

RÉPUBLIQUE DU CAMEROUN
UNIVERSITÉ DE YAOUNDÉ I
Faculté des Sciences

*CENTRE DE RECHERCHE ET DE
FORMATION DOCTORALE EN
SCIENCES, TECHNOLOGIE ET
GEOSCIENCES*

*UNITÉ DE RECHERCHE ET DE
FORMATION DOCTORALE EN
CHIMIE ET APPLICATIONS*



REPUBLIC OF CAMEROON
UNIVERSITY OF YAOUNDÉ I
Faculty of Science

*POSTGRADUATE SCHOOL OF
SCIENCE, TECHNOLOGY AND
GEOSCIENCE*

*DOCTORAL RESEARCH UNIT IN
CHEMISTRY AND APPLICATIONS*

*DÉPARTEMENT DE CHIMIE INORGANIQUE
DEPARTMENT OF INORGANIC CHEMISTRY*

*LABORATOIRE DE CHIMIE INORGANIQUE APPLIQUEE
APPLIED INORGANIC CHEMISTRY LABORATORY*

**Caractérisation physicochimique des
aluminosilicates (argiles et bauxite) de Kindia,
Guinée: application dans la formulation des
mortiers hydrauliques et des compositions
céramiques**

Thèse

Présentée en vue de l'obtention du diplôme de Doctorat /Ph.D en Chimie

Spécialité : Chimie Inorganique

Option : Matériaux Minéraux

Par

BALDE Mamadou Yaya

Matricule: 18Z5445

Master en Chimie (UGANC)

Sous la direction de :

NJIOMOU Chantale Epse DJANGANG

Maître de Conférences



ANNEE 2022

RÉPUBLIQUE DU CAMEROUN
UNIVERSITÉ DE YAOUNDÉ I
Faculté des Sciences

*CENTRE DE RECHERCHE ET DE
FORMATION DOCTORALE EN
SCIENCES, TECHNOLOGIES ET
GÉOSCIENCES*

*UNITÉ DE RECHERCHE ET DE
FORMATION DOCTORALE EN
CHIMIE ET APPLICATIONS*



REPUBLIC OF CAMEROON
UNIVERSITY OF YAOUNDÉ I
Faculty of Science

*POSTGRADUATE SCHOOL OF
SCIENCES, TECHNOLOGY AND
GEOSCIENCES*

*DOCTORAL RESEARCH UNIT IN
CHEMISTRY AND APPLICATIONS*

DÉPARTEMENT DE CHIMIE INORGANIQUE
DEPARTMENT OF INORGANIC CHEMISTRY

LABORATOIRE DE CHIMIE INORGANIQUE APPLIQUEE
APPLIED INORGANIC CHEMISTRY LABORATORY

*Caractérisation physicochimique des aluminosilicates (argiles
et bauxite) de Kindia, Guinée: application dans la formulation
des mortiers hydrauliques et des compositions céramiques*

Thèse

Présentée en vue de l'obtention du diplôme de Doctorat /Ph.D en Chimie

Spécialité : Chimie Inorganique

Option : Matériaux Minéraux

Par

BALDE Mamadou Yaya

Matricule : 18Z5445

Master en Chimie (UGANC)

Sous la direction de :

NJIOMOU Chantale Epse DJANGANG

Maître de Conférences

ANNEE 2022

REPUBLIQUE DU CAMEROUN
Paix – Travail – Patrie

UNIVERSITE DE YAOUNDE I
FACULTE DES SCIENCES
B.P. 812 Yaoundé

Département de Chimie Inorganique
Phone: (237) 22 10 81 29



REPUBLIC OF CAMEROON
Peace – Work - Fatherland

UNIVERSITY OF YAOUNDE I
FACULTY OF SCIENCE
P.O. Box 812 Yaounde
Department of Inorganic
Tel: (237) 22 10 81 29

**ATTESTATION DE CORRECTION DE THESE DE DOCTORAT/Ph. D
de Monsieur BALDE Mamadou Yaya, Matricule 18Z5445**

Nous soussignés, les membres du jury, attestons que **Monsieur BALDE Mamadou Yaya, Matricule 18Z5445**; a pris en compte toutes les observations relevées lors de la soutenance publique de sa thèse de Doctorat/Ph.D de l'Université de Yaoundé I, le **mercredi 02 mars 2022 à 11 heures, dans la salle Multimédia** de la Faculté des Sciences de l'Université de Yaoundé 1 sur le thème intitulé : **«Caractérisation physicochimique des aluminosilicates (argiles et bauxite) de Kindia, Guinée: application dans la formulation des mortiers hydrauliques et des compositions céramiques»**.

En foi de quoi la présente Attestation lui est délivrée pour servir et valoir ce que de droit.

Fait à Yaoundé le 03 MAR 2022

Le Président

Pr Emérite NJOPWOUO Daniel

Le Rapporteur

Pr NJIOMOU Chantale épse DJANGANG

Les Membres

Pr AGWARA Moise ONDOH

Pr DJOUFAC WOU MFO Emmanuel

Pr LAMINSI Samuel

Pr ETOH Marie Annie

DEDICACE

A

Ma très chère maman, Feue Kadiatou

BALDE

REMERCIEMENTS

Louange à Dieu Tout Puissant qui a permis l'accomplissement de ce travail.

Ce travail a été effectué au Département de Chimie Inorganique de la Faculté des Sciences de l'Université de Yaoundé I. Je tiens à remercier le Corps Enseignant et le Personnel d'appui pour leur contribution multiforme à mon instruction pendant ma formation doctorale.

Je tiens également à exprimer toute ma reconnaissance aux Autorités de l'Université de Yaoundé 1, de Monsieur le Recteur au Chef de Département de Chimie Inorganique en passant par le Doyen de la Faculté des Sciences, les Coordonnateurs de l'Ecole Doctorale Sciences, Technologie et Géosciences et de l'Unité de Recherche Chimie et Applications de l'Université de Yaoundé 1.

J'adresse mes plus profonds remerciements et gratitude à mon encadreur de thèse, Madame NJIOMOU épouse DJANGANG Chantale, Maître de Conférences à l'Université de Yaoundé 1, pour avoir accepté d'assurer l'encadrement de ce travail et m'avoir fait profiter de sa riche expertise dans le domaine de Sciences des matériaux minéraux, ce qui a contribué efficacement à ma performante formation dans la Recherche. Aussi pour sa permanente bienveillance et sollicitude à mon endroit depuis mon arrivé à Yaoundé jusqu'à l'aboutissement de ce travail.

Je remercie l'ensemble des membres du jury pour avoir accepté d'examiner ce travail.

Je rends un vibrant hommage à son Excellence Colonel MAMADI DOUMBOUYA, pour sa sollicitude et bienveillance à mon endroit. Toute ma gratitude va pareillement à l'endroit des autorités du Ministère de l'Enseignement Supérieur, de la Recherche Scientifique et de l'Innovation (MESRSI) et de l'Université Gamal Abdel Nasser de Conakry, qui n'ont ménagé aucun effort pour soutenir financièrement ma formation à travers le Programme National de Formation des Formateurs (PNFF).

Ma reconnaissance et mes remerciements vont au Professeur NJOPWOUO Daniel pour avoir été toujours disponible à m'offrir de nombreux conseils et aussi au Docteur KOUOTOU Daouda, Chargé de Cours au Département de Chimie Inorganique de l'Université de Yaoundé 1, pour l'assistance donnée en obtenant l'accord de faire certaines analyses à l'Université de Granada (Espagne).

Mes sincères remerciements vont aussi au Professeur Philippe BLANCHART, de l'Université de Limoges pour son apport inestimable, les conseils utiles qu'il m'a prodigués dans l'exploitation de certains résultats et l'assistance pour certaines analyses au sein de son Institution.

À tous mes aînés du laboratoire, en l'occurrence Madame TCHAMO Claudia Charlotte, Messieurs TCHANANG Gustave et EKANI Cyprien Joël et tous les autres pour l'incalculable apport, les fructueux échanges et le soutien moral qu'ils m'ont accordés.

A mes camarades de promotion pour leur franche et aimable collaboration pendant ces années de dur labeur.

À mes cadets du laboratoire, avec lesquels j'ai partagé joie et peine durant mon séjour dans ce pays d'hospitalité légendaire: Messieurs TIAM Sévérin, KEPDIEU Jean Marie, KENGNE BOUGNO Elvis, NYADJOU DJABO Guillonné Trésor et SIMO BAKAM Eric Sévérin, Mesdemoiselles Danie LAURE MBELLA MOUKOURI, Hornelle Vanessa KAMAHA, Alliance Raïssa KOAGNE TIEMGHEN, Laetitia Doriane JOUEGO NDOHO, Ornela FODJEU YANDJEU et tous les autres.

Je voudrais également remercier d'une façon très particulière ma famille pour ses encouragements, sa patience et pour m'avoir supporté durant toutes ces années. Cette thèse est aussi un peu la leur. A mon épouse BAH Fatoumata Binta, à mon frère aîné BALDE Algassim, ses épouses ainsi que ses enfants.

Mention spéciale à mes enfants: Assiatou, Mamadou Saliou, Ibrahim, Néné Khadija et Mouctar.

SOMMAIRE

DEDICACE	II
REMERCIEMENTS	III
SOMMAIRE	V
LISTE DES SYMBOLES ET ABREVIATIONS	VIII
LISTE DES TABLEAUX	X
LISTE DES FIGURES	XI
RESUME	XIII
ABSTRACT	XIV
INTRODUCTION GENERALE	1
CHAPITRE I: SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE	3
I.1 MINERAUX INDUSTRIELS	3
I.1.1 Définitions des termes	3
I.1.2 Matériaux argileux.....	4
I.1.3 Bauxite.....	10
I.1.4 Utilisations des minéraux industriels.....	12
I.2 CIMENTS ET MORTIERS HYDRAULIQUES	14
I.2.1 Ciment Portland.....	14
I.2.2 Mortier hydraulique	18
I.2.3 Additifs minéraux dans la matrice cimentaire	20
I.3 MATERIAUX CERAMIQUES	22
I.3.1 Définition.....	23
I.3.2 Classification	23
I.3.3 Techniques d'élaboration de matériaux céramiques silicatés.....	25
CHAPITRE II: MATÉRIAUX ET METHODES EXPERIMENTALES	36
II.1 MATERIAUX	36
II.1.1 Minéraux industriels.....	36
II.1.2 Ciment Portland.....	38
II.2 ECHANTILLONNAGE DES MATERIAUX	38
II.2.1 Echantillonnage des argiles et de la bauxite.....	38
II.2.2 Reconstitution et obtention du sable normalisé.....	39
II.3 TECHNIQUES DE CARACTERISATION	40
II.3.1 Mesure des propriétés du sable normalisé.....	40
II.3.2 Identification de la couleur des argiles et de la bauxite	41

II.3.3 Sonorité des produits de cuisson	41
II.3.4 Analyse granulométrique des argiles et de la bauxite	41
II.3.5 Mesure de la plasticité des argiles	42
II.3.6 Mesure de la masse volumique absolue des poudres d'argiles et de bauxite.....	42
II.3.7 Mesure de la surface spécifique des poudres d'argile et de bauxite	43
II.3.8 Analyse chimique des argiles et de la bauxite.....	44
II.3.9 Analyse minéralogique des argiles et de la bauxite	44
II.3.10 Analyse dilatométrique des argiles et de la bauxite	47
II.3.11 Mesure de la cristallinité des argiles	48
II.3.12 Evaluation de la pouzzolanité des argiles et de la bauxite	51
II.4 FORMULATION ET ETUDE DES PROPRIETES DE CUISSON DES COMPOSITIONS CERAMIQUES AVEC LES ARGILES	52
II.4.1 Confection des éprouvettes	53
II.4.2 Traitement thermique des éprouvettes	53
II.4.3 Etude des propriétés des produits de cuisson	53
II.5 FORMULATION ET ETUDE DES PROPRIETES DES MORTIERS HYDRAULIQUES AVEC L'AJOUT DE LA BAUXITE	54
II.5.1 Types de formulation	54
II.5.2 Etude des propriétés des mortiers élaborés	55
CHAPITRE III: RESULTATS ET DISCUSSION	60
III.1 CARACTERISTIQUES DU SABLE.....	60
III.1.1 Distribution granulométrique.....	60
III.1.2 Propriétés physiques du sable	61
III.2 CARACTERISTIQUES DES ARGILES.....	61
III.2.1 Caractéristiques physiques.....	61
III.2.2 Composition chimique	66
III.2.3 Composition minéralogique.....	67
III.2.4 Cristallinité des minéraux argileux	74
III.2.5 Pouzzolanité	78
III.2.6 Comportement thermique par la dilatométrie: étude du frittage.....	81
III.2.7 Corrélations entre quelques caractéristiques et le comportement thermique.....	85
III.3 CARACTERISTIQUES DES CERAMIQUES A BASE D'ARGILES	87
III.3.1 Aspect, couleur et sonorité des produits de cuisson	87
III.3.2 Propriétés physiques des éprouvettes céramiques	88

III.3.3 Phases structurales par spectrométrie infrarouge.....	91
III.4 CARACTERISTIQUES DE LA BAUXITE	92
III.4.1 Composition chimique	92
III.4.2 Composition minéralogique.....	93
III.4.3 Comportement thermique par analyse dilatométrique.....	96
III.4.4 Caractéristiques physiques de la poudre de bauxite	98
III.4.5 Pouzzolanicité	99
III.5 PROPRIETES DES MORTIERS HYDRAULIQUES OBTENUS PAR SUBSTITUTION DU CIMENT PAR LA BAUXITE	101
III.5.1 Caractéristiques des mortiers à l'état frais	101
III.5.2 Caractéristiques des mortiers à l'état durci	104
CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES.....	119
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	122
LISTE DES PUBLICATIONS ISSUES DES TRAVAUX DE THESE	141
ANNEXES.....	142

LISTE DES SYMBOLES ET ABREVIATIONS

- m_E** : Masse de l'échantillon
- m_R** : Masse du résidu
- ABD**: Argile blanche de Débélé
- ABDc**: Forme calcinée de l'Argile ABD de
- Afm**: Monosulfoaluminate de calcium
- AFPC**: Association Française Pour la Construction
- Aft**: Ettringite
- AGS**: Analyse granulométrique par sédimentométrie
- AIPEA**: Association Internationale pour l'Etude des Argiles
- ARD**: Argile rouge clair de Débélé
- ARDc** : Forme calcinée de l'Argile ARD
- AT**: Analyse thermique
- ATR**: Attenuated Total Reflexion
- BD**: Bauxite de Débélé
- BDc**: Forme calcinée de la Bauxite BD
- BET**: Brunauer, Emmett et Teller
- C/S**: Rapport Ciment– Sable
- C**: Ciment Portland
- C₂S**: Silicate bicalcique
- C₃A**: Aluminate tricalcique
- C₃S**: silicate tricalcique
- C₄AF**: Ferroaluminate tétracalcique
- CBK**: Compagnie des Bauxite de Kindia
- CH**: Portlandite
- CIMENCAM**: Cimenterie du Cameroun
- C-S-H**: Silicate de calcium hydraté
- CSTB**: Centre Scientifique et Technique du Bâtiment
- E/C**: Rapport massique eau-ciment
- ECM**: Essai Chapelle Modifié
- ENSCI** : Ecole Nationale Supérieure de Céramique Industrielle
- ES**: Equivalent de sable
- FRX**: Fluorescence à rayon X
- Hi**: Indice de Hinckley

I: Indice d'activité mécanique

IP: Indice de plasticité

IRTF: Infrarouge à Transformée de Fourier

L/S: Rapport massique Liant – Sable

LA_t: Limites d'Atterberg

MBD: Mortier à base de bauxite brute

MBD_c: Mortier à base de bauxite calcinée

MF: Module de finesse

MN: Mortier normal (témoin)

MPa: Méga pascal (unité de la résistance)

MRE: Méthodologie de Recherche Expérimentale

R_c(MH) : Résistance à la compression du mortier hybride

R_c(MN): Résistance à la compression du mortier normal

R_c: Résistance mécanique à la compression (MPa)

R_L: Retrait linéaire

S/C: Rapport massique sable-ciment

S: Sable

SN: Sable Normalisé

SSA: Surface spécifique active

TA: Taux de phases Amorphes

T-O: Association de couches Tétraédrique et Octaédrique

T-O-T: Association de deux couches tétraédriques et d'une couche octaédrique

T-O-T-O: Association de deux couches tétraédriques et de deux couches octaédriques

VB: Valeur au bleu

W: Absorption d'eau

WL: Limite de liquidité

WP: Limite de plasticité

σ_F: Résistance mécanique à la flexion (en MPa)

Π: Porosité ouverte (%)

ρ: Masse volumique absolue (g/cm³)

ρ_a: Masse volumique apparente (g/cm³)

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I: Classification simplifiée des phyllosilicates, x représentant la charge du feuillet élémentaire	7
Tableau II: Caractéristiques générales et utilisation des céramiques traditionnelles	24
Tableau III: Proportions d'argiles et/ou de chamotte (en % massique) dans les mélanges de matières premières utilisées pour la production des céramiques silicatées.....	28
Tableau IV: Composition des mortiers à base de la bauxite brute.....	55
Tableau V: Composition des mortiers à base de la bauxite calcinée	55
Tableau VI: Caractéristiques physiques du sable.....	61
Tableau VII: Texture et couleur des matériaux argileux étudiés	61
Tableau VIII: Répartition granulométrique des variétés d'argile	62
Tableau IX: Limites d'Atterberg et d'indice de plasticité des échantillons d'argile	64
Tableau X: valeur au Bleu et Surface spécifique des échantillons	66
Tableau XI: Composition chimique des échantillons d'argiles	67
Tableau XII: Composition minéralogique des échantillons d'argile.....	73
Tableau XIII: Indice de Hinckley des matériaux argileux	75
Tableau XIV: Largeur à mi-hauteur de la raie (001) de la kaolinite.....	76
Tableau XV: Composition chimique de l'échantillon de bauxite brute.....	93
Tableau XVI: Composition minéralogique de l'échantillon de bauxite BD.....	96
Tableau XVII: Masse de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ fixée par gramme d'échantillon.....	99
Tableau A.II.1: Résultat de l'analyse granulométrique du sable normalisé	143
Tableau A.II.2: Résultats de l'essai d'Equivalent de sable	143
Tableau A.III.1: Résultats d'analyse granulométrique de l'échantillon ABD	144
Tableau A.III.2: Résultats d'analyse granulométrique de l'échantillon ARD	145
Tableau A.III.3: Résultats d'analyse granulométrique de l'échantillon BD	145
Tableau A.IV.1: Plasticité de l'échantillon ABD.....	147
Tableau A.IV.2: Plasticité de l'échantillon ARD.....	147
Tableau A.VII: Taux de phases amorphes des échantillons.....	151
Tableau A.VIII: Nombre de feuillets et taille des cristallites.....	152
Tableau A.IX: Résultats d'essai Chapelle Modifié des différents échantillons.....	153
Tableau A.X: Résultats globaux des propriétés physiques des céramiques.....	153

LISTE DES FIGURES

Figure 1: Représentations d'un tétraèdre, d'une couche tétraédrique, d'un octaèdre et d'une couche octaédrique	5
Figure 2: Représentation schématique des deux types de couches octaédriques	6
Figure 3: Structure des minéraux 1:1	8
Figure 4: Structure idéale des minéraux 2:1	9
Figure 5: Illustration d'un frittage densifiant	31
Figure 6: Frittage associé à une densification du matériau	31
Figure 7: Isotherme de frittage en phase solide.....	32
Figure 8: Diagramme de phases alumine – silice.....	34
Figure 9 : Dilatation des différentes structure de la silice.....	34
Figure 10: Protocole d'élaboration d'une céramique silicatée par frittage	35
Figure 11: Photographies des échantillons	37
Figure 12: Localisation des sites de prélèvement.....	37
Figure 13: Sac Ciment de la Société CIMENCAM	38
Figure 14: Sachet de Sable Normalisé	39
Figure 15: Mesure de l'équivalent de sable	40
Figure 16: Largeur à mi hauteur de pic de DRX	50
Figure 17: Pentas (SR) du pic endothermique	51
Figure 18: Organigramme du protocole expérimental	59
Figure 19: Allure de la courbe granulométrique du sable normalisé	60
Figure 20: Courbe granulométrique des échantillons d'argile	62
Figure 21: Positionnement des matériaux ABD et ARD dans le diagramme de WINKLER ..	63
Figure 22: Positionnement des matériaux ABD et ARD dans l'abaque de plasticité	64
Figure 23: Diffractogramme des échantillons d'argile a) ABD; b) ARD	68
Figure 24: Spectres IR des argiles	69
Figure 25: Courbe ATD des argiles	70
Figure 26: Courbes ATG/DTG des argiles	72
Figure 27: Quantité de phase amorphe dans les argiles brutes et calcinées	74
Figure 28: Illustration des raies (110) et (111) de la kaolinite	75
Figure 29: Largeur à mi-hauteur de la raie (001) de la kaolinite	76
Figure 30: Indice cristallinité par analyse thermique différentielle	77
Figure 31: Indice de pouzzolanité des argiles et de leurs produits de calcination	79
Figure 32: Indice d'activité pouzzolanique des argiles.....	80

Figure 33: Influence de la surface spécifique et de la composition minéralogique sur la pouzzolanité des argiles.....	81
Figure: 34: Courbe dilatométrique des argiles	82
Figure 35: Courbe de densification	84
Figure 36: Corrélation entre propriétés et composition des argiles et leur comportement thermique.....	85
Figure 37: Aspect des éprouvettes avant et après cuisson	87
Figure 38: Evolution des propriétés physiques en fonction de la température de cuisson.....	89
Figure 39: Spectres infrarouges des céramiques après traitement thermique	92
Figure 40: Diffractogramme de l'échantillon de bauxite	93
Figure 41: Spectres IRTF de l'échantillon de bauxite brute (BD) et calcinée (BDc)	94
Figure 42: Courbe ATD/ATG de l'échantillon de bauxite	95
Figure 43: Courbe dilatométrique et Courbe de densification de l'échantillon de bauxite	97
Figure 44: Courbe granulométrique de l'échantillon de bauxite.....	98
Figure 45: Évolution de l'indice d'activité mécanique avec l'âge	100
Figure 46: Effet de la température sur les paramètres physicochimiques de la bauxite	101
Figure 47: Consistance des différents mortiers à leur préparation.....	102
Figure 48: Évolution du temps de prise en fonction du pourcentage de bauxite.	104
Figure 49: Aspect des différentes éprouvettes de mortier à base de bauxite	105
Figure 50: Évolution du retrait linéaire en fonction du pourcentage de bauxite.....	106
Figure 51: Évolution de la masse volumique apparente en fonction du pourcentage de bauxite.	108
Figure 52: Évolution de la porosité ouverte en fonction du pourcentage de bauxite.....	109
Figure 53: Évolution du taux d'absorption d'eau en fonction du pourcentage de bauxite ...	111
Figure 54: Évolution de la résistance mécanique en fonction du pourcentage de bauxite.....	113
Figure 55: Diffractogrammes DRX des mortiers après 90 jours	114
Figure 56: Spectres IRTF des mortiers après 90 jours	116
Figure 57: Microstructure des échantillons de mortiers.....	117

RESUME

Cette étude a permis d'identifier les potentielles utilisations dans la formulation des produits utilitaires de deux types d'argile et une bauxite, tous prélevés à Dèbélé, Préfecture de Kindia (Guinée). Pour ce faire, les trois matériaux minéraux ont fait l'objet d'analyse chimique à la fluorescence X, de diffraction des rayons X, de spectrométrie infrarouge, des analyses thermiques couplées différentielle et gravimétrique, de la thermodilatométrie ainsi que de la mesure de la plasticité, la distribution granulométrique, la pouzzolanité, la surface spécifique et la teneur en phase amorphe. Les résultats montrent que les deux argiles contiennent la kaolinite et la muscovite comme minéraux argileux majoritaires, 57,40% et 27% contre 55,10% et 19,90% respectivement auxquels s'ajoutent les minéraux non plastiques tels que le quartz, la goethite, l'hématite, l'anatase et la gibbsite. Leurs indices de plasticité sont élevés en raison de la prédominance de fines particules. Le frittage à 1200°C montre que ce sont des argiles fusibles qui présentent une forte densification due à la présence de la muscovite et la réactivité additionnelle du quartz fin. L'étude des propriétés physiques et mécaniques des éprouvettes de ces argiles cuites entre 700 et 1100°C indique que ces argiles conviennent pour les compositions céramiques denses qui nécessitent une plasticité suffisante au façonnage et une bonne stabilité dimensionnelle à la cuisson. La bauxite quant à elle, est riche en gibbsite, 69,50% et contient une quantité considérable d'hématite et très peu de quartz. Comme pour les deux argiles, sa teneur en phase amorphe et le caractère pouzzolanique sont appréciables dès l'état naturel et s'améliorent après calcination à 600 °C. L'utilisation de cette bauxite, à l'état brut et calciné, comme additif minéral en substitution partielle du ciment portland de 5 à 25% dans la formulation des liants hydrauliques alternatifs a permis de réduire l'ouvrabilité et le temps de prise. Dans le cas de la bauxite calcinée, l'ettringite et le monosulfoaluminate coexistent quel que soit le taux de substitution alors que dans le cas de la bauxite brute, l'ettringite n'existe qu'à 5 et 10% en masse d'additif. Ceci démontre la grande réactivité de l'alumine dans la bauxite calcinée comparée à celle de la bauxite brute. Cette dernière donne par ailleurs des produits avec une microstructure hétérogène et une porosité croissante avec le taux de substitution, alors que la bauxite calcinée abaisse la porosité. Les mortiers obtenus sont de bonne performance en termes de résistance mécanique à la compression avec des minima de 13,2 MPa pour la bauxite brute et 17,4 MPa pour la bauxite calcinée, ce qui est favorable pour leur application dans les matériaux structurants comme ceux de construction. En plus, la bauxite brute qui favorise l'augmentation de la porosité des mortiers convient aussi aux applications utilisant des matériaux poreux comme les filtres à hautes pressions.

Mots clés: Argiles, Bauxite, caractéristiques physicochimiques, liants hydrauliques, céramiques, Guinée.

ABSTRACT

This work assessed the potential uses of two types of clays and a bauxite quarried in Kindia (Guinea). They were firstly characterised by chemical and mineralogical composition, specific surface area, plasticity, particle size distribution, thermal behaviour, evaluation of pozzolanicity and determination of the amount of amorphous phase. Kaolinite and muscovite were found as the main clay minerals in clays, 57.40% and 27% against 55.10% and 19.90% respectively in addition to non-plastic minerals, precisely quartz with fine particles, goethite, hematite, anatase and gibbsite in traces. The two clays have high plasticity index that is consistent with the small size and broad particles size distribution. During heating up to 1200°C, the fluxing behaviour of both clays was pointed out through sintering with effective densification as result of significant quantity of muscovite and reactive fine quartz. Both clays exhibited limit firing shrinkage, 4.5% and 3.5% respectively. The study of ceramic test-discs physical and mineralogical properties led to conclude that these clays are suitable for dense ceramic compositions which require sufficient plastic ability and more dimensional stability during firing. Regarding the bauxite, it is gibbsite-rich 69.50% and contains 45.06 wt.% of alumina, 23.80 wt.% of iron oxide, and 1.74 wt.% of silica. This chemical composition fulfil that required for bauxites used in refractory cement formulations. During heating, this bauxite sample undergoes high densification with low linear shrinkage, suggesting its potential use in dense ceramic compositions with high thermal stability. The correlation between pozzolanicity, amorphous phase content, and specific surface area indicated that the raw bauxite and its calcined product at 600°C present an interesting reactivity exploitable in alternative cement formulations. Accordingly, mortars were manufactured by replacing 5 – 25 wt.% of Portland cement with raw bauxite and its 600 °C calcined product respectively. The both additives favoured the reduction of the workability and setting time of mortars. In the case of calcined bauxite, ettringite and monosulfoaluminate coexist regardless the rate of substitution due to the higher reactivity of alumina, whereas for raw bauxite, ettringite is only found at 5% and 10%. Heterogeneous microstructures and increased porosity are revealed with the rate of cement replacement for raw bauxite, whereas for calcined bauxite, the porosity decreases. Definitively, even the minimum compressive strengths of both series of mortars enable their application as construction materials. Favouring the porosity increase, raw bauxite is more appropriate for applications in porous materials development.

Keywords: Clays, Bauxite, physicochemical characteristics, hydraulic binders, ceramics, Guinea

INTRODUCTION GENERALE

Les argiles et bauxites font partie des minéraux industriels tels que les latérites, les calcaires, les pouzzolanes, les feldspaths, les agrégats, etc. (Kakali et al., 2001; Benkaddour et al., 2009). Ces minéraux non métalliques sont utilisés par l'homme depuis l'antiquité, permettant de fabriquer divers produits utilitaires qui sont partout présents dans notre quotidien. On peut ainsi citer les matériaux de construction et à usage domestique, les matériaux médicaux et cosmétiques, les matériaux électroniques, de transport y compris l'aéronautique, les matériaux pour l'énergie renouvelable, la papeterie etc. Ces ressources naturelles sont employées aussi bien comme matières premières permettant de fabriquer les divers produits (argiles pour les briques cuites, la latérite pour les briques de terre comprimée, le sable pour les parpaings...) ou comme additifs à une matière première pour créer ou améliorer les propriétés fonctionnelles de nouveaux produits en réponse à l'évolution des usages (ajouts des minéraux dans la peinture et le ciment, les matières plastiques et produits pharmaceutiques, le papier, le caoutchouc...) (Njopwouo, 1984; Njopwouo et al., 1988; Elimbi et Njopwouo, 2002; Djangang, 2007; Essaidi et al., 2016; Qlihaa et al., 2016).

Alors que la consommation des produits manufacturés issus des minéraux industriels tend à se généraliser, leur production reste très peu développée dans certains pays comme la Guinée. Les minéraux industriels s'y retrouvent en abondance sur toute l'étendue du territoire, mais leur utilisation reste toutefois très limitée. En effet, les argiles, matières premières classiques dans les matrices cimentaire et céramique ne sont jusqu'ici exploitées que pour la poterie artisanale tandis que la bauxite, dont la réserve est classée première mondiale, ne sert qu'à l'extraction de l'aluminium (Campbell, 1993; Boulvert, 2003; Devey, 2009; Mamedov, 2010; MMG, 2012). Pourtant, ces ressources peuvent, par exemple 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. Dans ce contexte, il faut remarquer que la plupart des caractéristiques physicochimiques de ces ressources naturelles sont encore peu connues et que les travaux scientifiques et techniques indispensables à leurs transformations nécessitent d'être développés et maîtrisés.

Dans la présente étude, nous nous proposons de faire d'étudier les caractéristiques des argiles et de la bauxite provenant des sites de la localité de Débélé, en déterminant leurs

compositions chimiques et minéralogiques, leurs propriétés physiques et leur comportement thermique jusqu'à 1200 °C. C'est une étape préliminaire pour inventorier les potentiels domaines d'application de ces minéraux. Par la suite, des essais de formulation des mortiers hydrauliques seront effectués, où 5 à 25% en masse du ciment portland seront substitués par la bauxite brute et calcinée. De même, des essais de formulation des céramiques seront faits pour évaluer la possibilité de l'utilisation de ces argiles dans le domaine céramique.

Dans ce contexte, l'objectif principal du présent travail réside dans la valorisation des ressources minérales de la Guinée dans une perspective de développement durable. En effet, la disponibilité et l'accès facile à des matières locales ciblées constituent une opportunité à saisir en vue de réduire le coût du transport et la création d'emploi. Pour y parvenir, les caractéristiques physicochimiques des matières sélectionnées ont été déterminées en vue de proposer des formulations contrôlées, principalement pour ceux des produits utilisables dans la construction. Ceci constituera une contribution à la mise sur pied de base de données scientifiques et techniques pouvant stimuler les investissements en vue de la création des entreprises et industries locales pour l'exploitation efficace de ces matières avec possibilité de réduction du coût de logement.

Le présent travail s'articule autour de trois chapitres précédés par une introduction générale et suivis d'une conclusion générale incluant les perspectives. Dans le premier chapitre, est présentée la revue de la littérature sur les minéraux industriels, leurs définition et applications dans la fabrication des liants hydrauliques alternatifs ainsi que des matériaux céramiques. Au deuxième chapitre, sont décrits les matériaux étudiés ainsi que les techniques expérimentales utilisées pour leur caractérisation, les formulations et l'étude des propriétés des mortiers hydrauliques et éprouvettes céramiques. Le troisième chapitre est consacré à la présentation des résultats obtenus et leur interprétation.

CHAPITRE I:

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

Ce chapitre présente un aperçu général sur les minéraux industriels à l'occurrence les aluminosilicates. Il commence par les définitions des termes usuels, puis présente les diverses utilisations des minéraux industriels tout en faisant un focus sur les ciments et mortiers hydrauliques ainsi que sur les matériaux céramiques.

I.1 MINERAUX INDUSTRIELS

I.1.1 Définitions des termes

Les minéraux industriels sont les constituants naturels de l'écorce terrestre autres que les minéraux métalliques, les pierres précieuses, les ressources énergétiques et alimentaires. Ce sont entre autres les argiles, les sables, les graviers, les agrégats des roches, les feldspaths, les carbonates, etc. (*Njopwouo, 1984; Lavergne, 1985*).

Un minéral est un solide naturel homogène avec une composition chimique bien déterminée et une structure atomique cristallisée (c'est-à-dire dans laquelle les atomes le constituant sont parfaitement rangés suivant une géométrie périodique) ou non pour les minéraux amorphes. On peut citer à titre d'exemple le diamant et le graphite, deux minéraux de même composition chimique (du carbone pur) mais de structures différentes. Le quartz est un minéral formé de silicium et d'oxygène; la kaolinite, minéral constitué de l'association de silicium, d'oxygène et d'aluminium, etc. Lorsque le minéral permet d'obtenir un métal après traitement métallurgique, il porte le nom de minerai (*Lavergne, 1985*).

Une roche est une association naturelle de plusieurs minéraux. Un granite, par exemple, est une roche composée de 3 minéraux: quartz, feldspath et mica. Certaines roches peuvent être composées à plus de 95% par un seul minéral, comme le marbre, composé presque exclusivement de calcite (*Lavergne, 1985*).

Les aluminosilicates sont des minéraux composés principalement d'aluminium, de silicium et d'oxygène, et aussi des cations bivalents (fer, calcium, magnésium, titane, etc.). Ils font partie des minéraux industriels les plus répandus compte tenu de l'abondance du silicium et de l'oxygène dans l'écorce terrestre. Ce sont en effet les minéraux du groupe des silicates dans lesquels certains atomes de silicium, Si, sont remplacés par des atomes d'aluminium, Al.

La structure des aluminosilicates (variantes: aluminosilicates, silico-aluminates) résulte du remplacement de certains atomes de silicium par des atomes d'aluminium. La substitution de l'anion $(\text{SiO}_4)^{4-}$ par l'anion $(\text{AlO}_4)^{5-}$ entraîne un déficit de charge positive qui est compensé par l'introduction de cations supplémentaires pour assurer la neutralité électrique de l'ensemble. Les principales classes des aluminosilicates sont les phyllosilicates de structure bidimensionnelle et les tectosilicates de structure tridimensionnelle (Nevila, 2003 ; Pialy, 2009).

Les tectosilicates sont des minéraux formés par association de motifs élémentaires tétraédriques $[\text{SiO}_4]^{4-}$ par leurs sommets. En fait, les tétraèdres (polyèdres qui ont 4 faces, 6 côtés et 4 sommets) de base $[\text{SiO}_4]^{4-}$ que l'on retrouve dans tous les silicates, sont ici soudés par leurs quatre sommets et chaque oxygène est lié à deux cations. La famille des tectosilicates comprend les diverses variétés de silice cristallisée (quartz, tridymite, cristobalite coésite) et les aluminosilicates tridimensionnels qui sont les feldspaths, les feldspathoïdes et les zéolithes.

Le terme «argile» vient du mot grec «argilos» dont la racine est «argos» qui veut dire blanc. Selon l'Association Internationale pour l'Etude des Argiles (AIPEA), l'argile désigne tout matériau naturel à grains fins ($< 2\mu\text{m}$) qui devient plastique à des teneurs en eau appropriées et qui durcit par séchage ou frittage (Guggenheim et Martin, 1995). Les minéraux argileux sont des hydroxy-silicates plus ou moins hydratés, structurellement constitués par un agencement de tétraèdres siliciques et d'octaèdres aluminiques ou magnésiques. Les minéraux argileux existent rarement à l'état pur dans la nature, ils sont plus ou moins mélangés à d'autres composés naturels non argileux. Lorsque le mélange contient une proportion notable de minéraux argileux, il est appelé argile ou matériau argileux.

I.1.2 Matériaux argileux

On distingue trois grandes classes ou familles de minéraux argileux: les minéraux phylliteux ou phyllosilicates, les minéraux fibreux ou hornites (tous microcristallisés) et les minéraux amorphes.

i) Minéraux argileux phylliteux ou phyllosilicates

Etymologiquement, le mot «Phyllosilicate» vient du nom du groupe «silicates» et du mot Grec «Phyllon» qui signifie feuillet; on parle aussi de «silicate lamellaire». Les phyllosilicates ou minéraux argileux phylliteux ou phyllites sont les minéraux dont la structure est constituée par la superposition d'un certain nombre de feuillets élémentaires de nature et d'épaisseurs bien déterminées. Le feuillet élémentaire est formé par la superposition de plans constitués par une carcasse d'anions oxygène (O^{2-}) et hydroxyle (OH^-) disposés parallèlement

entre eux (Figure 1). C'est dans les cavités vides laissées par ces carcasses que se logent les cations. En effet, la structure est un empilement de couches tétraédriques («T»), formées de silice tétraédrique (c'est-à-dire d'un cation Si^{4+} entouré de quatre anions O^{2-} qui constituent les sommets du tétraèdre). Dans la structure, les tétraèdres partagent trois sommets sur quatre (les oxygènes «basaux»), le quatrième sommet (l'oxygène «apical») étant relié à une couche octaédrique («O») occupée par des cations différents (Al, Mg, Fe, Ti, Li, etc.) (Bailey et al., 1971; Lambercy, 1993; Hardjito et Rangan, 2005). Les feuillets sont séparés par un espace appelé «espace interfoliaire ou interfeuille» qui peut être occupé par des cations hydratés. L'ensemble feuillets-espace interfoliaire forme une unité structurale. L'épaisseur de cette unité est appelée distance basale (Bouchet et al., 2000).

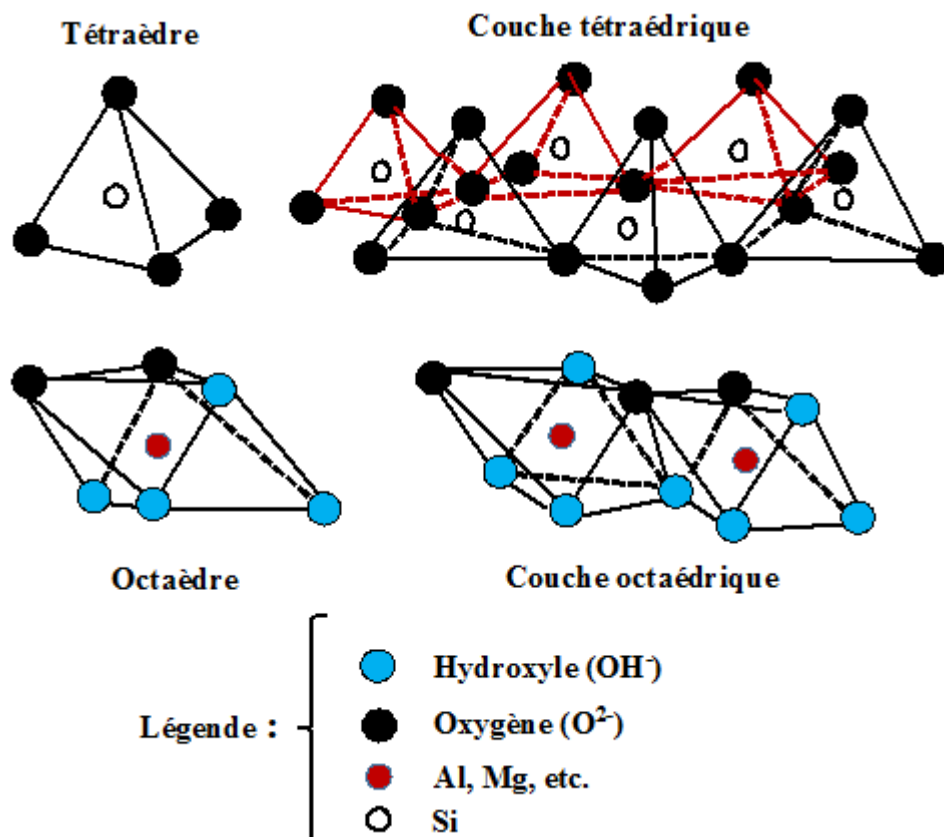


Figure 1: Représentations d'un tétraèdre, d'une couche tétraédrique, d'un octaèdre et d'une couche octaédrique (Nevila, 2003)

L'agencement des couches T et des couches O forme des feuillets, qui représentent l'unité de clivage des phyllosilicates. Les phyllosilicates sont classés en deux groupes et trois familles sur la base de l'occupation des trois sites octaédriques indépendants dans la maille primitive (Caillère et al., 1982 (a et b); Nevila, 2003 ; Bergaya et al., 2006; Guggenheim et al., 2006). Selon que les trois sites cationiques sont occupés par des cations ou seulement deux sur trois, on distingue deux groupes de phyllosilicates: les trioctaédriques et les dioctaédriques

(Figure 2). La formule chimique idéale des minéraux les plus représentatifs est obtenue en partant de celle de la couche tétraédrique $[\text{Si}_n\text{O}_{4n}]^{4n-}$ et de celle de la couche trioctaédrique $\text{Mg}_3(\text{OH})_6$ ou dioctaédrique $\text{Al}_2(\text{OH})_6$ en remplaçant une partie des hydroxyles par des oxygènes apicaux.

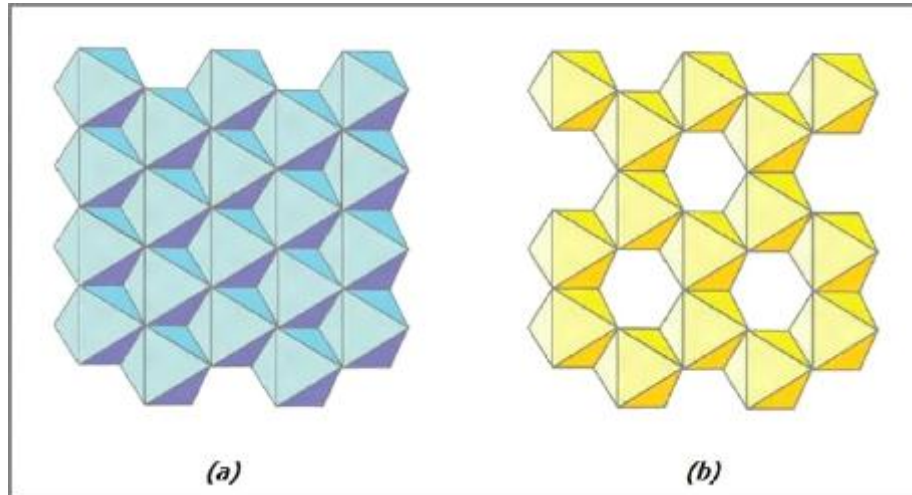


Figure 2: Représentation schématique des deux types de couches octaédriques
(a) trioctaédrique; (b) dioctaédrique (*Grim R. E., 1968*)

De plus, selon que les trois sites octaédriques sont partiellement ou totalement équivalents en termes de leur occupation et dimension, on distingue différentes familles:

- ✓ **famille homo-octaédrique:** les trois sites octaédriques sont tous équivalents (contiennent le même cation ou mélange de cations et ont une dimension égale ou très proche);
- ✓ **famille méso-octaédrique:** deux des trois sites octaédriques sont équivalents, tandis que le troisième se différencie par son occupation et/ou sa dimension;
- ✓ **famille homo-hétéro-octaédrique:** les trois sites octaédriques sont tous différents (*Caillère et al., 1982 (a et b); Bergaya et al., 2006*).

Selon le type de feuillet, les phyllosilicates sont classés dans les groupes suivants:

- ✓ **Phyllosilicates TO ou 1:1:** où le feuillet est formé d'une couche T et d'une couche O. L'épaisseur du feuillet est environ de 7 Å; ils appartiennent au groupe de la kaolinite-serpentine;
- ✓ **Phyllosilicates TOT ou 2:1:** où le feuillet est formé de deux couches T entre lesquelles se trouve une couche O. L'épaisseur du feuillet est d'environ 10 Å. C'est le cas du groupe talc-mica-montmorillonite dont de nombreux minéraux sont les principaux constituants des argiles. Cette classe contient également les minéraux autrefois appelés TOTO ou 2 : 1 : 1. En effet, la nouvelle classification de l'association internationale pour l'étude des argiles (AIPEA) recommande de ranger ces minéraux dans la classe 2 : 1. En réalité, la différence

fondamentale entre les chlorites (groupe le plus représentatif) et les micas est la nature du cation compensateur logé dans l'espace interfoliaire. Dans les chlorites, la compensation est assurée par un cation hydroxylé $[(Mg_2Al(OH)_6)^+]$. L'épaisseur du feuillet est d'environ 14 Å.

Le *Tableau I* récapitule la classification des phyllosilicates.

Tableau I: Classification simplifiée des phyllosilicates, x représentant la charge du feuillet élémentaire (*Guggenheim et al., 2006 ; Caillère et al., 1982 a et b*)

Type	Éléments dans l'espace interfoliaire	Groupe minéral	Caractère de la couche octaédrique	Espèces minérales
1/1	Aucun (x ~ 0)	Kaolinite serpentine	Diocatédrigue	Kaolinite ($Si_2O_5Al_2(OH)_4$)
			Triocatédrigue	Antigorite ($Si_2O_5Mg_3(OH)_4$), Lizardite, berthierite, amesite, cronstedtite, nepouite, brindleyite
			Di triocatédrigue	Odinite
	Aucun (x ~ 0)	Pyrophyllite Talc	Diocatédrigue	Pyrophyllite ($Si_8O_{20}Al_4(OH)_4$), Ferripyrophyllite
			Triocatédrigue	Talc ($Si_8O_{20}Mg_6(OH)_4$), willemseite, kerolite, pimelite
	Cations hydratés échangeables (x ~ 0,2 à 0,6)	Smectite	Diocatédrigue	Montmorillonite ($Si_8O_{20}Al_{4y}Mg_y(OH)_4, M_y^+$), beidellite, nontronite, volkonsikoite
			Triocatédrigue	Hectorite ($Si_8O_{20}Mg_{6y}Li_y(OH)_4, M_y^+$), aponite, sauconite, stevensite, swinefordite
2/1	Cations hydratés échangeables (x ~ 0,6 - 0,9)	Vermiculite	Diocatédrigue	Vermiculite Diocatédrigue
			Triocatédrigue	Vermiculite Triocatédrigue
	Cations monovalents non hydratés (x ~ 0,6 – 1,0)	Mica doux	Diocatédrigue	Muscovite ($Si_6Al_2O_{20}Al_4(OH)_2K_2^+$), illite, glauconite, celadonite, paragonite ...
			Triocatédrigue	Phlogopite ($Si_6Al_2O_{20}Mg_6(OH)_2K_2^+$), Biotite, Lépidoilite...
	Cations divalents non hydratés (x ~ 1,8 – 2,0)	Mica fragile	Diocatédrigue	Margarite
			Triocatédrigue	Clintonite, kinoshitalite, biyite, anadite
Couche hydroxylé	Chlorite	Diocatédrigue	Donbassite	
		Triocatédrigue	Clinochlore, chamosite, nimite, baileychlore	
		Di triocatédrigue	Cookeite, sudoite	

❖ Minéraux 1:1

Les minéraux argileux de ce type sont caractérisés par (*Bergaya et al., 2006*):

- ✓ une distance basale comprise entre 7,1 et 7,4 Å;
- ✓ un motif élémentaire formé par un empilement de trois plans anioniques: X (atomes d'oxygène, base des tétraèdres (SiO_4^{4-}), Y (atomes d'oxygène et hydroxyles internes) et Z (hydroxyles externes) et de deux plans cationiques. Un exemple du mode d'empilement des minéraux 1:1 est illustré par la *Figure 3*.

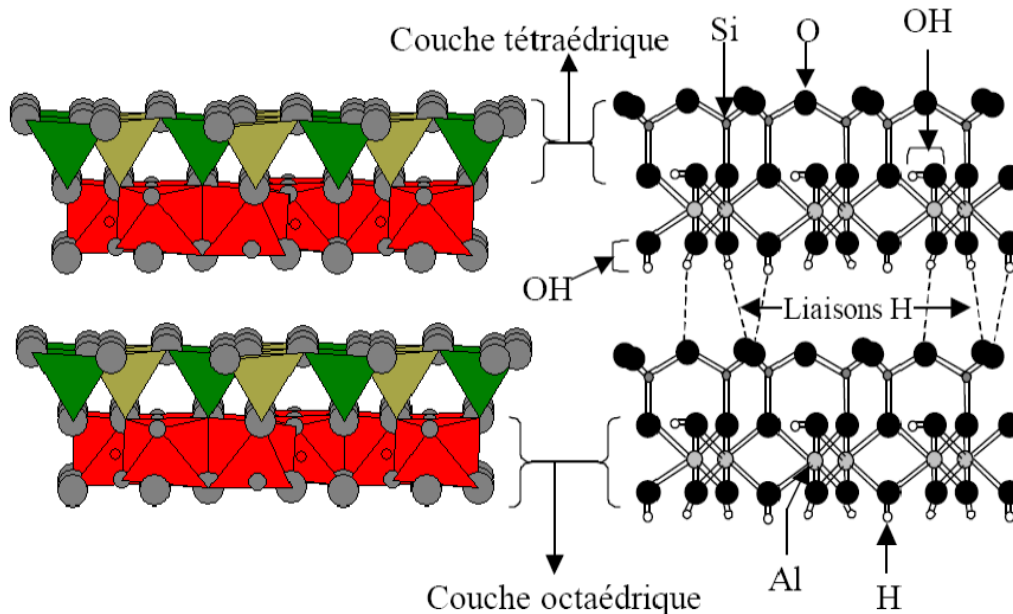


Figure 3: Structure des minéraux 1:1 (exemple de la kaolinite) (Bergaya et al., 2006)

Les liaisons Si-O ont un caractère covalent plus accentué que les liaisons Al-O dont la composante ionique est marquée. Les feuillets sont liés entre eux par des ponts d'hydrogène et des forces d'attraction de Van der Waals. Certains auteurs envisagent la possibilité d'une attraction électrostatique entre les deux surfaces basales des feuillets dont la polarité pourrait être opposée du fait de substitutions cationiques (Zamma, 1984 ; Carty, 1999).

Parmi les minéraux 1:1, on retrouve le groupe des kaolinite-serpentine qui d'après la morphologie, l'état d'hydratation et le degré de cristallinité comprend plusieurs minéraux dont la kaolinite (et ses deux polytypes, dickite et nacrite), et l'halloysite.

La kaolinite (formule générale: $\text{Si}_4\text{O}_{10}\text{Al}_4(\text{OH})_8$) qui se présente au microscope électronique généralement sous forme de plaquettes hexagonales parfois allongées comme des lattes ou des losanges; l'empilement des feuillets est bien ordonné. Le diamètre de ces plaquettes peut être de quelques centaines d'Angstrom jusqu'à une dizaine de microns. Dans les gisements résiduels et hydrothermaux, de larges «books» de kaolinite (plaquettes empilées comme des pages d'un livre) sont abondants (Christidis, 2011).

❖ Minéraux 2:1

Les feuillets de ces minéraux sont formés par deux couches tétraédriques encadrant une couche octaédrique (Figure 4). Le minéral représentatif de ce groupe est la muscovite. Ce minéral s'apparente à la phlogopite (famille des micas) mais présente des substitutions tétraédriques. Caillère et collaborateurs ont constaté que le silicium de ce minéral est remplacé par l'aluminium et le déficit de charge est compensé par l'introduction du potassium (K^+) dans l'espace interfoliaire (Caillère et al., 1982 ; Bergaya et al., 2006).

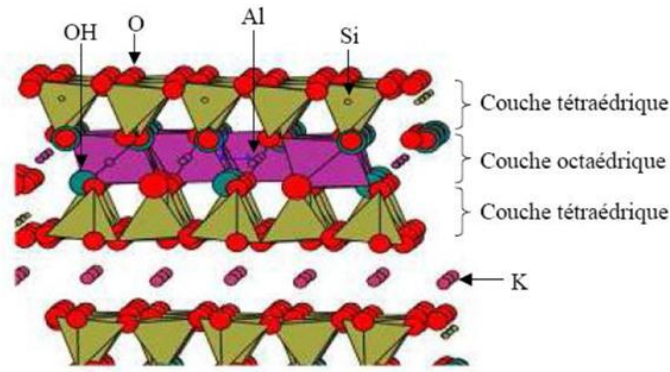


Figure 4: Structure idéale des minéraux 2:1 (Bergaya *et al.*, 2006 ; Pialy, 2009)

Des substitutions cationiques sont observables au sein de ces minéraux 2/1:

- ✓ les ions Si^{4+} peuvent être remplacés par Al^{3+} et/ou Fe^{3+} dans les couches tétraédriques;
- ✓ les ions Fe^{2+} , Mg^{2+} ou Mn^{2+} peuvent se substituer aux ions Al^{3+} dans les couches octaédriques ;
- ✓ dans les sites octaédriques, Li^{+} peut aussi remplacer Fe^{2+} ou Mg^{2+} .

Ces substitutions engendrent un déficit de charge compensé par l'intercalation de cations comme Ca^{2+} , Mg^{2+} , Na^{+} , K^{+} dans l'espace interfoliaire qui peut accueillir des quantités variables d'eau pour leur hydratation.

Les chlorites sont des minéraux 2:1 ou T-O-T-O de formule générale: $[\text{Si}_{4-x}\text{Al}_x\text{O}_{10}\text{Mg}_3(\text{OH})_2][\text{Mg}_{3-x}\text{Al}_x(\text{OH})_6]$ dont les couches tétraédriques sont formées de tétraèdres SiO_4 où le silicium (Si) est souvent substitué par Al^{3+} , plus rarement par Fe^{3+} . Le déficit de charge qui en résulte est compensé par un excès de charge octaédrique, soit dans le feuillet T.O.T., soit dans la couche brucitique (octaèdre: $(\text{Mg},\text{Fe})(\text{OH})_6$). Dans le cas des chlorites les plus communes, les octaèdres sont garnis de cations divalents (3R^{2+}), ce qui confère aux chlorites un caractère trioctaédrique bien que toutes les combinaisons soient possibles (tri-dioctaédrique, di-trioctaédrique, di-dioctaédrique). Les chlorites sont stables à haute température; leur stabilité accrue par rapport aux vermiculites s'explique par la liaison forte existant entre les hydroxyles (Caillère *et al.*, 1982).

i) Minéraux argileux fibreux

Les minéraux argileux fibreux ou à faciès fibreux sont des espèces à pseudo-feuillets constitués de plans continus d'anions O^{2-} séparés alternativement par deux plans d'anions O^{2-} et OH^{-} à assemblage compact, dont l'empilement forme des octaèdres disposés alternativement au-dessus et au-dessous du plan continu d'anions O^{2-} . Suivant la largeur du ruban d'octaèdres, il existe deux familles de minéraux à faciès fibreux:

✓ la famille des palygorskites, dont la largeur du ruban est constituée de 5 octaèdres;

✓ la famille des sépiolites dont la largeur du ruban comporte 8 octaèdres.

ii) Minéraux argileux amorphes

Les minéraux argileux amorphes sont ceux n'ayant pas de structure cristalline précise. Ils sont pour la plus part formés de gels et on en distingue trois types:

iii) les gels silico-alumineux qui selon le rapport $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ prennent le nom d'allophane ou d'imogolite de formule $\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$;

iv) les gels silico-ferriques connu sur le nom d'hisengérite pouvant être constitués de mélange d'oxyde hydraté, de silicate amorphe, de silicate ferrifère;

v) les gels de silice de formule $\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$.

I.1.3 Bauxite

La bauxite a été découverte en 1821 par le français Berthier, ingénieur des mines et professeur à l'Ecole des Mines de Paris. L'orthographe actuelle est due à H. Sainte-Claire Deville (1861), en référence au nom du village des Baux-de-Provence. À l'origine, le terme «bauxite» désigne un ensemble de roches alumineuses et ferrugineuses analogues à celles qui furent découvertes aux Baux. Après sa découverte, ce matériau fut clairement identifié dans toute la ceinture intertropicale. En 1981, *Bardossy* proposa de distinguer les bauxites de karst (sur substrat carbonaté) et les bauxites latéritiques (sur substrats aluminosilicates variés) des régions intertropicales. D'une manière générale, l'altération sous climat tropical ou subtropical des roches carbonatées produit des latérites qui sont des formations "lessivées" par les pluies et concentrées en alumine et en oxyde de fer. Quand l'alumine domine, la latérite prend le nom de bauxite (*Nichols et al., 1985; Tardy, 1992; Sidibé et Yalçin, 2019*).

En d'autres termes, le nom bauxite s'applique aux gisements terreux et aux roches composées principalement d'une ou de plusieurs espèces minérales hydratées d'oxyde d'aluminium. La bauxite contient un grand nombre d'impuretés telles que la silice, les oxydes de fer et de titane, ainsi que divers autres éléments, principalement en quantités minimales ou à l'état de traces. Schématiquement, la bauxite peut être représentée par la formule: $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 + \text{TiO}_2$ (*Nichols et al., 1985; Schellmann, 1994; Bardossy, 1994*).

i) Morphologie et structure

La bauxite apparaît généralement sous forme de couche fine (le plus souvent de 2 à 5 m d'épaisseur) en surface ou à proximité de celle-ci. La couleur des bauxites varie en fonction de leur teneur en oxydes de fer et en impuretés. Les bauxites se présentent tantôt comme des roches

indurées, rouges, brunes, grises ou vertes (bauxites de France, Grèce, Inde, ex-U.R.S.S.), tantôt comme de la poudre rouge à ocre (bauxite de Jamaïque, de Guinée, ...), ou encore comme un agglomérat de petites concrétions noyées dans un fond argileux (bauxite de Hawaï). La présence de fer conduit souvent à une induration de la roche bauxitique.

Les bauxites montrent des textures très diversifiées: aphanitique, noduleuse, bréchique, conglomératique et des textures oolitiques et pisolitiques très caractéristiques (Schellmann, 1994 ; Bardossy, 1994 ; Abzalov et al., 2014).

ii) Minéralogie des bauxites

Les principaux minéraux bauxitiques sont les minéraux d'aluminium oxyde hydratés: la gibbsite ($\text{Al}(\text{OH})_3$), la boehmite ($\text{AlO}(\text{OH})$) et le diaspore (HAlO_2). La boehmite et le diaspore sont tous deux monohydratés et ont la même composition chimique, mais le diaspore est plus dur et a une densité plus élevée que la boehmite (Tardy, 1992; Abzalov et al., 2014).

✓ Gibbsite ou hydrargillite: $\gamma\text{-Al}(\text{OH})_3$

La gibbsite est le minéral essentiel des bauxites latéritiques. Elle cristallise dans le système monoclinique et se présente en petits cristaux hexagonaux (de 2 à 4 microns en moyenne). Elle constitue parfois des sphérolites à cristallisation fibroradiée. La gibbsite est fréquente dans les bauxites mésozoïques ou cénozoïques et, particulièrement dans les gîtes latéritiques où elle peut être le seul composé d'aluminium hydroxyde individualisé. Dans les bauxites de karst, elle est généralement associée à un autre aluminium hydroxyde (Schellmann, 1994; Abzalov et al., 2014).

✓ Boehmite: $\gamma\text{-AlO}(\text{OH})$

Également monoclinique, la boehmite se présente en cristaux si petits qu'ils ne sont pas identifiables au microscope polarisant. Ce minéral est déterminé au moyen des techniques physiques de laboratoire (analyses thermiques différentielle et pondérale, rayons X, etc.). La boehmite est très abondante dans les bauxites de karst où elle peut être seule ou associée à la gibbsite ou à d'autres monohydrates d'alumine. Elle est connue dans les bauxites latéritiques, où il semble qu'elle soit un minéral secondaire. Dans la boehmite ferrifère, le fer pourrait se substituer à l'aluminium suivant le rapport 1/1 (Tardy, 1992; Abzalov et al., 2014).

