

---

# Effet de la carbonatation sur les propriétés microstructurales et mécaniques des mortiers à base du mâchefer de charbon minéral

Edem BAITE<sup>1, 2</sup>, Adamah MESSAN<sup>1</sup>, Kinda HANNAWI<sup>2</sup>, François TSOBNANG<sup>1</sup>, William PRINCE<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>Institut International d'Ingénierie de l'Eau et de l'Environnement (2iE), Laboratoire Eco Matériaux de Construction (LEMC), Rue de la science, Ouagadougou, Burkina-Faso

<sup>2</sup>Institut National des Sciences Appliquées (INSA), Laboratoire de Génie Civil et Génie Mécanique (LGCGM), 20 Avenue des Buttes de Coësmes, Rennes Cedex 7, France

E-Mail : [edem.baite@2ie-edu.org](mailto:edem.baite@2ie-edu.org)

---

## RÉSUMÉ.

*Dans ce travail, nous étudions l'effet de la carbonatation sur les propriétés microstructurales et mécaniques des mortiers à base du mâchefer. Les composites sont élaborés en remplaçant des proportions volumiques définies de sable (0%, 10%, 20%, 30%, 40%, 50%, 75%, 100%) par des quantités identiques de mâchefer. Avant et après carbonatation des différents composites, les propriétés microstructurales ont été examinées à partir de la porosité accessible à l'eau et les isothermes d'adoption-désorption d'azote. Quant aux comportements mécaniques, elles ont été évaluées à partir de la résistance à la compression et à la traction par fendage.*

*Les résultats de cette étude montrent que la porosité élevée des composites avec une teneur importante de mâchefer entraîne une augmentation de la profondeur de carbonatation des composites. La formation de nouveaux cristaux de calcite réduit partiellement les pores (taille et volume) et entraîne une amélioration des propriétés mécaniques des composites.*

*MOTS-CLÉS : mâchefer de charbon, mortier, carbonatation, microstructure, résistance.*

---

## ABSTRACT.

*In this study we investigate the effect of carbonation on the microstructure and mechanical properties of mortars containing coal bottom ash. The composites are prepared by replacing specific volume proportions of sand (0%, 10%, 20%, 30%, 40%, 50%, 75%, and 100%) with identical quantities of coal bottom ash. Before and after carbonation of the various composites, microstructural properties were checked using the porosity accessible to water and isotherms adoption desorption of nitrogen. Concerning the mechanical behaviours, they have been assessed from the compressive strength and split-tensile strength.*

*The results of this study show that the high porosity of the composite with a high content of coal bottom ash results in an increase of the thickness of the composite carbonation. The formation of new crystals of calcite partially reduced pores (size and volume) and leads to an improvement the mechanical properties of the composite.*

*KEY WORDS: coal bottom ash, mortar, carbonation, microstructure, strength.*

---

## 1. Introduction

Parmi les matériaux de construction, le béton est le plus utilisé au monde avec près d'un mètre cube coulé par an et par habitant ( $1\text{m}^3/\text{an}/\text{habitant}$ ) [BUR 12]. En effet, sa production et sa mise en œuvre rapide, son faible coût, ses performances mécaniques ainsi que sa durabilité ont contribué à accroître ses domaines d'application. L'une des conséquences de l'utilisation intense du béton est la forte pression sur les ressources naturelles (granulats) conduisant à la dénaturation des paysages. Face à ce problème environnemental, la recherche de nouvelle formule de béton moins coûteux et utilisant les sous-produits et/ou les déchets industriels est devenue une préoccupation majeure [BAI 16], [HAN 10], [SIM 11]. Parmi les déchets industriels, les mâchefer de charbon minéral font l'objet d'intenses recherches scientifiques depuis une vingtaine d'années, en vue d'une utilisation dans les matériaux cimentaires.

Ces efforts ont donné un certain nombre de résultats. Ainsi, Singh et Siddique [SIN 13] rapportent que le mâchefer de charbon minéral est un matériau viable pour produire le béton. Tandis que Kim et Lee [KIM 11] ont étudié le mâchefer produit en Corée et indiquent que la résistance à la compression du béton n'est pas significativement affectée par l'ajout des granulats de mâchefer. Néanmoins, ils soulignent que la résistance à la flexion, le module élastique et la densité sèche diminuent avec la croissance de la teneur en mâchefer de charbon. Les recherches centrées sur les propriétés pouzzolaniques de différent mâchefer de charbon montrent que le mâchefer minéral possède de faibles propriétés pouzzolaniques mais peut être utilisé comme granulats dans la production du béton [CHE 99], [KUR 20]. En introduisant le mâchefer de l'Inde comme granulats dans le béton, Arumugam et al [ARU 11] indiquent une diminution linéaire de la densité du composite cimentaire avec l'augmentation du taux de mâchefer. Ces auteurs ont lié la diminution de la densité du composite à la faible densité des grains de mâchefer par rapport aux granulats conventionnels.

