

## **PROPOSITION DE THÈSE ANNÉE UNIVERSITAIRE 2019– 2020**

---

**Titre de la thèse** : Utilisation d'argiles calcinées dans le développement de ciments composés

**Direction / Unité** : GERS/LEE, collaboration MAST/CPDM – LIA ECOMAT

Collaboration externe : Institut des Matériaux de Nantes – Université LAVAL, Québec

**Thèse en co-tutelle IFSTTAR/Université de Sherbrooke**

**Nom du directeur de thèse IFSTTAR** : Dimitri Deneele

**Nom du directeur de thèse Uds** : Arezki Tagnit Hamou

---

### **Résumé public et mots-clés en Français**

De nos jours, l'industrie des matériaux de construction fait face à la fois aux impératifs de limitation de la consommation des ressources naturelles et de limitation des nuisances et rejets. Dans ce cadre, l'industrie cimentière se tourne depuis plusieurs années vers le développement de nouvelles matrices liantes, pouvant se substituer au clinker, produit de base du ciment portland, lui-même principal composant du béton. Dans ce travail de thèse, nous souhaitons étudier la possibilité d'utiliser des argiles calcinées comme substitut au clinker dans le ciment Portland, principalement des smectites et des illites afin de contribuer au développement de « Low carbon cements ». Il ne s'agit pas de réinventer une technologie mais d'étudier d'autres argiles calcinées que les métakaolins et d'optimiser la synergie entre les deux composés dans le développement de nouvelles matrices liantes. Ce travail mettra en œuvre une approche multi-échelle et multi-techniques en ayant comme idée directrice d'étudier finement la microstructure des phases cimentaires en présence de ces composés phylliteux et leur réactivité (RMN du solide, DRX, ATG, etc.) mais aussi de faire le lien avec les propriétés mécaniques par l'étude de la structure porale des matériaux synthétisés (MEB, porosimétrie). Enfin une approche économique et environnementale sera menée afin de vérifier la pertinence industrielle de ces nouveaux ciments.

*Mots clés* : ciments composés, argiles calcinées, bentonites, illites, réactivité, microstructure, comportement mécanique

### **Titre, résumé et mots-clés en anglais**

Nowadays, building material industry faced to saving natural resources and mitigation to releases and nuisances. In that scope, cement industry is turned towards the development of news binders which could replace clinker, the main component of Portland cement, itself constituting the main component of concretes. In this pH thesis project, we would study the possibility of using calcined clays as substitute to clinker in Portland cement, mainly smectites in illites in order to develop « Low Carbon Cements ». The aim is not to invent a new technology but to study other clays than metakaolins and optimize synergy between the two compounds (clay and clinker) in developing new binder matrix. This work will be based on a coupled multi-scale and multi-techniques approach assessing in details, the cementitious phase microstructure in presence of phyllosilicates and their reactivity (Solid state NMR, XRD, TGA, ...) but also the link with mechanical properties, studying the poral structure of of synthetised materials (SEM, porosimetry). Finally, an economic and environmental approach will be develop to assess the relevance of these new cements.

*Keywords:* Composed binders, calcined clays, bentonites, illites, reactivity, microstructure, mechanical behaviour.

## **Problématique scientifique de la thèse :**

Depuis les années 2000, on note un très fort regain d'intérêt de la communauté scientifique internationale pour le développement de nouveaux liants comprenant divers composés alumino-silicatés. On peut citer entre autres des liants obtenus par ajout au ciment portland d'additifs issus de l'industrie (laitiers et cendres volantes) ou naturels (argiles). On note également un développement important de recherches en lien avec l'activation alcaline de ces mêmes sources aluminosilicatées (géopolymères), ou encore le développement de ciments hybrides, composés de ciment Portland et d'une part de liant activé.

Pour autant, l'utilisation des sous-produits industriels se heurte à la disponibilité limitée ou à la trop grande variabilité de la ressource, ou encore à une trop forte hétérogénéité limitant de fait une utilisation plus large de ces sous-produits. Les argiles et minéraux argileux représentent quant à eux une ressource minérale abondante, disponible, peu chère et de plus en plus étudiés comme additifs des ciments. L'utilisation du métakaolin, issu de la calcination du kaolin en est aujourd'hui un bel exemple. Siddique et al. (2009) ont décrit en détail les avantages que représente son utilisation dans les bétons et mortiers. De très nombreux articles scientifiques ont depuis été publiés. Scrivener (2014) a montré que l'association de clinker, de calcaire et de métakaolin présente une future alternative sérieuse au ciment Portland réduisant les émissions de CO<sub>2</sub> et les coûts tout en assurant une plus grande disponibilité de ciment dans les régions en voie de développement.

Les kaolins sont donc des minéraux présentant un réel intérêt, mais devant la concurrence que représentent les céramiques dans la consommation de cette ressource naturelle, il convient de se s'intéresser à d'autres argiles. Il existe une très grande variété d'argiles pourraient ainsi trouver place dans l'industrie cimentaire. Ces argiles (smectites, illites, vermiculites, chlorite) ont jusqu'à présent été moins étudiées en raison de leur structure, leur chimie ou leur pureté plus complexe que le kaolin souvent uniquement composé de kaolinite.

