

## **Etude de la microstructure des matériaux pour comprendre leurs propriétés : le cas des systèmes cimentaires bas-carbone**

L'utilisation des SCM (Supplementary Cementitious Materials) est aujourd'hui une pratique devenue courante vers l'objectif de réduction des émissions de CO<sub>2</sub> dans l'industrie cimentaire. Parmi les divers SCM testés (cendres volantes, les laitiers de haut fourneau, poudre de verre) les argiles calcinées représentent une ressource d'avenir, en raison de leur dispersion et disponibilité. Cependant leur complexité, leur hétérogénéité ou encore leurs différences nécessitent d'approfondir leur rôle dans un ciment composé, dont il est attendu des performances équivalentes à la référence, le ciment portland.

La calcination des argiles tend à augmenter leur dissolution dans le milieu cimentaire par les effets combinés de la déshydroxylation et de la modification des environnements atomiques de l'aluminium et du silicium. Ces éléments libérés à pH élevés vont se combiner avec la portlandite formée lors de l'hydratation du ciment pour former des C-A-S-H qui contribuent au gain de résistance mécanique ou encore à une modification des propriétés de transfert.

Cette réaction classique traditionnelle sera complétée en présence de carbonates par la précipitation de héli- et mono- carboaluminates qui prolongent la stabilité de l'ettringite, contribuent à la réduction de la porosité, augmentant de fait la performance mécanique et la durabilité de ces systèmes ternaires. Ainsi la substitution du clinker par du métakaolin et du calcaire conduit aujourd'hui au développement des ciments ternaires LC3.

Ces systèmes composés et la réduction du taux de clinker dans les ciments représentent une vraie opportunité pour atteindre les objectifs du domaine de la construction, qui vise à limiter les rejets de gaz à effet de serre ou encore d'optimiser la consommation des ressources naturelles. Il devient alors nécessaire d'optimiser l'utilisation des SCM et de mieux comprendre comment les hydrates formés dans ces systèmes composés contribuent à la modification des propriétés de transfert, qu'ils soient binaires ou ternaires d'ailleurs.

Cela passe alors par une étude fine de la microstructure de ces ciments composés, étape cruciale afin de comprendre à terme les mécanismes de durabilité de ces matériaux. La présente thèse a donc pour objectif d'étudier ces matériaux cimentaires par différentes approches qui visent à mieux comprendre le lien entre la réactivité chimique de ces systèmes mixtes, les modifications microstructurales et l'évolution des phases secondaires, l'évolution de la porosité et enfin l'évolution des propriétés mécaniques et certains paramètres de durabilité.

La microscopie électronique à balayage (MEB) couplée à la spectroscopie à dispersion d'énergie (EDS) sera la technique d'investigation utilisée initialement puisqu'elle permet facilement d'analyser la microstructure des matériaux. Elle sera complétée par de l'analyse d'images afin d'identifier la distribution des phases puis de quantifier la microstructure à partir de cartographies MEB-EDS quantitatives et la méthode EDXIA développée récemment (Georget et al., 2021, 2022, 2023). L'approche développée mettra en œuvre des analyses cartographiques combinées, provenant de différentes techniques expérimentales dont on cherchera à confronter afin d'obtenir des distributions de propriétés mécaniques (nano-indentation), d'imagerie moléculaires (Spectroscopie Raman), de porosité (électron

rétrodiffusés). Par une comparaison de systèmes à base de différents SCM, ce travail mettra également en œuvre l'approche multi-échelle et multi-techniques développée dans le laboratoire depuis de nombreuses années, s'appuyant sur les compétences dans la description des phases cimentaires et leur évolution (RMN du solide, DRX, ATG, etc.) En complément de ces techniques, il est proposé de réaliser une description microstructurale complémentaire et originale via l'utilisation de la tomographie X. En effet, la tomographie X est l'une des méthodes les plus performantes pour visualiser, identifier ou quantifier la structure interne 3D d'échantillons de matériaux. Cette technique a également l'avantage d'être non destructive donc de laisser l'échantillon inchangé par rapport à son état initial. Elle peut donc être utilisée pour suivre les changements structuraux internes avec le temps, ce qui s'adapte parfaitement avec le développement de propriétés au cours du temps.

Cette thèse sera menée en co-tutelle entre collaboration entre le laboratoire « Géomatériaux et Interactions Environnementales » de l'Université Gustave Eiffel (campus de Nantes) et le groupe de recherche ciment et béton du département de Génie Civil et du bâtiment de l'Université de Sherbrooke (Canada). Chaque établissement mettra à disposition ces équipements et compétences dans l'utilisation des dispositifs analytiques et expérimentaux.

Pour mener à bien cette étude, nous recherchons un(e) étudiant(e) présentant des compétences en science des matériaux, et ayant un intérêt prononcé pour le développement de matériaux en phase avec la transition énergétique et écologique. La maîtrise des techniques d'observation pétrographiques et microscopiques serait un plus. Le ou la candidat(e) sera autonome, sérieux et fera preuve de curiosité et de rigueur scientifique. L'étudiant(e) devra faire preuve d'autonomie, de curiosité, de rigueur scientifique et d'une forte capacité d'adaptation dans les laboratoires dans lesquels l'étudiant travaillera. La maîtrise de la langue anglaise est essentielle de manière à valoriser les travaux dans des publications internationales.

Directeurs de thèse :

D. Deneele – Directeur de recherche Université Gustave Eiffel – [dimitri.deneele@ifsttar.fr](mailto:dimitri.deneele@ifsttar.fr)  
W. Wilson – Professeur adjoint Université de Sherbrooke – [william.wilson@usherbrooke.ca](mailto:william.wilson@usherbrooke.ca)

Références :

F. Georget, W. Wilson, K. Scrivener. Simple automation of SEM-EDS spectral maps analysis with python and EDXIA framework, J. Microsc. 2022 May, 286(2), 185-190, doi: 10.1111/jmi.13099

F. Georget, W. Wilson, K. Scrivener. Edxia: microstructure characterisation from quantified SEM-EDS hypermap, Cement and Concrete Research, 141, March 2021, 106327, doi : 10.1016/j.cemconres.2020.106327

F. Georget, J. Schmatz, E. Wellmann, T. Matschei. A critical catalogue of SEM-EDS multispectral maps analysis methods and their application to hydrated cementitious materials, accepted paper in J. Microsc., doi: 10.1111/jmi.13245