Ainsi, on note une variabilité des comportements des composites en fonction de l'origine des mâchefers utilisés. Cependant, la carbonatation des matériaux cimentaires à base du mâchefer reste à évaluer scientifiquement. Ce travail vise donc à étudier expérimentalement l'influence de la carbonatation sur les mortiers à base du mâchefer de Tefereyre produit par de la Société Nigérienne de Charbon (SONICHAR). Plus spécifiquement, l'étude porte sur les propriétés microstructurales et mécaniques des mortiers.

## 2. Matériaux et méthodes

### 3.1 Matériaux

Le ciment utilisé dans la réalisation du mortier est un ciment Portland CEMI 42,5 N de la société CIMTOGO. Les valeurs de la masse volumique spécifique, la masse volumique apparente et la surface spécifique BET sont respectivement  $3,15\text{ t/m}^3$ ;  $1,06\text{ t/m}^3$ ;  $2,96\text{ m}^2/\text{g}$ . Le mâchefer utilisé dans ce travail est de couleur noire provenant de la société nigérienne de charbon (SONICHAR) tamisé à 5 mm avec un coefficient absorption d'eau de 20,15% après 24 heures. Sur le plan minéralogique, le mâchefer de Tefereyre contient principalement du quartz, mullite, hématite, mais aussi une partie amorphe (figure 1). Il a une masse volumique spécifique de  $2,21\text{ t/m}^3$  et une masse volumique apparente de  $0,77\text{ t/m}^3$ . Ces valeurs concordent avec celles obtenues dans la littérature [MEI 01]. Le sable naturel utilisé est un sable provenant de la rivière de Bongré (Burkina Faso). Avec une classe granulaire de 0/5, sa masse volumique apparente est de  $1,62\text{ kg/m}^3$ , sa masse volumique spécifique est de  $2,71\text{ t/m}^3$  et son module de finesse est de 2,5. L'équivalent du sable suivant la norme NF 18-598 [NOR 91] nous montre que le sable utilisé est un sable propre à faible pourcentage de fines argileuses, bon pour un béton de haute qualité. On obtient en effet un équivalent de sable au piston (ESP) de 74,49.

Cette étude a été réalisée sur huit composites contenant différentes fractions volumiques de sable de mâchefer avec pour un objectif de garder un volume constant du sable dans chaque mélange. Le tableau 3 présente les détails de la formulation. M0 représente le mortier de référence, M10, M20, M30, M40, M50, M75 et M100 correspondent respectivement à 10%, 20%, 30%, 40%, 50%, 75% et 100% de substitution du sable par le mâchefer du charbon minéral.

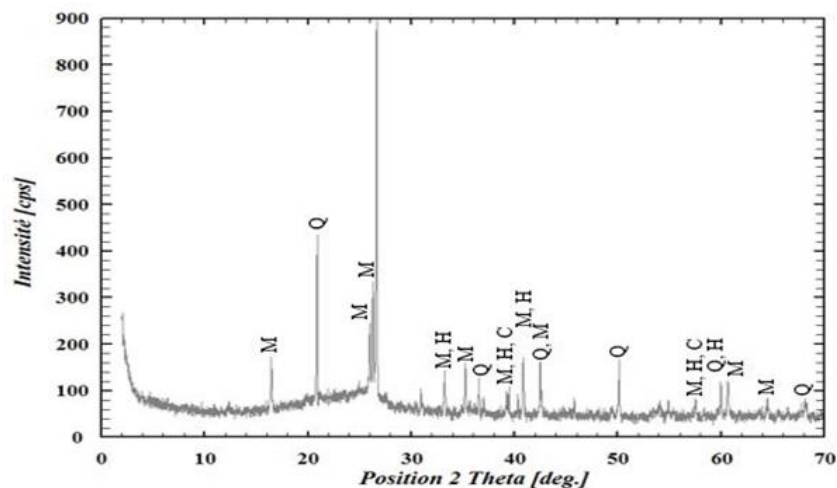


Figure 1. Analyse DRX du mâchefer. Légende: Q= Quartz, M= Mullite, H= Hématite, C= Calcite

