



HAL
open science

Caractérisation et valorisation de sédiments fluviaux pollués et traités dans les matériaux routiers

Pierre-Yves Scordia

► **To cite this version:**

Pierre-Yves Scordia. Caractérisation et valorisation de sédiments fluviaux pollués et traités dans les matériaux routiers. Sciences de l'ingénieur [physics]. Ecole Centrale de Lille, 2008. Français. NNT : . tel-00339371v2

HAL Id: tel-00339371

<https://theses.hal.science/tel-00339371v2>

Submitted on 2 Dec 2008

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

THESE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR

Délivrée par

L'ECOLE CENTRALE DE LILLE
Spécialité : Génie Civil

Présentée par

Pierre-Yves SCORDIA

CARACTERISATION ET VALORISATION DE SEDIMENTS FLUVIAUX POLLUES ET TRAITES DANS LES MATERIAUX ROUTIERS

Soutenu le 16 octobre 2008 devant le jury composé de

M. Jian-Fu SHAO	Professeur des Universités, LML	Président
M. Abdelhafid KHELIDJ	Professeur des Universités, GeM	Rapporteur
M. Bernard HUSSON	Maître de Conférences HDR, LMDC	Rapporteur
M. Thierry SEDRAN	Chercheur, LCPC	Examineur
M. Guy DEPELENAIRE	Ingénieur de Recherche, SOLVAY HSE	Invité
M. Stéphane BAKOWSKI	Directeur Technique, EUROVIA	Invité
M. Frédéric SKOCZYLAS	Professeur des Universités, ECL	Directeur de thèse
M. Zoubeir LAFHAJ	Professeur des Universités, ECL	Co-Directeur de thèse

REMERCIEMENTS

Mes remerciements s'adressent en premier lieu à Messieurs Frédéric SKOCZYLAS et Zoubeir LAFHAJ pour m'avoir accueilli et encadré au sein du Laboratoire de Génie Civil de l'Ecole Centrale de Lille. Je tiens aussi à exprimer toute ma reconnaissance à M. Guy DEPELSENAIRE de la société Solvay qui m'a accordé sa confiance tout au long de ces 4 années.

Je remercie M. François MONGEOIS, M. Gérard MAUGET et M. Stéphane BAKOWSKI pour les nombreux conseils scientifiques et l'aide matériel qu'ils m'ont apportés. De même, je remercie le LCPC, le LRPC de Lille ainsi que tous les membres du projet Novosol® qui ont participé à ces recherches. J'adresse également ma gratitude à M. Jian-Fu SHAO, M. Bernard HUSSON, M. Abdelhafid KHELIDJ et M. Thierry SEDRAN pour avoir accepté de faire parti de mon jury et d'évaluer mon travail.

Je souhaite ensuite remercier tous les membres du laboratoire, en particulier Alain LEBLANC pour son amitié, son oreille attentive et ses judicieux conseils, Thierry DUBOIS pour l'aide qu'il m'a apporté lors de la mise en œuvre et la réalisation des essais, Franck AGOSTINI et Laurent LECONTE, et surtout Nadine DESSEYN, tout simplement pour la chaleur humaine qu'elle sait transmettre à son entourage.

J'exprime aussi toute ma sympathie envers les anciens et actuels doctorants du laboratoire pour tous les moments que j'ai partagés avec eux et avec qui je garde des souvenirs impérissables... Merci donc à Linda, Maxime et Ismaïl pour leur amitié et pour m'avoir fait profiter de leurs expériences ; merci à Mazen, mon « co-locataire » de bureau pour tous les échanges que nous avons eu ; merci à Yacine pour son soutien et la grande sagesse de ses paroles ; un grand « Xie Xie » à Xiaoting, Yixuan et He pour m'avoir fait découvrir leur merveilleux pays... Et je n'oublie pas Jaouad, Fethi, Flore et Wei : merci et bon courage pour le travail qu'il vous reste à accomplir.

Pour terminer, j'ai une pensée pour tous celles et ceux qui m'ont permis de mener à bien cette thèse, à savoir ma famille et mes amis. Merci à mes parents d'avoir eu la bonne idée de me concevoir lors d'une longue soirée d'hiver breton, merci à ma sœur et à mon frère pour m'avoir soutenu et encouragé. Une tendre pensée pour Mamig qui aurait été fière de son petit fils... Enfin et surtout, je pense à tous mes amis, qu'ils soient bretons, parisiens, lillois ou d'ailleurs. Je ne vais pas prendre le risque de tous les citer, j'ai trop peur d'en oublier mais je tiens tout simplement à les remercier de faire parti de ma vie.

Résumé

Chaque année, près de 50 millions de m³ de sédiments sont extraits des ports et des cours d'eau français. Dans le Nord-Pas de Calais, région ayant connu un important essor industriel au XXe siècle, une proportion importante des boues draguées présente des teneurs en métaux lourds et/ou en matière organique élevées. Les filières d'élimination classiques telles que l'épandage ou le stockage n'étant pas ou peu adaptées aux matériaux fortement pollués, des procédés de traitement ont été mis au point. Une fois traités, il est possible d'envisager la valorisation des sédiments dans les matériaux du Génie Civil.

L'objet de ce travail de thèse concerne la valorisation de sédiments fluviaux, pollués et traités par le procédé Novosol[®], développé par la société Solvay, dans le domaine de la construction routière. Une première étape de caractérisation physico-chimique et géotechnique des sédiments traités Novosol[®] (STN) a établi la faisabilité de leur valorisation en couche de forme. Il a également été mis en évidence qu'ils présentaient une réactivité hydrique et pouzzolanique. L'influence de la nature du liant sur le traitement des STN a ensuite été abordée. D'après les résultats des essais mis en œuvre (aptitude au traitement, gonflement, portance, résistance en compression et en traction Brésilienne), 2 des 5 liants testés se distinguent particulièrement et présentent un niveau de performance de classe 3 selon le Guide du Traitement des Sols. Il s'agit du Roc Sol et la chaux vive.

Enfin, une étude complémentaire a montré qu'il était également possible de valoriser les STN en remblais autocompactant. Cependant, cette voie nécessiterait d'être approfondie.

Mots clés : sédiments fluviaux, pollution, phosphatation, calcination, valorisation, pouzzolanité, matériaux routiers, couche de forme, remblais autocompactant

Abstract

Nearly 50 millions m³ of sediments are dredged each year from rivers and ports in France. In the Nord Pas-de-Calais region, where the industrial history is marked by various pollution activities, an important part of dredged sediments contains significant levels of heavy metals and organic matter. Therefore, several alternatives to traditional disposal of dredged material like spreading or storage have been investigated such as treatment processes. They allow a possible valorisation of treated sediments in civil engineering materials.

This study deals with the valorisation of polluted rivers sediments in road construction, after treatment by the Novosol[®] process developed by Solvay company. Physical, chemical and geotechnical characterisation have shown the feasibility of their re-use as sub-grade layer. Additionally, it has been stated that Novosol[®] treated sediments (NTS) revealed hydraulic and pozzolanic activities. Moreover, the influence of binder nature was studied. The results of several tests (treatment ability, expansion test, bearing capacity, compression strength and Brazilian tension) have demonstrated that 2 of 5 tested binders (Roc Sol and lime) enable to reach the third level with respect to the French "Guide des Traitements des Sols".

A complementary study has finally shown that NTS could be valorised in self-compacted embankment. Nevertheless, such an application needs to be deeply investigated.

Key words : river sediments, pollution, phosphatation, calcination, valorization, pozzolanic activity, road materials, sub-base material, self compacted embankment

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION GENERALE.....	1
CHAPITRE 1 : PRESENTATION DE LA PROBLEMATIQUE.....	5
1. Introduction	6
2. Les sédiments.....	7
2.1. Définition et origine.....	7
2.2. Constitution des sédiments.....	8
2.3. Granulométrie des sédiments	9
3. La pollution des cours d'eau	10
3.1. Origine et comportement des polluants.....	10
3.2. Nature des polluants.....	12
3.2.1. Les polluants organiques	12
3.2.2. Les métaux lourds	13
4. La problématique du dragage.....	13
4.1. La nécessité des opérations de dragage.....	13
4.2. Etats des lieux des quantités draguées.....	14
4.3. La gestion des sédiments dragués.....	16
4.3.1. Le contexte législatif	16
4.3.2. Les filières d'élimination.....	18
5. Le procédé de traitement Novosol®.....	24
5.1. Présentation générale.....	24
5.2. La phosphatation et le séchage (Unité A).....	25
5.3. La calcination (Unité B).....	27
5.4. Evaluation des performances du procédé Novosol®	28
6. La valorisation des STN dans les matériaux routiers.....	29
6.1. Avantages des matériaux routiers.....	29
6.1.1. La consommation de granulats en France.....	29
6.1.2. La diversité des matériaux	30
6.1.3. La tradition du recyclage et de la valorisation	30
6.2. Dans quel type de matériau routier peut-on valoriser les STN ?	31
6.2.1. Description d'une structure routière type	31
6.2.2. Rôle des différentes couches	31
6.2.3. Objectif de valorisation des STN	32
7. Conclusion	33
Liste des tableaux et figures	35
Bibliographie	36
CHAPITRE 2 : CARACTERISATION DES SEDIMENTS TRAITES.....	39
1. Introduction	40
2. Observations des STN.....	41
2.1. Observations macroscopiques et binoculaires	41
2.2. Observations au microscope électronique à balayage.....	43
3. Caractérisation physico-chimique des STN.....	43
3.1. Composition chimique et minéralogique.....	43
3.1.1. Chimie totale	43

3.1.2. Teneur en chaux libre	44
3.1.3. Analyse DRX	44
3.2. Caractérisation environnementale.....	45
3.3. Teneur en eau.....	47
3.4. Masse volumique.....	48
3.5. Porosité et surface spécifique.....	49
3.6. Potentiel hydrogène (pH).....	50
3.7. Conclusion	51
4. Caractérisation en géotechnique routière	52
4.1. Granulométrie.....	52
4.2. Argilosité	54
4.2.1. Indice de plasticité	55
4.2.2. Essai au bleu de méthylène	57
4.3. Paramètres de compactage et portance.....	59
4.3.1. Essai Proctor Normal.....	60
4.3.2. Détermination de l'IPI.....	61
4.3.3. Résultats	63
4.4. Conclusion	64
5. Etude de la pouzzolanité des STN.....	65
5.1. La pouzzolanité.....	65
5.2. Mise en évidence expérimentale de l'activité pouzzolanique des STN.....	66
5.2.1. Principe	66
5.2.2. Confection des éprouvettes	67
5.2.3. Mise en œuvre des essais	69
5.2.4. Résultats et interprétations	71
5.3. Analyses thermogravimétriques (ATG)	72
5.3.1. Principe	72
5.3.2. Calcul de la teneur en chaux et en calcite	73
5.3.3. Application de l'ATG pour l'étude de l'activité pouzzolanique des STN	74
5.3.4. Origine de la pouzzolanité des STN.....	78
6. Conclusion	79
Liste des tableaux et figures	81
Bibliographie	83
<u>Chapitre 3 : Valorisation des STN en couche de forme.....</u>	<u>87</u>
1. Introduction	88
2. Le traitement des sols en technique routière	89
2.1. Les produits de traitements.....	89
2.1.1. La chaux aérienne	89
2.1.2. Les liants hydrauliques	90
2.2. Actions des produits de traitement.....	92
2.2.1. La chaux aérienne	92
2.2.2. Les liants hydrauliques	94
2.3. Eléments perturbateurs	95
2.4. Conclusion	96
3. Méthodologie de l'étude de traitement des STN.....	96
3.1. Choix des liants et des dosages.....	97
3.1.1. Les liants	97
3.1.2. Les dosages	99
3.1.3. Principales caractéristiques des liants.....	100
3.2. Paramètres de densification.....	100
3.2.1. Détermination des paramètres Proctor des mélanges	100
3.2.2. Objectifs de compactage.....	101
3.3. Aptitude des liants au traitement.....	102

3.4. Etude des performances mécaniques	104
3.4.1. Essai de poinçonnement.....	105
3.4.2. Essai de compression.....	106
3.4.3. Essai de traction brésilienne	107
3.5. Récapitulatif des essais	109
3.6. Conclusion	110
4. Réalisation des essais	111
4.1. Confection des éprouvettes	111
4.1.1. Paramètres de mise en œuvre et composition des éprouvettes.....	111
4.1.2. Répartition des éprouvettes et quantité de mélange préparé en fonction des essais..	113
4.1.3. Teneur en eau et masse volumique expérimentale des éprouvettes.....	114
4.1.4. Conclusion.....	116
4.2. Aptitude des liants au traitement.....	116
4.2.1. Mise en œuvre de l'essai	116
4.2.2. Résultats et interprétations	119
4.2.3. Conclusion.....	121
4.3. Détermination de l'IPI et de l'I _{CBR}	122
4.3.1. Mise en œuvre de l'essai	122
4.3.2. Résultats et interprétations	124
4.3.3. Conclusion.....	126
4.4. Campagne d'essais en compression simple.....	126
4.4.1. Evolution de la résistance mécanique et cinétique de prise	126
4.4.2. Age autorisant la circulation sur la couche de forme.....	128
4.4.3. Résistance à l'immersion aux jeunes âges.....	129
4.4.4. Résistance au gel.....	130
4.5. Campagnes d'essais en compression diamétrale.....	132
4.5.1. Mise en œuvre de l'essai	132
4.5.2. Résultats et interprétation	133
4.5.3. Conclusion.....	135
4.6. Récapitulatif des résultats.....	135
5. Conclusion	138
Liste des tableaux et figures	140
Bibliographie	142
<u>Chapitre 4 : Valorisation des STN en remblai autocompactant.....</u>	<u>143</u>
1. Introduction	144
2. Qu'est ce qu'un matériau de remblai autocompactant ?	145
2.1. Origines.....	145
2.2. Principales caractéristiques	146
2.2.1. Formulation	146
2.2.2. Traficabilité	147
2.2.3. Les différents produits connus	147
2.3. Fabrication, transport et mise en œuvre.....	148
2.4. Conclusion	149
3. Etude expérimentale de la valorisation des STN dans les matériaux de remblai autocompactant....	150
3.1. Protocole des essais.....	150
3.1.1. Formulation	150
3.1.2. Détermination de la portance à 24h	151
3.1.3. Réalisation des éprouvettes et de l'essai de compression	151
3.2. Résultats et interprétations	154
3.2.1. Remarque préliminaire.....	154
3.2.2. Affaissement et teneur en eau initiale.....	155
3.2.3. Portance à 24h	156
3.2.4. Résistance en compression à 28 jours.....	157
3.2.5. Evolution de la teneur en eau.....	158

3.2.6. Tassement des éprouvettes.....	159
3.2.7. Evolution de la masse volumique sèche.....	160
4. Conclusion	161
Liste des tableaux et figures	163
Bibliographie	164
<u>CONCLUSION GENERALE.....</u>	<u>165</u>
<u>ANNEXES.....</u>	<u>171</u>

Introduction générale

La sédimentation est un phénomène naturel qui, à long terme, conduit à l'envasement des ports et des 525 000 km de cours d'eau que compte le territoire français. L'origine de la matière qui se dépose est soit naturelle (érosion des sols, décomposition de la matière végétales, etc.), soit anthropique. Il s'agit dans ce cas de rejets agricoles, industriels ou urbains qui peuvent contenir de nombreuses toxines inorganiques (métaux lourds) et organiques (hydrocarbure, HAP, PCB, etc.). La région Nord Pas-De-Calais, qui a connu son essor avec la révolution industrielle du début du XXe siècle en accueillant de nombreuses activités polluantes (industrie métallurgique, tannerie, etc.), est particulièrement touchée par ces problèmes environnementaux.

Afin de garantir un tirant d'eau suffisant pour la navigation et de restaurer les milieux naturels, il est indispensable d'entretenir les cours d'eau en effectuant régulièrement des opérations de dragage. En 2002, une étude recommandée par le Ministère de l'Aménagement du Territoire et de l'Environnement (MATE) portant sur l'historique des opérations de curage d'entretien des sédiments continentaux en France a estimé que le volume dragué chaque année était de 2,8 millions de m³. Pour éliminer ces sédiments, il existe 4 grandes filières : la mise en décharge, le stockage, la valorisation et le traitement. Lorsque les boues de dragage sont fortement polluées, les 2 premières solutions nécessitent de mettre en œuvre certaines précautions afin d'éviter tout transfert des contaminants dans l'eau ou l'air. Cela engendre un coût important, monopolise des espaces fonciers devenus de plus en plus rares et soulève de nombreuses interrogations dans une politique actuelle de développement durable. La valorisation (épandage, utilisation en Génie Civil, etc.) confère aux sédiments une valeur incontestable mais elle n'est envisageable que si leur taux de contamination respecte les seuils réglementaires en vigueur. Afin de trouver une issue à ces

problèmes environnementaux, de nombreux procédés de traitement ont vu le jour. Ils permettent, par différentes technologies (traitement biologique, physico-chimique, thermique, etc.), d'éliminer ou de stabiliser les polluants contenus dans les produits de dragage.

Dans le cadre de cette étude, nous nous sommes intéressés aux sédiments traités par le procédé de stabilisation Novosol[®] développé par la société Solvay. Il se décompose en 2 phases : un traitement chimique par ajout d'acide phosphorique permettant la création de phosphates de calcium fixant les métaux lourds puis un traitement thermique afin de détruire la matière organique et de renforcer la stabilité des phosphates.

Solvay s'est associé à de nombreux partenaires industriels, institutionnels et universitaires pour développer son projet. L'ADEME (Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie) s'assure de la qualité environnementale du procédé. La société Bertin Technologie s'occupe de l'étude de faisabilité technique et économique ainsi que de la coordination globale du projet. Le BRGM (Bureaux de Recherche Géologique et Minière) réalise les études minéralogiques afin de comprendre les mécanismes mis en jeu lors du traitement. L'EMAC (Ecole des Mines d'Albi Carmaux) travaille à l'optimisation des différentes étapes du procédé. L'ENTPE (Ecole Nationale des Travaux Publics de l'Etat) effectue l'évaluation de l'impact écotoxicologique des sédiments traités. Les laboratoires de Génie Civil de l'Ecole Centrale de Lille et l'INSA de Toulouse s'intéressent quant à eux à la mise au point de tests environnementaux sur matériaux monolithiques ainsi qu'à la valorisation des produits traités. Enfin, des partenaires industriels tels que l'entreprise Eurovia et la Briqueterie Du Nord apportent leurs compétences et leurs moyens afin de passer de l'échelle du laboratoire à l'échelle industrielle.

L'objet de ce travail de thèse concerne donc la valorisation des sédiments traités par le procédé Novosol[®] (dénommés STN par la suite). Plusieurs voies ont déjà été étudiées dans notre laboratoire : fabrication de blocs compressés, incorporation ou substitution de matière dans les matériaux à matrices cimentaires (bétons et mortiers) et les briques cuites [Boucard, 2006], [Agostini F. & al., 2007], [Samara, 2007]. On se propose ici de s'intéresser à leur valorisation dans les matériaux routiers.

Ce mémoire se compose de 4 parties.

Le premier chapitre est consacré à la présentation globale de l'étude. La problématique liée au dragage et à la pollution des sédiments sera détaillée ainsi que le contexte législatif. Puis, après avoir présenté les filières d'élimination actuelles, les différentes étapes du

procédé Novosol[®] seront décrites. Enfin, on discutera de l'intérêt de la valorisation des STN dans les matériaux routiers avant de présenter les objectifs que nous nous sommes fixés.

Le deuxième chapitre concerne la caractérisation des STN. Une attention particulière a été portée à cette partie afin de recueillir un maximum d'informations utiles pour la valorisation des STN dans les matériaux routiers. Les principales propriétés physico-chimiques (chimie totale, analyse DRX, masse volumique, etc.) et environnementales ainsi qu'une caractérisation géotechnique (granulométrie, argilosité, essai Proctor Normal, etc.) des STN seront exposées. La dernière partie de ce chapitre est consacrée à l'étude de la pouzzolanité des STN, propriété qui avait été supposée lors de précédents travaux mais non vérifiée jusqu'alors.

Dans le troisième chapitre, l'ensemble du travail expérimental concernant la valorisation des STN en couche de forme dans une structure routière est développé. Il s'agit d'une étude comparative portant sur le traitement des STN avec 5 liants de nature différente. Elle a été menée en s'appuyant sur les préconisations du Guide du Traitement des Sols. Après une présentation des techniques et des liants utilisés en traitement des sols, la méthodologie générale de l'étude et les essais mis en œuvres (portance, compression simple, traction brésilienne, etc.) seront détaillés. Finalement, la réalisation des essais les résultats obtenus seront analysés et comparés afin de distinguer les avantages et inconvénients de chacun des 5 liants testés.

Enfin, le quatrième et dernier chapitre s'intéresse à une autre voie de valorisation possible pour les STN, à savoir les remblais autocompactants. Il s'agit d'un matériau qui a été développé au début des années 90 afin de pallier aux problèmes de compactage que l'on rencontre lors du remblayage de tranchée. Les remblais autocompactants ont en effet la particularité d'être suffisamment fluides pour se mettre en place sans compactage ni vibration. A partir des différents essais réalisés (compression simple, portance, tassement, etc.), les résultats d'une étude portant sur 3 formulations différentes seront analysés.

L'ensemble de ces travaux devraient contribuer au développement du procédé Novosol[®] en constituant une référence scientifique et technique pour valoriser les STN en technique routière.

