

**ÉTUDE CINÉTIQUE DE RÉACTIONS POZZOLANIQUES DANS LES MORTIERS
DE LATÉRITE ACTIVÉE THERMIQUEMENT ET DE CHAUX**

LIBOUM* et I.J. HAJAL*

RESUME

L'analyse de latérites de la région de Yaoundé a été faite et montre qu'elles sont essentiellement constituées de quartz, de kaolinite, d'oxydes et d'hydroxydes de fer et d'aluminium. Un de ces échantillons a été séché, broyé, tamisé à 100 microns et activé à 700°C. Des éprouvettes de mortiers de cette latérite activée, de chaux éteinte et d'eau en proportions définies ont été préparées et conservées en atmosphère saturée de vapeur d'eau à 60 °C ou à 80 °C. On constate que ces éprouvettes font prise et durcissent suite à la formation de nouvelles phases (aluminates et silicates de calcium hydratés). Nous avons mesuré la quantité d'aluminate tricalcique hexahydraté ($3\text{CaO}, \text{Al}_2\text{O}_3, 6\text{H}_2\text{O}$) formé en fonction du temps, en utilisant l'analyse thermique différentielle et la thermogravimétrie. De même a été mesurée la vitesse de consommation de la chaux dans ce mortier.

**MOTS CLES: MORTIER DE LATÉRITE ACTIVÉE
REACTIONS POZZOLANIQUES**

* Laboratoire de Chimie Physique de la Faculté des Sciences
de l'Université de Yaoundé B.P. 812 Yaoundé (Cameroun)

ABSTRACT

The analysis of laterites from the Yaounde region was done and shows they are essentially made up of quartz, kaolinite, oxides and hydroxides of iron and aluminium. One of the samples was dried, ground sieved at 100 microns and activated at 700°C. Mortar cylinders made up of this activated laterite, of calcium hydroxide and of water in definite proportions were prepared. Some of them were conserved in water saturated atmosphere at 60°C and others, at 80°C. It is found that these cylinders take hold and harden. This hold and hardening are due to the formation of new phases (hydrated aluminates and silicates of calcium). The quantities of hexahydrated calcium aluminate ($3\text{CaO}, \text{Al}_2\text{O}_3, 6\text{H}_2\text{O}$) formed as a function of time, were measured using DTA and GTA. In the same way, the rate of consumption of calcium hydroxide in the raw material was measured.

Divers travaux effectués par BEAUCARNOT (1951), MEASSON (1981), MURAT (1982), ont montré que la latérite ou la kaolinite cuites présentent des propriétés pouzzolaniques c'est-à-dire qu'elles sont capables de se combiner avec la chaux et l'eau pour former des composés solides peu solubles, donnant lieu à prise hydraulique. Ces propriétés résultent de réactions chimiques entre les produits du traitement thermique de la latérite ou de la kaolinite, la chaux éteinte et l'eau, pour donner des phases telles que la géhlénite hydratée $2\text{CaO}, \text{Al}_2\text{O}_3, \text{SiO}_2, 8\text{H}_2\text{O} (\text{C}_2\text{ASH}_8)$, la tobermorite $\text{CaO}, \text{SiO}_2, \text{H}_2\text{O} (\text{CSHI})$, l'aluminate tricalcique hexahydraté $3\text{CaO}, \text{Al}_2\text{O}_3, 6\text{H}_2\text{O} (\text{C}_3\text{AH}_6)$ ou l'aluminate tétracalcique hydraté $4 \text{CaO}, \text{Al}_2\text{O}_3, x \text{H}_2\text{O}$ (TURRIZIANI, 1954, TAYLOR, 1964). Ces produits évoluent en fonction du temps.

L'étude de la vitesse de ces réactions chimiques dans les mortiers en cours d'évolution et de l'influence des paramètres tels que la température, la composition et la texture initiale peuvent conduire à la compréhension du mécanisme de formation de ces liants et à l'explication de leurs performances mécaniques.

Dans l'exposé qui suit, nous présentons d'abord la matière première latéritique, sa composition chimique et ses phases constitutives. Dans une deuxième partie, un mortier préparé à partir d'une latérite activée thermiquement, de chaux et d'eau est soumis à l'A.T.D. et à l'A.T.G. Enfin dans une troisième partie nous utilisons l'A.T.G pour suivre quantitativement la formation de C_3AH_6 et la consommation de la chaux qui ont lieu dans ce mortier.

