

# Réactivité des cendres volcaniques équatoriennes dans les liants minéraux

Villacis Troncoso Eugenia<sup>1</sup>, Kouta Nathalie<sup>2</sup>, Escadeillas Gilles<sup>2</sup>, Guerrero Barragan Victor Hugo<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Department of Civil and Environmental Engineering, Laboratory of Material Testing and Soil Mechanics, Ladrón de Guevara E11-253, Escuela Politécnica Nacional, Quito 170525, Ecuador

<sup>2</sup> LMDC, UPS, INSA, Laboratoire Matériaux et Durabilité des Constructions, 135, avenue de Rangueil, F-31 077 Toulouse Cedex 04, France

<sup>3</sup> Department of Materials, Ladrón de Guevara E11-253, Escuela Politécnica Nacional, Quito 170525, Ecuador

## ABSTRACT

Le béton de ciment Portland est le premier matériau de construction dans le monde car il est facile à produire, résistant mécaniquement et a fait ses preuves de durabilité quand il était bien formulé par rapport à son exposition. Cependant, son impact environnemental est important du fait de l'utilisation de ciment Portland dont son constituant principal, le clinker, est grand consommateur d'énergie et fort contributeur en gaz à effet de serre. Des solutions permettant de diminuer les quantités de clinker sont donc recherchées dans le monde entier.

L'Équateur est l'un des pays situés dans la ceinture de feu du Pacifique avec de très nombreux volcans. Or, les cendres volcaniques, présentes en quantité très importantes, sont connues pour améliorer les propriétés des matériaux cimentaires grâce à leur réactivité en milieu basique. Cependant, cette réactivité peut différer de manière notable selon les cendres utilisées.

L'objectif de cet article est de qualifier plusieurs essais de laboratoire afin d'évaluer la réactivité de ces cendres volcaniques. Pour cela, 8 cendres, provenant de 4 volcans différents et broyées à la même finesse, ont été étudiées. Les essais pratiqués sont chimiques (essais Chapelle, analyse thermique sur pâtes ou mortiers hydratés), calorimétriques (suivi de la chaleur d'hydratation) ou mécaniques (essais sur mortiers de ciment ou de chaux à différentes échéances).

Les résultats montrent une variabilité de réactivité selon le type d'essai pratiqué et le type de cendres. Les résultats obtenus confirment l'intérêt de ce type de matériau, présent à grande échelle, pour améliorer les performances des ciments en Equateur ou dans d'autres régions volcaniques, notamment sur le plan environnemental.

**Keywords** cendres volcaniques, pouzzolanité, pâtes, mortiers, chaux, ciment

## I. INTRODUCTION

Le béton de ciment Portland est le premier matériau de construction dans le monde car il est facile à produire, résistant mécaniquement et a fait ses preuves de durabilité quand il était bien formulé par rapport à son exposition. Cependant, son impact environnemental est important du fait de l'utilisation de ciment Portland, dont la production représente environ 5 % des émissions mondiales de CO<sub>2</sub>, et il convient de rechercher rapidement des alternatives plus durables (Nazari & Sanjayan, 2016). Sachant que c'est la partie clinker du ciment qui est à l'origine de la plus grande production

de CO<sub>2</sub>, une solution développée depuis des décennies par les cimentiers consiste à remplacer des proportions de plus en plus importantes de clinker par des matières secondaires (SCM en anglais) ayant des propriétés hydrauliques (laitier de haut fourneau), pouzzolaniques (cendres volantes, argiles calcinées) ou physico-chimique (fillers calcaire), de manière à proposer des ciments composés avec des performances au moins équivalentes (Schneider et al., 2011, Aitcin et Mindness, 2013). Ces matières secondaires doivent toutefois être présentes en quantité suffisante localement si on veut maintenir un impact environnemental le plus faible possible. Parmi les matériaux secondaires connus pour leur pouzzolanité et présents en grande quantité selon les pays (États Unis, Russie, Indonésie, Japon, ...), on trouve en particulier les cendres volcaniques.

L'Équateur compte 98 volcans, actifs (31) ou inactifs (67), ce qui le place au 13<sup>e</sup> rang mondial (Smithsonian / USGS Weekly Volcanic Activity Report, 2020). Il existe ainsi dans la zone inter-andine de très importants gisements de pouzzolane, de pierre ponce et de scories dont le volume est considéré comme l'un des 10 plus importants au monde (Cornejo, 2017). En particulier, près de la capitale Quito, plusieurs volcans présentent de grandes quantités de cendres volcaniques dont certaines sont déjà exploitées par l'un des cimentiers locaux.