Chapitre 1

Présentation de la problématique

1. Introduction

L'accumulation des sédiments au fond des canaux, cours d'eau et plans d'eau est un phénomène naturel souvent amplifié par l'activité humaine. Le curage constitue alors une opération de restauration, d'entretien voire d'assainissement indispensable pour prévenir les risques d'inondation (Figure 1), pour rétablir le tirant d'eau pour la navigation mais aussi pour restaurer le milieu naturel. Ainsi, l'entretien des 525 000 km de cours d'eau que compte le territoire français nécessiterait l'extraction de près de 6 millions de m³ de sédiments chaque année [Schneider, 2001].

D'autre part, ces sédiments sont potentiellement pollués par des rejets industriels et agricoles ainsi que des eaux urbaines par temps de pluie. La région Nord Pas-De-Calais lourde de son passé industriel lié à l'exploitation du charbon et à l'industrie métallurgique est une des régions dont les cours d'eau sont les plus affectés par ces problèmes de pollution.

Faces aux volumes générés et à leur pollution, la problématique liée aux filières d'élimination des sédiments fluviaux soulève de nombreuses questions écologiques et économiques d'autant plus délicates à aborder que le cadre législatif est particulièrement flou dans ce domaine.

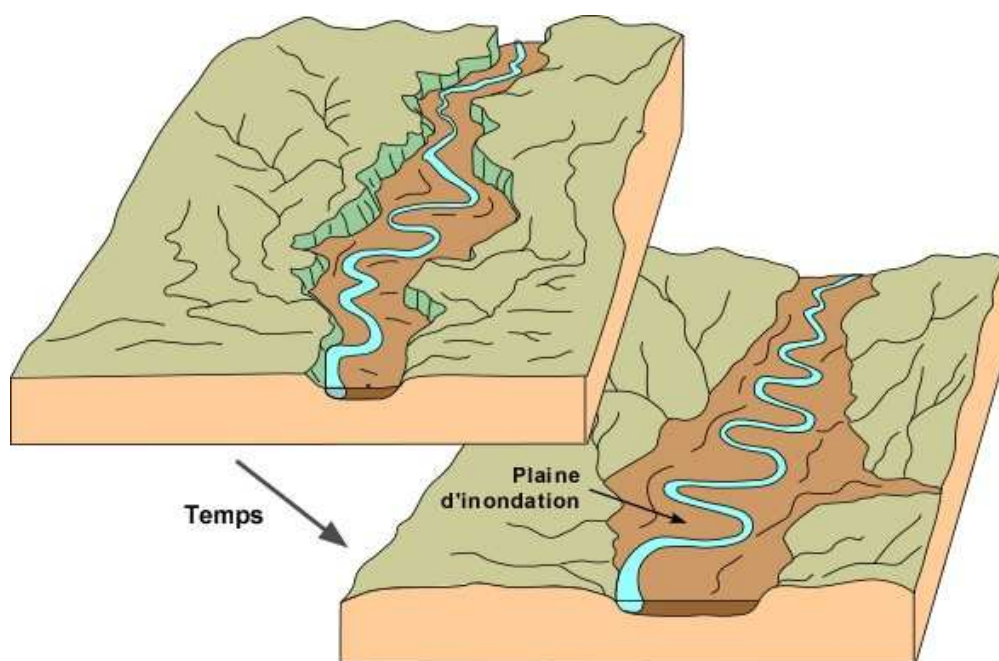


Figure 1 : Inondation due à l'envasement du lit d'un cours d'eau

Après quelques rappels sur l'origine et la nature des sédiments, nous aborderons dans cette première partie la problématique liée à leur pollution et leur dragage. Ensuite, nous présenterons le procédé Novosol[®] développé par la société Solvay, qui a été utilisé pour traiter les sédiments de cette étude. Enfin, nous discuterons de l'intérêt de leur valorisation dans les matériaux routiers ainsi que les objectifs que nous nous sommes fixés.

2. Les sédiments

2.1. Définition et origine

Dans le dictionnaire de géologie [Foucault & Raoult, 1980], les sédiments, plus communément appelés vases, sont définis comme « un ensemble constitué par la réunion de particules plus ou moins grosses ou de matières précipitées ayant, séparément, subi un certain transport ». La sédimentation désigne l'ensemble des processus par lesquels ces particules organiques ou minérales en suspension et en transit cessent de se déplacer.

On distingue 2 origines aux sédiments [Schneider, 2001], [Bertreau & al., 1993] :

- Origine endogène : les particules proviennent de la production autochtone du milieu. Il s'agit de débris de macrophytes comme les plantes aquatiques, les cadavres de microphytes et d'animaux ;
- Origine exogène : il s'agit des particules qui sont issues du ruissellement des eaux ou bien transportées par les vents. D'origine naturelles ou anthropiques, elles proviennent de l'érosion des sols, de la décomposition de matière végétale, de l'apport de matière en suspension, de matières organiques, de nutriments ou de micro-polluants en raison des rejets agricoles, industriels et domestiques.

2.2. Constitution des sédiments

Les vases sont constituées de 4 éléments principaux [Agence de l'eau (1), 2002] :

- La matrice minérale (quartz, feldspaths ou carbonates) ;
- La fraction argileuse (kaolinite, illite ou smectite) ;
- La fraction organique (débris végétaux, micro-organismes, acides fulviques et humiques) ;
- Une certaine quantité d'eau, présente sous différentes formes.

Les argiles sont des silicates d'aluminium hydratés qui présentent une structure cristalline en feuillets. Cette constitution permet l'hydratation des argiles, avec parfois un phénomène de gonflement très important. La plupart des argiles sont thixotropiques. Elles perdent leur rigidité en présentant le comportement d'un liquide lorsqu'elles subissent une sollicitation mécanique, et retrouvent leurs caractéristiques initiales au repos. La souplesse des liaisons entre les feuillets, permet aux argiles d'avoir un comportement plastique. La dernière propriété des argiles est l'interaction avec les espèces ioniques. En effet, les charges négatives des argiles sont neutralisées par des cations compensateurs. Or, ces cations peuvent s'échanger avec ceux présents dans le milieu et notamment avec les métaux lourds : c'est le phénomène d'adsorption.

En ce qui concerne la matière organique, on retrouve dans les sédiments tous les composés organiques naturels, issus des végétaux, des algues et des animaux, ou biosynthétisés par la microflore, ainsi que les colloïdes humiques. La décomposition de ces matières est très lente (plusieurs centaines d'années) et combine de très fortes propriétés

tensioactives et complexantes. Les substances humiques colorent la vase en noir et interagissent avec la partie minérale, provoquant des agglomérations. En général, la proportion massique de matière organique est de l'ordre de 2 à 10 % pour les sédiments des cours d'eaux et elle est constituée à 60% de composés humiques [Schneider, 2001].

Enfin, la nature de l'eau contenue dans les vases, appelée « eau interstitielle » afin de la différencier de la colonne d'eau qui se trouve au-dessus, peut être répartie en 4 catégories :

- L'eau libre qui n'est pas liée aux fines ;
- L'eau capillaire, liée aux fines par des forces de capillarité ;
- L'eau colloïdale qui hydrate les colloïdes ;
- L'eau adsorbée qui est liée à la surface des particules et constitue un film autour d'elles.

2.3. Granulométrie des sédiments

La distribution granulométrique d'un sédiment et plus globalement, de n'importe quel matériau, constitue son empreinte physique. Elle caractérise en effet la taille des particules constituant la phase solide du matériau. D'autre part, la répartition de fréquence de taille des grains explique la répartition des sédiments dans un milieu aquatique. En effet, les grosses particules restent en amont tandis que les plus fines se retrouvent en aval. Les différentes classes granulométriques couramment utilisées sont présentées dans le tableau 1.

Diamètre	Dénomination
> 20 mm	Cailloux
2 mm à 20 mm	Graviers
63 µm à 2 mm	Sables (grossiers et fins)
2 µm à 63 µm	Limons (ou silt)
< 2 µm	Argiles

Tableau 1 : Classes granulométriques d'un matériau

Une vase est généralement constituée des 3 dernières classes : sables, limons et argiles. Précisons que le terme d'argile utilisé en minéralogie n'a pas le même sens que celui utilisé en granulométrie. Ici, c'est un critère uniquement basé sur la taille des particules et non sur leur composition chimique et minéralogique.

La proportion de sables, limons et argiles d'un sédiment peut varier très fortement en fonction de leur provenance géographique, du lieu de prélèvement (portuaire, estuarien ou fluvial), de la nature de la matière solide, etc. Cependant, la fraction argileuse est généralement prédominante. Par exemple, une étude effectuée par les Voies Navigables de France (VNF) a montré que sur le bassin de l'Escault, 90 % du volume des échantillons sont composés d'éléments de taille inférieure à 400 μm parmi lesquels 50 % se situent en dessous de 63 μm [Boucard, 2006].

Pour classer les matériaux fins dont la taille des particules est inférieure à 2 mm, les géotechniciens utilisent le diagramme triangulaire des sols fins de la figure 2. Ce type de diagramme est particulièrement adapté aux sédiments [Bonnet, 2000].

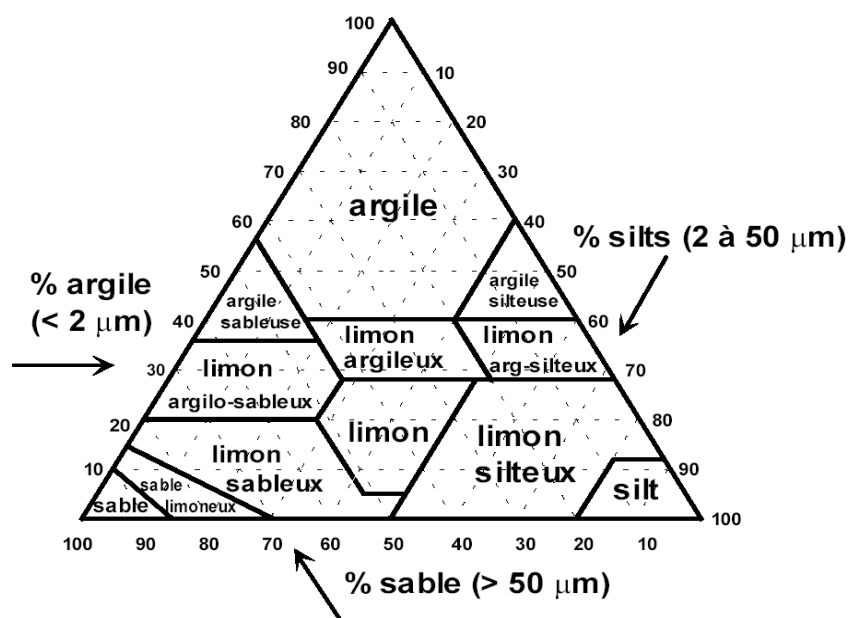


Figure 2 : Diagramme triangulaire utilisé pour les sols fins

3. La pollution des cours d'eau

3.1. Origine et comportement des polluants

Le milieu naturel et notamment les cours d'eau et les lacs sont très souvent soumis à des rejets industriels, urbains ou agricoles, entraînant l'apport d'un grand nombre de substances toxiques. Il est admis depuis les années 1970 que les sédiments sont la destination finale des polluants. En conditions normales, ils sont peu solubles dans l'eau. Ils prédominent dans

les matières en suspension et dans les sédiments qui deviennent alors des réserves de composés toxiques potentiellement mobilisables. Cependant, de nombreux paramètres influent sur le comportement des polluants comme on peut s'en apercevoir sur le diagramme de la Figure 3.

Ainsi, il est très difficile de déterminer la dangerosité réelle de ces matériaux. Un sédiment peut présenter des teneurs élevées en polluants qui ne soient pas remobilisables dans les conditions du milieu. Les risques qu'il présente pour l'environnement sont alors limités. Néanmoins, ce même sédiment peut devenir particulièrement toxique lorsque les conditions physico-chimiques sont modifiées comme c'est le cas lorsqu'il est dragué hors de leur milieu naturel [Marot, 1997].

Les études menées sur les interactions entre les polluants et les matériaux montrent que les polluants vont préférentiellement se fixer sur la fraction fine, c'est-à-dire les argiles, ceci étant dû à leurs propriétés électrostatiques particulières [Dubois, 2006]. Cependant, les matrices complexes des sédiments permettent de multiples possibilités d'association avec les contaminants présents dans l'environnement en fonction de leur nature [Calmano & Forstner, 1996], [Chapman et al., 1998].

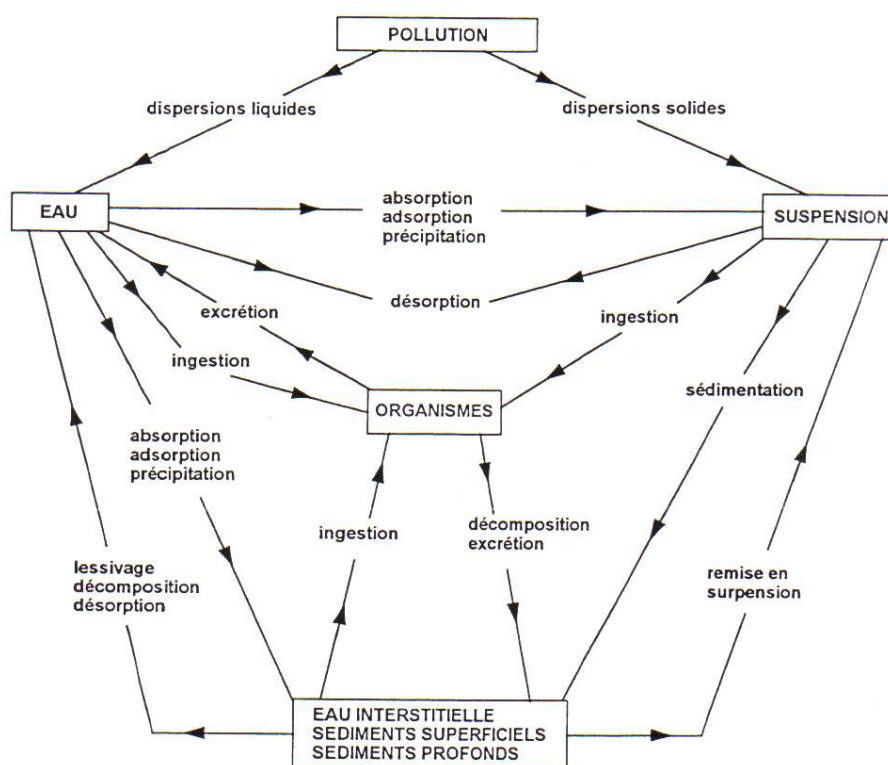


Figure 3 : Comportement des polluants rejetés dans les cours d'eau [Marchandise & Robbe, 1978]

3.2. Nature des polluants

On distingue 2 grandes familles de polluants : les composés organiques et les métaux lourds.

3.2.1. Les polluants organiques

Cette famille regroupe tous les composés à base de carbone, d'hydrogène, d'oxygène et d'azote. Ce sont pour la plupart des produits fabriqués par l'homme. Il en existe des dizaines de milliers, dont 60 000 sont couramment utilisés. Comme ils ne sont pas présents à l'état naturel, les organismes vivants ne sont pas adaptés pour les éliminer. Aussi leur durée de vie est souvent longue et leur dangerosité élevée. On distingue particulièrement 3 composés ou familles de composés organiques :

- Le TBT (Tri-Butyl-Etain) : c'est une molécule biocide incorporée dans la composition de certaines peintures. Son rôle est d'assurer une barrière toxique pour empêcher la colonisation des coques des navires. Interdit à la vente en 2003 et à l'utilisation en 2008, son action sur la faune aquatique a notamment eu des répercussions importantes sur la production d'huîtres du bassin d'Arcachon ;
- Les PCBs (Poly-Chloro-Biphényles) : famille de 209 composés organochlorés de haut poids moléculaire dont la formule générale est : $C_{10}H_{(10-n)}Cl_n$. Ces molécules ont été massivement utilisées dans les années 1930 jusque dans les années 1970 comme lubrifiant, et pour la fabrication des transformateurs et condensateurs électriques en raison de leur relative ininflammabilité et de leurs excellentes caractéristiques diélectriques. Elles comptent parmi les Polluants Organiques Persistants (POPs), dont la production est interdite depuis 2001 par la Convention de Stockholm ;
- Les HAPs (Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques) : cette appellation désigne les substances dont la structure chimique est constituée de plusieurs noyaux aromatiques ayant en commun plus d'un atome de carbone. Ils font également partis des POPs. Les HAPs présents dans l'environnement proviennent de biosynthèses par les organismes vivants, de l'utilisation de carburants fossiles, et enfin de la pyrolyse de matières organiques à très haute température. Ils sont toxiques pour les animaux aquatiques et cancérigènes pour les mammifères.

3.2.2. Les métaux lourds

Les métaux lourds sont présents à l'état naturel dans les sédiments car ils entrent dans la composition de nombreuses roches. N'étant pas biodégradables, leur durée de vie est infinie. Cependant, depuis le début de l'ère industrielle, des changements importants ont eu lieu dans le bilan global de la répartition des métaux à la surface de la terre. Ainsi, dans les sédiments, les teneurs de certains métaux ont été multipliées d'un facteur allant de 100 à 1000, notamment à cause des rejets générés par certaines activités industrielles. Les principaux secteurs concernés sont la métallurgie, la galvanoplastie, la production de teinture et l'industrie du textile en général.

Dans les sédiments, les métaux lourds peuvent se présenter sous différentes formes : ions, complexes, adsorbés à la surface d'autres particules, etc. Cela conditionne leur disponibilité et donc leur toxicité. Ils sont en général en équilibre avec l'eau interstitielle mais la moindre perturbation des conditions environnementales peut entraîner des mécanismes de remobilisation des métaux. Les principaux métaux que l'on retrouve dans les sédiments sont présentés dans le tableau 2.

As	Cd	Cr	Cu	Hg	Ni	Pb	Zn
Arsenic	Cadmium	Chrome	Cuivre	Mercure	Nickel	Plomb	Zinc

Tableau 2 : Métaux lourds présents dans les sédiments fluviaux

4. La problématique du dragage

4.1. La nécessité des opérations de dragage

Les facteurs qui poussent à envisager le curage d'un cours d'eau sont liés soit à des considérations hydrauliques, soit à l'entretien et à la restauration du milieu [Schneider, 2001]. Les principaux signes de dysfonctionnement sont :

- Des inondations dues à l'envasement et à l'encombrement du lit ;
- La navigation gênée ou rendue impossible par l'envasement ;
- L'envahissement du lit d'un cours d'eau par la végétation des berges ;
- La prolifération d'algues et de plantes aquatiques ;

- L'encombrement du lit par des dépôts divers (flottants, encombrants, vase affleurante...);
- La divagation du cours d'eau ;
- L'effondrement des berges.

C'est au maître d'ouvrage que revient la responsabilité de déterminer la nécessité du dragage et mener les études nécessaires à l'opération. Sur les 525 000 km de cours d'eau que compte la France, seulement 20 000 font partie du domaine de l'Etat (cours domaniaux). Mais la plus grande majorité appartient à des organismes publics ou privés qui sont tenus à un curage régulier afin de conserver la largeur et la profondeur des cours d'eau. Parmi les principaux maîtres d'ouvrage, on trouve la Compagnie Nationale du Rhône (CNR), les Voies Navigables de France (VNF), les collectivités et EDF. Ils sont à l'origine de près de 96 % du total des volumes extraits chaque année des hydrosystèmes français, c'est-à-dire des cours d'eau, canaux, plans d'eau, retenues et zones portuaires fluviales [Agence de l'eau (2), 2002].

4.2. Etats des lieux des quantités draguées

Il n'est pas facile d'établir avec précision les volumes dragués étant donné la diversité des opérations et des intervenants. Cependant, en 2002, une étude recommandée par le Ministère de l'Aménagement du Territoire et de l'Environnement (MATE) a permis d'établir un historique des opérations de curage d'entretien des sédiments continentaux effectuées entre 1990 et 2000 [Agence de l'eau (2), 2002]. Seuls les dragages pour lesquels un volume supérieur à 1000 m³ de sédiments extraits a été pris en compte. Ce document montre qu'actuellement, près de 2,8 millions de m³ de sédiments continentaux sont extraits chaque année en France ce qui représente un coût s'élevant à 26 millions d'euros (Tableau 3).

Nombre total d'opérations	1 483 opérations de curage
Nombre annuel moyen d'opérations	135 opérations/an
Volume total de sédiments curés de 1990 à 2000	~31 millions de m ³
Volume annuel moyen de sédiments curés	~2,82 million de m ³ /an

Tableau 3 : Curages d'entretien recensés entre 1990 et 2000 [Agence de l'eau (2), 2002]

Cette même étude montre que les hydrosystèmes faisant l'objet du curage sont majoritairement des cours d'eau (Tableau 4). Ce terme regroupe les grands fleuves faisant l'objet d'entretiens réguliers comme le Rhône ou la Seine, notamment pour l'évacuation des crues et la navigation.