Nom de l'échantillon	MFBE	CU	ESSOS	AVT	ELFA	E1
H ₂ O	9,9	10,6	10,5	10,0	11,9	9,0
(Résidu) Quartz	17,7	11,0	16,2	26,3	30,6	25,7
SiO ₂ des silicates	24,0	25,4	25,6	23,7	25,0	29,6
Al ₂ O ₃	21,6	25,1	24,5	21,8	22,0	25,1
Fe ₂ O ₃	22,0	23,4	19,4	18,8	9,6	7,6
TiO ₂	3,1	3,3	2,2	1,0	1,7	1,5
MnO ₂	0,02	0,03	0,03	0,05	0,02	0,08
CaO	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	-
MgO	0,02	0,02	0,04	0,04	0,21	-
K ₂ O	0,06	0,05	0,09	0,12	0,10	0,54
Na ₂ O	0,01	0,01	0,02	0,10	0,02	0,11
$\frac{\text{Moles}(\text{SiO}_2 \text{ silicates})}{\text{Moles}(\text{Al}_2\text{O}_3)}$	1,9	1,7	1,8	1,9	1,9	2,0

Tableau I : Composition chimique exprimée en pourcentage massique de la fraction fine des échantillons prélevés aux sites suivants : Mont Febe (MFBE), Aéroport de Yaoundé (AVT), Cité Universitaire (CU) Colline de Mvog Beti (E1) Ecole Publique d'ESSOS I (ESSOS)

Nom de l'échantillon	Kaolinite	Quartz	Gibbsite	Anatase	Bases	Oxydes et hydroxyde de fer
M F B E	51,6	17,7	1,9	3,1	0,12	25,6
C U	54,6	11,0	5,4	3,3	0,12	25,6
ESSOS	55,0	16,3	4,3	2,3	0,19	21,9
A V T	50,9	26,4	2,6	1,0	0,23	18,9
E L F A	53,6	30,6	1,3	1,7	0,36	12,4
E ₁	63,5	25,7	-	1,5	0,73	8,5

Tableau II : Composition minéralogique exprimée en % massique

CARACTERISATION DE LA MATIERE
PREMIERE LATERITIQUE

Séparation de la fraction fine

Les latérites utilisées proviennent de l'horizon B des sols ferrallitiques de la région de Yaoundé. Les prélèvements sont constitués de concrétions et de particules fines que nous séparons à sec par tamisage à 2mm. La fraction fine ainsi recueillie est broyée jusqu'à passage à travers le tamis de 100 microns et la poudre est employée pour les analyses chimiques et minéralogiques, ainsi que pour la suite du travail.

Composition chimique

Nous avons emprunté le mode opératoire classique de la méthode triacide couramment utilisée pour doser les oxydes de fer et de titane, l'alumine, le quartz et la silice des silicates. Les oxydes basiques ont été déterminés par spectrophotométrie de flamme sur la solution exempte de sesquioxydes. Le tableau I présente les résultats d'analyse chimique pour quelques prélèvements effectués dans Yaoundé.

Le rapport molaire (SiO_2 silicates/ Al_2O_3) proche de 2 pour tous les échantillons permet de déduire que l'argile qu'ils contiennent est de type 1-1, caractéristique de la kaolinite, l'excès d'alumine pouvant être attribué à l'existence de la gibbsite en faible proportion.

Phases minérales constitutives

L'identification des phases s'opère sur les diffractogrammes X, chacune d'elle étant caractérisée par quelques raies. Ainsi ont pu être décelés dans ces échantillons la kaolinite, le quartz, la goéthite, l'hématite, la gibbsite. L'analyse thermique différentielle a confirmé ces résultats.

A partir des résultats de l'analyse chimique et compte tenu de l'identification des phases énumérées ci-dessus, nous déduisons la composition minéralogique massique du tableau II de la façon suivante :

- tout le résidu de l'attaque triacide est assimilé à du quartz.
- A partir de la teneur en "silice des silicates", nous déduisons le % de kaolinite. Nous utilisons aussi l'A.T.G. pour confirmer ce résultat, en mesurant la perte d'eau du sol entre 350°C et 800°C qu'on attribue à l'eau de constitution de la kaolinite.
- En faisant la différence entre l'alumine totale et celle contenue dans la kaolinite, nous déduisons le % de gibbsite.
- La teneur en oxydes et hydroxydes de fer est le complément à 100% du total kaolinite + quartz + gibbsite + anatase + bases.