✓ Diaspore: $\text{AlO}(\text{OH})$

Le diaspore cristallise dans le système orthorhombique; la taille des cristaux est intermédiaire entre celle des cristaux de gibbsite et de boehmite (de 2 à 3 microns en moyenne, de 40 à 100 microns au maximum). Ce minéral forme parfois des sortes de concrétions

tubulaires. Dans les bauxites karstiques, il est souvent associé à la boehmite. C'est un minéral de métamorphisme des bauxites lorsqu'il est accompagné du corindon (Tardy, 1992).

✓ **Corindon: α -Al₂O₃**

Le corindon est un minéral qui cristallise dans le système hexagonal. Il a longtemps été considéré uniquement comme un minéral de métamorphisme des bauxites où il pseudomorphose des cristaux de diaspore ou bien se présente en petits cristaux prismatiques. Il a été reconnu depuis dans les bauxites de karst non métamorphisées comme minéral détritique et comme minéral authigène en association avec la gibbsite en petites masses pierreuses cryptocristallines (Schellmann, 1994).

Associés aux minéraux d'aluminium, les bauxites contiennent de nombreuses autres phases minérales dont les plus fréquentes sont les fer oxydes et hydroxydes.

- la goethite α -FeO(OH), abondante dans les gîtes à gibbsite;
- l'hématite α -Fe₂O₃ qui est le minéral ferrugineux le plus important des bauxites à diaspore et à boehmite;
- la magnétite, Fe₃O₄, dans les bauxites métamorphiques notamment;
- la maghémite, γ -Fe₂O₃, qui dérive de la magnétite par oxydation.

A côté de ces minéraux, on rencontre également les minéraux du titane qui sont représentés dans les bauxites par le rutil, l'anatase et la brookite qui sont des formes différentes de TiO₂. On signale aussi, dans certains cas, de faibles quantités de sphène (SiO₄CaTiO) et de titanomagnétite (Fe₃O₄.TiO₂). Dans certaines bauxites, on rencontre les minéraux argileux décelables par analyse chimique: la silice, les phyllites du groupe de la kaolinite, très répandus dans les gîtes à boehmite et gibbsite. La dickite et la nacrite, minéraux kaolinitiques, sont exceptionnellement rencontrées dans les bauxites (Tardy, 1992).

I.1.4 Utilisations des minéraux industriels

Les minéraux industriels sont ubiquistes dans notre quotidien, à travers des usages aussi nombreux que sophistiqués. Du médicament au téléphone portable, de la peinture industrielle à l'énergie renouvelable, de la papeterie à l'aéronautique en passant par la construction et les cosmétiques, leurs applications sont innombrables et essentielles depuis toujours. Elles ne cessent par ailleurs d'évoluer. Les industriels investissent massivement en recherche et développement pour répondre aux nouveaux usages. Ils peuvent être utilisés dans plusieurs domaines et de manière très diverse.

i) Comme matières premières

Ils constituent la matière première qui permet de fabriquer les produits finis. Par exemple, une assiette céramique est fabriquée à base d'une composition contenant au moins 3 minéraux industriels comme le kaolin, le feldspath et le quartz.

ii) Comme additifs minéraux

Les minéraux dits «de performance» sont ajoutés à une matière première pour lui apporter leurs propriétés fonctionnelles ou mécaniques. Ils contribuent ainsi à la qualité du produit fini en apportant de la blancheur à la peinture, de la brillance ou de la matité au papier ou aux profilés de fenêtre en PVC, des couleurs ou de la transparence au verre, de l'insonorisation aux revêtements de sols, du calcium à la nourriture animale, de la brillance et de l'abrasivité aux dentifrices.... Les industriels utilisant les minéraux développent donc une véritable science des additifs, afin de créer de nouveaux produits répondant à l'évolution des usages, grâce à la maîtrise des propriétés des minéraux et des techniques de fabrication du produit. Dans le domaine des ciments composés, l'utilisation d'additifs minéraux en remplacement partiel du ciment est apparue comme une voie prometteuse pour développer des ciments hybrides ou des liants alternatifs. Lors de la réduction de la quantité de ciment dans les compositions, les avantages des additifs minéraux sont liés aux propriétés du ciment et du béton à l'état frais et au durcissement. En ce qui concerne leur rôle à l'état frais, les additifs minéraux peuvent être classés en deux catégories: les additifs chimiquement actifs, qui diminuent généralement l'ouvrabilité et le temps de prise mais augmentent la chaleur d'hydratation et la réactivité. L'autre classe, celle des minéraux microfillers, ce sont ceux qui augmentent l'ouvrabilité et le temps de prise mais diminuent la chaleur d'hydratation et la réactivité (Khokhar, 2007; Khan et al, 2014; Deboucha et al, 2017). A titre d'exemple, la bauxite a trouvé diverses applications dans la fabrication de divers produits tels que le ciment, les abrasifs, les réfractaires, les produits chimiques, etc. Récemment, elle a été utilisée comme additif dans diverses compositions de matériaux, pour améliorer les propriétés fonctionnelles ou pour des produits alternatifs durables (Tchamba et al., 2008a; 2010b ; 2011c; Dai et al., 2016; Haddad et al., 2019).

iii) Comme minéraux dans les procédés de fabrication

Par exemples, les sables extra-siliceux sont utilisés pour leurs propriétés réfractaires dans la fabrication des moules de fonderie ou l'argile qui permet de fabriquer les masses de bouchage des métaux en fusion. En outre, la bauxite et ses dérivés ont été utilisés dans la fabrication des céramiques réfractaires, des produits céramiques et des verres de grande valeur.

Cela provient des propriétés uniques induites par les différentes formes d'alumine obtenues au cours du processus thermique. Elles diminuent le rôle de fondant des minéraux alcalins, favorisant la haute résistance mécanique des produits (Yalçin & Sevinç, 2000; Poirier, 2011; Djangang et al., 2015; Verma et al., 2017). Au-delà de ces applications, la bauxite a trouvé d'autres applications dans le traitement des eaux. L'élimination satisfaisante de certains éléments toxiques tels que les fluorures a été obtenue grâce à l'amélioration de ses propriétés adsorbantes par activation chimique et thermique (Haddad et al., 2019).

I.2 CIMENTS ET MORTIERS HYDRAULIQUES

Le ciment portland, matériau de construction le plus utilisé au monde depuis son invention vers les années 50, 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 qui implique une préoccupation principale liée au respect des normes environnementales (Alonso & Palomo, 2001; Pascual et al., 2014). La substitution partielle d'une certaine quantité de ciment Portland par les minéraux, lorsqu'ils sont disponibles à des prix compétitifs, s'est avérée avantageuse, non seulement du point de vue économique, écologique, mais aussi du point de vue des performances des produits (Bich et al., 2009 ; Kazi et al., 2011). En effet, le défi de l'optimisation des compositions et du procédé nécessaire de fabrication des produits aux caractéristiques d'usage satisfaisantes concédées au coût minimal de production passe aussi par la disponibilité et la maîtrise des caractéristiques des matières premières (Alonso & Palomo, 2001; Pascual et al., 2014). Ceci sans passer outre le cas particulier de la Guinée où la valorisation des ressources locales comme contribution au développement durable est une préoccupation politique permanente.

I.2.1 Ciment Portland

Les Romains connaissaient déjà le secret de la production d'un matériau hydraulique dense et durable en mélangeant de la chaux avec des matériaux d'origine volcanique pour former un liant qui a des propriétés très semblable à celles qu'on retrouve dans la pâte du ciment hydraté. Toutefois, les connaissances des Romains furent perdues après les invasions des barbares et ne furent retrouvées qu'à la fin du 18^{ème} siècle. L'invention du ciment est attribuée à un maçon Anglais du nom de Joseph Aspdin et date de 1824. Le nom de portland est dû au fait que la couleur du béton obtenu ressemble à une roche d'excellente qualité extraite de la presqu'île de calcaire de Portland, situé à l'ouest de l'Île de Wight.

Le ciment Portland est une poudre sèche ayant des particules très fines qui forment une pâte liante au contact de l'eau, d'où l'appellation «liant hydraulique». La pâte de ciment hydratée est le siège de nombreuses réactions au cours desquelles se forment des produits divers comme les silicates et aluminates hydratés. Elle colle et enrobe tous les granulats ensemble et durcit pour former une masse solide (*Laldji & Tagnit-Hamou, 2007; Scrivener, 2014*). En d'autres termes, le ciment est un liant hydraulique, c'est-à-dire une matière inorganique finement moulue qui, gâchée avec de l'eau, forme une pâte qui fait prise et durcie par suite de réactions et processus d'hydratation. Après durcissement, le ciment conserve sa résistance et sa stabilité même sous l'eau (*NF EN 197-1, 2000*).

La composition de base du ciment portland est un mélange de silicates et d'aluminates de calcium résultant de la combinaison de la chaux (CaO) avec la silice (SiO₂), l'alumine (Al₂O₃) et l'oxyde de fer (Fe₂O₃). Cette composition de base du ciment provient du clinker, qui est son principal constituant, lui-même composé de silicates bi et tricalciques (2CaO.SiO₂ et 3CaO.SiO₂ respectivement notés C₂S et C₃S), d'aluminates tricalcique (3CaO.Al₂O₃ ou C₃A) et de ferroaluminate tétracalcique (4CaO.Al₂O₃.Fe₂O₃ ou C₄AF) (*Cimbéton, 2005*).

Dans le clinker, la chaux nécessaire est apportée par des roches calcaires alors que l'alumine, la silice et l'oxyde de fer sont apportés par des argiles. Ainsi, de façon générale, pour la production du clinker, 80% du calcaire et 20% de l'argile sont extraits des carrières, puis concassés et homogénéisés pour donner ce qu'on appelle le «cru». Ce cru est ensuite porté à une température de 1450°C pendant environ une heure dans un four rotatif. La cuisson passe également par plusieurs étapes où se déroulent des réactions chimiques complexes qui ne seront pas abordées dans la présente synthèse. En général, dans le clinker refroidi, on ajoute du gypse (minéral de formule CaSO₄.2H₂O) à un taux de 3 à 5% qui permet de réguler la prise du ciment broyé en une fine poudre (*Savado, 2017*). Cependant, on peut avant le broyage, mélanger le clinker à d'autres matériaux (additifs minéraux) pour obtenir des ciments composés. Le taux utilisable de ces matériaux est limité par les normes ciments (*NF EN 197-1*).

i) Processus d'hydratation du ciment

L'hydratation est l'ensemble des réactions chimiques qui s'effectuent pendant et après le gâchage du ciment. Ces réactions s'accompagnent d'un dégagement de chaleur plus ou moins important selon le type de ciment. Cette chaleur provient de la réaction des quatre phases minérales qui composent le ciment. L'hydratation du ciment présente les mêmes étapes que celles des phases seules, mais il existe une synergie entre les différentes réactions des quatre phases cimentaires (*Kazi et al., 2011; Brykov et al., 2012; Savado, 2017*).

En résumé, dès le contact du ciment avec l'eau on observe une dissolution des différentes espèces (C_2S , C_3S , C_3A , C_4AF) et la formation des hydrates dont les principaux sont la portlandite (CH) qui provoque l'accélération de l'hydratation, les silicates de calcium hydratés (C-S-H) et l'ettringite (Aft). À l'épuisement du gypse, l'ettringite se dissout et libère des ions sulfates qui réagissent avec l'excès de C_3A pour former le monosulfoaluminate de calcium (Afm). D'un point de vue cinétique, le processus d'hydratation s'articule autour de cinq phases ou périodes (Tong *et al.*, 1991; Clodic, 1994; Savadogo, 2017):

✓ **Période de gâchage**

C'est la dissolution initiale des constituants du ciment. Elle est très rapide et exothermique. Le C_3S et le C_3A des grains de ciment réagissent immédiatement avec l'eau, formant respectivement le silicate de calcium hydraté (C-S-H) et l'ettringite ou (Aft) connue pour son caractère métastable.

✓ **Période dormante**

Cette période a une durée de quelques heures et le dégagement de chaleur est faible. Aucune évolution de la pâte ne semble se produire, mais les réactions chimiques ont pourtant commencé. Les ions passent en solution durant cette phase (ions calcium, silicates, hydroxyles et sulfates). Le pH de la solution augmente, ce qui ralentit la dissolution des constituants du ciment. Par conséquent, la formation des silicates de calcium hydratés et d'ettringite se poursuit lentement et la phase aqueuse devient sursaturée en chaux.

✓ **Période de la prise ou d'accélération**

Cette période débute lorsque la concentration en ions Ca^{2+} et OH^- de la solution devient critique. Cette sursaturation induit la précipitation de la portlandite qui consomme ces ions. La chute de la teneur en Ca^{2+} et OH^- dans l'eau de gâchage accélère la dissolution de tous les constituants du ciment. Il s'ensuit alors les mécanismes de dissolution, de nucléation et de précipitation des différentes phases, permettant l'intensification de la formation des hydrates (CH, C-S-H, Aft). Cette activité chimique dégage beaucoup de chaleur. Les hydrates formés commencent à s'enchevêtrer et la pâte devient de plus en plus solide. La fin de la période de prise est caractérisée par une accélération de l'hydratation (Clodic, 1994; Savadogo *et al.*, 2015; Kabre *et al.*, 2018).

✓ **Période de durcissement**

Au cours de cette période, les résistances mécaniques se développent et les pores se remplissent progressivement des CSH. Les grains anhydres se trouvent recouverts d'une couche d'hydrates qui s'épaissit de plus en plus. Pour que l'hydratation se poursuive, il faut que l'eau diffuse à travers les pores de gel de CSH. La chaleur dégagée diminue. Le gypse est épuisé, le

C₃A résiduel réagit avec l'ettringite pour former du monosulfoaluminate de calcium (Afm) (Brykov et al., 2012 ; Savadogo et al., 2015; Ikumi et al., 2019).

✓ Période de ralentissement

La diffusion de l'eau vers l'interface réactionnelle des grains de ciment devient de plus en plus lente, par conséquent, les réactions d'hydratation sont limitées. Les détails relatifs au phénomène d'hydratation du ciment et les différents produits qui en découlent (hydrates formés) sont donnés dans les paragraphes de la rubrique suivante.

ii) Produits d'hydratation du ciment

Lorsque le ciment Portland est mélangé avec de l'eau, il se produit plusieurs réactions chimiques qui sont plus ou moins rapides comme nous venons de le voir dans le paragraphe précédent. Ces réactions font intervenir les différents constituants du ciment et aboutissent à la formation de plusieurs hydrates (Cimbéton, 2005).

✓ Hydratation du silicate tricalcique

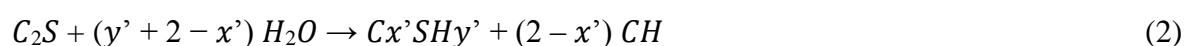
Le silicate tricalcique (C₃S) est la phase la plus importante du ciment. La chaleur dégagée lors de l'hydratation de cette phase est l'une des plus élevées. La majeure partie de son hydratation se passe dans les 28 premiers jours et sa réaction complète peut se prolonger jusqu'à une année (Bourissai, 2010). Le mécanisme de l'hydratation du C₃S se produit par la séquence de trois phénomènes essentiels, à savoir: la dissolution du C₃S, la précipitation des C-S-H et la précipitation de la portlandite (CH). Le mécanisme peut être représenté par l'équation 1 (Nguyen, 2006):



C'est pour cette raison que les auteurs s'accordent sur le principe selon lequel l'hydratation du silicate tricalcique est responsable des performances mécaniques des pâtes de ciment aux échéances courtes et moyennes (Kazi et al., 2011; Marlière, 2013; Savadogo, 2017).

✓ Hydratation du silicate bicalcique

Les travaux de Tong et collaborateurs ont montré que le silicate bicalcique (C₂S) a une vitesse d'hydratation beaucoup plus faible que celle du silicate tricalcique (C₃S). Il participe surtout au développement des résistances après 28 jours et dégage une très faible quantité de chaleur. Les produits d'hydratation du C₂S sont également le silicate de calcium hydraté (C-S-H) et l'hydroxyde de calcium ou portlandite (CH) (Tong et al., 1991; Nguyen, 2006):

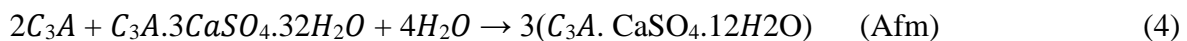
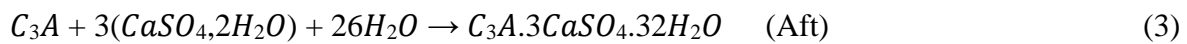


Des calculs de stœchiométrie effectués par Nguyen ont montré que l'hydratation du silicate tricalcique (C₃S) produit 61% de gel de C-S-H et 39% de CH alors que l'hydratation de C₂S produit 82% de gel de C-S-H et seulement 18% de CH. Ainsi, le C₂S produit plus de gel,

mais sa réaction étant plus lente que celle du C₃S, il agit principalement sur les résistances à long terme (Nguyen, 2006; Brykov et al., 2012).

✓ Hydratation de l'aluminate tricalcique

L'hydratation des aluminates est fortement influencée par la présence du gypse (CaSO₄.2H₂O). La réaction du C₃A avec l'eau est très violente et exothermique en l'absence du gypse et mène au raidissement immédiat de la pâte, connu sous le nom de «prise éclair». En présence du gypse, C₃A réagit d'abord pour former le trisulfoaluminate hydraté, appelé "ettringite" de formule: C₃A.3CaSO₄.32H₂O. L'ettringite réagit par la suite avec le C₃A excédentaire pour former du monosulfoaluminate de calcium hydraté de formule: C₃A.CaSO₄.12H₂O (Turki et al., 2009). L'ensemble du processus d'hydratation de C₃A est représenté par les équations 3 et 4:



L'aluminate tricalcique a une influence sur la prise initiale de la pâte, mais passée cette étape, il influe peu sur la résistance et le comportement de la pâte sauf en cas d'attaque par les sulfates (Nguyen, 2006; Turki et al., 2009).

✓ Hydratation du ferroaluminate tétracalcique

L'hydratation du ferroaluminate tétracalcique (C₄AF) est similaire à celle de C₃A, mais la réaction est beaucoup plus lente. Tout comme dans le C₃A, le C₄AF produit une forme élevée de sulfoaluminate de calcium qui réagit avec l'excès de C₄AF pour donner une basse forme de sulfoaluminate. Ces sulfoaluminates occupent environ 15-20% du volume de solide dans la pâte (Kazi et al., 2011; Savadogo, 2017; Achour, 2017).

I.2.2 Mortier hydraulique

Le mortier est un des matériaux de construction que l'on utilise pour solidariser les éléments entre eux, assurer la stabilité de l'ouvrage, combler les interstices entre les blocs de construction. En général, le mortier se compose de ciment ou de chaux, de sable, d'eau et dans certains cas d'adjuvant (Laoufi et al., 2016). Les mortiers, ou plus généralement les liants de maçonnerie, sont des produits particuliers dont les caractéristiques intrinsèques sont le reflet à la fois des facteurs environnementaux, à travers les matières premières d'origine géologique qui ont été utilisées, mais également des facteurs purement anthropiques, que sont les aspects culturels, techniques et historiques. Ces facteurs conjugués, commandent les principes de construction et de mise en œuvre. La maçonnerie est à ce titre, la représentation d'une culture et d'un environnement que l'homme a su exploiter (Şahmaran et al., 2006).

En d'autres termes, le mortier est un matériau cimentaire composé de sables, d'eau et de ciment dont le comportement dépend de sa structure physique et de l'évolution de la pâte de ciment. En se basant sur cette définition, on comprend très vite que les propriétés du mortier dépendent de la qualité de la pâte (matrice cimentaire) et de sa structure physique (*Laoufi et al., 2016*). Il est donc important de rappeler quelques notions sur la matrice cimentaire et certaines normes relatives à l'utilisation des mortiers. Le mortier est un des matériaux de construction composé essentiellement:

- ✓ du liant qui peut être: les ciments normalisés (gris ou blanc); les ciments spéciaux (alumineux fondu, prompt, ...); les chaux hydrauliques naturelles et les chaux éteintes.
- ✓ de granulat, constitué d'un ensemble de grains minéraux (sables). Il faut noter que c'est le type de granulat qui fait la différence entre le mortier et le béton (*Cimbéton, 2005*);
- ✓ l'eau de gâchage ou quantité d'eau totale utilisée pour faire le mortier: cette quantité doit être soigneusement déterminée, car l'excès d'eau influe négativement sur la résistance et la durabilité du matériau. L'eau de gâchage doit également être de qualité. Elle ne doit pas contenir des impuretés nuisibles comme les déchets organiques ou le sel marin. La quantité d'eau de gâchage est fonction du dosage en ciment et des granulats ainsi que la résistance recherchée. Elle est généralement comprise entre 140 et 200 L/m³ (*Dupain et al, 2004; Laoufi et al., 2016*). Le rapport massique Eau-Ciment (E/C) est un paramètre essentiel permettant la caractérisation d'un mortier ou d'un béton en termes d'ouvrabilité et de résistance (*Dupain et al, 2004*).

La matrice cimentaire résultant du mélange d'eau et de ciment à des proportions bien définies, est capable d'agglomérer, en durcissant, des substances variées afin d'atteindre certaines performances physiques, mécaniques et chimiques (*Cyr, 1999*). Lors de l'hydratation, la quantité d'hydrates formés est insuffisante pour remplacer tout le volume initial occupé par l'eau et le ciment (*Chen, 2005*). On peut conclure que les matériaux cimentaires sont poreux. *Chen* a montré par des mesures au porosimètre à mercure que les pâtes de ciment présentent essentiellement deux grands types de pores:

- ✓ pores de grand diamètre (pores capillaires) de quelques centaines à quelques milliers d'angströms, initialement occupés par l'eau de gâchage et non comblés par les hydrates. Leurs dimensions augmentent avec le rapport E/C et diminuent avec l'âge;
- ✓ pores de petit diamètre, d'environ 34 angströms, relatifs aux hydrates et représentent les espaces interfeuilletés. Leurs dimensions dépendent peu du rapport E/C et des conditions d'hydratation, mais sont caractéristiques des hydrates (*Chen, 2005*).

I.2.3 Additifs minéraux dans la matrice cimentaire

La société et les pouvoirs publics sont de plus en plus intransigeants vis-à-vis des problèmes de pollution occasionnés par le gaz carbonique dégagé et par la forte consommation de matières premières et d'énergie lors de la fabrication du ciment. Le gaz carbonique (CO_2) dans le cas de l'industrie du ciment résulte de la combustion des hydrocarbures (gaz naturel ou fuel) et de la décarbonatation du CaCO_3 , contenu dans la matière première, pendant la cuisson du mélange cru au cours de la fabrication du clinker. A cet effet, le défi de l'industrie du ciment consiste à produire un ciment performant, à coût compétitif et avec un impact environnemental minimal (Moussaceb, 2007; Mostafa et al., 2010; Guettala & Mezghiche, 2011). L'utilisation des additifs minéraux, abondants et moins coûteux, pourrait être une solution pour relever ce défi majeur et permettre d'améliorer certaines propriétés ou de conférer des propriétés particulières au béton ou au mortier (Pascual et al., 2014; EN 197-1, 2012).

i) Différents types d'additifs minéraux

Les substances minérales utilisées comme additifs en cimenterie ou additifs lors de la confection du mortier ou béton sont celles qui contribuent, par leur activité physique, hydraulique et pouzzolanique à améliorer le comportement des ciments à l'état frais ainsi qu'à l'état durci. Ce sont les pouzzolanes naturelles, les cendres volantes, les laitiers des hauts fourneaux, les argiles ainsi que la fumée de silice, etc. Ces produits deviennent plus actifs dans les solutions alcalines du ciment et donnent naissance à de nouveaux hydrates qui confèrent aux bétons et mortiers une plus grande résistance mécanique et une meilleure durabilité (Ferraz et al., 2015; Savadogo, 2017).

Les pouzzolanes sont des matériaux siliceux ou silico-alumineux, naturels ou artificiels, qui ne possèdent pas en eux-mêmes des propriétés liantes, mais sous forme finement divisée et en présence d'humidité, réagissent chimiquement avec le calcium hydroxyde à la température ordinaire pour former des composés possédant des propriétés liantes (Dupain, 2004; ASTM C618-08, 2008). Grâce à leur composition qui leur confère cette réactivité chimique, elles favorisent le développement des performances mécaniques et de la durabilité dans la matrice cimentaire (Mostafa et al., 2010; Ferraz et al., 2015). D'après la norme ASTM C 618, un matériau a la caractéristique d'une pouzzolane si:

- ✓ sa composition chimique vérifie: $\% \text{Al}_2\text{O}_3 + \% \text{SiO}_2 + \% \text{Fe}_2\text{O}_3 > 70\%$;
- ✓ son indice d'activité mécanique, pour un taux de substitution de 20 à 25% à 28 jours, est supérieur à 67%;
- ✓ sa teneur en verre donnée par la différence entre les teneurs brutes en silice et en chaux (Silice - Chaux) est supérieure à 34%.

ii) Caractéristiques des additifs minéraux

L'utilisation d'un additif minéral dans la matrice cimentaire dépend essentiellement de son caractère pouzzolanique et des effets relatifs à ce caractère. Plusieurs études s'accordent que l'apport supplémentaire en alumine et silice par utilisation d'additifs minéraux, finement broyés ou activés, permet de corriger le déficit dans le ciment portland afin d'améliorer ses propriétés. En effet, l'activité de surface (réactivité) et la distribution granulométrique (finesse) sont des caractéristiques fondamentales qui influent fortement sur les propriétés des matériaux cimentaires à l'état frais et durci (Bénezet & Benhassane 1999; Cyr, 1999; Lawrence et al., 2003; Savadogo, 2017). L'influence du pourcentage d'additif minéral et de sa composition chimique sur les réactions pouzzolaniques ont été également constatées (Kazi et al., 2011; Savadogo, 2017). Ces différents aspects contribuent à la modification rhéologique dans la matrice cimentaire ainsi qu'à l'efficacité de ces additifs malgré la complexité des mécanismes à l'origine de ces modifications (Kazi et al 2011, Fitos et al., 2015). Les travaux de Bénézet & Benhassane, de Cyr tout comme ceux de Lawrence et collaborateurs et de Savadogo s'accordent à distinguer trois principaux «effets» des additifs minéraux:

- ✓ un effet granulaire favorable ou défavorable qui conduit à l'amélioration ou non de la compacité du mélange et des performances mécaniques du matériau durci ;
- ✓ un effet physicochimique qui agit sur l'évolution de l'hydratation au cours de la prise et du durcissement ainsi que sur les propriétés physiques des matériaux cimentaires durcis ;
- ✓ un effet chimique lié à la composition minéralogique des additifs et concerne leur capacité à réagir avec les constituants hydratés du ciment pour former de nouvelles phases minérales qui peuvent contribuer à l'évolution des résistances mécaniques au même titre que les produits hydratés du ciment (Bénezet & Benhassane 1999; Cyr, 1999; Lawrence et al., 2003; Savadogo, 2017).

Les propriétés physiques, les résistances mécaniques et les performances de durabilité des matériaux cimentaires avec additifs minéraux dépendent dans un premier temps, du comportement pouzzolanique de ces additifs et en second temps, de l'ampleur et du caractère favorable ou défavorable des trois effets ci-dessus (Ferraz et al., 2015; Savadogo, 2017). D'une part les additifs sont susceptibles de modifier le processus d'hydratation du ciment ainsi que la structuration des produits hydratés et d'autre part, certaines additions à caractère pouzzolanique ou hydraulique latent peuvent réagir en milieu cimentaire et former de nouveaux produits hydratés (Fitos et al., 2015; Ferraz et al., 2015).

L'activité pouzzolanique s'explique par une attaque lente de la silice et de l'alumine des pouzzolanes par l'hydroxyde de calcium ou portlandite (CH) formé lors de l'hydratation des silicates de calcium suivie de la cristallisation avec formation des silicates et d'aluminates de calcium hydratés. Ainsi, leur effet contribue à diminuer la réactivité à court terme et de compléter l'hydratation en consommant la portlandite (Fitos et al., 2015; Ferraz et al., 2015; Ntimugura et al., 2017). Les additifs pouzzolaniques étant riches en silice et pauvres en calcium, une solution riche en calcium et de pH élevé provoque la dissolution de la silice selon l'équation 5:
$$\text{SiO}_2 + 2\text{OH}^- \rightarrow \text{H}_2(\text{SiO}_4)^{2-} \quad (5)$$

La présence de calcium dans le milieu basique conduit à la précipitation des silicates de calcium hydratés (C-S-H) selon l'équation 6:



La présence d'alumine fait qu'une partie des atomes de silicium est remplacée par de l'aluminium dans les C-S-H (Savadogo, 2017). Les études antérieures ont montré que l'hydratation des additifs pouzzolaniques est généralement très lente et s'observe dans le long terme (exception faite pour la fumée de silice et le métakaolin souvent très réactifs au jeune âge) (Latroch et al., 2015; Goufi, 2019). Lors de l'hydratation du ciment en présence d'additifs minéraux, une grande quantité d'ions calcium et hydroxyde est consommée. La teneur en portlandite pour ce type de liant est plus petite comparée à celle d'un ciment de type CEM II (Latroch et al., 2015). Par contre, la quantité de C-S-H est généralement plus grande pour les ciments avec additions minérales. En termes pratiques, cette activité liante se traduit par un gain de résistance à long terme (Bessa-Badreddine et Galias, 2004).

I.3 MATERIAUX CERAMIQUES

Les matériaux argileux connaissent de nos jours un regain d'intérêt en raison des applications diverses dont ils font l'objet, applications liées à la variété structurale et physique (Njopwouo, 1984; Djangang, 2007; Njoya et al., 2012; Gondanga, 2020). Face aux développements sans cesse croissants et aux nombreuses innovations qui apparaissent dans l'industrie des matériaux, le domaine des céramiques conserve toujours une grande part du marché. La prédominance durable de ces matériaux est un atout qui découle des propriétés des produits qui sont très fortement corrélées au contrôle de l'ensemble des paramètres de fabrication: des étapes de production des pâtes, de mise en forme, de séchage et de cuisson. Simultanément, la connaissance des propriétés physicochimiques des matières premières minérales utilisées dans les mélanges est indispensable, notamment en ce qui concerne l'influence des caractéristiques de ces matières minérales vis-à-vis des paramètres et procédés

de fabrication (Lecomte Nana, 2004; Blanchart, 2014; Diatta, 2016). Ainsi, les matières premières minérales qui sont à la base des compositions céramiques sont des mélanges naturels complexes de minéraux dont la caractérisation requiert l'utilisation des méthodes diverses pour déterminer leurs compositions chimiques et minéralogiques, les caractéristiques structurales des phases minérales, leur morphologie et leurs propriétés de surface. En général, toutes les informations apportées par ces analyses sont nécessaires mais pas suffisantes en raison de la complexité du comportement des matières minérales. Elles doivent souvent être complétées par des essais du comportement en conditions similaires à celles des procédés industriels. Notamment, des essais de mise en forme, de séchage et de cuisson, suivis des tests physiques et mécaniques.

I.3.1 Définition

Etymologiquement, le mot céramique provient du grec ancien «kéramos», qui signifie «terre à potier» ou «argile». En d'autres termes, la notion de «céramique» désigne, en règle générale, des matériaux inorganiques, transformés de façon permanente par cuisson. Les céramiques sont des matériaux inorganiques, non métalliques obtenus à partir des mélanges de poudres fines de matières premières minérales broyées, compactées et soumises à une cuisson à haute température, généralement entre 800 et 1500°C. Ce sont des matériaux durs, résistants et aussi relativement réfractaires. Leurs propriétés mécaniques sont spécifiquement celles des matériaux ayant un comportement fragile, bien que leur résistance mécanique soit souvent élevée. Leur conductivité thermique est faible et ce sont de bons isolants électriques. Leur surface est souvent rugueuse et parfois poreuse, ce qui nécessite l'utilisation d'un matériau de finition de surface de type émail vitrifié, qui est aussi un bon support pour la décoration. (Aliprandi, 1996; Boch, 2001; Roussel, 2013).

I.3.2 Classification

En général, on distingue deux grands groupes de céramiques: les céramiques traditionnelles ou silicatées et les céramiques techniques ou non silicatées (Aliprandi, 1979; Boch et al., 2001)

i) Céramiques techniques ou non silicatées

Apparues à la fin du 19^e siècle, cette catégorie de céramiques à usages spécifiques comprend deux groupes (Aliprandi, 1979; Boch et al., 2001; Roussel, 2013):

✓ les céramiques structurales, caractérisées par des performances mécaniques et thermiques appréciables;

✓ les céramiques fonctionnelles, essentiellement caractérisées par leurs performances électriques, magnétiques et optiques.

ii) Céramiques silicatées ou traditionnelles

Les céramiques silicatées, usuellement appelées « céramiques traditionnelles » en raison de la très longue histoire de ses techniques où le processus était en effet manuel avec quelques outils classiques. De nos jours, avec l'évolution récente et importante des aspects scientifiques et technologiques apportés par de nombreuses recherches qui ont rendu les procédés plus ou moins industriels, les céramiques silicatées sont devenues des matériaux modernes et de haute technologie. Les domaines d'application des céramiques silicatées sont les usages de la vie courante (*Tableau II*), c'est-à-dire le bâtiment (briques, tuiles, ...), les revêtements et la décoration (carreaux de sol et de murs), la vaisselle (assiettes, bols, tasses, ...) et le sanitaire (évier, receveurs, ...) (*Boch, 2001; Gondanga, 2020*).

Les céramiques silicatées sont des matériaux de grande diffusion fabriqués en très grande quantité dans le monde, en raison des besoins importants et constants. Ce qui explique la permanence d'un large secteur industriel comprenant des entreprises de production de matières premières minérales, des produits céramiques et d'équipements industriels et de laboratoire. Ce secteur industriel a subi ces dernières décennies d'importantes mutations scientifiques et technologiques de façon à accentuer sa compétitivité et sa modernité. Ces céramiques sont soit poreuses, soit vitrifiées. Parmi les poreuses, on peut citer la faïence et certains grès communs; alors que les vitrifiées sont les grès vitrifiés, que l'on appelle aussi « vitreous », et les porcelaines.

Tableau II: Caractéristiques générales et utilisation des céramiques traditionnelles

(Aliprandi, 1996)

Type	Température de cuisson (°C)	Caractéristiques générales	Exemples d'utilisation
Terres cuites	950-1050	Porosité 15-30% émaillées ou non	Briques, tuiles, conduits de fumée, tuyaux de drainage, revêtements de sols et murs et poteries
Faïences	950-1200	Porosité 10-15% Surface émaillée, opaque	Equipements sanitaires, vaisselles et carreaux
Grès	1100-1300	Porosité 0,5-3% Surface vitrifiée	Carreaux de sol, tuyaux, appareils de chimie et équipements sanitaires
Porcelaines	1100-1400	Porosité 0-2% Surfaces vitrifiées ou non, translucides	Vaisselle, appareil de chimie et isolateurs électriques

Les matériaux poreux ont une microstructure très hétérogène à l'échelle des grains et des pores (quelques μm à quelques $10 \mu\text{m}$), rendant ces matériaux, perméables à l'eau et peu

résistants mécaniquement. Les matériaux vitrifiés ont une microstructure homogène et imperméable, avec des phases cristallisées distribuées dans une phase vitrifiée servant de matrice. Dans le cas des porcelaines, la nature et la quantité des phases cristallisées et vitrifiées font que les matériaux sont plus résistants mécaniquement et translucides (*Boch et al., 2001; Haussanne, 2005; Blanchart, 2014*).

I.3.3 Techniques d'élaboration de matériaux céramiques silicatés

i) Matières premières

Les formulations des céramiques silicatées sont un mélange de trois groupes principaux de matières premières minérales. Chaque groupe ayant une influence spécifique sur la rhéologie de la pâte, le développement de la microstructure, la formation des phases pendant le traitement thermique et les propriétés du produit final. Ce sont entre autres: les matières plastiques (argiles et kaolins en général); les matières non plastiques ou charges (minéraux non argileux comme le quartz); les fondants de type feldspath ou carbonates ou alcalino-terreux (*Boch et al., 2001; Jouenne, 2001*)

✓ Matières premières plastiques

Dans une formulation, elles apportent de la plasticité et de la cohésion. Les matières types sont les argiles et les kaolins. Cependant, toutes les argiles ne présentent pas la même aptitude à la mise en forme et le même comportement à la cuisson. C'est dans cette optique que les céramistes distinguent plusieurs types d'argiles:

- les argiles plastiques grésantes: ces argiles sont généralement colorées et elles sont utilisées pour la remarquable plasticité de leur pâte. Elles sont aussi caractérisées par une forte teneur en silice libre qui peut représenter jusqu'à 35% de la masse sèche (*Boch et al., 2001*);
- les argiles plastiques réfractaires qui sont riches en montmorillonite, en kaolinite ou en halloysite;
- les argiles réfractaires qui sont utilisées dans les procédés à hautes températures. Leur composition est riche en alumine. Les kaolins sont les plus réfractaires de ces argiles. (*Boch et al., 2001*);
- les argiles rouges utilisées pour la fabrication des produits de terre cuite sont en réalité des mélanges naturels de composition complexe. Elles contiennent généralement de la kaolinite, de l'illite et/ou d'autres argiles riches en alcalins, du sable, du mica, de la goethite et/ou de l'hématite, des matières organiques, très souvent des composés du calcium. Ces derniers, permettent d'abaisser la température de cuisson du tesson (*Aliprandi, 1979*).

Toutes les argiles sont des mélanges qui n'ont pas de point de fusion bien défini. Elles se ramollissent au cours de la montée de température. Du fait de son caractère colloïdal, une pâte d'argile relativement pure est pauvre en matière solide. Elle se contracte donc fortement pendant le séchage et la cuisson. Ce qui rend difficile la maîtrise de la forme et des dimensions du produit final. Pour résoudre ces difficultés, des produits non plastiques peuvent être ajoutés à la pâte (Boch *et al.*, 2001).

✓ **Matières premières non plastiques**

Dans une formulation, ces matières modifient l'aptitude des matières plastiques: plasticité, retrait et porosité. Les matières types sont les dégraissants (les sables, les chamottes) et les fondants (les feldspaths, la craie (CaCO_3), la poudre de verre ou verre pilé, les micas, les laitiers (débris métalliques)). Aussi, on a les matières colorantes comme les oxydes (fer, Chrome, manganèse, cuivre, cobalt, Nickel) pouvant provenir de certaines argiles.

• **Les dégraissants**

Les dégraissants sont des additifs servant à diminuer la plasticité dans une pâte céramique. Ils sont de deux types: la silice et les chamottes.

○ **La silice**

La silice (SiO_2) est une matière première polymorphe rencontrée dans la nature sous forme amorphe (opale, galets de mer) ou cristallisée (quartz, cristobalite et tridymite). En outre, des études aux très hautes pressions ont permis la découverte de deux autres espèces cristallines : la coésite et la stishovite. Le sable contient entre 95 et 100% en masse de quartz. C'est le dégraissant le plus fréquemment utilisé dans l'industrie céramique. Pour contribuer significativement à la résistance mécanique des pièces crues, il doit être constitué de particules beaucoup plus grosses que celles de l'argile. Dans les procédés modernes de fabrication des grès et des porcelaines, il est d'usage d'utiliser des grains de sable relativement fins (20 à 60 μm). Au cours de la cuisson d'une céramique, le sable peut réagir notamment avec les fondants mais cette réaction est rarement totale. La transformation du quartz résiduel en cristobalite peut alors commencer dès 1200 °C. Elle est favorisée par l'augmentation de la température, l'utilisation de sable à grains fins par la présence de certaines impuretés et par une atmosphère réductrice (Boch *et al.*, 2001).

○ **Les chamottes**

Elles sont constituées par des argiles calcinées généralement à une température supérieure à la température de cuisson des pâtes qu'elles composent et utilisées pour le dégraissage en céramique silicatée. Elles ont une caractéristique principale de ne pas réagir dans

l'intervalle de température requise pour le traitement thermique à cause de leur température de prétraitement élevée. Elles sont parfaitement inertes et réduisent le retrait.

- **Les fondants**

Ce sont des matériaux incorporés dans une pâte céramique afin d'assurer la formation d'une phase vitreuse au sein du produit cuit, ce dernier ayant aussi pour but la diminution de la porosité et l'amélioration des propriétés du produit final. Ce sont en général, les feldspaths et la craie.

- **Les feldspaths**

Les feldspaths sont des fondants généralement utilisés en céramique. Ce sont en fait des mélanges de silico-aluminates alcalins et alcalino-terreux. A cet effet, quatre minéraux feldspathiques sont susceptibles d'entrer dans la composition des pâtes céramiques silicatées. Il s'agit de:

- l'orthose, minéral riche en potassium de composition ($K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$), ayant une température de début de fusion égale à 1150 °C;

- l'albite, minéral riche en sodium de composition ($Na_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$), ayant une température de fusion de 1118 °C;

- l'anorthite, minéral riche en calcium de composition ($CaO \cdot Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$), ayant une température de fusion comprise entre 1540 et 1550 °C;

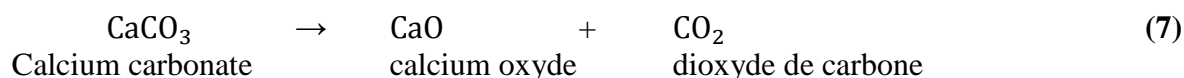
- la pétalite, minéral riche en lithium de composition ($Li_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 8SiO_2$), ayant une température de fusion égale à 1075 °C.

L'orthose et l'albite, qui forment des eutectiques avec la silice, respectivement à 990 et 1050 °C, sont très utilisés comme fondant. L'anorthite est plutôt considérée comme substitut à la craie. L'utilisation de la pétalite est surtout liée à son coefficient de dilatation négatif. Le feldspath potassique est particulièrement apprécié des céramistes, car sa réaction avec la silice conduit à la formation d'un liquide dont la viscosité, assez élevée, diminue peu quand la température augmente. Ce comportement est considéré comme une garantie contre la déformation excessive des pièces pendant le traitement thermique (Boch *et al.*, 2001).

Une tendance chez les fabricants de grès et de porcelaines consiste à remplacer les feldspaths par de la néphéline syénite de composition ($(Na,K)_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$). Cette roche constituée de néphéline ($K_2O, 3Na_2O, 4Al_2O_3, 9SiO_2$) et d'un mélange de feldspaths potassique et sodique est un puissant fondant qui permet de diminuer la température de frittage des céramiques et d'augmenter la teneur en alcalin des phases vitreuses (Boch *et al.*, 2001).

○ **La craie**

Le calcium carbonate (CaCO₃) ou la craie se trouve à l'état naturel sous deux formes polymorphiques: la calcite qui cristallise dans le système rhomboédrique et l'aragonite qui est une forme amorphe (marbre blanc) cristallise dans le système orthorhombique. Elle se décompose thermiquement autour de 600 °C de manière irréversible selon l'équation 7:



Le calcium oxyde (CaO) formé réagit avec les oxydes provenant de l'amorphisation des minéraux argileux pour donner des silicates de calcium tels que la wollastonite, la gehlénite, l'anorthite, la rankinite, la bélite et l'alite. La basicité du calcium oxyde favorise la fusion de certains constituants de la pâte céramique comme la silice à 1050°C, ce qui induit la vitrification au sein du produit céramique (Boch et al., 2001).

Le *Tableau III* permet de constater que la typologie d'une céramique silicatée dépend, en général, de la nature des matières premières minérales, de leur proportion dans le mélange à façonner et de l'intervalle de températures utilisée lors du traitement thermique.

Tableau III: Proportions d'argiles et/ou de chamotte (en % massique) dans les mélanges de matières premières utilisées pour la production des céramiques silicatées (Jouenne, 2001)

Produits	Température de cuisson (°C)	Kaolin	Argiles refractaires	Argiles kaolinites blanches	Argiles kaolino-illitiques	Argiles à grès et poterie	Chamotte
Réfractaires	1400 - 1600		50-90				10-50
Porcelaines	1300-1400	30-50					
Carreaux	1000-1250				40-80		
Sanitaires	1200-1280				10-30	10-30	20-50
Vitreous	1200-1280	15-25		20-30			
Faïences	900-1200	0-25			20-60		
Poterie	900-1100				0-25	20-60	0-50

ii) Processus de fabrication

La fabrication des objets de la céramique traditionnelle utilise quatre étapes fondamentales: le conditionnement des matières premières, le façonnage ou la mise en forme, le séchage et la cuisson ou frittage qui constitue l'étape déterminante dans le processus de production (Boch et al., 2001 ; Haussonne, 2005; Blanchart, 2014; Houta, 2015).

✓ **Conditionnement des matières premières**

Après l'acquisition des matériaux sur les sites, opération qui s'effectue avec l'aide des géologues, les matières premières subissent un pré-traitement (broyage et tamisage) afin d'obtenir une granulométrie adéquate. Le tamisage peut être sec ou humide et est généralement

précédé du concassage et du broyage de l'échantillon récolté. Le but de ce traitement préliminaire est d'obtenir des échantillons favorables à l'homogénéité du mélange (Aliprandi, 1979). Les poudres de matières utilisées en céramique sont généralement des particules dont le diamètre moyen est de l'ordre du micromètre.

✓ **Mise en forme ou façonnage**

Après tamisage, les constituants sont dosés, puis mélangés dans les rapports de poids ou de volume. Parfois, il est nécessaire d'incorporer des additifs afin d'améliorer la consistance de la pâte apte au processus de mise en forme. Suivant la consistance et le degré de plasticité de la pâte, on distingue (Pialy, 2009):

- les pâtes sèches qui sont obtenues par pulvérisation d'eau selon une humidité comprise entre 0 et 12% par rapport au poids de la matière sèche. Souvent, on associe à cette eau des adjuvants pour améliorer la plasticité et la résistance mécanique des pièces à façonner;
- les pâtes plastiques humides obtenues par mélange avec de l'eau et des agents chimiques comme les colles, les plastifiants et les défloculants qui aboutissent à des masses plastiques humides dont l'humidité est comprise entre 15 et 18%;
- les barbotines qui sont obtenues par ajout d'eau avec une humidité comprise entre 4 et 50% par rapport à la masse sèche des poudres utilisées.

La mise en forme de la pâte en vue d'obtenir une forme particulière, dépend du mode de façonnage de l'ébauche, de la consistance de la pâte, de la forme et des dimensions de l'objet ainsi que du nombre de pièces à produire. On distingue plusieurs types de façonnage (Aliprandi, 1979):

- le pressage: il se fait par compaction d'une poudre sous l'effet d'une pression appliquée. Il permet l'élaboration des pièces avec de faibles tolérances dimensionnelles en utilisant des granules sphériques de diamètres $\geq 50 \mu\text{m}$; le pressage peut être isostatique, semi-isostatique ou uniaxial (pour les formes simples cylindriques);
- le coulage pour les pièces creuses et les formes très complexes;
- l'injection pour les pièces de précision et les formes complexes;
- l'extrusion pour les profilés creux de forme simple.

✓ **Séchage**

Le séchage d'une pâte céramique suppose l'influence de trois facteurs: le pouvoir séchant (température, humidité relative et vitesse de l'air); l'influence des actions capillaires et l'influence des modifications de dimensions dues au départ de l'eau (retrait volumique).

Le séchage d'une pâte céramique entraîne la perte d'eau contenue dans les pores, le rapprochement des particules du matériau et la formation des pores à la suite du départ des molécules d'eau restantes. En effet, dans une pâte céramique, les particules se trouvent noyées dans un liquide constitué par des canaux capillaires d'eau. Pendant le séchage, l'eau traverse les capillaires de l'intérieur de la pâte vers la surface où elle doit être évaporée. Ainsi, apparaît deux facteurs: la vitesse de diffusion d'eau et celle de son évaporation en surface. Si la vitesse de diffusion d'eau de l'intérieur vers la surface de la pièce est supérieure à celle de son évaporation, le problème de séchage est alors résolu; l'eau diffusera et s'évaporerà à une vitesse telle que le produit à sécher ne sera pas endommagé. Cependant, la diffusion n'est possible que s'il y a évaporation d'eau en surface; or l'évaporation dépend du rapport entre la tension de vapeur du liquide et la pression de vapeur de l'atmosphère qui entoure le système (Aliprandi, 1979).

✓ **Cuisson ou frittage**

La cuisson ou traitement thermique est l'étape déterminante de l'élaboration d'une céramique. C'est au cours de cette opération que les matières premières constituant le mélange de départ subissent des transformations physicochimiques et le transfert de matières aboutissant à la consolidation du produit après le refroidissement.

On parle de frittage lorsque sous l'action de la chaleur, un système initialement aggloméré et poreux évolue dans le sens d'une réduction de l'énergie libre totale, d'une réduction de la porosité et de l'augmentation de la compacité. Le processus de frittage suppose l'accroissement des liaisons entre les grains par la chaleur sans que la température n'excède celle de la fusion ou de la décomposition (Jourdain, 1966; Guy, 1972; Assollant, 1993; Boch, 2001). Ce phénomène se traduit par une consolidation le plus souvent accompagnée d'une augmentation de la densité qui entraîne un retrait volumique de l'échantillon.

Au cours du chauffage d'un mélange, si tous les composants restent à l'état solide, le frittage est dit en phase solide; dans le cas contraire le frittage est en phase liquide. Ces deux types de frittage font appel à des concepts différents: défauts ponctuels (frittage en phase solide), mouillabilité et viscosité (frittage en phase liquide) (Kingery, 1955, 1958; Pampuch, 1978; Harben, 1995; Elimbi, 2004; Djangang, 2007; Pialy, 2009; Trillaud, 2019). Dans le cas des céramiques silicatées, les produits obtenus sont constitués de phases inorganiques à liaisons ionocovalentes (Boch, 2001)(Figure 5). Le retrait peut être isotrope ou non (Figure 6)

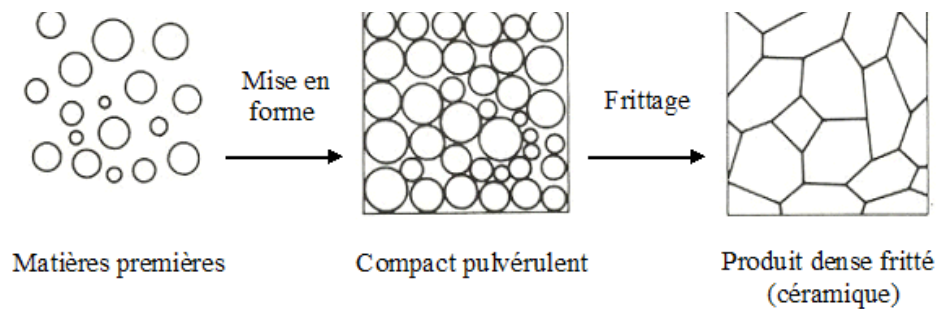


Figure 5: Illustration d'un frittage densifiant



Figure 6: Frittage associé à une densification du matériau

(l_0 =longueur initiale du compact ; Δl =retrait absolu dans la direction considérée, après chauffage)

- **Le frittage en phase solide**

Au cours du frittage en phase solide, la température de chauffage est telle que tous les constituants restent à l'état solide; la densification du matériau se fait par le développement des liaisons entre les grains, par diffusion d'atomes ou de molécules. Le frittage s'effectue par une redistribution de la matière qui tend à minimiser l'énergie du système. Le frittage peut être évalué par la densité relative encore appelée taux de densification (ρ_r). C'est le rapport de la masse volumique apparente à la masse volumique du matériau. La densification maximale correspond à une densité relative égale à 1 (lorsque la masse volumique apparente est égale à la masse volumique). Au cours du frittage, la densité relative croît avec le temps entre 0,5 et 1 (Yan, 1987; Shaw, 1989; Guy, 1972; Seville et al, 1997). Cette augmentation de densité relative correspond en fait à plusieurs stades que l'on peut de manière simplifiée, schématiser par une courbe isotherme (Figure 7):

- une légère réorganisation par glissement de grains se produit en raison des défauts d'empilement du compact initial. Puisqu'aucune phase liquide n'est présente à la surface des grains pour favoriser leur glissement, cette étape de réarrangement est peu importante;
- des liaisons (joints de grains) s'établissent entre grains en position définitive ; ce qui ne correspond pas toujours à l'empilement maximum en raison de frottements importants qui créent des effets de voûtes. On estime que cette étape se poursuit jusqu'à $\rho_r = 0,65$. Le

compact présente une certaine tenue mécanique. L'ensemble des grains, au départ séparés, forme alors un squelette solide traversé de pores ouverts;

- les pores ouverts de ce squelette solide (porosité ouverte) diminuent peu à peu de volume. Pour des raisons d'instabilité morphologique locale, ces pores se scindent en de nombreux pores fermés. Cette étape, dite élimination de la porosité ouverte, se termine par une densité relative voisine de 0,92;

- les pores sont maintenant isolés dans la matrice devenue très cohérente. La dernière étape ($p_r = 0,92$) consiste donc à éliminer cette porosité fermée jusqu'à la fin du frittage.

Le frittage en phase solide concerne notamment les produits fortement covalents comme les oxydes et les sulfures super-réfractaires, les carbures, les borures, les nitrures, les siliciures, les céramiques ferromagnétiques et semi-conductrices, etc. Toutefois, les températures qu'il faut atteindre dans la plupart des cas sont soit trop élevées, soit incompatibles avec la stabilité du composé; la solution retenue consiste en général à favoriser l'apparition d'un liquide dans la microstructure grâce à un ajout convenablement choisi.

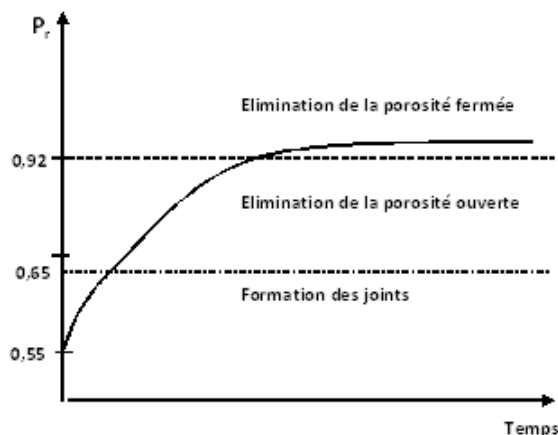


Figure 7: Isotherme de frittage en phase solide

- **Le frittage en phase liquide**

L'origine de la phase liquide est multiple; on peut citer la fusion non-congruente d'un constituant pur, la fusion de certains composés à bas point de fusion représentant des impuretés du matériau de départ ou des additifs catalytiques. Dans le cas des matériaux argileux, ces impuretés sont entre autres les oxydes alcalins, alcalino-terreux, de fer etc. La plupart des produits céramiques usuels sont frittés en présence d'une phase liquide. Dans les céramiques silicatées, on parle de grésification dans le cas où les réactions entre les constituants de départ formeraient des composés fondant à des températures assez basses, avec développement d'un liquide visqueux (*German, 1985; Jouenne, 2001; Boch, 2001*).

Les trois étapes principales habituelles du frittage comportant une phase liquide correspondent selon leur succession au réarrangement, à la dissolution-précipitation et à la coalescence des grains:

- le réarrangement : se caractérise par l'apparition du liquide qui joue le rôle de lubrifiant, permettant le glissement des particules les unes sur les autres sous l'effet des contraintes existant au sein de l'empilement. Il se traduit par une augmentation rapide de la masse volumique apparente du matériau;
- la dissolution-précipitation : à la suite du réarrangement, il y'a séparation des particules en contact par un mince film de liquide. La solubilité du solide dans ce liquide augmente aux points de contact inter-particules. Dans ces conditions, le transfert de matière suivi de précipitation dans les zones de faible énergie permet la densification;
- la coalescence ou consolidation : c'est l'élimination progressive de la phase liquide par formation de nouveaux cristaux ou des solutions solides. Il y a désintégration des particules attaquées par le liquide, ce qui conduit au mûrissement d'Ostwald (grossissement des grains dû à la dissolution de petites particules et à leur précipitation sur les plus grosses) et à des modifications de forme des particules, avec aplatissage des zones de contact. On tend à rejoindre le frittage en phase solide avec une similitude dans la dernière étape d'élimination de la porosité.

La phase liquide implique probablement des réactions chimiques lorsque ces dernières deviennent prépondérantes. Dans ce cas, l'on a alors à considérer non seulement les effets d'interface mais aussi l'influence de ces réactions. La viscosité du liquide est un paramètre important du frittage. Lorsque celle-ci est faible, le liquide coule spontanément et sa distribution au sein de l'empilement granulaire est rapide. Lorsque la viscosité du liquide est élevée, l'évolution de la microstructure est principalement contrôlée par une lente répartition de la phase visqueuse qui intervient sous l'effet des grains de pressions générées; on parle de frittage par flux visqueux. Ce mécanisme est fréquent dans l'élaboration de nombreuses céramiques à base de kaolin pur jusqu'à 1500°C ou des matériaux argileux en général (*Aliprandi, 1996; Prado & Zanotto, 2002*).

- **Mise en œuvre des transformations thermiques lors du frittage**

L'étude du frittage d'un composé ou d'un mélange peut se faire par le suivi de l'évolution du taux de retrait encore appelé vitesse de densification en fonction de la température ou du temps selon la fonction représentée par l'équation 8 (*Karfa, 2003; Lecomte Nana, 2004*):

$$\frac{d}{dt} \left(\frac{\Delta L}{L_0} \right) = f(\text{Température}) \quad \text{ou bien} \quad \frac{d}{dt} \left(\frac{\Delta L}{L_0} \right) = f(\text{temps}) \quad (8)$$

Cette fonction est la dérivée première par rapport au temps du retrait dilatométrique. Les courbes tracées dans le cas des matériaux kaolinitiques ont en général la même allure que celles de l'évolution de la surface spécifique en fonction de la température ou du temps. A partir de 1200°C, cette vitesse ralentit graduellement au fur et à mesure que progresse la cristallisation de la mullite et de la cristobalite, elle tend vers zéro à l'approche de la fin du frittage. Certaines études montrent que la vitesse de densification et la surface spécifique varient de manière identique en fonction de la température de frittage (Karfa, 2003; Lecomte Nana, 2004). La Figure 8 représente le diagramme de phases du système silice-alumine en fonction de la température. Le quartz est en effet un minéral qui est généralement associé aux argiles, sa transformation en cristobalite dépend de sa granulométrie, il s'altère peu s'il est constitué de gros grains (Figure 9).

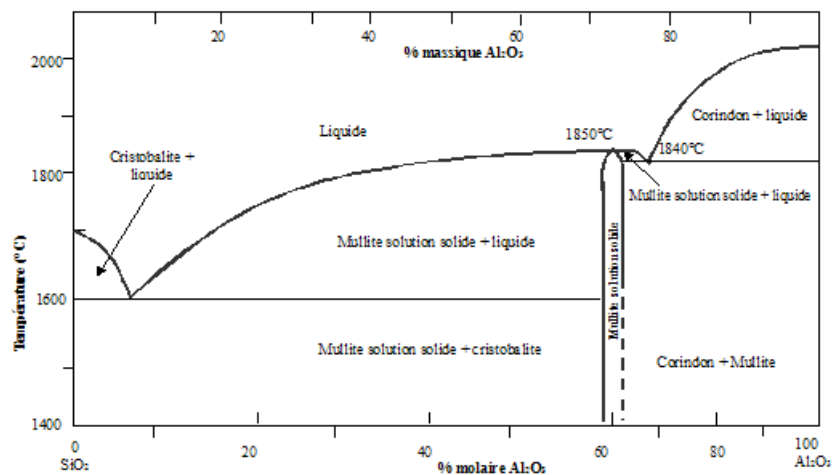


Figure 8: Diagramme de phases alumine – silice (Kingery et al, 1976; Haussonne et al, 2005)

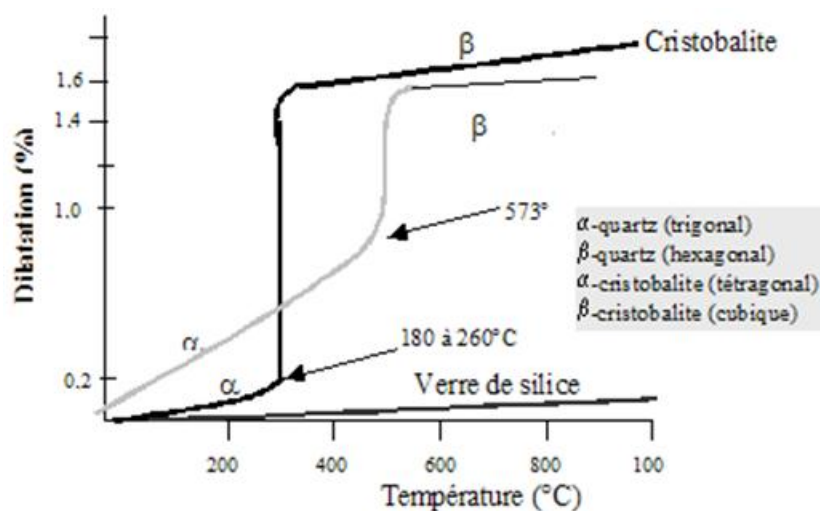


Figure 9 : Dilatation des différentes structures de la silice (McColm, 1983 ; Aliprandi, 1996)

La *Figure 10* récapitule les étapes de fabrication d'une céramique en général.