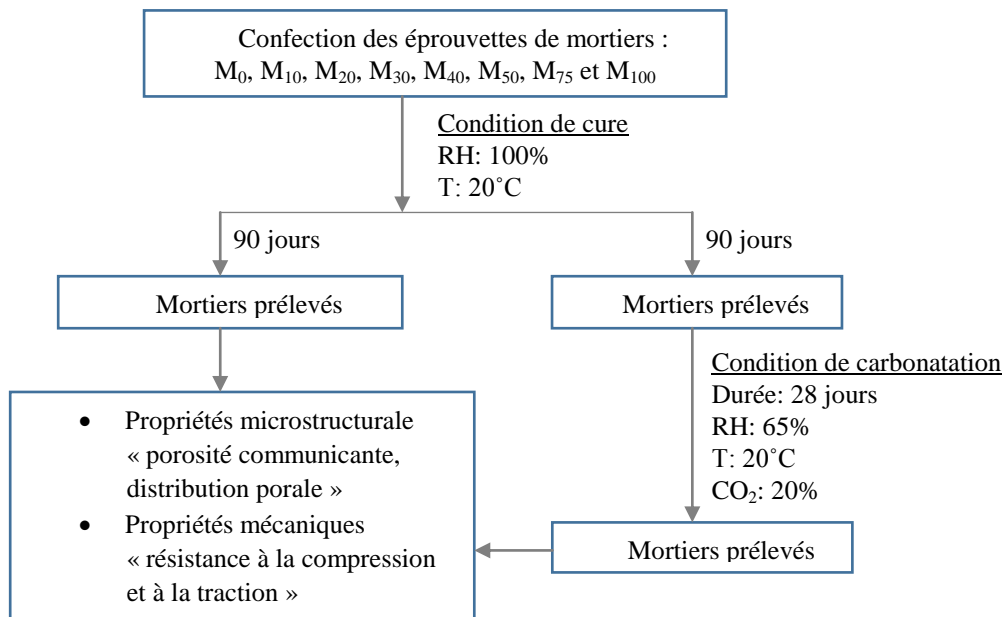
Tableau 1. Composition des différents mélanges

Mélange	M <sub>0</sub>	M <sub>10</sub>	M <sub>20</sub>	M <sub>30</sub>	M <sub>40</sub>	M <sub>50</sub>	M <sub>75</sub>	M <sub>100</sub>
Teneur en mâchefer	0%	10%	20%	30%	40%	50%	75%	100%
Eau efficace (kg/m <sup>3</sup> )	260	260	260	260	260	260	260	260
Ciment (kg/m <sup>3</sup> )	520	520	520	520	520	520	520	520
Sable naturel (kg/m <sup>3</sup> )	1560	1404	1248	1092	936	780	390	0
Mâchefer (kg/m <sup>3</sup> )	0	343	686	1030	1373	1716	2574	3432

### 3.2 Méthodes

#### 3.1 Préparation des éprouvettes

Les différents mortiers préparés sont mis en place dans deux types de moules cylindriques : les moules de 50 mm de diamètre et 100 mm de hauteur et ceux de 40 mm de diamètre, 60 mm de hauteur. Les éprouvettes confectionnées sont démoulées après 24h puis mis en cure pendant 90 jours dans une salle humide régulée à une température de 20°C ± 2°C et 100% d'humidité relative. La figure 2 résume le déroulement de la campagne expérimentale. Les caractérisations microstructurales et mécaniques sont effectuées sur des échantillons sains à 90 jours et sur des échantillons soumis à la carbonatation accélérée après les 90 jours de cures.



**Figure 2.** Procédure expérimentale

### 3.2 Carbonatation accéléré

Le test de carbonatation accélérée est basé sur la norme française XP P18-458 [XPP 08] à laquelle des modifications ont été apportées. Après la période de cure, les échantillons ont été rectifiés puis recouvert avec de la résine de silicone sur les faces supérieures et inférieures, en suite ; ils sont stockés dans un environnement à  $50 \pm 5\%$  d'HR et  $20^\circ\text{C}$  pendant 14 jours. Une fois cette étape terminée, les échantillons ont été placés dans une enceinte à  $20\%$  de  $\text{CO}_2$ ,  $65\%$  d'HR et  $20^\circ\text{C}$  de température jusqu'à 28 jours. La profondeur de carbonatation a été mise en évidence par la pulvérisation d'une solution alcoolique de phénolphtaléine sur la surface intérieure des échantillons fendus par traction et a été mesurée sur au moins 10 points par échantillon afin d'avoir une valeur représentative par échantillon. Les tests ont été effectués sur trois échantillons par composites.