MORTIER DE LATERITE ACTIVEE ET DE CHAUX

Activation Thermique

Dans la suite de ce travail, nous avons utilisé le sol ferrallitique E1. L'activation de cet échantillon a été faite par chauffage en lit fixe dans un vase placé au centre d'un four. La température du four évolue de 25°C à 700°C en 90 minutes puis elle est maintenue une heure à cette température finale. Dans ces conditions, les hydroxydes de fer et d'aluminium ainsi que la kaolinite perdent leur eau de constitution et d'adsorption et se transforment respectivement en hématite, alumine et métakaolin.

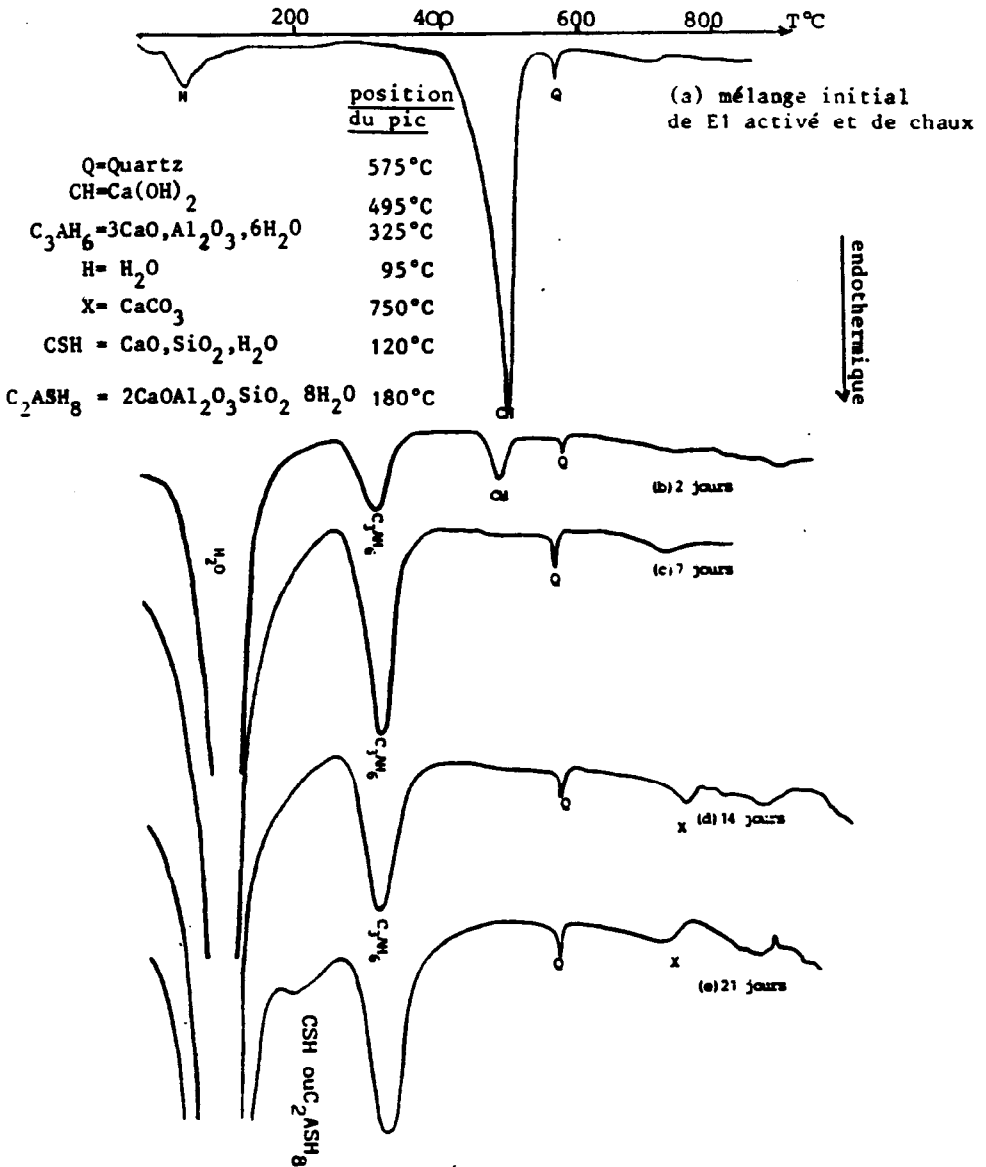


Fig. I : Diagrammes A.T.D. du mortier conservé à 80°C et analysé après 2, 7, 14, 21 jours ; les enregistrements n'ont pas la même sensibilité