En définitive, les minéraux industriels, ressources minérales autres que les minéraux métalliques, les pierres précieuses, les ressources énergétiques et alimentaires sont d'une importance incommensurable dans la fabrication aussi bien artisanale qu'industrielle, de divers matériaux utilitaires pour notre quotidien. Notamment pour ce qui est de la culture, le transport, le logement, les ustensiles, etc. Leur utilisation dépend en grande partie de leurs propriétés physicochimiques en association aux techniques de mise en œuvre. Les matériaux argileux et la bauxite sont des aluminosilicates qui font partie de minéraux industriels. Ils peuvent être utilisés comme matières premières céramiques et aussi comme ajouts dans des matrices cimentaires avec l'obtention des performances intéressantes, tant au niveau des résistances mécaniques que de la durabilité (Yalçin and Sevinç, 2000; Lecomte Nana, 2004; Ribeiro et al., 2010; Poirier, 2011 ; Djangang., 2007; Verma et al., 2017 ; Haddad et al., 2019). Pour ce dernier cas d'utilisation, les travaux menés jusqu'à présent prévoient un traitement thermique préliminaire en vue d'activer les espèces chimiques réagissantes qui sont la silice et l'alumine initialement fortement liées. Par ailleurs, il y a peu d'étude de corrélation entre les propriétés physicochimiques et le frittage des matériaux argileux. Dans la suite de notre travail, nous ferons une caractérisation physicochimique des argiles et de la bauxite. Un accent sera mis sur la dépendance du frittage des argiles et de leurs caractéristiques initiales. Enfin, de la bauxite crue et calcinée seront introduites à des proportions graduelles dans la matrice du ciment portland pour élaborer des mortiers dont les propriétés seront étudiées.

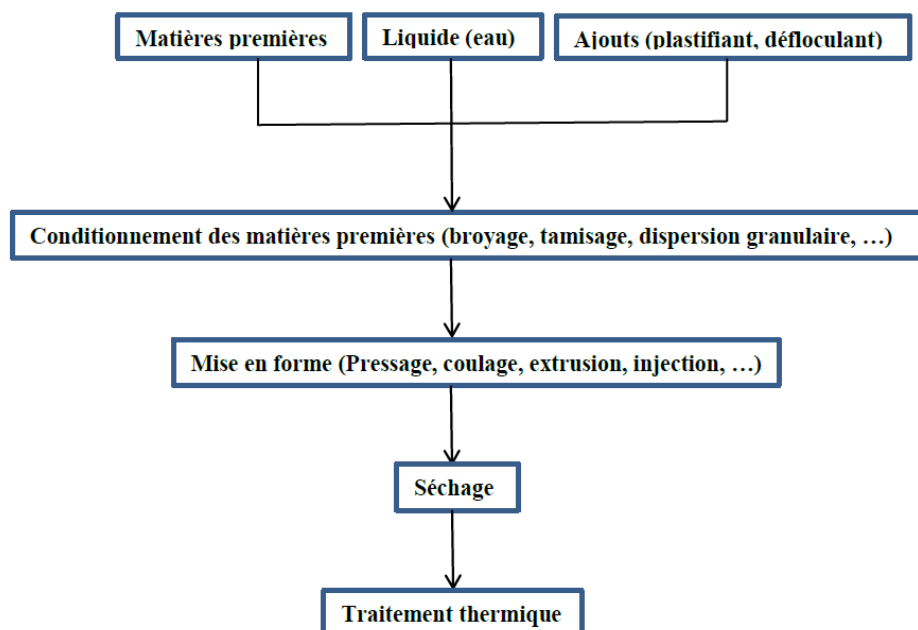


Figure 10: Protocole d'élaboration d'une céramique silicatée par frittage

CHAPITRE II: MATÉRIAUX ET METHODES EXPERIMENTALES

Ce chapitre présente les matériaux étudiés ainsi que leur échantillonnage, les techniques de leur caractérisation et les essais de leur application dans la composition céramique et la matrice cimentaire. Les manipulations se sont déroulées dans les laboratoires du Département de Chimie Inorganique de la Faculté des Sciences de l'Université de Yaoundé I, mais aussi au LABOGENIE (Laboratoire Nationale de Génie Civil de Yaoundé) pour certains essais sur les mortiers. Pour les analyses comme la Diffraction des rayons X, les analyses thermiques, la Dilatométrie et la technique BET, les échantillons ou éprouvettes ont été envoyés pour analyse dans les laboratoires partenaires: Institut de Recherche sur la Céramique-Limoges (France), Veritas (Canada), laboratoire de «Grupo Investigacion Materiales Carbon» de l'Université de Granada (Espagne), et nous avons, par la suite, traité et exploité les données obtenues (importation des données, traçage des courbes, dépouillements et interprétations).

II.1 MATERIAUX

Les matériaux qui ont fait l'objet du présent travail sont de deux types: les minéraux industriels (deux échantillons d'argiles, une bauxite et du sable) et un matériau manufacturé qui est le ciment.

II.1.1 Minéraux industriels

Deux échantillons d'argile dénommés ABD et ARD ont été utilisés ainsi qu'une bauxite (BD). Les photographies de ces échantillons sont représentées sur la *Figure 11*. Selon le Code Munsell (*Cailleux, 1975*), l'argile ABD est de couleur blanche (2,5YR8/1), l'argile ARD de couleur rouge clair (2,5YR6/8) et la bauxite BD de couleur rouge (2,5YR4/8).

Ces échantillons ont été prélevés par un géologue dans la localité de Débélé, située dans la Région de Kindia (République de Guinée), de coordonnées géographiques 9°53'N - 13°07'W. Sur la *Figure 12*, sont indiqués respectivement les points de prélèvement. Au point P1 de coordonnées X = 0705174 et Y = 1092703, a été prélevée l'argile ABD; l'argile ARD a été récoltée au point P2 de coordonnées X = 0705617 et Y = 1093244 et la bauxite au point P3 de coordonnées X = 0705652 et Y = 1093135.

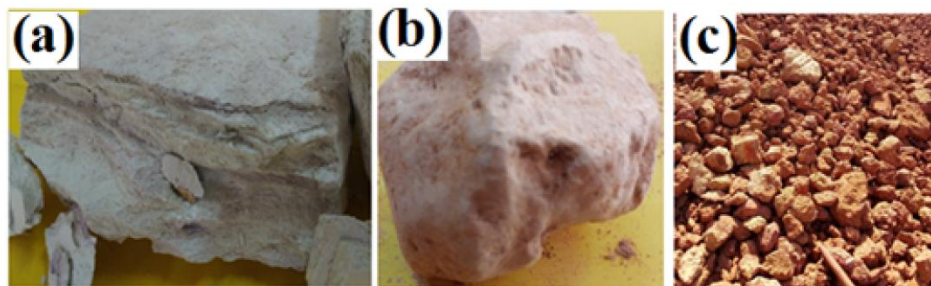


Figure 11: Photographies des échantillons, (a) argile blanche, (b) argile rouge clair; (c) bauxite, BD

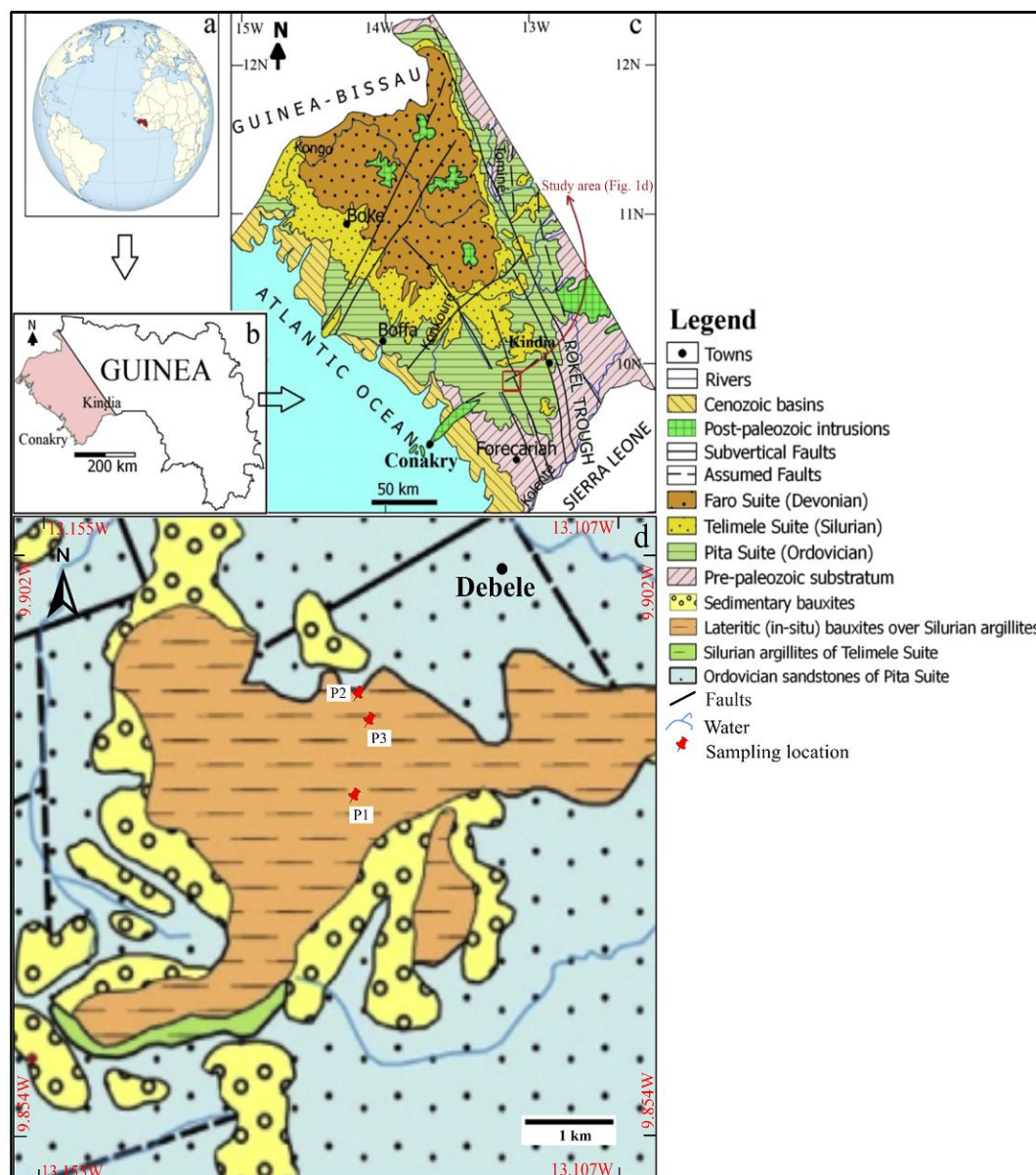


Figure 12: Localisation des sites de prélèvement, a) position de la Guinée sur la carte du Monde; b) Position de la Région de Kindia en Guinée; c) Géologie de la Région de Kindia d) Localisation des sites de prélèvement (Mamedov et al., 2010; Sidibé & Yalcin, 2019).

Le sable utilisé comme agrégat dans la formulation des matrices cimentaires est un mélange de sable du fleuve Sanaga (Région du Centre, Cameroun) et du sable de rivière, tous obtenus d'une carrière de vente d'agrégats de Yaoundé.

II.1.2 Ciment Portland

Le ciment utilisé est du Ciment Portland de type ROBUST fabriqué par la société CIMENCAM (cimenterie du Cameroun). Il a été obtenu sur le marché (Figure 13). Son appellation normalisée est: NC CEM II/B-P 42.5R; il est composé de 65 à 79% de clinker, de 21 à 35% de pouzzolane naturelle et de 3,5% de gypse (ANNEXE 1). Sa masse volumique est de 3,06 g/cm³ avec une surface spécifique comprise entre 3,8 – 4,1 m²/g. Son temps de début de prise est ≥ 60 min (NC 234/ 2017).

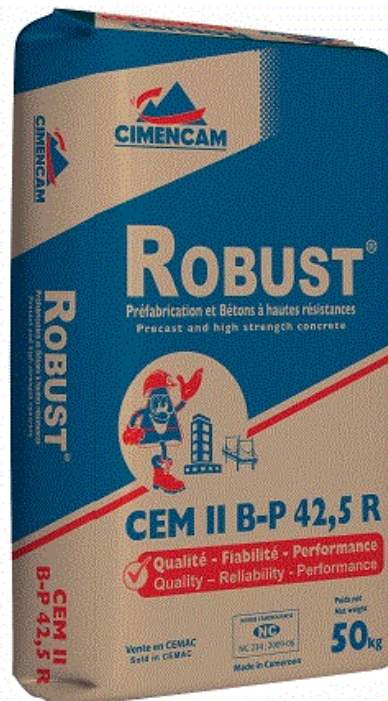


Figure 13: Sac de ciment de la Société CIMENCAM

II.2 ECHANTILLONNAGE DES MATERIAUX

II.2.1 Echantillonnage des argiles et de la bauxite

Récoltés dans les sites respectifs P1, P2 et P3 (Figure 12) puis transportés au Laboratoire de Chimie Inorganique Appliquée (LCIA) de l'Université de Yaoundé 1, les deux échantillons d'argile et celui de bauxite ont été exposés à l'air libre pour séchage afin d'éliminer l'eau d'hydratation. Ensuite les morceaux de bauxite ont été broyés dans un mortier en porcelaine puis tamisés à sec jusqu'au passage intégral à 80 μ m. Les morceaux de chacune des deux argiles sont trempés dans de l'eau pendant 24 heures, puis l'ensemble est homogénéisé pour obtenir

une barbotine qui a subi un tamisage humide à 80 μm , sans refus dans tous les cas. Ce qui indique que les deux échantillons d'argile ne contiennent pas des particules grossières de plus de 80 μm de diamètres moyens, comme c'est le cas fréquemment rencontré, sous forme de sable dans les matériaux argileux. Les tamisats sont alors décantés pendant 24 heures. L'eau surnageante est versée et les résidus séchés à l'air libre puis à l'étuve à 110°C.

II.2.2 Reconstitution et obtention du sable normalisé

Le sable utilisé a été reconstitué sous forme de sable normalisé (SN), à partir de sable du fleuve Sanaga et du sable fin. L'essai consiste à classer les différents grains constituant le mélange de sable en utilisant une série de tamis, emboîtés les uns sur les autres, dont les dimensions des ouvertures de mailles sont décroissantes du haut vers le bas: 2; 1,6; 0,8; 0,63; 0,16; 0,08 mm Le mélange à analyser est placé dans le tamis en position supérieure et le classement des grains s'obtient par vibration de la colonne. Le sable obtenu subi l'analyse granulométrique par tamisage à sec et le résultat a permis de tracer une courbe qui est insérée dans le fuseau du sable normalisé classique pour vérifier sa qualité suivant la norme EN 196-1 (Dupain et al., 2000). La reconstitution se fait par panachage, en proportions appropriées des fractions obtenues par tamisage à sec avant d'être mis en sachets de 1350 g (Figure 14). L'ANNEXE II présente les proportions des différentes granulométries pour 1350 g de sable normalisé.



Figure 14: Sachet de Sable Normalisé

II.3 TECHNIQUES DE CARACTERISATION

Les techniques expérimentales décrites ici portent sur la mesure des propriétés du sable normalisé, la caractérisation des argiles et de la bauxite, d'une part et d'autre part sur la détermination des propriétés des produits de cuisson des argiles et des mortiers hydrauliques formulés avec l'ajout de la bauxite brute et calcinée.

II.3.1 Mesure des propriétés du sable normalisé

i) Mesure du module de finesse

Le module de finesse, paramètre qui indique le caractère plus ou moins fin du sable, est le centième de la somme des refus cumulés aux tamis de 0,16; 0,35; 0,63; 1,25; 2,5; 5 mm (exprimé en pourcentage de poids). Il a été évalué conformément à la norme *NF P18-540* par l'équation 9:

$$MF = \frac{1}{100} \sum (\text{refus cumulés en \% des tamis}). \quad (9)$$

Le module de finesse (MF) est d'autant plus petit que l'échantillon est riche en éléments fins. Lorsqu'il est compris entre 1,8 et 2,2 le sable est à majorité de grains fins ; s'il est compris entre 2,2 et 2,8 on est en présence d'un sable préférentiel; s'il varie entre 2,8 et 3,3 on parle de sable grossier pouvant servir dans les bétons ou mortiers résistants, sa maniabilité étant toutefois réduite (*Diop et al., 2002; Touati et al., 2018; Elenga, 2019*).

ii) Test de propreté

La propreté de sable peut s'évaluer par différentes méthodes telles que l'essai au bleu de méthylène, la mesure de l'équivalent de sable (ES), la mesure de la fraction fine etc. Dans notre étude, nous avons effectué la mesure de l'équivalent de sable conformément à la norme *NF P18-598*. La mesure consiste à introduire dans une éprouvette de 500 mL contenant, jusqu'au trait de jauge, de l'eau, dite solution lavante, puis y ajouter 120g de sable sec à analyser. Après 10 minutes d'attente, agiter l'éprouvette horizontalement pendant 30 secondes, soit 90 aller/retour. Enfin, après avoir lavé avec le tube plongeur et laissé 20 minutes au repos (*Figure 15*), mesurer les différentes données nécessaires au calcul de l'équivalent de sable selon l'équation 10 (hauteurs ou niveau):

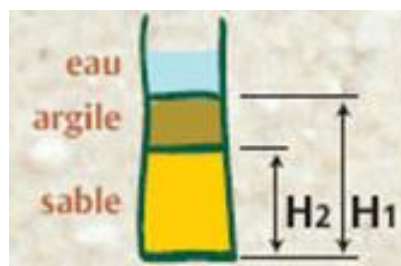


Figure 15: Mesure de l'équivalent de sable

$$ES = \frac{H_2}{H_1} \times 100. \quad (10)$$

Où H_1 est la hauteur (fines + sable) et H_2 (hauteur du sable)

II.3.2 Identification de la couleur des argiles et de la bauxite

La détermination des couleurs a porté sur les matériaux argileux et bauxitique ainsi que sur leurs produits de cuisson. Pour les matériaux bruts, ils sont séchés sous atmosphère ambiante au laboratoire et la coloration dominante est indiquée par comparaison avec celles données par le Code Munsell (*Cailleux, 1975*). Ce code permet de repérer les couleurs naturelles des sols, il représente 322 couleurs standards classées systématiquement par leur notation Munsell. Pour décrire toutes les couleurs, ce code se sert de trois (03) paramètres: le contraste, la teinte et la valeur. La teinte indique la relation au gris, rouge, jaune, vert, bleu et violet. La valeur indique son éclaircissement et le contraste indique la variation au sein de cette valeur. Les couleurs indiquées sur cette charte ont une même teinte, désignée par un symbole sur la bordure supérieure droite. La couleur devient de plus en plus claire de bas en haut. Le contraste augmente de gauche à droite. La valeur est indiquée par une échelle verticale à gauche de la charte. Le contraste est indiqué par l'échelle horizontale au bas de la charte. La nomenclature consiste à donner la couleur selon la notation Munsell.

II.3.3 Sonorité des produits de cuisson

Cette mesure s'est faite sur les tessons d'argile cuits aux températures indiquées. La sonorité du matériau cuit traduit généralement la bonne cohésion et la maturité de cuisson du produit céramique. Le son peut être soit métallique, soit peu métallique, soit mât. Pour déterminer le son, l'éprouvette est cognée à l'aide d'une pièce métallique (clou neuf par exemple) tout en évitant sa brisure.

II.3.4 Analyse granulométrique des argiles et de la bauxite

L'analyse granulométrique des matériaux argileux et de la bauxite a été faite par tamisage et par sédimentométrie selon les normes françaises respectives *NF P94-056* et *NF P94-057* et suivant la finesse des éléments des matériaux argileux: le tamisage humide pour la fraction grossière (taille de particules supérieure à 0,080 mm) et la sédimentométrie pour la fraction fine (taille de particules inférieure à 0,080 mm). Le tamisage humide consiste à fractionner, au moyen d'une série de tamis et par rinçage à l'eau distillée, le matériau en plusieurs classes granulaires de tailles décroissantes. Les masses des différents refus ou celles des différents tamisats sont rapportées à la masse totale du matériau.

La sédimentométrie complète l'analyse par tamisage préalablement effectuée sur la fraction supérieure à 0,080 mm, elle est de plus en plus remplacée par le granulolaser, plus précis. Le principe est basé sur la loi de Stokes qui mesure la vitesse de décantation des particules sphériques en fonction de la viscosité du milieu. En d'autres termes, la séparation par décantation consiste à déterminer les diamètres équivalents des particules sphériques en fonction de leur vitesse de chute dans un environnement visqueux. L'échantillon est préalablement dispersé en solution aqueuse à l'aide d'un défloculant (hexamétaphosphate de sodium à 5%). La mesure de la densité de la suspension en fonction de la vitesse de décantation des particules s'est faite avec un densimètre à des dates précises (0.5, 2, 5, 10, 20, 40, 80 minutes, 4, 8 et 23 heures) avec une prise de température à chaque date. Le mode opératoire est décrit à l'ANNEXE III.

II.3.5 Mesure de la plasticité des argiles

La mesure de la plasticité des deux variétés d'argile est effectuée par la détermination des limites d'Atterberg qui sont liées à la teneur en eau et qui permettent de comparer l'aptitude des argiles au comportement plastique:

✓ la limite liquide ou limite de liquidité (WL) est la teneur en eau (%) au-delà de laquelle le matériau s'écoule sous l'action de son propre poids;

✓ la limite plastique ou limite de plasticité (WP) est la teneur en eau (%) en dessous de laquelle le matériau n'est plus plastique et se rompt par perte de cohésion à la première sollicitation;

✓ l'indice de plasticité (IP) est la différence entre la limite de liquidité (WL) et la limite de plasticité (WP):

$$IP = WL - WP \quad (11)$$

Le mode opératoire et les courbes d'extrapolation sont reportés à l'ANNEXE IV.

II.3.6 Mesure de la masse volumique absolue des poudres d'argiles et de bauxite

La masse volumique absolue a été déterminée conformément à la norme *NF P18-555* sur le sable normalisé (SN) et les différentes poudres d'argiles et de bauxite (ABD, ARD, BD) par la méthode au pycnomètre à hélium. La technique permet de déterminer de façon précise le volume d'un échantillon de masse connue, préalablement étuvé à 105 °C, permettant ainsi d'accéder à sa masse volumique. Cette dernière peut alors se définir comme étant une grandeur physique qui caractérise la masse d'un matériau par unité de volume. L'échantillon à analyser est introduit dans la cellule du pycnomètre à gaz. Puis le gaz est confiné à la pression P_1 dans une cellule de volume V_{cell} connu. Le gaz est ensuite libéré dans un volume de détente ou

d'expansion V_{exp} , on obtient alors une nouvelle pression P_2 . Le volume $V_{éch}$ de masse M est déterminé selon la loi de Mariotte par l'équation 12:

$$(P_1 - P_a) \cdot V_1 = (P_2 - P_a) \cdot V_2 \text{ avec } V_1 = V_{cell} - V_{éch} \text{ d'où}$$

$$(P_1 - P_a) \times V_1 = (P_2 - P_a) \times V_2 \text{ avec } V_1 = V_{cell} - V_{éch}; \text{ on obtien ainsi:}$$

$$V_{éch} = V_{cell} - [(P_2 - P_a) \times V_{exp}] / (P_1 - P_a) \quad (12)$$

La masse volumique absolue ρ_a est déduite ainsi (équation 13) :

$$\rho = M / V_{éch} \quad (13)$$

P_a : pression atmosphérique en pascal

II.3.7 Mesure de la surface spécifique des poudres d'argile et de bauxite

Diverses techniques permettent de mesurer la surface spécifique d'une poudre. La méthode Brunauer, Emmett et Teller (BET) est la plus utilisée de nos jours; cependant, les méthodes d'adsorption comme le «Test à la Tâche» ou Test au Bleu de Méthylène (*Johnson, 1957; Worrall, 1958; Sakr et al 2015; Arab et al., 2015*) sont efficaces pour la détermination de la surface spécifique des argiles brutes. Cette dernière nous a permis de déterminer la surface spécifique des poudres, crues des argiles (ABD, ARD) conformément à la Norme *NF P94-068*. La technique mise en œuvre est décrite à l'ANNEXE V. Elle permet de déterminer la surface spécifique d'une poudre à travers la Valeur au Bleu (VB) ou quantité de bleu de méthylène adsorbée par 100 g de l'échantillon. Le principe repose sur la base d'échanges ioniques ayant lieu entre les particules d'argile facilement échangeables et les cations de bleu de méthylène libérés lors de sa dissolution dans l'eau. L'essai a consisté à mesurer dans un premier temps, pour 100 g de matériau, la quantité de Bleu de Méthylène nécessaire pour recouvrir la surface externe et interne des particules d'argile conformément à l'équation 14 (*Sakr et al 2015; Arab et al., 2015*):

$$VB = \frac{CV_{BM}}{M_{échantillon}} \times 100 \quad (14)$$

Ensuite, la surface spécifique active (SSA, m^2/g) est calculée à partir de la Valeur au Bleu (VB) suivant l'équation 15:

$$SSA = FC \times VB \text{ Ou encore } SSA = 24 \times VB. \quad (15)$$

CV_{BM} : quantité de bleu de méthylène adsorbée (en gramme);

$M_{échant.}$: Masse de la prise d'essai(en gramme) préalablement étuvée à 100°C pendant 24 H;

FC : le facteur de conversion (constante qui vaut 24).

La méthode BET, basée sur la mesure de la quantité de gaz (azote liquide) adsorbée a été utilisée sur l'échantillon de bauxite brute (BD) et calcinée (BDc). Les échantillons sont dégazés sous vide à 100°C pendant 8 heures et l'adsorbant utilisé est l'azote.

II.3.8 Analyse chimique des argiles et de la bauxite

La composition chimique des trois échantillons (ABD, ARD et BD) a été déterminée par spectrométrie à fluorescence X Bruker S8 Tiger afin de connaître la composition massique (% des oxydes). La spectrométrie de fluorescence X est une technique d'analyse élémentaire qui permet de qualifier et quantifier les éléments chimiques présents dans un échantillon. Un rayonnement standard excite l'échantillon (solicitation avec un tube à rayons X) et le rayonnement propre réémis par celui-ci est analysé. D'une manière simplifiée, la sollicitation par rayons X d'un atome le place en phase d'excitation. Cette période s'accompagne de l'expulsion d'un électron. Pour retrouver son état stable, un électron de la couche supérieure vient combler le vide. Il perd alors de l'énergie en la libérant sous forme de photons X. Le niveau d'énergie du photon dépend directement du niveau de la couche à combler et de celle qui fournit l'électron de remplacement. Après cette étape, l'atome revient dans une phase de stabilisation. C'est cette énergie libérée sous forme de photons X qui est analysée et qui permet de représenter graphiquement le signal obtenu, appelé spectre brut.

II.3.9 Analyse minéralogique des argiles et de la bauxite

i) Diffraction des Rayons X

La diffraction des Rayons X (DRX) permet d'étudier les phases dont le réseau cristallin est bien défini. Cette technique consiste à envoyer un faisceau de rayons X sur l'échantillon. Les rayons diffractés par une famille de plans réticulaires sont en phase et donnent lieu à une diffraction maximale dont le faisceau résultant est capté par un détecteur. On obtient un spectre constitué de rayonnements diffractés en fonction de l'angle de réflexion (angle de Bragg θ). Ce dernier est lié à la distance inter réticulaire des plans hkl par la loi de Bragg, représentée par l'équation 16 (Bergaya et Lagaly, 2013):

$$2d_{hkl}\sin\theta = n\lambda, \quad (16)$$

Où n est l'ordre de diffraction (nombre entier);

$d_{(hkl)}$ est la distance interréticulaire des plans hkl;

λ est la longueur d'onde du rayonnement utilisé.

Le diffractogramme obtenu présente des pics successifs correspondant à des distances réticulaires $d_{(hkl)}$ et à des angles 2θ des phases cristallines contenues dans l'échantillon analysé. L'attribution des pics aux minéraux correspondants se fait par comparaison avec des données fournies par les fichiers ASTM (Brindly & Brown, 1980; Guinebretiere, 2002; Bergaya et Lagaly, 2013) ou en comparant les modèles avec les normes du fichier de diffraction des poudres (PDF).

Les analyses DRX ont été effectuées sur des échantillons écrasés à 40 μm à l'aide d'un diffractomètre Bruker D8 Advance, équipé d'une anode en cuivre ($\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$) et d'un monochromateur en graphite. Les motifs ont été acquis avec une taille de pas de $0,01^\circ$ (2θ) et un temps par pas de 0,1 s.

ii) Spectrométrie infrarouge à transformer de Fourier

La spectrométrie infrarouge (IRTF) utilise les rayonnements dont la longueur d'onde est comprise entre 0,8 et 200 microns, soit pour les nombres d'onde allant de 12500 à 50 cm^{-1} . C'est une technique qui permet d'étudier les vibrations de liaison atomique dans les édifices cristallins ou dans les molécules. Elle donne les informations sur la structure d'un matériau et complète la DRX. L'avantage est que l'IRTF n'a pas besoin que les phases à étudier soient cristallines. L'échantillon étant irradié par un rayonnement infrarouge, l'absorption du rayonnement dépend de la masse atomique des éléments et de la stabilité des forces de liaison interatomique, c'est à dire de l'interaction avec la matière. Ainsi, on peut identifier, en fonction des longueurs d'onde, certains types de liaisons caractéristiques du composé expérimenté. La technique permet aussi l'étude de l'environnement local d'un groupe moléculaire dont la fréquence propre est différente des fréquences du réseau auquel il est lié. On peut ainsi utiliser l'IRTF pour identifier les groupements fonctionnels présents dans l'échantillon et même parfois les doser si les conditions expérimentales sont convenables.

L'analyse par spectrométrie IRTF des matériaux argileux permet de déterminer les fréquences d'absorption des groupements fonctionnels. On peut ainsi connaître la distribution cationique dans les couches octaédriques, le caractère di ou trioctaédrique, le type de feuillet, l'orientation et la nature des liaisons dans l'espace interfoliaire et en surface (*Caillère et al., 1982; Deccarreau, 1990; Dean, 1995*).

Le principe de l'analyse consiste à irradier normalement les plans des feuillets argileux; les vibrations étant transversales, seuls les OH inclinés sur la normale aux feuillets peuvent vibrer et donc absorber le rayonnement; les OH normaux aux plans ne vibrent pas. Etant donné que les matériaux argileux sont généralement constitués de plusieurs minéraux, l'exploitation de leurs spectres de vibration nécessite la comparaison à plusieurs spectres de vibration des minéraux individuels.

L'analyse de nos échantillons a été faite à l'aide d'un spectromètre de marque Bruker en mode absorbance pour un balayage dont le nombre d'onde varie entre 4000 et 400 cm^{-1} en utilisant la méthode du culot KBr. Un milligramme de poudre de matériau à analyser est déposé à la surface d'un cristal ATR (Attenuated Total Reflexion) en diamant. Après avoir rabattu la

manivelle pour recouvrir l'échantillon, l'enregistrement du spectre est automatiquement réalisé par un logiciel associé à l'appareillage.

iii) Analyses thermiques différentielle et gravimétrique

L'analyse thermogravimétrique (ATG) est une technique qui permet de suivre les pertes de masse que subit un matériau lors de son traitement thermique. En effet, le chauffage d'un produit argileux entraîne la volatilisation des matières organiques et de certaines molécules suite à la décomposition des constituants associés. La perte de l'eau d'humidité (eau d'absorption) ou de l'eau zéolitique est appelée déshydratation. Elle ne détruit pas la structure cristalline. La libération des hydroxyles appartenant au réseau de cristallisation est appelée «déshydroxylation». Les minéraux argileux ayant chacun un domaine de déshydroxylation spécifique, l'ATG est utilisée pour les analyses qualitatives et même parfois quantitatives dans certaines conditions. Cette technique s'étend souvent à l'étude de la cinétique des réactions mises en jeu et peut alors être utilisée pour suivre l'influence du cycle thermique, de l'atmosphère de cuisson ainsi que des ajouts sur la perte de masse d'un composé (*Klopprogge et al., 2000; Tchamba et al 2008; Djangang, 2007*). Les informations qu'elle donne sont généralement complémentaires à celles de l'Analyse Thermique Différentielle (ATD).

L'analyse thermique différentielle (ATD) est basée sur l'étude de la chaleur dégagée ou absorbée par la matière quand elle subit des transformations physiques ou chimiques. Elle consiste en la mesure de la différence entre la température de l'échantillon et celle d'un corps de référence en fonction du temps ou de la température. Elle permet de distinguer les transformations endothermiques, exothermiques et les phénomènes invariants que peut subir un matériau soumis à l'élévation de température.

Dans le cas du présent travail, les analyses thermiques ont été faites à l'aide d'un dispositif de montage couplé ATD-ATG de type STARAM Scientific & Industrial Equipment serie Setsys 24 sous balayage d'air jusqu'à 1500 °C. L'alumine précalcinée à 1500 °C a servi de matériau de référence. L'échantillon analysé est constitué de 100 mg de poudre pulvérisée à 75 µm, la vitesse de chauffe était de 5 °C/min.

iv) Bilan minéralogique semi-quantitatif

Il est important, lorsqu'on s'intéresse au comportement d'un matériau, de connaître non seulement la nature des minéraux le constituant (aspect qualitatif) mais aussi de déterminer leur teneur dans le matériau (aspect quantitatif). Pour ce faire, nous avons utilisé une méthode basée sur les calculs et bilans à partir des résultats des analyses chimiques et minéralogiques qualitatives (*Njopwouo, 1984*). Le principe de calcul suppose que si un minéral contenu dans

le matériau à la teneur M (en %) contient un élément a (sous forme d'oxyde) en proportion $P(a)$, la teneur Ta (en %) en élément a dans ce matériau est donnée par l'équation 17:

$$Ta = M \times P(a). \quad (17)$$

Si le matériau considéré contient n minéraux comportant chacun l'élément a , la teneur en ce dernier est donnée par l'équation 18:

$$Ta = \sum_{i=1}^n M_i P_i(a). \quad (18)$$

Ta est la teneur en élément « a » donnée par l'analyse chimique. M_i est la teneur en minéral « i » dans le matériau.

$P_i(a)$ est la proportion de l'élément a dans le minéral i donnée par l'équation 19:

$$P_i(a) = \frac{\text{Masse de "n" moles de l'élément "a" contenues dans une mole du minéral "i"}}{\text{Masse molaire du minéral "i"}}. \quad (19)$$

Les détails relatifs au calcul sont rapportés à l'ANNEXE VI.

II.3.10 Analyse dilatométrique des argiles et de la bauxite

L'analyse dilatométrique permet de suivre la variation de longueur d'un échantillon en fonction de la température ou du temps lors d'un cycle thermique. Lorsqu'on chauffe un matériau, son énergie interne augmente sous l'effet du mouvement brownien. L'augmentation moyenne des distances interatomiques induites est reliée à la température par le coefficient de dilatation. Ce dernier est évalué par la mesure de dilatation linéaire de l'échantillon suivant les équations 20 et 21:

$$\alpha_L = \frac{dL}{LdT} \quad \text{et} \quad \alpha_V = \frac{dV}{VdT} \quad (20) \quad \text{et} \quad (21)$$

α_L et α_V désignent respectivement les coefficients de dilation linéaire et volumique, L représente la longueur, V le volume et T la température.

Les courbes dilatométriques traduisent les variations dimensionnelles de l'échantillon, lesquelles sont dues aux divers phénomènes tels que les réactions chimiques, les transformations structurales, le frittage, l'apparition des phases liquide, le fluage, etc. Le coefficient de dilation thermique d'un matériau varie avec les transformations structurales et microstructurales qui se produisent lors de la montée en température. Au même moment, la chaleur spécifique aussi augmente car l'augmentation du volume spécifique due aux vibrations du réseau est fonction du contenu énergétique global. Lorsque les matériaux étudiés sont isotropes, le coefficient de dilatation volumique moyen dans un intervalle de température limité est lié au coefficient de dilatation linéaire par l'équation 22:

$$\alpha_V = 3\alpha_L \quad (22)$$

Pour nos essais, les mesures consistent à enregistrer les variations dimensionnelles longitudinales de l'échantillon en fonction de la température. L'appareil utilisé est un dilatomètre DI 24 ADAMEL LHOMARY dilatometer. La vitesse de montée de température est de 5°C/min aussi bien au chauffage qu'au refroidissement. Le montage de cet appareil nécessite l'application d'une pré-charge (quelques newtons) sur l'échantillon pour compenser son retrait afin qu'il reste en contact avec la tige-poussoir pendant le traitement thermique sans pour autant subir un fluage.

II.3.11 Mesure de la cristallinité des argiles

L'étude de la cristallinité des phases argileuses est d'une importance capitale; la réactivité des argiles dans la matrice cimentaire en dépend. Un matériau bien cristallisé présente une faible activité chimique dans la matrice alors que celle du matériau amorphe est beaucoup plus intense.

i) Quantification de la phase amorphe dans les échantillons

La méthode utilisée consiste à faire agir successivement une solution de soude et d'acide chlorhydrique sur le matériau à étudier (sans pour autant le dégrader) (*Segalen, 1968; Tchakouté et al., 2013; Baenla et al., 2019*). Ceci permet de dissoudre la phase amorphe, puis une centrifugation permet de récupérer le résidu dont la mesure de la masse permet de calculer la teneur en phase amorphe. Les détails relatifs à la mise en œuvre de cette procédure sont donnés à l'ANNEXE VII.

Dans un bécher de 100 mL on introduit 3 g d'échantillon avec 30 mL d'une solution de soude (8M). Le mélange est tiédi à 50°C pendant 5 minutes puis lavé avec de l'eau distillée et centrifugé à l'aide d'une centrifugeuse de marque Eppendorf (type 5840 R) à 3000 tours par minute pendant 5 minutes jusqu'à l'obtention d'un pH neutre. Le traitement est effectué sur le résidu obtenu avec la solution de HCl (0,5M). Ensuite, il est séché, d'abord à la température ambiante (26 ± 3 °C) puis dans une étuve de marque Heraeus, type VT 5042EK à 70 °C pendant 24 heures. Il est pesé à l'aide d'une balance (Mettler H10) et le taux amorphe dans le matériau expérimenté est obtenu par l'équation 23:

$$TA (\%) = \frac{m_E - m_R}{m_E} \times 100 \quad (23)$$

Avec TA: Taux de phase Amorphe ; m_E : masse de l'échantillon et m_R : masse du résidu étuvé.

ii) Détermination des indices de cristallinité

Il existe un certain nombre d'indices empiriques qui permettent d'évaluer le niveau de cristallinité d'un minéral argileux, dépendant de la proportion des feuillets énantiomorphes. Ces

indices sont associés à des techniques de caractérisation dont on peut citer entre autres la diffraction des rayons X, la spectrophotométrie infrarouge et l'analyse thermique différentielle.

✓ **Indice de diffraction des rayons X ou indice de Hinckley (HI)**

L'indice de diffraction de rayons X le plus ancien et le plus utilisé est l'indice de Hinckley. Ce critère repose sur le diffractogramme de rayons X d'une préparation désorientée. Pour un minéral argileux parfaitement cristallisé, les réflexions des différentes familles de plans cristallins sont bien définies et individualisées. Dans les minéraux désordonnés et par comparaison aux échantillons bien cristallisés, certaines réflexions sont simultanément affaiblies et élargies (Boudchicha, 2010). On peut alors tenter une approche quantitative des défauts en faisant des rapports d'intensité de raies. Un indice supérieur ou égal à l'unité est représentatif d'une kaolinite bien cristallisée. Les résultats obtenus sont comparés à la fourchette de valeurs de H_i en fonction du degré de cristallinité de la kaolinite (Ouangrawa et al., 2007):

- $1 < H_i \leq 1,2$: kaolinite bien cristallisée;
- $0,7 \leq H_i < 1$: kaolinite moyennement cristallisée;
- $0,6 < H_i < 0,7$: kaolinite faiblement cristallisée;
- $H_i \leq 0,6$: kaolinite très faiblement cristallisée.

L'indice de Hinckley (H_i) possède deux inconvénients, à savoir la présence d'une raie principale du quartz à 20,8 degré (angle 2θ) rend impossible le calcul de l'indice pour les matériaux argileux riches en quartz. La mauvaise définition de certaines raies indicatives des minéraux argileux très mal cristallisés ne permet pas de calculer l'indice de réfraction. La distance basale de la raie (001) de la kaolinite (0,715 nm) augmente avec le nombre de défauts d'empilement. Il est donc possible d'utiliser le critère de la largeur des raies pour estimer le degré de cristallinité des kaolinites dès lors que les pics concernés sont suffisamment isolés sur les diffractogrammes. Les largeurs à mi-hauteur des raies (001) et (002) de la kaolinite (Figure 16) sont utilisées pour calculer le nombre de feuillettes (NF) par domaine cohérent par utilisation de la relation de Scherrer (équations 24 et 25) Boudchicha, 2010; Barama, 2011):

$$T = \frac{K \times \lambda}{LMH \times \cos\theta} \text{ et } NF = \frac{K \times \lambda}{d_{hkl} \times LMH \times \cos\theta} \quad (24) \text{ et } (25)$$

Avec T: taille moyenne des cristaux dans la direction hkl, exprimée en Å; K: Constante de Scherrer (0,89); LMH: largeur angulaire à mi-hauteur du pic de diffraction relatif au plan réticulaire (hkl) exprimée en radian; λ : la longueur d'onde de la raie $K\alpha_{Cu} = 1,5406$ Å; θ : la moitié de l'angle de déviation de l'onde (moitié de l'angle de Bragg, au sommet de la réflexion considérée, exprimé en degrés. Les détails relatifs au calcul sont rapportés à l'ANNEXE VIII.

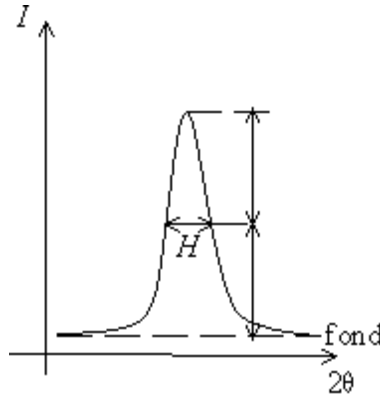


Figure 16: Largeur à mi-hauteur de pic de DRX

✓ **Indice de cristallinité par spectrophotométrie infrarouge**

La maille élémentaire de la kaolinite comporte quatre hydroxyles. Les vibrations de valence de ces groupes OH se traduisent par la présence de quatre bandes d'absorption centrées sur les fréquences 3650, 3670, 3695 cm^{-1} (OH externes) et 3620 cm^{-1} (OH internes). Lorsque le désordre de la kaolinite augmente, on assiste à la disparition progressive de la bande de vibration de valence à 3670 cm^{-1} . Cette disparition est précédée d'une inversion des intensités des bandes à 3655 et 3672 cm^{-1} . Les rapports " P_0 " des intensités des bandes à 3620 et 3700 cm^{-1} et " P_2 " des intensités des bandes de vibration de valence à 3670 et 3650 cm^{-1} permettent de mesurer "la cristallinité" des minéraux argileux (Njopwouo, 1984; Bich et al., 2009):

$$P_0 = \frac{I(3620)/I_0}{I(3700)/I_0} \quad \& \quad P_2 = \frac{I(3670)/I_0}{I(3650)/I_0} \quad (26)$$

et (27)

La kaolinite est bien ordonnée si $P_0 > 1$ et $P_2 < 1$ (Njopwouo, 1984; Bich et al., 2009; Kakali et al., 2001), pour une kaolinite désordonnée la bande à 3670 cm^{-1} disparaît et P_2 ne peut pas être défini.

✓ **Indice d'analyse thermique différentielle**

Sur la courbe d'analyse thermique différentielle (ATD) de la kaolinite, le pic du phénomène exothermique qui apparaît entre 800 et 1000 $^{\circ}\text{C}$ est très énergétique pour les minéraux argileux mal cristallisés (la surface du pic est plus faible). La surface de ce pic exothermique rapportée à la teneur en kaolinite ou surface spécifique de recristallisation "A" est un indice de cristallinité de la kaolinite:

$$A = \frac{S}{X} \quad (\text{en mV} \cdot \text{sec par g de metakaolinite}) \quad (28)$$

S: surface du pic exothermique en $\text{mV} \cdot \text{sec}$; X: pourcentage massique de la kaolinite dans le kaolin. Plus la valeur de "A" est élevée, plus la kaolinite est bien cristallisée.

On peut aussi évaluer ce degré de désordre dans le matériau par le calcul du «Slope Ratio» noté (SR) des pentes du pic endothermique de déshydroxylation de la kaolinite et de la metahalloysite. Le Slope Ratio est évalué par l'équation 29:

$$SR = \frac{a}{b} = \frac{tg\alpha}{tg\beta} \quad (29)$$

Celui-ci est le rapport entre la pente de la branche descendante et la pente de la branche ascendante du pic tel que défini par Liétard (Bich et al., 2009) (Figure 17). Ce rapport caractérise la présence des surfaces défectueuses dans le minéral. Quand $SR = 1$, le pic est symétrique et le minéral ne présente pas plusieurs surfaces défectueuses; pour $SR = 2$, plusieurs surfaces défectueuses sont présentes dans le minéral (Njopwouo, 1984 ; Bich et al., 2009).

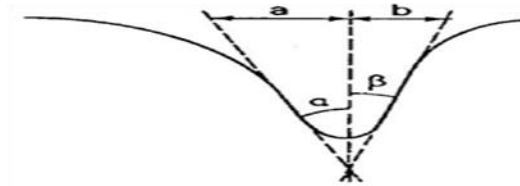


Figure 17: Pentes (SR) du pic endothermique

II.3.12 Evaluation de la pouzzolanité des argiles et de la bauxite

La pouzzolanité a été évaluée par des méthodes chimiques et mécaniques. L'activité pouzzolanique des échantillons est évaluée de façon directe et de manière indirecte après examen du principe théorique de la pouzzolanité à partir de leur composition chimique.

i) Evaluation de la pouzzolanité en fonction de la composition chimique

Selon la norme ASTM C618, un matériau est qualifié de pouzzolane si sa composition chimique vérifie: $Al_2O_3 + SiO_2 + Fe_2O_3 > 70\%$. A partir des résultats de la FRX, la somme des pourcentages de ces trois oxydes a été calculée et comparée à la limite définie par la norme.

ii) Test de Chapelle Modifié

Selon la norme NF P18-513, le Test de Chapelle Modifié repose sur la définition du matériau pouzzolanique en tant que matériau capable de se lier à la Portlandite ou l'hydroxyde de calcium $Ca(OH)_2$ notée CH en solution aqueuse. Pour cela, 2 g de CaO ont été dissous dans 250 mL d'eau distillée exempte de CO_2 pour former une solution de chaux hydratée ou portlandite selon l'équation 30:



Ensuite, pour chaque matériau, 1 g a été ajouté à la solution de Portlandite ci-dessus et le mélange a été agité à $90 \pm 5^\circ C$ pendant 16 heures dans un ballon conique en verre de 500 mL avant d'être refroidi 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

et restée dans le filtrat a ensuite été extraite avec du saccharose et titrée avec une solution de HCl 0,1 N (Ferraz et al., 2015; Ntimugura et al., 2017; Tchamo et al., 2020). La norme prévoit un minimum de 700 mg de CH fixée par gramme de matériau testé. Les détails relatifs à la mise en œuvre de la technique et le calcul sont rapportés à l'ANNEXE IX.

iii) Indice d'activité mécanique

L'indice d'activité est une mesure mécanique de l'activité pouzzolanique d'un matériau. Il est utilisé pour déterminer si le matériau permet un niveau acceptable de développement de résistance lorsqu'il est utilisé comme matériau cimentaire supplémentaire en remplaçant 20% en poids du ciment Portland dans le béton ou dans le mortier.

L'indice d'activité mécanique a été évalué par la mesure des propriétés mécaniques des mortiers hybrides à base d'ABD, ARD et BD ainsi que leur forme calcinée conformément aux normes *ASTM C109 et C618* qui prescrivent l'utilisation de 20% en poids d'une pouzzolane pour remplacer le ciment Portland. Trois types d'éprouvettes de mortiers (1/3 de liant + 2/3 de sable) sont confectionnés selon la norme *NF EN 196-1*. Dans Chaque type d'éprouvettes, la poudre minérale a été incorporée à 20% par substitution du ciment portland. Les éprouvettes de mortiers de forme prismatique (4×4×16cm) ont été préparées et soumises au test de résistance à la compression après 28 jours. L'indice d'activité, noté I, est calculé par l'équation 31:

$$I = 100 \times \frac{Rc(MH)}{Rc(MN)} \quad (31)$$

Où I est l'Indice d'activité mécanique, Rc(MH): la Résistance à la compression du mortier hybride à 20% de pouzzolane et Rc(MN): la Résistance à la compression du mortier normal (témoin) à 100% de ciment Portland.

II.4 FORMULATION ET ETUDE DES PROPRIETES DE CUISSON DES COMPOSITIONS CERAMIQUES AVEC LES ARGILES

Les différentes caractéristiques des argiles (ABD et ARD) observées lors du frittage, leur composition chimique et minéralogique, leur plasticité élevée et le faible retrait à la cuisson ont motivé l'application de ces matériaux pour la formulation des compositions céramiques. En effet, ces caractéristiques constituent des moyens de prédiction en termes de qualité des produits céramiques. Par ailleurs, l'abondance de la ressource argileuse dans la région de Kindia et dans bien d'autres localités de la Guinée est un avantage majeur pour une exploitation durable et bénéfique.

II.4.1 Confection des éprouvettes

Les poudres obtenues par tamisage humide à 80 μm et séchage des argiles ABD et ARB ont été utilisées pour confectionner les éprouvettes. Le façonnage des éprouvettes se fait à l'aide d'une presse hydraulique de laboratoire à partir des échantillons d'argiles moulés.

Deux types d'éprouvettes ont été confectionnées: les pastilles (13 mm x 9 mm) et les plaquettes (82 mm x 42 mm x 9 mm). Pour ce faire, environ 2 g ou 50 g de mélange respectivement pour le façonnage de pastilles ou de plaquettes parallélépipédiques sont humidifiés avec de l'eau à environ 2%; puis homogénéisés à l'aide d'une spatule avant d'être versé dans le moule correspondant pour être compacté à la presse hydraulique avec une pression de 0,4 KPa pour les pastilles et 0,7 KPa pour les plaquettes parallélépipédiques. Après une minute qui correspond au temps de relaxation, la pression est annulée puis on retire l'éprouvette du moule. Pour chaque formulation et par température, cinq éprouvettes sont confectionnées pour chaque type, celles-ci sont séchées à la température ambiante (25°C) du laboratoire pendant 24 heures.

II.4.2 Traitement thermique des éprouvettes

Pour le traitement thermique, les éprouvettes confectionnées et séchées à l'air libre, sont étuvées à 105 °C pendant 24 heures puis placées dans un four à moufle pour être cuites respectivement à 700, 800, 900, 1000 et 1100 °C. La vitesse de chauffe est de 5°C/min et un palier de 30 minutes. Après cuisson, les pastilles ont été utilisées pour la mesure du taux d'absorption d'eau, la masse volumique apparente et la porosité ouverte alors que les plaquettes ont été utilisées pour la mesure de la résistance mécanique à la flexion.

II.4.3 Etude des propriétés des produits de cuisson

i) Etude des propriétés structurales par spectrométrie infrarouge

Les poudres obtenues par broyage des tessons céramiques à différentes températures ont été analysées par la spectroscopie infrarouge, technique que nous avons déjà décrite au paragraphe §II.3.9.

ii) Propriétés physiques

La masse volumique apparente, la porosité ouverte et le taux d'absorption d'eau des pastilles à base des argiles cuites à différentes températures ont été évaluées par la méthode d'Archimède décrite plus bas au paragraphe §II.5.2.

iii) Détermination de la résistance mécanique à la flexion

La résistance mécanique à la flexion a été réalisée sur des plaques céramiques de forme parallélépipédique selon la norme *ISO 17138 (2014)*. Cinq (5) éprouvettes ont été utilisées pour chaque série d'échantillons (ABD, ARD) et le résultat obtenu est la moyenne. Les éprouvettes sont placées sur les appuis inférieurs du dispositif de mise en charge. La charge est appliquée verticalement à une vitesse de 0,1 MPa/s sur l'éprouvette jusqu'à la rupture. La résistance mécanique à la flexion notée σ_F , en MPa, est calculée par l'équation 32 (*ISO 17138/2014*):

$$\sigma_F = \frac{3(F_{\max} \times l)}{2 \times b \times h^2} \quad (32)$$

Où F_{\max} est la force maximale de rupture, en Newtons;

l est la distance maximale entre appuis, en millimètres;

b est la largeur de l'éprouvette, en millimètres;

h est la hauteur de l'éprouvette, en millimètres.

Les détails relatifs aux résultats sont rapportés à l'ANNEXE X.

II.5 FORMULATION ET ETUDE DES PROPRIETES DES MORTIERS HYDRAULIQUES AVEC L'AJOUT DE LA BAUXITE

Sur la base des résultats de caractérisation, notamment la composition chimique et le comportement pouzzolanique mis en évidence par l'Essai de Chapelle Modifié, les poudres de bauxite brute et calcinée à 600°C ont été utilisées pour la formulation des mortiers.

La procédure de formulation des éprouvettes de mortier obéit à un certain nombre de règles fondamentales, rapportées à l'ANNEXE XI. Pour chaque formulation, le mélange a été introduit dans un malaxeur automatique de type MIX MATIC conformément à la norme NF EN 196-1. Chaque prise d'essai est composée de 1350g de sable normalisé, de 450g de liant (mélange: ciment + additif). Les mortiers formulés ont été conservés pendant 24H à 18±2°C dans une salle à l'air libre; puis mis en cure, après démoulage, dans un bac à eau jusqu'aux échéances d'essais.

II.5.1 Types de formulation

Deux séries de mortiers ont été formulées, une avec la bauxite brute, étuvée à 105±5°C et la deuxième avec la bauxite calcinée à 600°C. Dans chaque cas, le ciment Portland a été substitué de 5 à 25% en masse. Une formulation témoin (0% d'additif) a été également réalisée pour des fins de comparaison. La composition des types de formulations effectuées est récapitulée dans les *Tableaux IV et V*.

Tableau IV: Composition des mortiers à base de la bauxite brute

Types de mortier	%C	%BD	E/C	Sable (S/C)
MN	100	0	0,50	
MBD5	95	5	0,58	
MBD10	90	10	0,58	3/1
MBD15	85	15	0,58	
MBD20	80	20	0,58	
MBD25	75	25	0,58	

Tableau V: Composition des mortiers à base de la bauxite calcinée

Types de mortier	%C	%BDc	E/C	Sable (S/C)
MN	100	0	0,50	
MBDc5	95	5	0,58	
MBDc10	90	10	0,59	3/1
MBDc15	85	15	0,62	
MBDc20	80	20	0,64	
MBDc25	75	25	0,66	

II.5.2 Etude des propriétés des mortiers élaborés

Les mortiers formulés ont été caractérisés à l'état frais par la détermination de la consistance, le temps de début et fin de prise. Et à l'état durci, l'identification par l'étude des phases structurales par DRX et IRTF tel qu'il a été décrit à la rubrique §II.3.9, la microstructure, le retrait linéaire, la masse volumique apparente, la porosité ouverte, le taux d'absorption d'eau et la résistance mécanique à la compression.

i) Essai de consistance et ouvrabilité

Pour la détermination de la consistance, de l'ouvrabilité et les temps de prise, nous avons réalisé un mélange de 500 g de sable normalisé et 167 g de liant (ciment+bauxite) dans le rapport liquide/solide $\frac{L}{S} = \frac{1}{3}$.

L'essai de consistance est effectué selon la norme *EN 196-3* et consiste à déterminer la quantité d'eau nécessaire à un ciment pour avoir une pâte de consistance normale. La pâte de ciment de consistance normalisée a une résistance spécifiée à la pénétration d'une sonde de Vicat. L'eau nécessaire pour obtenir une telle pâte est déterminée par des essais de pénétration sur des pâtes contenant différentes quantités d'eau (*Moretti, 2017*). L'objectif de l'essai est de

connaître la demande en eau des liants contenant différents taux de poudre (bauxite) utilisée pour la substitution du ciment portland.

Ainsi, à partir d'une teneur en eau de départ, on prépare une pâte selon la procédure de malaxage définie par la norme EN 196-1. La pâte est rapidement introduite dans un moule tronconique posé sur une plaque de verre, sans tassement ni vibration excessive et l'excès est enlevé par un mouvement de va-et-vient effectué avec une truelle maintenue perpendiculairement à la surface supérieure du moule. Ensuite, l'ensemble est placé sur la platine de l'appareil de Vicat. Quatre minutes après le début du malaxage, la sonde est amenée à la surface supérieure de l'échantillon (moule tronconique) et relâchée sans élan. Lorsqu'elle est immobilisée (ou après 30 s d'attente), on mesure la distance «d» séparant l'extrémité de la sonde et la plaque de base. La teneur en eau retenue est celle permettant d'obtenir une distance «d» entre l'extrémité de la sonde et la plaque de base telle que $d = 6 \pm 1$ mm (Frohard, 2014; Moretti, 2017).

- ✓ si $d > 7$ mm : il n'y a pas assez d'eau;
- ✓ si $d < 5$ mm : il y a trop d'eau.

ii) Mesure du temps de prise

La connaissance du temps de prise permet d'évaluer le temps disponible pour la mise en place correcte des mortiers qui seront confectionnés (CSTB, 2019; Laoufi et al., 2016). L'objectif de l'essai est de déterminer le temps de début et de fin de prise des pâtes. Ces paramètres sont mesurés suivant la norme EN 196-3 à l'aide de l'appareil de Vicat, automatique, de marque CONTROLAB, N°0722, muni d'une sonde à laquelle est fixée une aiguille (1,13 mm de diamètre). Pour cela, une pâte de consistance normale est préparée et est rapidement introduite dans un moule tronconique posé sur une plaque de verre. L'ensemble est placé sur la platine de l'appareil de Vicat et on démarre les mesures. Le régime de fonctionnement de l'appareil est tel qu'il se produit une descente (régulière) de l'aiguille toutes les douze (12) minutes. La distance «d» séparant l'extrémité de l'aiguille de la plaque de base est lisible sur l'écran de l'appareil. Lorsque l'aiguille s'arrête à une distance «d» du fond du moule tel que $d = 4 \pm 1$ mm, on dit que la prise a commencé et ce temps est repéré par le déclenchement de l'alarme (son aigu de l'appareil): c'est le «début de prise». Le «temps de fin de prise» est celui au bout duquel l'aiguille ne s'enfonce plus que de 0,5 mm.

iii) Étude de la microstructure des mortiers

Plusieurs méthodes microscopiques permettent d'accéder à la morphologie d'un échantillon. Parmi ces méthodes, il y a la microscopie électronique à balayage (MEB) et la

microscopie optique (MO). Dans la présente étude, la microscopie optique a été utilisée sur des fragments d'échantillons issus des mesures mécaniques. Elle a été effectuée à l'aide d'un microscope optique équipé d'un stéréomicroscope (Ceramics Instruments Model 101T-M7) d'une tête binoculaire et d'une Tablette 7 avec micro caméra intégrée de capacité d'agrandissement comprise entre 0,7 et 4,5 mm.

iv) Mesure du retrait linéaire

Dès la fin de sa mise en œuvre, le mortier est soumis à des déformations, même en l'absence de charges. Des variations de longueur (diminution) sont souvent observées. Cette diminution de longueur d'un élément de mortier est due essentiellement au mouvement d'eau dans la matrice cimentaire et les conditions de conservation : atmosphère ayant une humidité relative inférieure à celle d'équilibre de l'élément, les dimensions de ce dernier diminuent ; c'est le retrait. On distingue essentiellement (Dreux, 1998; Acker, 1992; Essaidi, 2013 ; CSTB, 2019):

- ✓ retrait plastique dû à la dessiccation de la pâte en début de prise;
- ✓ retrait par autodessiccation au cours de l'hydratation ;
- ✓ retrait thermique causé par les différences de température au cours de l'hydratation ;
- ✓ retrait à long terme causé par l'évaporation de l'eau contenue dans le matériau.