C'est pourquoi, dans ce travail de thèse, nous souhaitons étudier la possibilité d'utiliser d'autres argiles, principalement des smectites et des illites en substitution du ciment Portland afin de contribuer au développement de « Low carbon cements ». Il ne s'agit pas de réinventer une technologie mais d'étudier d'autres argiles calcinées et d'optimiser la synergie entre les deux composés dans le développement de nouvelles matrices liantes.

Ce travail mettra en œuvre une approche multi-échelle et multi-techniques, s'appuyant sur les compétences des deux laboratoires, en ayant comme idée directrice d'étudier finement la microstructure des phases cimentaires en présence de ces composés phylliteux et leur réactivité (RMN du solide, DRX, ATG, etc.) mais aussi de faire le lien avec les propriétés mécaniques par l'étude de la structure porale des matériaux synthétisés (MEB, porosimétrie). Enfin une approche économique et environnementale sera menée afin de vérifier la pertinence industrielle de ces nouveaux ciments.

Le travail se décomposera comme suit :

Année 1 : Choix des différents types d'argiles à partir de différents réservoirs de Bentonites et d'Illites, caractérisation physico-chimique, calcination des matériaux et étude de leur réactivité comme additifs pouzzolaniques ;

Année 2 : Synthèse de matrices à base de Ciment Portland et d'argiles, étude de leur réactivité, de leur microstructure et de leur comportement mécanique ;

Année 3 : Etude de la durabilité des matrices synthétisées, approche environnementale et économique des matrices constituées et rédaction de la thèse

## **Références :**

R. Siddique, J. Klaus-Influence of metakaolin on the properties of mortar and concrete: A review Rafat Siddique, Applied Clay Science 43 (2009) 392–400

R. Fernandez, F. Marticorena, K. Scrivener - The origin of the pozzolanic activity of calcined clay minerals: A comparison between kaolinite, illite and montmorillonite. Cement and Concrete Research, Volume 41, Issue 1, (2011), 113-122.

K. Scrivener - Options for the future of cement – Indian Concrete Journal Special issue (July 2014).

### **Organisation du travail de thèse :**

Première partie de thèse en France, et seconde partie au Québec.

#### Directeurs de thèse :

D. Deneele – Directeur de recherche IFSTTAR – [dimitri.deneele@ifsttar.fr](mailto:dimitri.deneele@ifsttar.fr), tel : 02 40 84 58 02

A. Tagnit Hamou – Professeur Université de Sherbrooke - [Arezki.Tagnit-Hamou@USherbrooke.ca](mailto:Arezki.Tagnit-Hamou@USherbrooke.ca)

#### Comité de suivi de thèse pressenti :

L. Divet, IDPTE IFSTTAR

J. Duchesne, Professeur Université Laval

Michael Paris, Ingénieur de recherche Université de Nantes

Cette thèse sera effectuée dans le cadre du Laboratoire International Associé LIA Ecomat, laboratoire associant l'IFSTTAR et l'université de Sherbrooke. L'étudiant(e) passera 18 mois en France sur le site Nantais de l'IFSTTAR et 18 mois au Québec à l'Université de Sherbrooke. Cette thèse sera menée en collaboration entre le Laboratoire LEE du département GERS à Nantes et le laboratoire CPDM du département MAST à Champs-sur-Marne. Cette collaboration sera étendue avec l'institut des Matériaux Jean Rouxel de Nantes et l'Université Laval à Québec.

#### Profil de candidature souhaitée pour affichage sur les sites nationaux et internationaux.

### **Français**

Le(la) candidat(e) devra être titulaire d'un master 2 dans une des disciplines suivantes : Chimie des matériaux, Physico-chimie des matériaux ou Sciences des Matériaux. Des compétences en synthèse, structure et propriétés des matériaux ainsi qu'un intérêt fort pour l'expérimentation sont nécessaires. Il (elle) présentera de solides compétences dans la caractérisation des matériaux à travers de l'utilisation de diverses techniques utilisées classiquement pour caractériser les matrices cimentaires et les argiles. L'étudiant(e) devra faire preuve d'autonomie et d'une forte capacité d'adaptation dans les laboratoires dans lesquels l'étudiant travaillera. La maîtrise de la langue anglaise est essentielle de manière à valoriser les travaux dans des publications internationales.

### **Anglais**

We are seeking a student with a master degree in one of the following topics : chemistry of materials, physico-chemistry of Materials or Materials Science. Strong skills in synthesis, structure and properties of materials, and strong interest for research work in the lab are necessary. The candidate will be competent in material characterization by using several techniques commonly used to characterize cement or clays. The student should be independent in his/her work and have a rigorous approach of scientific issues. Fluent english is necessary to publish his/her results in international publications.