Préparation et Conservation du Mortier

On prépare un mélange de sol activé - chaux éteinte dans un rapport massique 3/1 qu'on homogénéise dans un malaxeur. La chaux éteinte utilisée est de fabrication RIEDEL DE HAËN titrée à 93,5%. Le gâchage du mélange se fait ensuite avec de l'eau dans un rapport $E/L = 0,80$, L et E désignent respectivement la masse du liant et la masse de l'eau. La pâte est homogénéisée durant 4 minutes et introduite dans des moules cylindriques en plastique de 2cm de diamètre et 4cm de hauteur. Ces moules contenant la pâte sont placés dans une étuve thermostable à 60°C ou à 80°C dans laquelle règne une atmosphère saturée en vapeur d'eau. La pâte durcit progressivement, et après démoulage, les éprouvettes sont remises dans la même enceinte de conservation.

Analyse Thermique Différentielle du Mortier.

L'analyse thermique différentielle de ces mortiers a été effectuée avec une vitesse de chauffe de 10°/minute après 2, 7, 14, 21, 28 jours de conservation à 80°C. La figure I reproduit les thermogrammes obtenus. Les travaux antérieurs sur les réactions pouzzolaniques (MEASSON), (MURAT), (RINGSHOLT) permettent d'attribuer les différents pics observés.

On constate que C_3AH_6 est le principal produit qui se forme et que son pic caractéristique est nettement séparé de ceux des autres produits : il en est de même du pic de $Ca(OH)_2$. Par contre ceux situés entre 100°C et 200°C qui correspondraient à CSH I et C_2ASH_8 ne peuvent apparaître distinctement que si on élimine d'abord l'excès d'eau de gâchage.

Dans leurs études sur des réactions pouzzolaniques à température ordinaire, MEASSON, MURAT et SIMO n'ont pas observé la formation de C_3AH_6 durant les 28 premiers jours. MEASSON signale cependant qu'il y a une évolution très lente du mortier qui fait apparaître ce composé.

Thermogrammes A.T.G. du mortier

En thermogravimétrie à la vitesse de 5°/minute, on enregistre 3 pertes de masse significatives entre 25°C et 600°C.

- Perte de masse entre 0-180 °C due principalement à l'eau de gâchage et à l'eau de CSH I ou C_2ASH_8 .
- Perte de l'eau d'hydratation de C_3AH_6 qui suit le même sens de variation que l'intensité du pic correspondant en A.T.D. entre 200°C et 370°C.
- Perte entre 450 °C - 550 °C correspondant à l'eau de constitution de la chaux résiduelle.

L'analyse thermogravimétrique d'un mortier fraîchement préparé ne montre aucune perte de masse entre 200 °C et 370°C. Ce qui prouve que durant le temps de l'analyse la formation de C_3AH_6 est négligeable.

ETUDE CINETIQUE

Des éprouvettes ont été confectionnées et conservées dans les conditions signalées ci-dessus. Une de celles - ci a servi à suivre l'évolution de la masse, due à l'évaporation de l'eau lors de la conservation. La figure II représente le rapport de la masse de l'eau restant dans l'éprouvette à celle du liant (chaux+laterite activée). Ce rapport tend vers $E/L = 0,45$.

Des prélèvements effectués sur les autres éprouvettes ont été soumis à l'analyse thermogravimétrique. La perte de masse en thermogravimétrie entre 200 °C et 370°C, due au départ de l'eau de constitution de C_3AH_6 , permet de déduire la quantité de ce composé. Celle mesurée entre 400 et 550 °C conduit à la quantité de $Ca(OH)_2$ non combinée. La mesure de E/L à tout instant permet d'apporter la correction due à l'évaporation de l'eau de l'éprouvette.

La figure III représente les résultats obtenus, « désignant le rapport entre la quantité de produit considéré à un instant t donné et sa quantité maximale. On constate qu'après