La difficulté majeure pour un potentiel utilisateur vient de l'appréciation de la réactivité pouzzolanique de ces cendres volcaniques de manière à pouvoir substituer la plus grande partie possible de clinker dans les ciments composés sans altérer leurs performances. Cet article a pour objectif d'évaluer plusieurs essais de laboratoire, anciens ou récents, pour aider les utilisateurs dans la sélection des cendres à utiliser. 8 cendres venant de quatre volcans équatoriens proche de Quito (Chalupas, Cotopaxi, Guagua Pichincha et Pululahua), broyées à la même finesse, ont été étudiées. Les essais pratiqués sont chimiques (essais Chapelle, analyse thermique sur pâtes ou mortiers hydratés), calorimétriques (suivi de la chaleur d'hydratation) ou mécaniques (essais sur mortiers de ciment ou de chaux à différentes échéances). En particulier, certains essais préconisés par le groupe RILEM TC 267-TRM ont été utilisés (Avet et al., 2022, Parashar et al. 2022).

## II. MATERIAUX ET METHODES

### A. Matériaux

#### *Cendres volcaniques*

Les cendres volcaniques (CV) ont été prélevées sur 4 volcans proches de Quito : Chalupas, Cotopaxi, Guagua Pichincha et Pululahua. La nomenclature utilisée dans cet article est donnée TABLE 1.

**TABLE 1.** Nomenclature des CV étudiées

| Lieu prélèvement   | N° | Lieu prélèvement   | N° | Lieu prélèvement | N° |
|--------------------|----|--------------------|----|------------------|----|
| Chalupas           | 1  | Chasqui            | 2  | Cotopaxi Cima    | 3  |
| Guagua Pichincha A | 4  | Guagua Pichincha B | 5  | Pululahua        | 6  |
| Romerillos         | 7  | San Felipe         | 8  |                  |    |

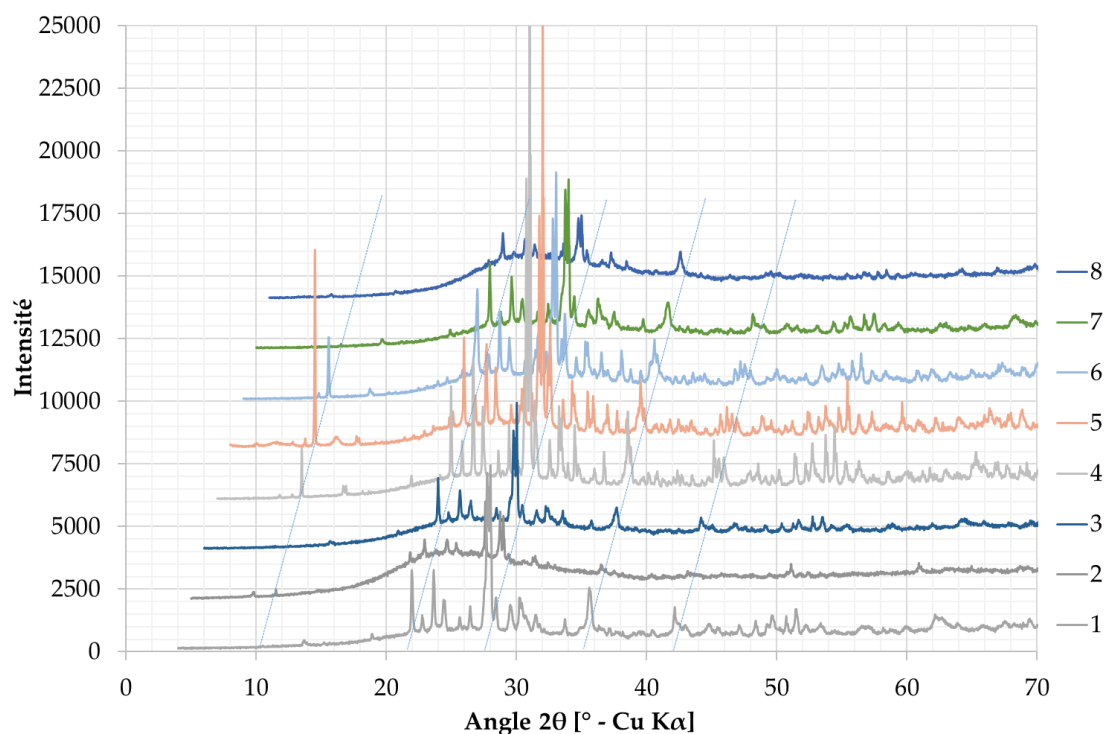
La composition chimique des CV étudiées est donnée TABLE 2. On retrouve la composition classique silico-alumineuse des CV avec cependant quelques différences selon les cendres

(Mendoza & Tobón, 2013). Ainsi, les CV 2 et 8 ont des teneurs en  $\text{SiO}_2$  particulièrement élevées (72,2 et 70,1% respectivement contre 62,68% en moyenne), ces deux cendres se distinguant aussi par des teneurs en  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  significativement plus faibles (1,52 et 2,15%) contrairement aux autres CV ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$  variant de 5,16 à 8,16%).