### 3.3 La porosité communicante

La porosité communicante accessible à l'eau ( $\Phi_{\text{com}}$ ) a été déterminée selon la recommandation du groupe AFREM [AFP 97]. Les échantillons sont d'abord maintenus sous vide pendant 24h, puis immergés dans l'eau sous vide pendant 48h. Ils sont en suites pesés dans l'air et dans l'eau grâce à un dispositif de pesée hydrostatique. La masse sèche est déterminée par séchage à  $105^\circ\text{C}$  jusqu'à masse constante. Les valeurs de la porosité connectée sont calculées à partir de l'équation suivante.

$$\Phi_{\text{com}} = \left( \frac{M_{\text{sat,air}} - M_{\text{sec}}}{M_{\text{sat,air}} - M_{\text{sat,eau}}} \right) * 100 \rho_{\text{eau}} \quad [1]$$

Avec  $M_{\text{sat,air}}$  la masse saturée dans l'air,  $M_{\text{sat,eau}}$  la masse saturée dans l'eau et  $\rho_{\text{eau}}$  la masse volumique de l'eau

### 3.4 Distribution porale

La distribution porale des composites contenant 0%, et 100% de mâchefer avant et après carbonatation a été suivis à partir du test d'adsorption-désorption d'azote sur poudre. L'analyseur de l'isotherme d'azote Gemini VII 2390 a été utilisé. Le principe consiste à injecter simultanément dans un tube contenant un matériau étalon et dans un tube contenant la poudre d'échantillon à étudier, tous deux trempés dans l'azote liquide qui maintient une condition isotherme. Le volume interne et la température des tubes sont donc maintenus à des conditions identiques. Quand la poudre adsorbe l'azote gazeux, la pression chute dans le tube échantillon. Le résultat final est que l'analyseur maintient une pression constante du gaz dans le tube échantillon en faisant varier le débit de distribution de gaz pour correspondre exactement à la vitesse d'adsorption du gaz par l'échantillon. Les

échantillons de poudre sont soumis à un dégazage, ce qui consiste à mettre le tube échantillon sous vide et l'ensemble est mis à séchage à 105°C jusqu'à ce que la pression dans le tube soit inférieure à 0,01 mbar avant l'essai.

### 3.5 Résistance à la compression uniaxiale

Pour mesurer la résistance à la compression uniaxiale, trois éprouvettes de dimensions 50 mm de diamètre et 100 mm de hauteur ont été testés pour chaque composite. La force de compression est appliquée à l'aide d'une presse hydraulique INSTRONT 200 kN programmable et asservie en déplacement. Les essais sont réalisés avec une vitesse de déplacement de 0,25 mm/min.

### 3.6 Résistance à la traction par fendage

Le comportement en traction a été étudié par fendage au moyen d'essai Brésilien. L'essai est réalisé sur les éprouvettes de dimensions 40 mm de diamètre et 60 mm de hauteur à l'aide de la même presse hydraulique avec une vitesse de déplacement égale à 0,25 mm/min.

## 3. Résultats et discussion

### 3.1 Profondeur de carbonatation

La figure 3 montre l'évolution de la profondeur de carbonatation des différents composites en fonction de la teneur en mâchefer. On constate que la profondeur de carbonatation est autant plus grande que la teneur en mâchefer est élevée. Ce qui est en accord avec les tendances observées par différents chercheurs [PAP 92], [SUL 03]. En effet, cette profondeur de carbonatation ne varie pas pour les composites M0, M10, et M20, mais augmente légèrement pour M30. Cependant elle augmente significativement pour des teneurs supérieures à 30% de mâchefer. Pour les composites avec 100% de mâchefer, la profondeur de carbonatation est deux fois plus importante que celui du mortier de référence. L'augmentation de la profondeur de carbonatation peut être expliquée par deux phénomènes concomitantes : (i) l'augmentation de la porosité des échantillons contenant le mâchefer, (ii) la réduction du taux de portlandite des composites contenant du mâchefer après les 90 jours de cure (tableau 2). Cette diminution de portlandite selon les travaux de Savadogo et al [SAV 15] est attribuée à la réaction pouzzolanique du mâchefer de Tefereyre qui fixe la portlandite libérée par l'hydratation du ciment pour produire de nouveaux silicates de calcium hydratés C-S-H.