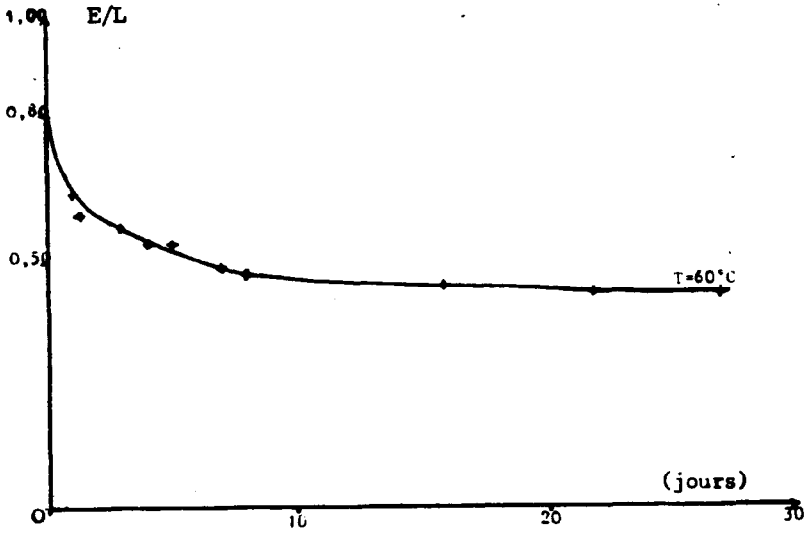


Fig. II : Variation de E/L en fonction du temps de conservation du mortier

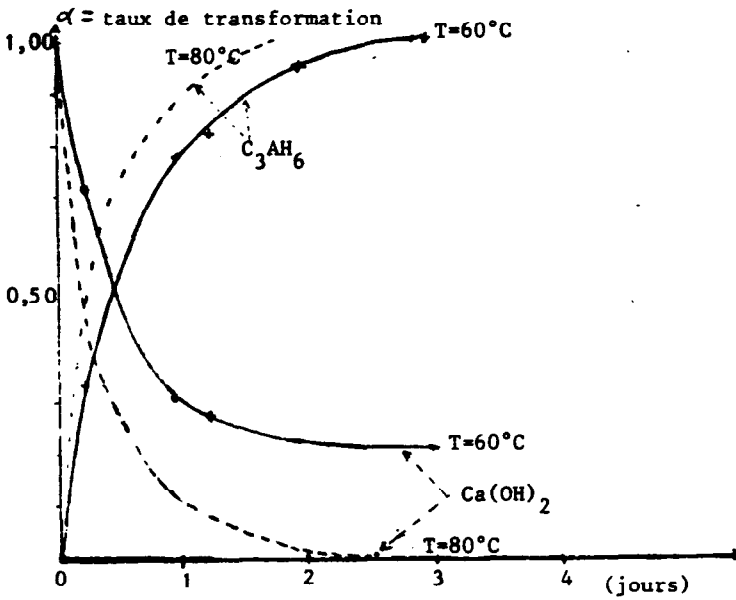


Fig. III : Variation du taux de transformation de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ et de C_3AH_6 en fonction du temps

3 jours la chaux a réagi totalement à 80°C, mais seulement partiellement à 60°C.

CONCLUSION

Dans les recherches antérieures sur les réactions pouzzolaniques, l'analyse thermique a été utilisée surtout sous l'angle qualitatif. Cette étude montre qu'elle peut servir à la détermination quantitative de C_3AH_6 et de la chaux résiduelle dans les mélanges latérite activée-chaux-eau. En combinant ces déterminations, on peut déduire aussi la fraction de la chaux initiale qui a réagi pour former d'autres composés que C_3AH_6 .

Cette étude montre aussi que la température de conservation des éprouvettes a une influence notable sur la composition du matériau obtenu et donc très probablement sur ses autres propriétés.

BIBLIOGRAPHIE

- BEAUCARNOT, J. (1951). Nouvelle matière d'addition pour composition de ciments amaigris. Brevet d'invention N° 983. 314 Gr. 7 - Cl 1.
- MEASSON, M. (1981). Thèse. Etude de l'activité pouzzolanique de matériaux naturels traités thermiquement en vue de la réalisation des liants hydrauliques. Université Paul Sabatier de Toulouse.
- MURAT, M., BACHORRINI, A. (1982). Corrélation entre l'état d'amorphysation et l'hydraulicité du métakaolin. Bull. Minéral (105) 543-555.
- TAYLOR, H.F.W. (1964). The chemistry of cements. Academic Press, London and New-York, 1, 167-232.
- TURRIZIANI, R., SCHIPPA, G. (1954). Analisi termica differenziale dei prodotti di reazione del caolino disidratato con idrato, di calcio. Ricerca Scient. Ital. 24, (2), 366-374.
- SIMO SIPOFO (1985). Elaboration d'un liant synthétique à partir d'une latérite de Yaoundé. Mémoire Université de Yaoundé. Ecole Nationale Supérieure Polytechnique.
- RINGSHOLT, T. HANSEN, T.C. (1978). Lateritic Soil as a Raw material for Building Blocks .American Ceramic Society Bulletin (57),5