Objet du curage	Proportion curée
Cours d'eau	70 %
Canal	8 %
Plan d'eau	13 %
Retenue d'eau	8 %
Zone portuaire fluviale	1 %

Tableau 4 : Données générales par type d'hydrosystème [Agence de l'eau (2), 2002]

Enfin, cette étude a permis de constater que les besoins en matière de curage pour les 10 ans à venir sont supérieurs de 8 % par rapport aux volumes extraits entre 1990 et 2000. Les volumes atteindraient alors près de 34 millions de m³. Cette hausse globale est en partie liée aux besoins de curage des VNF qui sont de 55 % supérieurs à ce que les enveloppes budgétaires permettent de curer. Cette limitation budgétaire semblerait ne pas permettre d'entretenir aussi régulièrement que nécessaire ces cours d'eau. Ceci explique la différence entre les 6 millions de m³ de sédiments qu'il serait nécessaire de curer chaque année et les 2,8 millions de m³ qui sont effectivement dragués.

En ce qui concerne plus particulièrement la région Nord Pas-De-Calais, l'étude estime que les volumes curés dans les cours d'eau s'élèvent à environ 170 000 m³/an. D'après Nadeau, les besoins réels seraient de l'ordre de 0,5 à 1 million de m³ chaque année [Nadeau, 1996].

On se rend compte que les quantités mises en jeu sont considérables. De plus, nous ne nous intéressons ici qu'aux sédiments continentaux. Or, ce ne sont pas eux qui génèrent les plus grands volumes de matériaux dragués. En effet, c'est dans les zones portuaires maritimes que les plus grandes quantités de sédiments sont extraites. Par exemple, les ports de Dunkerque, de Boulogne, du Havre et de La Rochelle génèrent à eux seuls un volume moyen supérieur à 6 millions de m³/an. Ainsi, l'ordre de grandeur généralement admis pour la totalité des sédiments dragués en France s'élève à 50 millions de m³/an [L'Yavanc et al., 1999]. Face à ces chiffres, la principale question qui se pose est très pragmatique : que faire des sédiments une fois extraits ?

4.3. La gestion des sédiments dragués

Dans cette partie, nous allons tout d'abord nous intéresser au contexte législatif concernant les sédiments. Nous verrons ensuite les filières d'élimination avant de présenter différents procédés de traitement qui existent à ce jour.

4.3.1. Le contexte législatif

Une des principales difficultés que l'on rencontre face à cette problématique est le manque de réglementation claire et précise concernant les sédiments fluviaux. Leur statut n'est pas clairement défini et surtout, il n'existe pas de valeurs guides permettant de juger de la dangerosité des sédiments continentaux.

Pour pallier à ce vide législatif, on considère le plus souvent que les sédiments fluviaux sont des déchets à partir du moment où ils sont extraits de leur milieu naturel. En effet, d'après l'article L 541-1 du code de l'environnement [LEGIFRANCE (1)], est considéré comme un déchet « tout résidu d'un processus de production, de transformation ou d'utilisation, toute substance, matériau, produit ou plus généralement tout bien meuble abandonné ou que son détenteur destine à l'abandon ». Les sédiments étant issus du « processus » de dragage, ils peuvent avoir cette étiquette de « déchets ». Ce statut n'interdit pas une utilisation future ou une vente à titre onéreux.

Le décret n°2002-540 du 18 avril 2002 [LEGIFRANCE (2)] qui reprend la nomenclature européenne des déchets a classé les sédiments sous la rubrique 17 05 05* « Boues de dragage contenant des substances dangereuses » ou 17 05 06 « Boues de dragage autres que celles visées à la rubrique 17 05 05* ». L'astérisque indique qu'il s'agit alors d'un déchet dangereux. Cette notion de dangerosité est définie dans l'annexe I du décret sus cité : un déchet est considéré dangereux s'il possède un des 14 critères (H1 à H14) explicités dans le décret. Mais ces critères sont inadaptés aux sédiments, en particulier le H14 relatif à l'écotoxicité du déchet. A ce jour, il n'existe aucune méthode permettant de juger si un déchet est écotoxique ou non.

Cependant, en admettant que les sédiments soient des déchets, il est possible de quantifier leur toxicité en utilisant les seuils de relargage à la lixiviation fixés par la décision du Conseil Européen du 19 décembre 2002 établissant des critères et des procédures d'admission des déchets dans les décharges [LEGIFRANCE (5)].

On notera qu'en ce qui concerne les sédiments marins, la situation est beaucoup plus simple. En effet, dans la grande majorité des situations, les sédiments sont relargués en mer. Les critères autorisant l'immersion sont définis dans l'arrêté du 14 juin 2000 relatif aux « niveaux de référence à prendre en compte lors d'une analyse de sédiments marins ou estuariens présents en milieu naturel ou portuaire » [LEGIFRANCE (3)]. Ce document fixe des seuils de contamination à partir desquels l'immersion n'est pas possible et dans ce cas, ils deviennent des déchets.

Finalement, en l'absence de valeurs guides officielles pour les sédiments continentaux, les acteurs de la gestion des curages des cours d'eau ont été amenés à établir leurs propres critères. Par exemple le port autonome de Rouen a établi en accord avec la DRIRE locale une grille de classification de la qualité des produits de dragage continentaux dont il a la charge. Elle permet d'attribuer aux sédiments un indice de pollution entre 1 et 6 en fonction de leur teneur en métaux lourds (Tableau 5).

Catégorie	As	Cd	Cr	Cu	Hg	Pb	Ni	Zn
1	< 10	< 0,8	< 50	< 35	< 0,3	< 50	< 25	< 100
2	10-20	0,8-2,4	50-150	35-100	0,3-1	50-150	25-50	100-250
3	20-30	2,4-6	150-250	100-200	1-2	150-250	50-100	250-750
4	30-50	6-12	250-500	200-300	2-4	250-500	100-200	750-1 500
5	50-100	12-20	500-1 000	300-500	4-10	500-1 000	200-500	1 500-3 000
6	> 100	> 20	> 1 000	> 500	> 10	> 1 000	> 500	> 3 000

Tableau 5 : Valeurs de référence des teneurs en métaux lourds des sédiments (mg/kg de matière sèche) utilisées par le port autonome de Rouen

De même, les Voies Navigables de France ont défini des consignes de caractérisation des sédiments continentaux à draguer en fonction de leur qualité. Deux seuils ont été retenus permettant d'établir 3 catégories de sédiments. Le seuil 1 correspond aux valeurs limites « sol » de teneur en métaux définies dans l'arrêté du 8 janvier 1998 fixant les prescriptions techniques applicables aux épandages de boues issues du traitement des eaux usées sur les sols agricoles [LEGIFRANCE (4)]. Le seuil 2 a été défini arbitrairement, les valeurs retenues étant comprises entre les limites « sol » et « boues » du même arrêté. Ces valeurs sont précisées tableau 8.

Finalement, les 3 catégories sont définies de la manière suivante :

- **Catégorie 1** : toutes les valeurs sont inférieures à celles imposées par le 1^{er} seuil. La valorisation des produits de dragage est recommandée, elle peut être faite sur des terres agricoles alimentaires. Il n'existe aucune restriction concernant le devenir de ces produits ;
- **Catégorie 2** : les valeurs peuvent être supérieures au 1^{er} seuil mais aucune n'est supérieure au second. Les conditions d'application de la catégorie 2 permettent de valoriser ou de stocker les produits de dragage, seul le régalage sur les terres agricoles est à proscrire ;
- **Catégorie 3** : au moins une des valeurs est supérieure à celles du 2nd seuil. La valorisation ou le stockage des produits nécessite la mise en place d'une étude spécifique de faisabilité.

Ce bref aperçu de la législation entourant le dragage des sédiments montre la complexité du problème. De plus, étant donné la diversité des situations auxquelles sont confrontés les maîtres d'ouvrages, ils sont amenés à résoudre des problématiques très spécifiques. Ainsi, les filières d'élimination des sédiments sont variées et dépendent de leur nature, de leur pollution, de la région d'où ils sont extraits, etc. Nous allons aborder cette question un peu plus en détail dans le paragraphe suivant.

4.3.2. Les filières d'élimination

On distingue 4 grandes filières d'élimination des sédiments fluviaux : la mise en décharge, le stockage, la valorisation et le traitement [Boucard & Legros, 2000], [Agostini R., 2001], [Kribi, 2003], [Bortone & al., 2004].

4.3.2.a. *La mise en décharge*

Lorsque cette solution est retenue, les sédiments sont considérés à part entière comme n'importe quel déchet. On applique donc la législation imposée par la décision du Conseil Européen du 19 décembre 2002 établissant des critères et des procédures d'admission des déchets dans les décharges [LEGIFRANCE (5)]. Ce document définit les critères de pollution à respecter pour déterminer si les déchets peuvent être admis dans des décharges pour matériaux inertes, non dangereux ou dangereux (Tableaux 6 et 7).

	Seuils de relargage limites pour les déchets inertes (mg/kg matière sèche)	Seuils de relargage limites pour les déchets non dangereux (mg/kg matière sèche)	Seuils de relargage limites pour les déchets dangereux (mg/kg matière sèche)
As	0,5	2	25
Ba	20	100	300
Cd	0,04	1	5
Cr (total)	0,5	10	70
Cu	2	50	100
Hg	0,01	0,2	2
Mo	0,5	10	30
Ni	0,4	10	40
Pb	0,5	10	50
Sb	0,06	0,7	5
Se	0,1	0,5	7
Sn	4	50	200

Tableau 6 : Valeurs limites en matière de lixiviation à l'eau des métaux lourds pour l'admission des déchets dans les décharges (L/S = 10 l/kg)

	Valeurs limites pour les déchets inertes (mg/kg matière sèche)	Valeurs limites pour les déchets non dangereux (mg/kg matière sèche)	Valeurs limites pour les déchets dangereux (mg/kg matière sèche)
Chlorures	800	15 000	25 000
Fluorures	10	150	500
Sulfates	1 000	20 000	50 000
Indice Phénols	1	-	-
COT	500	800	1 000
Fraction Soluble	4 000	60 000	100 000

Tableau 7 : Valeurs limites pour le contenu total de paramètres organiques pour l'admission des déchets dans les décharges

4.3.2.b. Le dépôt ou le stockage

Il s'agit d'un procédé classique utilisé pour près d'un tiers des sédiments continentaux. Cela peut-être la mise en dépôt sur des terrains retenus (Figure 4) auquel cas les sédiments

sont généralement considérés comme des déchets. Pour pouvoir être mis en dépôt, les sédiments doivent se situer dans la catégorie « inertes » ou « non dangereux » d'après les conditions définies tableaux 6 et 7.

On pratique également couramment le régilage qui consiste à épandre les produits de dragage sur une bande de terre de 5 à 10 m de large, contigüe au cours d'eau, sorte de « mise en cordon » (Figure 4). Les conditions à respecter sont les mêmes que précédemment.



Figure 4 : Stockage et régilage des sédiments fluviaux

4.3.2.c. La valorisation

La valorisation, à chaque fois qu'elle est possible, confère aux produits de dragage une valeur incontestable. Il y a 2 grands domaines possibles d'utilisation des sédiments : l'agriculture et le Génie Civil.

Dans le premier cas, ce sont les propriétés fertilisantes des sédiments que l'on cherche à exploiter en pratiquant l'épandage sur les sols cultivés. A défaut de législation concernant les seuils de pollution à respecter pour les sédiments, il est admis d'utiliser les valeurs fixées pour l'épandage des boues issues du traitement des eaux usées défini dans l'arrêté du 8 janvier 1998 [LEGIFRANCE (4)] (Tableau 8). Au-delà de ces valeurs, il faut envisager l'épandage sur des terrains agricoles non alimentaires.

	Valeurs limites dans les boues (mg/kg de matière sèche)	Flux maximum cumulé apporté par les boues en 10 ans (g/m ²)	Valeurs limites dans les sols (mg/kg de matière sèche)
Cd	20	0,03	2
Cr	1 000	1,5	150
Cu	1 000	1,5	100
Hg	10	0,015	1
Ni	200	0,3	50
Pb	800	1,5	100
Zn	3 000	4,5	300
Cr + Cu + Zn	4 000	6	-

Tableau 8 : Teneurs limites en métaux lourds dans les boues et les sols pour l'épandage

La valorisation des sédiments dans le domaine du Génie Civil n'est soumise à aucune législation particulière. Aussi, des études environnementales spécifiques sont menées pour chaque situation afin d'appréhender les risques de pollution. Parmi les différentes utilisations possibles, on citera la réhabilitation de sols de qualité insuffisante, la construction de remblais, de digues, la création d'agrégats, l'utilisation en technique routière ou encore l'incorporation dans la confection de briques [Hamer & Karius, 2002], [Ulbricht, 2002], [Agence de l'eau (1), 2002], [Dubois, 2006].

4.3.2.d. Le traitement

Il est difficile d'établir une liste exhaustive de tous les traitements existants pour différentes raisons : d'une part, ils sont très nombreux et parfois spécifiques à un seul type de sédiments et d'autre part, beaucoup sont en cours de développement et/ou évoluent continuellement. Nous nous contenterons donc de dresser une vue d'ensemble des principaux procédés et techniques existants sans rentrer dans les détails [Boucard, 2000], [Agence de l'eau (1), 2002], [Lafhaj et al., 2007].

Les prétraitements désignent les opérations qui ont pour objectif de préparer les sédiments en vue de leur stockage, valorisation ou traitement. Par exemple, on peut diminuer leur teneur en eau par décantation, ce qui réduit leur volume, facilite la manutention, abaisse les besoins en énergie dans l'hypothèse d'une incinération, diminue les coûts de transport, facilite le dépôt en milieu terrestre. Mis à part la déshydratation, on

peut également effectuer une floculation ou une séparation granulométrique par criblage ou sédimentation. Les prétraitements sont généralement peu coûteux et faciles à mettre en œuvre.

Les traitements biologiques sont des procédés particulièrement adaptés pour la dégradation de la matière organique. La phytoremédiation consiste en l'utilisation de végétaux comme épurateurs du milieu. La bioremédiation est basée sur la capacité qu'ont certaines bactéries, champignons ou enzymes à consommer la matière organique toxique comme substrat. Elle peut se pratiquer in situ ou ex situ. Dans ce 2^e cas, il existe plusieurs techniques pour accélérer la décomposition : utilisation d'un bio-réacteur, compostage, épandage sur un terrain ou sous une serre. Les traitements biologiques sont écologiques et sont intéressants économiquement mais cependant, ils nécessitent des délais de réalisation pouvant atteindre plusieurs mois.

Les traitements physico-chimiques rassemblent les techniques qui sont basées sur des principes physiques ou chimiques, comme l'adsorption/désorption, l'oxydoréduction ou encore les échanges ioniques. L'objectif recherché est de détruire, transformer ou immobiliser les contaminants. Par exemple, le « traitement acide » utilise des agents chélatants (qui ont la propriété de se fixer aux ions positifs) permettant d'extraire les métaux lourds. Le lessivage quant à lui, consiste à utiliser l'action mécanique de l'eau pour entraîner les substances toxiques physiquement liées aux particules. Il existe aussi la technique dite de flottation, basée sur les différences de densité et le caractère hydrophobe ou hydrophile des surfaces des solides. Ainsi, à l'aide d'additifs chimiques, il est possible de concentrer les contaminants inorganiques et organiques. Enfin, le principe d'oxydoréduction permet également de traiter les sédiments. Après un ajustement du pH et l'ajout d'agents réducteurs (respectivement oxydants), les produits oxydés (respectivement réduits) précipitent et sont extraits ou détruits. La plupart des traitements physico-chimiques sont efficaces mais ils nécessitent des installations importantes, ce qui engendre des coûts élevés.

Nous allons maintenant nous intéresser aux techniques dites d'« inertage ». Cela regroupe l'ensemble des procédés qui consistent à empêcher l'action d'un contaminant sur l'environnement. L'objectif de ce type de traitement n'est pas d'éliminer les polluants mais d'empêcher leur interaction avec le milieu extérieur. Il existe principalement 2 techniques : l'inertage thermique et l'immobilisation.

L'inertage thermique est une technique intéressante car elle permet d'envisager la valorisation des sédiments traités. En fonction de la température de travail, les mécanismes mis en jeu sont différents. Ainsi, les procédés de désorption thermique consistant à évaporer l'eau et volatiliser la matière organique, sont réalisés à une température comprise entre 100°C et 600°C. Les fluides utilisés (gaz et liquides) nécessitent un traitement avant d'être relargués. On pratique également l'incinération à haute température (entre 800°C et 1200°C), ce qui en plus d'évaporer la totalité de l'eau et de détruire la matière organique, permet d'oxyder les métaux lourds. On obtient des graviers dans lesquels les composés métalliques sont immobilisés. Il existe ensuite des procédés de vitrification nécessitant des températures de travail supérieures à 1200°C. Les réorganisations cristallines engendrées par la fusion des sédiments permettent de former de nouvelles structures qui fixent les métaux lourds. Enfin, citons également la pyrolyse : cette technique consiste à décomposer les molécules organiques dans un environnement privé d'oxygène. Les déchets liquides et solides de ces systèmes pouvant contenir des métaux et composés organiques, ils nécessitent d'être traités. Tous ces traitements sont particulièrement efficaces mais ils requièrent de grandes ressources énergétiques, ce qui ne va pas dans le sens des politiques actuelles de développement durable.

L'immobilisation désigne l'ensemble des techniques dont l'objectif est de fixer chimiquement ou physiquement les polluants à l'aide d'un liant. Typiquement, on utilise du ciment ou des pouzzolanes. Ce procédé permet de stabiliser partiellement certains métaux comme le chrome, le plomb, le cadmium, le zinc et d'obtenir un produit ayant de meilleures performances mécaniques que les sédiments bruts. Il existe également des techniques consistant à encapsuler les sédiments dans une matrice solide, l'objectif étant de former une barrière physique entre les polluants et le milieu extérieur. Cela peut être réalisé par injection d'asphalte bitumineux ou par polymérisation par exemple.

Tous les procédés qui ont été décrits ont leurs avantages et leurs inconvénients. Pour chaque situation, il convient donc de mener une pré-étude afin de déterminer quel serait le mieux adapté. Cependant, en dépit des nombreuses techniques existantes, très peu ont pu être transposées au niveau industriel en raison de limitations techniques et économiques [Mulligan & al., 2001]. Ainsi, l'agence de l'eau estime qu'à l'heure actuelle, seulement 3 % des sédiments sont traités [Agence de l'eau (2), 2002]. Une autre raison vient du fait que le traitement des sédiments engendre un surcoût, que doivent prendre en charge les organismes gérant les opérations de dragage (principe du pollueur payeur). Or, comme il a

été vu précédemment, ceux-ci sont déjà confrontés à des difficultés budgétaires pour draguer les quantités théoriquement nécessaires. Ainsi, les maîtres d'ouvrages choisissent préférentiellement de stocker les sédiments même s'ils sont fortement pollués. Cette solution devrait être temporaire mais il existe de nombreux sites de stockage qui ont plusieurs dizaines d'années. Ce passif s'ajoute aux quantités de sédiments draguées annuellement.

Une alternative permettant de remédier à ce problème consiste à trouver des voies de valorisation aux sédiments après leur traitement. En effet, en passant de l'état de « déchet traité » à celui de « matière première secondaire », on crée une forte valeur ajoutée au matériau. Ainsi, certaines entreprises voyant un intérêt dans cette nouvelle source d'approvisionnement pourraient prendre à leur charge le coût du traitement ou acheter le matériau à l'organisme ayant procédé au dragage et au traitement, ce qui permettrait à ce dernier d'en amortir le surcoût. C'est en gardant à l'esprit cette nécessité de valorisation que l'entreprise Solvay a développé Novosol[®], un procédé de traitement des résidus minéraux contaminés que nous allons détailler dans le paragraphe suivant.

5. Le procédé de traitement Novosol[®]

5.1. Présentation générale

L'entreprise Solvay a eu l'idée du procédé qu'elle a développé initialement en partenariat avec l'Université Libre de Bruxelles en 1993. Suite à plusieurs années de recherche et à l'aide de nombreuses collaborations institutionnelles, universitaires et industrielles, le procédé Novosol[®] a vu le jour et a été breveté en 2002 [Solvay, 2002]. A l'heure actuelle, il est totalement opérationnel industriellement, l'accès à la technologie Novosol[®] étant concédé par Solvay via l'octroi d'une licence rétribuée d'exploitation.

Le procédé combine une technique chimique et thermique qui permet d'inertiser les matériaux minéraux contaminés par des métaux lourds et/ou de la matière organique. Il est adapté aussi bien aux sédiments marins ou fluviaux qu'aux cendres volantes (CV), aux boues contaminées, aux sols pollués ou encore aux résidus de broyage automobile (RBA). Dès sa conception, le procédé Novosol[®] a été imaginé dans un esprit de développement durable et de respect de l'environnement. Par exemple, une de ses principales caractéristiques est que la totalité des installations sont mobiles, ce qui évite d'avoir recours au transport des matériaux contaminés, limitant ainsi les émanations des gaz

d'échappement. C'est également dans cette mentalité que Solvay a cherché très tôt à développer des filières de valorisation comme l'incorporation des sédiments traités Novosol[®] (STN) dans les bétons [Boucard, 2006], les mortiers [Agostini F. & al., 2007] ou encore dans les briques cuites [Samara, 2007].

Schématiquement, le procédé se décompose en 2 phases (donc 2 unités de traitement) : la phosphatation et la calcination (Figure 5). Elles sont séparées par une étape de maturation permettant aux réactions chimiques engendrées par la 1^{ère} phase de se finaliser. Nous allons détailler chacune de ces 2 phases.