Les principaux paramètres agissant sur le retrait sont entre autre la nature du ciment, la finesse de mouture, le dosage en ciment dans le mortier ou béton, le dosage en eau, la propreté et nature des granulats (Al-Mukhtar & Beck, 2005).

Dans ce présent travail, l'essai de retrait linéaire (R_L en %) est effectué sur des éprouvettes prismatiques de 16cm de longueur et d'une section droite de 4×4cm, soigneusement conservées à la température du laboratoire (20 ± 3 °C) après démoulage pour les échéances de 7, 28, 45 et 90 jours. En désignant par L_0 la longueur de l'éprouvette au démoulage et L_j celle à une date déterminée «j», le résultat de la mesure du retrait linéaire (en %), obtenu par l'utilisation d'un pied à coulisse, s'exprime par l'équation 33:

$$R_L = \frac{L_0 - L_j}{L_0} \times 100 \quad (33)$$

v) Mesure des propriétés physiques des mortiers

Les propriétés physiques (masse volumique apparente ρ_a , en g/cm³, porosité ouverte Π et absorption d'eau W , en %) ont été mesurées suivant le test d'Archimède (ISO 5017, 2013). L'éprouvette est séchée à l'étuve à 105°C, refroidie complètement dans le dessiccateur et sa masse (M_1) est mesurée. Puis elle est plongée dans de l'eau distillée contenue dans un

crystallisateur, l'ensemble est placé dans une enceinte hermétiquement fermée sous vide (pression < 80 mbar) pour permettre la saturation en eau. La masse apparente (M_2) de la pastille est déterminée lorsqu'elle est plongée dans l'eau et l'ensemble étant suspendu au fléau d'une balance. Après, l'éprouvette est retirée de l'eau et débarrassée rapidement des gouttelettes et du film d'eau superficiel par du linge absorbant et immédiatement pesée, on obtient ainsi sa masse à l'air (M_3).

Pour les éprouvettes de mortier, M_2 a été déterminée par pesée hydrostatique après une simple immersion dans l'eau distillée pendant 48 heures.

La masse volumique apparente d'un matériau poreux est le rapport de sa masse sèche à son volume apparent. Le volume apparent est ici la somme des volumes de la matière solide, des pores ouverts (pores qui communiquent avec l'atmosphère soit directement, soit de proche en proche) et des pores fermés (pores qui ne sont pas pénétrés par le liquide d'imbibition pendant l'imprégnation dans un liquide). La masse volumique apparente, ρ_a , est donnée par l'équation 34:

$$\rho_a = \frac{M_1}{M_3 - M_2} \times \rho_{eau} \quad (34)$$

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

La porosité ouverte (Π), exprimée en pourcentage volumique, est donnée par l'équation 35:

$$\Pi = \frac{M_3 - M_1}{M_3 - M_2} \times 100 \quad (35)$$

Le taux d'absorption d'eau W est obtenu par l'équation 36:

$$W = \frac{M_3 - M_1}{M_1} \times 100 \quad (36)$$

vi) Mesure de la résistance mécanique à la compression

Cet essai a été effectué sur les éprouvettes de mortiers conservés dans l'eau à 20 °C à différents âges (7, 28, 45 et 90 jours). La mesure de la résistance à la compression est effectuée conformément à la norme *NF P18-406*, sur les éprouvettes cubiques dont les faces sur lesquelles on applique la charge ont été au préalable rectifiées pour les rendre planes ou parallèles. Une force F est appliquée sans choc par une presse électrohydraulique (LMC de type C004, N°: 89/54800) sur l'éprouvette jusqu'à sa rupture. Une lecture de la force de rupture est faite avec un polynôme de correction : $F(\text{en KN}) = 1,02 \times X \pm 0,24$; X étant la lecture en KN. La résistance à la compression R_c (en MPa) est donnée par l'équation 37:

$$R_c = \frac{F}{S} \quad (37)$$

Où F la force de rupture en Newton et S la section de l'éprouvette en mm^2 .

Chaque résultat est la moyenne de cinq (5) mesures.

L'ensemble des techniques expérimentales mises en œuvre dans ce travail est présenté sur l'organigramme de la Figure 18.

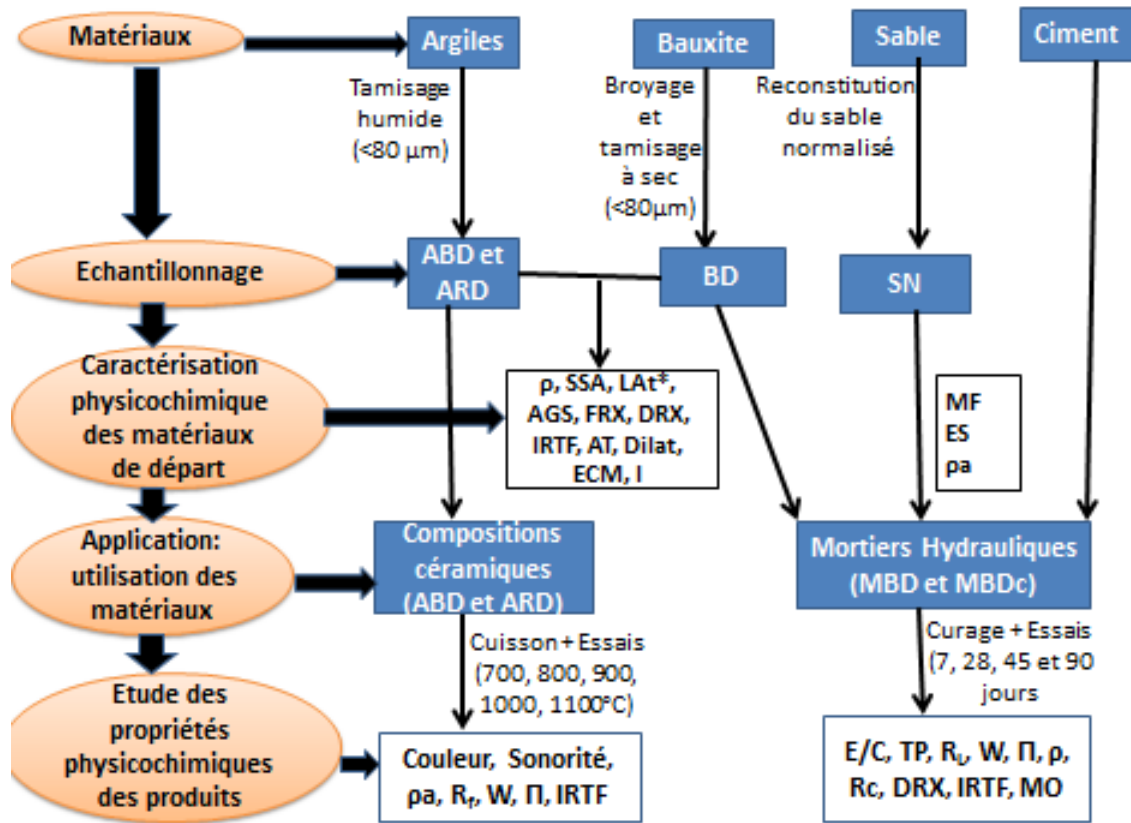


Figure 18: Organigramme du protocole expérimental

ABD: Argile blanche de Débélé; **ARD:** Argile rougeâtre de Débélé, **BD:** Bauxite de Débélé; **SN:** Sable normalisé; **ρ :** Masse volumique absolue; **SSA:** Surface Spécifique Active; **LAT*:** Limites d'Atterberg (évaluées sur les argiles); **AGS:** Analyse granulométrique par sédimentométrie; **FRX:** Fluorescence à rayon X; **DRX:** Diffraction à rayon X; **IRTF:** Infrarouge à Transformé de Fourier; **AT:** Analyse thermique; **Dilat:** Dilatométrie; **ECM:** Essai Chapel modifié; **I:** Indice d'activité mécanique; **MF:** Module de finesse; **ES:** Equivalent de sable; **R_r:** Résistance à la flexion; **W:** Taux d'absorption d'eau; **Π :** Porosité ouverte; **pa:** masse volumique apparente; **E/C:** Consistance; **TP:** Temps de prise; **MO:** Microscopie Optique; **R_L:** Retrait linéaire; **R_c:** Résistance à la compression.

Dans ce deuxième chapitre, nous avons présenté les matériaux qui ont fait l'objet d'étude de caractérisation d'une part et d'autre part des techniques expérimentales mises en œuvre dans les travaux. Dans un premier temps, il a été question de la présentation des matières premières, argiles et bauxite, du point de vue origine et préparation des échantillons soumis aux différentes analyses. Dans un second temps, les techniques de caractérisation physicochimique et les protocoles expérimentaux de formulation des mortiers à base de la bauxite et des céramiques à base des argiles ont été exposés. En fin du chapitre, les différentes techniques d'étude des propriétés des produits (mortiers et céramiques) ont été présentées.

CHAPITRE III: RESULTATS ET DISCUSSION

Ce troisième et dernier chapitre a pour objectif de présenter et de discuter l'ensemble des résultats de caractérisation des argiles et de la bauxite ainsi que ceux des produits de formulations des compositions céramiques et des liants hydrauliques alternatifs. Cet exercice permettra de mettre en lumière, dans un premier temps, les caractéristiques physicochimiques et les différentes possibilités d'application des argiles et bauxite de Débélé dans divers domaines. Dans un second temps, les essais d'utilisation des argiles dans la fabrication des céramiques accompagnés d'une simulation de l'influence des différents constituants sur les propriétés des produits. Et en fin l'impact de l'incorporation de la poudre de bauxite, c'est-à-dire, la bauxite brute et calcinée, à différents niveaux de substitution, dans la matrice cimentaire sera discuté.

III.1 CARACTERISTIQUES DU SABLE

III.1.1 Distribution granulométrique

La *Figure 19* présente la courbe d'analyse granulométrique du sable normalisé reconstitué. Son allure est typique à celle indiquée par le fuseau du sable normalisé (*Dupain et al., 2000*).

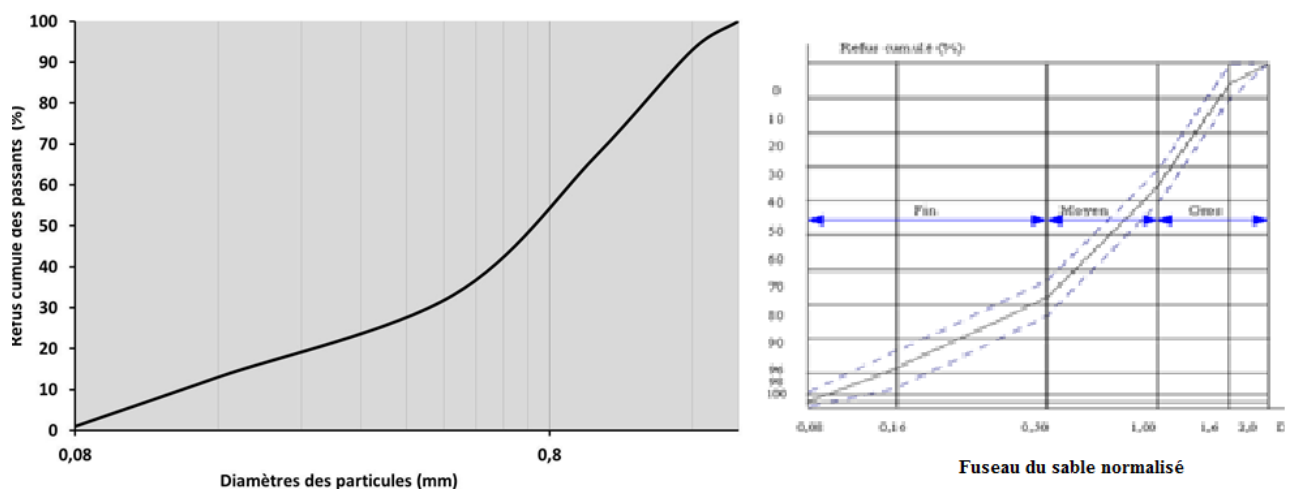


Figure 19: Allure de la courbe granulométrique du sable normalisé

III.1.2 Propriétés physiques du sable

Le *Tableau VI* regroupe les propriétés physiques évaluées de ce sable normalisé.

Tableau VI: Caractéristiques physiques du sable

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

IL en ressort que le module de finesse (MF) du sable reconstitué est de 2,3%, valeur qui cadre bien entre 2,2 et 2,8%, ce qui le classe dans la catégorie de sable de «type B» (*NF P 18-101*). En plus, l'équivalent de sable (ES) est de 89,55% (piston) et 89,61 (visuel), valeurs qui respectent bel et bien les conditions $ES_{\text{visuel}} \geq 85$ et $ES_{\text{piston}} \geq 80$ conformément à la norme *NF P 18-101*. Ces valeurs lui attribuent la qualité d'un sable propre, c'est-à-dire que la teneur en éléments fins d'origine essentiellement argileuse, végétale ou organique à la surface des grains est très faible. Toutefois, ES est supérieure à 80 %, ce qui entrainera un défaut de plasticité du mortier à élaborer, ceci devra être compensé pendant le dosage. A cet effet, un rapport Eau/Ciment (E/C) > 0,5 est recommandé (*Aggarwal & Gupta, 2007*). La masse volumique absolue est de 2,63 g/cm³, c'est une valeur qui indique son aptitude à favoriser l'obtention d'une compacité appréciable et une bonne résistance mécanique dans le mortier (*Ndiaye et al., 2013; Nael-Redolfi, 2016; Tchamo et al., 2020*).

III.2 CARACTERISTIQUES DES ARGILES

III.2.1 Caractéristiques physiques

i) Couleur et texture

Le *Tableau VII* présente la texture et la couleur des deux matériaux argileux étudiés.

Tableau VII: Texture et couleur des matériaux argileux étudiés (*Correspondance du Code Munsell)

Echantillon	Texture à sec	Couleur à sec*	
ABD	lisse et douce	2,5 YR 8/1	Blanche
ARD	Lisse et douce	2,5YR 6/8	Rouge clair

Les échantillons d'argiles, ABD et ARD ont une texture lisse et douce indiquant l'absence des particules de grosse granularité; ce qui permet d'affirmer qu'ils ont une texture limoneuse-argileuse (*Baize et Girard, 1995; Duchaufour, 1997*). La couleur blanche de ABD est indicative de l'absence (ou une faible teneur) des phases minérales colorantes, en l'occurrence les minéraux de fer et de titane. Ce qui présage évidemment la présence relative

d'oxydes colorant dans ARD dont la couleur est rouge clair. Ces observations orientent les applications qu'on peut faire de ces deux matériaux. Par exemple, le matériau ABD revêt les propriétés d'un kaolin approprié pour la céramique fine et réfractaire tandis que ARD est susceptible de donner des produits céramiques colorés; par conséquent, il est indiqué pour les briques et tuiles de terre cuite (Djangang, 2007; Njoya et al, 2007).

ii) Distribution granulométrique

Les courbes d'analyse granulométrique des deux échantillons d'argile sont représentées sur la *Figure 20*. Les fractions des variétés granulométriques des particules sont données dans le *Tableau VIII*.

Tableau VIII: Répartition granulométrique des variétés d'argile

Réf.	% de gravier $2000 \mu\text{m} < \Phi$	% de sable $20 < \Phi < 2000 \mu\text{m}$	% de limons $2 < \Phi < 20 \mu\text{m}$	% d'argile $\Phi < 2 \mu\text{m}$
ABD	0	0	51,55	48,45
ARD	0	0	48,50	51,05

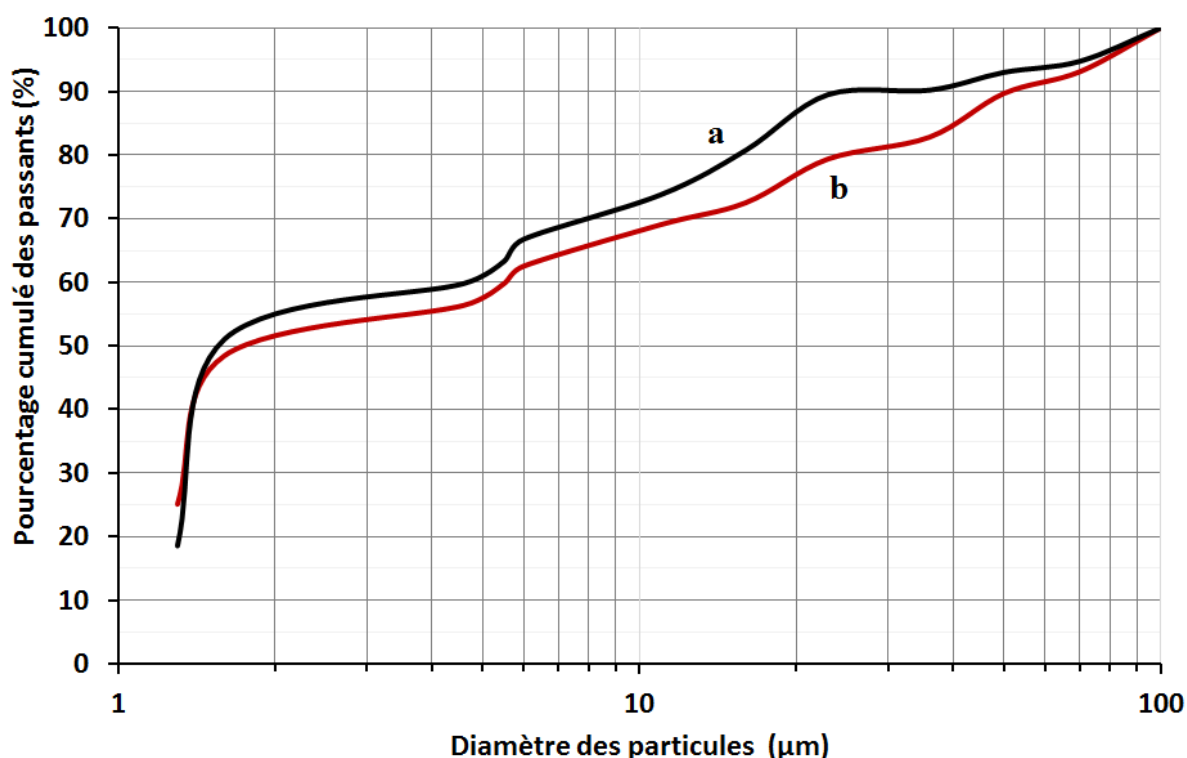


Figure 20: Courbe granulométrique des échantillons d'argile, a) ABD et b) ARD

Il ressort de ces résultats que les échantillons sont constitués de particules ayant un diamètre inférieures à $80 \mu\text{m}$ avec environ $50\% < 2 \mu\text{m}$. Cette dernière fraction correspond aux particules des minéraux argileux (Caillère, 1982). C'est dire que la fraction limoneuse est en quantité presque égale à celle des minéraux argileux alors que la fraction sableuse est absente.

Ces affirmations sont conformes aux observations faites plus haut avec la texture et la couleur des argiles. On peut ainsi dire qu'il s'agit des argiles limoneuses. Il faut noter que la fraction limoneuse est assez élevée dans les deux cas. Elle est en effet considérée comme impureté et contribue toutefois, non seulement à la plasticité des matériaux mais aussi au frittage, c'est-à-dire à la densification globale du matériau de la même façon que la fraction argileuse. En effet, sa grande finesse augmente la réactivité en multipliant les surfaces de contact entre particules réagissantes (Jouenne, 2001; Boch, 2001; Allen, 2003). C'est ainsi que le positionnement des deux matériaux dans le diagramme de Winkler (Figure 21), les met dans la zone indiquant qu'ils peuvent tous servir dans la fabrication des produits creux. Cette zone correspond à un domaine de large ouvrabilité de la pâte céramique en cru favorisant la diversification des formes lors du façonnage (Hajjaji et al, 2002 ; Allen, 2003).

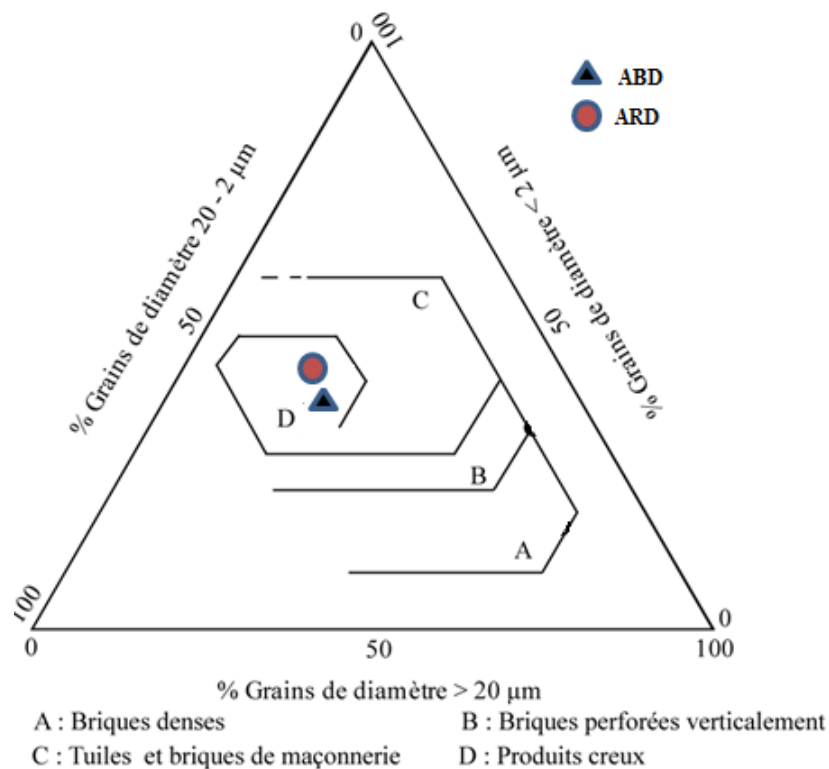


Figure 21: Positionnement des matériaux ABD et ARD dans le diagramme de WINKLER (Allen, 2003)

iii) Plasticité: limites d'Atterberg

Le Tableau IX donne les valeurs des limites de liquidité, de plasticité et l'indice de plasticité des deux matériaux ABD et ARD. Les valeurs de la limite de liquidité sont de 61% pour ABD et 56% pour ARD. Elles indiquent que chacun de ces échantillons peut prendre environ la même proportion d'eau sans couler sous son propre poids, ce qui favorise la grande

marge de malléabilité que nous avons évoquée plus haut dans l'interprétation des phases granulométriques.

Tableau IX: Limites d'Atterberg et d'indice de plasticité des échantillons d'argile

Echantillon	WL(%)	WP(%)	IP (%)
ABD	61	36	25
ARD	56	33	23

WL = Limite de liquidité ; WP = Limite de plasticité ; IP = Indice de plasticité

Pour ce qui est de la limite de plasticité, qui correspond à la proportion d'eau qu'une argile peut contenir tout en demeurant plastique. On note que sa valeur est de 36% pour ABD et 33% pour ARD. Ces résultats sont également en accord avec ceux de l'analyse granulométrique qui montrent que les deux matériaux ont une fraction argileuse importante. En effet, la plasticité à l'état cru est une propriété caractéristique des argiles. Elle est la faculté pour une substance de réagir à des forces agissantes de l'extérieur par des déformations permanentes sans que la cohésion des particules constituantes ne se perde. Dans le domaine de la céramique, une masse semi-solide comme l'argile humide est dite plastique lorsqu'elle peut être plus ou moins déformée par une force mécanique sans perdre sa cohésion et sans que la masse ne montre une tendance à reprendre sa forme initiale. La plasticité est donc la propriété de conserver une déformation après la disparition de la force qui l'a provoquée (Caillère, 1989; Aliprandi, 1979 Jouenne, 2001).

L'emplacement des deux matériaux dans l'abaque de plasticité (Figure 22) qui est un diagramme représentant l'indice de plasticité en fonction de la limite de liquidité tel qu'utilisé dans «British Soil Classification» pour établir les différentes classes de sols fins, classe ABD dans la région de «plasticité élevée» et ARD dans celle de «plasticité acceptable» (Whitlow, 2001).

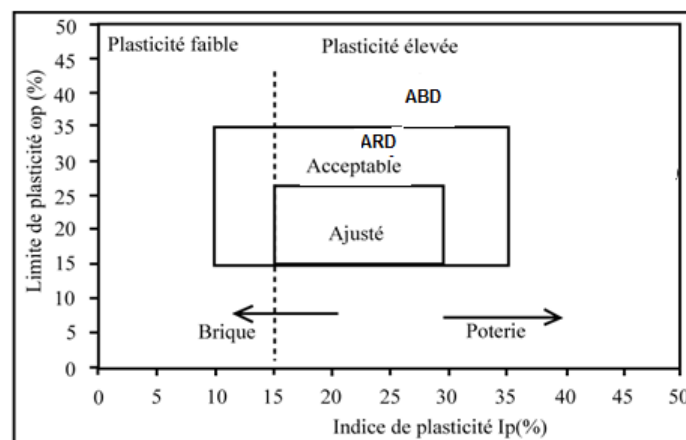


Figure 22: Positionnement des matériaux ABD et ARD dans l'abaque de plasticité de Bain et Highley (1979): (a): ABD; (b): ARD

Ce comportement plastique était prévisible avec le tamisage humide effectué sans refus (Lambercy, 1993; Pountouenchi, 2020). En outre, les indices de plasticité des deux échantillons sont typiques des argiles non gonflantes comme la kaolinite. En effet, ils cadrent entre 10 et 25%, l'intervalle d'indice de plasticité des minéraux de types Kaolinite-Illite et Kaolinite-Mica-Muscovite (Holtz & Kovacs, 1991; Nevila, 2003). Ces résultats sont tout à fait indicatifs, car les valeurs sont pratiquement proches et comme il a été démontré plus haut, les deux variétés d'argile offrent d'innombrables applications en céramique due à leur grande malléabilité liée à la plasticité élevée et en rapport à l'étroite distribution granulométrique dans la gamme des particules fines (limoneuses et argileuses).

iv) Masse volumique absolue des poudres

La masse volumique absolue (ρ) des échantillons est de 2,44 g/cm³ pour ABD et 2,45 g/cm³ pour ARD, valeurs qui sont toutes proches de celles de la kaolinite (2,40 à 2,60 g/cm³) (Djangang, 2007). Ceci pourrait indiquer la prédominance du comportement de ce minéral sur l'agglomération des pâtes à base de ces matériaux (Baumann, & Keller, 1975, Djangang, 2007). En effet, la densité absolue est la densité des particules du matériau solide sans le volume des pores ouverts et fermés. En tant que densité des particules qui composent la poudre, elle est relativement bien définie et indépendante du degré de compacité que prendrait le matériau lors du compactage. Toutefois, selon l'arrangement moléculaire du matériau en liaison avec les formes et la granularité des particules présentes, elle peut constituer une indication de la compacité du matériau par rapport à celle de l'état cristallin supposé idéal. C'est donc un paramètre intrinsèque important du matériau qui est utile pour contrôler le façonnage et comprendre les performances des produits à partir de la distribution granulométrique de départ lorsque les particules sont supposées presque toutes sphériques. (Gong et al., 2014).

v) Surface spécifique

Le Tableau X présente la Valeur au Bleu (VB) et la surface spécifique des matériaux argileux. Les Valeurs au Bleu obtenues sont de 1,76 et 0,97 g pour 100 g d'échantillon respectivement pour ABD et ARD. La valeur VB de ABD est proche de celle de la kaolinite qui est de 2; valeur qui est presque le double de celle obtenue avec ARD. Ces valeurs semblent indiquer que les minéraux argileux ne sont pas gonflants, à l'exemple de la montmorillonite dont la valeur VB est de 30 (Konrad et Valencia, 2008; Batana et al., 2019). Il faut aussi noter que l'absorption du bleu dépend beaucoup plus de la nature des particules en rapport à leur taille. C'est ainsi que les fines particules qui ne sont pas argileuses mais limoneuses par exemple, contribuent très peu à l'absorption du bleu.

Tableau X: Valeur au Bleu et Surface spécifique des échantillons

Echantillons	ABD	ARD
Valeur au Bleu (g/100g)	1,76	0,97
Surface spécifique (m ² /g)	42,24	23,28

En effet, la fixation du bleu par les particules d'un matériau fonctionne sur la base des réactions chimiques déclenchées par les phénomènes d'échange ioniques ayant lieu entre les cations d'argile facilement échangeables et les cations libérés par le bleu de méthylène lors de sa dissolution dans l'eau (*Johnson, 1957; Worrall, 1958; Konrad et Valencia, 2008*). Ainsi, les particules d'argile ayant la plus grande surface spécifique et la plus grande charge négative sont celles qui peuvent être «échangées» plus facilement (*Hang et Brindley, 1970; Chen et al., 1999; Santamarina et al., 2002*).

Sur cette base la surface spécifique qui a été calculée à partir de la quantité de bleu de méthylène adsorbée (VB) et à l'aide d'un facteur de conversion (FC), a donné 42,24 m²/g pour ABD et 23,28 m²/g pour ARD. Ces résultats sont en bonne corrélation avec la plasticité des matériaux. En effet, il a été démontré que la surface spécifique est une fonction croissante de la limite de liquidité WL (*Giovanni & Satoru, 2019*). La surface spécifique dépend également de la taille élémentaire des particules et de la nature des minéraux composant l'échantillon comme il a déjà été signalé avec la valeur au bleu. A titre de comparaison, *Laribi et collaborateurs* ont obtenu des valeurs similaires (31,82 et 40,10 m²/g) par la même méthode (*Laribi et al., 2007*). Ces résultats sont également comparables à ceux obtenus par *Benkaddour et collaborateurs* par la méthode BET. Il a été constaté une similarité appréciable de la surface spécifique obtenu par ces auteurs (35,85 m²/g) à celle des deux variétés d'argile soumises à l'étude. Par ailleurs, différents facteurs comme la taille des grains, la fraction des particules fines dans le matériau, la composition minéralogique, la forme et l'état de surface des particules impactent de manière directe sur la surface spécifique. Ces différents facteurs pourraient expliquer l'écart constaté entre les valeurs de surface spécifique de l'échantillon ABD (plus riche en kaolinite avec une proportion en quartz relativement faible) par rapport à celui de ARD contenant la plus grande proportion de quartz.

III.2.2 Composition chimique

La composition chimique, en termes d'oxydes majeurs des deux échantillons d'argiles, est donnée dans le *Tableau XI*. La silice (SiO₂) et l'alumine (Al₂O₃) sont les principaux types d'oxyde. Le rapport molaire SiO₂/Al₂O₃ est de 2,89 pour ABD et 2,86 pour ARD, ce qui

indique la présence de quartz libre et l'absence de minéraux à couche intermédiaire ayant des propriétés adsorbantes (Besq et al., 2003; Gourouza et al., 2013).

Tableau XI: Composition chimique des échantillons d'argiles

Matériaux	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	TiO ₂	MgO	CaO	Na ₂ O	P ₂ O ₅	Cr ₂ O ₃	SO ₃	MnO	PF	Total
ABD	52,40	30,90	1,80	5,90	1,60	0,50	0,10	0,20	0,10	0,02	0,01	<0,01	6,20	99,74
ARD	51,20	30,40	3,70	4,80	1,60	0,40	0,10	0,10	0,10	0,02	0,03	<0,01	7,50	99,76

En ce qui concerne les oxydes fondants, la quantité de K₂O est considérable dans les deux échantillons, mais elle est plus élevée dans ABD: 5,90% contre 4,80% dans ARD. Ce qui suggère la présence d'une phase micacée comme la muscovite (Lecomte Nana, 2004). Comparativement, les oxydes alcalins et alcalino-terreux sont en faible teneur. Na₂O : 0,20% et 0,10%, MgO : 0,50% et 0,40% respectivement pour ABD et ARD. Tandis que le taux de CaO est de 0,10% dans chacun des matériaux. Concernant les oxydes colorants, la teneur en TiO₂ (1,60%) est identique dans les deux argiles, alors que celle de Fe₂O₃ est plus concentrée dans ARD avec 3,65% contre 1,80% dans ABD. Ce qui pourrait justifier les couleurs blanche et rouge clair de ABD et ARD respectivement. En outre, la différence des teneurs en silice et en calcium oxyde est de 52,3% pour ABD et 51,1% pour ARD. Cette différence est largement supérieure à la valeur de référence de 34% définie par la norme ASTM C618 (Dron et Brivot, 1977). Ce qui indique le caractère vitreux des deux argiles, favorable pour leur utilisation dans les céramiques vitreuses comme la porcelaine (Jouenne, 1984 ; Lambercy, 1993; Aliprandi, 1996).

III.2.3 Composition minéralogique

i) Diffractogrammes des rayons X

Les diffractogrammes DRX des échantillons d'argile, Figures 23a & b, ont permis d'identifier:

- ✓ la kaolinite (Si₂O₅Al₂(OH)₄): (PDF N°89-6538) de pics 7,16; 3,84; 3,57; 3,37; 2,50 ; 2,34; 2,28; 1,62; 1,50; 1,49 Å;
- ✓ la muscovite (K(AlSi₃O₁₀)Al₂(F,OH)): (PDF N°26-911) de pics: 9,98; 4,49; 3,64; 3,10; 2,56; 2,16 ; 2,13; 1,99; 1,64 Å;
- ✓ le quartz (SiO₂): (PDF N°89-8934) de pics 4,26; 3,34; 2,45; 2,28; 1,80; 1,67; 1,61; 1,54 Å;
- ✓ la gibbsite (Al(OH)₃): (PDF N89-2810) de pics: 4,85; 4,37; 2,47; 2,45; 2,05 Å;

✓ la goéthite (FeOOH): (PDF N°89-2810) de pics: 4,18; 2,69; 2,49; 2,25; 2,19; 1.80; 1,56 Å dans ARD;

✓ l'anatase (TiO₂): (PDF N° 21-1272) pics: 3,520; 2,431; 1,892; 1,667; 1,493; 1,364; 1,338 Å;

✓ hématite (Fe₂O₃)(PDF N° 33-664) de pics: 2,700; 2,519; 2,207; 1,841; 1,694 ; 1,486; 1,454 Å dans ABD.

En outre, il apparait sur chacun des diffractogrammes un dôme centré autour de 28°, ce qui présage l'existence dans ces matériaux des phases amorphes (Murthy et al., 1991).

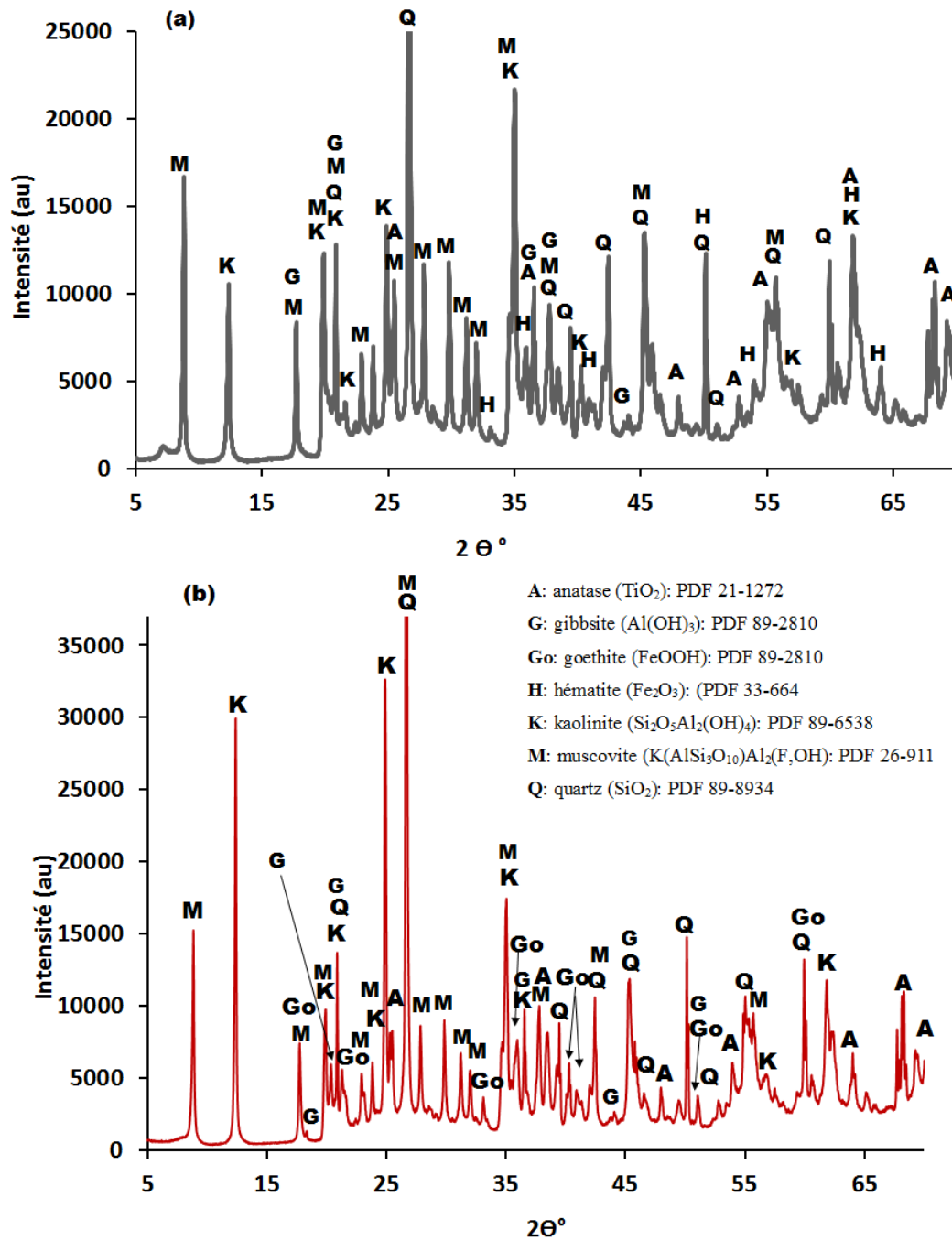


Figure 23: Diffractogramme des échantillons , a) ABD; b) ARD

ii) Spectres infrarouge

Les spectres infrarouges des deux échantillons d'argile (Figure 24) sont similaires. Ils ont l'allure typique du spectre IRTF de la kaolinite avec quatre régions principales de bandes d'absorption (Farmer, 1988; Mohammed et al., 2005):

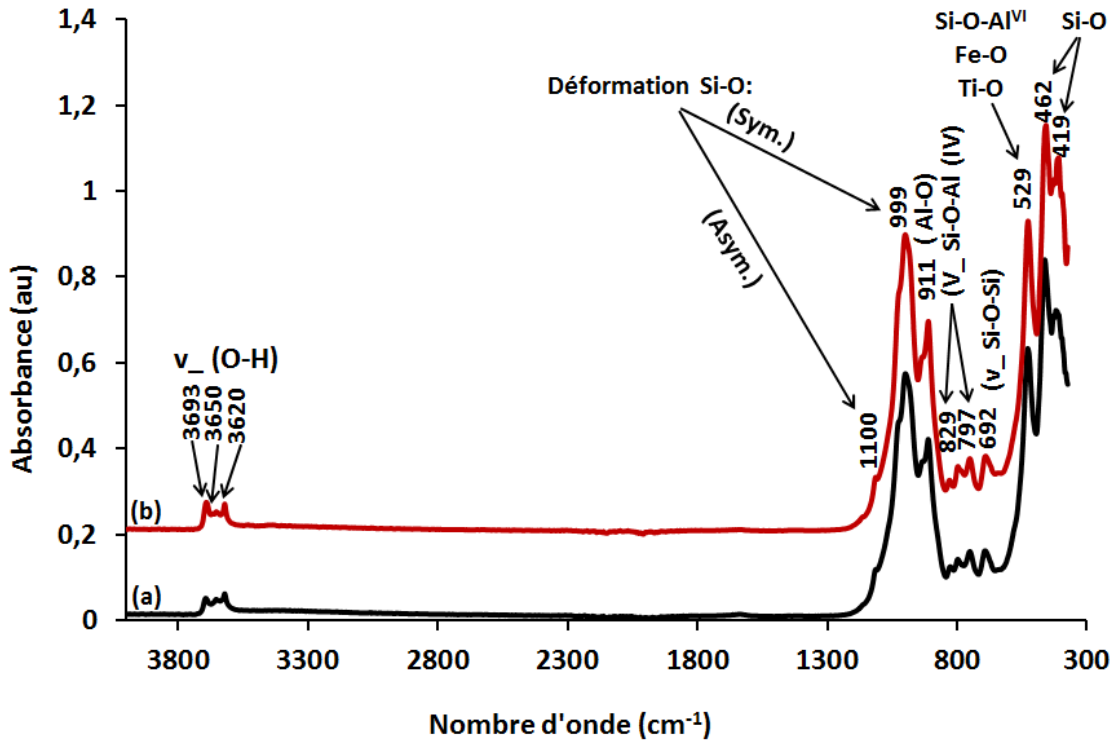


Figure 24: Spectres IRTF des argiles, a) ABD et b) ARD

✓ les bandes d'absorption situées aux hautes fréquences respectivement autour de 3693, 3650 et 3620 cm^{-1} sont liées aux groupements hydroxyle OH de la kaolinite. Les deux premières sont attribuées respectivement aux vibrations symétriques d'élongation des groupements OH libres de la surface externe et la bande à 3620 cm^{-1} aux vibrations d'élongation des groupements OH interne de la kaolinite. En général, la kaolinite est caractérisée par la présence de 04 bandes de vibration spécifiques entre 3800 et 3500 cm^{-1} . Dans le cas de nos matériaux, la bande autour de 3700 cm^{-1} n'apparaît pas; ce qui traduit une inversion des intensités des bandes à 3650 et 3670 cm^{-1} . Ce phénomène arrive lorsqu'il existe un désordre ou une mauvaise cristallinité des phases constituantes (Cases et al., 1982; Njopwouo, 1984; Bich, 2005; Mohammad et al., 2005);

✓ les bandes entre 1100 et 999 cm^{-1} correspondent respectivement aux vibrations de déformation symétrique et asymétrique des liaisons Si-O; Si-O-Si et Si-O-Al alors que la vibration à 911 cm^{-1} correspond à la déformation de la liaison Al-OH dans la kaolinite (Cases et al., 1982; Mohammad et al., 2005; Saikia et Parthasarathy, 2010);

✓ les bandes à 829 cm^{-1} et 797 cm^{-1} cm^{-1} correspondent aux différents modes de vibration de la liaison Si-O-Al^{IV} (où Al est tétracoordonné). Alors que la bande à 692 cm^{-1} est attribuable à la vibration de la liaison Si-O du quartz (Bich *et al.*, 2009; Saikia et Parthasarathy, 2010);

✓ la bande à 529 cm^{-1} est attribuable aux déformations des liaisons Si-O-Al^{VI} (où Al est hexacoordonné) et celles de Fe-O et Ti-O dans l'hématite/goethite et l'anatase. Enfin les bandes autour de 462 et 419 cm^{-1} correspondent à la vibration de la liaison Si-O du quartz (Bich *et al.*, 2009; Saikia et Parthasarathy, 2010).

iii) Thermogrammes d'analyse thermique différentielle et gravimétrique

Les Figures 25 (a & b) et 26 (a & b) illustrent les courbes d'analyse thermique ATD et ATG/DTG des deux échantillons des matériaux argileux. On observe des pics endothermiques associés à des pertes de masse entre 110 et 140 °C relative au départ de l'eau d'hydratation dans les matériaux (Rollet et Bouaziz, 1972; Aliprandi, 1996; Jouenne, 2001; Klopogge *et al.*, 2002).

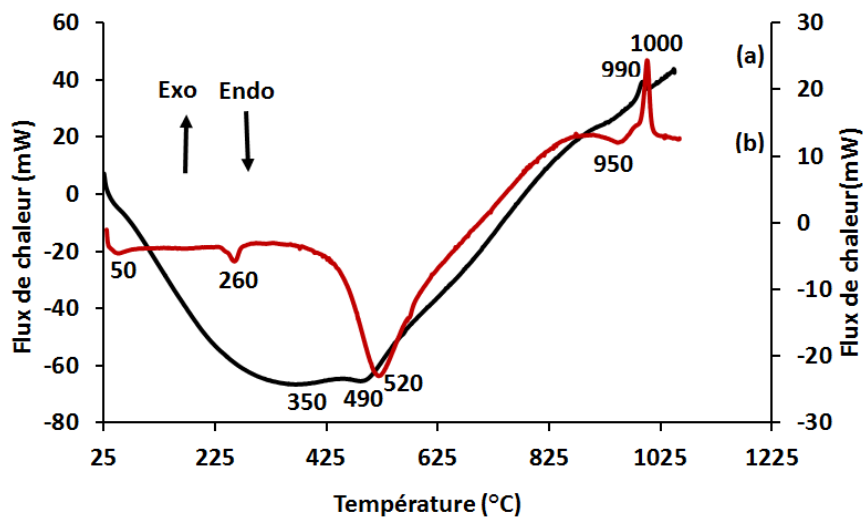


Figure 25: Courbe ATD des argiles, (a) ABD et (b) ARD

Dans le cas de l'argile ARD, il y a un pic endothermique autour de 260 °C , attribuable à la déshydroxylation de la goethite (équation 38).



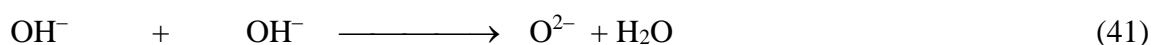
Dans le cas de l'argile ABD, un pic endothermique apparaît vers 350 °C sur l'ATD, associé à une faible perte de masse sur l'ATG; il correspond à la déshydroxylation de la gibbsite (équation 39):



Entre 450 et 490 °C pour ABD et 450 et 520 °C pour ARD, il y a un pic endothermique lié à la déshydroxylation de la kaolinite qui se transforme en métakaolinite (équation 40):



Ce phénomène est associé à une perte de masse progressive sur les courbes ATG, qui se poursuit jusqu'au-delà de 800°C indiquant l'élimination graduelle du groupe hydroxyle y compris pour la muscovite qui est aussi présente dans les matériaux. Il faut noter que la formule chimique de la muscovite est variable en raison des diverses substitutions dans sa couche octaédrique. De petites variations de la formule structurale typique et la quantité d'eau structurale limitée à 4,1% en masse peuvent être cependant négligées par rapport à la valeur de la kaolinite de 14% en masse (Rollet et Bouaziz, 1972; Aliprandi, 1996; Jouenne, 2001; Lecomte Nana, 2004). Toutes ces variations endothermiques sont également mises en évidence sur les courbes DTG puisqu'elles sont principalement liées à l'élimination de l'eau due à la fois au séchage et à la déshydroxylation. Pour ce qui est de la perte due à la déshydroxylation, certaines études ont affirmé qu'environ 10% des OH restent présents dans la métakaolinite après sa formation et s'éliminent progressivement (Tuleff, 1969; Jouenne, 2001). En plus, l'étude de la cinétique de déshydroxylation de la kaolinite par infrarouge a montré que ce sont les OH des feuillets octaédriques extérieurs, moins solidement liés qui réagissent d'abord entre eux avec dégagement d'environ trois quarts de l'eau de constitution. S'en suit l'élimination des OH mieux protégés des feuillets tétraédriques et octaédriques (Jouenne, 2001; Watanabe et al, 1987; Gualtieri et al, 1995; Milheiro et al, 2005). Selon Jouenne, l'élimination des groupements hydroxyles est précédée d'une délocalisation des liaisons O-H. Cette délocalisation concerne en fait les protons fixés sur les atomes d'oxygène (équation 41). Ceux-ci se déplacent en créant une symétrie de répartition mal définie des atomes avec de nombreuses lacunes entraînant l'instabilité dans le réseau. Ce désordre intérieur augmente considérablement le potentiel énergétique et la réactivité des particules (Brindley, 1987).



Les pics exothermiques à 990 °C pour ABD et à 1000 °C pour ARD proviennent de la réorganisation structurale des minéraux argileux déshydroxylés et du début du frittage. En effet, dans cette plage de températures, les transformations physicochimiques qui ont lieu ont été interprétées par de nombreux auteurs. Certains décrivent la recristallisation par la formation d'une phase transitoire au début qui conduit à la nucléation et la croissance de petits cristaux de mullite. Par la suite, les ions aluminium reviennent à des unités de structure hexacoordonnées, ce qui implique des caractéristiques structurales plus stables.

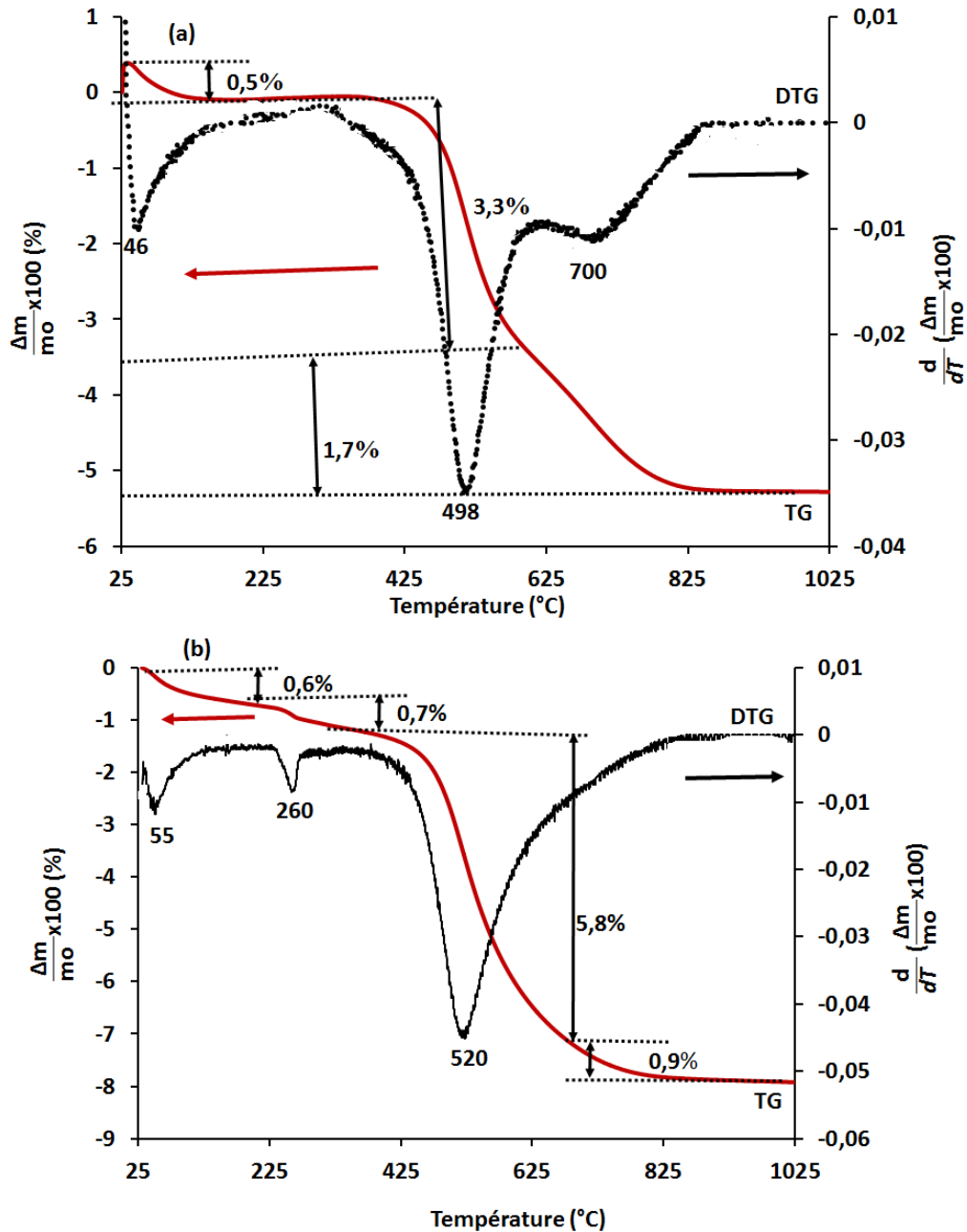
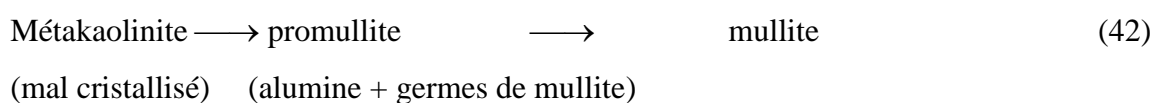


Figure 26: Courbes ATG/DTG des argiles, a) ABD; b) ARD

D'autres auteurs décrivent l'accident exothermique observé comme un effet couplé consécutif d'une part à la démixtion du système en domaines riches en SiO_2 et Al_2O_3 et d'autre part à la diffusion aux interfaces des joints de grains des particules anisotropes et de petite taille (Srikrishna et al., 1990; Chen et al, 2000; Soro, 2003, Djangang, 2007). C'est un phénomène qui s'accompagne de la réorganisation structurale. C'est-à-dire, le passage aux états énergétiques moins élevés (dégagement de la chaleur) suivi de la formation des composés plus stables: la mullite et/ou l'alumine γ (structure de type spinelle). Les octaèdres d'alumine assemblés suivant des faces communes dans la métakaolinite pivotent à nouveau pour donner

des éléments octaédriques liés par une arrête entraînant l'élimination des lacunes réticulaires de la métakaolinite. Pour nos matériaux, ce pic présente une hauteur considérable et une faible largeur, ce qui témoigne de la brutalité du phénomène mis en jeu. Il est attribué par certains auteurs à une réaction entre corps cristallisés, d'où la thèse de la formation préalable de l'alumine γ qui serait alors nécessaire à la mullitisation (Brindley & Nakahira, 1959; Grimshaw, 1971; Sonuparlak et al, 1987; Jouenne, 2001; Chen et al, 2000; Santos, 2005). Cette hypothèse est soutenue par le fait que la formation de la mullite se fait habituellement entre 1150 et 1300°C (Brindley, 1978; Ligas et al, 1997; Lee et al, 1999). La transformation de la métakaolinite en mullite se traduirait par le passage en un état amorphe ou fort mal cristallisé à partir duquel une phase spinelle se développe avant la mullite suivant l'équation 42:



iv) Composition semi-quantitative

A partir de la composition chimique et des différentes analyses de la détermination des phases minéralogiques susmentionnées, la proportion des phases structurales identifiées a été évaluée et est consignée dans *Tableau XII*.

Tableau XII: Composition minéralogique des échantillons d'argile

Echantillons	Kaolinite	Muscovite	Quartz	Hématite	Anatase	Gibbsite	Goethite	Total
ABD	57,40	27,00	11,30	1,80	1,60	0,60	/	99,70
ARD	55,10	19,90	18,30	/	1,60	0,50	4,60	100,00

Au regard de ce tableau, on peut observer les proportions de kaolinite qui sont de 57,40% dans ABD et 55,10% dans ARD. Les deux argiles contiennent respectivement 27% et 19,90% de muscovite. L'échantillon ARD contient plus de quartz (18,30%) qu'ABD ayant une proportion relativement faible (11,30%). La présence de 1,80% d'hématite dans ABD et de 4,60% de goethite dans ARD est aussi un autre aspect de différenciation des deux argiles qui gouverne par ailleurs la coloration.

Cette composition minéralogique est en bonne corrélation avec les observations faites sur la plasticité des échantillons. En effet, la variété ABD contenant plus de muscovite, présente l'indice de plasticité le plus élevé. La variété ARD, contenant la plus grande proportion de quartz, minéral dégraissant, a un indice de plasticité plus faible. Par ailleurs, cette composition minéralogique est en accord avec leur surface spécifique. En effet, l'échantillon ayant la plus grande proportion en termes de quartz (ARD) a la plus petite surface spécifique active et le plus

riche en kaolinite (ABD) manifeste un plus grand pouvoir absorbant, donc une surface spécifique active plus importante.

III.2.4 Cristallinité des minéraux argileux

i) Quantité de phase amorphe

La Figure 27 indique la teneur en phase amorphe des deux argiles en étude, aussi bien à l'état brut que calciné à 600°C.

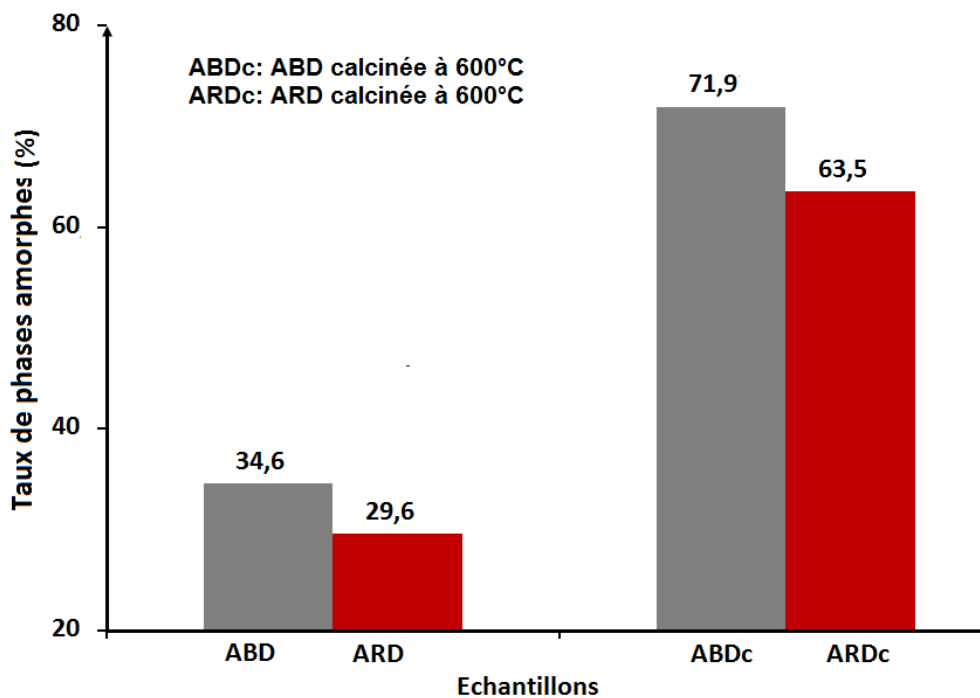


Figure 27: Quantité de phase amorphe dans les argiles brutes et calcinées

Il ressort que le taux de phase amorphe (TA) est de 34,6% pour ABD et de 29,6% pour ARD; 71,9% pour ABDc et 63,5% pour ARDc. La présence de phase amorphe a été déjà indiquée dans les matériaux bruts par l'apparition des dômes observés sur les diffractogrammes (Figures 23 a & b). Le traitement thermique a eu pour effet d'augmenter considérablement le taux de phase amorphe. La température de traitement de 600°C a eu une influence principale puisque le minéral kaolinite indiqué comme l'une des principales phases des deux argiles s'est transformée en métakaolinite comme nous avons vu avec les analyses ATD/ATG (Figures 25 et 26). On peut en regard à ces résultats, affirmer que ces matériaux ont une réactivité non négligeable déjà à l'état brut. Ceci est en accord avec les résultats de la surface spécifique discutés plus haut. Cette réactivité s'est vue fortement augmenter par le traitement thermique puisqu'il a été démontré que la réactivité d'un matériau augmente avec sa teneur en phase amorphe (Lemonnier, 2006, Tchakouté, 2013). C'est une caractéristique très intéressante. En effet, ces argiles peuvent du fait de leur taux de phase amorphe considérable, même à l'état

brut, être utilisées dans la formulation des ciments alternatifs de type géopolymères et hydrauliques.

ii) Indice de Hinckley de la kaolinite

La Figure 28 (a & b) a permis à la détermination de l'indice de Hinckley (Hi) de la kaolinite contenue dans les deux argiles. Les résultats obtenus sont reportés dans le *Tableau XIII*.

