

# THESE DE DOCTORAT

NANTES UNIVERSITE  
ET UNIVERSITE DE SHERBROOKE

ECOLE DOCTORALE N° 596  
*Matière, Molécules, Matériaux et Géosciences*  
Spécialité : Sciences des Matériaux

Par

**Valentin ROUX**

**Intégration d'argiles à palygorskite calcinées dans des systèmes  
cimentaires durables**

Thèse présentée et soutenue à Nantes, le 16 mai 2025

Unités de recherche : Institut des Matériaux de Nantes Jean Rouxel – Nantes  
Groupe de Recherche Ciment et Béton – Sherbrooke

## Rapporteurs avant soutenance :

Josée DUCHESNE Professeur à l'Université Laval  
Christophe LANOS Professeur des Universités à l'IUT de Rennes

## Composition du Jury :

Président :	Prénom Nom	Fonction et établissement d'exercice ( <i>à préciser après la soutenance</i> )
Examinateurs :	Alexandra BOURDOT Patrice RIVARD Emmanuel ROZIERE Laetitia VAN SCHOORS	Maître de Conférences à l'ENS Paris-Saclay Professeur à l'Université de Sherbrooke Professeur des Universités à Centrale Nantes Directrice de Recherche à l'Université Gustave Eiffel
Dir. de thèse :	Dimitri DENELEE	Directeur de Recherche à l'Université Gustave Eiffel
Dir. de thèse :	Arezki TAGNIT-HAMOU	Professeur à l'Université de Sherbrooke

## Invité(s)

Co-Encadrant :	Michael PARIS	Ingénieur de Recherche à Nantes Université
Co-Encadrant :	William WILSON	Professeur Adjoint à l'Université de Sherbrooke

---

**Titre : Intégration d'argiles à palygorskite calcinées dans des systèmes cimentaires durables**

**Mots clés :** Argiles Calcinées, Palygorskite, Ciment, Béton, Microstructure, Durabilité.

**Résumé :** La substitution du clinker par des additifs est aujourd'hui une solution courante et efficace pour réduire l'impact environnemental de l'industrie cimentaire. Les argiles calcinées constituent un ajout cimentaire de choix, même si les métakaolins ne sont pas disponibles partout. L'utilisation de ressources locales dont des argiles non-conventionnelles pour réduire les émissions de l'industrie du ciment est incontournable. Cette thèse porte sur l'étude d'argiles à palygorskite, un minéral argileux aux propriétés particulières dont le potentiel pouzzolanique a été prouvé. Elle présente une étude multi-échelles, de la calcination jusqu'à l'incorporation dans des bétons.

La première partie de l'étude a révélé les transformations subies par le matériau lors de la calcination et a permis de déterminer la température de calcination optimale, 800°C.

Les matériaux les plus riches en palygorskite sont également ceux dont la réactivité est la plus élevée après calcination. L'introduction de ce matériau calciné dans des pâtes, mortiers et bétons a ensuite été explorée. L'argile calcinée modifie les propriétés à l'état frais en augmentant la demande en eau et, à long terme, les mortiers et bétons présentent des performances mécaniques comparables aux références. Les paramètres de durabilité étudiés, comme la résistance à la pénétration des chlorures ou aux sels de déglçage, démontrent également la viabilité de l'utilisation d'argiles à palygorskite calcinées en remplacement du ciment. Des études microstructurales par RMN du solide de 7 jours à 2 ans d'hydratation ont également montré que ces matériaux incorporent de l'aluminium dans les hydrates et que la longueur moyenne des chaînes de C-S-H est augmentée.

---

**Title: Incorporation of calcined palygorskite-containing clays in durable cementitious systems**

**Keywords:** Calcined Clays, Palygorskite, Cement, Concrete, Microstructure, Durability.

**Abstract:** Substituting clinker with pozzolanic materials is now a common and effective way of reducing the environmental impact of the cement industry. Calcined clays are an ideal cement additive, even if metakaolins are not available everywhere. The use of local resources, including non-conventional clays to reduce emissions from the cement industry is inevitable. This thesis focuses on the study of palygorskite clays, a clay mineral with special properties and proven pozzolanic potential. It presents a multi-scale study, from calcination to incorporation into concrete.

The first part of the study revealed the transformations undergone by the material during calcination and enabled the determination of the optimum calcination temperature, 800°C.

The materials richest in palygorskite are also those with the highest reactivity after calcination. The incorporation of this calcined material into pastes, mortars and concretes was then investigated. Calcined clay modifies the fresh state properties by increasing water demand and, in the long term, mortars and concretes show mechanical performances comparable to the references. Durability parameters studied, such as resistance to chloride penetration or de-icing salts, also demonstrate the viability of using calcined palygorskite clays as cement replacements. Microstructural studies by solid-state NMR from 7 days to 2 years of hydration have also shown that these materials incorporate aluminum into the hydrates, and that the average length of C-S-H chains is increased.