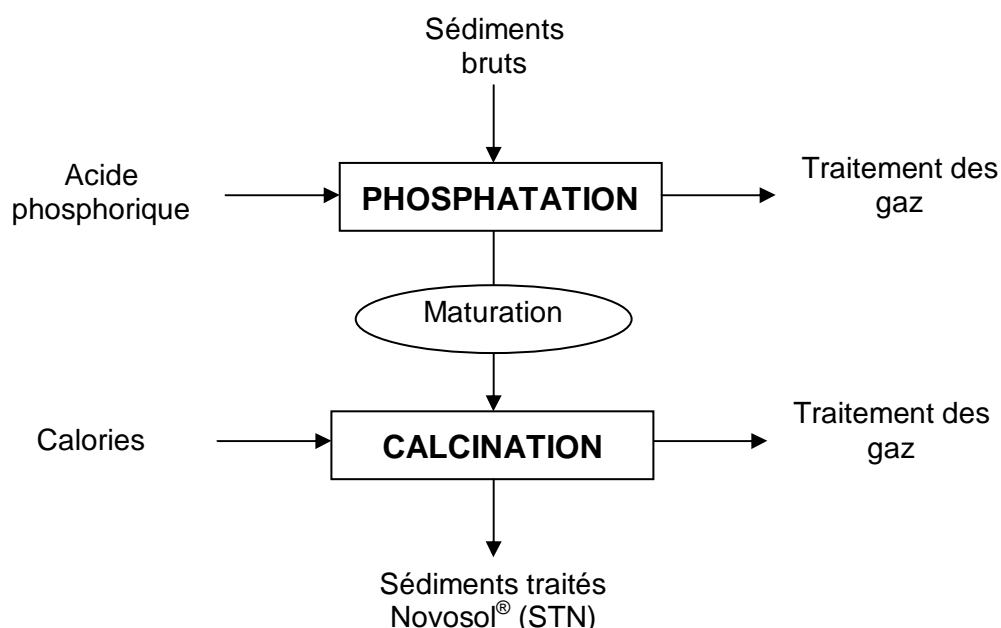


Figure 5 : Schéma de principe du procédé Novosol[®]

5.2. La phosphatation et le séchage (Unité A)

Durant cette première opération, les boues draguées sont mélangées à de l'acide phosphorique H_3PO_4 (2 à 3 % en masse) dans un réacteur tubulaire. L'objectif de cette étape est de stabiliser les métaux lourds (Me) en les piégeant dans des phosphates calciques comme par exemple des hydroxyapatites, dont la formule générale est la suivante : $Ca_{10-y}Me_y(PO_4)_6(OH)_2$. Ce principe d'inertage est connu depuis longtemps et la stabilité chimique et thermique des composés formés a été mise en évidence par plusieurs études [Laperche et al., 1996], [Crannell et al., 2000], [Nzihou & Sharrock, 2002] , [Burnonville et al.,

2004]. Les gaz produits lors de la réaction (essentiellement du CO₂ et de l'H₂S) sont collectés et traités ce qui permet de respecter les normes les plus sévères d'émission gazeuse. Les boues phosphatées sont ensuite disposées dans un andain de séchage où la réaction de phosphatation se poursuit jusqu'à achèvement. Cette technique permet à la fois l'évaporation naturelle et le drainage de l'eau vers le fond du lit. Les eaux récupérées sont ensuite réinjectées en début de procédé. Finalement, la teneur en eau des boues qui est initialement de l'ordre de 50 % tombe à 35-40 % après la maturation. Les différents essais industriels ont montré que la durée idéale de cette étape se situait entre 2 et 3 jours. La capacité de production de l'unité A est de 30 à 40 tonnes de sédiments (à 50% de siccité) par mois.

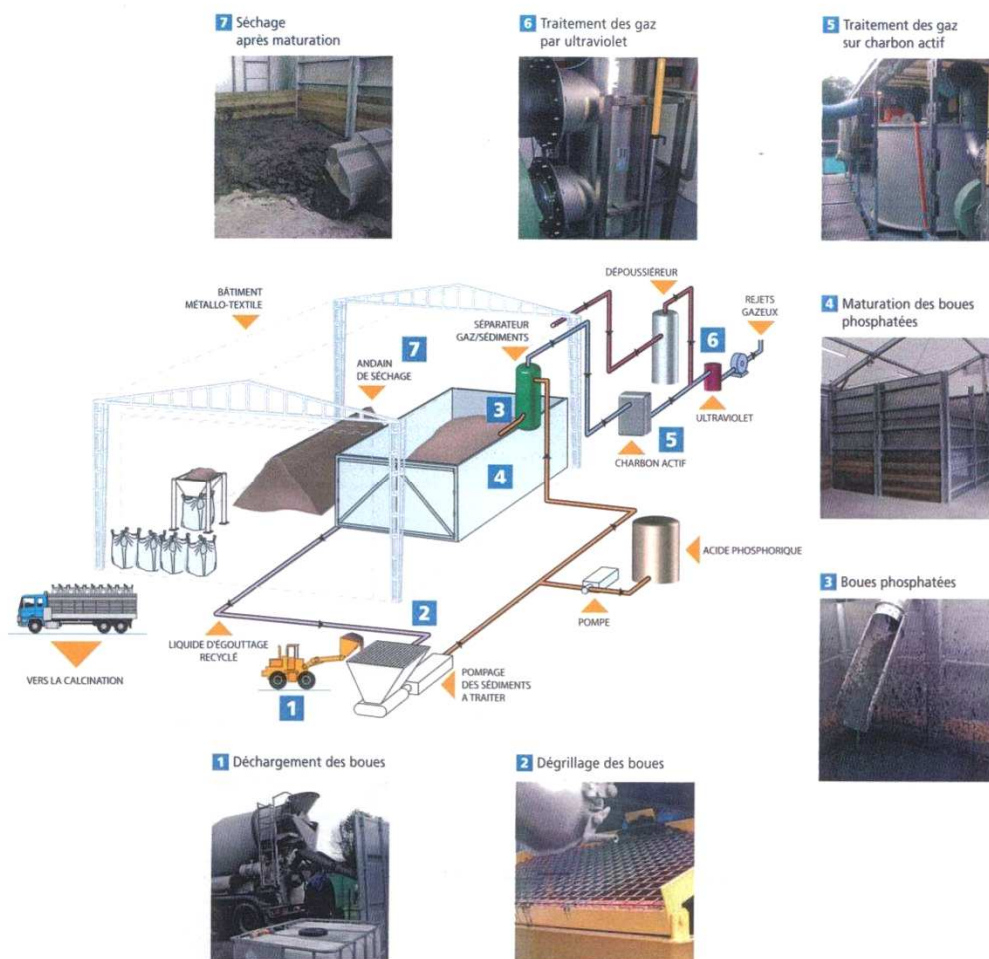


Figure 6 : Procédé Novosol® - Unité A : phosphation et séchage

5.3. La calcination (Unité B)

Après maturation, les sédiments phosphatés sont disposés dans des « big-bags » pour être transportés vers l'unité B. Cette 2^e phase du traitement consiste à calciner les matériaux dans un four rotatif à flux co-courant à une température comprise entre 650 et 800°C (mesurée à la sortie du four) sous atmosphère oxydante. L'objectif de cette étape est de dégrader la matière organique, en particulier les polluants tels que les PCBs, les HAPs et les pesticides. Elle permet également d'évaporer la quasi-totalité de l'eau, de renforcer la stabilité des phosphates formés lors de la première étape. A la sortie du four, un filtre cyclone permet de séparer les particules fines des émanations gazeuses. Ces dernières sont traitées par le procédé Neutrec[®] développé par Solvay avant d'être relâchées dans l'atmosphère. Après traitement, les STN sont conditionnés en « big-bags » de 500 kg et sont directement disponibles pour être valorisés. La capacité de production de cette unité est d'environ 15 tonnes par mois.

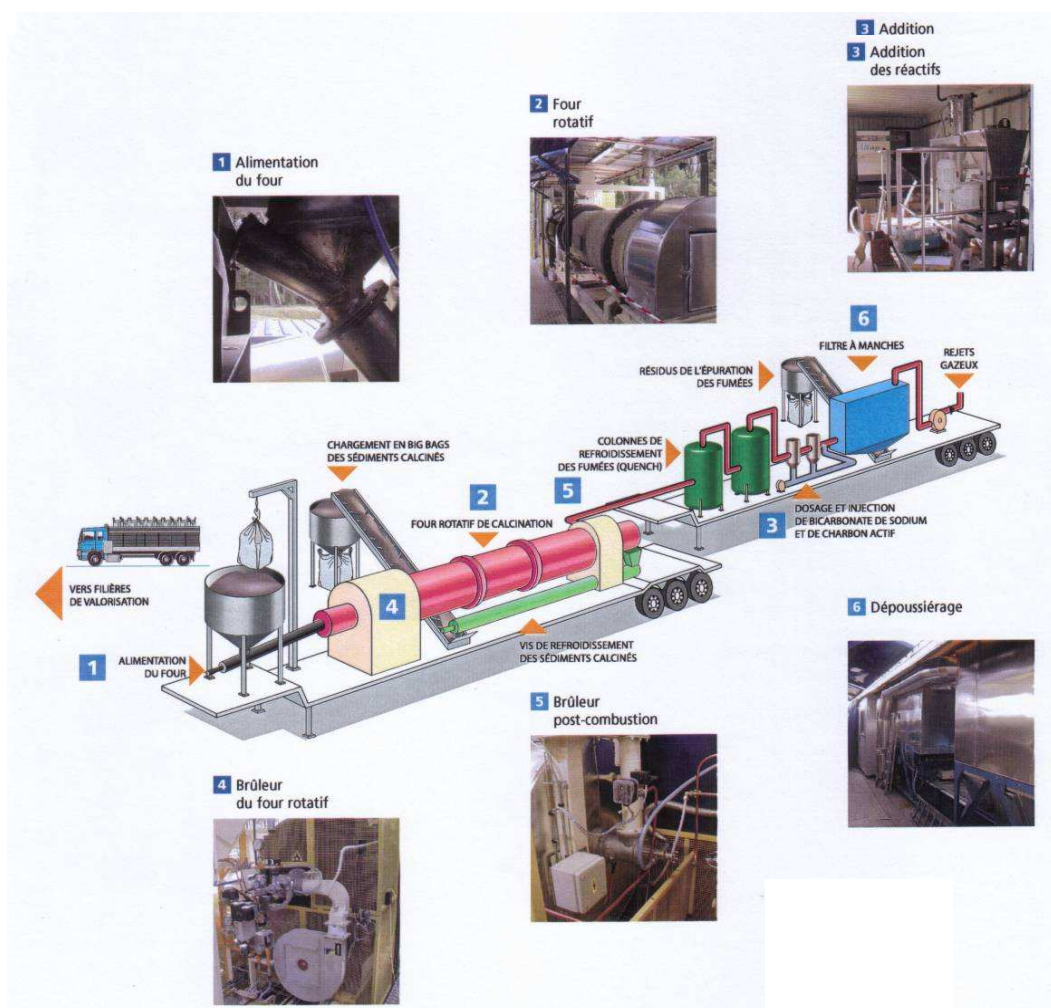


Figure 7 : Procédé Novosol[®] - Unité B : calcination

5.4. Evaluation des performances du procédé Novosol®

Nous avons vu que le procédé Novosol® est novateur sur plusieurs points. Il a la particularité d'allier 2 techniques différentes, la phosphatation et la calcination, ce qui lui confère une grande polyvalence par rapport à la nature de la pollution (organique et/ou métallique). Une attention particulière a été portée au traitement des émissions gazeuses grâce à l'expérience de Solvay dans ce domaine, ce qui garantit tout risque de contamination de l'atmosphère. Enfin, après traitement, les sédiments se présentent sous la forme d'un sable fin potentiellement valorisable dans les matériaux de construction.

L'évaluation de l'efficacité du procédé a été étudiée par le BRGM (Bureau des Recherches Géologiques et Minières) à l'aide de différents essais de lixiviation, normatifs ou non. En particulier, la lixiviation à l'acide acétique CH_3COOH ($c = 0,3 \text{ mol/L}$, $L/S = 20 \text{ L/kg}$) qui est particulièrement agressive, a permis de démontrer la stabilité remarquable de la majorité des métaux dans les STN (Tableau 9). Seules 2 exceptions existent, le chrome et l'arsenic, qui présentent des particularités physico-chimiques ayant pour effet de faciliter leur disponibilité dans les milieux [Piantone et al, 2007].

	Sédiments bruts		Sédiments phosphatés		Sédiments phosphatés et calcinés	
	Composition (mg/kg de matière sèche)	Lixiviation (mg/kg de matière sèche)	Composition (mg/kg de matière sèche)	Lixiviation (mg/kg de matière sèche)	Composition (mg/kg de matière sèche)	Lixiviation (mg/kg de matière sèche)
As	7,82	1,2	6,97	4,7	13	4,7
Cd	11,5	< 0,2	11,5	< 0,2	13	0,23
Cr	131	2,3	129	< 0,2	173	0,48
Hg	0,89	< 0,1	0,86	0,16	0,35	< 0,1
Cu	100	< 0,2	102	< 0,2	163	0,34
Ni	105	18	106	14,9	165	1,45
Pb	680	40	700	< 0,6	981	0,98
Zn	3590	900	3539	212	4290	109,7

Tableau 9 : Exemple de rendement sur la stabilisation d'un sédiment traité Novosol® par un essai de lixiviation à l'acide acétique ($c = 0,3 \text{ mol/L}$ et $L/S = 20 \text{ L/kg}$) [Piantone et al, 2007]

6. La valorisation des STN dans les matériaux routiers

Comme nous l'avons précisé précédemment (paragraphe 5.1), les STN ont déjà fait l'objet de plusieurs études de valorisation : dans les mortiers, les bétons ou encore les briques cuites. La faisabilité de leur utilisation dans les matériaux de construction a ainsi été établie et ces travaux nous ont permis d'accroître nos connaissances sur leurs propriétés et leur comportement. Dans cette partie, nous présentons les raisons qui nous ont amenés à explorer les possibilités de valorisation des STN dans les matériaux routiers ainsi que les objectifs que nous nous sommes fixés.

6.1. Avantages des matériaux routiers

6.1.1. La consommation de granulats en France

En 2003, les besoins en matériaux du BTP se sont élevés à 408 millions de tonnes (MT). Les réserves de granulats sont théoriquement quasiment illimitées, mais beaucoup d'entre elles restent inexploitable pour des raisons diverses : inaccessibilité, gisement intégrées dans des zones urbaines ou dans des sites classés, coûts d'exploitation trop élevés, problème de sensibilité environnementale, etc. [Michel, 2006]

Face à ces contraintes, l'utilisation de matériaux recyclés lorsqu'elle est possible peut être une alternative avantageuse pour le maître d'oeuvre. De plus, cela permet également de répondre aux besoins de certains industriels soucieux de trouver une filière d'élimination de leurs déchets qui s'inscrit dans une démarche de développement durable. Ainsi, la part du recyclage représente aujourd'hui 4 % du volume total des granulats exploités (Figure 8) et elle ne cesse d'augmenter.

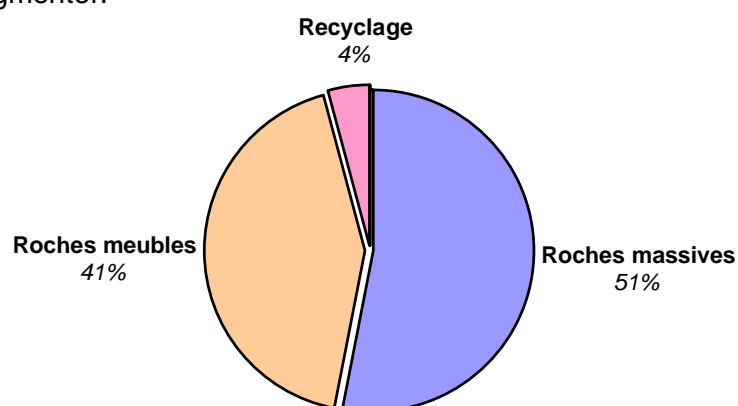


Figure 8 : Répartition de l'origine des granulats en France [Michel, 2006]

Si l'on s'intéresse maintenant à la répartition des besoins en granulats en fonction des différents secteurs d'activité du BTP, on s'aperçoit que le domaine routier se place en première position en consommant près de la moitié de la quantité totale de granulats, soit 200 MT en 2003 (Figure 9).

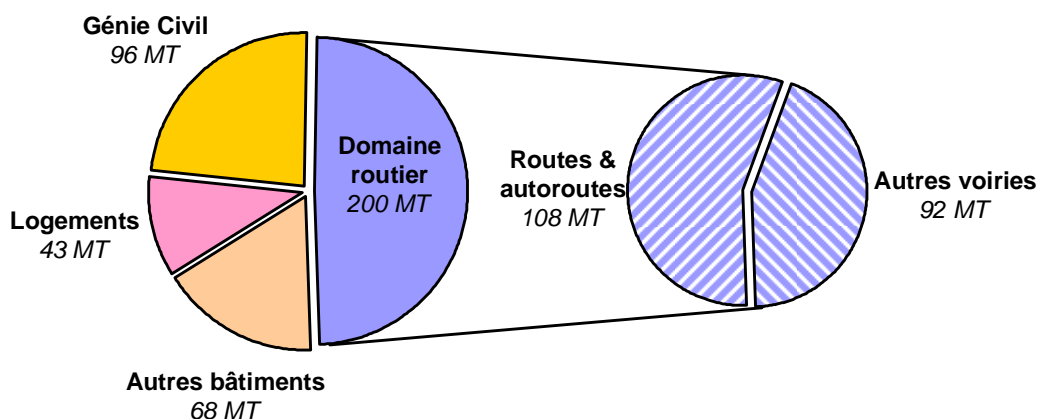


Figure 9 : Répartition de la consommation en granulats dans le BTP en 2003

Les entreprises de construction routière sont les plus gros consommateurs de granulats en France et par conséquent, elles ont le potentiel nécessaire pour absorber les quantités importantes de sédiments générés chaque année.

6.1.2. La diversité des matériaux

Un autre des avantages du domaine routier est que les matériaux qui y sont mis en œuvre sont très diversifiés. Comme nous le détaillerons par la suite, une structure routière comporte généralement 5 couches, traitées ou non avec des liants, pouvant être composées de matériaux de nature différente, aux propriétés parfois éloignées. Mais il est également possible d'envisager d'autres domaines d'application comme les matériaux de VRD ou les remblais techniques. La multiplicité des techniques et des matériaux rencontrés dans le domaine routier est indéniablement un atout pour la valorisation des STN.

6.1.3. La tradition du recyclage et de la valorisation

Confrontées à la nécessité de trouver des granulats en grande quantité et à faible coût, les entreprises routières se sont rapidement intéressées aux matériaux de recyclage. De nombreux sous-produits industriels ou déchets ont trouvé des applications dans les

matériaux routiers, après une éventuelle opération de traitement (dépollution, concassage, criblage, etc.). Par exemple, l'utilisation de laitiers de hauts-fourneaux, de schistes houillers, de cendres volantes ou encore de Mâchefers d'Incinération d'Ordures Ménagères (MIOMs) pour la construction de routes est une pratique courante.

Ainsi, il est possible de bénéficier de ces expériences et des méthodologies développées en laboratoire pour l'étude de la valorisation des STN dans les matériaux routiers.

6.2. Dans quel type de matériau routier peut-on valoriser les STN ?

6.2.1. Description d'une structure routière type

La coupe transversale d'une route fait apparaître en plus du terrassement 4 couches principales (Figure 10).

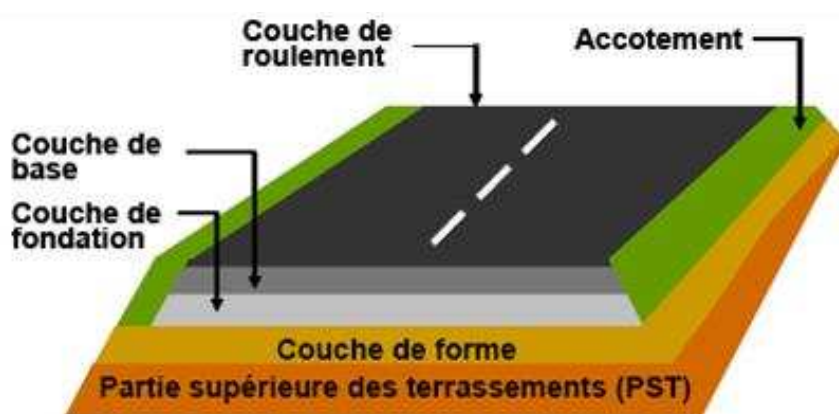


Figure 10 : Coupe transversale d'une structure routière

En remontant de la Partie Supérieure des Terrassements (PST), on distingue la couche de forme, les couches de fondation et de base qui forment l'assise de la chaussée et la couche de roulement. De façon générale, plus on s'éloigne de la PST et plus les performances mécaniques requises sont importantes. Par conséquent, les matériaux, les liants utilisés, les techniques et les modalités du compactage sont propres à chaque couche.