**TABLE 2.** Composition chimique des CV étudiées

| CV         | $\text{SiO}_2$ | $\text{CaO}$ | $\text{Al}_2\text{O}_3$ | $\text{Fe}_2\text{O}_3$ | $\text{K}_2\text{O}$ | $\text{Na}_2\text{O}$ | $\text{MgO}$ | $\text{Mn}_2\text{O}_3$ | $\text{TiO}_2$ | $\text{SO}_3$ | $\text{P}_2\text{O}_5$ | PF   |
|------------|----------------|--------------|-------------------------|-------------------------|----------------------|-----------------------|--------------|-------------------------|----------------|---------------|------------------------|------|
| 1          | 57,4           | 6,75         | 18,0                    | 8,16                    | 1,37                 | 3,94                  | 3,06         | 0,17                    | 0,91           | 0,00          | 0,21                   | 0,10 |
| 2          | 72,2           | 1,51         | 13,4                    | 1,52                    | 2,78                 | 4,10                  | 0,34         | 0,07                    | 0,16           | 0,00          | 0,06                   | 3,87 |
| 3          | 61,1           | 5,48         | 17,8                    | 5,85                    | 1,97                 | 4,45                  | 1,81         | 0,11                    | 0,75           | 0,00          | 0,25                   | 0,49 |
| 4          | 58,0           | 7,28         | 20,0                    | 5,16                    | 1,18                 | 4,40                  | 2,36         | 0,08                    | 0,44           | 0,00          | 0,14                   | 0,98 |
| 5          | 60,8           | 5,02         | 16,9                    | 5,68                    | 1,77                 | 3,83                  | 2,64         | 0,08                    | 0,59           | 0,00          | 0,15                   | 2,55 |
| 6          | 62,3           | 5,43         | 16,2                    | 5,72                    | 1,14                 | 4,31                  | 2,80         | 0,09                    | 0,56           | 0,00          | 0,17                   | 1,26 |
| 7          | 59,7           | 5,75         | 17,3                    | 6,17                    | 1,75                 | 4,10                  | 2,14         | 0,11                    | 0,76           | 0,00          | 0,24                   | 1,95 |
| 8          | 70,1           | 1,85         | 14,1                    | 2,15                    | 3,98                 | 3,94                  | 0,70         | 0,06                    | 0,34           | 0,00          | 0,07                   | 2,71 |
| <b>Moy</b> | 62,68          | 4,88         | 16,72                   | 5,05                    | 1,99                 | 4,13                  | 1,98         | 0,56                    | 0,10           | 0,00          | 0,16                   | 1,74 |
| <b>ET</b>  | 5,48           | 2,11         | 2,12                    | 2,18                    | 0,96                 | 0,23                  | 0,99         | 0,24                    | 0,03           | 0,00          | 0,07                   | 1,27 |

Les diffractogrammes de rayons X et la nature des minéraux présents sont donnés respectivement FIGURE 1 et TABLE 3. La nature des minéraux a aussi été déterminée par analyse pétrographique sur lame mince non couverte.



**FIGURE 1.** Diffractogrammes de rayons X (DRX) des CV étudiées

**TABLE 3.** Minéraux identifiés par DRX et analyse pétrographique dans les CV étudiées

| CV | Minéraux identifiés par DRX   | Minéraux identifiés par analyse pétrographique (lame mince)  |
|----|-------------------------------|--|
| 1  | Albite, Anorthite             | Albite (maj), Anorthite (moy), Hornblende (min)              |
| 2  | Albite, Anorthite, Hornblende | Albite (maj), Anorthite (maj), Hornblende (tr)               |
| 3  | Albite, Anorthite             | Albite (maj), Anorthite (moy), Hornblende (min), Augite (tr) |
| 4  | Anorthite, Hornblende         | Anorthite (maj), Hornblende (min)                            |
| 5  | Anorthite, Hornblende         | Anorthite (maj), Hornblende (min)                            |
| 6  | Anorthite, Hornblende         | Anorthite (maj), Hornblende (min)                            |
| 7  | Albite, anorthite, Hornblende | Albite (maj), Anorthite (maj), Hornblende (min)              |
| 8  | Albite, Anorthite, Hornblende | Albite (maj), Anorthite (maj), Hornblende (tr)               |

Albite :  $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$  ; Anorthite :  $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$  ; Hornblende :  $(\text{Ca},\text{Na},\text{K})_2(\text{Mg},\text{Fe}^{2+},\text{Fe}^{3+},\text{Al})_5[\text{Si}_6(\text{Al},\text{Si})_2\text{O}_{22}](\text{OH},\text{F})_2$  ; Augite :  $(\text{Si},\text{Al})_2\text{O}_6(\text{Ca},\text{Mg},\text{Fe},\text{Ti},\text{Al})_2$  ; Maj : majoritaire ; Moy : moyen ; Min : minoritaire ; tr : traces

Du point de vue de la partie cristallisée, on peut observer des similitudes entre les DRX des CV 1 et 3, avec de l'albite, de l'anorthite et de la hornblende (minoritaire) des CV 4, 5 et 6, avec la présence d'anorthite majoritaire et de quantité minoritaire de hornblende, des CV 2 et 8, avec la présence d'albite et d'anorthite majoritaires et de hornblende à l'état de traces. On observe aussi une phase amorphe, caractérisée par une bosse centrée vers  $25^\circ 2\theta$  Cu  $K\alpha$ , avec une prédominance pour les CV 2 et 8. Analysées par EDS, ces phases amorphes révèlent des teneurs élevées en  $\text{SiO}_2$  (60% en moyenne),  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (17% en moyenne) mais aussi en  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (7% en moyenne) et en  $\text{Na}_2\text{O}$  (4% en moyenne) ce qui peut expliquer les compositions chimiques obtenues.