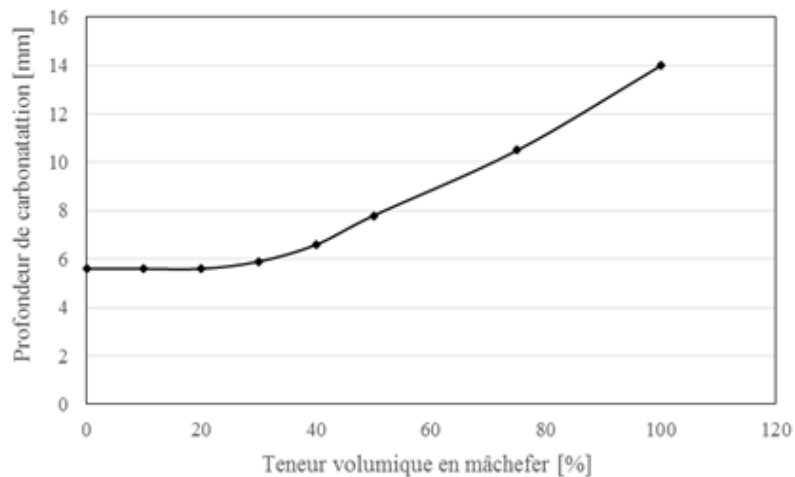


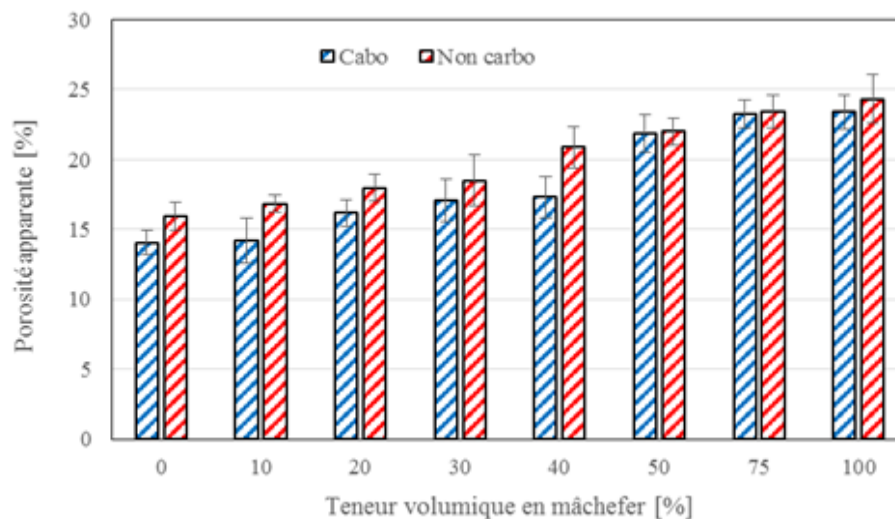
Figure 3. Évolution de la profondeur de carbonatation en fonction de la teneur en mâchefer

**Tableau 2.** Perte de masse de CSH,  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ,  $\text{CaCO}_3$  à 28 et 90 jours

Formulation	Perte de masse [%]					
	28 Jours			90 Jours		
	CSH	$\text{Ca}(\text{OH})_2$	$\text{CaCO}_3$	CSH	$\text{Ca}(\text{OH})_2$	$\text{CaCO}_3$
$M_0$	1.93	1.22	3.86	2.78	2.10	3.40
$M_{100}$	1.32	0.74	5.33	2.30	0.36	4.20

### 3.2 Porosité communicante

L'évolution de la porosité des différents composites avant et après carbonatation est représentée sur la figure 4. On constate une diminution de 11%, 16%, 10%, 7%, et 17% pour les mortiers  $M_0$ ,  $M_{10}$ ,  $M_{20}$ ,  $M_{30}$ , et  $M_{40}$  respectivement. Par contre, celle des composites supérieurs ou égale à 50% de mâchefer n'a pas évolué après carbonatation. Cette diminution de la porosité des composites à faible teneur en mâchefer après carbonatation s'explique par l'augmentation du taux de calcite comme le montre le tableau 3 et colmate partiellement les pores.

