khider Biskra, 2014.
- [37]- C. Djangang. Argiles kaolinitiques de Mayouom et de Mvan: caractérisation et utilisation dans l'élaboration des matériaux réfractaires. Thèse Doctorat/Ph. D, Université de Yaoundé I, Yaoundé Cameroun, 2007.
- [38]- CSTB, QB11 - Référentiel de certification QB : mortiers & produits connexes. Centre Scientifique et Technique du Bâtiment - Organisme certificateur (2021).
- [39]- Y. Grégoire, A. Smits, CSTC - Choix du mortier de maçonnerie. , Bruxelles, Centre scientifique et technique de la construction. (2011).
- [40]- M. Ndiaye, M. Dine, M.B. Diop, P.M. Ngom, Pozzolanic Activity of Old Volcanic Tuffs of Mako Area (Senegal-Oriental, West African Craton): An Economic and Environmental Interest. *Int. J. Geosci.*, 10(3) (2019) 12. doi:10.4236/ijg.2019.103014.
- [41]- A. Shvarzman, K. Kovler, I. Schamban, G.S. Grader, G.E. Shter, Influence of chemical and phase composition of mineral admixtures on their pozzolanic activity. *Adv. Cem. Res.*, 14(1) (2002) 35-41. doi:10.1680/adcr.2002.14.1.35.
- [42]- P. Lawrence, M. Cyr, E. Ringot, Mineral admixtures in mortars: Effect of inert materials on short-term hydration. *Cem. Concr. Res.*, 33(12) (2003) 1939-1947. doi:10.1016/S0008-8846(03)00183-2.
- [43]- O.R. Khaleel, H. Abdul Razak, The effect of powder type on the setting time and self compactability of mortar. *Constr. Build. Mater.*, 36 (2012) 20-26. doi:10.1016/j.conbuildmat.2012.04.079.
- [44]- A. Smits, Y. Grégoire, CSTC, N°3 et N°4 - Spécifications européennes sur la résistance en compression des produits de maçonnerie, Bruxelles, Centre scientifique et Technique de la Construction. (2009).