De manière à s'affranchir des différences de taille des CV prélevées, toutes les CV ont été broyées de manière à obtenir autant que possible la même finesse. Les tailles significatives des particules obtenues par granulométrie laser, les surfaces spécifiques et les masses volumiques des CV sont présentées TABLE 4. Les mêmes caractéristiques sont données pour un quartz broyé qui sera utilisé comme référence « inerte » pour certains essais de réactivité.

**TABLE 4.** Taille des particules, surface spécifique et masse volumique des CV étudiées

| CV     | Dv <sub>10</sub><br>( $\mu\text{m}$ ) | Dv <sub>50</sub><br>( $\mu\text{m}$ ) | Dv <sub>90</sub><br>( $\mu\text{m}$ ) | Surface spécifique<br>( $\text{cm}^2/\text{g}$ ) | Masse volumique<br>( $\text{g}/\text{cm}^3$ ) |
|--------|---------------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|--|---|
| 1      | 3,18                                  | 22,14                                 | 52,05                                 | 821  | 2,64  |
| 2      | 2,75                                  | 14,00                                 | 45,21                                 | 910  | 2,38  |
| 3      | 2,50                                  | 13,02                                 | 39,99                                 | 959  | 2,53  |
| 4      | 3,69                                  | 20,93                                 | 61,87                                 | 818  | 2,70  |
| 5      | 3,58                                  | 24,29                                 | 63,05                                 | 847  | 2,65  |
| 6      | 3,15                                  | 19,13                                 | 58,09                                 | 950  | 2,53  |
| 7      | 2,63                                  | 14,45                                 | 43,00                                 | 937  | 2,54  |
| 8      | 3,61                                  | 18,81                                 | 56,88                                 | 793  | 2,50  |
| Quartz | 2,11                                  | 10,57                                 | 28,32                                 | 1124   | 2,65  |

Ce tableau montre une certaine homogénéité des CV après broyage ( $D_{10}$  de  $3,1 \pm 0,4 \mu\text{m}$ ,  $D_{50}$  de  $18,4 \pm 3,9 \mu\text{m}$ ,  $D_{90}$  de  $52,5 \pm 8,3 \mu\text{m}$ , surface spécifique de  $880 \pm 62 \text{ cm}^2/\text{g}$  et masse volumique de  $2,56 \pm 0,10 \text{ g}/\text{cm}^3$ ) ce que l'on pourra considérer comme équivalent lors de l'exploitation des résultats. Pour sa part, le quartz est légèrement plus fin (surface spécifique de  $1120 \text{ cm}^2/\text{g}$ ).

### Autres matériaux

Pour cette étude, plusieurs autres matériaux ont été utilisés :

- Un ciment CEM I 52,5 R provenant de l'usine du Teil (LafargeHolcim) pour les essais sur mortier de ciment (classe de résistance 64,7 MPa, masse volumique : 3,14 g/cm<sup>3</sup>) ;
- Une chaux éteinte (Ca(OH)<sub>2</sub>), du sulfate de potassium (K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), de l'hydroxyde de potassium (KOH) et de la calcite (CaCO<sub>3</sub>), tous de qualité analytique, pour les essais de réactivité selon les recommandations du TC 267-TRM de la RILEM ;
- Le sable normalisé de Port-la-Nouvelle pour les essais sur mortier de ciment ou de chaux.

### B. Méthodes

#### Essai Chapelle modifié

L'essai Chapelle modifié a été conduit selon la norme NF P18-513. Cet essai consiste à déterminer la quantité de Ca(OH)<sub>2</sub> fixé par 1 g de CV mélangé avec 2 g de CaO et 250 ml d'eau distillée.

#### Essais R3

La procédure R3 a été utilisée pour évaluer la réactivité chimique des CV sur pâte (Avet et al., 2022). Cette procédure place les CV dans un système similaire à celui du ciment mais sans les problématiques liées à la variabilité du clinker. La formulation des essais R3 est composée de l'ajout à étudier (ici les CV), de chaux éteinte, de calcite, d'alcali et de sulfate comme indiqué TABLE 5.