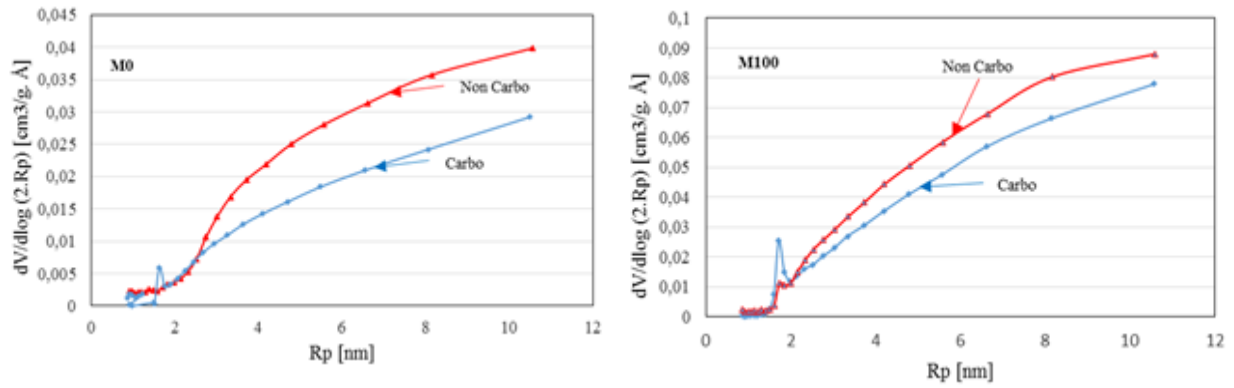
**Figure 4.** Porosité à l'état sain et après carbonatation**Tableau 3.** Perte de masse de CSH,  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ,  $\text{CaCO}_3$  avant et après carbonatation

Mixture	Perte de masse [%]					
	Non Carbonaté			Carbonaté		
	CSH	$\text{Ca}(\text{OH})_2$	$\text{CaCO}_3$	CSH	$\text{Ca}(\text{OH})_2$	$\text{CaCO}_3$
$M_0$	2.78	2.10	3.40	1.64	0.65	6.31
$M_{100}$	2.30	0.36	4.20	1.27	0.0	4.83

### 3.3 Distribution poreuse

Dans le but de comprendre les résultats obtenus sur la porosité accessible à l'eau des composites avec teneur élevée en mâchefer, nous avons réalisé l'essai d'adsorption/désorption d'azote sur des échantillons de  $M_0$  et  $M_{100}$ , car l'azote s'adsorbe bien dans le domaine mésoporal et permet une meilleure caractérisation de la distribution des pores dans ce domaine. La figure 5 représente les distributions porales enregistrées pour les composites  $M_0$  et  $M_{100}$ . Nous constatons une légère augmentation de volume des micropores ( $R_p < 2\text{nm}$ ) lorsque l'échantillon  $M_0$  est carbonaté mais dans le domaine mésoporal (pour  $R_p = 10\text{nm}$ ) une diminution de 27% est notée. Pour  $M_{100}$ , la carbonatation a entraîné une augmentation relative du volume des micropores qui s'accompagne d'une légère diminution (11%) du volume des mésopores pour  $R_p = 10\text{nm}$ . Ainsi, on observe clairement que le volume des mésopores diminue significativement pour  $M_0$  par rapport à  $M_{100}$ . Ce qui peut être expliqué par la formation de nouveaux cristaux de calcites qui modifie la répartition porale (tableau 3). Le