6.2.2. Rôle des différentes couches

La couche de forme est une structure qui sert à adapter les caractéristiques aléatoires et dispersées des matériaux de remblai aux caractéristiques mécaniques, géométriques et thermiques requises pour optimiser les couches de chaussée. Elle facilite la traficabilité du chantier, protège l'arase du terrassement en évitant qu'elle subisse des modifications physiques, qu'il s'agisse de sa géométrie ou de sa portance. Ses performances mécaniques facilitent la mise en oeuvre des couches d'assise et leur compactage tout en permettant un dimensionnement plus précis. A long terme, la couche de forme permet d'élever et d'homogénéiser la portance de la PST. Lorsque c'est possible, elle est constituée des matériaux en place après un traitement à la chaux ou au liant hydraulique. Cependant, il peut arriver que les propriétés du sol ne soient pas adaptés et on a alors recourt à des matériaux d'apport.

Les couches de l'assise (fondation et base) ont un rôle structural beaucoup plus important. Elles doivent reprendre les efforts verticaux statiques en permettant la distribution de ces charges sur le sol. Les performances mécaniques requises sont donc plus importantes que pour une couche de forme, ce qui se traduit notamment par une différence dans l'énergie de compactage nécessaire pour leur mise en oeuvre. Elles sont généralement constituées par une grave traitée ou non.

Enfin, la couche de roulement a pour fonction principale de supporter les efforts superficiels dynamiques dus au trafic et surtout les efforts horizontaux. Les matériaux utilisés doivent présenter de bonnes performances mécaniques, notamment en ce qui concerne leur usure et leur fragmentabilité. Le liant utilisé peut être bitumineux ou non, en fonction du type de chaussée (souple ou rigide).

6.2.3. Objectif de valorisation des STN

Le type de matériau dans lequel nous avons choisi de valoriser les STN a été conditionné par 2 objectifs principaux : diversifier les applications possibles et trouver des filières permettant d'absorber de grandes quantités de STN. Cette seconde condition exclue à priori leur valorisation dans la couche de roulement où ils ne pourraient être utilisés qu'en filler, donc en faible proportion.

En ce qui concerne les couches d'assise, un projet appelé Démoroute, mené par Solvay, Eurovia et le LCPC a montré qu'il était possible de formuler une grave traitée comportant

jusqu'à 40 % de STN associés à un sable calcaire 0/6. Cela a abouti en décembre 2005 à la fabrication dans une usine Solvay à Dombasle d'une planche d'essai comportant une assise constituée de 30 % de STN (Figure 11). Elle a été équipée d'un système de collecte et de récupération des eaux de percolation afin d'analyser le relargage en métaux lourds.

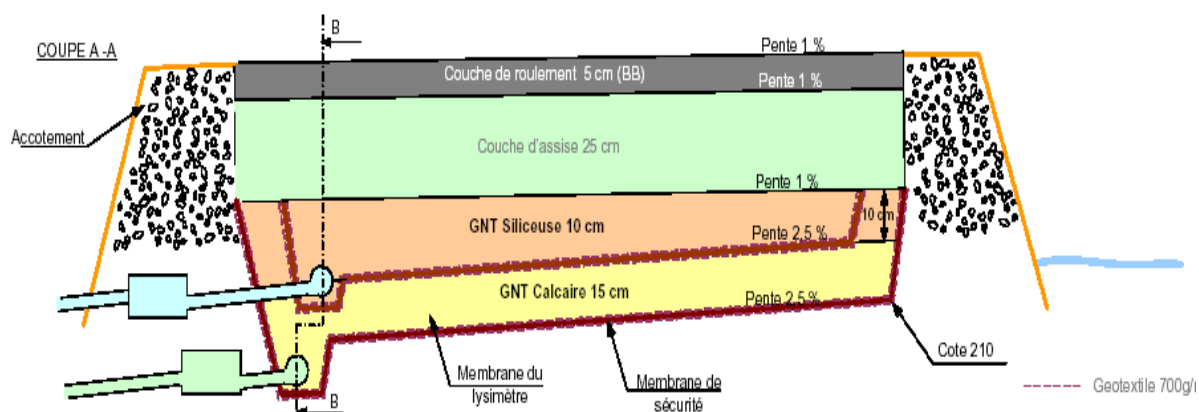


Figure 11 : Vue en coupe de la planche expérimentale réalisée à Dombasle

La couche de roulement étant écartée et les couches d'assise ayant déjà été étudiées, nous nous sommes fixés comme objectif de valoriser les STN dans une couche de forme. Ce choix a conditionné la méthodologie de notre travail et les essais mis en œuvres, que ce soit pour la caractérisation géotechnique (Partie II) ou pour l'étude expérimentale de formulation (Partie III).

Enfin, dans le but d'élargir le champ des applications possibles, nous avons également étudié la valorisation des STN dans les matériaux de remblayage de tranchée autocompactant en collaboration avec Eurovia (Partie IV).

7. Conclusion

On estime qu'en France, près de 6 millions de m³/an de sédiments nécessitent d'être extraits des cours d'eau, canaux et plans d'eau, principalement pour des raisons d'entretien et de maintien de la navigabilité. Les opérations de dragage génèrent près de 3 millions de m³/an de boues potentiellement polluées par des métaux lourds (Pb, Hg, Zn, etc.) et des molécules organiques (PCBs, HAPs, etc.), principalement d'origine anthropique. Les filières d'élimination telles que la valorisation, l'épandage ou le régalage permettent d'évacuer une

partie importante des sédiments mais elles ne sont pas toujours possibles en raison des risques liés à leur toxicité. Quant au stockage ou la mise en décharge, ils engendrent un coût foncier important sans apporter de véritable solution à long terme. Afin de remédier aux problèmes liés à la toxicité des sédiments, de nombreux procédés de traitement ont vu le jour mais peu d'entre eux ont atteint l'échelle industrielle pour des raisons économiques ou technologiques. D'autre part, le coût engendré par un traitement rebute les organismes chargés de la gestion des dragages. Ainsi, faute de budgets suffisants, seuls 3 % des volumes dragués sont traités. Enfin, même si un traitement peut résoudre les problèmes de pollution des sédiments, il n'apporte pas de solution quant à leur élimination.

C'est dans ce contexte que la société Solvay a développé industriellement le procédé d'inertage Novosol[®]. Il permet de traiter efficacement les boues de curages pour un coût avoisinant les 75€/t et permet d'envisager par la suite leur valorisation dans les matériaux de construction. Depuis que notre laboratoire est associé au projet, plusieurs voies ont été explorées afin d'incorporer les sédiments traités Novosol[®] (STN) dans les bétons, les mortiers et dans la brique cuite. L'objectif de ce travail de thèse est d'étudier les possibilités de valorisation des STN dans les matériaux routiers. Cette filière est particulièrement intéressante pour plusieurs raisons. Tout d'abord, les entreprises routières ont déjà une grande expérience dans le recyclage de matériaux (cendres volantes, MIOMs, laitiers, schistes, etc.). Ensuite, étant le plus gros consommateur de granulats en France (200 millions t/an), ce secteur d'activité a la capacité d'absorber d'importants volumes de sédiments. Plus particulièrement, nous avons choisi d'étudier les possibilités de valorisation des STN en couche de forme et en remblai autocompactant.

Mais avant d'aborder ces études expérimentales, nous allons présenter dans la partie suivante les différents essais de caractérisation physico-chimique et géotechnique qui nous ont permis d'appréhender le travail de valorisation.

Liste des tableaux et figures

Tableau 1 : Classes granulométriques d'un matériau.....	9
Tableau 2 : Métaux lourds présents dans les sédiments fluviaux	13
Tableau 3 : Curages d'entretien recensés entre 1990 et 2000	14
Tableau 4 : Données générales par type d'hydrosystème.....	15
Tableau 5 : Valeurs de référence des teneurs en métaux lourds utilisées par le port autonome de Rouen.....	17
Tableau 6 : Teneurs limites en métaux lourds dans les boues et les sols pour l'épandage.....	21
Tableau 7 : Valeurs limites en matière de lixiviation à l'eau des métaux lourds pour l'admission des déchets dans les décharges	19
Tableau 8 : Valeurs limites pour le contenu total de paramètres organiques pour l'admission des déchets dans les décharges.....	19
Tableau 9 : Exemple de rendement sur la stabilisation d'un sédiment traité Novosol® par un essai de lixiviation à l'acide acétique	28

Figure 1 : Inondation due à l'envasement du lit d'un cours d'eau	7
Figure 2 : Diagramme triangulaire utilisé pour les sols fins	10
Figure 3 : Comportement des polluants rejetés dans les cours d'eau	11
Figure 4 : Stockage et régalinge des sédiments fluviaux	20
Figure 5 : Schéma de principe du procédé Novosol®	25
Figure 6 : Procédé Novosol®- Unité A : phosphation et séchage.....	26
Figure 7 : Procédé Novosol® - Unité B : calcination	27
Figure 8 : Répartition de l'origine des granulats en France	30
Figure 9 : Répartition de la consommation en granulats dans le BTP en 2003	30
Figure 10 : Coupe transversale d'une structure routière	31
Figure 11 : Vue en coupe de la planche expérimentale réalisée à Dombasle	33

Bibliographie

- Agence de l'eau (1). Méthode de gestion et de réutilisation des sédiments pollués - Inventaire détaillé des techniques de curage, transport, traitement et usage des sédiments. [en ligne], 2002, 126 p. Disponible sur : <<http://www.eau-artoispicardie.fr/>>
- Agence de l'eau (2). Historique national des opérations de curage et perspectives - Rapport de synthèse. [en ligne], 2002, 17 p. Disponible sur : <<http://www.eau-artoispicardie.fr/>>
- AGOSTINI F., SKOCZYLAS F., LAFHAJ Z. About a possible valorisation in cementitious materials of polluted sediments after treatment. *Cement & Concrete Composites*, 2007, vol. 29, pp. 270-278.
- AGOSTINI R., PAVAGEAU P., VERLEY F. Curage et devenir des boues, approche réglementaire. [en ligne], 2001, 66 p. Disponible sur : <<http://www.eau-artoispicardie.fr/>>
- BERTREAU I., MARTIN S., VASSILIADIS A. Le curage des cours d'eau lorsque les sédiments contiennent des éléments-traces toxiques. *Le courrier de l'environnement de l'INRA*, 1993, vol. 20, pp. 27-35.
- BONNET C. Développement de bio-essais sur sédiments et applications de l'étude, en laboratoire, de la toxicité de sédiments dulçaquicoles contaminés. Thèse de l'Université de Metz, 2000, 326 p.
- BORTONE G., AREVALO E., DEIBEL I., DETZNER H. D., DE PROPRIIS L., ELSKENS F., IORDANO A., HAKSTEGE P., HAMER K., HARMSSEN J., HAUGE A., PALUMBO L., VAN VEEN J. Sediment and Dredged Material Treatment - Synthesis of the SedNet Work Package 4 Outcomes, *Journal of Soil & Sediments*, 2004, vol. 4, pp. 225-232.
- BOUCARD L. Valorisation de sédiments fluviaux stabilisés. Thèse de l'Université de Lille, 2006, 206 p.
- BOUCARD L., LEGROS J. Techniques d'inertage et traitement des sédiments. Rapport de Maîtrise de Génie Civil, Université de Lille & Ecole Centrale de Lille, 2000, 91 p.
- BOURNONVILLE B., NZIHOU A., SHARROCK P., DEPELSENAIRE G. Stabilisation of heavy metal containing dusts by reaction with phosphoric acid : study of the reactivity of fly ash. *Journal of Hazardous Materials*, 2004, B116, pp. 65-74.
- CALMANO W., FORSTNER U. *Sediments and toxic substances*. Springer Verlag, Berlin, 1996, 335 p.

- CHAPMAN P.M., WANG F., JANSEEN C., PERSOONE G., ALLEN H.E. Ecotoxicology of metals in aquatic sediments : binding and release, bioavailability, risk assessment and remediation. Canadian Journal of Fisheries and Aquatic Sciences, 1998, vol. 55, pp. 2221-2243.
- CRANNELL B.S., EIGHMY T.T., KRZANOWSKI J.E., EUSDEN JR. J.D., SHAW E.L., FRANCIS C.A. Heavy metal stabilization in municipal solid waste combustion bottom ash using soluble phosphate, 2000, Waste Management, vol. 20, pp. 135-148.
- DUBOIS V. Etude du comportement physico-mécanique et caractérisation environnementale des sédiments marins – Valorisation en technique routière. Thèse de l'Université d'Artois, 2006, 190 p.
- FOUCAULT A., RAOULT J.F. Dictionnaire de géologie. Editions Masson, Paris, 1980. ISBN 2-225-654661-1.
- HAMER K., KARIUS V. Brick production with dredged harbour sediments. An industrial-scale experiment. Waste Management , 2002, vol. 22, pp. 521–530.
- KRIBI S. Décomposition des matières organiques et stabilisation des métaux lourds dans les sédiments de dragage. Thèse de l'Université de Lyon, 2005, 220 p.
- LAFHAJ Z., SALICETO A., COHEN SOLAL L., COUDRAY Y., HUYNH TRUNG T., LE GUEN B., ANGUONI F. The use of the Novosol process for the treatment of polluted marine sediment. Journal of Hazardous Materials, 2007, vol. 148, pp. 606-612.
- LAPERCHE V., TRAINA S.J., GADAM P., LOGAN T.J. Chemical and Mineralogical Characterizations of Pb in a Contaminated Soil : reactions with Synthetic Apatite. Environmental Science and Technology, 1996, vol. 30, pp. 3321-3326.
- LEGIFRANCE (1). Article L 541-1 : Livre V : Prévention des pollutions, des risques et des nuisances. Titre IV : Déchets. Chapitre 1er : Elimination des déchets et récupération des matériaux. Section 1 : Dispositions générales. [en ligne], 2003. Disponible sur <<http://www.legifrance.gouv.fr/>>
- LEGIFRANCE (2). Décret n°2002-540 du 18 avril 2002 relatif à la classification des déchets. [en ligne], J.O n° 93 du 20 avril 2002 page 7074 texte n° 41. Disponible sur <<http://www.legifrance.gouv.fr/>>
- LEGIFRANCE (3). Arrêté du 14 juin 2000 relatif aux niveaux de référence à prendre en compte lors d'une analyse de sédiments marins ou estuariens présents en milieu naturel ou portuaire. [en ligne], J.O n° 184 du 10 août 2000 page 12415 texte n° 24. Disponible sur <<http://www.legifrance.gouv.fr/>>
- LEGIFRANCE (4). Arrêté fixant les prescriptions techniques applicables aux épandages de boues sur les sols agricoles pris en application du décret n° 97-1133 du 8 décembre 1997 relatif à l'épandage des boues issues du traitement des eaux usées. [en ligne], J.O n° 26 du 31 janvier 1998 page 1563 texte n° 43. Disponible sur <<http://www.legifrance.gouv.fr/>>
- LEGIFRANCE (5). Décision du Conseil du 19 décembre 2002 établissant des critères et des procédures d'admission des déchets dans les décharges, conformément à l'article 16

- et à l'annexe II de la directive 1999/31/CE. [en ligne], J.O des Communautés Européennes du 16 janvier 2003, L 11, pp. 27-49. Disponible sur <<http://www.legifrance.gouv.fr/>>
- L'YAVANC J., ALZIEU C., MAUVAIS J.L. Les dragages sur le littoral français. Dans : Dragage et environnement marin : état des connaissances. Editions Ifremer, Plouzané, 1999, 223 p. ISBN 2-84433-014-2.
- MICHEL F. Les granulats. Union des Producteurs de Granulats, 2006, 17 p.
- MAROT F. Caractérisation et traitement de sédiments de dragage contenant des polluants métalliques. Thèse de l'Université du Havre, 1997, 330 p.
- NZIHOU A., SHARROCK P. Calcium phosphate stabilization of fly ash with chloride extraction. Waste Management, 2002, vol. 22, pp. 235-239.
- MARCHANDISE P., ROBBE D. Qualité des eaux superficielles : l'eau, les matières en suspension, les sédiments. Bulletin de Liaison du Laboratoire des Ponts et Chaussées, 1978, vol. 96, pp. 49-59.
- MULLIGAN N.C., YONG R.N., GIBBS B.F. An evaluation of technologies for the heavy metal remediation of dredged sediments. Journal of Hazardous Materials, 2001, vol. 85, pp. 145-163.
- NADEAU I. Les boues de curage : des déchets trop longtemps négligés. L'environnement Magazine – Entreprises & Techniques, 1996, numéro 1546, pp. 32-34.
- PIANTONE P., BODENAN F., LASSIN A., LEGENDRE O., PERRIN P. Evaluation environnementale de sédiments stabilisés par phosphatation. Environnement & Technique, 2007, vol. 271, pp. 41-48.
- SAMARA M. Valorisation des sédiments fluviaux pollués après inertage dans la brique cuite. Thèse de l'Université des Sciences et Technologies de Lille, 2007, 151 p.
- SHNEIDER G. Le curage des sédiments des cours d'eau. Le courrier de l'environnement de l'INRA, 2001, vol. 43, pp. 146-147.
- SOLVAY. Procédé d'inertage des boues. Publication EP1341728, Patent correspondant : FR2815338 (17/10/2000), 2002.
- ULBRICHT J.P. Contaminated sediments : raw material for bricks. Proceedings of the European conference on dredged sludge remediation, Stichting Klasse 4, Rotterdam, 2002.
-

Chapitre 2

Caractérisation des sédiments traités

1. Introduction

Le traitement chimique et thermique du procédé Novosol[®] modifie radicalement les propriétés des sédiments. Afin d'appréhender au mieux le travail de recherche de valorisation, il a été nécessaire de les caractériser d'un point de vue physique, chimique et géotechnique. Cette étude préalable a donc pour objectif de mettre en avant les principales caractéristiques des STN et de définir les paramètres de leur mise en œuvre. En outre, il est important de préciser que la totalité des sédiments utilisés pour ce travail de thèse proviennent du même canal et possèdent donc des propriétés qui leur sont propres. Par conséquent, il est probable que pour des sédiments ayant une origine différente, certaines de nos observations ne soient pas directement transposables.

Environ 500 kg de STN ont été nécessaires pour mener à bien l'ensemble des travaux de caractérisation et valorisation. Ils ont été prélevés à Dampremy en Belgique dans le canal reliant Charleroi à Bruxelles (Figure 1). Ils ont été traités sur l'unité pilote alors installée à Dampremy en avril-mai 2005. La région de Charleroi et plus généralement l'ensemble de la Wallonie a connu au XIXe siècle une des plus importantes révolutions industrielles au monde, principalement liée à l'exploitation du charbon et à l'industrie métallurgique. Ce passé a eu de lourdes conséquences écologiques dont on retrouve les traces dans les sols, les cours d'eau et par conséquent les sédiments qui révèlent des teneurs importantes en métaux lourds. La région Nord Pas-De-Calais a également connu une forte activité métallurgique au XIXe siècle et d'après l'inventaire des sites et sols pollués, c'est une des régions les plus touchées par la pollution en France, comptant à elle seule 513 sites sur les 3 789 recensés sur le territoire national.

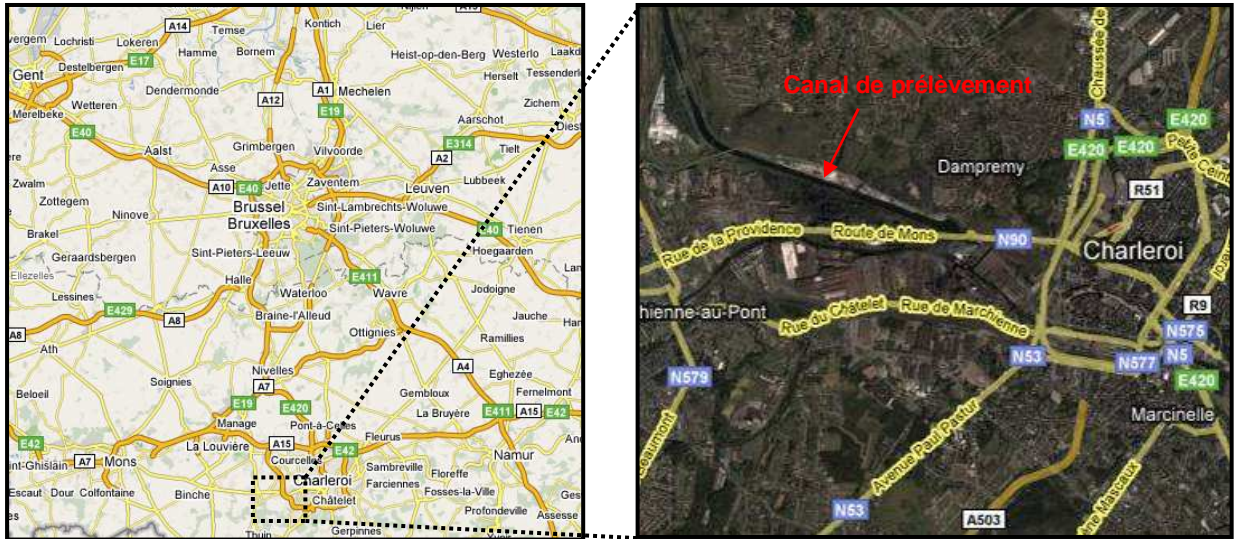


Figure 1 : Lieu de prélèvement des sédiments fluviaux

Après une description globale des STN à différentes échelles d'observation, nous détaillerons dans cette partie leurs principales propriétés physico-chimiques. Puis, nous étudierons les paramètres géotechniques des STN en nous appuyant sur les méthodes décrites dans le Guide de Traitement des Sols [GTS, 2000]. Cette méthodologie utilisée dans les laboratoires routiers français permet notamment d'aboutir à la classification du matériau dans le Guide Technique de Réalisation des Remblais et Couches de Forme [GTR, 2000]. Enfin, nous nous intéresserons à l'étude de la pouzzolanité des STN, propriété que nous avons mis en évidence à travers différents essais et qui a eu une incidence directe sur l'étude de formulation présentée en 3^e partie.