**TABLE 5. Composition des pâtes de chaux pour les essais de réactivité R3 (en g)**

| CH    | CV    | Eau | KOH* | K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> * | CaCO <sub>3</sub> |
|-------|-------|-----|------|----------------------------------|-------------------|
| 33,33 | 11,11 | 60  | 0,24 | 1,2                              | 5,56              |

\* KOH et K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> sont mélangés à l'eau avant essai

Les pâtes réalisées selon la procédure R3 ont été utilisées en calorimétrie isotherme et pour déterminer la quantité d'eau liée des pâtes hydratées :

- Les essais calorimétriques ont été menés durant 7 jours à 40 °C en utilisant un appareil Tam Air. Les valeurs de chaleur cumulée par gramme de pâte, à 3 ou 7 jours, sont considérées comme des indicateurs de la réactivité des cendres volcaniques.
- La quantité d'eau liée a été déterminée sur les pâtes gardées dans des tubes en endogène à 40 °C pendant 7 jours. A échéance, les pâtes ont été écrasées, puis mises dans des creusets en porcelaine préalablement pesés, et séchées dans une étuve ventilée à 40 °C pendant 24 h. Les creusets ont été ensuite placés dans un dessiccateur durant 1 h dans une salle à 20 °C, repesés, puis mis dans un four de grande capacité pour être chauffés à 350 °C pendant 2 h (vitesse de montée et de descente en température de 330 °C/h). Après refroidissement total dans un dessiccateur à 20 °C (durée 1 h), les creusets ont été repesés. La quantité d'eau liée est obtenue à partir de la perte de masse relative entre 40 et 350 °C.

#### Essais LR modifié

Pour évaluer la réactivité des matériaux secondaires, le TC 267-TRM de la RILEM a proposé une amélioration d'un essai de résistance de mortier à la chaux (LR) (Parashar et al., 2022). Dans cet essai, il est proposé d'utiliser un mélange (IM-1) tel que présenté TABLE 6. A noter que ce mélange

utilise les mêmes composés que ceux utilisés dans l'essai R3 de manière à s'affranchir de l'influence du clinker mais pas dans les mêmes proportions (en particulier rapport CH:CV de 1:1).

**TABLE 6. Composition des mortiers à la chaux selon l'essai LR modifié (en g)**

| CH  | CV  | Eau | KOH* | K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> * | CaCO <sub>3</sub> | Sable |
|-----|-----|-----|------|----------------------------------|-------------------|-------|
| 210 | 210 | 300 | 1,2  | 6                                | 30                | 1350  |

\* KOH et K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> sont mélangés à l'eau avant essai

Les mortiers ont été réalisés selon la norme EN 196-1:2016. Pour chaque mélange, 3 éprouvettes 4×4×16 cm<sup>3</sup> ont été confectionnées avec une mise en place sur table vibrante. Les moules remplis ont été enfermés dans des sacs en plastique étanches et mis en étuve à 50 ± 2 °C pendant 48 h. Après 48 h, les éprouvettes ont été démoulées rapidement, enveloppées de nouveau dans des sacs en plastique étanches et replacées à 50 ± 2 °C jusqu'à échéance d'essai de 5 et 10 jours. Après 5 et 10 jours de cure, les éprouvettes ont été testées en compression sur une presse IGM pilotée en force conformément à la norme EN 196-1:2016. Après rupture, des échantillons significatifs des mortiers ont été prélevés de manière à appliquer la méthode de perte de masse R3 (séchage 24 h en étuve ventilée à 40 °C suivi d'un passage au four de 2 h à 350 °C), non indiquée dans la procédure.

#### *Essai mortier de ciment*

Le dernier essai pratiqué consiste à remplacer une partie du ciment par les CV à étudier. Un taux de substitution de 20% massique a été retenu comme présenté TABLE 7.

**TABLE 7. Composition du mortier de ciment à 20% de substitution massique en CV (en g)**

| Ciment | CV | Eau | Sable |
|--------|----|-----|-------|
| 360    | 90 | 225 | 1350  |

Les mortiers ont été réalisés conformément à la norme EN 196-1:2016 avec une mise en place à la table à choc. Les moules ont été conservés à 20 °C sans échange d'humidité durant 24 h. Les éprouvettes ont ensuite été démoulées et conservées dans l'eau jusqu'aux échéances d'essai (7, 28 et 91 jours). Les éprouvettes ont été testées en compression sur une presse 3R pilotée en force conformément à la norme EN 196-1:2016.

### III. RESULTATS

#### *Essai Chapelle modifié*

Les résultats de l'essai Chapelle modifié sont présentés TABLE 8.

**TABLE 8. Résultats de l'essai chapelle pour les CV étudiées**

| CV                              | 1    | 2    | 3    | 4   | 5   | 6    | 7    | 8    |
|---------------------------------|------|------|------|-----|-----|------|------|------|
| Ca(OH) <sub>2</sub> fixé (mg/g) | 1040 | 1330 | 1338 | 793 | 827 | 1313 | 1160 | 1142 |

On peut voir une différence notable de la quantité de Ca(OH)<sub>2</sub> fixée par les différentes CV. Ainsi, les CV 2, 3 et 6 présentent les valeurs les plus élevées (respectivement 1330, 1338 et 1313

mg/g), suivies des CV 1, 7 et 8 (respectivement 1040, 1160 et 1142 mg/g), et enfin les CV 4 et 5 (respectivement 793 et 827 mg/g), ces dernières étant donc les moins réactives selon cet essai.