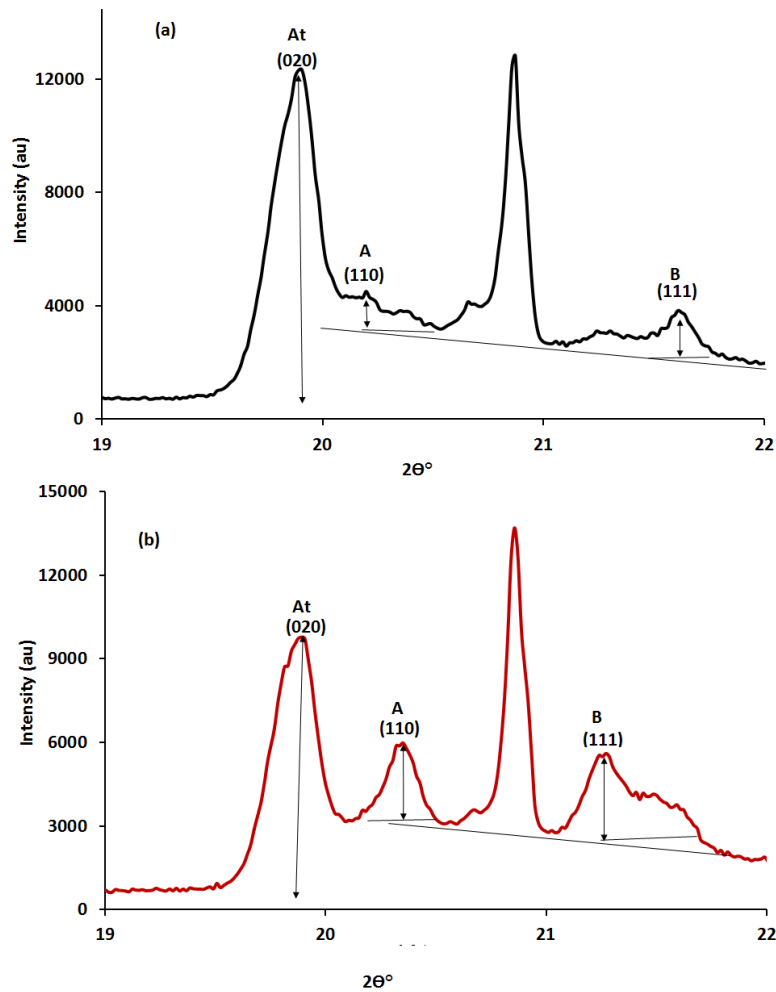


Figure 28: Illustration des raies (110) et (111) de la kaolinite dans, a) ABD; b) ARD

Tableau XIII: Indice de Hinckley des matériaux argileux ABD et ARD

Echantillons	ABD	ARD
A	1074	2666
B	1711	2666
At	12295	9722
Hi	0,2	0,6

L'indice Hi est de 0,2 pour ABD et 0,6 pour ARD. En comparaison avec la plage de valeurs de Hi en fonction du degré de cristallinité de la kaolinite donnée dans la littérature (*Ouangrawa et al., 2007*), l'indice Hi pour les échantillons (ABD et ARD) est $\leq 0,6$; ce qui indique que la kaolinite est très faiblement cristallisée dans les deux matériaux et cette faible

crystallinité est beaucoup plus accentuée dans ABD dont l'indice H_i de 0,2 (Hinckley, 1962; Tardy, 1993; Soro, 2003).

iii) Indice de cristallinité par diffractométrie des rayons X

La Largeur à mi-hauteur de la raie (001), la taille des cristallites et le nombre de feuillets déterminés à partir de la Figure 29 (a & b) sont reportés dans le Tableau XIV.

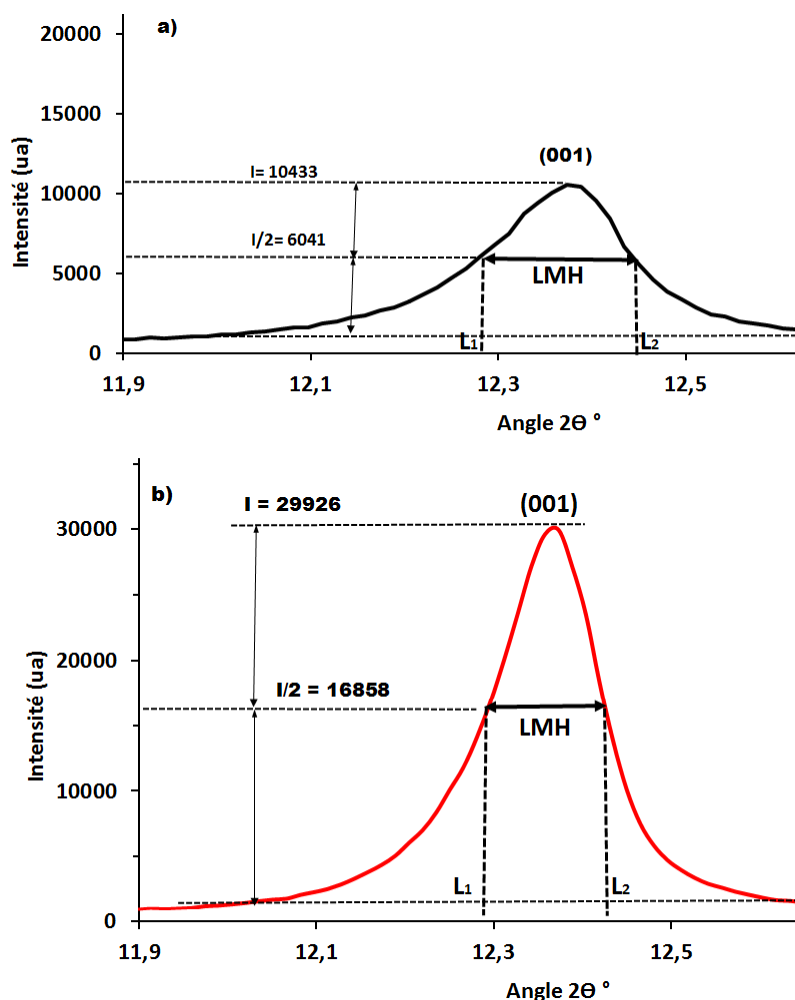


Figure 29: Largeur à mi-hauteur de la raie (001) de la kaolinite, a) ABD; b) ARD.

Tableau XIV: Largeur à mi-hauteur de la raie (001) de la kaolinite

Echantillons	ABD	ARD
Largeur à mi-hauteur de la raie (001) en °	0,17	0,14
Taille des cristallites en Å	459	564
Nombre de feuillet	64	79

Au regard des résultats pour le matériau ABD, le pic principal de la kaolinite est beaucoup plus élargi à sa base (Fig.29a). Ce qui traduit une basse cristallinité dans cet horizon.

Le désordre cristallin est plus accentué dans ce matériau avec un pic moins intense comparé à celui du matériau ARD (Fig.29b). Ce résultat est bien corrélé à l'indice Hi discuté ci-haut.

L'estimation du nombre de feuillets à partir de la taille des cristallites (T) de la kaolinite contenu dans les échantillons donne 64 pour ABD et 79 pour ARD. Dans le cas de ABD, cette valeur reste inférieure à 75; valeur moyenne de référence pour une kaolinite bien cristallisée. (Boudchicha, 2010). Par contre le nombre de feuillets dans ARD est supérieur à cette valeur de référence.

iv) Indice de cristallinité par spectrométrie infrarouge

A partir des spectres IRTF des matériaux ABD et ARD les rapports des intensités des raies à 3620 et 3690 cm^{-1} donnent les valeurs P_0 égales à 1,21 pour ABD et 0,99 pour ARD. L'indice P_2 n'a pas été défini puisque la bande d'absorption à 3670 cm^{-1} n'apparaît pas sur les spectres respectifs des échantillons. P_0 est plus élevé dans l'argile ABD; ceci traduit un défaut d'empilement plus intense dans la kaolinite de ce matériau (Njopwouo, 1984; Tchakouté, 2013).

v) Indice de cristallinité par analyse thermique différentielle

La Figure 30 (a & b) démontre le calcul du rapport de pente dit «Slope Ratio (SR)» qui a donné 2,22 pour ABD et 0,83 pour ARD avec des pics asymétriques ($\text{SR} \neq 1$).

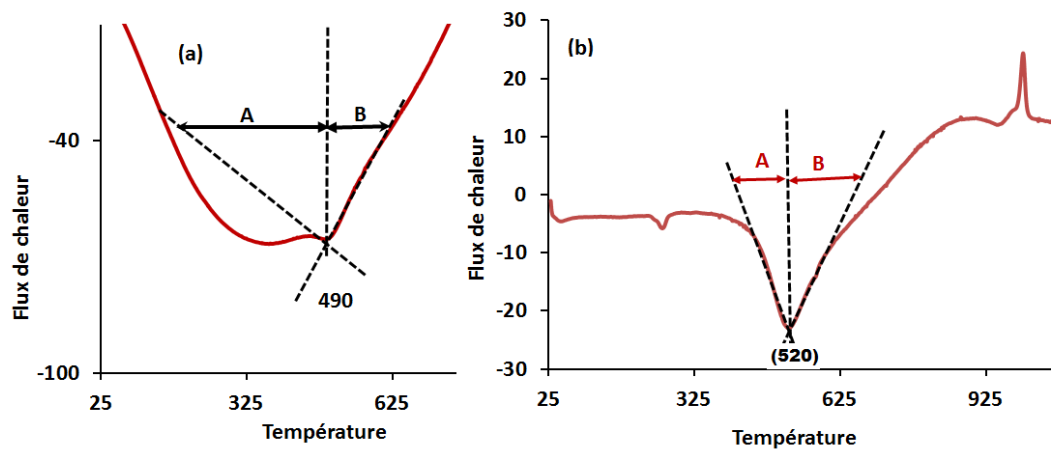


Figure 30: Indice cristallinité par ATD a) ABD ; b) ARD

Ce résultat permet de constater la présence des surfaces défectueuses dans la phase kaolinite des deux variétés d'argile (Njopwouo, 1984 ; Bich et al., 2009).

En somme, malgré un nombre de feuillets légèrement supérieur à 75 dans la kaolinite d'ARD, l'ensemble des techniques utilisées pour l'évaluation de la cristallinité montre l'existence des défauts cristallins dans la phase kaolinitique des deux échantillons étudiés. Cette défectuosité est beaucoup plus marquée dans la kaolinite d'ABD comme l'ont déjà montré les résultats de l'indice de Hinckley et de la largeur à mi-hauteur.

Ces résultats de l'évaluation de la cristallinité sont en accord avec l'analyse thermogravimétrique qui a montré que la température de déshydroxylation de la kaolinite dans ces deux variétés est inférieure à 600 °C; température de déshydroxylation d'une kaolinite cristallisée. Comme il a été montré aux *Figures 25 et 26*, la fin du phénomène de déshydroxylation de la kaolinite est plus basse dans ABD (490°C), indiquant la plus faible cristallinité de ce minéral dans ce matériau en comparaison avec le cas de ARD.

III.2.5 Pouzzolanité

Les résultats des trois méthodes d'évaluation de la pouzzolanité des argiles et des produits de leur calcination à 600°C sont présentés comme suit:

i) Pouzzolanité selon la composition chimique

A partir de la composition chimique (*Tableau XI*), le calcul de la somme ($\%Al_2O_3 + \%SiO_2 + \%Fe_2O_3$) est de 85% pour ABD et 85,3% pour ARD. Ces valeurs permettent à ces matériaux de remplir l'une des trois conditions pour être des matériaux pouzzolaniques d'après la norme ASTM C618 (*Benezet et Benhassaine, 1999; Djangang et al., 2015*). En effet, cette norme stipule qu'en termes de pourcentage massique, un matériau pouzzolanique doit posséder une somme de ($Al_2O_3 + SiO_2 + Fe_2O_3$) égale ou supérieure à 70%. Les oxydes Al_2O_3 et SiO_2 sont les espèces fondamentales pour une bonne réaction pouzzolanique. Durant cette réaction, ces oxydes, lorsqu'ils sont libres en solution réagissent avec le $Ca(OH)_2$ du ciment ou de la chaux pour former des gels de C-S-H ou de C-A-S-H qui sont responsables de la compacité du matériau en le rendant ainsi plus résistant (*Hamidi et al., 2012; Avet et Scrivener et al., 2018; Tchamo et al., 2020*).

ii) Indice de pouzzolanité par Essai Chapelle Modifié

La *Figure 31* présente les masses en milligrammes de portlandite (CH) fixées par gramme de matériau noté mg(CH)/g, pour les deux argiles à l'état brut et pour leur produits de calcination à 600°C. Au regard des résultats, l'indice de pouzzolanité est de 299,2 mg(CH)/g pour ABD, 20 mg (CH)/g pour ARD; 1107,4 mg(CH)/g pour ABDc et 796,2 mg(CH)/g pour ARDc. On constate qu'à l'état brut, les indices restent inférieurs à la limite standard fixée à 700 mg(CH)/g, mais la valeur reste très insignifiante avec ARD (*NF P18-513; Tchamo et al., 2020*).

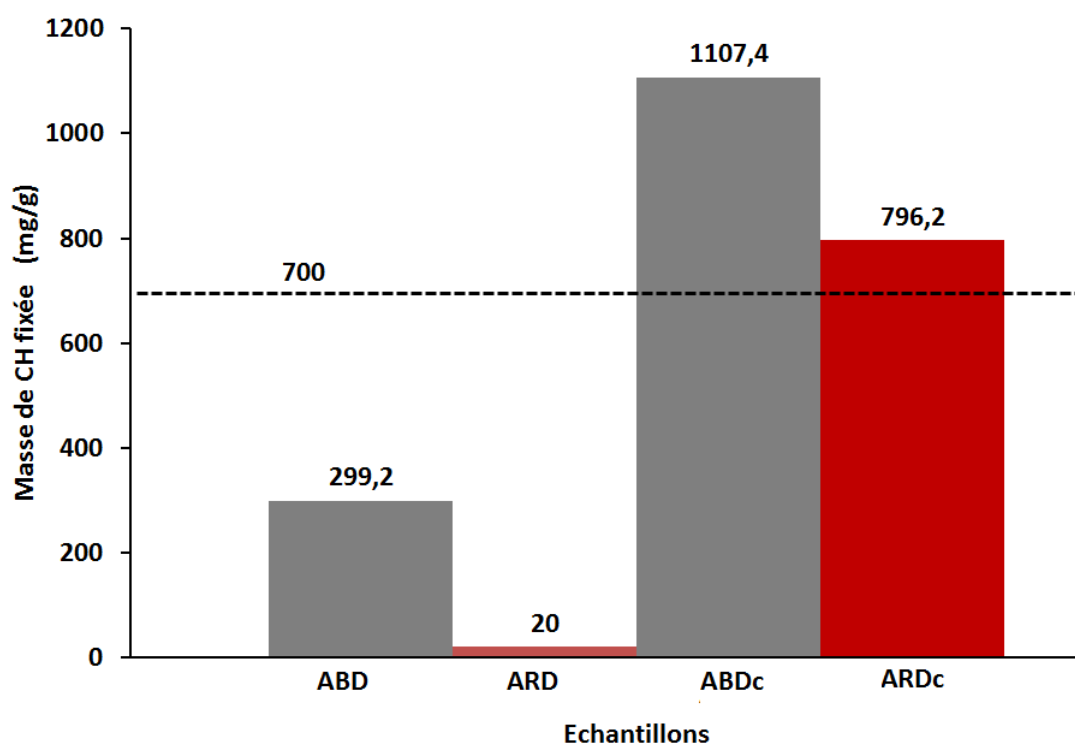


Figure 31: Indice de pouzzolanité des argiles et de leurs produits de calcination

Cette observation peut être corrélée avec les indices de cristallinité des deux matériaux. Dans le paragraphe précédent, il est démontré que la kaolinite, l'un des principaux minéraux argileux dans les deux matériaux, a un degré de désordre plus élevé dans ABD. Puisque la pouzzolanité selon le Test de Chapelle est basée sur la réactivité chimique des espèces libres en présence de CH, la faible valeur de portlandite fixée est due à l'état de structuration plus ordonné des aluminosilicates de cet échantillon. Cette interprétation s'accorde avec celle qui peut être donnée par rapport aux valeurs de l'indice de pouzzolanité des produits de calcination. En effet, l'augmentation du taux de CH fixé après calcination à 600°C place les deux matériaux au-dessus de la ligne de base standard fixée à 700 mg(CH)/g. De plus, la valeur obtenue avec ABDc est comparable à celle des additifs cimentaires comme la métakaolinite (Ferraz et al., 2015; Yuanyuan et al., 2017; Tchamo et al., 2020). Etant donné que la réactivité est impliquée dans ce test, on peut établir une corrélation entre les valeurs obtenues, le taux de phase amorphe et la surface spécifique des différents matériaux. Même si ce n'est pas une relation de proportionnalité, on peut constater que l'indice de pouzzolanité augmente avec le taux de phase amorphe et la surface spécifique. Lesquels sont pareillement des fonctions croissantes de la température.

iii) Indice d'activité mécanique

La Figure 32 présente l'indice d'activité mécanique des argiles et de leurs produits de calcination à 600°C en fonction des âges des mortiers hydrauliques (du 28^{ème} au 90^{ème} jour de cure). Il est à remarquer qu'aussi bien avec les argiles brutes que celles calcinées, l'indice mécanique de ABD est plus grand que celui de ARB même si la différence reste faible. L'indice (I) croît avec l'âge du 28^{ème} au 90^{ème} jour. C'est ainsi que pour les argiles brutes au 28^{ème} jour, les valeurs restent inférieures à 67%, valeur requise par la norme *ASTM C618-94* (Savadogo, 2017). Mais au-delà, elles sont plus grandes et proches 100%. Ce qui indique que la substitution de 20% en masse du ciment dans le mortier n'a pas trop rabaissé la résistance mécanique. Par contre avec les argiles calcinées, les valeurs sont toutes au-dessus de la limite fixée par la norme et bien plus à partir du 45^{ème} jour où elles sont au-dessus de 100%. Ces valeurs d'indice mécanique indiquent que la substitution du ciment par les matériaux calcinés à 600°C permet d'obtenir des produits plus résistants. C'est une caractéristique avantageuse de plus à mettre aux actifs des argiles en étude pour ce qui est de leur application comme additifs minéraux cimentaires pour les liants hydrauliques ou comme précurseurs aluminosilicates pour les ciments géopolymères.

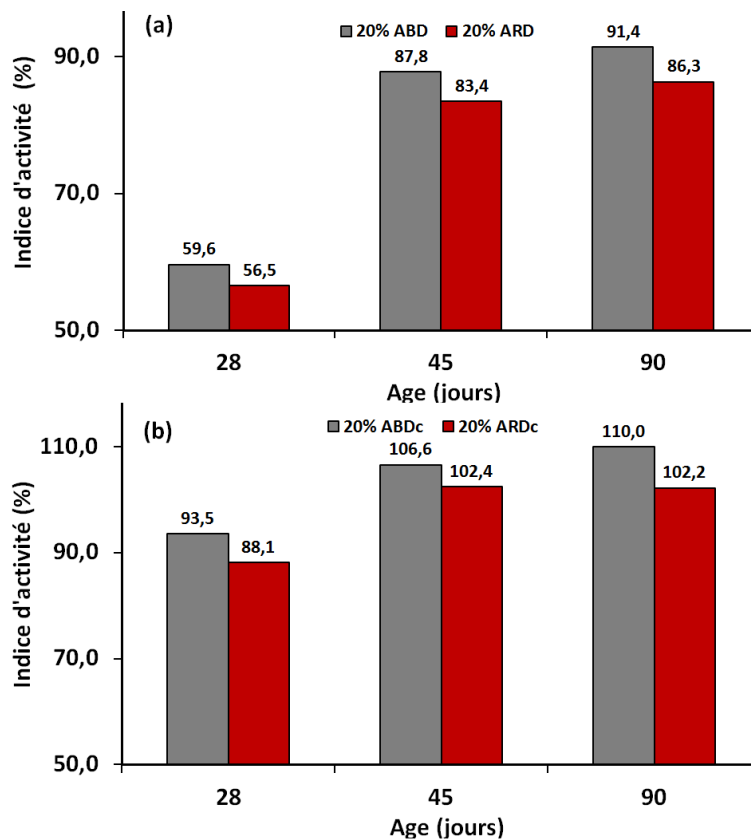


Figure 32: Indice d'activité mécanique (a) des argiles brutes, (b) des argiles calcinées à 600°C

L'analyse des différents résultats permet de constater que l'indice d'activité de ABD évolue plus vite, de la forme brute à la forme calcinée, par rapport à celui de ARD. 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 (Cyr, 1999; Tchamo et al., 2020). L'ensemble des observations faites sur les valeurs d'indice d'activité mécanique est en accord avec les résultats d'Essai Chapelle Modifié et du contenu en phase amorphe. En plus, la calcination est un moyen efficace pour accroître l'activité pouzzolanique. Comme le montre la Figure 33, la composition minéralogique des matériaux bruts, à l'occurrence le taux de kaolinite et la surface spécifique ont une influence remarquable sur l'activité pouzzolanique de ces deux variétés d'argile. En outre, ces deux paramètres permettent d'expliquer l'origine de la différence constatée sur leur indice de pouzzolanité.

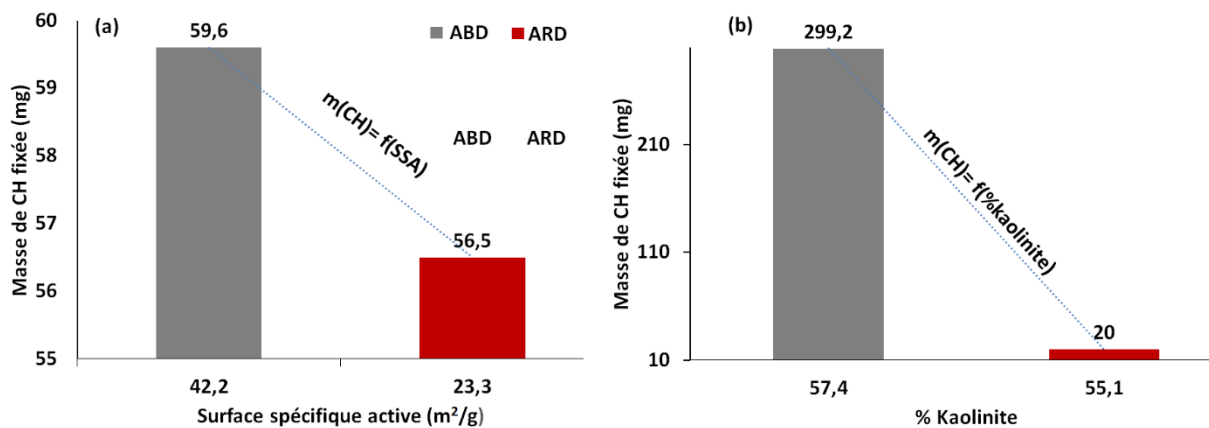


Figure 33: Influence de la surface spécifique et de la composition minéralogique sur la pouzzolanité des argiles

Plus la surface spécifique est grande et la teneur en kaolinite élevée dans le matériau, plus grand sera la masse de CH fixée par gramme de poudre minérale (Figure 33 a & b). Ce constat confirme les conclusions déjà faites sur le taux de phase amorphe (Figure 27). Ces paramètres (teneur en kaolinite et surface spécifique) associés à l'effet de la température offrent les meilleurs rendements en termes de réactivité des additifs dans la matrice cimentaire (Cyr, 1999; Shvarzman et al., 2002; Tchamo et al., 2020).

III.2.6 Comportement thermique par la dilatométrie: étude du frittage

Les courbes d'analyses dilatométriques des échantillons d'argiles ainsi que celles de la densification associée au phénomène de frittage sont représentées sur les Figure 34 (a & b) et Figures 35 (a & b) respectivement.

Sur les courbes dilatométriques (Figure 34 a & b) décrivant le frittage, on constate que:

✓ les deux argiles subissent une expansion progressive dès le début de chauffage jusqu'aux environs de 490°C. Cette expansion serait due au fait que l'effet de la chaleur entraîne l'activation thermique du système. Ce qui se traduit par la dilation des grains et des liaisons entre eux, particulièrement ceux du quartz (Jouenne, 2001);

✓ par la suite, il y a un retrait qui apparaît jusqu'au seuil de 573°C. Ce retrait est plus accentué pour ABD (environ 1%). Ensuite, un rebondissement plus accentué dans le cas de ARD en rapport avec la poussée dilatométrique est observé; il correspond au gonflement des grains de quartz lors du polymorphisme quartz- α \rightarrow quartz- β . En effet, il y a deux phénomènes inverses consécutifs à cette zone, assimilés à une coalescence de phase. Comme nous l'avons vu plus haut, le retrait est attribué à la perte d'hydroxyles des phyllosilicates conduisant à une perte importante de masse observée sur les courbes ATG (Figure 26). En conséquence, l'argile ARD subit des variations similaires. Les phénomènes sont plus intenses puisque sa teneur en quartz responsable du nivellement est plus grande ainsi que celle de la muscovite qui augmente le retrait. Dans cette plage de température, il y a une combinaison de la déshydroxylation de la kaolinite et le début de la déshydroxylation très progressive de la muscovite;

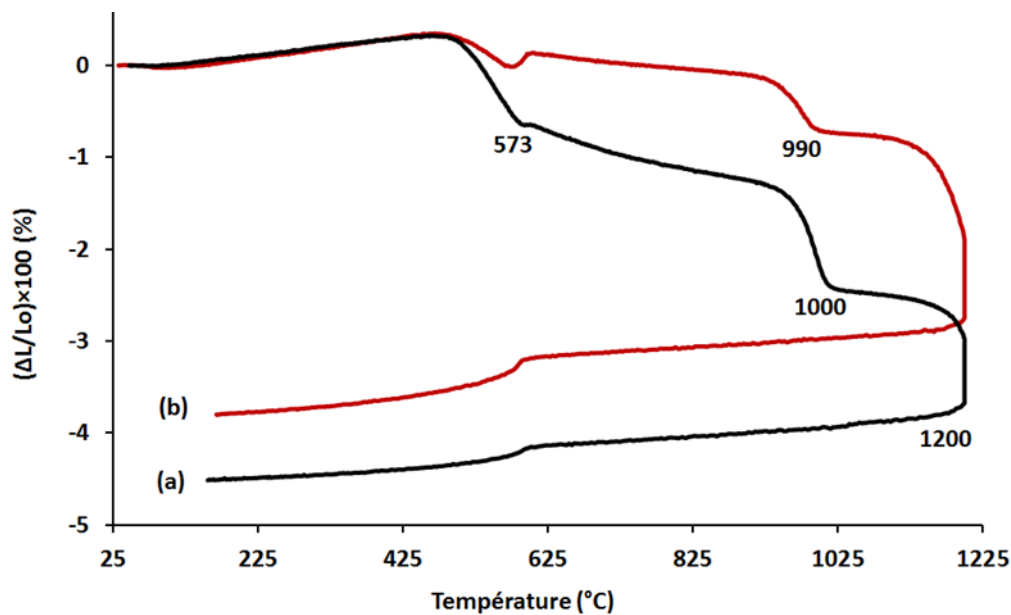


Figure: 34: Courbe dilatométrique des argiles a) ABD; b) ARD

✓ au-delà de 573°C, les deux échantillons d'argile subissent encore un retrait relativement faible et continu entre 600°C et 900°C. Au seuil de 990°C pour ARD et 1000°C pour ABD, le retrait est accentué. Ces retraits font suite au réarrangement du système après la déshydroxylation et se prolonge puisque la déshydroxylation de la muscovite se termine autour de 1000°C ;

✓ au-delà de 1000°C, un retrait notable s'amorce de manière modérée et devient important jusqu'aux environs de 1200°C. Il traduit la densification principale, mettant en évidence le processus de réorganisation structurale qui est marqué par le pic exothermique visible sur les courbes ATD (*Figure 25*);

✓ pendant le refroidissement, un accident survient à 573°C, traduisant le changement de volume corrélé à la transition réversible du quartz (quartz- β → quartz- α).

Le retrait global est de 4,5% pour ABD et 3,8% pour ARD. Il est en accord avec l'indice de plasticité qui est de 25% pour ABD contre 23% pour ARD. C'est aussi l'effet de la muscovite qui offre une plus grande fusibilité au matériau ABD avec une densification conséquente (*Jouenne, 2001; Lecomte Nana, 2004, Pialy, 2009*). Les phénomènes de frittage, ainsi décrits se font à diverses vitesses représentées par les pics de densification des courbes de la *Figure 35 a & b*.

Les courbes de densification des deux matériaux sont similaires. La seule différence étant les taux de densification qui donnent des vitesses plus ou moins intenses pour ABD que pour ARD. Ce constat est corrélé avec la différence de composition minéralogique comme nous l'avons discutée plus haut. En effet, la quantité de muscovite est plus élevée dans ABD; ce minéral accentue la densification par la formation d'une phase liquide, conformément au système ternaire SiO₂-Al₂O₃-K₂O. Le rôle du quartz fin est à considérer également dans la densification puisqu'il devient aussi réactif lors du processus.

✓ le pic 1 lié à la vitesse de déshydroxylation de la kaolinite est situé à 580°C pour ABD et 590°C pour ARD;

✓ le pic 2 situé vers 600°C traduit la vitesse de la transformation allotropique du quartz- α en quartz- β ;

✓ le pic 3 situé autour de 950°C pour ABD et 980°C pour ARD correspond à la vitesse de déshydroxylation de la muscovite. Il est plus intense pour ABD en rapport à sa teneur plus élevée en muscovite;

✓ le pic 4 situé autour de 1200°C correspond à la vitesse de réorganisation structurale qui s'est traduit par un phénomène exothermique sur la courbe ATD (*Figure 25*) et en concordance, ce pic est plus intense pour ARD comme l'est celui de l'ATD. En effet le mélange des minéraux argileux déshydroxylés avec les minéraux non argileux identifiés conduisant à la formation de phases silico-aluminées ainsi que le processus de frittage sont les phénomènes les plus actifs. La densification pendant le frittage déclenche un effondrement brusque qui est associé à l'augmentation de la densité et à l'élimination des pores.

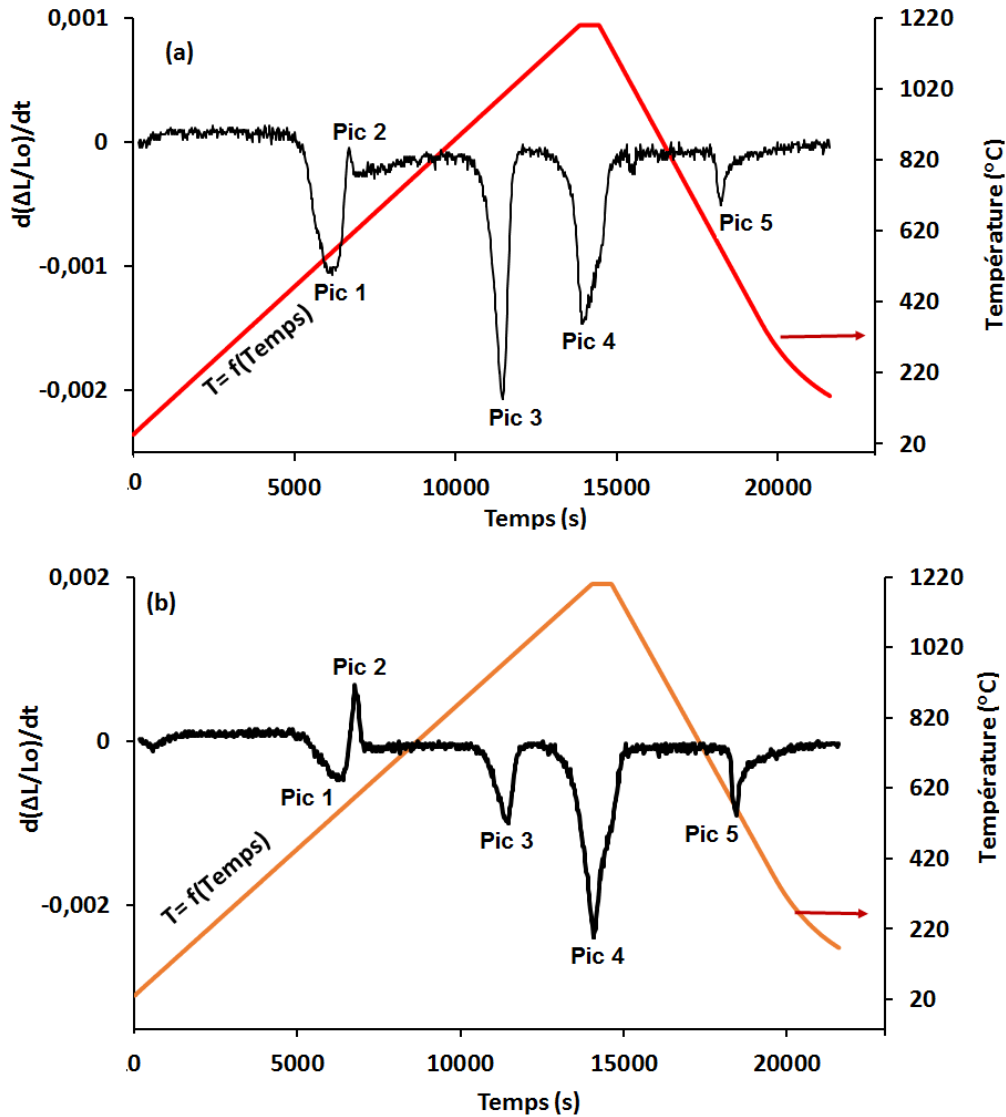


Figure 35: Courbe de densification a) ABD; b) ARD

✓ le pic 5 autour de 600°C (refroidissement) correspond à la vitesse de la transformation quartz-β en quartz-α.

En général, nous pouvons retenir que dans les deux cas les vitesses sont faibles à basse température et s'accroissent avec son augmentation plus ou moins en rapport avec la teneur en muscovite. Ce qui explique que le processus commence par un frittage en phase solide et se poursuit par celui en phase liquide; on pourrait parler de grésification (*Boch, 2001, Jouenne, 2001, Lecomte Nana, 2004*). Par ailleurs, il est intéressant de constater que le retrait global dans un cas comme dans l'autre, est inférieur à 5% et peut se compter comme faible en comparaison avec de nombreuses argiles (*Djangang, 2007; Pialy, 2009*). Ce faible retrait est une caractéristique recherchée pour l'utilisation de ces argiles dans les formulations où la stabilité thermique est requise.

III.2.7 Corrélations entre quelques caractéristiques et le comportement thermique

La Figure 36(a,b,c & d) illustre l'influence de la teneur en quartz et en muscovite ainsi que l'indice de plasticité et de la température de cuisson sur le retrait lié au frittage des deux argiles. Ces corrélations peuvent permettre de comprendre et de bien ajuster les formulations céramiques dans lesquelles ces argiles interviennent. C'est aussi une base de simulation qui peut servir à faire une programmation pour la gestion des paramètres dans les formulations, notamment par la Méthodologie de Recherche Expérimentale (MRE) (Njoya, 2010; Gondanga, 2020).

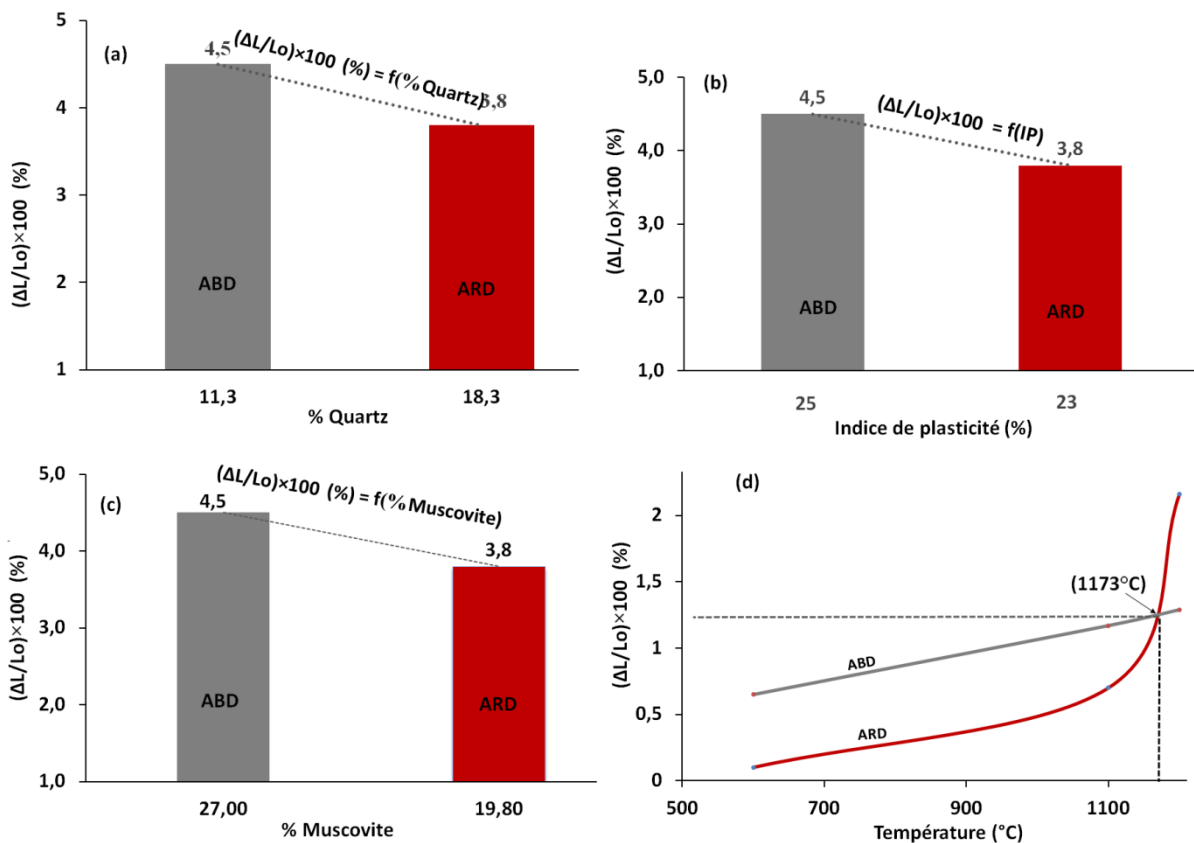


Figure 36: Corrélation entre propriétés et composition des argiles et leur comportement thermique a) Effet du quartz b) effet l'indice de plasticité ; c) Effet de la teneur de Muscovite d) effet de la température pour une composition mixte

i) Effet de la teneur du quartz et de l'indice de plasticité sur le retrait à la cuisson

On peut constater l'effet décroissant de la teneur en quartz sur le retrait à la cuisson. Le caractère dégraissant du quartz est ainsi mis en exergue. L'augmentation de sa teneur de 38% contribue à réduire le retrait à la cuisson d'environ 16% comme l'indique la Figure 36a. Le même constat est fait avec l'indice de plasticité des argiles dont la diminution de 8% réduit le retrait de 15,6%. C'est en effet une tendance linéaire de la diminution du retrait ainsi que de l'indice de plasticité lorsque le taux de quartz augmente. Des résultats similaires ont été obtenus

par utilisation de la méthodologie de Recherche Expérimentale (Njoya, 2010; Gondanga, 2020). Ces résultats constituent un moyen d'ajustement du retrait par utilisation de la teneur de ce minéral dit dégraissant. Ce qui permet ainsi d'optimiser ce paramètre dans la chaîne technologique selon l'objectif visé (Partyka et al, 20014 ; Salah et al, 2016).

ii) Effet de la teneur de muscovite sur le retrait linéaire à la cuisson

Le retrait à la cuisson est une fonction croissante de la teneur en muscovite (Figure 36c). Ceci permet d'affirmer, dans une certaine mesure, que le retrait à la cuisson est en relation avec la composition chimique. A l'occurrence la proportion de potassium oxyde. Cette affirmation se justifie par l'augmentation de la fusibilité du système lorsque la teneur en K_2O augmente dans la matrice. Comme nous l'avons discutée plus haut, la quantité de muscovite est plus élevée dans ABD. Il est ainsi possible de prévoir l'évolution du retrait à la cuisson en se servant de la composition chimique et/ou minéralogique des matériaux de départ. En effet, un écart de 7,2% en muscovite existe entre les argiles ABD et ARD; ce qui correspond à une augmentation de 15,6% sur le retrait constaté pour ABD. Ce constat traduit une différence significative de frittage entre les deux argiles qui peut être attribué aux différences de compositions minéralogiques qui constituent en outre un autre paramètre d'optimisation pendant les processus technologiques.

iii) Effet de la température sur le retrait à la cuisson pour un système mixte ABD-ARD

La Figure 36d montre l'évolution du retrait à la cuisson en fonction de la température. On observe une progression linéaire du retrait jusqu'au voisinage 1000°C. La similarité de ce comportement, du point de vue allure des courbes dans l'intervalle 600 à 1000°C serait due à l'identité typologique des phases minérales dans ces deux matériaux avec une prédominance du taux de retrait pour ABD, conforme aux résultats de la dilatométrie (figure 34) et des observations faites sur la Figure 36a. Cette prédominance de retrait pour ABD est aussi en relation avec le taux plus élevé de muscovite comme il a été constaté à la Figure 36c. Un autre constat intéressant, est le comportement des deux matériaux à la température de 1173°C correspondant à un retrait de 1,3%, point d'intersection pour les deux échantillons. Cette température pourrait être optimale pour une mixture des deux argiles ABD-ARD, avec un retrait suffisamment plus faible par rapport à celui de chaque matériau pris individuellement. On en déduit qu'une formulation obtenue par le mélange de ces deux argiles pourrait conduire à un produit beaucoup plus performant en termes de stabilité dimensionnelle lors de la cuisson.

III.3 CARACTERISTIQUES DES CERAMIQUES A BASE D'ARGILES

L'application des argiles de Débélé dans la composition céramique a été effectuée par la formulation de deux séries d'éprouvettes, respectivement à base de ABD et de ARD.

III.3.1 Aspect, couleur et sonorité des produits de cuisson

Les photographies des plaquettes et pastilles céramiques cuites entre 700 et 1100 °C sont présentées sur la *Figure 37*.

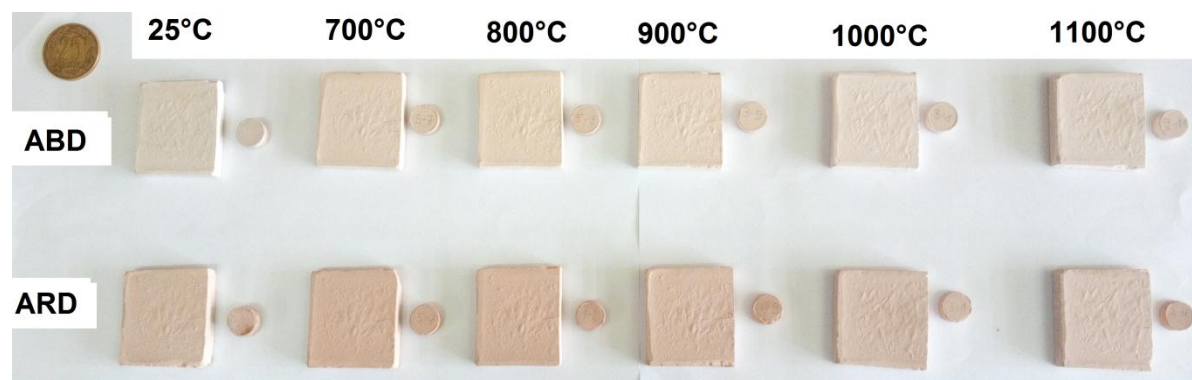


Figure 37: Aspect des éprouvettes avant et après cuisson

Ces produits ont tous un aspect lisse quel que soit la température de cuisson; ce qui signifie qu'ils sont bien vitrifiés et moins poreux. Les produits à base de ABD le sont encore davantage. Il faut rappeler que cet échantillon est celui qui a la plus forte teneur en muscovite, minéral favorable à la fusibilité de la matière de départ, conduisant à une densification du type frittage visqueux.

Le son métallique des tessons à partir de 900°C qui devient de plus en plus aigüe indique la densification croissante des éprouvettes. En effet, la sonorité traduit généralement la maturité des tessons en liaison avec le degré de vitrification des matériaux au cours du chauffage (*Wang et al., 2016*).

Concernant les colorations des tessons, les plaquettes de ABD ont une couleur blanche-rosée (2,5YR 8/2) alors que celles de ARD ont une couleur rouge pâle (10R7/4). Pour ce dernier cas, la coloration s'éclairci avec l'élévation de la température et devient gris clair (7,5R8/1). La coloration des éprouvettes est gouvernée par les teneurs en oxydes colorants TiO_2 et Fe_2O_3 du départ. En effet, ABD contient une faible teneur en oxyde de fer (1,80%) contre 3,70% dans ARD, leur teneur en TiO_2 est identique, c'est dire que la différence des colorations est le fait de l'oxyde de fer responsable de la couleur rouge pâle des plaquettes de ARD après cuisson.

La coloration d'une céramique est un paramètre important car elle permet de définir le domaine d'utilisation le plus approprié. En effet, certains domaines exigent des couleurs bien

indiquées. Rouge pour les briques et tuiles, blanche (donc modifiable) pour la céramique fine comme la porcelaine et ses dérivés, etc (Lefort, 2014).

III.3.2 Propriétés physiques des éprouvettes céramiques

L'évolution de la masse volumique apparente, du taux d'absorption d'eau, de la porosité ouverte et de la résistance mécanique à la flexion des produits en fonction de la température de traitement thermique est illustrée par la *Figure 38 (a, b, c & d)*.

i) Masse volumique apparente

Il apparaît sur la *Figure 38a* que la masse volumique apparente augmente avec l'élévation de la température de cuisson. Sa valeur varie de 2,1 à 2,5 g/cm³ entre 700 et 1100°C pour les céramiques à base de ABD alors qu'elle est beaucoup plus faible pour les éprouvettes à base de ARD: de 1,5 à 1,9 g/cm³. L'augmentation de ρ_a avec la température est une conséquence évidente liée aux transformations des phases structurales initiales dont les comportements sont diversifiés en fonction de leur nature et beaucoup plus de leur teneur. En effet, les analyses chimiques et minéralogiques ont permis d'identifier les mêmes phases argileuses et presque les mêmes pour les non argileuses dans les deux matériaux. Au cours du traitement thermique, il y a frittage des phases argileuses qui s'accompagne par la densification. Les deux matériaux ayant presque la même quantité de la kaolinite, la différence ne peut être issue que de la muscovite dont la teneur est plus élevée dans ABD et du quartz fin. Il a été dit plus haut que la muscovite est un agent vitrifiant; ce qui explique les plus grandes valeurs de la masse volumique apparente dans les produits à base de ABD comparée à celles de ARD. Pour ce qui est du quartz, il joue un double rôle: l'un d'agent dégraissant et l'autre de contribution additionnelle au frittage due à la finesse de ses particules.

Cependant, cette portion de particules fines qui aurait une densification additionnelle est plus élevée dans ABD (*Tableau VIII*). La dissolution progressive des oxydes alcalins et alcalino-terreux, malgré leur faible teneur dans nos matériaux, s'ajoute pour favoriser le rapprochement des particules au fur et à mesure que la température augmente. Ce qui aboutit à une plus grande densification.

La *Figure 38b* montre une diminution du taux d'absorption d'eau avec l'augmentation de la température de cuisson. Cette diminution est due à la densification qui accompagne le phénomène de frittage. Elle se traduit par l'ajustement structural lié aussi bien au départ progressif des phases initiales et l'apparition des nouvelles qu'avec le changement de l'encombrement stérique du fait que les diverses phases n'ont pas la même forme.

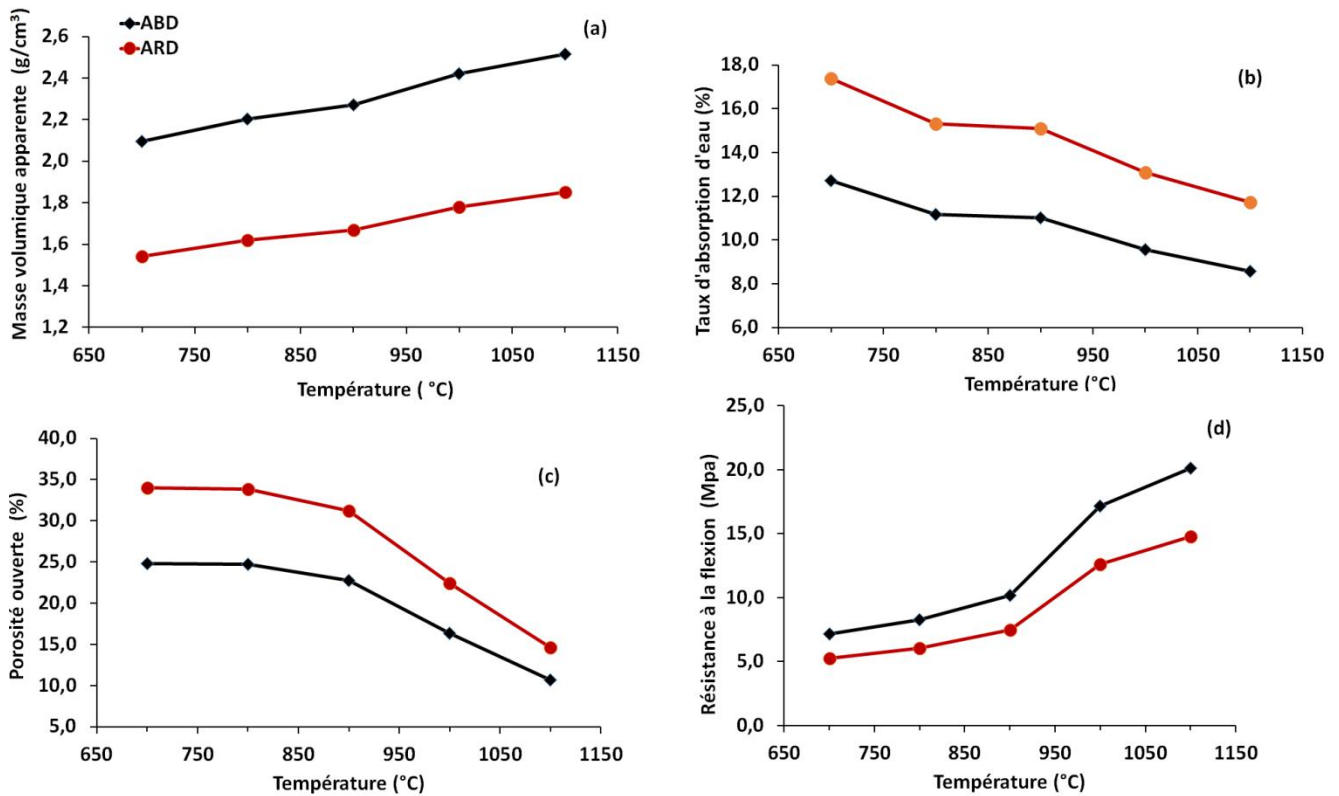


Figure 38: Evolution des propriétés physiques en fonction de la température de cuisson.

ii) Taux d'absorption d'eau

En effet, même en cas de phase identique, la quantité varie d'un type de produit à l'autre puisque les transformations structurales sont aussi fonction des interactions entre les phases en présence. On peut également constater que les valeurs du taux d'absorption d'eau sont moins élevées dans les produits à base de ABD. Soit de 12,7% (700°C) à 8,6% (1100°C), comparées à celles de produits de type ARD. Soit de 17,4% (700°C) à 11,7% (1100°C). Ce qui est corrélé à l'évolution de la masse volumique apparente puisque la densification entraîne aussi la diminution des pores. Le taux d'absorption d'eau étant un paramètre de classification il permet de définir les domaines d'utilisation des matériaux. Selon les normes brésiliennes et indiennes: si $W > 25\%$, l'argile est appropriée pour la fabrication des réfractaires, si $20\% < W < 25\%$, l'argile est indiquée pour la fabrication des carreaux pour revêtement et si $W < 20\%$, l'argile est appropriée pour la fabrication des produits moins poreux comme les tuiles et les céramiques vitrifiées. Ce qui est le cas des deux argiles ABD et ARD (Dondi et al., 2001; Artigas et al., 2005; Djangang, 2007).

iii) Porosité ouverte

La Figure 38c montre que la porosité ouverte diminue avec l'augmentation de la température de cuisson pour les deux matériaux. Elle va de 24,8 à 10,7% pour ABD et de 34 à

14,7% pour ARD entre 700 et 1100°C. Toutefois, le taux de diminution reste léger du début du chauffage jusqu'à la température de 900°C où les valeurs vont de 24,8 à 22,8% et de 34 à 31,2% respectivement pour ABD et ARD. Au-delà de cette température, la diminution devient plus importante: 22,8 à 10,7% pour ABD et de 31,2 à 14,7% pour ARD (entre 900 et 1100°C). En effet, la porosité ouverte est liée à la quantité des pores ouverts, c'est-à-dire ceux dans le matériau qui communiquent avec l'extérieur. Avec la température, il y a formation du flux visqueux à partir de la décomposition des aluminosilicates (kaolinite, gibbsite, muscovite) accélérée par les impuretés alcalines et alcalino-terreux qui induisent un maximum de densification en liant les particules par attraction capillaire. On parle ainsi du phénomène de la coalescence (Kingery et al., 1976; Jouenne, 2001; Lecomte Nana, 2004; Djangang, 2007). Il s'agit donc de la vitrification, c'est dire que le matériau devient de plus en plus vitrifié lorsque la température de cuisson augmente. Ce phénomène peut être accentué par la présence des oxydes comme le potassium oxyde (K_2O), de la muscovite sans omettre la contribution additionnelle du quartz fin. L'ensemble de toutes ces contributions favorise l'élimination progressive des pores; on parle de colmatage graduel par densification. Ce phénomène reste alors relativement faible jusqu'au voisinage de 900°C et s'accroît au-delà, compte tenu du stade de frittage qui peut être considéré comme un frittage en phase liquide (Figures 34 et 35). Cette faible variation de la porosité dans cet intervalle de température est fonction de la reconversion des produits issus du frittage qui reste faible jusqu'au voisinage de 980 °C tel qu'il a été observé à la Figure 35.

iv) Résistance mécanique à la flexion

L'évolution de la résistance mécanique à la flexion (Figure 38d) est marquée par un accroissement avec la température de cuisson. Les valeurs de résistance sont plus élevées pour les produits de type ABD que pour ceux de type ARD. Elles varient de 7,2 à 20,1 MPa pour ABD et de 5,3 à 14,8 MPa pour ARD. Le taux d'accroissement reste relativement faible jusqu'à 900°C; comparativement, une augmentation rapide est constatée au-delà de cette température. Les valeurs obtenues en fin de compte sont de l'ordre de 20 MPa pour les céramiques de type ABD et de 15 MPa pour celles de type ARD. Ce sont en effet, des valeurs respectivement supérieures et égale à la valeur limite de résistance mécanique à la flexion fixée par la norme EN100 relative à certains produits vitrifiés (AF EN, 1982; Baccour-Zghal et al, 2011). L'interprétation qui peut être donnée est que la résistance mécanique est l'un des paramètres d'évaluation de la densification globale obtenue après le refroidissement total du produit. Comme déjà discuté précédemment avec les autres paramètres de densification, elle est fonction de la jointure et de l'assemblage structural des phases présentes dans le produit. Le flux

visqueux issu de la transformation des phases aluminosilicates y compris de celui du frittage additionnel du quartz joue un rôle prépondérant. En effet, sa viscosité qui peut être plus ou moins élevée influence la microstructure du produit. On observe parfois une hétérogénéité structurale due à la diversité des phases. Mais aussi à leur morphologie. C'est-à-dire la distribution ou la répartition de toutes les phases aussi bien cristallines que semi-amorphes. On peut aboutir à une microstructure qui laisse moins de zones défectueuses (joints de grains, phase isolée) au profit d'une structure interconnectée qui peut ainsi résister aux sollicitations mécaniques. Le réseau obtenu est fonction des phases minéralogiques et de leur quantité de départ qui, dans le cas des argiles ABD et ARD ne sont pas du tout identiques en termes de quantité; ce qui explique la différence entre les résistances mécaniques des produits. Toutefois, les valeurs obtenues confirment le caractère fusibles des deux argiles et leur application dans les compositions de céramique vitrifiée.

III.3.3 Phases structurales par spectrométrie infrarouge

Les spectres IRTF des céramiques obtenues après traitement thermique (entre 700 et 1100) sont présentés sur la *Figure 39*. Sur ces spectres, on constate l'absence des bandes d'absorptions 3690, 3650 et 3620 cm^{-1} due au départ des groupements hydroxyles observés sur les spectres des matériaux bruts (*Figure 24*). En effet lors du traitement thermique, les phases minérales ayant ces groupements ont subi des transformations thermiques structurales avec perte de masse associée à leur départ tel que décrits avec les analyses thermiques ATG/ATD des matériaux de départ (*Figures 25 et 26*). En outre, les spectres des produits de cuisson ont des allures similaires pour les deux échantillons et pour toutes les températures de cuisson. En conséquence, les bandes d'absorption visibles sur les spectres IRTF des céramiques (*Figure 39a & b*) peuvent être résumées comme suit:

✓ les bandes d'absorption vers 980 et 1025 cm^{-1} pour ABD et vers 995 et 1000 cm^{-1} pour ARD sont assignées à la vibration d'élongation symétrique et asymétrique des liaisons Si-O-Al et Si-O-Si des aluminosilicates ayant perdues leur eau de structure et même de la silice amorphe (*Farmer, 1988*);

✓ les bandes à 740 cm^{-1} et 705 cm^{-1} (série ABD) et celles de 800 cm^{-1} et 705 cm^{-1} (série ARD) sont attribuées à la déformation des liaisons Si-O-Si, Si-O-Al et Si-Al (*Bich., 2005, Mohamad et al, 2005*);

✓ les bandes d'absorptions à 450 cm^{-1} pour les produits de ABD et ARD correspondent aux vibrations des liaisons Fe-O et Ti-O. Ces bandes confirment l'existence de l'anatase et de l'hématite (*Fysh et Fredericks, 1983; Grujić-Brojčin et al, 2006*).

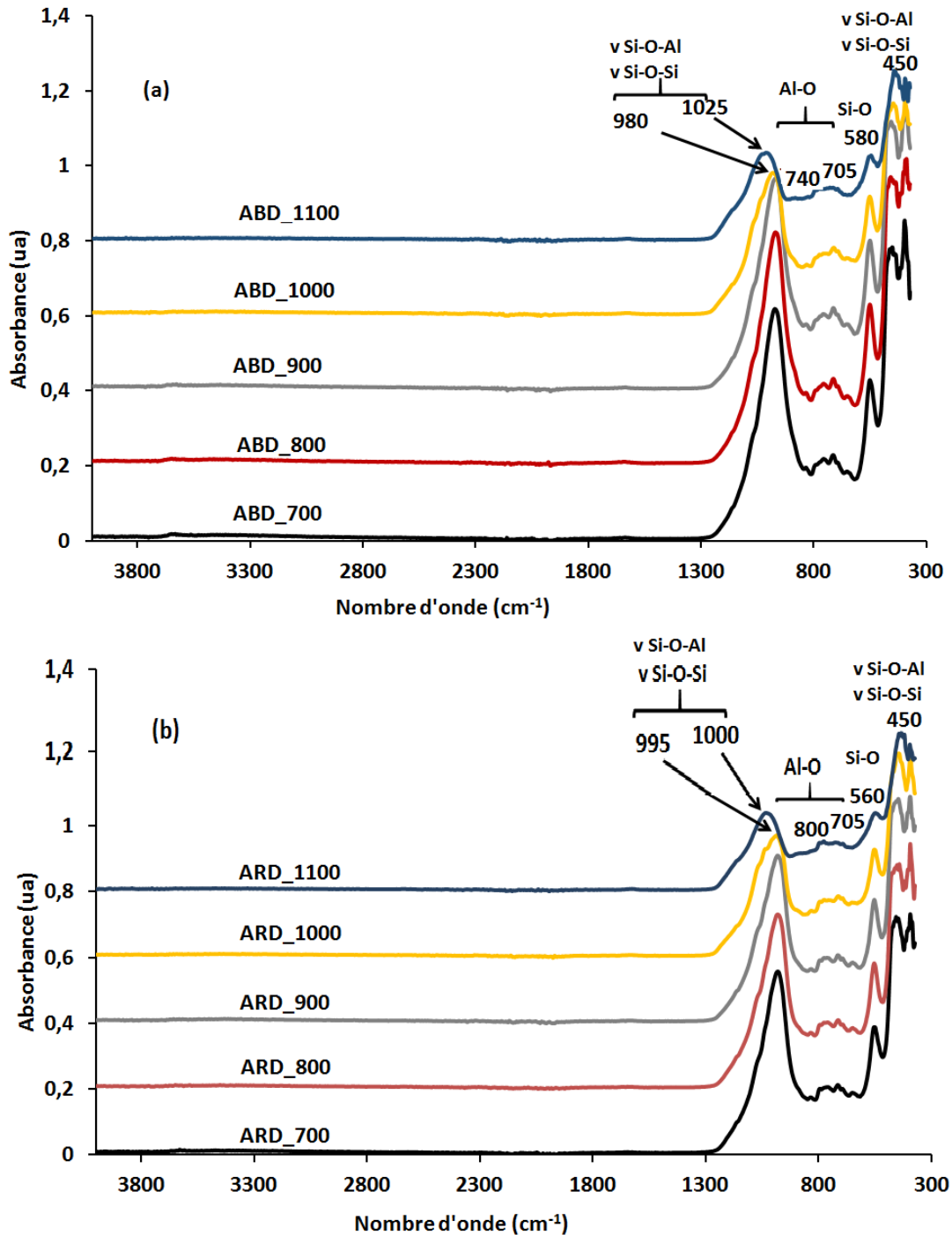


Figure 39: Spectres IRTF des céramiques après traitement thermique ; a) céramiques à base de ABD, b) céramiques à base ARD

III.4 CARACTERISTIQUES DE LA BAUXITE

III.4.1 Composition chimique

La composition chimique de l'échantillon de bauxite est présentée dans le *Tableau XV*.