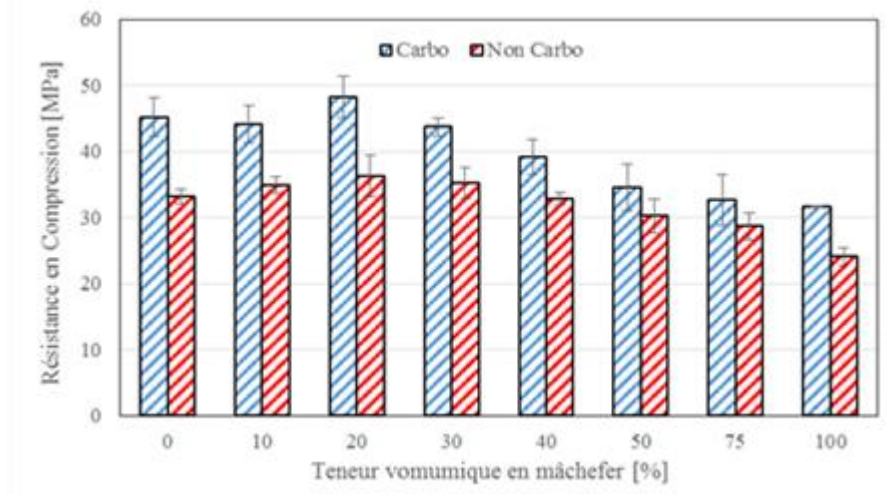
fait que le volume molaire du carbonate de calcium formé soit supérieur à celui des hydrates conduit à un colmatage de la microstructure et rend les composites sans et avec faible teneur en mâchefer moins perméable.



**Figure 5.** Distribution porale à l'état sain et après carbonatation des mortiers M0 et M100

### 3.4 Résistance à la compression

La figure 7 présente l'évolution de la résistance à la compression en fonction de la teneur en mâchefer avant et après carbonatation. A l'état sain, les valeurs des résistances augmentent légèrement pour des composites avec des teneurs de 10%, 20%, 30%. Cependant au-delà des composites avec 30% de teneur en mâchefer, elles diminuent. Après carbonatation, on observe une augmentation de la résistance à la compression. Pour un taux de substitution de 10%, 20%, 30%, et 40%, la résistance augmentent de 26%, 33%, 24%, et 20% respectivement. Ces résultats confirment une fois de plus les résultats de la porosité accessible à l'eau. Cette amélioration de la résistance à la compression peut être attribuée à la formation de nouveaux cristaux de calcites (tableau 3) qui densifient le matériau.

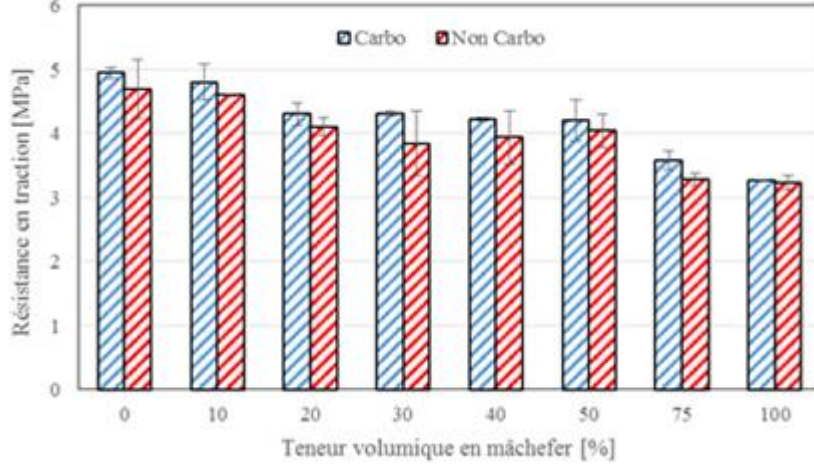


**Figure 6.** Résistance à la compression à l'état sain et après carbonatation

### 3.5 Résistance à la traction

La figure 8 présente les variations de la résistance en traction des différents composites en fonction du pourcentage de sable naturel remplacé par le sable de mâchefer à l'état non carbonaté et carbonaté. Nous constatons que la carbonatation entraîne une augmentation de la résistance à la traction. L'augmentation de la résistance en traction est attribuée à la modification du réseau poral et l'augmentation de la cohésion entre les granulats et la pâte de ciment dû à la formation de nouveaux cristaux de calcites sous l'action de la carbonatation.





**Figure 7.** Résistance à la compression à l'état sain et après carbonatation

#### 4. Conclusion

La carbonatation des matériaux cimentaires est un phénomène qui agit sur le pH du matériau laissant les armatures dans un milieu corrosif. Dans cette étude, nous avons utilisé un essai de simulation accéléré en vue d'étudier le phénomène de la carbonatation. Cette étude réalisée sur les mortiers avec mâchefer, nous a permis de tirer les conclusions suivantes :

- La substitution du sable naturel par le mâchefer dans le mortier augmente la porosité communicante. Cependant, l'augmentation de la porosité entraîne à son tour une diminution de la résistance à la compression et à la traction.
- Après 28 jours de carbonatation des éprouvettes à 20% de CO<sub>2</sub>, la porosité élevée des mortiers avec une teneur élevée en mâchefer augmente significativement la profondeur de carbonatation par rapport à au mortier de référence. La formation de nouveaux cristaux de calcite colmate la microstructure et rend les composites sans et avec faible teneur en mâchefer moins perméable.
- Les résultats de la carbonatation montrent une amélioration de la résistance à la compression et à la traction lié à la densification des composites.