#### Essais R3

Les résultats des essais R3 à 40°C sont présentés TABLE 9. Les valeurs les plus élevées à 3 et 7 jours sont observées pour les CV 2 et 3 et les plus faibles pour les CV 1, 5 et 6. Pour les pertes de masse entre 40 et 350 °C de pâtes âgées de 7 jours, les valeurs les plus élevées sont observées pour les CV 2, 3 et 8 et les plus faibles pour les CV 1, 4, 5, 6 et 7. On observe toujours une grande différence de quantité de chaleur et de perte de masse entre les CV et le quartz utilisé comme référence inerte.

**TABLE 9.** Résultats des quantités de chaleur cumulée à 3 (R3 Q3) et 7 (R3 Q7) jours (en J/g solide) et de perte de masse à 7 (R3 M7) jours (en %) obtenus lors des essais R3

| CV     | R3 Q3 (J/g solide) | R3 Q7 (J/g solide) | R3 M7 (%)   |
|--------|--------------------|--------------------|-------------|
| 1      | 5,75               | 7,35               | 2,36 ± 0,37 |
| 2      | 16,35              | 21,88              | 4,47 ± 0,11 |
| 3      | 16,91              | 20,64              | 3,86 ± 0,21 |
| 4      | 8,80               | 11,35              | 2,83 ± 0,20 |
| 5      | 5,55               | 6,11               | 2,16 ± 0,04 |
| 6      | 5,47               | 7,30               | 2,21 ± 0,18 |
| 7      | 11,68              | 16,09              | 2,57 ± 0,06 |
| 8      | 10,12              | 13,98              | 3,85 ± 0,35 |
| Quartz | 3,77               | 4,13               | 0,73 ± 0,34 |

#### Essais LR modifié

Les résultats des essais mécaniques en compression et des pertes de masse aux échéances de 5 et 10 jours à 50°C sont présentés TABLE 10. Les résultats obtenus pour le quartz sont aussi donnés.

**TABLE 10.** Résultats des essais mécaniques (LR R5 et LR R10) et des pertes de masse (LR M5 et LR M10) obtenus lors de l'essai LR modifié aux échéances de 5 et 10 jours

| CV     | LR R5 (MPa) | LR R10 (MPa) | LM M5 (%)   | LR M10 (%)  |
|--------|-------------|--------------|-------------|-------------|
| 1      | 3,27 ± 0,24 | 4,44 ± 0,07  | 1,17 ± 0,05 | 2,16 ± 0,10 |
| 2      | 6,20 ± 0,11 | 6,55 ± 0,20  | 1,77 ± 0,04 | 3,13 ± 0,21 |
| 3      | 6,63 ± 0,03 | 7,04 ± 0,10  | 1,58 ± 0,02 | 2,83 ± 0,09 |
| 4      | 5,41 ± 0,12 | 6,04 ± 0,16  | 1,35 ± 0,01 | 3,14 ± 0,76 |
| 5      | 3,68 ± 0,01 | 4,43 ± 0,12  | 1,28 ± 0,04 | 1,93 ± 0,04 |
| 6      | 3,64 ± 0,12 | 4,68 ± 0,06  | 1,17 ± 0,04 | 2,07 ± 0,28 |
| 7      | 6,24 ± 0,11 | 7,25 ± 0,10  | 1,47 ± 0,03 | 2,46 ± 0,32 |
| 8      | 5,50 ± 0,12 | 6,22 ± 0,16  | 1,66 ± 0,07 | 2,36 ± 0,09 |
| Quartz | 0,78 ± 0,04 | 1,87 ± 0,05  | 0,58 ± 0,01 | 1,24 ± 0,04 |

Du point de vue des résistances en compression, les meilleurs résultats sont obtenus pour les CV 3 et 7, avec des valeurs à 10 jours supérieures à 7 MPa, alors que les résultats les plus faibles sont obtenus pour les CV 1, 5 et 6, avec des valeurs à 10 jours inférieures à 5 MPa. Du point de vue des pertes de masse entre 40 et 350 °C, correspondant à la formation des hydrates, on voit que les 3 valeurs les plus élevées sont obtenues à 10 jours pour les CV 4, 2 et 3, et les 3 valeurs les plus faibles

pour les CV 5, 6 et 1. On n'a donc pas de correspondance directe entre résistance mécanique et quantité d'hydrates formés. Enfin, en comparant l'ensemble de ces valeurs avec celles obtenues pour le quartz, on peut d'ores et déjà souligner la réactivité des CV testés en présence de chaux.

#### *Essai mortier de ciment*

Les résultats des essais mécaniques en compression aux échéances de 7, 28 et 91 jours pour les différentes CV sont présentés TABLE 11. Les résultats du témoin sans CV sont aussi donnés.