La bauxite en étude contient 46,06% de Al_2O_3 ; 23,80% de Fe_2O_3 ; 1,74% de SiO_2 et de TiO_2 et a une perte au feu de 25,60%. Il s'agit de la composition typique des bauxites

latéritiques, comme l'ont rapporté certaines études sur les bauxites de diverses origines (Mamedov et al., 2010; Njoya et al, 2017; Sidibé et Yalcin, 2019). Sa teneur remarquable en oxyde de fer justifie sa coloration rouge (2,5YR4/8) et confirme sa nature latéritique. Cette composition est par ailleurs proche de celles des bauxites indiquées pour la fabrication des ciments réfractaires: de 45 à 60% en masse d'alumine, jusqu'à 25% en masse d'oxyde de fer et moins de 5% en masse de silice (Le Chatelier, 1916; Brewster et al., 1993; Poirier, 2011; Tchamba et al, 20014).

Tableau XV: Composition chimique de l'échantillon de bauxite brute

Oxydes	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	TiO ₂	CaO	P ₂ O ₅	Cr ₂ O ₃	SO ₃	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	LOI	Total
Teneur (%)	46,06	23,80	1,74	1,74	0,06	0,06	0,18	0,09	<0,01	<0,01		25,60	99,36

III.4.2 Composition minéralogique

i) Phases structurales par diffraction des rayons

Le diffractogramme de DRX de l'échantillon de bauxite de la *Figure 40*, indique les phases minérales suivantes:

- ✓ la gibbsite (Al(OH)₃) (PDF N°33-18) de pics: 4,85; 4,37; 4,32; 3,36; 2,38; 2,25; 2,05; 1,99; 1,80; 1,75 Å;
- ✓ l'hématite (Fe₂O₃) (PDF N°33-664) de pics: 3,68; 2,70; 2,50; 1,84; 1,69; 1,49 Å;
- ✓ le quartz (SiO₂) (PDF N°89-8934) de pics: 4,26; 3,34; 2,46 et 2,13 Å;
- ✓ l'anatase (TiO₂) (PDF N°21-1272) de pics: 3,52; 1,89; 1,67; 1,48; 1,36 Å.

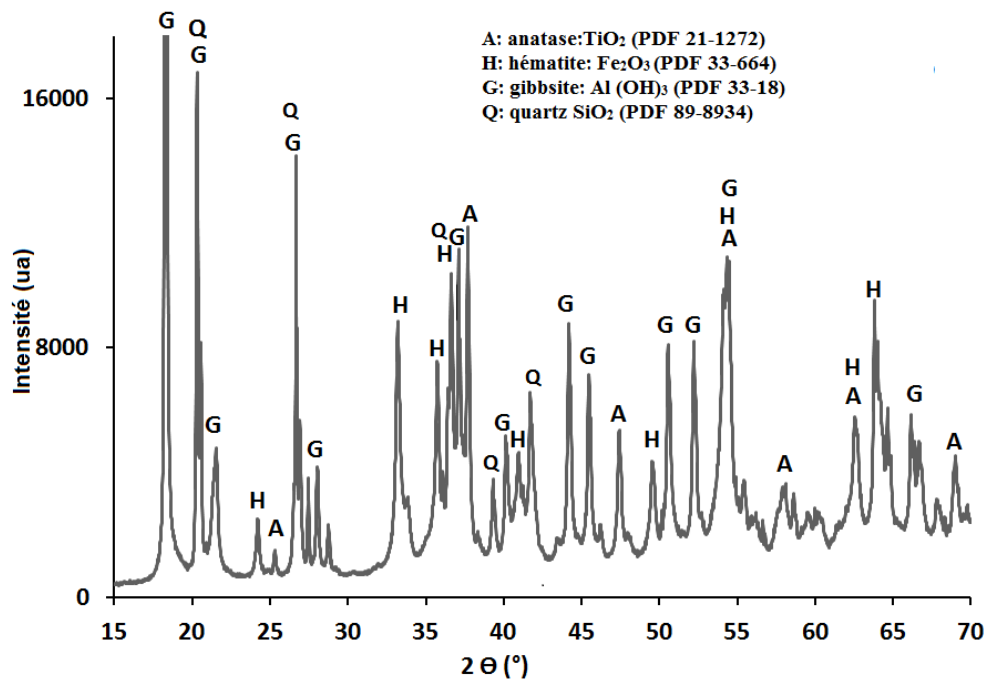


Figure 40: Diffractogramme de l'échantillon de bauxite

On peut en déduire que la gibbsite est alors le seul minéral contenant de l'aluminium oxyde; en conséquence, un calcul effectué à partir de la composition chimique donne une teneur en gibbsite de 70,50%.

ii) Phases structurales par spectrométrie infrarouge

La Figure 41 présente les spectres d'analyse à l'IRTF de l'échantillon de bauxite et son produit de calcination à 600°C. Le spectre de l'échantillon brut comporte quatre régions principales de bandes d'absorption. Ce sont les bandes consécutives observées à 3620, 3526, 3449 et 3375 cm^{-1} ; celles à 1200 et 900 cm^{-1} ; puis à 1020 et 960 cm^{-1} et enfin les bandes à 800, 750 et 550 cm^{-1} qui sont toutes propres aux vibrations d'élongation du groupe Al-OH de la gibbsite (Jodin, 2004; Ruan, 2005; Pannirselvam et al., 2010; Njoya et al., 2017).

Certaines bandes à 500, 470 et 390 cm^{-1} , apparaissent et indiquent l'absorption de la liaison Si-O et Si-O-Si du quartz ainsi que celles de Fe-O de l'hématite. Ces dernières sont également mises en évidence sur le spectre du matériau calciné à 600°C et sont d'ailleurs les seules; car celles liées aux hydroxyles ont disparu suite à la transformation thermique de la gibbsite (Ruan, 2005; Njoya et al., 2017).

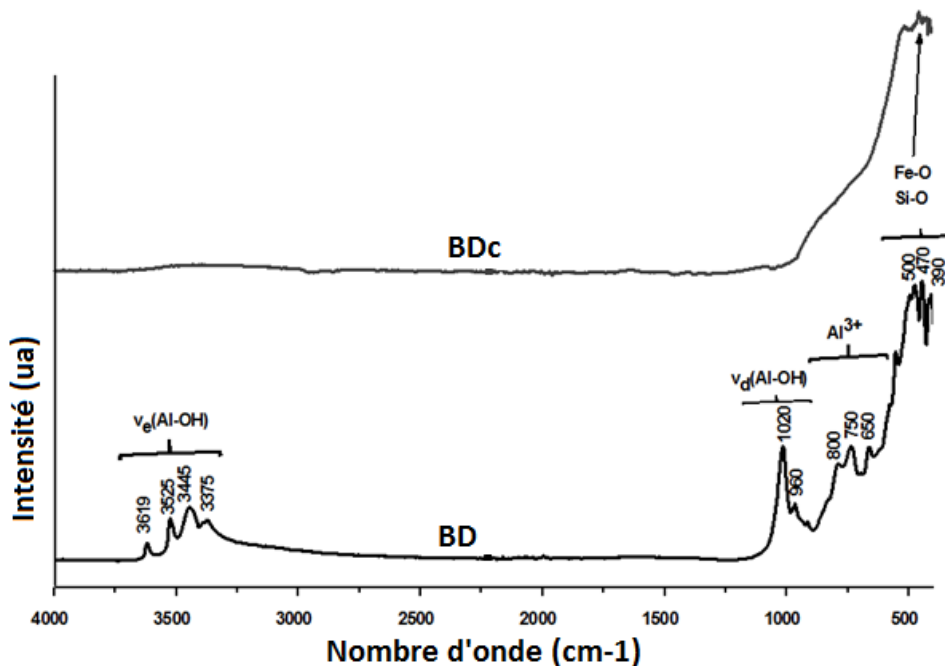


Figure 41: Spectres IRTF de l'échantillon de bauxite brute (BD) et calcinée (BDc)

iii) Thermogrammes ATD/ATG

Les thermogrammes d'ATD/ATG (Figure 42) de l'échantillon de bauxite présente quatre (04) phénomènes thermiques matérialisés par:

✓ un pic endothermique aux environs de 63°C, associé à une faible perte de masse (0,5%), correspondant au départ de l'eau d'hydratation contenue dans le matériau;

✓ un important pic endothermique autour de 311°C, attribuable à la déshydroxylation principale de la gibbsite (Kloprogge *et al.*, 2002) pour former la boehmite. Phénomène qui se traduit sur le thermogramme ATG par une inflexion de la pente. Ce pic est suivi d'un crochet endothermique observé au voisinage de 380°C, correspondant à la formation de la boehmite (Kloprogge *et al.*, 2002). Ce phénomène est traduit par l'équation 43 et donne une perte de masse de 24% correspondant à 69,50% de gibbsite contre 70,50% donné par les calculs sur la base de l'analyse chimique.



Notons par ailleurs que cette déshydroxylation s'est terminée à 380°C, température généralement observée pour les gibbsites bien cristallisées (Tchamba *et al.*, 2008; Kloprogge *et al.*, 2002);

✓ un dernier pic endothermique moins prononcé est observé autour de 520°C; il correspond à la conversion de la boehmite en alumine- γ (Tchamba *et al.*, 2008; Yusiharni *et al.*, 2012; Damigos, 2013; Karouia, 2014). Les données de la littérature font état de la complexité du mécanisme de la transformation de la boehmite en alumine- γ et la difficulté liée à la représentativité du processus par une simple réaction chimique (Karouia, 2014). Néanmoins, la transformation peut être représentée par l'équation 44:

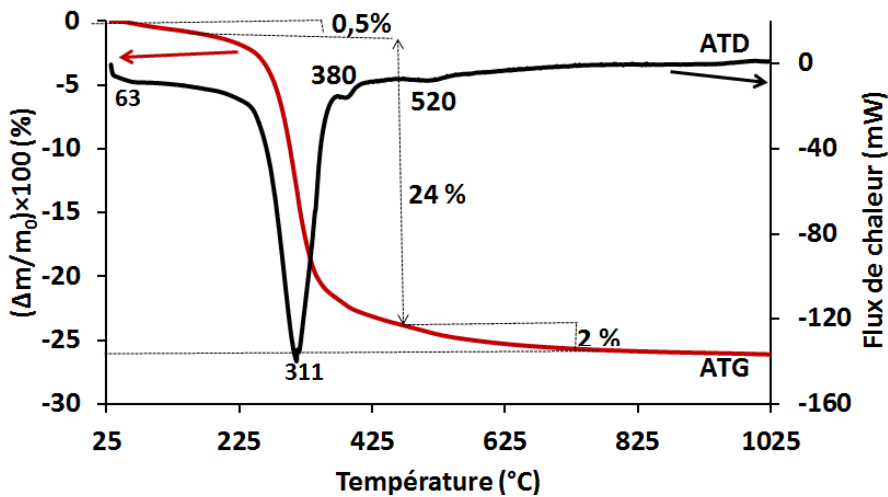
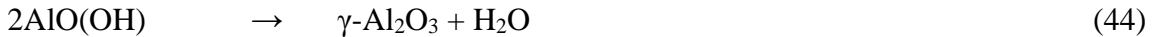


Figure 42: Courbe ATD/ATG de l'échantillon de bauxite

iv) Composition semi-quantitative

La composition semi-quantitative obtenue à partir des informations fournies par les analyses chimiques et thermiques, en tenant compte des observations faites sur la DRX, est consignée dans le *Tableau XVI*.

Tableau XVI: Composition minéralogique de l'échantillon de bauxite BD

Phases	Gibbsite	Hématite	Quartz	Anatase	Total
%	69,50	23,80	1,74	1,74	96,78

Au regard de cette composition, le matériau BD est constitué de 69,50% de gibbsite, 23,80% d'hématite, 1,74% de quartz et d'anatase. La quantité de gibbsite obtenue par calcul à partir des données FRX (70,5%) est très proche de celle obtenue à partir de la courbe ATG (*Figure 42*); la différence entre les deux proportions (1%) reflète la bonne corrélation entre les deux méthodes utilisées pour évaluer la teneur en gibbsite. Cette plage de composition indique que la bauxite étudiée est une bauxite de classe 2. C'est-à-dire qu'elle contient moins de 80% de gibbsite et plus de 20% d'hématite (*Tchamba et al., 2008a; 2011b*). Ce qui permet de prévoir les proportions dans la formulation en cas de mélanges comme les additions minérales dans le ciment hydraulique, la formulation de ciment géopolymère, les compositions céramiques et réfractaires (*Lapoujade et Le Mat, 1986; Djangang, 2007; Tchamba et al., 2008a; 2010b, Djangang et al, 2015*).

III.4.3 Comportement thermique par analyse dilatométrique

Les transformations que subit l'échantillon de bauxite en étude jusqu'à 1200°C ainsi que leurs vitesses sont illustrées sur la *Figure 43 a & b*:

✓ à partir de la température ambiante, on observe une dilatation progressive jusqu'à 470°C; ce qui est lié à l'activation du système par le chauffage. De manière consécutive, on observe un retrait relatif à la déshydroxylation de la gibbsite avec une vitesse traduite par le pic 1 à 530°C sur la *Figure 43b*;

✓ une petite dilatation se produit à 580°C, correspondant à l'expansion du volume des grains de quartz pendant la transformation polymorphique du quartz- α \rightarrow quartz- β (pic 2). Le phénomène étant réversible, l'inverse se produit pendant le refroidissement. Une réduction du volume des grains de quartz est observée à la même température (pic 5 de la *Figure 43b*);

de 600°C à 977°C, la densification se produit et s'accroît avec un faible retrait qui se traduit par une vitesse d'intensité moyenne (pic 3) autour de 977°C. En effet, la perte d'eau de cristallisation des hydrates d'alumines de départ conduit à la formation des alumines de

transition de types khi, éta ou gamma. La transformation de ces phases intermédiaires en alumines alpha ou corindon est accompagnée d'une densification élevée à partir de 1000°C (Ryshkewitch, 1960; Wilhelm, 1966; Aliprandi, 1996, Tal et al, 2006);

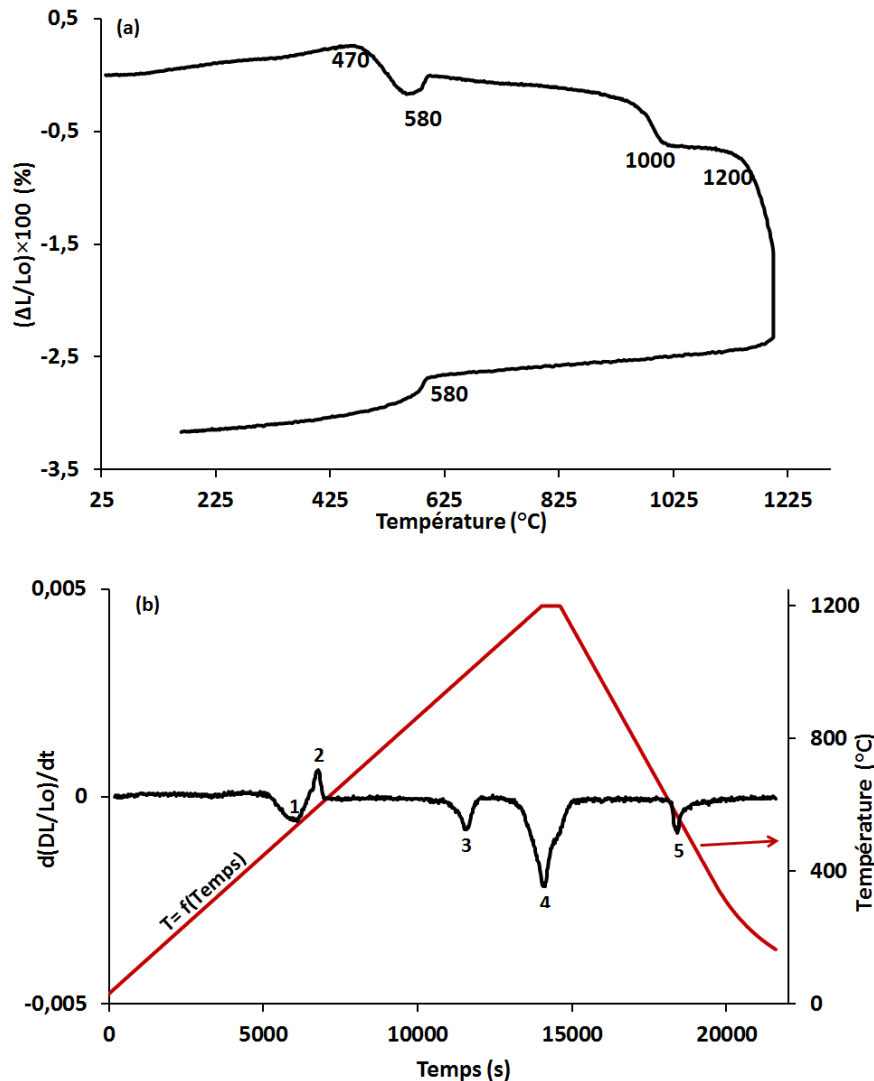


Figure 43: Courbe dilatométrique (a) et Courbe de densification (b) de bauxite

✓ au-dessus de 1000°C, il se produit un retrait plus important, probablement liée à la finesse des particules d'alumine et corrélé avec une grande vitesse traduite par un pic intense (pic 4) à 1190°C. Il est plus probablement lié à la transformation progressive de l'hydroxyde d'aluminium en phases d'alumine de transition. A ce stade, il se produit une augmentation du degré de cristallinité des phases (Pannirselvam et al., 2010; Tchamba et al., 2011).

L'ensemble des observations précédentes permet de conclure que le cycle thermique de l'échantillon BD est essentiellement caractérisé par la décomposition de la gibbsite. La transformation thermique globale de l'échantillon à 1200°C conduit à un retrait linéaire total de 3,2%. Cette valeur relativement faible indique que la bauxite étudiée est adaptée pour des applications spécifiques nécessitant une stabilité dimensionnelle.

III.4.4 Caractéristiques physiques de la poudre de bauxite

Des essais ont été effectués sur la poudre de bauxite (BD) obtenue par broyage et tamisage avec passage intégral à 80 μm . C'est elle qui servira d'additif minéral dans la formulation du ciment alternatif.

i) Distribution granulométrique

La distribution de la taille des particules du matériau, représentée sur la *Figure 44*, montre que BD contient environ 25% de particules de diamètres inférieurs à 2 μm .

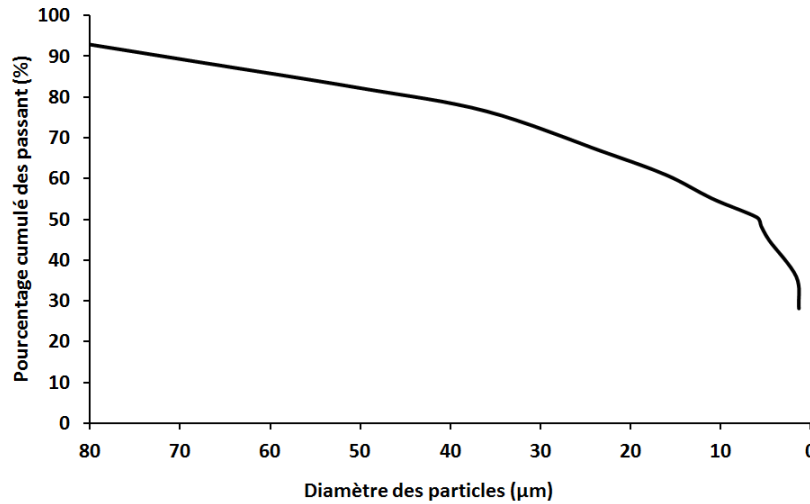


Figure 44: Courbe granulométrique de l'échantillon de bauxite

C'est en effet une large distribution de taille de particules qui inclue celle des particules de la gibbsite dont le diamètre varie entre 2 et 4 μm (*Schellmann, 1994; Abzalov et al., 2014*). Une telle distribution constitue un avantage en cas de formulation, compte tenu du fait qu'elle contribue à la formation de l'hétérogénéité structurale, socle d'une résistance et de stabilité mécaniques.

ii) Masse volumique absolue et surface spécifique

La poudre de bauxite a une masse volumique absolue de 2,66 g/cm^3 . Ce résultat est conforme à ceux trouvés dans la littérature mais légèrement supérieur à la densité théorique d'une gibbsite pure qui est de 2,42 g/cm^3 (*Jastrzebski, 1977; Callister, 1997; Djangang, 2007*). Comparée aux travaux antérieurs, la masse volumique absolue de BD est similaire à celles obtenues sur des échantillons de bauxite de certaines localités du Cameroun dont les valeurs évoluent entre 2,95 et 3,17 g/cm^3 (*Tchamba et al., 2014, Njoya, 2017*).

La surface spécifique est de 3,60 m^2/g pour BD et 4,32 m^2/g pour BDc, l'échantillon traité thermiquement à 600°C. Le traitement thermique a donc favorisé l'accroissement de la surface spécifique; ce qui constitue un avantage quant à la réactivité du matériau dans la matrice cimentaire (*Bitar, 2016*).

iii) Contenue en phase amorphe

Évaluée dans les mêmes conditions que les matériaux argileux, la quantité de phase amorphe dans l'échantillon de bauxite brute et calcinée est de 30,8% et 51,2% respectivement. La calcination du matériau à 600°C a favorisé un accroissement de TA de 66,3%. Ce constat permet de prévoir une plus grande réactivité du matériau dans la matrice cimentaire après calcination (*Bulteel et al., 2002; Diaz et al., 2010, Baenla et al., 2019*).

III.4.5 Pouzzolanité

i) Selon la composition chimique

Au regard des résultats de l'analyse chimique (*Tableau XV*), la somme (%Al₂O₃+ %SiO₂+ %Fe₂O₃) est de 71,6%. Cette valeur est supérieure à la limite définie par la norme *ASTM C 618-08*. L'échantillon de bauxite satisfait ainsi à l'une des trois principales conditions de pouzzolanité (*Benezet et Benhassaine, 1999; Djangang et al., 2015*). Les deux autres étant l'indice d'activité mécanique et l'aptitude du matériau à fixer la portlandite.

ii) indice de pouzzolanité par Essai Chapelle Modifié

Les résultats de l'Essai Chapelle Modifié (ECM) obtenus sur BD ainsi que son produit de calcination à 600°C (BDc) sont présentés dans le *Tableau XVII*.

Tableau XVII: Masse de Ca(OH)₂ fixée par gramme d'échantillon

Échantillon	BD	BDc	Limite standard
CH fixé (mg/g)	748	999,9	700

Les masses de portlandite (CH) fixées sont de 748 mg pour BD et 999,9 mg pour BDc par gramme d'échantillon. Ces valeurs sont au-dessus de la valeur limite de 700 mg/g de CH fixé, ce qui montre qu'ils sont tous deux des matériaux pouzzolaniques (*Ferraz et al., 2015; Yuanyuan et al, 2017; Tchamo et al., 2020*). En outre, la calcination du matériau améliore nettement l'activité pouzzolanique qui augmente de 33,7%. Cette amélioration observée est en bonne corrélation avec le taux de phase amorphe au sein du matériau qui s'accroît de 66,3%. Cet accroissement de taux de phase amorphe et de l'activité pouzzolanique traduit l'effet bénéfique de la calcination du matériau soumis à l'étude.

iii) Indice d'activité mécanique

L'indice d'activité mécanique est de 71% pour la bauxite brute et 73% pour la bauxite calcinée à 600°C. Ces valeurs sont proches l'une de l'autre et sont similaires à celle de la plupart des matériaux cimentaires rapportés dans la littérature (*Kazi et al., 2011; Savadogo et al., 2015; Tchamo et al., 2020*). De plus, l'indice d'activité mécanique qui est le rapport entre les résistances mécaniques à la compression du ciment témoin (100% ciment portland) et du

mélange de 20% du matériau en étude + 80% du ciment portland, doit être supérieur à 67% à 28 jours pour un matériau pouzzolanique (Donatello et al., 2010). Par ailleurs, la Figure 45 montre que le rapport des résistances mécaniques, élevé aux jeunes âges, tend à diminuer jusqu'au 45^{ème} jour.

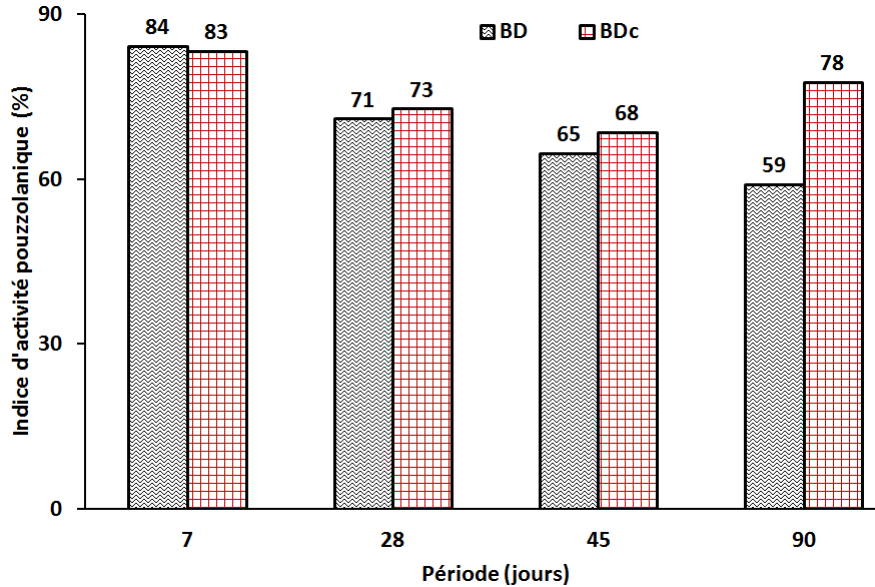


Figure 45: Évolution de l'indice d'activité mécanique avec l'âge

Au 90^{ème} jour, l'écart entre les valeurs pour les deux séries devient plus important, 59% pour la série BD et 78% pour BDc. La tendance de décroissance est maintenue pour le cas de la bauxite brute alors qu'elle s'inverse dans le cas de la bauxite calcinée. Le rapport remonte de 68% (45^{ème} jour) à 78% (90^{ème} jour), mais reste toutefois inférieure à la valeur au jeune âge (7^{ème} jour). En général, le traitement thermique améliore l'activité mécanique même si les écarts ne sont pas très significatifs, il se pourrait toutefois qu'avec le temps, la différence soit plus remarquable.

L'ensemble des résultats d'analyse effectuée sur la poudre de bauxite et son produit de calcination à 600°C, c'est -à-dire le taux de phase amorphe, l'évaluation de la pouzzolanité (Essai Chapelle Modifié, indice d'activité mécanique) ainsi que la surface spécifique peut être amélioré par la température. Ceci s'illustre bien sur la Figure 46 qui démontre l'augmentation des propriétés susmentionnées avec la température.

En effet, avec la calcination de la bauxite à 600°C, il y a augmentation de la teneur en phase amorphe (TA) de plus de 66%, de la masse de CH fixée d'environ 34%, de l'indice d'activité mécanique (I) de près de 3% et de la surface spécifique qui augmente de 20%. Le traitement thermique a permis de rehausser l'activité pouzzolanique de l'échantillon de bauxite étudié qui était déjà significative. On peut en déduire que cette bauxite est un matériau intéressant pour remplacer partiellement le ciment Portland dans la formulation des mortiers et

bétons. Il peut également être utilisé dans des formulations de géopolymères qui nécessitent des espèces d'aluminosilicate réactives.

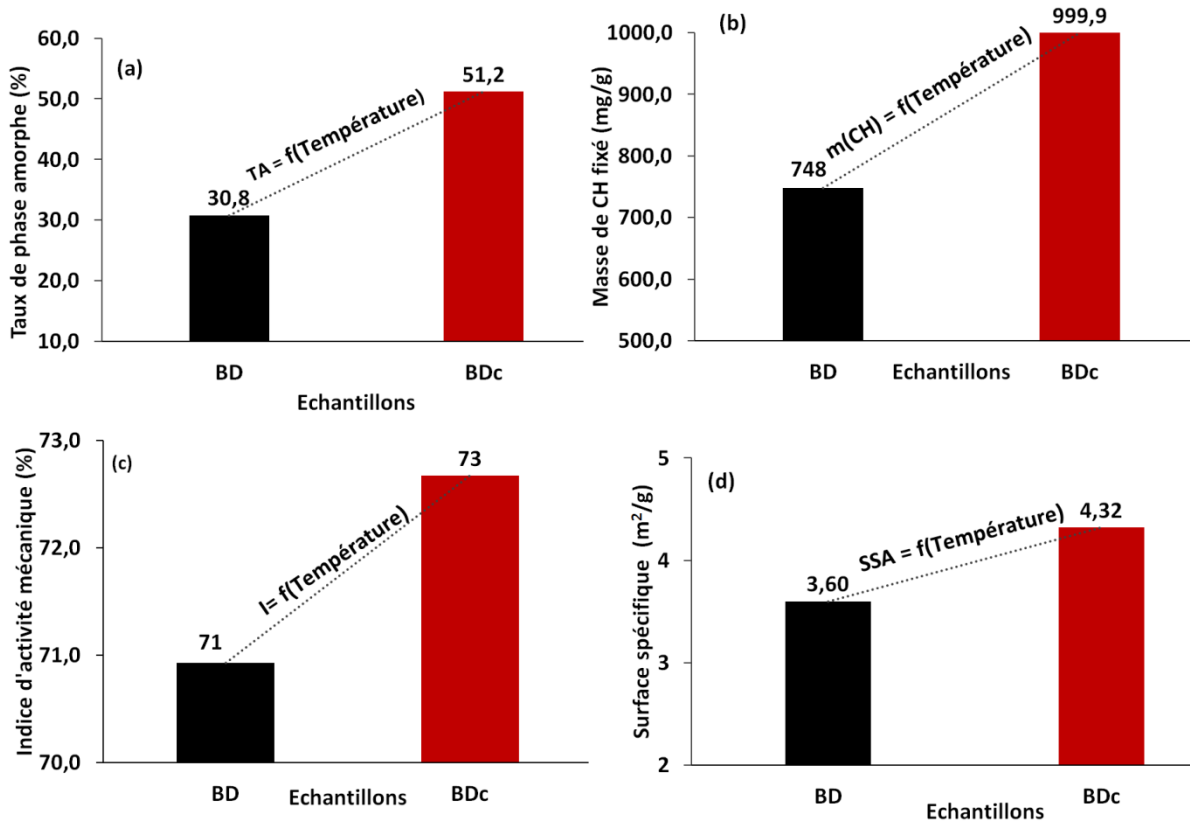


Figure 46: Effet de la température sur les paramètres physicochimiques de la bauxite

III.5 PROPRIETES DES MORTIERS HYDRAULIQUES OBTENUS PAR SUBSTITUTION DU CIMENT PAR LA BAUXITE

III.5.1 Caractéristiques des mortiers à l'état frais

i) Consistance et ouvrabilité

L'évolution de la consistance des mortiers pendant leur préparation est illustrée par les histogrammes de la Figure 47. En comparaison avec le mortier témoin qui a un ratio massique eau/ciment (E/C) de 0,5, on constate que les mortiers avec l'ajout de bauxite brute (BD), garde la valeur de 0,58 quel que soit le taux de substitution du ciment dans le mélange. Par contre dans le cas de la bauxite calcinée, ce rapport croît avec le taux de substitution du ciment. Il varie de 0,58 à 0,66 pour une substitution allant de 5 à 25% en masse du ciment. De ces ratios, il ressort que les mortiers de ciment avec l'ajout de la bauxite demandent plus d'eau pour obtenir une consistance normale. Bien que le sable utilisé comme agrégat soit également un élément d'influence sur le ratio eau/ciment, il ne peut être cité dans le présent cas, car sa teneur est identique dans tous les mortiers formulés. Ainsi, les variations observées sont donc considérées

comme effet de la réactivité de l'additif minéral. C'est-à-dire la bauxite brute ou calcinée puisque la prise et le durcissement du mortier est fonction de la réaction chimique du ciment avec l'eau, réaction communément appelée hydratation. La forte demande en eau peut alors être considérée comme un indicateur de la réactivité élevée du liant et par conséquent, de la performance élevée des produits à obtenir.

La présence de la bauxite augmente la capacité d'hydratation du ciment hybride. En effet, cette bauxite contient principalement de l'alumine, qui est l'un des deux principaux composants avec la silice, impliqués dans la formation de gel C-(A)-S-H pendant l'hydratation. Il est donc évident que la bauxite calcinée qui fournit l'alumine activée favorise davantage la réactivité de la mixture en comparaison à la bauxite brute. Le caractère activé plus élevé de l'alumine dans la poudre de bauxite calcinée est lié, comme déjà discutée dans le paragraphe §III.4.5, entre autres à son taux de phase amorphe et sa surface spécifique plus élevés (51,2% et 4,32 m²/g) par rapport à ceux de la poudre de bauxite brute (30,8% et 3,6 m²/g).

Le fait que le rapport massique E/C des mortiers hybrides soit supérieur à celui du mortier de contrôle, indique que l'inclusion de large particules de bauxite dans le ciment, considérées plus petites nécessite de quantité d'eau plus élevée (Nelfia, et al., 2013; Laoufi et al., 2016). Ceci est d'autant plus que la demande en eau pour la formulation du mortier est aussi importante que l'est l'activité pouzzolanique qui est l'une des activités typiques des ciments.

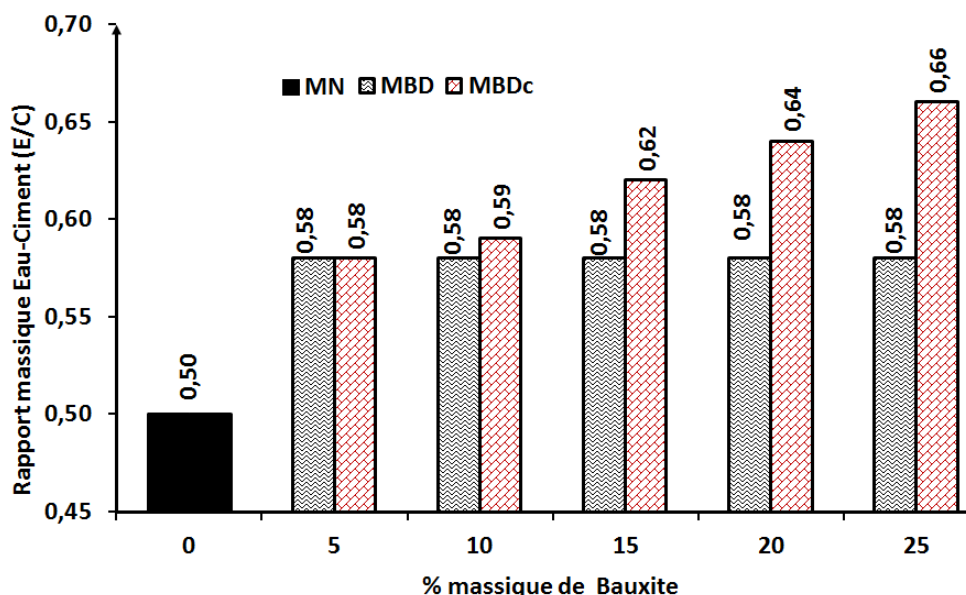


Figure 47: Consistance des différents mortiers à leur préparation, MN (mortier de référence), MBD (mortier avec BD), MBDC (mortier avec BDC)

En somme, la substitution du ciment Portland (CEM II 42.5) par la poudre de bauxite (BD et BDC) a entraîné une augmentation significative de la consistance de la pâte et la diminution de l'ouvrabilité. En effet, il a été rapporté par *Bordy et collaborateurs* que, lorsqu'une quantité donnée d'additif minéral vient remplacer une même quantité de ciment dans un mortier, la surface à mouiller du mélange se trouve modifiée. Il y a alors une modification significative de la consistance (*Bordy et al., 2017*). Par ailleurs, l'augmentation du rapport E/C des hybrides formulés constitue un avantage quant à la durabilité des mortiers obtenus. Sur cette base, le rapport massique E/C élevé est un avantage du point de vue de la durabilité, tandis qu'inversement, un faible rapport E/C provoque souvent l'autodessiccation, ce qui entraîne l'apparition des fissures sur les matériaux (*Scrivener, 2005*).

ii) Temps de prise des pâtes

L'évolution du temps de prise en fonction du degré de substitution est illustrée par les histogrammes (a & b) de la *Figure 48*. Comparés au mortier témoin, les temps de prise diminuent avec l'augmentation de la quantité d'additif, pour les deux séries, mais la réduction est plus significative dans le cas de la bauxite calcinée. On peut donc admettre que l'ajout de bauxite, soit à l'état brut ou à l'état calciné, a tendance à accélérer le processus de prise des ciments hybrides. Cet effet peut s'expliquer par la présence de l'aluminium oxyde qui, en général est le composant qui est responsable de la prise du ciment alors que la silice, son pair contrôle la résistance mécanique (*Ribeiro et al., 2013; Tchamo et al., 2020*).

On peut remarquer que la diminution des temps de prise, initial et final, est en accord avec l'augmentation du ratio massique eau/ciment discuté ci-dessus. Lorsque la quantité d'additif augmente, la quantité d'alumine augmente naturellement, la quantité relative d'eau pour assurer la mouillabilité du mélange augmente également et le processus de durcissement s'accélère. Ceci est dû au fait qu'une partie de l'eau est utilisée pour la mouillabilité des espèces d'alumine entrant ainsi en compétition avec le ciment, et le reste, disponible pour la combinaison avec les particules de ciment est donc consommée rapidement (*Ribeiro et al., 2011a; 2013b; Bouderbala & Makhdoumi, 2019*). En conséquence, cela provoque la diminution du temps de prise, l'accélération du processus d'hydratation et la diminution de l'ouvrabilité comme le montre la *Figure 47* (plus la consistance est grande, plus l'ouvrabilité est faible). En supposant que pour chaque paramètre et en comparaison avec la bauxite brute, l'effet est plus intense dans le cas de la bauxite calcinée en raison de son caractère activé. Les deux additifs, bauxite brute et bauxite calcinée, peuvent cependant être tous deux classés comme des additifs minéraux chimiquement actifs puisqu'ils réduisent l'ouvrabilité et le temps

de prise en accord avec certains auteurs (*Khokhar et al., 2007; Khan et al, 2014; Deboucha et al, 2017*).

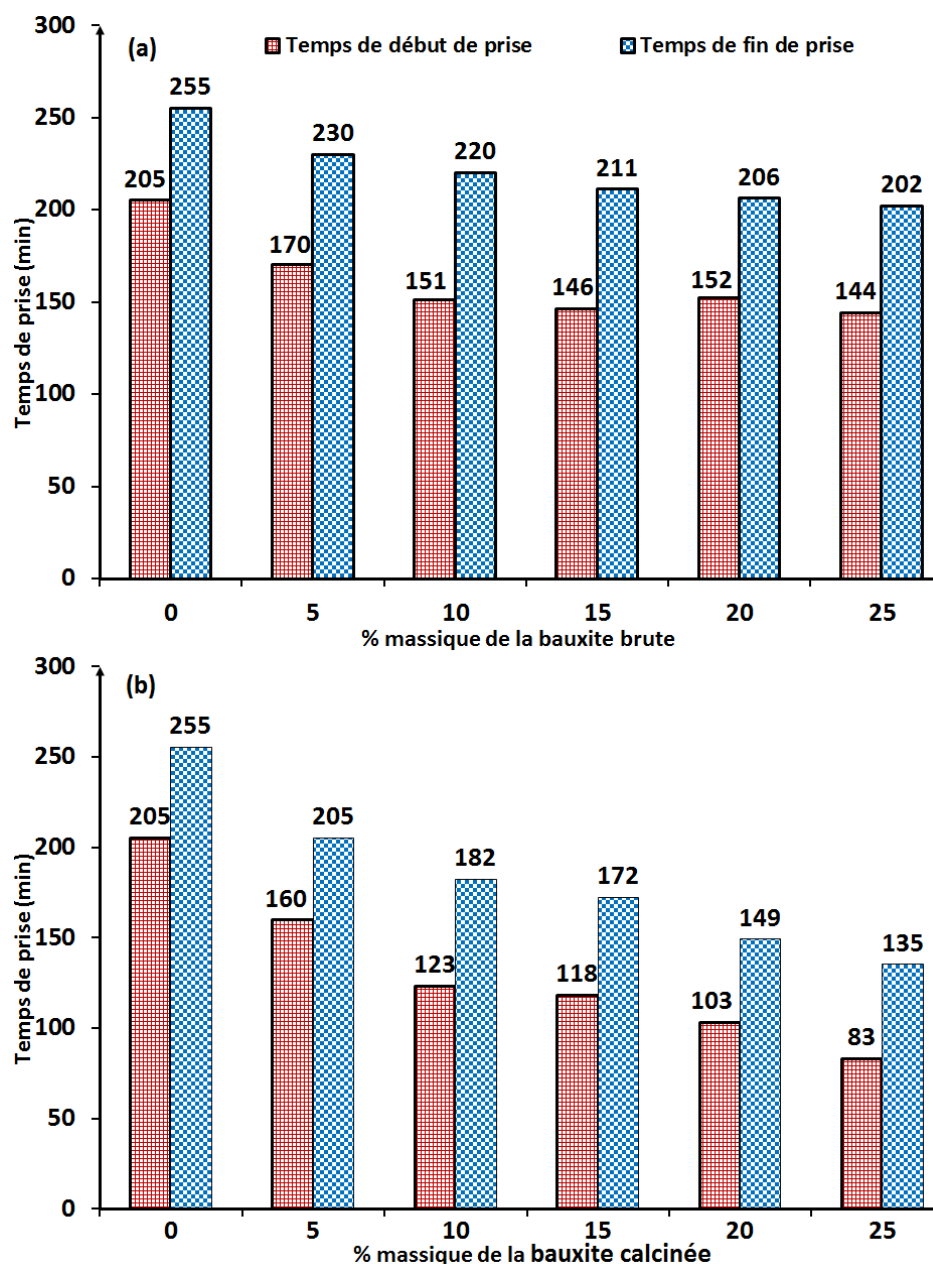


Figure 48: Évolution du temps de prise des mortiers en fonction du pourcentage de bauxite brute (a) et calcinée (b).

III.5.2 Caractéristiques des mortiers à l'état durci

i) Aspect des éprouvettes

Les photographies des deux séries de mortiers formulés par substitution (15 et 25% en masse) du ciment portland CEM II 42.5R, d'une part par la poudre de bauxite brute et d'autre part, par la poudre de bauxite calcinée à 600°C sont présentées sur la *Figure 49*.

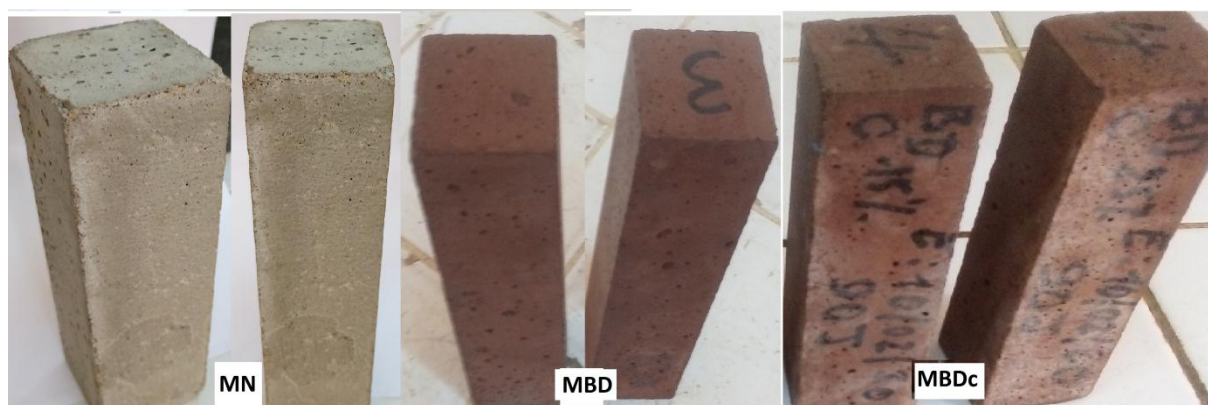


Figure 49: Aspect des différentes éprouvettes de mortier à base de bauxite

En comparaison avec les éprouvettes du mortier de référence avec 100% de ciment qui ont une coloration grise (2,5YR4/1), celles des mortiers avec les ciments hybrides ont une coloration brun rougeâtre (2,5YR3/3) pour MBD et rouge (2,5YR3/6) pour MBDc. Ces colorations sont probablement liées à la présence de l'hématite dont la teneur initiale dans la bauxite de départ est de 23,80%. L'aspect des éprouvettes des mortiers MBD et MBDc semble plus homogène comparé à celui du mortier MN avec des pores visibles à la surface des éprouvettes.

i) **Caractéristiques physiques**

Dans ce paragraphe, sont présentées les propriétés des éprouvettes des mortiers durcis à différents âges et en fonction du taux de substitution du ciment. Ce sont le retrait linéaire, la masse volumique apparente, la porosité ouverte, le taux d'absorption d'eau et la résistance mécanique à la compression à 7, 28, 45 et 90 jours.

❖ **Retrait linéaire des éprouvettes de mortier**

L'évolution du retrait linéaire des éprouvettes des mortiers élaborés, dans les deux séries, est illustrée par les *Figure 50 (a & b)*.

En général, le retrait linéaire augmente avec l'âge aussi bien avec la bauxite brute qu'avec la bauxite calcinée. Mais dans le premier cas, la diminution du retrait est systématique avec l'augmentation de la quantité de bauxite (*Figure 50a*). Par contre, dans le second cas, une augmentation du retrait est observée pour l'hybride à 5% en masse d'additif par rapport au mortier de référence, puis est suivie par une diminution avec l'augmentation de la quantité de bauxite calcinée pour tous les autres hybrides entre 7 et 28 jours; alors qu'entre 45 et 90 jours, ces hybrides présentent le même retrait linéaire que le mortier de référence quel que soit la quantité de bauxite calcinée ajoutée. En plus, les valeurs sont plus faibles dans les mortiers à base de bauxite brute que dans le mortier témoin.

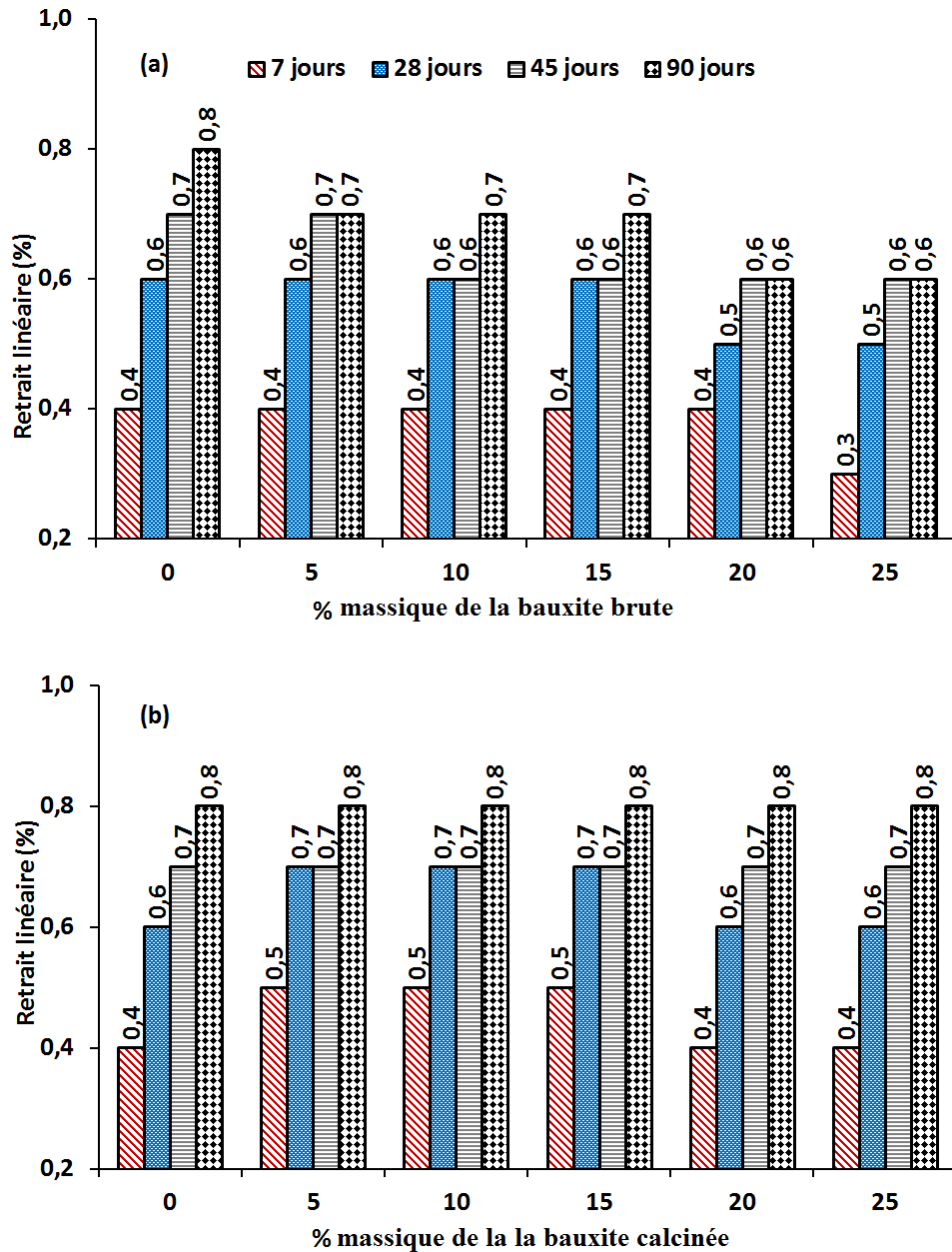


Figure 50: Évolution du retrait linéaire en fonction du pourcentage de bauxite brute (a) et calcinée (b).

Le retrait linéaire est une réduction des dimensions de la structure liée à la surface capillaire. Il est consécutif au départ de l'eau libre de l'humidité et aux transformations physicochimiques survenues dans le système (Ghosh & Tran, 2015; Savadogo, 2017; Kabre et al., 2018). Puisque ces transformations sont principalement celles liées à l'hydratation qui consomme continuellement de l'eau et du ciment pour aboutir à la formation de nouvelles phases, on peut conclure que le retrait est lié à la force de liaison de l'eau dans les phases hydratées. Les liaisons faibles conduisent évidemment à un retrait élevé. Même s'il est théoriquement admis que ces nouvelles phases occupent presque le même volume que le liant

et l'eau d'origine, l'occurrence d'un réajustement structurel demeure en raison du probable encombrement stérique. De plus, l'une des phases les plus susceptibles de se former est en fait un gel amorphe avec une stœchiométrie très variable, qui dépend principalement du type de formulation, donc des matériaux de départ. Une tendance à l'augmentation du retrait est généralement observée avec la quantité d'activateurs dans la formulation (Mangat et al., 2016).

La bauxite brute et la bauxite calcinée ont ainsi été montrées précédemment comme étant des additifs actifs; c'est-à-dire des activateurs. Sur cette base, BDc, beaucoup plus actif étant donné sa plus grande quantité de phase amorphe et de surface spécifique par rapport à BD, a conduit à des valeurs de retrait linéaire plus importantes. Cependant; la tendance générale du retrait est restée à des valeurs faibles; les plus grandes valeurs observées sont, autour de 0,8% pour les mortiers MBDC (Figures 50b) et de 0,7% pour les hybrides MBD (Figures 50a) au 90^{ème} jour. Il est important de noter que le retrait est une propriété indésirable du point de vue technologique; les valeurs les plus faibles possibles sont donc préférables en ce qui concerne la stabilité du produit. La réduction du retrait obtenue peut donc être citée comme un avantage à l'addition de la bauxite brute et encore plus de la bauxite calcinée pour des formulations allant de 5 à 10%.

❖ Masse volumique apparente

L'évolution de la masse volumique apparente (ρ_a) est illustrée par la Figure 51. On constate que les valeurs pour le mortier témoin sont proches de 2,1 g/cm³ et restent inchangées avec l'âge. Celles des mortiers avec des additifs de bauxite brute et calcinée sont un peu plus faibles et subissent une légère augmentation avec l'âge.

Les valeurs sont plus élevées dans les mortiers MBDC (Figures 51b) que dans les mortiers MBD (Figures 51a). Le rôle structurant du sable en tant qu'agrégat est prédominant, puisque sa quantité est la même dans toutes les compositions; il a une influence similaire induisant un effet de nivellement des valeurs de la masse volumique apparente. La poursuite du processus d'hydratation conduisant au compactage de la matrice suite à la précipitation des hydrates secondaires (C-S-H) serait à l'origine de l'augmentation de la masse volumique apparente avec l'âge (Savadogo et al., 2015; Bordy et al., 2017; Ndiaye et al., 2019).

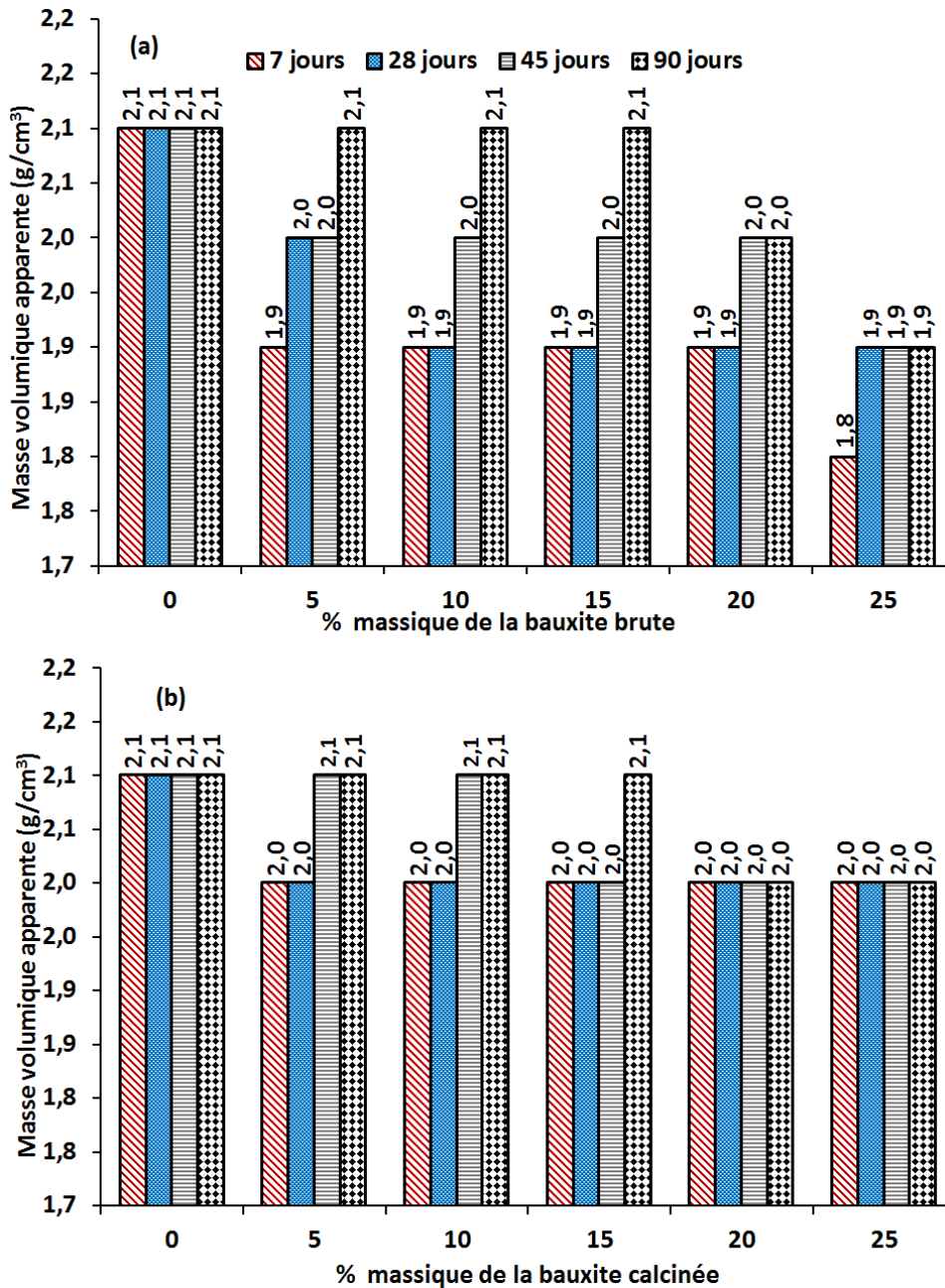


Figure 51: Évolution de la masse volumique apparente en fonction du pourcentage de bauxite brute (a) et calcinée (b).

❖ Porosité ouverte

L'évolution de la porosité ouverte (Π) est illustrée par le *Figure 52*. On observe sa diminution avec l'âge et son augmentation avec la quantité d'additif dans les différentes formulations. Pour une quantité donnée d'additif minéral, les éprouvettes à base de la bauxite brute ont des valeurs plus élevées par rapport à celles du mortier témoin (*Figure 52a*); à l'inverse, les valeurs sont plus faibles pour les hybrides MBDC (*Figure 52b*).

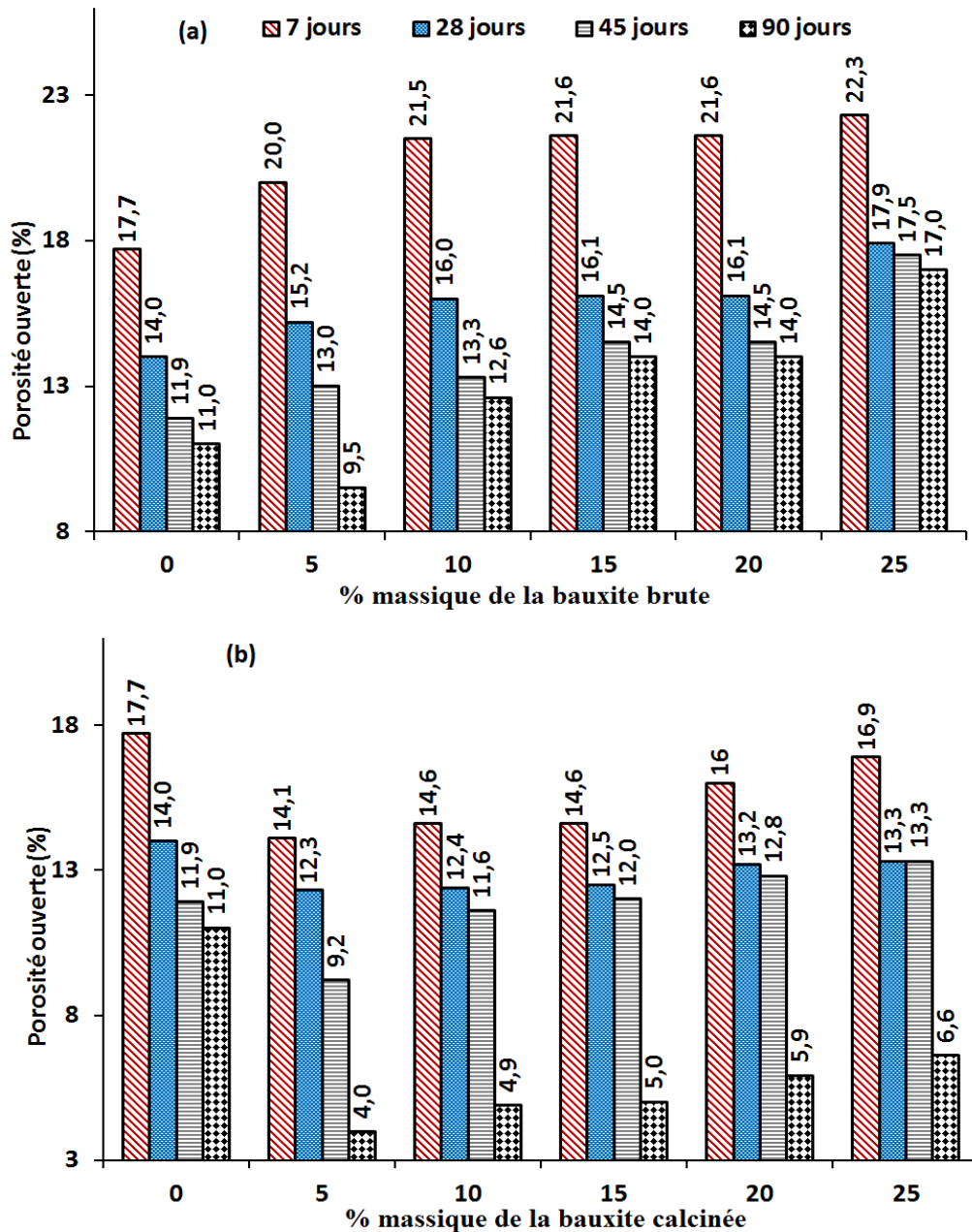


Figure 52: Évolution de la porosité ouverte en fonction du pourcentage de bauxite brute (a) et calcinée (b).