2. Observations des STN

2.1. Observations macroscopiques et binoculaires

Après avoir été traités par le procédé Novosol[®], les STN se présentent sous l'aspect d'un matériau pulvérulent de couleur brun-orangé (Figure 2). Ils contiennent également des particules dont la taille peut atteindre plusieurs centimètres et qui sont très friables. Ces agglomérats sont formés lors de l'étape de calcination qui engendre un début de frittage thermique. Cependant, la température de cuisson n'est pas suffisamment élevée pour conférer une forte cohésion aux agglomérats. Une étude antérieure portant sur la valorisation des STN dans les bétons avait montré que la friabilité des STN était un frein à leur utilisation dans les matériaux à matrice cimentaire [Boucard, 2006]. Pour remédier à ce

problème, nous avons concassé la totalité des STN qui ont été utilisés pour ces travaux de thèse en une fraction inférieure à 2 mm, à l'aide d'un concasseur à marteaux.

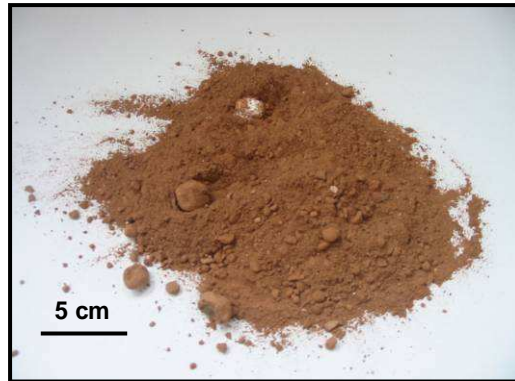


Figure 2 : Observation macroscopique des STN

Après tamisage, lavage à l'eau et séchage en étuve à 105°C, nous avons observé les STN à la loupe binoculaire en fonction de leur classe granulométrique (Figure 3). Certains éléments ont ainsi pu être identifiés : de la calcite (couleur blanche, aspect mat, surface rugueuse), du quartz (particules lisses et arrondies, couleur blanche, partiellement translucide) et des scories (grains noirs et réfléchissants, forme très irrégulière, rugosité très marquée). Il ressort également de ces observations que malgré le concassage, une certaine proportion des particules reste agglomérée. D'autre part, le lavage ne permet pas d'éliminer la totalité des fines que l'on retrouve à la surface des grosses particules (coloration orangée des grains).

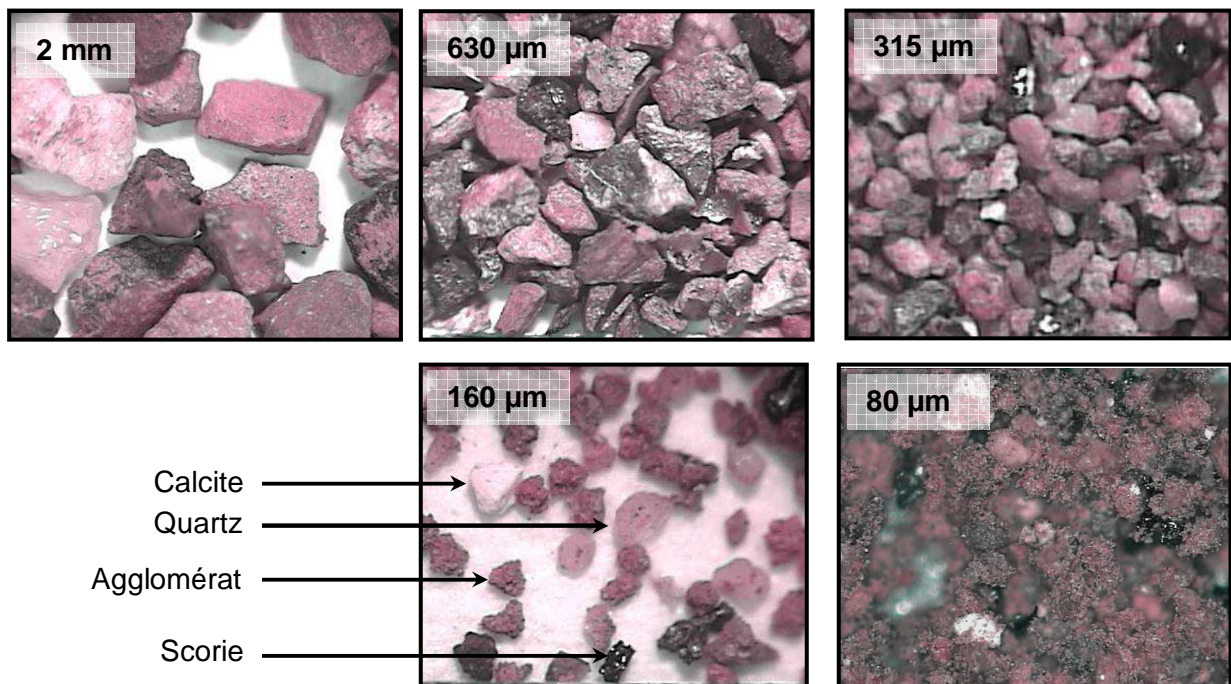


Figure 3 : Observation binoculaire des STN en fonction de leur classe granulométrique

2.2. Observations au Microscope Electronique à Balayage

L'observation au Microscope Electronique à Balayage (MEB) a permis de confirmer la présence d'agglomérats composés de particules plus fines. Elle a également mis en évidence une proportion importante de particules de taille micrométrique dont la morphologie n'est pas définie (Figure 4).

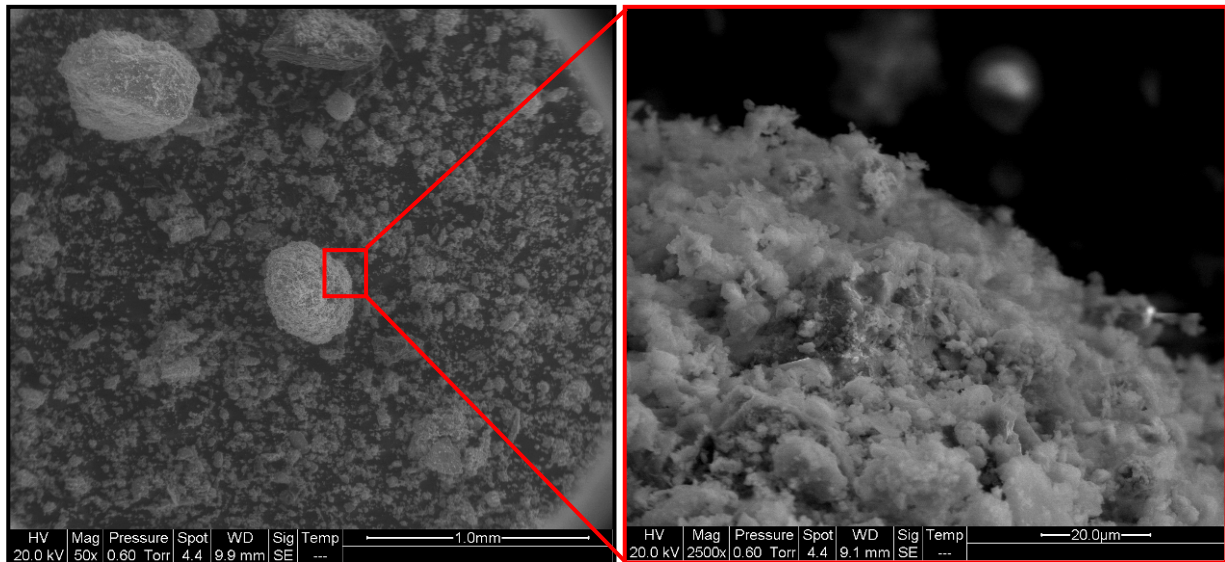


Figure 4 : Détail d'un agglomérat de particules observé au MEB

3. Caractérisation physico-chimique des STN

3.1. Composition chimique et minéralogique

3.1.1. Chimie totale

La composition chimique des STN a été déterminée par le Laboratoire des Matériaux et de Durabilité des Constructions (LMDC) de Toulouse par spectrométrie atomique ICP - AES.

SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	CaO	Na ₂ O ₅	K ₂ O	P ₂ O ₃	SO ₃	PF
54,33 %	8,22 %	14,27 %	1,72 %	10,89 %	0,68 %	1,49 %	3,49 %	0,80 %	3,68 %

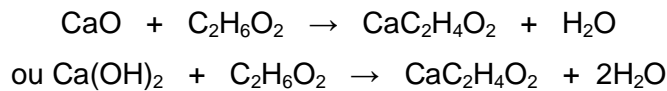
Tableau 1 : Composition chimique des STN [Nguyen, 2008]

Elle révèle une teneur en phosphates relativement élevée, conséquence de la première phase du traitement Novosol[®]. Il a été montré que les composés phosphatés présents dans les STN sont dominés par des phosphates de calcium et de fer type « acides » : monétite

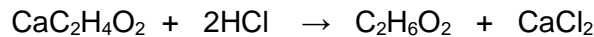
[CaHPO₄] (ou brushite [CaHPO₄•2H₂O], forme hydratée de la monétite), whitlockite [Ca₉(Mg,Fe²⁺)(PO₄)₆(PO₃OH)], strengite [Fe³⁺PO₄•2H₂O] et métavivianite [(Fe²⁺_{3-x},Fe³⁺_x)(PO₄)₂(OH)_x•(8-x)H₂O, x = 0,5] [Piantone et al., 2007]. Les solubilités dans l'eau de ces composés sont très faibles ce qui garantit la stabilité de la fixation des métaux.

3.1.2. Teneur en chaux libre

La teneur en chaux libre CaO_L d'un matériau est le pourcentage massique cumulé de la chaux vive CaO et la chaux éteinte Ca(OH)₂ qu'il contient. Elle a été déterminée par le service caractérisation chimique de la société Holcim, selon la méthode Schlapfer-Bukowsky, utilisée pour le dosage de la chaux dans les ciments [MacPherson & Forbrich, 1937]. Le protocole consiste à mettre 1 g de matériau en solution dans de l'éthylène-glycol C₂H₆O₂. En réagissant avec la chaux libre, il se forme du glycolate de calcium soluble CaC₂H₄O₂ :



On procède au titrage du glycolate de calcium avec de l'acide chlorhydrique HCl à une concentration de 0,1 mol/L en présence d'un indicateur coloré. La réaction est la suivante :



Si on note V_{éq} (en mL) le volume d'acide chlorhydrique introduit à l'équivalence (changement de couleur de l'indicateur), la teneur en chaux libre du matériau est déduite de la relation suivante :

$$\text{CaO}_L (\%) = 0,28 \times V_{\text{éq}} \times 0,1$$

La teneur en chaux libre des STN évaluée selon cette méthode est de 0,52 % (erreur de reproductibilité de 0,14 % ; erreur de répétitivité 0,07 %). Elle est exprimée en pourcentage équivalent de chaux vive. Si on suppose que la totalité de la chaux est hydratée, ce qui est probablement le cas étant donné que les STN sont conservés au contact de l'air, la teneur massique en chaux est alors de à 0,69 %.

Cette chaux libre se forme probablement lors de l'étape de calcination du procédé Novosol®. En effet, la température moyenne dans le four tournant est comprise entre 650°C et 800°C mais d'après Solvay, elle peut atteindre localement 900°C, température à laquelle la calcite CaCO₃ se décompose pour former de la chaux vive CaO et du dioxyde de carbone CO₂.

3.1.3. Analyse DRX

Nous avons effectué des analyses DRX au Laboratoire des Processus et Bilans Sédimentaires (LPBS) de l'Université de Lille 1. L'appareillage utilisé comprend un diffractomètre (Philips PW 1729) muni d'une anticathode en cuivre et une baie de mesure (Philips PW 1710) pilotée via un ordinateur par le logiciel PC-APD. Cette installation permet de déterminer la cristallographie d'une roche totale et de sa fraction argileuse ($\leq 2 \mu\text{m}$) sur lame mince orientée.

La mesure sur un échantillon total a mis en évidence la prédominance du quartz dans les STN. Ils contiennent également de l'hématite ainsi que du mica. Enfin, des traces de feldspath et de calcite ont été détectées (Figure 5).

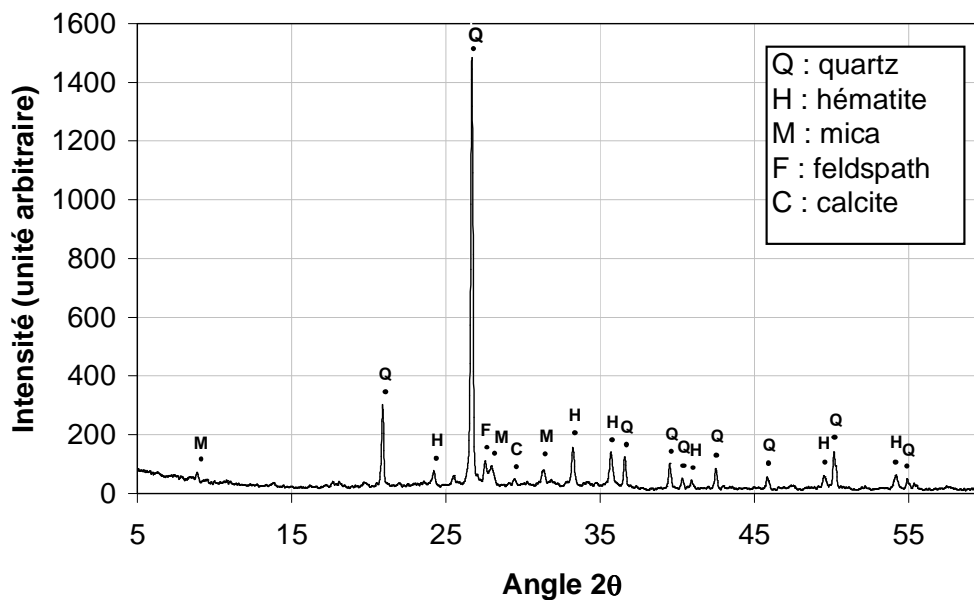


Figure 5 : Diffractogramme d'un échantillon total de STN

Le quartz est le minéral le plus répandu dans la lithosphère. Sa présence marquée dans les STN n'est donc pas étonnante. De même, l'hématite est un composé très couramment rencontré à la surface de la terre, notamment dans les scories. Le feldspath est un constituant essentiel des roches magmatiques et métamorphiques. C'est un aluminosilicate de potassium, de sodium ou de calcium. Le mica est un silicate d'aluminium et de potassium, également abondant dans les roches magmatiques et métamorphiques. Quand à la calcite, elle provient de l'érosion de roches calcaires.

La détermination de la composition minéralogique de la fraction argileuse des STN a nécessité une préparation particulière (broyage, décarbonatation, défloculation, extraction de

la fraction $\leq 2 \mu\text{m}$, centrifugation, orientation sur lame de verre). Pour mettre en évidence la présence de certains minéraux, 3 échantillons ont été analysés : naturel après chauffage à 105°C , après saturation sous vapeur d'éthylène-glycol (détection d'argiles gonflantes) et après chauffage à 490°C pendant 2h (détection de la kaolinite).

Le diffractogramme de la fraction fine des STN présente un bruit de fond important dû à la présence d'oxydes de fer en forte quantité (Figure 6). Du quartz et de l'illite ont été détectés mais il n'a pas été possible de les quantifier.

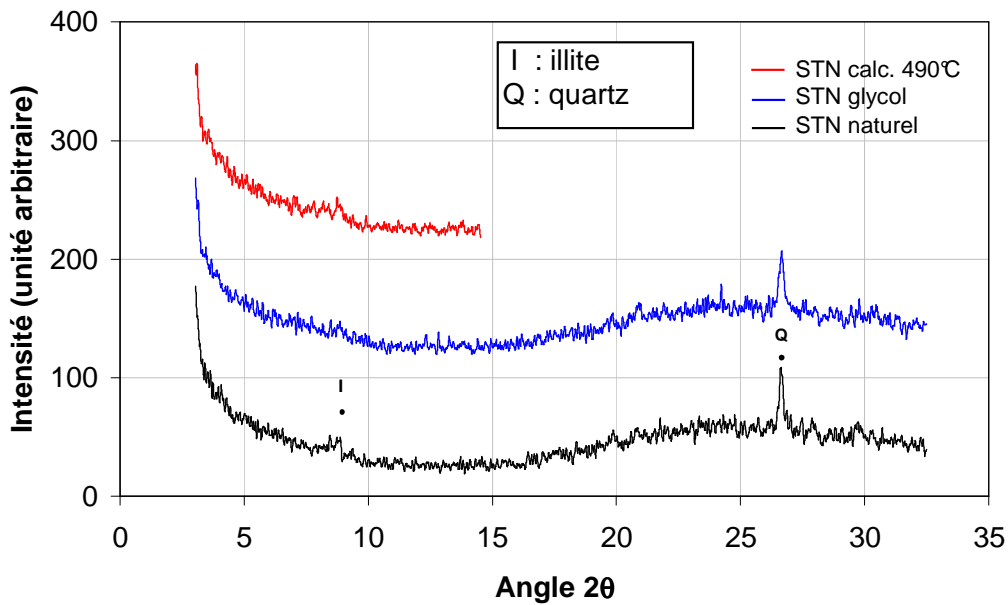


Figure 6 : Diffractogramme de la fraction argileuse des STN

3.2. Caractérisation environnementale

Comme il a été précisé dans le paragraphe 4.3.1 de la première partie, le statut des sédiments de dragage est mal défini d'un point de vue législatif. En particulier, il n'existe aucun seuil de teneur ou de relargage en polluant qui autorise ou non leur valorisation. Le problème concerne essentiellement les métaux lourds puisque la matière organique est totalement éliminée lors de la seconde étape du procédé Novosol[®]. Le seul document existant et qui par défaut fait office de référence pour la valorisation des sous-produits industriels dans les matériaux routiers est une circulaire concernant les mâchefers d'incinération des ordures ménagères [DPPR/SEI/BPSEID, 1994]. Elle est basée sur l'essai de lixiviation à l'eau décrit dans la norme NF X31-210. Trois catégories sont définies en fonction des quantités de métaux lourds relarguées : la catégorie « S » pour le stockage, la catégorie « M » pour la maturation et la catégorie « V » pour la valorisation.

Nous avons réalisé l'essai de lixiviation sur un échantillon de 100 g de STN mis en contact avec 1 litre d'eau déminéralisée (rapport L/S = 10 l/kg). L'ensemble a subi une agitation constante de 60 cycles/minute pendant 24h. Au terme de cette opération, nous avons séparé le lixiviat de la phase solide par centrifugation puis filtration sur un filtre de 0,45 µm. La teneur totale en métaux lourds du lixiviat ainsi que celle de l'échantillon a ensuite été analysée par spectrométrie atomique ICP-AES. Les résultats de cet essai ainsi que les seuils de la circulaire sont rassemblés dans le tableau 2.

	Concentration totale (mg/kg de MS)	Lixiviation des STN (mg/kg de MS)	Catégorie « S » (mg/kg de MS)	Catégorie « M » (mg/kg de MS)	Catégorie « V » (mg/kg de MS)
As	21	< 0,3	> 4	4	2
Cd	12	< 4.10 ⁻³	> 2	2	1
Cr	330	0,9	> 3*	3*	1,5*
Hg	0,2	< 5.10 ⁻⁴	> 0,4	0,4	0,2
Pb	1100	0,34	> 50	50	10
Cu	120	< 5.10 ⁻²	N.C.	N.C.	N.C.
Ni	120	< 5.10 ⁻²	N.C.	N.C.	N.C.
Sn	71	< 0,2	N.C.	N.C.	N.C.
Zn	4600	< 0,1	N.C.	N.C.	N.C.

Tableau 2 : Teneur totale en métaux lourds des STN est des lixiviats comparée aux seuils de la circulaire « mâchefer ». N.C. : Non Considéré
* uniquement Cr VI

Les quantités de métaux lourds des lixiviats sont toutes en dessous des seuils de la catégorie « V ». D'autre part, on remarquera que par rapport à la concentration totale, aucun des métaux lourds ne présente une fraction lixiviable supérieure à 1,5 % ce qui confirme l'efficacité du procédé de stabilisation Novosol®. D'un point de vue environnemental et au sens de la circulaire « mâchefer », les STN peuvent être valorisés en technique routière.

3.3. Teneur en eau

Nous avons évalué la teneur en eau w des STN par étuvage à 105°C en respectant un temps de séchage de 24h. Deux essais espacés de 1 an ont permis de vérifier la stabilité de la teneur en eau des STN lorsqu'ils sont conservés à l'air ambiant à l'intérieur d'un hangar. Pour chacun des essais, 3 échantillons de 1 kg ont été prélevés. La précision de la balance utilisée est de 0,1 g et l'incertitude relative de cette mesure est de 4,9 %. Le tableau 2 présente les résultats moyennés pour les 2 essais.

	Teneur en eau w%
t = 0	0,41
t = 1 an	0,53

Tableau 3 : Détermination de la teneur en eau des STN

La teneur en eau des STN est stable dans le temps et la valeur obtenue est faible ce qui est cohérent compte tenu de leur calcination.