**TABLE 11. Résultats des essais mécaniques sur mortier de ciment (20% substitution massique)**

| CV            | Rc 7 jours (MPa) | Rc 28 jours (MPa) | Rc 91 jours (MPa) |
|---------------|------------------|-------------------|-------------------|
| 1             | 40,04 ± 0,18     | 52,31 ± 0,62      | 53,38 ± 0,89      |
| 2             | 40,83 ± 1,00     | 56,02 ± 0,38      | 58,98 ± 0,46      |
| 3             | 42,71 ± 0,11     | 54,02 ± 0,41      | 55,81 ± 0,33      |
| 4             | 42,27 ± 0,13     | 55,02 ± 0,21      | 57,42 ± 0,72      |
| 5             | 44,33 ± 0,08     | 49,35 ± 0,34      | 57,69 ± 0,77      |
| 6             | 43,46 ± 0,18     | 52,90 ± 1,15      | 54,35 ± 0,40      |
| 7             | 37,94 ± 0,05     | 50,15 ± 0,47      | 58,63 ± 0,23      |
| 8             | 42,90 ± 0,11     | 56,15 ± 0,26      | 56,69 ± 0,28      |
| <b>Témoin</b> | 53,17 ± 0,03     | 64,69 ± 0,20      | 66,15 ± 0,33      |

On peut voir qu'il existe des différences de résistances selon les CV et les échéances mais que ces différences entre CV restent faibles (5 MPa de différence au maximum). En comparaison avec le témoin sans CV, les résistances relatives des mortiers avec CV représentent respectivement 78,6 ± 3,7% à 7 jours, 82,3 ± 3,7% à 28 jours et 85,6 ± 2,8% à 91 jours. Cette augmentation avec le temps peut être reliée à la réaction pouzzolanique des CV.

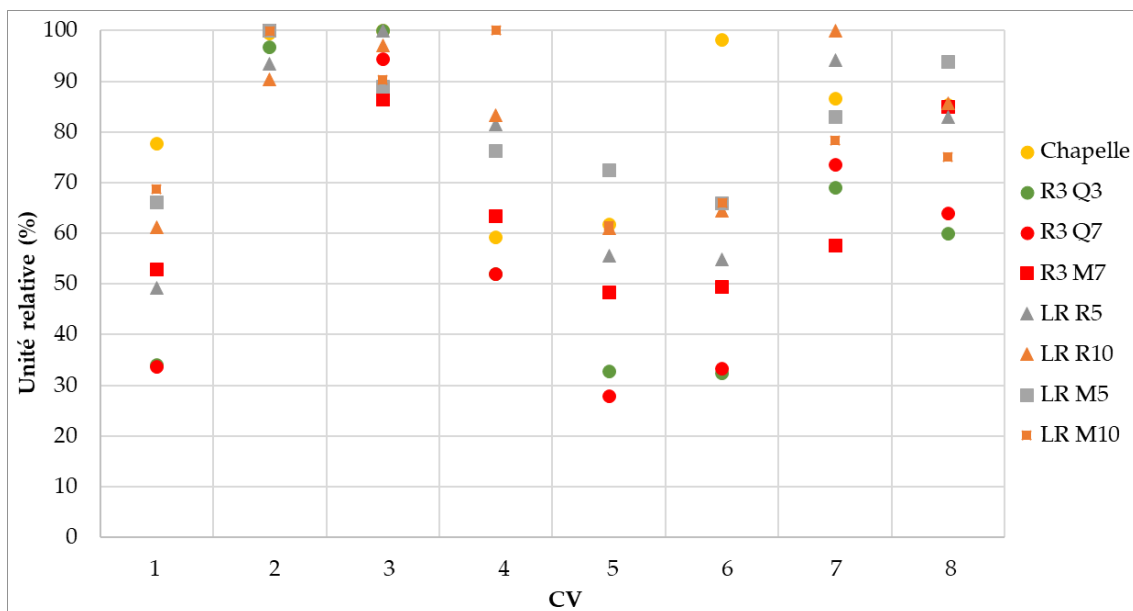
## IV. DISCUSSION

L'objectif de cette étude était d'évaluer la réactivité des CV en utilisant certains essais décrits dans la littérature. Nous avons regroupé dans la FIGURE 2 les résultats des essais de réactivité sous forme relative (pour un essai et une CV, l'unité relative (%) est calculée de la manière suivante : valeur pour la CV / max valeurs de toutes les CV × 100) hormis les essais sur mortiers de ciment qui présentent trop peu de variations.

En regardant cette figure, on peut noter des différences selon les CV et les essais de réactivité considérés :

- Les plus fortes réactivités sont observées pour les CV 2 et 3 (respectivement 96,9 et 94,1% en moyenne) pour tous les essais avec peu de dispersion (respectivement 3,4 et 5,8%).
  - Pour les CV 4, 7 et 8, on observe de plus faibles réactivités (respectivement 70,5, 79,8 et 78,4% en moyenne) avec une plus grande dispersion (respectivement 15,9, 12,8 et 10,3%).
  - Les plus faibles réactivités sont observées pour les CV 1, 5 et 6 (respectivement 55,0, 52,3 et 57,7% en moyenne) avec une assez grande dispersion (respectivement 14,8, 13,9 et 19,6%).
- A noter que pour la CV 6, c'est le résultat de l'essai Chapelle qui semble surévalué (sans l'essai Chapelle la réactivité de cette CV est de 51,9% avec une dispersion de 13,2%).