La plus grande valeur de porosité ouverte est de 22,3%; elle correspond au taux de substitution le plus élevé (25% en masse) de bauxite brute à 7 jours. Ce taux de porosité connaît une régression jusqu'à la valeur de 17% au 90^{ème} jour. Pour la même quantité de bauxite calcinée, la valeur la plus élevée est de 16,9% à 7 jours; elle tombe à 6,6% au 90^{ème} jour.

Les variations de Π observées sont liées au taux d'hydratation et des phases formées en quantités et en qualité. L'évolution de la porosité ouverte telle que nous venons d'observer est une indication que l'hydratation se poursuit dans le temps et progressivement il se forme de nouvelles phases hydratées. L'évolution de la qualité et de la quantité de ces phases entraîne

une réorganisation progressive de la structure suivant la variation des propriétés chimiques (encombrement stérique par exemple) de chaque produit. En plus, la diminution de la porosité favorise la densification comme on peut l'observer sur la *Figure 51* (Chen et al., 2010; Nicolas, 2010; Rachedi et al., 2017). Une faible valeur de Π indique une bonne performance et même une bonne durabilité des mortiers formulés qui sont susceptibles d'être résistants aux attaques chimiques (Lafhadj et al, 2006; Chen et al., 2010; Bur et al., 2010; Savadogo et al, 2015; Ikumi et al., 2019).

❖ Taux d'absorption d'eau

L'évolution du taux d'absorption d'eau (W) est illustrée par la *Figure 53*. On constate que W a une évolution similaire à celle de la porosité ouverte observée sur la *Figure 52*. Il a été constaté que les mortiers contenant de la poudre de bauxite absorbent l'eau plus que le mortier témoin, avec des valeurs relativement plus faibles pour les hybrides contenant de la bauxite calcinée. Pour toutes les éprouvettes, l'absorption d'eau augmente avec la proportion d'additif BD ou BDc. Un comportement similaire a été rapporté par Savadogo et collaborateurs sur l'étude de l'effet du mâchefer sur l'absorption d'eau (Savadogo et al., 2015). Dans la série des mortiers MBD (*Figure 53a*), l'absorption la plus élevée est de 11,6% correspondant à 25% en masse de bauxite brute à 7 jours; ce taux diminue à 7,9% au 90^{ème} jour. Pour les mortiers contenant MBDc (*Figure 53b*), l'absorption la plus élevée est de 8,4% avec 20 et 25% en masse de BDc au jeune âge et elle régresse à 5 et 5,6% au 90^{ème} jour respectivement.

Ces variations de W permettent de conclure qu'aux premiers jours les taux d'absorption d'eau sont les plus élevés, donc les produits sont plus vulnérables. Mais avec le temps, cette tendance change positivement (Rabehi et al., 2013; Rabehi, 2014).

La diminution progressive de l'absorption, comme la porosité ouverte, pourrait être liée à la précipitation des produits d'hydratation, C-S-H d'une part et d'autre part, à la formation d'ettringite connue pour son caractère expansif (Brykov et al., 2012; Savadogo et al., 2015; Trauchessec et al., 2015). Ce qui contribue à la réorganisation et à la diminution des pores et donc de l'absorption d'eau. Nous pouvons conclure que la diminution du taux d'absorption avec le temps est un facteur de durabilité des liants car elle correspond à l'accentuation de la densification et de la résistance mécanique du matériau (Chen et al., 2010; Brykov et al., 2012; Mominou et al., 2019).

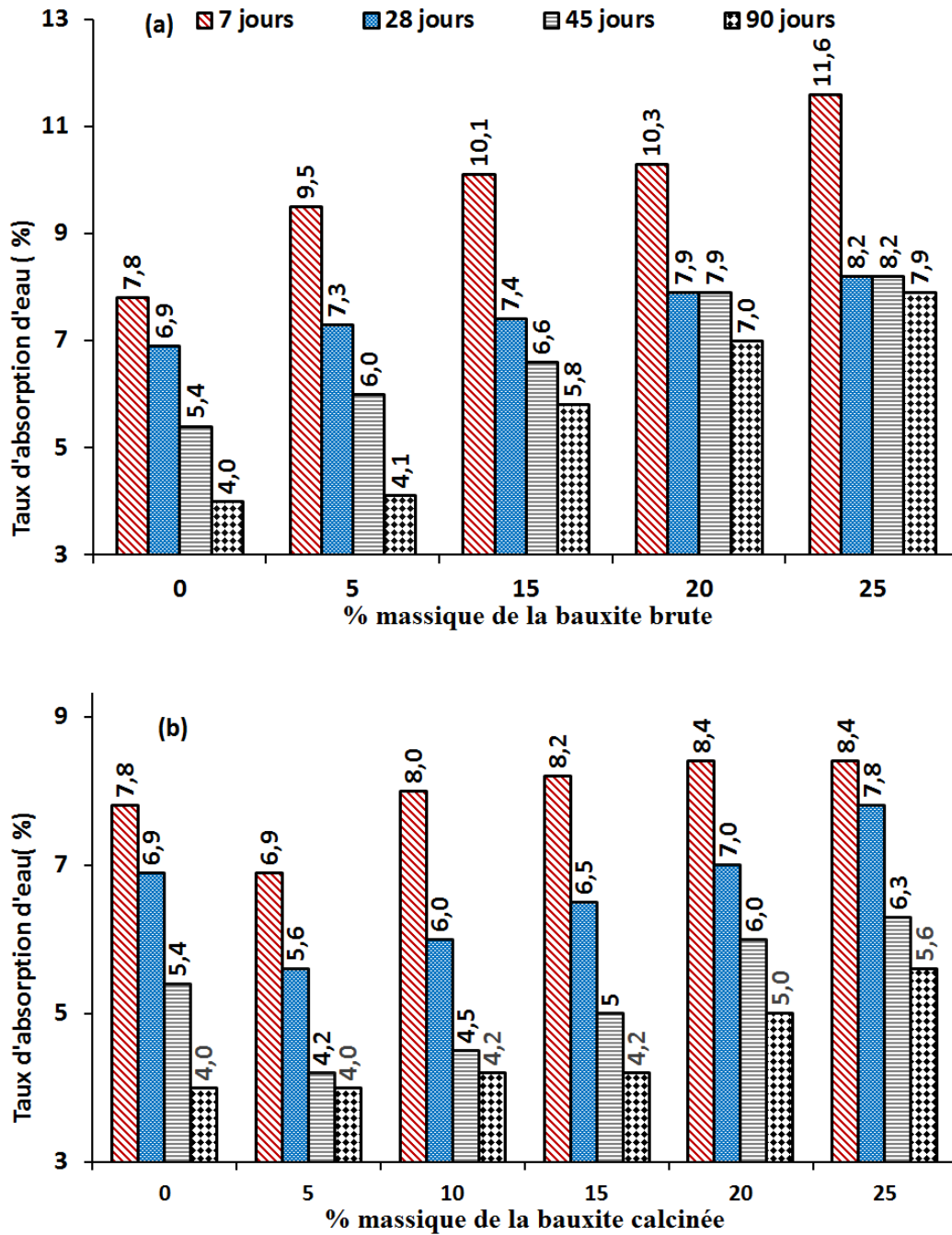


Figure 53: Évolution du taux d'absorption d'eau en fonction du pourcentage de bauxite brute (a) et calcinée (b).

Par ailleurs, l'ajout de la bauxite a tendance à augmenter le taux d'absorption, principalement avec la bauxite brute. Une exception est faite dans le cas de l'ajout à 5% de la bauxite calcinée où le taux d'absorption est plus petit que celui du mortier témoin. Ces résultats corroborent ceux issus de certaines études antérieures qui ont montré que les additifs minéraux peuvent soit contribuer à la réduction de l'absorption (*San, 2011*), soit maintenir le réseau de pores au même niveau que le ciment qu'ils ont remplacé (*Bessa-Badreddine et Galias, 2004*) grâce au développement de la réaction pouzzolanique.

L'évolution de la résistance mécanique à la compression (R_c) illustrée par la *Figure 54* est caractérisée par une augmentation régulière avec l'âge dans toutes les formulations en raison de la poursuite du processus d'hydratation.

Par ailleurs, pour chaque série, R_c diminue avec l'augmentation de la quantité d'additifs minéraux, mais les valeurs sont restées plus élevées pour les hybrides MBDC par rapport à celles des hybrides MBD. En effet, les valeurs de R_c de la série MBD (*Figure 54a*) varient de 13,2 MPa (la plus faible résistance avec 25% en masse de BD au 7^{ème} jour) à 34,4 MPa (la plus grande observée avec 5% en masse de BD au 90^{ème} jour). Dans la série des mortiers MBDC (*Figure 54b*), les résistances sont comprises entre 17,4 MPa (valeur minimale pour MBDC avec 25% en masse de BD au 7^{ème} jour) et 42,6 MPa (résistance maximale observée pour MBDC contenant 5% en masse de BD au 90^{ème} jour). Comme pour le taux d'absorption d'eau, une exception est notée pour l'hybride à 5% de bauxite calcinée; cette formulation présente, à partir du 28^{ème} jour, des valeurs de résistance supérieures à celles du mortier témoin et reste la plus performante en termes de résistance.

❖ Résistance mécanique à la compression

Il a été également constaté que la diminution de R_c avec l'augmentation de la quantité d'additifs est presque linéaire pour les deux séries de mortier. Mais le taux de diminution est plus important pour la série MBD: de -13,3 à -51,5% (entre 5 et 25% en masse de BD). Tandis que pour la série MBDC, la diminution est plutôt constatée à partir de 10% en masse de BD: de -16,5% à -32,6% (entre 10 et 25% en masse de BD).

Un effet décroissant systématique des deux additifs sur la résistance, avec la différence au niveau de l'intensité, peut être suggéré en fonction de leur propriété pouzzolanique commune et la quantité de phase amorphe. En effet, l'activité pouzzolanique et la quantité de phase amorphe sont respectivement de 748 mg (CH)/g et 30,8% pour la bauxite brute contre 999,9 mg (CH)/g et 51,2% pour la bauxite calcinée. La diminution de R_c , observée dans les deux séries de mortier est en rapport directe avec l'effet de substitution du ciment par la bauxite comme il a été rapporté par *Pera et collaborateurs* et *Ribeiro et collaborateurs* (*Pera et al., 1997; Ribeiro et al., 2010*). Elle est également liée à l'influence du rapport eau/ciment. En effet, la résistance diminue avec l'augmentation du rapport E/C (*Guettala et Mezghiche, 2011*).

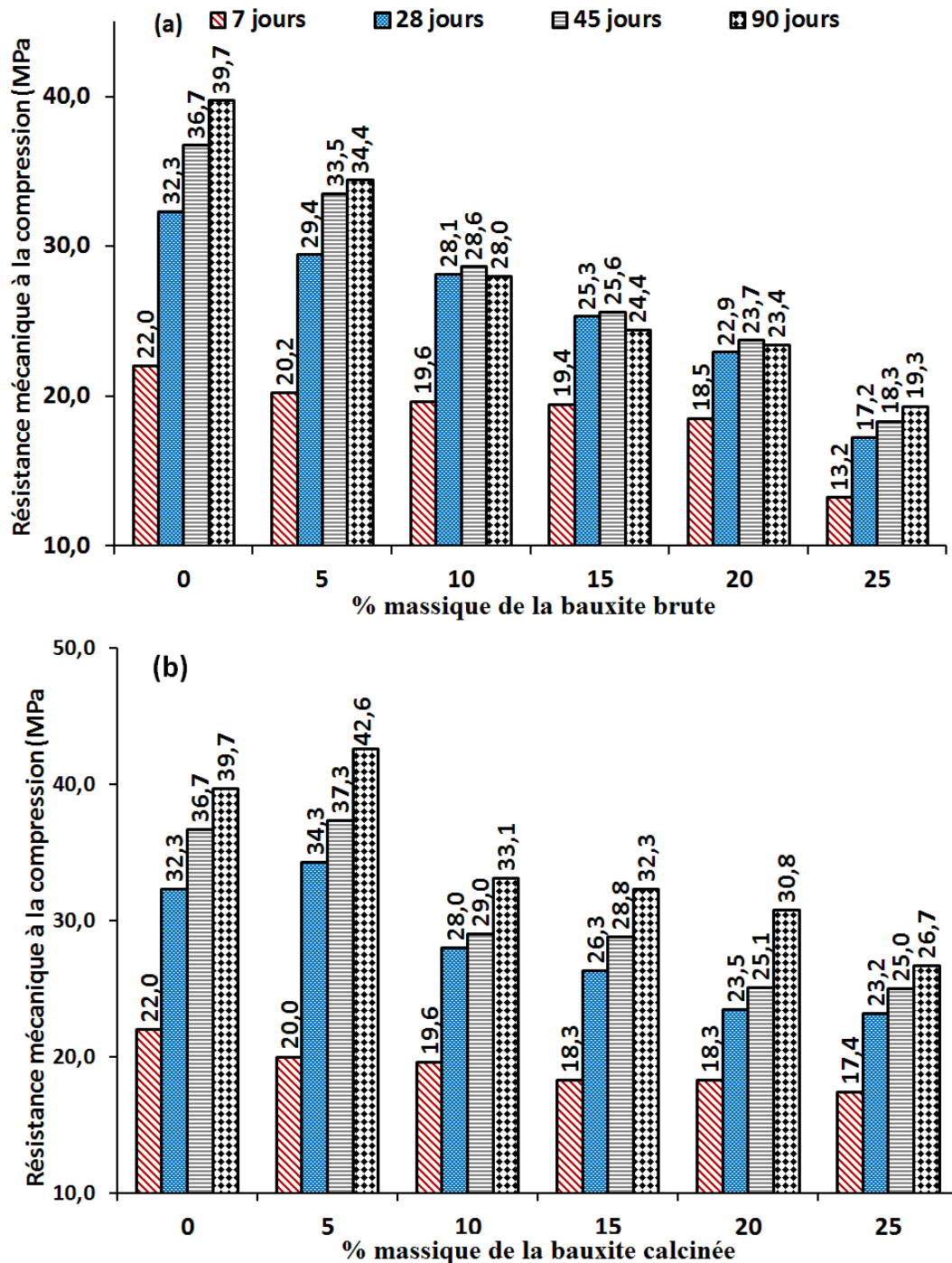


Figure 54: Évolution de la résistance mécanique en fonction du pourcentage de bauxite brute (a) et calcinée (b).

En définitive, on peut souligner que la bauxite calcinée a fourni des performances plus satisfaisantes que la bauxite brute. Même si les deux additifs sont des composés à base d'alumine, il existe une différence structurelle concernant la structure qui est cristalline pour la bauxite brute (gibbsite) et au contraire amorphe pour la bauxite calcinée (alumine métastable). On peut donc en déduire que la structure a un rôle déterminant sur la réactivité des composés ajoutés. Selon le traitement effectué sur la bauxite, il est possible de réduire la porosité par

rapport à celle du mortier témoin. Mais avec la bauxite brute, la valeur est restée élevée contrairement à la bauxite calcinée (Djangang et al, 2011; Harrad et al. 2019).

ii) Minéralogie et microstructure

❖ Phases structurales par diffraction des rayons X et spectrométrie IR

Les diffractogrammes DRX des poudres de mortiers à 90 jours d'âge (Figure 55a & b) ont révélé la présence du quartz et de la Portlandite dans tous les mortiers. Dans le cas des mortiers hybrides, on remarque la présence d'ettringite (E) et du monosulfoaluminate de calcium (Afm).

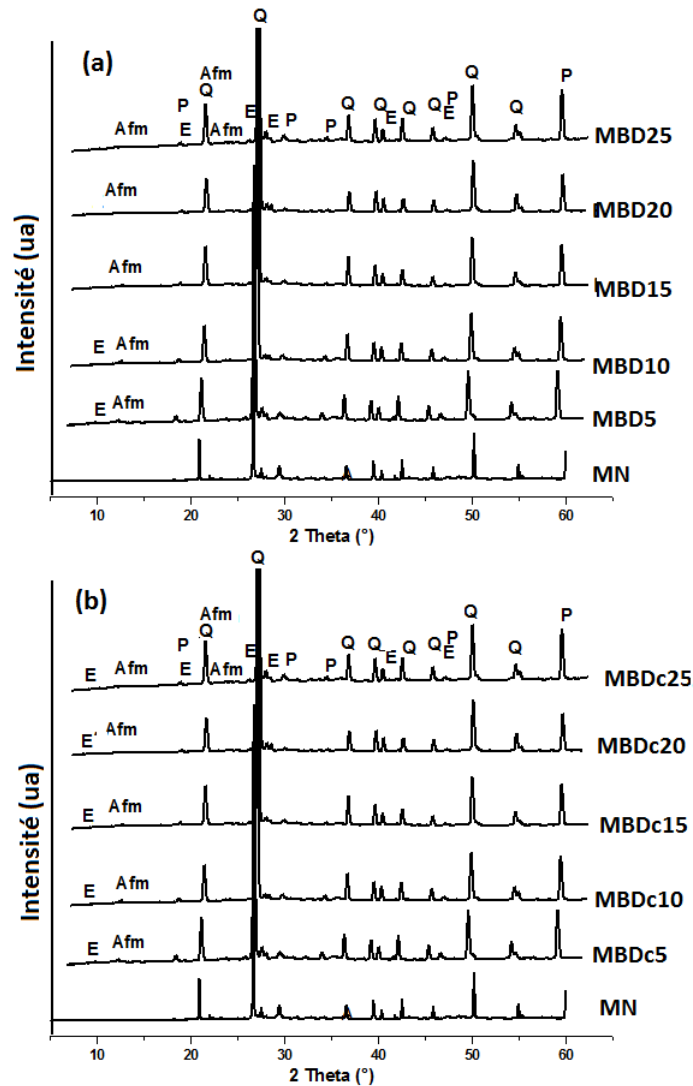


Figure 55: Diffractogrammes DRX des mortiers après 90 jours, a) MBD; b) MBDC; Portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (PDF: 44-148); E: Ettringite $\text{Ca}_6\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3(\text{OH})_{12}\cdot 26\text{H}_2\text{O}$ (PDF: 41-1451); Afm: Monosulfoaluminate $\text{Ca}_4\text{Al}_2\text{SO}_{10}\cdot 12\text{H}_2\text{O}$ (PDF: 45-158); Q: SiO_2 (PDF 89-8934).

Cependant, dans le cas des mortiers MBD contenant la bauxite brute, l'ettringite n'a été trouvée que pour les additions de 5 et 10% en masse. Elle n'a plus été identifiée dans les mortiers hybrides contenant respectivement 15, 20 et 25% en masse de BD.

Le quartz provient principalement du sable ajouté comme agrégat dans les pâtes liantes. Les autres phases mentionnées sont connues comme des produits hydratés secondaires à côté du composé principal, le gel de type C-S-H/C-(A)-S-H. L'ettringite est en fait un produit de premier âge formé après le mélange du ciment et de l'eau (Scrivener, 2005; Brykov et al., 2012). Sa quantité diminue progressivement avec la poursuite de l'hydratation en fonction de la composition du matériau de départ. Ceci a favorisé la formation d'autres phases, telle que l'AFm basée sur l'équilibre entre l'alumine et le sulfate entre autres. En effet, la présence de plus d'alumine que de sulfate favoriserait éventuellement la formation du monosulfoaluminate, explication qui est applicable dans le cas des mortiers à base de bauxite brute. Dans le cas des mortiers MBDC contenant la bauxite calcinée, la plus grande réactivité de l'alumine peut être envisagée puisque l'ettringite et le monosulfoaluminate coexistent quel que soit le taux d'additif minéral dans le mélange.

La composition minéralogique des mortiers a été confirmée par la spectrométrie infrarouge (IRTF) dont les spectres sont présentés sur la *Figure 56*. Les spectres des deux séries de mortiers hybrides et ceux du mortier témoin présentent des bandes d'absorption similaires. Les bandes d'absorption caractéristiques de O-H dans la Portlandite (CH) peuvent être observées autour de 1400 et 1000 cm^{-1} alors que celles de S-O dans l'ettringite (E) sont à 700 cm^{-1} et autour de 1100 cm^{-1} (Farcas et al., 2001; Brykov et al., 2012; Bordy et al., 2016).

La forme des bandes entre 1000 et 1100 cm^{-1} est presque identique à celle des bandes du mortier témoin; ce qui suggère la prévalence de l'absorption de O-H de la Portlandite dans cette zone. Ceci corrobore l'absence ou la présence à la limite non détectable d'ettringite dans les mortiers contenant 15 à 25% en masse de BD et sa faible quantité dans MBD5 et MBD10 telle que déduite de la DRX (*Figure 55a*).

Dans le cas de la série MBDC où la Portlandite et l'ettringite coexistent dans tous les mortiers formulés, comme on peut le voir sur les diffractogrammes DRX (*Figure 55b*), la superposition des bandes d'absorption O-H (dans la Portlandite) et S-O (dans l'ettringite) a conduit à une forme de scission qui est de plus en plus visible à mesure que la quantité d'additif minéral augmente. On peut donc conclure que la bauxite calcinée a favorisé la stabilité de l'ettringite dans les mélanges; capacité qui est limitée avec la bauxite brute. De même, les groupes O-H de l'eau (H) issus de l'hydratation peuvent être mis en évidence par la bande à 3400 cm^{-1} et au voisinage de 1500 cm^{-1} . Des bandes de vibration d'étirement C-O, également connues sous le nom de bandes en triplets de calcite ont été observées autour de 1400, 870 et 700 cm^{-1} ; le groupe carbonate peut être indiqué même s'il n'a pas été identifié par DRX (Farcas

et al., 2001; Benosman et al., 2005; Bordy et al., 2016). Les bandes autour de 780, 530 et 450 cm^{-1} sont dues à la liaison Si-O du quartz.

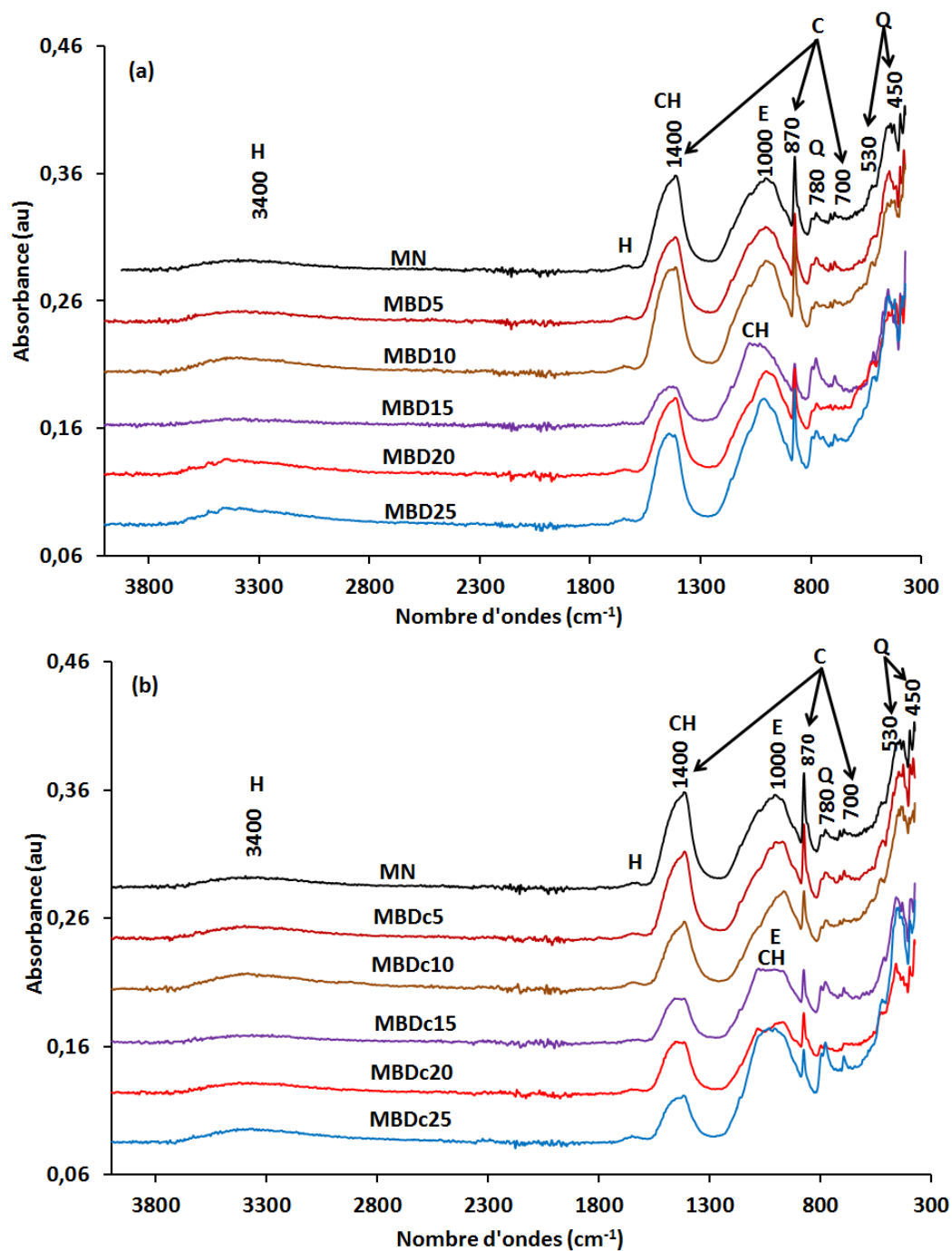


Figure 56: Spectres infrarouges des mortiers après 90 jours (a) avec BD; (b) avec BDc

H: eau, CH: portlandite; E: ettringite; C: calcite; Q: quartz.

Microstructure par microscopie optique

Les images au microscope optique des mortiers, à 0, 5, 10 et 15% de bauxite (BD et BDc) après 90 jours sont présentées sur la *Figure 57*.

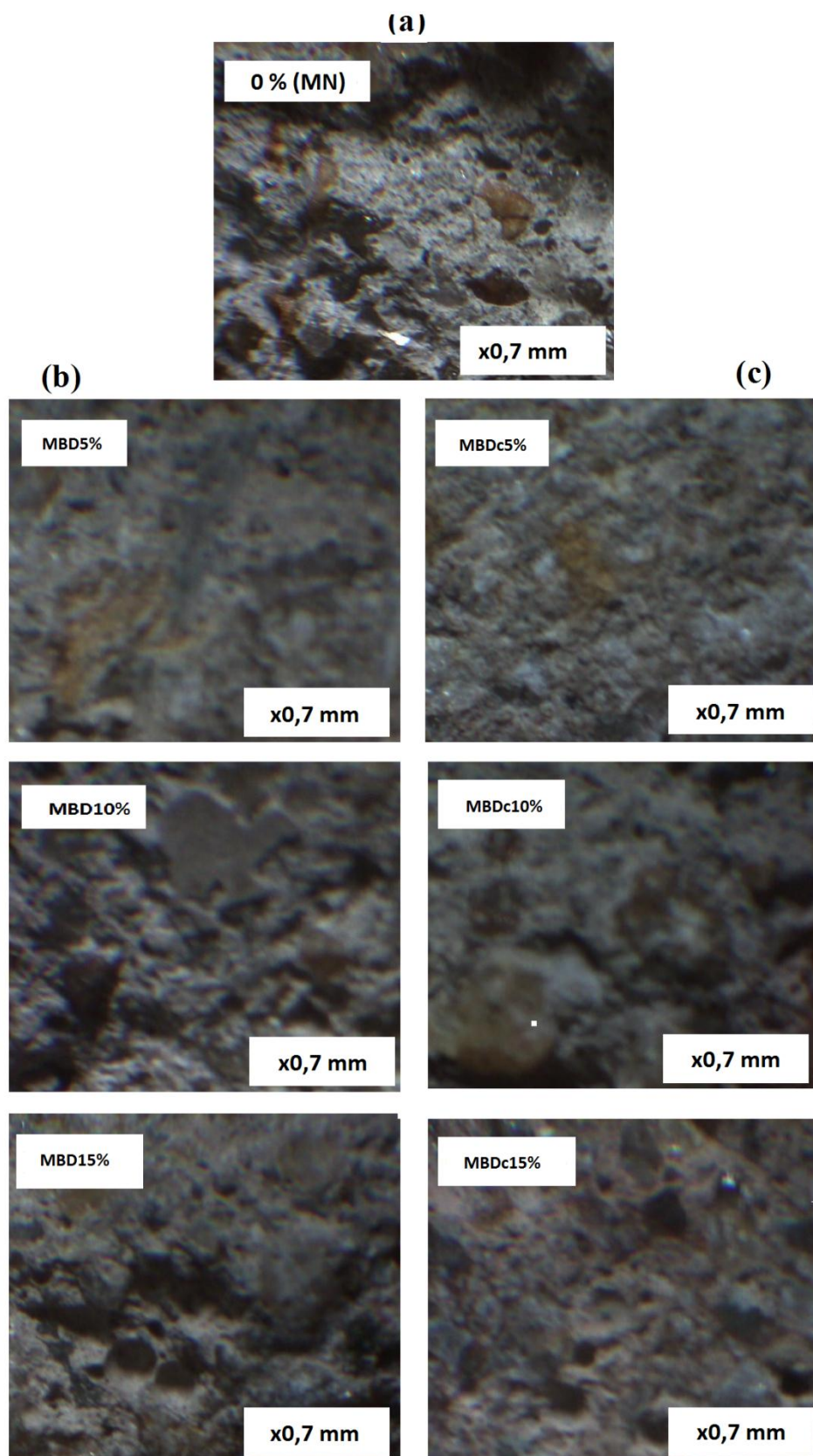


Figure 57: Microstructure des échantillons de mortiers, (a) Mortier témoin; (b) mortiers avec bauxite brute; (c) mortiers avec bauxite calcinée.

Ces images révèlent une morphologie hétérogène pour tous les mortiers. La seule différence se situe au niveau de la compacité, de la distribution et de l'interconnexion des différentes phases granulaires visibles dans la phase continue de la matrice. Cette morphologie semble moins compacte avec une forte présence de pores dans le mortier témoin. Avec l'augmentation de la quantité d'additifs minéraux et indépendamment du type, il y a une tendance à la réduction des pores au seuil de 90 jours. Les phases hydratées formées pendant l'hydratation, comme le démontrent les analyses DRX, réduisent les espaces entre les particules; ce qui entraîne un réarrangement et, évidemment, une réduction de la porosité. En se référant aux conclusions tirées par *Dalod et collaborateurs*, on peut déduire que le changement de microstructure est étroitement lié au processus de formation de l'ettringite et du monosulfoaluminate hydraté qui sont responsables du colmatage partiel des pores (*Chen et al., 2010; Dalod et al.; 2014; Ikumi et al., 2019*). En conséquence, la compacité progressive avec la quantité d'additif minéral peut être établie comme une réponse évidente à la présence relative des phases secondaires susmentionnées. Par ailleurs, la réduction de la porosité, précédemment observée est corrélée par la microstructure qui montre une augmentation de la compacité de la matrice et de la connectivité des particules avec l'ajout de bauxite.

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

Ce travail avait pour objectif de caractériser deux variétés d'argile et une bauxite provenant de Kindia (Guinée), d'en déduire les potentiels domaines d'application et d'expérimenter leurs utilisations dans les compositions céramiques et la formulation des liants hydrauliques. Pour ce faire, les compositions chimique et structurale des trois échantillons de matériaux ont été déterminées entre autres par fluorescence des rayons X, diffraction des rayons X, spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier, analyse thermique différentielle et gravimétrie. Leur frittage a été étudié par l'analyse dilatométrique de même que certaines de leurs propriétés physiques comme la surface spécifique par absorption au bleu de méthylène, la pouzzolanicité, la plasticité, la distribution granulométrique pour ne citer que celles-là. Les résultats ont montré ce qui suit:

➤ les deux argiles dénommées l'une ABD et l'autre ARD, contiennent chacune la kaolinite et la muscovite comme principaux minéraux phyllosilicates. Les teneurs étant respectivement 57,40% et 27% pour ABD contre 55,10% et 19,90% pour ARD. Les minéraux non-argileux identifiés sont la goéthite, l'hématite, l'anatase, la gibbsite et le quartz fin avec une teneur de 11,30% pour ABD et 18,30% pour ARD. Ce sont des argiles plastiques principalement constituées de fines particules. Le comportement au frittage jusqu'à 1200°C des deux argiles est presque similaire et principalement contrôlé par la teneur en minéraux plastiques. Toutes deux se densifient de manière satisfaisante, la seule différence survient au niveau de la vitesse de densification qui est plus accentuée pour ABD du fait de sa teneur plus élevée en muscovite. Malgré la réactivité additionnelle du quartz due à la finesse de ses particules, la prédominance de son rôle de dégraissant contribue à l'obtention d'un faible retrait linéaire global à la cuisson: 4,5% pour ABD et de 3,8% pour ARD. L'étude de corrélation entre les caractéristiques physicochimiques et leur comportement thermique a permis d'identifier la température de 1173°C comme optimale pour une mixture ABD-ARD avec un retrait suffisamment plus faible (1,3%); ce qui conduirait à un produit beaucoup plus performant en termes de stabilité dimensionnelle lors de la cuisson. C'est d'ailleurs un outil de base pour la simulation des mélanges, car ces différentes propriétés pourraient favoriser leur utilisation dans des formulations nécessitant une stabilité dimensionnelle. Les densités absolues des poudres obtenues par tamisage humide sans refus à 80 µm sont proches de celles de la kaolinite; ce qui

suggère un comportement similaire au tassement, paramètre important pour le façonnage des mélanges de haute performance. La surface spécifique est de 42,2 m²/g pour ABD et 23,3 m²/g pour ARD. Le taux de phase amorphe est de 34,6% pour ABD et 29,6% pour ARD. La pouzzolanité chimique est de 299,2 mg/g de CH pour ABD contre 20 mg/g de CH pour ARD. Ces valeurs sont plus ou moins limitées, mais avec le traitement thermique des deux matériaux à 600°C, elles ont largement augmenté de manière à satisfaire les exigences pour que ces argiles soient utilisables dans la formulation des liants alternatifs comme les géopolymères et les ciments hydrauliques hybrides;

➤ les éprouvettes à base des deux argiles après traitement thermique entre 700 et 1100°C ont des propriétés proches de celles des céramiques vitrifiées: la masse volumique varie de 2,1 à 2,5 g/cm³ pour ABD et de 1,5 à 1,8 g/cm³ pour ARD; la porosité ouverte décroît de 24,8 à 10,7% pour ABD et de 34 à 14,7% pour ARD avec un taux d'absorption d'eau consécutif qui varie de 12,7 à 8,6% et de 17,4 à 11,7% respectivement pour ABD et ARD; la résistance à la flexion croît de 7,2 à 20,1 MPa pour ABD et de 5,3 à 14,8 MPa pour ARD. En plus, les éprouvettes des deux argiles gardent une coloration claire, donc modifiable au besoin par les ajouts des oxydes colorants;

➤ la bauxite quant à elle contient principalement la gibbsite qui est un composant efficace pour l'amélioration des propriétés des céramiques réfractaires, car elle forme de l'alumine réactive in situ. L'hématite est également présente à une teneur considérable de manière à ce que sa coloration rouge s'impose aussi bien à l'échantillon brut qu'à son produit de calcination à 600°C. La teneur en phase amorphe de l'échantillon à l'état brut, BD, passe de 30,8% à 51,2% pour la bauxite calcinée BDc; de même, l'indice chimique de pouzzolanité augmente de 748 à 999,9 mg/g de portlandite fixée. Ce qui démontre que la bauxite brute a les caractéristiques requises pour servir dans les formulations des ciments alternatifs. Toutefois, le traitement thermique à 600°C est un moyen intéressant pour améliorer ces caractéristiques. En outre, cet échantillon de bauxite présente une densification élevée pendant son traitement thermique jusqu'à 1200°C avec un faible retrait linéaire à la cuisson de 3,2%. Ce qui est favorable à son utilisation dans la production des céramiques réfractaires avec contrôle de dimensions;

➤ La substitution de 5 à 25% en masse de ciment portland par la bauxite brute et calcinée à 600°C pour la formulation des mortiers montre que ces ajouts sont des additifs minéraux chimiquement actifs qui réduisent l'ouvrabilité et le temps de prise du mortier à l'état frais. A l'état durci, ils favorisent un retrait minimal des mortiers et l'obtention des résistances mécaniques satisfaisantes. En effet, la résistance minimale à la compression est supérieure à 13

MPa pour la série des mortiers hybrides issus de la bauxite brute (MBD) et 17 MPa pour ceux issus de la bauxite calcinée (MBDc). Même ces valeurs minimales restent acceptables pour les applications structurales et les activités de construction secondaire selon de nombreuses normes.

En définitive, ces argiles conviennent pour des compositions céramiques denses qui nécessitent une capacité plastique suffisante et une stabilité dimensionnelle accrue lors de la cuisson, comme la porcelaine et les grés cérames. La bauxite brute quant à elle, favorisant une porosité élevée, est plus appropriée dans les applications des matériaux poreux comme les filtres et les membranes cellulaires. Alors que, la bauxite calcinée à 600°C offre les meilleures performances mécaniques et physiques pour les applications structurelles et d'étanchéité; la formulation à 5% étant la meilleure.

En perspective, il importe de poursuivre les investigations qui entrent dans le cadre de la valorisation des ressources argileuses et bauxitiques de la République de Guinée pour inciter la mise sur pied de l'industrie céramique, réfractaire et cimentière. Pour ce faire, les études vont s'étendre sur l'application des argiles et de la bauxite dans la formulation des ciments géopolymères et des produits réfractaires.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Abzalov M. Z. & Bower J. *Geology of bauxite deposits and their resource estimation*. Applied Earth Science 123 (2), 111-134 (2014).
- Achour A. *Etude des performances des mortiers renforcés de fibres naturelles : valorisation des plantes locales*. Thèse de l'Université Aboubakr Belkaïd-Tlemcen, 101p (2017).
- Acker P. *Retraits et fissurations du béton*. Documents scientifiques et techniques, Association française pour la construction (AFPC), Avenue Aristide Briand, 46, Bagneux, France f-92223 (1992), 42P.
- AFNOR EN 100, *Carreaux et dalles céramiques, Détermination de la résistance à la flexion* p 7 (1982).
- Aggarwal P. & Gupta Y. *Effect of bottom ash as replacement of fine aggregates in concrete*. Asian Journal of Civil Engineering (Building and Housing), 49-62 (2007).
- Aliprandi G. *Matériaux réfractaires et céramiques techniques*. Septima, Paris, (1979), 612P.
- Aliprandi G. *Matériaux réfractaires et céramiques techniques*. Septima Paris, (1996).
- Allen T. *Particle size measurement: Powder sampling and particle size*, Volume 1, 5th edition, Chapman and Hall, London. (2003) 552P.
- Al-Mukhtar M. & Beck K. *Caractéristiques d'un mortier à base de chaux et de poudre de roche pour la restauration des monuments*. Rencontre Internationale sur le Patrimoine Architectural Méditerranéen, Meknès, Maroc. RIPAM, 6p, 26-28 (2005).
- Alonso S. & Palomo A. *Alkaline activation of metakaolin and calcium hydroxide mixtures: influence of temperature, activator concentration and solids ratio*. Materials Letters, volume 47(1-2) 55-62 (2001).
- Ambroise J., Maximilien S., Pera J. *Properties of metakaolin blended cements*. Advanced cement based materials. 1, 731-748 (1994).
- Arab P. B., Araújo T. P. & Pejon O. J. *Identification of clay minerals in mixtures subjected to differential thermal and thermogravimetry analyses and methylene blue adsorption tests*. Applied Clay Science; 114, 133-140 (2015).
- Artigas, R., Rodas, M., Sanchez, C. J., Mas, R., Dondi, M., & Arribas, J. *Clayey materials from the Sierra de la Demanda Range (Spain): their potential as raw materials for the building ceramics industry*. Clay minerals, 40(1), 25-41(2005).

- 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 (2008).
- ASTM C1531. *Standard Test Methods for In Situ Measurement of Masonry Mortar* (2016).
- 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, (2008).
- Assollant D. B. *Chimie physique du frittage*. Hermes Paris (1993).
- Baccour-Zghal H., Medhioub M. & Mhiri T. *Caractérisation physicochimique et mécanique de matériaux Céramiques obtenus à partir des argiles tunisiennes*. Verres, Céramiques & Composites, Vol.1, N°2, 25-33 (2011).
- Baenla J., Bike Mbah J. B., Djon Li Ndjock I.B., Elimbi A. *Partial replacement of low reactive volcanic ash by cassava peel ash in the synthesis of volcanic ash based geopolymer*. Construction and Building Materials 227, 116689 (2019).
- Bailey S. W., Brindley G. W., Johns W. D., Martin R. T., and Ross M. *Clay Mineral Society report of nomenclature committee 1969-1970*. Clays and Clay Minerals, 19, 132-133 (1971).
- Baize D. et Girard M.C. *Référentiel pédologique*. INRA, 220 p (1995).
- Bardossy G. *Carboniferous to Jurassic Bauxite deposits as paleoclimatic and Paleogeographic indicators*. Global Environments and Resources, 17, 283-293 (1994).
- Batana F. Z., Taouti M. B., Guibadj, A. *Cinétique de l'adsorption du bleu de méthylène sur bentonite brute et traitée*. Algerian Journal of Environmental Science and Technology, 5(4) 1113-1120 (2019).
- Ben R. H., Pons C. H., Tessier D. *Factor affecting the microstructure of smectites. Role of cation and history of applied stresses*. Proceeding of international Clay Conference, Denver, ed. Schults L. G., Van Olphen H. And Mumpton F. A., 292-297 (1987).
- Bénezet J. C & Benhassaine A. *Influence de la taille des particules sur la réactivité pouzzolanique des poudres de quartz*. Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées - 219 - Réf. 4171 - PP. 17-28 (1999).
- Benkaddour M., Kazi F., Aoual A. S. *Durabilité des mortiers à base de pouzzolane naturelle et de pouzzolane artificielle*. Revue Nature et Technologie. 01, 66-73 (2009).
- Benosman A. S., Taïbi H., Mouli M., Belbachir M. *Application of infrared Fourier transform (IRTF) spectrometry for characterizing anhydrous cement and the hydration of polymer-mortar composites*. Phys. Chem. News 26 (2005).

- Bergaya F., Theng B. K. G., Lagaly G. *Development of clay Science*. Handbook of clay science. vol.1, Amsterdam, 1224p. (2006).
- Bessa-Badreddine A., et Gallias J. L. *Etude de la contribution des additions minérales aux propriétés physiques, mécaniques et de durabilité des mortiers*. Thèse de doctorat en génie civil. Université de Cergy-Pontoise (2004).
- Besq A., Malfoy C., Pantet A., Monnet P., & Righi D. *Physicochemical characterisation and flow properties of some bentonite muds*. Applied Clay Science, 23(5-6), 275-286 (2003).
- Bich C, J. Ambroise, J. Péra. *Influence of degree of dehydroxylation on the pozzolanic activity of metakaolin*. Applied Clay Science 44, 194–200 (2009).
- Bitar Z. *Influence de la surface spécifique des ciments aux ajouts minéraux (calcaire) sur le comportement mécanique du mortier*. Thèse de doctorat, Université Mohamed Boudiaf-M'sila (2016).
- Blanchart P. *Matières premières minérales des céramiques silicatées*. Verres et céramiques, 6e édition, Réf : N4800, v1 (2014).
- Boch P. *Matériaux et processus céramiques*. Hermes Sciences, Paris, 109 - 139 (2001).
- Bordy A., Akli Younsi A., Aggoun S., Fiorio B. *Cement substitution by a recycled cement paste fine: Role of the residual anhydrous clinker*. Construction and Building Materials 132, 1–8 (2017).
- Bouchet A., Meunier A., & Sardini P. *Minéraux argileux: structure cristalline, identification par diffraction de rayons X* (Vol. 23). Editions Elf Exploration (2000).
- Boudchicha M. R. *Étude de la cristallisation et des propriétés mécaniques et diélectriques de céramiques préparés à partir de Kaolin-dolomite*. Thèse doctorat, Université El-Hadj Lakhder –Batna (Algérie) 145p. (2010).
- Bouderbala C., & Makhdoumi H. *Etude de l'influence de l'ajout de la pouzzolane sur les caractéristiques physico-chimiques et mécaniques du ciment/cas de la Cimenterie de Hamma Bouziane, Constantine*. Doctoral dissertation, Ecole Nationale Supérieure des Mines et de la Métallurgie (2019).
- Boulvert Y. *La Guinée: atouts et handicaps au seuil du troisième millénaire*. Géographie, Paris-société de géographie, 55-75 (2003).
- Bourissai M. *Comportement thermo-chimio-hydro-mécanique d'un ciment pétrolier au très jeune âge en conditions de prise HP/HT: approche expérimentale et analyse par changement d'échelle*. Doctoral dissertation, Paris Est (2010).

- Brewster A. J., Brewster M., & Evans D. T. *Application des réfractaires d'alumine-magnésie-graphite dans le cadre des poches à acier et poches torpilles*. *Revue de Métallurgie*, 90(3), 369-378 (1993).
- Brindley G. W., & Brown G. Quantitative X-ray mineral analysis of clays. *Crystal structures of clay minerals and their X-ray identification*, 5, 411-438 (1980).
- Brindley G. W., Nakahira M. *The kaolinite-mullite reaction series: I, a survey of outstanding problems*. *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 42, 311-314p. (1959).
- Brindley G.W, *Thermal oxidation and reduction reactions of clay minerals*. A.C.D. Newman (Ed.), *Chemistry of Clays and Clay Minerals*, Mineralogical Society Monograph No. 6, London, (1987).
- Brykov A. S., Vasil'ev A. S., and Mokeev M. V. *Hydration of Portland cement in the presence of high activity aluminum hydroxides*. *Russian Journal of Applied Chemistry*, 85 (12) 1793–1799 (2012). DOI: 10.1134/S1070427212120014.
- Bulteel D., Garcia-Diaz E., Vernet C., Zanni H. *Alkali–silica reaction : A method to quantify the reaction degree*. *Cement and Concrete Research* 32, 1199–1206 (2002).
- Bur N., Roux S., Delmas L., Géraud Y. & Feugeas F. *Porosité des mortiers et bioréceptivité*. *Matériaux & Techniques*, 98, 31–40 (2010). DOI: [10.1051/mattech/2009047](https://doi.org/10.1051/mattech/2009047).
- Caillère S., Henin S., Rautureau M. *Les argiles*. Septima, Paris 126.p , (1989).
- Caillère S., Henin S., Rautureau M. *Minéralogie des argiles: classification et nomenclature*. Masson, Paris, 1-189p. (1982).
- Cailleux A. *Munsell soil colour charts: Quoted in part from U.S. Dept. agriculture handbook, 18-Soil survey manual, Baltimore Maryland Boubée* (1975).
- Callister W. *Materials Science and Engineering*. John Wiley & Sons, 4th edition (1997).
- Campbell B. Le secteur de la bauxite en République de Guinée : ajustement structurel et restructuration internationale de l'industrie de l'aluminium. In: *Tiers-Monde*, tome 34(133) 187-208 (1993). doi : <https://doi.org/10.3406/tiers.1993.4833>.
- Carty W. M. *The colloidal nature of kaolinite*. *The American Ceramic Society Bulletin*, 78, 72-76 (1999).
- Cases J. M., Lietard O., Yvon J., Delon J. F. *Etude des propriétés cristallographiques, morphologiques et superficielles de la Kaolinite désordonnée*. *Bull. Minéral.* 105, 439-457p. (1982).
- Chen C. Y., Lan G. S., Tuan W. H. *Microstructural evolution of mullite during the sintering of kaolin powder compacts*. *Ceramics International* 26 (7), 715-720p. (2000).

- Chen D. *Modélisation du comportement hydromécanique d'un mortier sous compression et dessiccation*. Thèse de doctorat ; Université des Sciences et Technologies de Lille, (2005).
- Chen X., Wu S., & Zhou J. Influence of porosity on compressive and tensile strength of cement mortar. *Construction and Building Materials*, 40, 869-874 (2010).
- Chiappone A., Marello S., Scavia C., and Setti M. *Clay mineral characterization through the methylene blue test: comparison with other experimental techniques and applications of the method*. *Canadian Geotechnical Journal*, 41(6), 1168-1178 (2004).
- Christidis G.E. *Industrial Clays*. EMU Notes in Mineralogy, 9, Chapter 9, 341-414 (2011).
- Cimbéton. *Les constituants des bétons et des mortiers*. Paris(2005).
- Clodic L. *Modelisation thermodynamique et cinétique de l'hydratation du ciment portland*. Thèse de doctorat, Université Orléans (1994).
- CSTB: Centre Scientifique et Technique du Bâtiment; N° d'identification : QB 11 ; N° 06 ; Date de mise en application : (2019).
- Cyr M. *Contribution à la caractérisation des fines minérales et à la compréhension de leur rôle joué dans le comportement rhéologique des matrices cimentaires*. Thèse en cotutelle de l'institut national des sciences appliquées de Toulouse et l'université de Sherbrooke, 217p. (1999).
- Dai Y. S, Tan Y. H., Wu J. H., Wang Y. et Lu C. H. *Propriétés du mortier de coulis modifié à la bauxite minérale par activation chimique*. *Journal of Materials in Civil Engineering* , 28 (8): 04016057 (2016).
- Dalod E., Govin A., Guyonnet R., Grosseau P., Lors C., & Damidot D. *Influence of the chemical composition of mortars on algal biofouling*. *International Conference on Calcium Aluminates* (pp-523). IHS BRE Press (2014).
- Damigos E. *Déshydratation de la boehmite en alumine de transition. Étude thermodynamique et structurale*. Thèse de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, France (2013).
- Diatta T. M. *Matières premières argileuses du Sénégal: caractéristiques et applications aux produits céramiques de grande diffusion*. Doctoral dissertation, Université de Limoges, (2016).
- Dean J.A. *Analytical chemistry handbook*, New York: Mc Graw-Hill, 1995.
- Deboucha W., Leklou N., Khelidj A., & Oudjit M. N. *Hydration development of mineral additives blended cement using thermogravimetric analysis (TGA): Methodology of*

- calculating the degree of hydration*. Construction and Building Materials, 146, 687-701 (2017).
- Decarre A. *Matériaux argileux: structures, propriétés et applications*. Edition SMFC-GFA, Paris (1990).
- Devey M. *La Guinée*. KARTHALA Editions (2009).
- Diop M. B., Esteoule J., Bouguerra A., & Lo P. G. *Essais systematiques de validation de formulations de sable senegalais pour l'elaboration d'un sable normalise*. Bulletin of Engineering Geology and the Environment, 61(1), 79-86 (2002).
- Djangang N. C., Kamseu E., Tchamo C.C., Capsoni D., Elimbi A., Njopwouo D. *Sustainable binders from high amount of gibbsite associate with kaolinitic clay*. Ann. Chim Sc. Mat. 39 (1-2), 75-91 (2015).
- Djangang C. N., Kamseu E., Ndikontar M. K., Nana G. L. L., Soro J., Melo U. C., & Njopwouo, D. *Sintering behaviour of porous ceramic kaolin–corundum composites: phase evolution and densification*. Materials Science and Engineering: A, 528(29-30), 8311-8318 (2011).
- Djangang N C. *Argiles kaolinitiques de Mayouom et de Mvan : caractérisation et utilisation dans l'élaboration des matériaux réfractaires*. Thèse de l'Université de Yaoundé 1p.131 (2007).
- Diaz E. I., Allouche E. N., Eklund S. *Factors affecting the suitability of fly ash as source material for geopolymers*. Fuel 89 992-996 (2010).
- Djon Li Ndjock B. I. ; Baenla J. ; Bike Mbah J. B.; Elimbi A.; Cyr M. *Amorphous phase of volcanic ash and microstructure of cement product obtained from phosphoric acid activation*. SN Applied Sciences, 2(4), 1-10 (2020).
- Donatello S., Tyrer M., Cheeseman C. R. *Comparison of test methods to assess pozzolanic activity*. Cement and Concrete Composites, 32, 121–127 (2010).
- Dondi M., Guarini G., Ligas P., Palomba M., Raimondo M. *Chemical mineralogical and ceramics properties of kaolinitic materials from the Tresnuraghes mining District (Western Sardinia, Italy)*. Applied clay science, 18, 145-155 (2001).
- Dreux G. *Nouveau guide du béton*. Edition, Eyrolles - Paris, 29-41 (1998).
- Dron R. & Brivot F. *Bases minéralogiques de sélection des pouzzolanes*. Bull. Liaison Labo. P. et, 105-112 (1977).
- Duchaufour Ph. *Abrégé de Pédologie. Sol, végétation, environnement*. Masson, Paris, 291 p (1997).

- Dupain R., Lanchon R., Saint-Arroman J-C. *Granulat, sols, ciment et béton*. Edition Casteilla-Paris (2004).
- Elenga R. G. *Propriétés des sables utilisés dans la construction au Congo et formulation d'un sable normalisé local*. Sciences Appliquées et de l'Ingénieur, 3(1), 7-13 (2019).
- Elimbi A. & Njopwouo D. *Firing characteristics of ceramics from the Bomkoul kaolinitic clay deposit (Cameroun)*. Tile & brick International, 18(6), 364-369 (2002).
- Elimbi A. *Etude du comportement thermique et des produits de cuisson (1000-1450°C) des argiles kaolinitiques de Bomkoul (Cameroun). Effets de l'incorporation des adjuvants minéraux locaux*. Thèse de doctorat d'État, Univ. Yaoundé I (2004).
- EN 196-1. *Méthodes d'essais des ciments - Partie 1: détermination des résistances mécaniques* (2006).
- EN 196-3. *Méthodes d'essai du ciment - Partie 3: Détermination des temps de prise et de la solidité*. Praha: Office tchèque des normes, de la métrologie et des essais (2017).
- Essaidi N., Leybros P., Joussein E., & Rossignol S. *The Role of Alkaline Earth Ions in Geopolymer Binder Formation*. In Developments in Strategic Ceramic Materials II: A Collection of Papers Presented at the 40th International Conference on Advanced Ceramics and Composites, January 24-29 (2016). Daytona Beach, Florida, 611, p. 83). John Wiley & Sons.
- Farcas F., Touze P., *La spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) Une méthode intéressante pour la caractérisation des ciments*. Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées, 77-88 (2001).
- Farmer W. C. *The infrared spectra of minerals*. Mineralogical Society, 4, 331-359 (1974).
- Ferraz E., Andrejkovicova S., Hajjaji W., Velosa A. N., Silva A. S. and Rocha F. *Pozzolanic activity of metakaolins by the french standard of the modified Chapelle test: a direct methodology*. Acta Geodyn. Geomater., 12 - 3 (179), 289-298, (2015). DOI: I0.13168/AGG.2015.002.
- Fitos M., Efstratios B. G., Sotirios G. T. Perraki M. *Pozzolanic activity of thermally and mechanically treated kaolin of hydrothermal origin*. Applied Clay Science 116-117, 182-192 (2015).
- Frohard F. *Durabilité des éco-bétons : Impact des additions cimentaires alternatives sur la corrosion des armatures dans les bétons armés*. Thèse de doctorat de l'université Paris Est et de l'Université de Sherbrooke, 304p. (2014).
- Fysh S. A., & Fredericks P. M. *Fourier transform infrared studies of aluminous goethites and hematites*. Clays and Clay Minerals, 31(5), 377-382 (1983).

- German M. R. *Liquid phase sintering*, Plenum Press, New York (1985).
- Ghosh P. & Tran, Q. *Correlation between bulk and surface resistivity of concrete*. International Journal of Concrete Structures and Materials, 9(1), 119-132 (2015).
- Giovanni S. & Satoru S. *A statistical reappraisal of the relationship between liquid limit and specific surface area, cation exchange capacity and activity of clays*. Journal of Rock Mechanics and Geotechnical Engineering 11, 874-881 (2019).
- Grim R. E. **Clay Mineralogy : International Series in the Earth and Planetary Sciences**. F. Press, ed. New York : McGraw-Hill Book Compagny, 596pp (1968).
- Gondanga B S. *Matériaux argileux de l'Ombella M'Poko (Centrafrique): Caractérisation et étude des propriétés physiques et mécaniques des produits de cuisson*. Thèse de doctorat de l'Université de Yaoundé 1 (2020).
- Gong J., Chou, K., Huang, Z. Y., & Zhao M. *A quantitative study on packing density and pozzolanic activity of cementitious materials based on the compaction packing model*. In IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 62(1), 12-13 (2014).
- Goufi N. *Activation chimique de produits pouzzolaniques pour l'élaboration d'un nouveau ciment*. Thèse de doctorat, Université Mohamed Boudiaf, Algérie (2019).
- Gourouza M., Natatou I., Bayo K., Boos A. *Etude de l'adsorption d'ions fluorures par une bentonite du Niger*. J. Soc. Ouest-Afr. Chim. 036, 15-20 (2013).
- Grujić-Brojčin M., M. Šćepanović, Z. Dohčević-Mitrović, Z. V. Popović. *Infrared Study of Nonstoichiometric Anatase TiO₂ Nanopowders*. Science of Sintering, 38, 183-189 (2006).
- Gualtieri A, Belloto M, Artioli G, Clark S M. *Kinetic study of kaolinite-mullite reaction sequence. Part II: mullite formation*. Phys. Chem. Miner, 22, 215-222 (1995).
- Guettala S. & Mezghiche, B. *Influence de l'addition du sable de dune en poudre au ciment sur les propriétés des bétons*. European journal of Environmental and civil engineering, 15(10), 1483-1507 (2011).
- Guggenheim S. et Martin R. T. *Définition de l'argile et de l'argile minérale*. Rapport conjoint des comités de la nomenclature d'AIPEA et de la nomenclature CMS. Argiles et minéraux argileux, 43, 255-256 (1995).
- Guggenheim S., Adams J. M., Bain D.C., Bergaya F., Brigatti M.F., Drits V. A., Formoso M. L. L., Galan E., Kogure T. & Stanjek H. *Summary of recommendations of nomenclature committees relevant to clay mineralogy*. Report of the association Internationale pour l'étude des Argiles (AIPEA) Nomenclature Committee for 2006. Clays and Clay Minerals, 54 (6), 761-772 (2006).