3.4. Masse volumique

Nous avons mesuré la masse volumique absolue ρ_s (masse volumique de la matière solide) des STN à l'aide d'un pycnomètre à eau. Connaissant la masse et le volume du pycnomètre vide, il s'agit de déterminer, à partir d'un échantillon sec dont la masse est connue, le volume des grains contenu dans le pycnomètre. Pour cela, on estime par différence de pesée la masse d'eau déplacée par le matériau après leur saturation sous vide pendant 24h. La mesure a été effectuée sur 3 échantillons de 100 g chacun. Le pycnomètre a un volume de 1 litre et la précision de la balance utilisée est de 0,1 g. L'incertitude relative de cette mesure est de 1 %. Nous avons obtenu une valeur moyenne sur les 3 échantillons de $2,76 \text{ g/cm}^3$. Elle est comparable à celle d'un sable siliceux dont la masse volumique est comprise entre $2,6$ et $2,8 \text{ g/cm}^3$.

3.5. Porosité et surface spécifique

La porosité et la surface spécifique des STN ont été mesurées par adsorption de diazote (méthode BET) au Laboratoire de Catalyse de Lille sur l'appareillage ASAP 2010 de la société Micromeritics. Un échantillon de STN pesant 2,594 g a été dégazé à 80°C pendant 5h30 avant l'essai. La courbe de l'isotherme d'adsorption/désorption de diazote a été réalisée à une température de $77,35 \text{ K}$ (Figure 7). L'analyse de cette courbe permet de caractériser la texture du matériau étudié [Rouquerol F. et al, 2003].

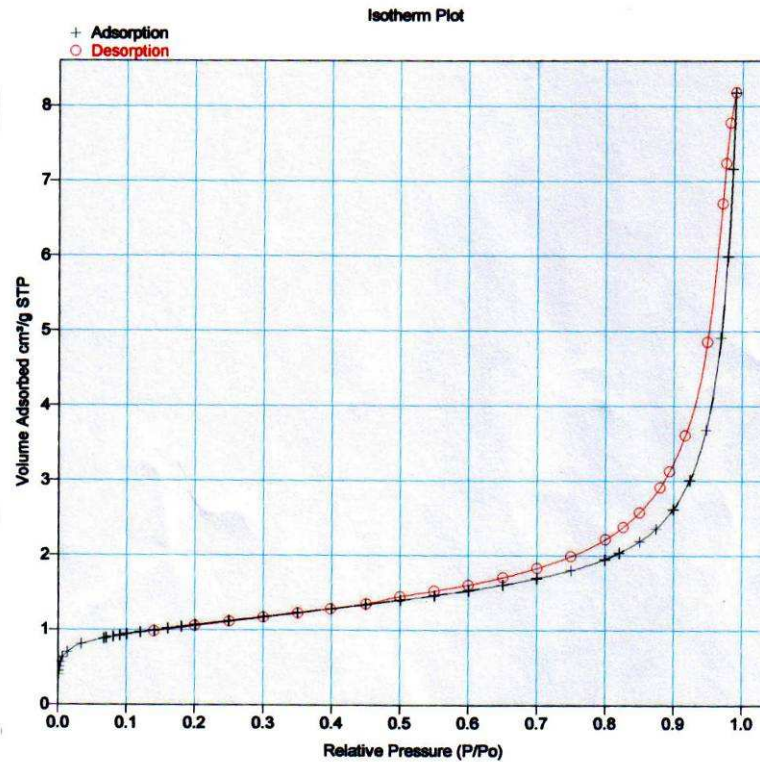


Figure 7 : Isotherme d'adsorption désorption au diazote des STN

D'après la classification proposée par Brunauer et adoptée par l'International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC), il s'agit d'une isotherme d'adsorption de type IV [Brunauer et al., 1940]. Elle se caractérise par une augmentation très progressive de la quantité de gaz adsorbée en fonction de la pression relative et la présence d'une hystérésis lors de la désorption. Ce type d'isotherme est associé aux matériaux possédant une mésoporosité ouverte (diamètre des pores compris entre 2 et 50 nm) [Lecloux, 1971], [Rouquerol J. et al., 1999]. La partie verticale de la courbe aux faibles pressions, qui correspond au remplissage des micropores (diamètre des pores ≤ 2 nm), n'est pas très étendue. Les STN présentent donc une faible microporosité. Enfin, la forme de l'hystérésis est de type H3, caractéristique de la présence d'agrégats dans l'échantillon. Le volume cumulé des pores est de $0,0076 \text{ cm}^3/\text{g}$ ce qui correspond à 2 % du volume total de l'échantillon testé. La porosité accessible des STN concassés est faible.

Leur surface spécifique, déterminée par la méthode BET, est de $3,77 \text{ m}^2/\text{g}$. Pour un ciment courant (diamètre des grains $\sim 20 \mu\text{m}$), elle est comprise entre 0,2 et $0,6 \text{ m}^2/\text{g}$ [Neville, 2000]. Bien que les STN présentent un diamètre moyen supérieur à celui du ciment (cf. §4.1), leur surface spécifique est plus importante. Cela s'explique par la présence

marquée de particules de taille submicrométrique dans les STN ainsi que de l'état de surface irrégulier des grains.

3.6. Potentiel hydrogène (pH)

Nous avons mesuré le pH des STN en utilisant une méthodologie interne à Eurovia, cependant très proche du mode opératoire de la norme NF ISO 10390 concernant la détermination du pH d'un sol. Trois échantillons de $50 \pm 0,1$ g ont été prélevés et placés sous agitation magnétique pendant 15 minutes dans 5 fois leur volume d'eau déminéralisée, soit 90,6 mL. Les suspensions ont ensuite été disposées dans une pièce climatisée à 20°C pendant 2h, délai au bout duquel l'équilibre a été observé. Un pH de 12,4 a été mesuré sur les 3 échantillons. Les STN présentent un caractère fortement basique.

Il est probable que ce pH soit imposé par la chaux libre contenue dans les STN. En effet, étant donné que la teneur en chaux libre des STN est de 0,52 % (cf. §3.2.1), la concentration en chaux hydratée des suspensions réalisées avec le protocole précédent est de 3,8 g/L (soit $5,1 \cdot 10^{-2}$ mol/L). Cette valeur est supérieure à la solubilité de la chaux dans l'eau qui est de 1 g/L (soit $C_s = 1,3 \cdot 10^{-2}$ mol/L). Or, le pH d'une solution saturée en chaux est le même que celui mesuré pour les STN, soit 12,4.

Afin de vérifier cette hypothèse, nous avons préparé des nouvelles suspensions en faisant en sorte que les concentrations en chaux soient inférieures à C_s . Si c'est effectivement la chaux qui conditionne la valeur du pH, les valeurs de pH expérimentaux doivent correspondre celles que l'on obtiendrait avec des solutions de chaux pure de même concentration en $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Le pH d'une telle solution, de concentration C peut être calculée à partir de la relation suivante : $\text{pH} = 14,3 + \log C$ (cf. annexe 2).

Les solutions ont été préparées en mettant en suspension dans 500 mL d'eau déminéralisée des quantités de STN permettant d'atteindre les concentrations en chaux suivantes : $C_s/2$, $C_s/5$, $C_s/10$, $C_s/50$ et $C_s/100$. La teneur en chaux des STN étant connue, il est possible de déterminer pour chacune des concentrations visées les masses de matériau à introduire. Le tableau 4 rassemble l'ensemble des données de l'essai ainsi que les mesures des pH. La correspondance entre les valeurs théoriques et expérimentales est très bonne (Tableau 4), ce qui confirme que le pH basique des STN est imposé par la chaux libre.

Concentrations en Ca(OH)_2 visées	Masse de STN introduite (g)	pH théorique	pH expérimental
$C_S/2$	34,9	12,1	12,1
$C_S/5$	14	11,7	11,7
$C_S/10$	7	11,4	11,4
$C_S/50$	1,4	10,7	10,6
$C_S/100$	0,7	10,4	10,3

Tableau 4 : Comparaison entre le pH théorique d'une solution de chaux pure et celui des STN pour différentes concentrations

3.7. Conclusion

Les différents essais de caractérisations physico-chimiques mis en œuvre ont permis de mettre en évidence certaines spécificités des STN utilisés pour cette étude. Le traitement Novosol[®] engendre une forte teneur en phosphates insolubles (3,49 %) et permet la formation de chaux libre (0,52 %) qui confère aux STN un caractère basique (pH = 12,4). Nous verrons par la suite que la chaux contenue dans les STN a également des conséquences importantes sur leur comportement en présence d'eau. L'analyse diffractométrique a fait ressortir qu'ils étaient principalement composés de quartz ainsi que d'autres minéraux couramment rencontrés à la surface de la terre. Leur masse volumique (2,76 g/cm³) est d'ailleurs comparable à celle d'un sable siliceux.

Concernant leur surface spécifique, elle est relativement élevée (3,77 m²/g), ce qui s'explique par leur finesse particulière. Cela sera confirmé par les analyses granulométriques présentées dans la partie suivante. Enfin, la caractérisation environnementale a montré l'efficacité du procédé Novosol[®] et surtout, la possibilité d'utilisation des STN en technique routière, en se basant par défaut sur la législation utilisée pour la valorisation des mâchefers.

La partie suivante concerne la caractérisation des STN abordée cette fois-ci sous une approche géotechnique.

4. Caractérisation en géotechnique routière

Nous allons étudier dans cette section les propriétés géotechniques des STN en les assimilant à un sol. L'objectif est de déterminer la faisabilité de leur valorisation dans une couche de forme ainsi que les conditions de leur mise en œuvre, notamment les paramètres de compactage. La méthodologie employée s'appuie sur le Guide du Traitement des Sols (GTS) qui est un document de référence utilisé dans tous les laboratoires routiers [GTS, 2000]. Ce document décrit les essais de caractérisation d'un matériau en vue de son utilisation en couche de forme. Un des objectifs est d'aboutir à la classification du matériau dans le Guide Technique de Réalisation des Remblais et Couches de Forme (GTR) [GTR, 2000]. Cette information permettra par la suite de suivre les préconisations recommandées par ces guides pour le traitement et la mise en œuvre des sols de même classe.

Pour un matériau où $D_{\max} \leq 50$ mm, les principales grandeurs à connaître sont le passant à 80 μm noté C_{80} (%) et l'argilosité évaluée soit par l'indice de plasticité (I_P), soit par l'essai au bleu de méthylène (V_{BS}). Nous avons également déterminé les paramètres de compactage par l'essai Proctor Normal (masse volumique sèche ρ_{OPN} et teneur en eau w_{OPN}) et la portance évaluée par l'Indice Portant Immédiat (IPI en %).

4.1. Granulométrie

Nous avons déterminé la répartition granulométrique des STN par granulométrie laser. Les mesures ont été effectuées au Laboratoire de Catalyse de Lille sur un granulomètre Coulter LS de la société Coulter-Beckman. Ce matériel permet de caractériser les matériaux pulvérulents dont la taille des particules, supposées sphériques, est comprise entre 0,4 μm et 2 mm. Le principe de mesure est basé sur l'analyse de la tache de diffraction créée par les particules lorsque qu'elles coupent le faisceau laser. Les essais ont été menés par voie humide en présence de défloculant (tétrasodium diphosphate dosé à 0,5 g/L). Après un essai préalable permettant de s'assurer qu'aucun phénomène de gonflement, de désagrégation ou d'agrégation ne faussait la mesure, 3 échantillons ont été testés. Aucune différence significative n'a été observée. Les figures 8 et 9 présentent les résultats moyennés des 3 échantillons.

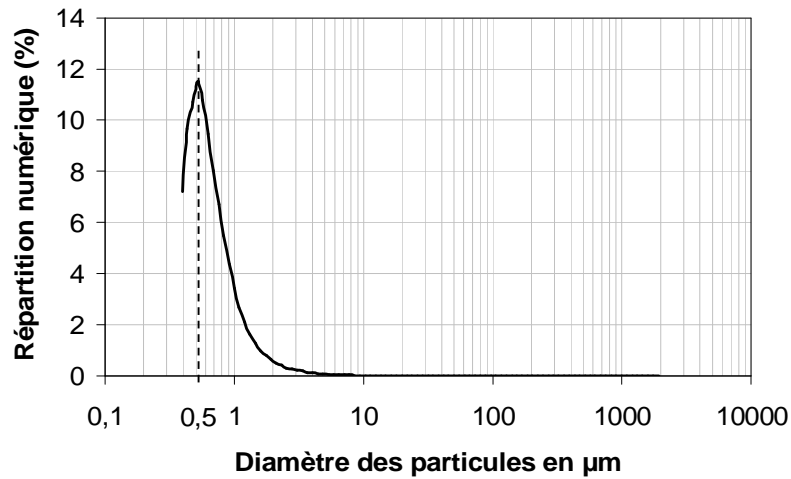


Figure 8 : Répartition granulométrique numérique des STN entre 0,4 µm et 2 mm

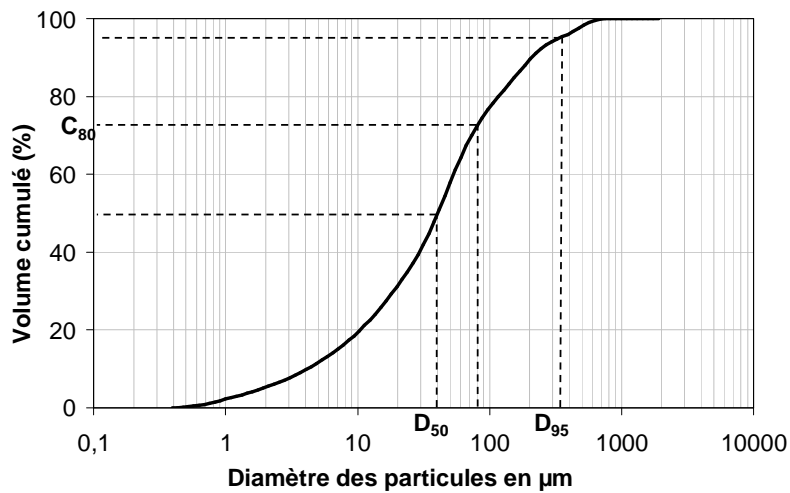


Figure 9 : Répartition granulométrique volumique cumulée des STN entre 0,4 µm et 2 mm

La répartition numérique de la taille des particules (Figure 8) confirme que les STN contiennent une forte proportion de particules de taille submicrométrique. En nombre, le diamètre moyen des particules est de 0,75 µm. À partir de la répartition granulométrique volumique cumulée des STN, on détermine les paramètres granulométriques caractéristiques du matériau (Tableau 5).

< 2 µm	5 %
2 à 50 µm	53 %
> 50 µm	42 %
D ₉₅	234,5 µm
D _{médian} (D ₅₀)	38,8 µm
< 80 µm	72 %
Cu	13,2

Tableau 5 : Paramètres granulométriques caractéristiques des STN

Il apparaît que 95 % des particules ont un diamètre inférieur à 234,5 μm et que le diamètre médian est de 38,8 μm . Le coefficient d'uniformité C_u très supérieur à 2 indique que la répartition granulométrique est très étalée. D'un point de vue géotechnique, si on positionne les STN dans la classification triangulaire des sols fins, ils se situent dans le domaine des limons silteux (Figure 10).

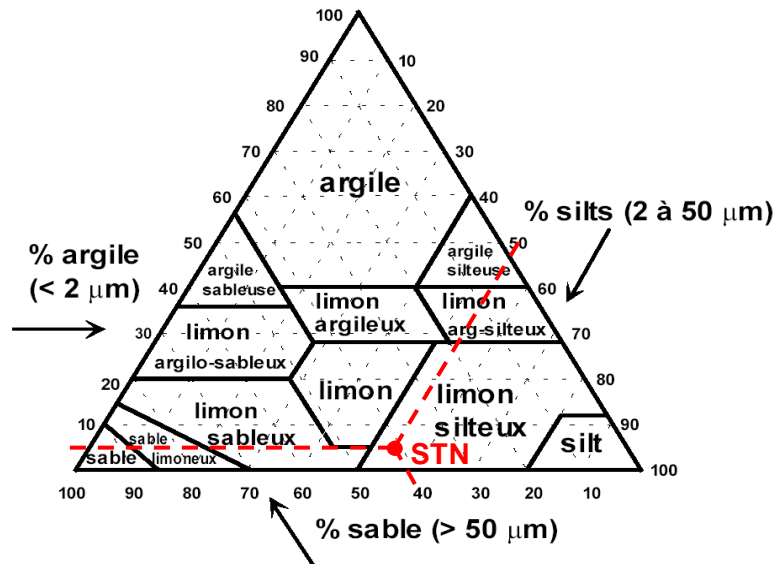


Figure 10 : Positionnement des STN dans la classification des sols fins

Enfin, à partir de la mesure de la répartition granulométrique volumique, il est possible de déterminer une valeur théorique de la surface spécifique des STN en faisant l'hypothèse que toutes les particules sont parfaitement lisses et sphériques. Ce calcul aboutit à une valeur de 1,8 m^2/g , ce qui est 2 fois inférieur à la surface spécifique mesurée par adsorption d'azote (cf. §3.5). Cela traduit que globalement, la forme réelle des particules s'éloigne sensiblement de la sphère et/ou qu'elles présentent une rugosité de surface, ce qui concorde avec les observations binoculaires et MEB (Figures 3 et 4).

4.2. Argilosité

Les sols argileux ont toujours posé de nombreux problèmes dans le domaine de la géotechnique. Cela est dû aux propriétés particulières des argiles qui ont la faculté d'échanger des ions avec le milieu environnant, de s'humidifier ou de se dessécher, entraînant selon les cas une perte de résistance, un gonflement ou un retrait important. Les conséquences engendrées par ces phénomènes peuvent se traduire par des fissures importantes, une perte de portance du sol ou encore des glissements de terrain [Lautrin, 1989]. Ce comportement dépend également du type d'argile rencontrée. Par exemple, la

présence de montmorillonite dans un sol est beaucoup plus préjudiciable que celle de kaolinite.

Par conséquent, en technique routière, la quantité et la nature des argiles contenues dans un sol sont des paramètres qui interviennent en premier lieu dans le type d'application pouvant être envisagée et dans le choix d'un traitement au liant ou à la chaux à apporter. Dans une moindre mesure, les conditions de réalisation du mélange dépendent également de ce facteur. Avant toute opération de construction routière, il est donc indispensable d'évaluer l'argilosité des matériaux utilisés. Le GTS propose 2 méthodes pour cela : la détermination de l'indice de plasticité I_P ou de la valeur au bleu de méthylène V_{BS} . Elles ont toutes les 2 été appliquées aux STN.

4.2.1. Indice de plasticité

4.2.1.a. Définition

L'indice de plasticité est défini par la norme NF P94-051 et se calcule à partir des limites d'Atterberg. Ce sont des teneurs en eau pondérale (exprimées en %) correspondant à des transitions particulières de la consistance d'un sol :

- La teneur en eau pour laquelle s'effectue le passage de l'état « solide » à l'état « plastique » est appelée limite de plasticité (W_P).
- La teneur en eau pour laquelle s'effectue le passage de l'état « plastique » à l'état « liquide » est appelée limite de liquidité (W_L).

L'indice de plasticité I_P se calcule en faisant la différence entre W_L et W_P (Figure 11).

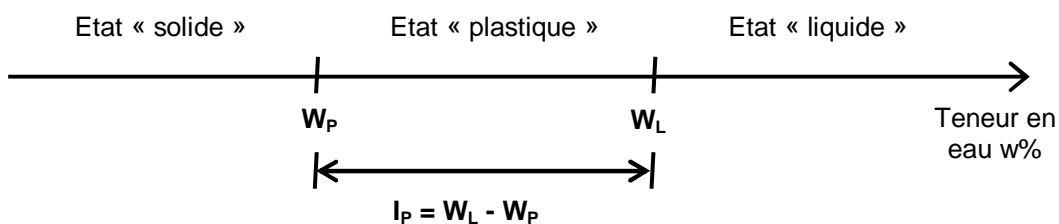


Figure 11 : Définition des limites d'Atterberg et de l'indice de plasticité

La plasticité est une propriété caractéristique des éléments très fins ou argileux du sol, en relation avec l'existence de couches d'eau adsorbée. Les limites d'Atterberg et l'indice de plasticité d'un sol varient non seulement avec l'importance de sa fraction argileuse, mais également avec la nature des minéraux argileux. Suivant la valeur de leur indice de plasticité, les sols peuvent se classer comme indiqué dans le tableau 6.

Indice de plasticité	Degré de plasticité
$0 < I_p < 5$	Sol non plastique (l'essai perd sa signification dans cette zone de valeurs)
$5 < I_p < 30$	Sol peu plastique
$30 < I_p < 50$	Sol plastique
$I_p > 50$	Sol très plastique

Tableau 6 : Degré de plasticité des sols [Magnan, 1997]

4.2.1.b. Protocole de l'essai

Les limites d'Atterberg sont déterminées sur la fraction de sol passant au travers du tamis 400 μm . Pour la limite de liquidité, on utilise l'appareil de Casagrande (Figure 12). Il est constitué d'une coupelle en bronze, montée sur un support métallique avec manivelle, le tout étant fixé à un socle en bois bakélinisé. L'ensemble permet de faire tomber la coupelle d'une hauteur de 10 mm sur le socle, chaque choc entraînant la fermeture progressive d'une rainure pratiquée dans l'échantillon de sol. Par définition, W_L est la teneur en eau qui correspond à la fermeture de la rainure sur 1 cm de longueur en 25 chocs.