#### 5. Bibliographie

- [AFP 97] A.F.P.C.-A.F.R.E.M., *Détermination de la masse volumique apparente et de la porosité accessible à l'eau*, Editions J.O. Ollivier, 1997.
- [ARU 11] ARUMUGAM K., ILANGO VAN R., JAMES MANOHAR D., « A Study on characterization and use of pond ash as fine aggregate in concrete » *International Journal of Civil & Structural Engineering*, n° 2, 2011, p. 466–74.
- [BAI 16] BAITE, E., MESSAN A., HANNAWI K., PRINCE W., TSOBNANG F., « Étude expérimentale des propriétés physico-mécaniques des mortiers à base des granulats de mâchefer de charbon minéral » vol. 12, no. 2, 2016, p.182-192. <http://www.afriquescience.info>.
- [BUR 12] BUR N., Etude des caractéristiques physico-chimiques de nouveaux bétons éco-respectueux pour leur résistance à l'environnement dans le cadre du développement durable, Thèse de doctorat, Université de Strasbourg, 2012.
- [CHE 99] CHERIAF M., ROCKA JC., PERA J., « Pozzolanic properties of pulverized coal combustion bottom ash » *Cement and Concrete Research*, vol 29, 1999, p. 1387–919.
- [HAN 10] HANNAWI K., KAMALI-BERNARD S., Prince W., « Physical and mechanical properties of mortars containing pet and pc waste aggregates » *Waste Management*, vol. 30, n° 11, 2010 p. 2312–20.
- [KIM 11] KIM H., LEE K., « Use of power plant bottom ash as fine and coarse aggregates in high-strength concrete » *Construction and Building Materials, Composite Materials and Adhesive Bonding Technology*, vol. 25, n° 2, 2011, p. 1115–22. doi:10.1016/j.conbuildmat.2010.06.065.



- [KUR 08] KURAMA, HALDUN, MINE KAYA. « Usage of coal combustion bottom ash in concrete mixture » *Construction and Building Materials*, vol. 22, n° 9, 2008, p. 1922–28.
- [MEI 01] MEIJ, RUUD, KOKMEIJER E., TAMBOER L., WINKEL H., « Field leaching of bricks and concrete containing coal fly ash » In *International Ash Utilization Symposium*, 2001. <http://infohouse.p2ric.org/ref/45/44821.pdf>.
- [BAI 16] NORME F., « NF 18-598 : Granulats - Équivalent de Sable » 1991.
- [PAP 92] PAPADAKIS V., FARDIS M., VAYENAS C., « Hydration and carbonation of pozzolanic cements » *ACI Material Journal*, n° 2, 1992 p. 119–29.
- [SAV 15] SAVADOGO N., MESSAN A, TSOBNANG F., PRINCE W., « Mechanical study of the utilisation of Niger coal bottom ash as additive in cement production » *Journal of Materials Science and Engineering A & B*, vol. 5, 2015 p. 87–92. doi: 10.17265/2161-6213/2015.1-2.012
- [SIM 11] SIM, JONGSUNG, CHEOLWOO P., « Compressive strength and resistance to chloride ion penetration and carbonation of recycled aggregate concrete with varying amount of fly ash and fine recycled aggregate » *Waste Management*, vol. 31, n° 11 2011 p. 2352–60. doi:10.1016/j.wasman.2011.06.014.
- [SIN 13] SINGH, MALKIT, SIDDIQUE R., « Effect of coal bottom ash as partial replacement of sand on properties of concrete » *Resources, Conservation and Recycling* vol. 72, 2013 p. 20–32.
- [SUL 03] SULAPHA P., WONG S., WEE T., SWADDIWUDHIPONG S., « Carbonation of concrete containing mineral admixtures » *Mater Civil Eng* vol. 15, n° 2 2003, p. 134–43.
- [XPP 08] XP P18-458. « Tests for Hardened Concrete-Accelerated Carbonation Test-Measurement of the Thickness of Carbonated Concrete » 2008.