**FIGURE 2.** Synthèse des résultats obtenus sur les différentes CV étudiées (unité relative = valeur de l'essai pour la CV considérée / valeur la plus haute sur l'ensemble des CV x 100)

De l'ensemble de ces résultats, il est possible de tirer certaines conclusions :

- L'essai Chapelle peut conduire à des activités très différentes de celles données par d'autres essais (exemple avec la CV 6) comme déjà indiqué par (Avet et al., 2016).
- Les essais calorimétriques (R3 Q3 et R3 Q7) conduisent aux plus grands écarts (par exemple pour les CV 1, 5 et 6 par rapport aux CV 2 et 3). Compte tenu des faibles valeurs mesurées, on ne peut exclure que certaines différences observées soient liées à l'essai lui-même (sensibilité des thermocouples, ...).
- Les résultats mécaniques en compression sur mortier de ciment (Rc 7, Rc 28 et Rc 91) sont peu différents entre CV pour une même échéance. Ceci peut être dû au choix du ciment effectué (relativement performant) et aux autres rôles que les CV peuvent jouer dans ces mortiers (effets filler et germe d'hydratation) susceptibles de masquer l'activité chimique (pouzzolanique).
- Les résultats des pertes de masse entre 40 et 350 °C, qu'ils soient obtenus sur pâte (R3 M7) ou sur mortier (LR M5 et LR M10), conduisent à des résultats compatibles avec les résultats mécaniques obtenus sur mortier LR (LR R5 et LR R10). Ces essais rapides et peu coûteux permettent ici de classer assez facilement les CV selon leurs activités.
- Compte tenu des réactivités constatées, en comparaison avec le quartz broyé à la même finesse considéré ici comme inerte, certaines cendres volcaniques s'avèrent être des matériaux pouzzolaniques d'intérêt à considérer comme substitution au ciment ou addition dans les bétons, d'autant plus qu'elles sont disponibles et ne nécessitent que peu de transformation (broyage). Il serait d'ailleurs intéressant d'étudier l'influence de cette finesse sur la réactivité.

## V. CONCLUSIONS

Cette étude réalisée sur 8 cendres volcaniques issues de 4 volcans équatoriens montre à la fois l'intérêt de ces cendres du fait de leur capacité à fixer de la chaux (activité pouzzolanique) et de leur grande disponibilité mais aussi la difficulté à les classer facilement en termes de réactivité.

Des essais effectués, il apparaît que ceux basés sur les pertes de masse entre 40 et 350 °C, c'est-à-dire la perte de masse correspondant aux hydrates responsables des résistances mécaniques, s'avèrent particulièrement pertinents que ce soit sur pâte ou sur mortier LR modifié (tout comme les résistances mécaniques sur mortier de chaux). Par contre, les essais calorimétriques et l'essai Chapelle peuvent conduire à des activités erronées.

## REFERENCES

Aitcin P.-C., Mindess S., Ecostructures en béton. Comment diminuer l'empreinte carbone des structures en béton, Ed. Eyrolles, 2013.

Avet F, Snellings R., Alujas Diaz A., Ben Haha M., Scrivener K. (2016), Development of a new rapid, relevant and reliable (R3) test method to evaluate the pozzolanic reactivity of calcined kaolinitic clays, *Cement and Concrete Research*, 85:1–11.

Avet F. et al. (2022), Report of RILEM TC 267-TRM phase 2: optimization and testing of the robustness of the R3 reactivity tests for supplementary cementitious materials, *Materials and Structures*, 55-92. <https://doi.org/10.1617/s11527-022-01928-6>

Chapelle J. (1958), Attaque sulfo-calcique des laitiers et des pouzzolanes, *Revue Matériaux et Constructions*, 512:136–145.

Cornejo P. (2017), Depositos minerales no metalicos del Ecuador, <https://doi.org/10.13140/RG.2.2.24008.11523>

Mendoza O., Tobón J. (2013), An alternative thermal method for identification of pozzolanic activity in Ca(OH)<sub>2</sub>/pozzolan pastes, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 114. <https://doi.org/10.1007/s10973-013-2973-y>

Nazari A., Sanjayan J.G. (2016), *Handbook of Low Carbon Concrete*, Butterworth-Heinemann.

Parashar A. et al. (2022), Report of RILEM TC 267-TRM: Improvement and robustness study of lime mortar strength test for assessing reactivity of SCMs, *Materials and Structures*, 55-96, <https://doi.org/10.1617/s11527-022-01911-1>

Schneider M., Romer M., Tschudin M., Bolio H. (2011), Sustainable cement production—Present and future, *Cement and Concrete Research*, 41(7), 642–650, <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2011.03.019>

Smithsonian / USGS Weekly Volcanic Activity Report. (2020), Smithsonian Institution | Global Volcanism Program, Retrieved May 16, 2022, from [https://volcano.si.edu/reports\\_weekly.cfm](https://volcano.si.edu/reports_weekly.cfm)