- Guinebretiere R. *Diffraction des rayons X sur échantillons polycristallins*. Paris: Hermès (2002).
- Guy A. G. *Introduction to materials science*, McGraw-Hill New York (1972).
- Haddad A. Z., Pilgrim C. D., Sawvel A. M., Hohman J. N. and Gadgil A. J. *On the Conversion of Bauxite Ores to Highly Activated Alumina Media for Water Remediation*. *Advanced Sustainable Systems*, 3, Article ID: 1900005 (2019). <https://doi.org/10.1002/adsu.201900005>.
- Hajjaji M., Salah, K., Mohamed, B. *Mineralogy and firing characteristics of clay from valley of Ourika (Morocco)*. *Applied Clay Science* 21, 203-212 (2002).
- Hamidi M., Kacimi L., Cyr M., & Clastres P. *Etude de l'activité pouzzolanique d'une roche andésitique en Algérie*. In *MATEC Web of Conferences*, Vol. 2, p. 01007. EDP Sciences (2012).
- Hang P. T. & Brindley G. W. *Methylene blue absorption by clay minerals. Determination of surface areas and cation exchange capacities*. *Clay-organic studies XVIII*. *Clays and clay minerals*, 18(4), 203-212 (1970).
- Harben P. W.. *The industrial minerals handbook 2nd edition*, Metal Bulletin, London (1995).
- Hardjito D. et Rangan B. V. *Development and properties of low-calcium fly ash-based geopolymer concrete*. Research report GC1. Faculty of Engineering, Curtin University of Technology Perth, Australia 94 (2005).
- Harrad S., Wemken N., Drage D. S., Abdallah M. A. E., & Coggins A. M. *Perfluoroalkyl substances in drinking water, indoor air and dust from Ireland: implications for human exposure*. *Environmental science & technology*, 53(22), 13449-13457 (2019).
- Haussonne, J. M. *Céramiques et verres: principes et techniques d'élaboration*. Vol. 16. PPUR presses polytechniques (2005).
- Hinckley N. D. *Variability in "crystallinity" values among the kaolin deposits of the coastal of Georgia and south Carolina*. *Proc. 11th Nat Conf. on clays and clay miner*, Ottawa, 229-235 (1962).
- Holtz R.D. & Kovacs W.D. *Introduction à la géotechnique*. Edition de l'école polytechnique de Montréal, Québec, 808p. (1991).
- Houta N. *Dispersion de phyllosilicates et processus de frittage de céramiques silicatées* Thèse de doctorat de l'Université de Limoges (France) (2015).
- Ikumi T., Cavalaro S. H., & Segura I. *The role of porosity in external sulphates attack*. *Cement and Concrete Composites*, 97, 1-12 (2019).

- ISO N. 5017 (A). *Dense Shaped Refractory Products-Determination of Bulk Density, Apparent Porosity and True Porosity-products refractories fagones densest*, AFNOR, Saint-Denis, France (2013).
- ISO 17138. *Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Mechanical properties of ceramic composites at room temperature — Determination of flexural strength* (2014).
- Jastrzebski D. *The nature and properties of engineering materials*. 2nd edition, John Wiley & Sons, New York (1977).
- Jodin M. C. *De la prise en compte des hétérogénéités morphologiques et structurales vers l'interprétation de la réactivité globale d'un hydroxyde d'aluminium*. Thèse de doctorat de l' Université Henri Poincaré-Nancy I (2004).
- Johnson C. E. J. *Methylene blue adsorption and surface area measurements*. Paper presented at the 131st National Meeting of the American Chemical Society (1957).
- Jouenne C. A. *Traité de céramiques et matériaux minéraux*. Septima. Paris. (2001) 657p.
- Jouenne C. A. *Traité de céramiques et matériaux minéraux*. Septima, Paris, 657p. (1984).
- Jourdain A. *La technologie des produits céramiques réfractaires*. Gauthier-Villars, Paris (1966).
- Kabre S., Savadogo N., Lawane A., Messan A. *Physical Mechanical Properties and Durability of Mortars Containing Tuff from Burkina Faso as Partial Substitution of CEM I*. American Journal of Civil Engineering and Architecture, 6(2), 46-53 (2018).
- Kakali G, Perraki T, Tsivilis S, Badogiannis E. *Thermal treatment of kaolin: the effect of mineralogy on the pozzolanic activity*. Applied Clay Science 20, 73–80 (2001).
- Karfa T. *Frittage à basse température d'une argile kaolinitique du Burkina Faso. Transformations thermiques et réorganisations structurales*. Thèse de doctorat des Universités de Limoges et de Ouagadougou (2003).
- Karouia F. *Traitement thermique de boehmite de taille et forme de particules contrôlées : vers l'optimisation des propriétés de l'alumine gamma*. Thèse de doctorat, Université Toulouse 3, Paul Sabatier (UT3 Paul Sabatier), France, (2014).
- Kazi A-B F., Semcha A. et Kerdal D. *Influence des additions minérales sur la résistance mécanique des mortiers*. Afrique Science 07(2)16–26 (2011).
- Khan S. U., Nuruddin M. F., Ayub T., & Shafiq N. *Effects of different mineral admixtures on the properties of fresh concrete*. The Scientific World Journal (2014).

- Khokhar M., Rozière E., Grondin F., & Loukili A. *Effect of mineral additives on some of durability parameters of concrete*. In 2nd International Conference on Advances in Cement Based Materials and its Application to Civil Infrastructure (2007).
- Kingery W. D., Berg M. *Study of the initial stages of sintering solids by viscous flow, evaporation - condensation, and self - diffusion*. J. Appl. Phys. 26(10), 1205-1212 (1955).
- Kingery W.D. *Ceramic fabrication process*. M.I.T. Press, Massachusetts (1958).
- Kingery W.D., Bowen H.K, Uhlmann D.R. *Introduction to ceramics*. 2nd Edition, John Wiley & Sons, London (1976).
- Klopprogge J.T., Ruan H.D, Frost R. L. *Thermal decomposition of bauxite minerals: infrared emission spectroscopy of gibbsite, boehmite and diaspore*. Journal of Materials Science, 37(6), 1121-1129, (2002).
- Konrad J. M. & Valencia F. *Caractérisation des particules fines d'un matériau granulaire de fondation par l'essai au bleu de méthylène*. Rapport GCT-2008-0, Ministère des Transports du Québec. 54p. (2008).
- Laldji S., & Tagnit-Hamou, A. *Glass frit for concrete structures: a new, alternative cementitious material*. Canadian journal of civil engineering, 34 (7), 793-802 (2007).
- Lambercy E. *Les matières premières céramiques et leur transformation par le feu* (1993).
- Laoufi L., Senhadji Y., Benazzouk A., Langlet T., Mouli M., Benosman A. S. *Evaluation de la durabilité de mortiers pouzzolaniques exposés à une attaque chimique (Assessment of pozzolanic mortars sustainability exposed to chemical attack)*. J. Mater. Environ. Sci. 7 (5) 1835-1845 (2016).
- Lapoujade P., & Le Mat Y. *Traité pratique sur l'utilisation des produits réfractaires*. Syndicat National des Entrepreneurs et Constructeurs en Thermique Industrielle (SNECTI), Edition H. Viral (1986).
- Laribi S., Cojean, R., Audiguier, M., Grambin-Lapeyre, C., & Geremew, Z. *Essai d'adsorption de bleu de méthylène: influence de paramètres du protocole expérimental sur la valeur au bleu en fonction de la minéralogie des argiles*. Revue française de géotechnique (120-121), 83-90 (2007).
- Latroch N., Belbachir B., Benosman A.S., Taibi H., Ayed K., Mouli M. *Matériaux Composites mortier-polymère à bases des additions minérales : durabilité dans un environnement à tendance acide*. 33èmes Rencontres de l'AUGC, ISABTP/UPPA, Anglet, 27 au 29 mai (2015).

- Lavergne C. *Gites minéraux à tonnage évalué et production minérale du Québec*. Ministère de l'énergie et des ressources ; DV 85-08 (1985).
- Lawrence P., Cyr M., Ringot E. *Mineral admixtures in mortars, Effect of inert materials on short-term hydration*. Cement and concrete research, 33, 1939-1947 (2003).
- Lee S., Kim Y. J., Moon H.-S. *Phase transformation sequence from kaolinite to mullite investigated by an energy-filtering transmission electron microscope*. J. Am. Ceram. Soc., 82; 2841-48 (1999).
- Le Chatelier, M. L. *Sur l'emploi de la bauxite comme matière réfractaire*. Revue de Métallurgie, 13(9-10), 319-323 (1916).
- Lecomte Nana G. *Transformations thermiques, organisation structurale et frittage des composés kaolinite-muscovite*. Thèse de doctorat, Université de Limoges, France (2004).
- Lefort P. *Typologie des produits céramiques*. Verres et céramiques, 6e édition, Réf : N4812, v1 (2014).
- Lemonnier, S. *Synthèse par voie douce d'oxydes polymétalliques incluant des actinides: reactivité et structure de la solution au solide*. Thèse de doctorat de l'université Paris VI (2006).
- Ligas P., Vras I., Dondi M., Marsigli M. *Kaolinitic materials from Romana (north-west Sardinia, Italy) and their ceramic properties*. Applied Clay Science 12, 145-163 (1997).
- Mamedov V. I., Bouféév Y. V., Nikitine Y. A. *Géologie de la République de Guinée*. Géoprospects Ltd; Volume I. Moscou (2010).
- Mangat P. S., Ojedokun O. O., & Lambert P. *Chloride-initiated corrosion in alkali activated reinforced concrete*. Cement and Concrete Composites, 115, 103823 (2021).
- Marlière C. *Étude des transferts hydriques en milieu poreux en présence de polymères rétenteurs d'eau : Application au mortier*. Thèse de l'Université Paris-Est; 172p (2013).
- McColm I. J. *Ceramic science for material technologists*. Chapman and Hall (1983).
- Milheiro F. A. C., Freire M. N., Silva A. G. P., Holanda J. N. F., *Densification behaviour of a red firing Brazilian kaolinitic clay*. Ceramics International, 31, 757-763 (2005).
- MMG (Ministère des Mines et de la Géologie), Conakry, République de Guinée. *Potentiel Minier de la Guinée*. B.P. 295 (2012).
- Mohamad A. Qtaitat, Ibrahim Naji Al-Trawneh. *Caractérisation of kaolinite of the Baten El-Gloul region/ south Jordan by infrared spectroscopy*. Spectrochimica acta part A 61 1519-1523 (2005).

- Mominou N., Richard M. J., & Aicha S. I. *Physicochemical Characterization and Valorization of Clay from Lobo and Ngoya in Cameroon Central Region*. Open Journal of Inorganic Chemistry, 9(03), 23 (2019).
- Moretti P. *Caractérisation des propriétés mécaniques des bâtiments en maçonnerie non armée pour l'évaluation du risque sismique*. Thèse de l'école de technologie supérieure de université du Québec ; 157p. (2017).
- Mostafa N.Y., Mohsen Q., El-Hemaly S.A.S., El-Korashy S.A., Brown P.W. *High replacements of reactive pozzolan in blended cements: Microstructure and mechanical properties*. Cement and Concrete Composites 32, 386–391(2010).
- Moussaceb K. *Optimisation du système de gestion de l'homogénéisation du cru et du processus technologique de fabrication du ciment dans le système carrière-usine, application aux cimenteries algériennes*. Thèse de doctorat de l'Université de Bejaïa, Algérie, (2007).
- Murthy N. S., Correale S. T., & Minor H. *Structure of the amorphous phase in crystallizable polymers: poly (ethylene terephthalate)*. Macromolecules, 24(5), 1185-1189 (1991).
- Nael-Redolfi J. *Absorption d'eau des granulats poreux: mesure et conséquences sur la formulation des mortiers et des bétons*. Thèse, Université Paris-Est (2016).
- NC 234: *Liants hydrauliques – Ciment – partie 1 – composition, spécifications et critères de conformité*. Agence des normes et de la qualité (ANOR). Cameroun (2017).
- Ndiaye M., Diène M., Diop M. B. & Ngom P. M. *Pozzolanic Activity of Old Volcanic Tuffs of Mako Area (Senegal-Oriental, West African Craton): An Economic and Environmental Interest*. IJG, 10(3), 225-237. (2019).
- Ndiaye M., Magnan J. P., Cisse I. K., & Cisse L.. *Etude de l'amélioration de latérites du Sénégal par ajout de sable*. Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées, 123-137, (2013). <https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-00996684>.
- Nelfia L., Mahieux P. Y., Turcry P., Amine Y., & Amiri O. *Incorporation de fines de béton de démolition dans la fabrication de mortier par substitution du ciment*. Annales du Bâtiment et des Travaux Publics, 2/3, p.19). Editions ESKA (2013).
- Nevila J. *Étude de matériaux argileux albanais. Caractérisation "multi-échelle" d'une bentonite magnésienne*. Thèse de l'Université d'Orléans, 273 p. (2003).
- NF EN 196-1. *Méthodes d'essais des ciments-Partie 1: détermination des résistances mécaniques [Methods of testing cements–part 1: determination of mechanical strengths* (2006).
- NF EN 933-8. Normes française «Équivalent de sable » (1991).
- NF P 18-406. P 18-406. *Béton – Essai de compression* (AFNOR, 1990).

- NF P18-513. Métakaolin, addition pouzzolanique pour bétons: Définitions, spécifications, critères de conformité (2010).
- NF P18-540. Granulat : définition, conformité et spécifications (AFNOR, 1997).
- NF P94-051. *Sols: reconnaissance et essais-Détermination des limites d'Atterberg-Limite de liquidité à la coupelle-Limite de plasticité au rouleau* (AFNOR, 1993).
- NF P94-056. Sols: Reconnaissance et essais–Analyse (AFNOR , 1996). .
- NF P94-057. *Sols: reconnaissance et essais-Analyse granulométrique des sols-Méthode par sédimentation*. Association Française de Normalisation, Paris, France (1992).
- NF P94-068. *Mesure de la capacité d'absorption de bleu de méthylène d'un sol ou d'un matériau rocheux* (AFNOR, 1998).
- NF P18-555. Mesure des masses volumiques, coefficient d'absorption et teneur en eau des sables. Normes française (1990).
- Nguyen T. *Influence de la nature du liant et de la température sur le transport des chlorures dans les matériaux cimentaires*. Thèse de Doctorat, Institut National des Sciences Appliquées (INSA) Toulouse (2006).
- Nichols O. G., Carbon B. A., Colquhoun I. J., Croton J. T., Murray N.J. *Rehabilitation after bauxite mining in south-western Australian*. Landscape Planning 12(1), 75-92 (1985).
- Nicolas E. *Compatibilités et incompatibilités liants cimentaires/superplastifiants*. Doctoral dissertation, Université Henri Poincaré-Nancy 1 (2010).
- Njopwouo D. *Minéralogie et physico-Chimie des argiles de Bomkoul et de Balengou (Cameroun) Utilisation dans la polymérisation du styrène et dans le renforcement du caoutchouc naturel*. Thèse PhD, Université de Yaoundé I (1984).
- Njopwouo D., Roques G. & Wandji R. *A contribution to the study of the catalytic action of clays on the polymerisation of styrene: Reaction mechanism*. Clay Minerals, 23(1), 35-43 (1988).
- Njoya D., Hajjaji M., Baçaoui A., Njopwouo D. *Microstructural characterization and influence of manufacturing parameters on technological properties of vitreous ceramic materials*. Materials characterization, 61, 289-295 (2010)
- Njoya D., Ngueteu A . K., Tchuindjang Y. D. & Nkoumbou C. *Caractérisation chimique et minéralogique de quelques indices de bauxite de Fouban (Ouest-Cameroun)*. Int. J. Biol. Chem. Sci. 11(1), 444-452 (2017).
- Ntimugura F., Sore S. O., Bello L., Messan A. *The Influence of Metakaolin from Saaba (Burkina Faso) over Physico-Mechanical and Durability Properties of Mortars*. Journal of Civil Engineering. 7, 389-408 (2017).

- Ouangrawa M., Beyala V. K., et Ekodeck G. E. *Cristallochimie des kaolinites ferrifères de Ton-Bredié (Burkina Faso)*. Journal of the Cameroon Academy of Sciences, 7(1), 47-56 (2007).
- Pampuch R. *Ceramics materials: An introduction to their properties*. Polish Scientific Publishers, Polona (1978).
- Pannirselvam J., Tardio G. A., Antolasic F., Grocott S., & Bhargava S. *Characterization of bauxite pisoliths*. School of Applied Sciences, RMIT University, Melbourne, Vic-3001, Australia, 5-7 (2010).
- Partyka J, Gajek M & Gasek K. *Effects of quartz grain size distribution on the structure of porcelain glaze*. Ceramics International, 40(8):12045-12053 (2014).
- Pascual A. B., Yahiya A., Nkinamubanzi P. C. *Élaboration de nouveaux liants minéraux pour la formulation de bétons écologiques et durables*. Doctoral dissertation, Université de Sherbrooke (2014).
- Pera J., Boumaza R., and Ambroise J. *Development of a pozzolanic pigment from red mud*. Cement and Concrete Research, 27, 1513-1522, (1997).
- Pialy P. *Etude de quelques matériaux argileux du site de Lembo (Cameroun) : minéralogie, comportement au frittage et analyse des propriétés d'élasticité*. Thèse doctorat, Univ. Limoges, 130p (2009).
- Poirier, J. *Les céramiques réfractaires de l'élaboration aux propriétés d'emploi*. Verres Céramiques and Composites , 1, 28-42 (2011).
- Pountouenchi A. *Elaboration et caractérisation des briques réfractaires à base des matériaux argileux de la région de Foumban : effet de l'ajout des résidus de l'activité agroindustrielle*. Thèse de doctorat, université de Yaounde 1(2020).
- Prado M. O., Zanotto E. D. *Glass sintering with concurrent crystallization*. C.R. Chimie, 2, 773-786 (2002).
- Qlihaa S., Dhimni F., Melrhaka N., Hajjaji A., Srhiri J. *Caractérisation physico-chimique d'une argile Marocaine*. Mater. Environ. Sci. 7 (5) 1741-1750 (2016).
- Rabehi M. *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).
- Rabehi M., Mezghiche B., & Guettala S. *Correlation between initial absorption of the cover concrete, the compressive strength and carbonation*. Construction and Building Materials, 45, 123-129 (2013).

- Ribeiro D. V., Labrincha J. A., & Morelli M. R. *Potential use of natural red mud as pozzolan for Portland cement*. *Materials research*, 14(1), 60-66 (2011).
- Ribeiro D. V., Silva A. S., Labrincha J. A. & Morelli M. R. *Rheological properties and hydration behavior of Portland cement mortars containing calcined red mud*. *Canadian Journal of Civil Engineering*, 40(6), 557-566 (2013).
- Ribeiro D. V., Labrincha J. A., & Morelli M. R. *Use of red mud as addition for Portland cement mortars*. *Journal of Materials Science and Engineering*, 4(8), 1-8 (2010).
- Rollet A. P. & Bouazir R. *L'analyse thermique : les changements de phases*. Tome 1 Paris Gauthiers-Villars, 357p (1972).
- Roussel N. *Optimisation du dopage d'alumines nanométriques et frittage par SPS: application aux céramiques transparentes*. Doctoral dissertation, Université de Toulouse, Université Toulouse III-Paul Sabatier (2013).
- Ruan H . *Spectroscopic studies of nano-structures of Al and Fe phases, bauxite and their thermally activated products*. PhD by Publication, Queensland University of Technology (2005).
- Ryshkewitch E. *Oxide ceramics, physical chemistry and technology*. Academic press, New York (1960).
- Şahmaran M., Christianto H. A., Yaman I. O. *The effect of chemical admixtures and mineral additives on the properties of self-compacting mortars*. *Cement and concrete composites*, vol 28(5), 432–40 (2006).
- Salah I. B, Jemai M. B., Sdiri A, Slim N. S & Boughdiri M. *Technological Characterization and Industrial Application of Tunisian Clays from Makthar Area (Central Tunisia) in the Ceramic Industry*. *Open Journal of Geology*, 6(7) 626-639(2016).
- Shaw N. J. *Densification and coarsening during solid state sintering of ceramics: a review of Models; I Densification, II Grain growth, III Coarsening*. *Power Met. Int.*, 21(3, 5, 6) 16-21, 31-35, 29-29 (1989).
- Saikia B. J., & Parthasarathy, G. *Fourier transform infrared spectroscopic characterization of kaolinite from Assam and Meghalaya, Northeastern India*. *J. Mod. Phys*, 1(4), 206-210 (2010).
- Sakr F., Sennaoui A., Elouardi M., Tamimi M., Assabbane A. *Étude de l'adsorption du Bleu de Méthylène sur un biomatériau à base de Cactus (Adsorption study of Methylene Blue on biomaterial using cactus)*. *Mater. Environ. Sci.* 6 (2), 397-406 (2015).
- Santamarina J. C., Klein K. A., Wang Y. H. & Prencke E. *Specific surface: determination and relevance*. *Canadian Geotechnical Journal*, 39(1), 233-241 (2002).

- Santos H., Campos T. W., de Souza Santos P., & Kiyohara P. K. *Thermal phase sequences in gibbsite/kaolinite clay: electron microscopy studies*. *Ceramics international*, 31(8), 1077-1084 (2005).
- Savadogo N. *Élaboration et caractérisation d'un écociment à base de poudre de mâchefer de charbon*. Thèses, Matériaux. INSA de Rennes, 162p (2017).
- Savadogo N., Messan A., Hannawi K., Tsobnang F., & Agbodjan W. P. *Durabilité d'un ciment composé à base de mâchefer de Tefereyre (Niger): absorption capillaire, porosité accessible à l'eau et attaque acide*. *J. Mater. Eng. Struct.*, 2, 213-223 (2015).
- Schellmann W. *Geochemical differentiation in laterite and bauxite formation*. *Catena*, 21 (2-3), 131-143 (1994).
- Scrivener K. *Options for the future of cement. Special issue-Futur cements*. *Indian Concrete Journal*, 88 (7), 11-21 (2014).
- Scrivener K., Martirena F., Bishnoi S. & Maity S. *Calcined clay limestone cements (LC3)*. *Cement and Concrete Research*, 114, 49-56 (2018).
- Scrivener K. *Role of cement in improving concrete durability*. Ecole Polytechnique Federale de Lausanne (EPFL), Switzerland (2005).
- Segalen P. *Note sur une méthode de détermination des produits minéraux amorphes dans certains sols à hydroxydes tropicaux*. *Cahier ORSTOM Série Pédol* (4) 105-126 (1968).
- Seville J. P. K., Tuzun V., Clift R. *Processing of particulate solids*. Chapman and Hall, London (1997).
- Shvarzman A., Kovler K., Schamban I., Grader G. S. and G. E. Shter G. E. *Influence of chemical and phase composition of mineral admixtures on their pozzolanic activity*. *Advances in Cement Research*; 14 (1), 35-41 (2002).
- Sidibé, M. & Yalcin, M.G. *Petrography, mineralogy, geochemistry and genesis of the Balaya bauxite deposits in Kindia region, Maritime Guinea, West Africa*. *Journal of African Earth Sciences*, 149, 348–366 (2019).
- Sonuparlak B., Sarikaya M., Askay I., *Spinel phase formation during the 980°C exothermic reaction in the kaolinite-to-mullite reaction series*. *Journal of the American Ceramic Society*, 70, 837-842 (1987).
- Soro N. S. *Influence des ions fer sur les transformations thermiques de la kaolinite*. Thèse de l'Université de Limoges, 158p. (2003).
- Srikrishna K., Thomas G., Martinez R., Corral M. P., De Aza S., Moya J. S.. *Kaolinite-mullite reaction series : a TEM study*. *J. Mater. Sc.*, 25; 607-612 (1990).

- Tal R. J., El-Maghraby M. S., Maddah S. S., Hegab O. A., Basyoni, M. H., Serry M. A. *Assessment of some Saudi kaolin bauxite deposits for ceramics industries, Industrial Ceramics*, 26(1), 2-6 (2006).
- Tardy Y. *Diversity and terminology of lateritic profiles. In Developments in earth surface processes*, 2, 379-405 Elsevier (1992).
- Tardy Y. *Pétrologie des latérites et des sols tropicaux*. 54, Masson, (1993).
- Tchakouté H. Kouamo, J. A. Mbey, A. Elimbi, B. B. Kenne Dikko, D. Njopwouo. *Synthesis of volcanic ash-based geopolymer mortars by fusion method: Effects of adding metakaolin to fused volcanic ash. Ceramics International* 39, 1613–1621 (2013).
- Tchakouté H. K. *Elaboration et caractérisation des ciments géopolymères à base de scories volcaniques*. Thèse de PhD. Université de Yaoundé I (2013).
- Tchamba A B et Yongue R., Melo U. C., Kamseu E., Njoya D., Njopwouo D. *Caractérisation de la bauxite de Haléo-Danielle (Minim-Martap, Cameroun)*. *Sil. Ind.*, 73(5-6): 77-84 (2008).
- Tchamba A. B., Melo U. C., Kamseu E., Yongue R., & Njopwouo D. *Thermal and sintering behaviour of bauxites from Haleo-Danielle, Minim-Martap (Cameroon)*. *Industrial Ceramics (Italy)*, 30 (1), 21-26 (2010).
- Tchamba, A.B., Melo, U.C., Yongue, R., & Njopwouo, D. *Phase and microstructure evolution during densification of bauxite of Haleo-Danielle (Minim-Martap, Cameroon) between 1000 and 1600 C*. *International Journal of Materials Science*, 6(1), 89-100 (2011).
- Tchamba A. B., Melo U. C., Lecomte-Nana G. L., Kamseu E., Gault C., Yongue R., & Njopwouo D. *Use of bauxite from Cameroon for solid state sintering and characterization of calcium dialuminate (CaO· 2Al₂O₃) refractory cement*. *Ceramics International*, 40(1), 1961-1970 (2014).
- Tchamo L. C. C., Libessart L., Djelal C., Djangang N. C., Elimbi A. *Pozzolanic activity of kaolinitic clays with aluminum hydroxide used for cement mortar*. *Scientific Rappports*. 10 (1), 1-12 (2020).
- Tong Y., Tu H. et Fei L. *Comparison between the hydration processes of tricalcium silicate and beta-dicalcium silicate*. *Cement and Concrete Research*, 121, 509-514 (1991).
- Touati S., Barbouchi A., & Mustapha A. *Etude d'un mélange Tuf-Sable concassée, pour assise de chaussée*. Thèse de Doctorat, Université Ahmed Draia Adrar, (2018).
- Trauchessec R., Mechling J. M., Lecomte A., Roux A., & Le Rolland B. *Hydration of ordinary Portland cement and calcium sulfoaluminate cement blends*. *Cement and Concrete Composites*, 56, 106-114 (2015).

- Trillaud V. *Approche expérimentale du modèle à deux grains: premier stade du frittage de microsphères UO_2+x et UO_2+x/CeO_2* . Thèse de Doctorat, Université Montpellier (2019).
- Turki M., Naceur I. B., Makni M., Rouis J., & Saï K. *Mechanical and damage behaviour of mortar-rubber aggregates mixtures: experiments and simulations*. *Materials and structures*, 42(10), 1313-1324 (2009).
- Tuleff J. *Description macroscopique des phénomènes du frottage*. Extrait de l'industrie céramique, N°609 (1969).
- Verma A. S., Suri N. M. and Kant S. *Applications des résidus de bauxite: Une mini-revue*. *Waste Management and Research*, 35, 999-1012 (2017). [//doi.org/10.1177/0734242X17720290](https://doi.org/10.1177/0734242X17720290).
- Wang W., Liu H., & Gu W. *A novel fabrication approach for improving the mechanical and sound absorbing properties of porous sound-absorbing ceramics*. *Journal of Alloys and Compounds*, 695, 2477-2482 (2016). <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.11.147>.
- Watanabe T., Shimizu H., Nagasawa K., Masuda A., Saito H. *^{29}Si and ^{27}Al -MAS/NMR and ESR study of the thermal transformations of kaolinite*. *Clay Miner.* 22 (1) 37-48 (1987).
- Whitllo R. *Basic soil mechanics* 4th edition. Pearson education, Harlow (2001).
- Wilhelm E. *Silicate system*. Academic Press, London (1966).
- Worrall W. *Adsorption of basic dyestuffs by clays*. *Trans. Brit. Ceram. Soc.* 57: 210-217 (1958).
- Yalçın N. and Sevinç V. *Utilization of Bauxite Waste in ceramic glazes*. *Ceramics International*, 26, 485-493 (2000). [https://doi.org/10.1016/S0272-8842\(99\)00083-8](https://doi.org/10.1016/S0272-8842(99)00083-8).
- Yan M. F. *Effects of Physical, chemical and kinetic factors on ceramic sintering*. *Ceramic Powder Science, Advances in Ceramics*, 21, 635-669 (1987).
- Yuanyuan L., Shaomin L., Min L., Yang L., Zhao Y. & Yanming F. *Assessment of pozzolanic activity of calcined coal-series kaolin*. *Applied Clay Science*, 143, 159-167 (2017). doi.org/10.1016/j.clay.2017.03.038.
- Yusiharni E., Gilkes R. *Rehydration of heated gibbsite, kaolinite and goethite: An assessment of properties and environmental significance*. *Applied Clay Science* (2012) [doi:10.1016/j.clay.2011.12.005](https://doi.org/10.1016/j.clay.2011.12.005).
- Zamma M. *Contribution à l'étude structurale de la dickite et de la kaolinite par spectrométrie d'absorption infrarouge*. Thèse de doctorat de l'université de Nancy, France (1984).

LISTE DES PUBLICATIONS ISSUES DES TRAVAUX DE THESE

Les résultats obtenus nous ont permis de faire deux publications scientifiques:

1. Balde M. Y., Djangang C. N., Bah A., Blanchart P., Njopwouo D. *Effect of physicochemical characteristics on the use of clays from Kindia (Guinea) in ceramic compositions*. International Journal of Applied Ceramic Technology, 18:1033–1042 (2021).
<https://doi.org/10.1111/ijac.13669>.
2. Balde M. Y., Djangang C. N., Diallo R. B., Blanchart, P. and Njopwouo D. *Physicochemical Characterisation for Potential Uses as Industrial Mineral of Bauxite from Débélé, Guinea*. Journal of Materials Science and Chemical Engineering, 2021, 9, 9-22,
<https://doi.org/10.4236/msce.2021.93002>.

ANNEXES

ANNEXE I: Fiche technique du ciment CEM II 42.5

USINE de BONABERI Z.I:
 BP 1323 – Douala
 Tel : +(237) 654 900 000
 Email : serviceclient.cimencam@lafargeholcim.com
www.cimencam.com

NORME CAMEROUNAISE

NC 234 : 2017

Fabriqué au Cameroun
 Vente en Cemac

FICHE TECHNIQUE CEM II/B-P 42,5 R



🧪 Caractéristiques chimiques					Valeur usine	Valeur de référence				
SO ₃ (%)					2,5-3,5	≤ 4				
Chlorures Cl ⁻ (%)					0,02-0,04	≤ 0,20				
Insolubles (%)					8-12					
MgO (%)					2,5-3					
Alcalins équivalents [Na ₂ O + 0,658 K ₂ O] (%)					1,2-1,5					
⊗ Caractéristiques physiques et mécaniques										
	Refus 45µm (%)	Résistances mécaniques (Mpa)			MV (g/cm ³)	SSB (cm ³ /g)	Demande en eau (%)	DP (min)	Stabilité (mm)	Chaleur d'hydratation (J/g)
		02 jours	07 jours	28 jours						
Valeur moyenne	<6	21-23	33-36	44-48	3.06	3800-4100	28-31	170-230	1.0	NA
Valeur de référence		≥ 20		≥42,5				≥ 60	≤ 10	
🧬 Constituants principaux et secondaires										
Clinker				65-79%						Constituant secondaire: /
pouzzolane				21-35%						Total des constituants 100%
🏠 Autres										
Gypse				3.5%						
👷 Applications					⚠️ Contre-indications					
Travaux en grande masse et les ouvrages en béton exigeant des résistances élevées et un décoffrage rapide. Béton non armé, béton armé, béton précontraint pour les résistances exceptionnelles au jeune âge et béton fortement sollicité, notamment pour les ouvrages d'art.					Ne pas respecter les prescriptions du cahier de charge ou les textes normatifs liés à l'exécution des travaux pour marchés publics et privés, expose l'utilisateur à des problèmes de performances mécaniques et durabilité. <i>Les valeurs ci-dessus extraites de notre autocontrôle, permettent de vérifier la conformité de notre produit aux spécifications normales NC 234 : 2017 et donnent une indication pour les caractéristiques complémentaires</i>					

ANNEXE II: Caractéristiques physiques du sable normalisé

Tableau A.II.1: Résultat de l'analyse granulométrique du sable normalisé

Mailles (mm)	0,08	0,16	0,5	1	1,6	2
Refus cumulés (%)	99±1	87±5	67±5	33±5	7±5	0
% refus	13	20	34	26	7	0

Equivalent de sable

Tableau A.II.2: Résultats de l'essai d'Equivalent de sable

Désignation	Essai N°1	Essai N°2
Hauteur totale du flocculat H_0	9,90	10,30
Hauteur du sable à vue : H_1	8,90	9,20
Hauteur du sable au piston : H_2	8,80	9,30
ES	Visuel : $H_1 \times 100 / H_0$	89,90
	Piston : $H_2 \times 100 / H_0$	88,89
Moyenne	Visuel :	89,61
	Piston	89,55

ANNEXE III: Analyse granulométrique par sédimentométrie

But de l'essai

l'analyse granulométrique par sédimentométrie permet de déterminer la distribution en poids des particules fines (de diamètre inférieur à 80μ) d'un sol en fonction de leurs dimensions. Elle complète l'analyse par tamisage. Son principe est basé sur la séparation par décantation. C'est-à-dire, déterminer les diamètres équivalents des particules sphériques en fonction de leur vitesse de chute dans un environnement visqueux afin d'obtenir le tracé d'une courbe granulométrique.

Matériels utilisés

Échantillon de 40g; une balance ; un densimètre; un agitateur électrique ; une éprouvette témoin; de l'eau distillée; un défloculant; un agitateur manuel et un chronomètre.

Principe

Basé sur la loi de Stokes qui mesure la vitesse (v) de décantation des particules sphériques en fonction de la viscosité du milieu en présence d'un défloculant. La mesure de la masse volumique du liquide avec un densimètre à des dates précises (de 0 seconde à 23 heures) avec une prise de température à chaque date.

Mode opératoire

Étape 1: Peser 40g d'échantillon de granulométrie inférieure à 80 µm; placer le matériau dans un bécher de capacité minimale 500 mL; ajouter exactement 10g de défloculant au bécher contenant l'échantillon; dissoudre le mélange matériau-défloculant avec de l'eau déminéralisée (500 mL); placer le mélange au vibreur électrique (CONTROLAB de type T0060/1(N° E06054) pendant 3 minutes; laisser reposer le mélange pendant 24 heures.

Étape 2: Disposer de 2 éprouvettes de 2L: la 1^{ère} contenant le mélange (eau + défloculant); la 2^{ème} avec le matériau et le défloculant (ayant subi 24h de trempage); agiter l'éprouvette (vibration manuelle) et introduire immédiatement le densimètre dans chaque éprouvette; faire une lecture du densimètre en relevant la température du milieu; ramener la lecture au pourcentage de passant à 80 µm; tracer la courbe granulométrique.

Résultats globaux

Les Tableaux A.III.1, A.III.2 et A.III.3 présentent les résultats d'analyse granulométrique des trois (03) échantillons.

Tableau A.III.3: Résultats d'analyse granulométrique de l'échantillon ABD

Temps	T (°C)	Lecture R	Correction (M)	Lecture corrigée: R+M	Diamètre (µm)	P (%) <D
0 s						
15 s		29		29,100	100	100
30 s		27	0,100	27,100	70	93,13
1 mn	27	26		26,100	50	89,69
2 mn		24		24,100	36	82,82
5 mn		23		23,100	23	79,38
10 mn		21		21,100	16	72,51
20 mn		20		20,100	11	69,07
40 mn		19		19,100	6	65,64
80 mn		17,1		17,200	5,5	59,11
2 H		16		16,100	4,6	55,33
4 H		14		14,100	1,6	48,45
24 H		7,2		7,300	1,3	25,09

Tableau A.III.2: Résultats d'analyse granulométrique de l'échantillon ARD

Temps	T (°C)	Lecture R	Correction (M)	Lecture R+M	corrigée: Diamètre (µm)	P (%) <D
0 s						
15 s		28,5		28,600	100	100
30 s		27		27,100	70	94,76
1 mn		26,5		26,600	50	93,01
2 mn		25,7		25,800	36	90,21
5 mn		25,5		25,600	23	89,51
10 mn	27	23	0,100	23,100	16	80,77
20 mn		21		21,100	11	73,78
40 mn		20		20,100	6	70,28
80 mn		18		18,100	5,5	63,29
2 H		16,8		16,900	4,6	59,09
4 H		14,5		14,600	1,6	51,05
24 H		5,2		5,300	1,3	18,53

Tableau A.III.3: Résultats d'analyse granulométrique de l'échantillon BD

Temps	T (°C)	Lecture R	Correction (M)	Lecture R+M	corrigée: Diamètre (µm)	P (%) <D
0 s						
15 s		28		28,100	100	100
30 s		25		25,100	70	89,32
1 mn		23		23,100	50	82,21
2 mn		21,4		21,500	36	76,51
5 mn		18,6		18,700	23	66,55
10 mn	27	17	0,100	17,100	16	60,85
20 mn		15,4		15,500	11	55,16
40 mn		14,1		14,200	6	50,53
80 mn		12,5		12,600	5,5	44,84
2 H		11,5		11,600	4,6	41,28
4 H		10		10,100	1,6	35,94
24 H		7,8		7,900	1,3	28,11

ANNEXE IV: Détermination de la plasticité des argiles ABD et ARD

Mode opératoire

1. Limite de liquidité

La limite de liquidité (seuil de passage d'un matériau de l'état plastique à l'état liquide) a été déterminée grâce à l'appareil de Casagrande. Il est constitué par une coupelle métallique mue par une came et que l'on peut laisser tomber sur un socle un certain nombre de fois. La limite de liquidité WL a été définie par la quantité d'eau telle que la rainure se referme en 25 coups par essais successifs selon les étapes suivantes:

- préparer une quantité de pâte à partir de 200g de matériaux passant au tamis de 400 μm avec une teneur en eau bien déterminée placée dans la coupelle grâce à une spatule;
- faire une rainure dans la pâte suivant l'axe de la coupelle, placée sur l'appareil et soumise à des chocs répétés;
- noter le nombre de chocs nécessaires pour que le fond de la rainure se referme sur 1 cm;
- prélever environ 10g de pâte au point de fermeture de la rainure que l'on place dans un creuset en verre préalablement taré;
- sécher la prise pendant 24h à la température de 60°C et mesurer la teneur en eau.

Cette teneur, notée WL (en %) est la limite de liquidité.

2. Limite de plasticité

La limite de plasticité (seuil de passage d'un matériau de l'état solide à l'état plastique) a été déterminée par un essai manuel selon les étapes suivantes:

- former une boulette comme on le ferait avec de la mie de pain;
- rouler cette boulette sur une plaque de verre de manière à faire une petite baguette (bâtonnet) de 3 mm de diamètre et de 15 cm de longueur;
- la limite de plasticité est obtenue lorsqu'on a pu soulever la baguette, par son milieu, de 1 à 2 cm et qu'elle se fissure;
- On mesure alors la teneur en eau après 24 heures de séchage à 60°C dans une étuve. Cette teneur en eau est la limite de plasticité, notée WP (en %).

3. Indice de plasticité

L'indice de plasticité (intervalle de teneur en eau dans lequel l'argile reste souple et facilement déformable tout en conservant une résistance au cisaillement) noté IP est évalué par la différence entre la limite de liquidité et la limite de plasticité : $IP = WL - WP$.

Résultats globaux

Tableau A.IV.4: Plasticité de l'échantillon ABD

Paramètres	Symbole	Valeurs observées				
Nombre de coups		15	20	25	30	35
N° de la tare	T	T1	T2	T3	T4	T5
Poids total humide	A	23,274	23,406	23,642	23,105	23,155
Poids total sec	B	20,284	20,463	20,723	20,092	20,114
Poids de la tare	C	15,461	15,676	15,956	15,128	15,106
Poids d'eau	$x = a - b$	2,990	2,943	2,919	3,013	3,041
Poids du matériau sec	$y = b - c$	4,823	4,787	4,767	4,964	5,008
Teneur en eau (WL)	$(x/y) \times 100$	61,9	61,4	61,2	60,6	60,7
Paramètres	Symbole	Valeurs observées				
Poids total humide	A	21,771	22,014			
Poids total sec	B	20,006	20,297			
Poids de la tare	C	15,013	15,491			
Poids d'eau	$x = a - b$	1,765	1,717			
Poids du matériau sec	$y = b - c$	4,993	4,806			
Teneur en eau (WP)	$(x/y) \times 100$	35,3	35,7			

D' où WL = 61% ; WP = 36% et IP = 25%.

Tableau A.IV.2: Plasticité de l'échantillon ARD

Paramètres	Symbole	Valeurs observées				
Nombre de coups		15	20	25	30	35
N° de la tare	T	T1	T2	T3	T4	T5
Poids total humide	A	17,394	17,251	17,481	17,388	17,356
Poids total sec	B	14,280	14,077	14,405	14,201	15,199
Poids de la tare	C	8,777	8,411	8,875	8,396	8,397
Poids d'eau	$x = a - b$	3,114	3,174	3,076	3,187	3,157
Poids du matériau sec	$y = b - c$	5,503	5,666	5,530	5,805	5,802
Teneur en eau (WL)	$(x/y) \times 100$	56,5	56,0	55,6	54,9	54,4
Paramètres	Symbole	Valeurs observées				
Poids total humide	A	16,144	15,273			
Poids total sec	B	14,259	14,125			
Poids de la tare	C	8,627	8,814			
Poids d'eau	$x = a - b$	1,885	1,778			
Poids du matériau sec	$y = b - c$	5,632	5,311			
Teneur en eau (WP)	$(x/y) \times 100$	33,4	32,9			

D' où WL = 56% ; WP = 33% et IP = 23%.

Les courbes d'extrapolation de la *Figure A.IV* permettent également de retrouver les valeurs de la limite de plasticité des échantillons.

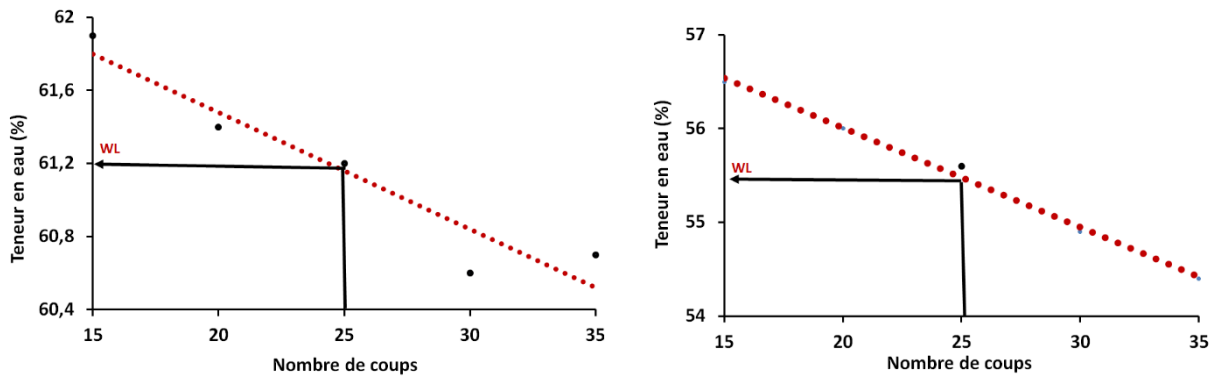


Figure A.IV: Courbes d'extrapolation des limites de plasticité des argiles

ANNEXE V: Détermination de la surface spécifique par la méthode d'absorption au bleu de méthylène

Instruments

Un mélangeur de 400 à 700 tr / min muni d'une languette (diamètre 70–80 mm); un bécher de 3000 mL; un barreau magnétique; une burette graduée et papier filtre standard.

Préparation de la solution mère de BM

La préparation de la solution de bleu de méthylène de concentration 10 g/L s'effectue comme suit: peser 10 g de cristaux de bleu de méthylène (étuvé à 110 °C pendant 24 heures et refroidi pendant une heure); chauffer un litre d'eau déminéralisé ou distillée pour la préparation de la solution à 40 °C afin de faciliter la dissolution des cristaux de bleu de méthylène; introduire les cristaux de bleu de méthylène et mélanger pendant 30 minutes avec l'agitateur à ailettes (en prenant soin d'obtenir une vitesse d'agitation d'au moins égale à 400 tours/minute) afin que les cristaux se dissolvent bien.

Préparation de l'échantillon

L'échantillon à examiner est préparé par lavage et par tamisage (à 80 µm dans ce présent test). Puis il est séché à l'étuve à 105 °C pendant 24 h. La quantité de matériau (100g) à tester est déterminée par pesée avec une balance de précision 0,01g.

Mode opératoire.

Une suspension du matériau est préparée et mise en agitation pendant 15 min. Tout en maintenant l'agitation, un volume de bleu contenu dans une burette est ajouté à la suspension. Une goutte de la suspension est immédiatement prélevée et déposée sur un papier filtre normalisé. La tache obtenue est un dépôt de matériau colorée en bleu. Répéter l'opération un certain nombre de fois jusqu'à ce que le bleu soit en excès dans la suspension. La tâche s'entoure alors d'une auréole bleu-clair persistante. On obtient ainsi la quantité de bleu maximale adsorbée par le matériau.

Durée du test: si le halo persiste après 5 min, une quantité suffisante de bleu de méthylène a été ajoutée et le test est terminé. Sinon, le processus de titrage est poursuivi jusqu'à ce que le halo devienne assez stable. La durée du test varie de 15 à 60 minutes environ en fonction de la teneur en minéraux argileux contenus dans l'échantillon.

Calcul de la surface spécifique active : la surface spécifique active (SSA) est fonction de la valeur au bleu de méthylène (VB) adsorbée. Elle est évaluée par la relation:

$$SSA = VB \times FC \text{ (en m}^2\text{/g)}$$

Le facteur de conversion FC est fonction de la concentration et de la surface spécifique du bleu de méthylène. Il s'exprime par la relation:

$$FC = C_{BM} \frac{N_A}{M_{BM}} \times A$$

Avec C_{BM} : teneur en bleu de la solution de titrage (0,01 g/ml); N_A : nombre d'Avogadro ($6,02 \times 10^{23}$ atomes /mol); A : aire couverte par une molécule de bleu de méthylène (130 \AA^2); M_{BM} : le poids moléculaire du bleu de méthylène (320g/mol). Le facteur de conversion FC étant sensiblement égal à 24, la relation se simplifie:

$$SSA = 24VB$$

ANNEXE VI: Présentation du model de calcul de la composition minéralogique

- ❖ Calcul de la composition de la muscovite à partir du % de K_2O obtenu par FRX
% (musc) \rightarrow M (muscovite) ; avec $M = 398,71 \text{ g/mol}$
% $K_2O \rightarrow$ M (K_2O) ; (% K_2O vaut respectivement 5,88 et 4,78 pour ABD et ARD).

$$\% \text{Muscovite} = \frac{\% K_2O \times 398,71}{94}$$

- ❖ Calcul des proportions d' Al_2O_3 dans les différents minéraux

L'oxyde d'aluminium Al_2O_3 identifié par la FRX dans les échantillons se retrouve dans trois (3) phases minérales détectées par la DRX.

- Calcul du % Al_2O_3 contenu dans la muscovite :

$$100\% \text{ (muscovite)} \rightarrow 38,36\% \text{ (} Al_2O_3 \text{)}$$

$$\% \text{ (muscovite dans le matériau)} \rightarrow \% \text{ (} Al_2O_3 \text{)}$$

$$\text{Ainsi, } \% \text{ (} Al_2O_3 \text{)}_M = \frac{\%(\text{muscovite dans le matériau}) \times 38,36}{100}$$

- Calcul du % Al_2O_3 contenu dans la gibbsite dont l'ATG indique une faible proportion de 0,58 % dans les deux variétés d'argile. Ainsi, il est possible de poser :

$$100\% \text{ (Gibbsite)} \rightarrow 65,36\% \text{ (} Al_2O_3 \text{)}$$

$$\% \text{ (Gibbsite dans le matériau)} \rightarrow \% \text{ } Al_2O_3 \text{ (consommé)}$$

$$D'o\grave{u}: \% (Al_2O_3)_G = \frac{\%(Gibbsite \text{ dans le mat\`erieau}) \times 65,36}{100}$$

❖ Calcul de la composition de la kaolinite dans les deux variétés d'argile

Le % de kaolinite dans chaque échantillon est déterminé à partir de % Al_2O_3 restant obtenu par différence:

$$\% Al_2O_3 (\text{restant}) = \% Al_2O_3 (FRX) - [\% Al_2O_3 (\text{Muscovite}) + \% Al_2O_3 (\text{Gibbsite})]$$

Ainsi, on pose:

$$100 \% (\text{kaolinite}) \rightarrow 39,50\% (Al_2O_3)$$

$$\% \text{ kaolinite} \rightarrow \% Al_2O_3 (\text{Restant})$$

$$D'o\grave{u}: \% \text{Kaolinite} = \frac{\% Al_2O_3 (\text{restant}) \times 100}{39,50}$$

❖ Calcul de la composition en Quartz dans les deux variétés d'argile

Le % de quartz est obtenu par différence entre le % de SiO_2 fourni par la FRX et les quantités de SiO_2 consommées par la muscovite et la kaolinite.

- Le pourcentage de SiO_2 consommé par la muscovite:

$$100\% (\text{muscovite}) \rightarrow 45,21\% (SiO_2)$$

$$\% (\text{muscovite dans le mat\`erieau}) \rightarrow \% SiO_2 (\text{Consommé par le mat\`erieau})$$

$$\text{Ainsi, } \% (SiO_2) = \frac{\%(muscovite \text{ dans le mat\`erieau}) \times 45,21}{100}$$

- Par analogie, on trouve le % de SiO_2 consommé par la kaolinite, sachant que 100% de kaolinite contient 46,55% de SiO_2 :

$$\text{Ainsi, } \% (SiO_2) = \frac{\%(Kaolinite \text{ dans le mat\`erieau}) \times 46,55}{100}$$

- Calcul de la proportion de SiO_2 restant correspondant au quartz libre:

$$\% \text{Quartz} = [\% SiO_2 (FRX)] - [\% SiO_2 (\text{muscovite}) + \% SiO_2 (\text{kaolinite})].$$

❖ Les proportions d'hématite et d'anatase sont équivalentes aux proportions de leur oxyde fournies par l'analyse chimique.

❖ Calcul des proportions des phases dans l'échantillon de bauxite brute

L'oxyde d'aluminium (Al_2O_3) identifié par la FRX dans l'échantillon BD se retrouve dans une seule phase minérale identifiée par la DRX : la gibbsite.

a. Calcul du pourcentage de gibbsite à partir de la composition chimique donnée :

$$100\% (\text{Gibbsite}) \rightarrow 65,36\% Al_2O_3 (\text{théorique})$$

$$\% (\text{Gibbsite dans BD}) \rightarrow \% Al_2O_3 (\text{donnée par FRX})$$

$$D'o\grave{u}: \% \text{Gibbsite} = \frac{\% Al_2O_3 (\text{donné par XRF}) \times 100}{65,36}$$

A partir des différentes phases identifiées par DRX, les proportions du quartz, d'anatase et d'hématite correspondent respectivement à celles des oxydes de silicium, de titane et de fer.

b. Calcul du % de gibbsite à partir des données de l'analyse thermique différentielle

Considérant qu'une gibbsite pure contient 34,53% d'eau de constitution, la perte de masse liée à la déshydroxylation de la gibbsite dans le matériau BD étant 24% (voir courbe

$$\text{ATG}), \text{ on obtient: } \% \text{Gibbsite} = \frac{\% \Delta m (\text{ATG}) \times 100}{\% \text{H}_2\text{O} (\text{eau de constitution dans une gibbsite pure})}$$

Remarque: Le rapport des proportions en gibbsite (obtenues par les deux méthodes) est proche de l'unité :

$$\frac{\% \text{Gibbsite (obtenu par FRX)}}{\% \text{Gibbsite (obtenu par ATG)}} = \frac{70,50}{69,50} \approx 1.$$

ANNEXE VII: Quantification de la phase amorphe dans un échantillon

Consommables et mode opératoire

Les consommables sont : une Solution de NaOH 8M ; une Solution de HCl 0,5M et de l'eau distillée. Les démarches se résument comme suit :

- ✓ peser exactement 3 g d'échantillon;
- ✓ introduire l'échantillon dans 30 mL de solution de soude (8M), chauffer et agiter pendant 30 minutes;
- ✓ laver et centrifuger à 3000 tr/ mn pendant 5 minutes;
- ✓ placer le résidu dans 30 mL de solution HCl (0,5M) et laisser au repos pendant 30 mn;
- ✓ laver et centrifuger à 3000 tr/ mn pendant 5 minutes;
- ✓ laver le résidu avec de l'eau distillée jusqu'à pH neutre ;
- ✓ sécher le résidu à l'air ambiant et à l'étuve (105 ±5 °C) pendant 24 heures;
- ✓ Peser le résidu étuvé.

Les résultats sont reportés au *Tableau A. VII.*

Tableau A.VII: Taux de phases amorphes des échantillons

Échantillons	ABD	ARD	BD	ABDc	ARDc	BDc
m _E	3	3	3	3	3	3
m _R	1,96	2,11	2,08	0,84	1,10	1,50
TA	34,6	29,6	30,8	71,9	63,5	51,2

ANNEXE VIII: Détermination du nombre de feuillet dans la kaolinite des argiles

L'application de la formule de Scherrer ou la relation de Laure Scherrer, liée à la largeur à mi-hauteur (LMH), a permis de calculer la taille des cristallites:

$$T = \frac{K \times \lambda}{LMH \times \cos \theta} \text{ et } NF = \frac{K \times \lambda}{d_{hkl} \times LMH \times \cos \theta} \quad (\text{Boudchicha, 2010; Barama, 2011})$$

Avec T : taille moyenne des cristaux dans la direction hkl , exprimée en \AA ; K : Constante de correction lié à l'appareillage ou Constante de Scherrer (0,89); LMH : largeur angulaire à mi-hauteur du pic de diffraction relatif au plan réticulaire (hkl) exprimée en radian : $LMH = 2\Theta_{(L2)} - 2\Theta_{(L1)}$; λ : la longueur d'onde de la raie $K\alpha Cu = 1,5406 \text{ \AA}$; θ : la moitié de la déviation de l'onde (moitié de l'angle de Bragg, au sommet de la réflexion considérée, exprimé en degrés). Avec $\theta = 12,37/2 = 6,19$ et $\text{Cos}\theta = 0,995$.

Tableau A.VIII: Nombre de feuillettes et taille des cristallites

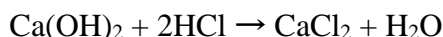
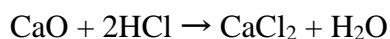
Paramètres	ABD	ARD
$2\Theta(L1)$	12.28	12.29
$2\Theta(L2)$	12.45	12.43
$\Delta(2\theta)^\circ$	0.17	0.14
$\Delta(2\theta)r$	0.0030	0.0024
$2\Theta_{001}$	12.37	12.37
Θ_{001}	6.19	6.19
$\text{Cos}(\Theta_{001})$	0.995	0.995
$T (\text{\AA})$	459	564
NF	64	79

ANNEXE IX: Détermination de l'indice de pouzzolanité par Essai Chapelle Modifié

Mode opératoire

- peser exactement 1 g de matériau sous forme de poudre et déposer dans le ballon conique;
- utiliser une pipette calibrée pour ajouter 250 mL d'eau distillée;
- ajouter 2 g (exactement) de CaO et placer le barreau aimanté dans ballon contentant le mélange CaO-matériau-eau distillée;
- placer le thermomètre et la colonne de refroidissement;
- boucher les deux autres ouvertures du ballon;
- homogénéiser le contenu du ballon;
- placer l'appareil sur la plaque chauffante et commencer à chauffer;
- vérifier que la température atteint $85 \pm 5^\circ\text{C}$ avant de lancer le chronomètre;
- remuer et chauffer pendant 16 heures ; refroidir à température ambiante;
- ajouter au mélange 250 ml de solution de saccharose fraîchement préparée (60 g de saccharose dissous dans exactement 250 mL d'eau distillée);
- remuer pendant 15 minutes sur l'agitateur magnétique;
- filtrer le mélange avec un papier filtre standard et prélever 25 ml avec une pipette calibrée et titrer avec une burette contenant la solution HCl 0,1N en présence de la phénolphaléine comme indicateur. Faire la même procédure avec l' «essai à blanc».

La réaction de titrage s'écrit comme suit:



Expression du résultat

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

Avec V_1 (mL) : le volume de HCl 0,1N nécessaire pour les 25 ml de solution obtenue par l'échantillon à blanc; V_2 (mL) est le volume de HCl 0,1N nécessaire pour les 25 ml de solution obtenue par la réaction du matériau; 74 : masse molaire de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (g/mol); 56 : masse molaire de CaO (g/mol).

Résultats : les résultats sont exprimés en mg de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ fixé par gramme de matériau (*Tableau A.IX*). Le caractère pouzzolanique est attesté lorsque 35% de la chaux a été fixé, soit 700 mg par gramme d'échantillon.

Tableau A.IX: Résultats d'essai Chapelle Modifié des différents échantillons

Échantillons	Blanc	ABD	ABDc	ARD	ARDc	BD	BDc
V_{HCl} (mL)	22,8	20,2	13,2	22,6	15,9	16,3	14,2
$m_{\text{Ca}(\text{OH})_2}$ (mg)	-	299,2	1107,4	20	796,2	748	999,9
Limites	700 mg de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ par gramme de matériau (ASTM)						

ANNEXE X: Résultats d'essai sur les céramiques à base d'argile

L'ensemble des résultats sont présentés au *Tableau A.X*.

Tableau A.X: Résultats globaux des propriétés physiques des céramiques

Echantillons	Paramètres	Température (°C)				
		700	800	900	1000	1100
ABD	ρ_a (g/cm ³)	2,1	2,2	2,3	2,4	2,5
	Wa (%)	12,7	11,2	11,03	9,6	8,6
	Π (%)	24,8	24,7	22,8	16,4	10,7
	$\bar{\sigma}$ (MPa)	7,2	8,3	10,2	17,1	20,1
ARD	ρ_a (g/cm ³)	1,5	1,6	1,7	1,8	1,9
	W (%)	17,4	15,3	15,1	13,1	11,7
	Π (%)	34,0	33,8	31,2	22,4	14,7
	$\bar{\sigma}$ (MPa)	5,3	6,1	7,5	12,6	14,8

ANNEXE XI: Processus de formulation des éprouvettes de mortiers

❖ Règles générales de formulation des mortiers hydrauliques

- ✓ optimiser le rapport eau/liant (E/L) qui influe sur la résistance et la porosité;
- ✓ éviter le sous-dosage en liant qui altère la durabilité des matériaux;
- ✓ vérifier la compatibilité entre le ciment et les additifs utilisés qui impacte, entre autre, sur la rhéologie et la résistance;

- ✓ ajuster la vibration du mortier frais à sa consistance pour obtenir une compacité maximale sans ségrégation;
- ✓ prendre toutes les dispositions pour éviter une dessiccation précoce.

Pour y parvenir, nous avons utilisé des moules normalisés 4×4×16 cm; un malaxeur automatique pourvu d'un écran dont les vitesses et le temps de malaxage sont parfaitement préalablement réglés, conformément à la norme NF EN 196-1; un appareil à choc relié à un écran dont le régime est de 60 chocs par minute.

❖ Mode opératoire

➤ Introduire l'eau en premier dans la cuve du malaxeur, y verser ensuite le mélange ciment+aditif; aussitôt après, mettre le malaxeur en marche à vitesse lente.

➤ Après 30 s de malaxage, introduire régulièrement le sable pendant les 30s suivantes. Le malaxeur passe alors à sa vitesse rapide pendant 30s supplémentaires.

➤ A l'arrêt automatique du malaxeur, pendant les 15 premières secondes, enlever au moyen de la raclette tout le mortier adhérent aux parois et au fond de la cuve en le repoussant vers le milieu de celle-ci. Faire monter la cuve et le malaxage à grande vitesse se poursuit pendant 1 minute.

➤ A partir du mortier frais obtenu à la fin du malaxage, nous avons confectionné les éprouvettes en coulant la pâte dans des moules normalisés (4×4×16 cm) qui ont été fixés sur l'appareil à choc de régime 60 chocs par minute. Après arasement de l'excédent, le moule recouvert d'une plaque en verre est ainsi vibré pendant une minute.

Le moule est ensuite retiré de l'appareil de choc puis conservé au laboratoire à la température de 18 ± 2 °C pendant 24 heures. Le curage des éprouvettes dans des bacs à eau est effectué immédiatement après le démoulage.