Figure 12 : Appareil de Casagrande pour la détermination de la limite de liquidité

Pour la limite de plasticité, le principe consiste à réaliser manuellement des cylindres avec le sol sur une surface propre, lisse et sèche. Par définition, W_P est la teneur en eau du cylindre qui se brise lorsque son diamètre atteint 3 mm.

4.2.1.c. Résultats

Les teneurs en eau ont été déterminées par étuvage à 105°C et la précision de la balance utilisée est de 0,1 g. La valeur obtenue pour la limite de liquidité est $W_L = 50,2 \pm 0,3 \%$. La limite de plasticité n'a pu être évaluée car quelque soit la teneur en eau, il n'a pas été possible de confectionner des cylindres de la taille requise. D'après cet essai, les STN sont non plastiques.

4.2.2. Essai au bleu de méthylène

4.2.2.a. Principe

Cet essai développé dans les années 1970 au LCPC par Tran Ngoc Lan est une méthode simple qui repose sur la détermination de la surface spécifique des fines. Ce paramètre est pertinent pour apprécier leur comportement puisqu'il varie de moins de 0,3 m²/g pour des fines inertes à plus de 40 m²/g pour la montmorillonite. La grande surface spécifique des argiles s'explique par leur structure cristalline en feuillet (Figure 13) qui est à l'origine de leur affinité particulière avec l'eau [Rat, 1990], [Dupain et al., 2000].

Le principe repose sur la capacité particulière qu'a la molécule de bleu de méthylène de s'adsorber à la surface des particules. Etant donné que la surface spécifique des argiles est prépondérante par rapport à celle d'autres fines, il y a une corrélation directe entre la quantité de bleu adsorbée par les particules d'un sol et son argilosité. L'essai au bleu de méthylène, encore appelé essai à la tache, consiste à déterminer la quantité maximale de bleu de méthylène qui peut être adsorbée par un échantillon de sol. Il est décrit dans la norme NF P94-068.

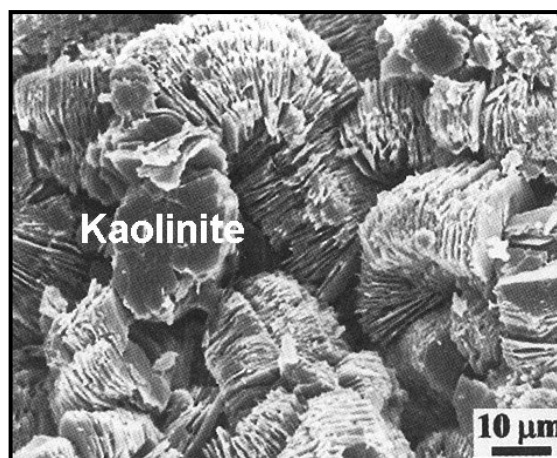


Figure 13 : Observation MEB de la structure en feuillet de la kaolinite

4.2.2.b. Protocole de l'essai

Nous avons effectué l'essai sur un prélèvement de la fraction inférieure à 5 mm du sol étudié. Un échantillon sec de masse m_e (en gramme) est mis à tremper dans 500 mL d'eau déminéralisée et dispersé à l'aide d'un agitateur à ailettes tournant à 700 ± 100 tr/min pendant au moins 5 minutes (Figure 14-a). Pour la suite de l'essai, la vitesse de rotation est maintenue à 400 ± 100 tr/min. Le dosage consiste à injecter successivement des quantités précises de bleu de méthylène dans la suspension jusqu'à atteindre la saturation des particules d'argile. Le test à la tache permet de repérer l'instant de cette saturation. On prélève pour cela une goutte dans la solution que l'on dépose sur un papier filtre. Une tache centrale de couleur bleue se forme et s'entoure rapidement d'une auréole. Si cette dernière est colorée, le test est positif et l'essai est terminé (Figure 14-b). Dans le cas contraire (auréole incolore), l'essai se poursuit par un ajout supplémentaire d'une quantité connue de bleu de méthylène.

La solution de bleu de méthylène est dosée à 10 g/l et les volumes sont introduits successivement dans la suspension à l'aide d'une pipette de 1 ml. Si on note V le volume de bleu de méthylène nécessaire pour que le test de la tache soit positif, alors la valeur au bleu du sol est $V_{BS} = V/m_e$ exprimée en g de bleu pour 100 g de matériau. Les correspondances entre la valeur obtenue et le type de sol sont données tableau 7.

V_{BS} (g/100 g)	Appréciation du sol / type de sol
0,1	Le sol est insensible à l'eau
0,2	Seuil à partir duquel apparaît la sensibilité à l'eau
1,5	Seuil distinguant les sols sablo-limoneux des sols sablo-argileux
2,5	Seuil distinguant les sols limoneux peu plastiques des sols limoneux de plasticité moyenne
6	Seuil distinguant les sols limoneux des sols argileux
8	Seuil distinguant les sols argileux des sols très argileux

Tableau 7 : Classification des sols en fonction de leur valeur au bleu de méthylène [GTR, 2000]

Pour bien définir ce que l'on entend par « sol sensible à l'eau », le GTR donne la précision suivante : « La notion de sensibilité à l'eau est prise ici dans un sens assez restrictif car il est à peu près certain qu'un sol totalement insensible à l'eau n'existe pas. Cette notion doit être comprise comme définissant seulement la plus ou moins grande variation de la portance d'un sol sous l'effet d'une variation donnée de sa teneur en eau (du fait notamment de son exposition aux agents météorologiques). Aussi un sol est dit d'autant

plus sensible à l'eau que sa chute de portance est élevée pour une faible augmentation de sa teneur en eau et inversement » [GTR, 2000].

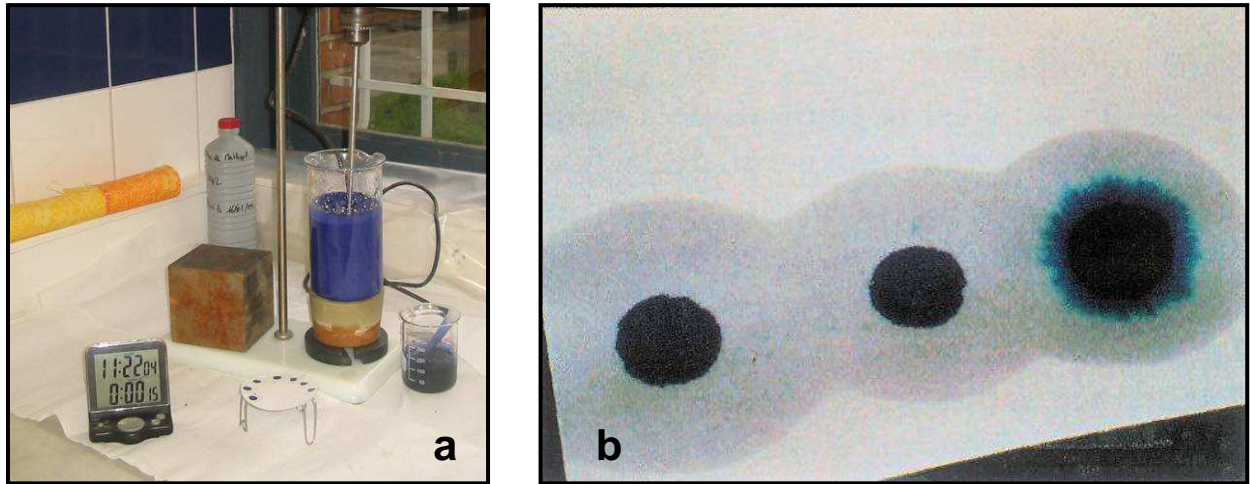


Figure 14 : a) Mise en œuvre de l'essai au bleu de méthylène ; b) Test de la tache

4.2.2.c. Résultats

La balance utilisée a une précision de 0,1 g et l'erreur sur la quantité de bleu introduite est de 1 ml. L'essai a été réalisé sur 3 échantillons sec de STN de 120 g chacun. La valeur au bleu obtenue est de $0,03 \pm 0,01$ g/100 g. Ce résultat confirme ce qui avait été observé lors de la détermination de l'indice de plasticité : les STN ne contiennent pas ou peu d'argiles sensibles à l'eau et présentent donc un caractère non plastique.

Un essai complémentaire sur les sédiments non traités a montré que leur valeur au bleu était de $1,13 \pm 0,04$ g/100 g. On peut donc affirmer que le traitement Novosol[®] neutralise les argiles contenues dans les sédiments.

4.3. Paramètres de compactage et portance

La densité apparente finale d'un sol compacté dépend de la nature de celui-ci, de la teneur en eau et de l'énergie de compactage. Le compactage permet de resserrer la texture du sol, de réduire ses déformations, d'améliorer sa portance et sa résistance. Pour un sol donné et pour un mode de compactage déterminé, il existe une seule teneur en eau correspondant à la densité maximale. S'il n'y a pas assez d'eau, la lubrification entre les grains n'est pas assurée. S'il y a trop d'eau, les grains solides glissent les uns sur les autres et ne peuvent plus se placer afin d'occuper la place minimale ; de plus, l'eau prend la place des vides et absorbe une partie de l'énergie de compactage. Pour une couche de forme, la

teneur en eau optimale et la densité correspondante sont déterminées par l'essai Proctor Normal.

D'autre part, en géotechnique routière, les sols ou les éventuels matériaux d'apport sont la plupart du temps traités au liant ou à la chaux pour augmenter leurs performances mécaniques. L'action des traitements n'étant pas instantanée, il est nécessaire de s'assurer immédiatement après compactage que le sol présente une portance suffisante pour permettre la circulation des engins de chantier. Cette propriété est évaluée à l'aide de l'Indice Portant Immédiat (IPI) [GTS, 2000].

4.3.1. Essai Proctor Normal

4.3.1.a. *Principe*

Pour connaître la teneur en eau permettant d'obtenir le compactage optimal, l'ingénieur américain Proctor a proposé dans les années 30 un essai qui a été rapidement adopté par l'ensemble de la communauté des géotechniciens. En France, elle fait l'objet de la norme NF P94-093. L'essai consiste à compacter suivant un processus bien précis un sol en plusieurs couches dans un moule puis à mesurer sa teneur en eau w (%) et sa densité sèche p_d (g/cm^3). La courbe $p_d = f(w)$ présente un maximum qui correspond à la teneur en eau et la densité optimale de compactage (w_{OPN} et p_{dOPN}) [Venuat, 1980].

4.3.1.b. *Protocole*

Pour cet essai, on utilise un moule en acier appelé « moule CBR », placé sur une embase et muni d'une hausse (Figure 15). Un disque d'espacement est disposé au fond du moule. Les différentes pièces étant assemblées, le matériau, préalablement malaxé avec une certaine quantité d'eau, est introduit dans le moule en 3 fois. Entre chaque ajout, on procède à un compactage de la couche avec une dame en respectant un protocole suivant : 55 coups par couche, appliqués par séries de 7 comme indiqué figure 16-a. A la fin de l'essai, la hausse est retirée et on arase la surface du moule. Connaissant sa masse et son volume (dimensions normalisées : $\varnothing = 152$ mm ; $H = 126,6$ mm), on peut déterminer la masse volumique humide p_h du matériau compacté. La teneur en eau, obtenue par étuvage à $105^\circ C$, permet ensuite de calculer sa masse volumique sèche p_d . En faisant varier les teneurs en eau, on trace la courbe $p_d = f(w)$ et on détermine son maximum.



Figure 15 : Matériel de l'essai Proctor Normal

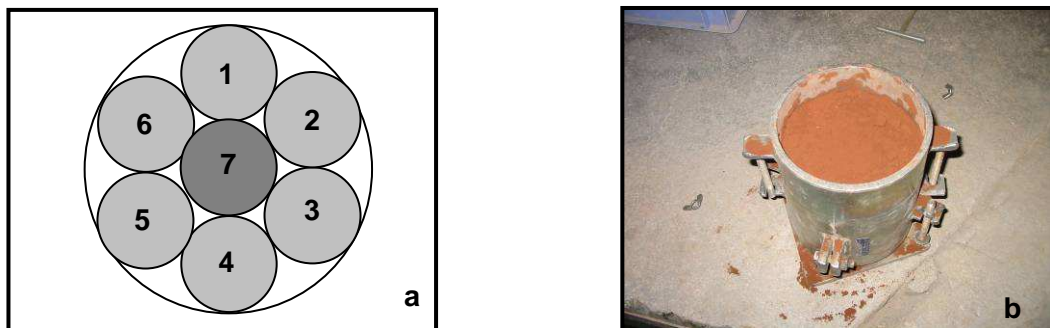


Figure 16 : a) Protocole de compactage ; b) Aspect du moule à la fin de l'essai

Lors du projet Demoroute (cf. Partie I – §6.2.3), un essai similaire avait été mis en œuvre par Eurovia sur un mélange composé de 93 % de STN et 7 % de liant. La densité maximum avait été obtenue pour une teneur en eau légèrement supérieure à 31 %. Nous avons donc ciblé des teneurs en eau autour de cette valeur. Concernant le malaxage, nous nous sommes aperçu qu'il influençait fortement la consistance de la mouture. Aussi, pour tous les essais, nous avons utilisé la même vitesse et le même temps de malaxage (4 minutes).

Les résultats de l'essai sont présentés §4.3.3.

4.3.2. Détermination de l'IPI

4.3.2.a. Principe

L'indice Portant Immédiat d'un sol compacté est déterminé par un essai de poinçonnement avec un piston de 19,3 cm² de section, enfoncé à la vitesse constante de 1,27 mm/min, conformément à la norme NF P94-078. Par convention, l'IPI est la plus grande des 2 valeurs suivantes :

$$\frac{\text{Effort de pénétration à 2,5 mm d'enfoncement (en kN)} \times 100}{13,35}$$

$$\frac{\text{Effort de pénétration à 5 mm d'enfoncement (en kN)} \times 100}{20}$$

Elle est généralement exprimée sans unité. La capacité portante d'un sol est d'autant meilleure que l'IPI est élevé.

4.3.2.b. Protocole

L'essai de poinçonnement est effectué immédiatement après l'essai Proctor. Pour préparer l'échantillon, on retourne le moule CBR, on retire le disque d'espacement (ce qui permet d'obtenir une surface plane) et on replace l'ensemble sur l'embase.

Nous avons utilisé une presse de la société Wykeham Farrance d'une capacité de 50 kN. Le poinçon est monté sur un anneau dynamométrique de 50 kN, préalablement étalonné. La précision de la mesure de la force est de 21 N. Un comparateur au 100^e de millimètre disposé entre le piston et le moule permet de connaître la valeur de l'enfoncement (Figure 17). Une fois l'échantillon correctement centré sur le plateau de la presse, le poinçon est mis en contact avec le matériau afin de régler le comparateur à zéro. Ensuite, le plateau de la presse est actionné à la vitesse constante de 1,27 mm/min et on relève les forces qui correspondent aux valeurs d'enfoncement de 2,5 mm et 5 mm.

En traçant sur le même graphe la courbe $IPI = f(w)$, il est possible de déterminer la portance du matériau à l'optimum Proctor.

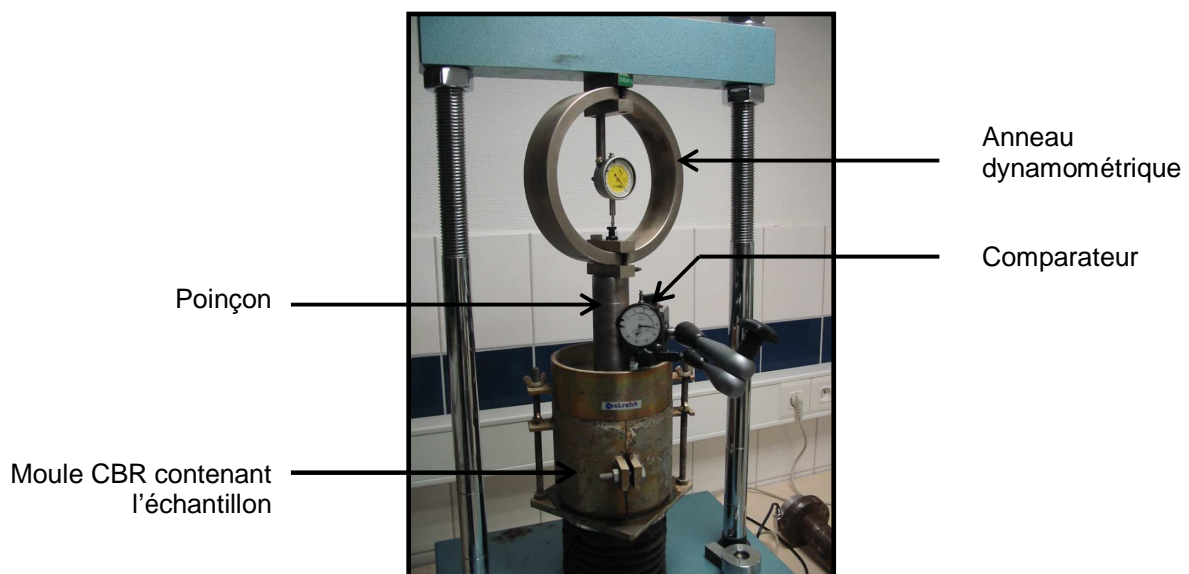


Figure 17 : Dispositif de l'essai de poinçonnement

4.3.3. Résultats

4.3.3.a. Courbe Proctor/IPI

La courbe de la figure 18 rassemble les résultats de l'essai Proctor ainsi que ceux de l'IPI. Les masses du moule CBR et des STN ont été mesurées avec une précision de 1 g. L'incertitude absolue moyenne sur la mesure de p_d est de $0,005 \text{ g/cm}^3$ et celle de w de 0,24 %. Quant à l'IPI, il est difficile de calculer son incertitude de mesure étant donné que le déplacement et la force sont déterminés par lecture des comparateurs sans interruption de l'essai.

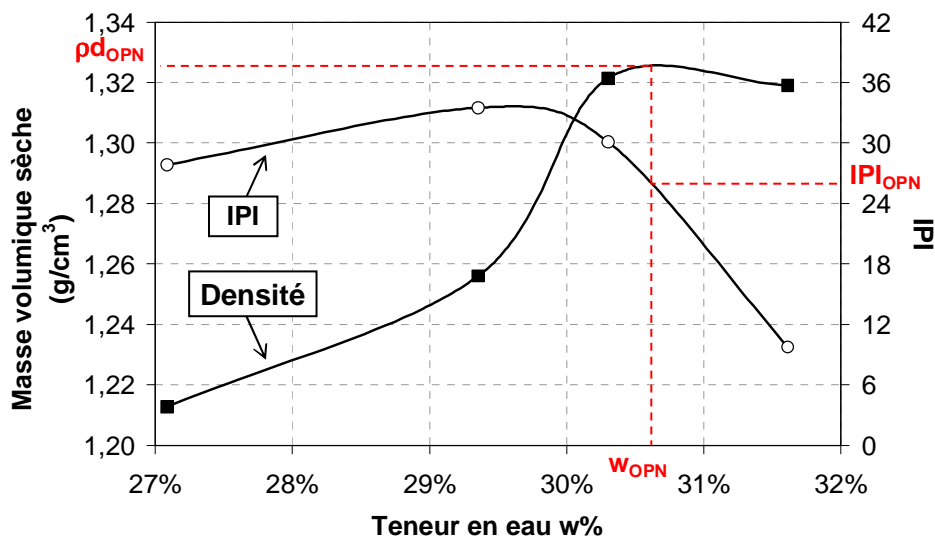


Figure 18 : Essai Proctor Normal : évolution de la masse volumique sèche et de la portance en fonction de la teneur en eau

La masse volumique sèche à l'optimum Proctor ($p_{d_{OPN}}$) déterminée par lecture graphique est de $1,33 \text{ g/cm}^3$ pour une teneur en eau (w_{OPN}) de 30,6 %. La portance à l'optimum est de 26.

4.3.3.b. Commentaires et interprétations

La faible pente de la courbe pour $w > w_{OPN}$ est caractéristique des matériaux drainants. Expérimentalement, du ressuage a été systématiquement observé pour $w > 31,5 \%$ ce qui explique qu'il n'a pas été possible d'obtenir des points pour des teneurs en eau supérieures à cette valeur. Les paramètres Proctor des STN ne correspondent pas à ceux d'un sol limoneux conventionnel pour lequel $p_{d_{OPN}}$ est généralement compris entre $1,6$ et $1,8 \text{ g/cm}^3$ pour une teneur en eau w_{OPN} de l'ordre de 20 %. En revanche, ils sont comparables aux

paramètres de compaction d'une cendre volante qui présentent une masse volumique ρ_{OPN} de l'ordre de $1,2 \text{ g/cm}^3$ pour une teneur en eau w_{OPN} d'environ 30 % [Pandian, 2004], [Afechkar & Nahhass, 2006].

Enfin, concernant la portance à l'optimum Proctor ($\text{IP}_{\text{OPN}} = 26$), son interprétation dépend du positionnement du matériau dans la classification du GTS, précisé dans la conclusion ci-après. Nous reviendrons donc sur cet aspect dans le paragraphe suivant.

4.4. Conclusion

Comme nous l'avons observé précédemment, les STN se présentent après concassage comme un matériau particulièrement fin ($C_{80} = 72 \%$). Cependant, leur répartition granulométrique est très étalée entre $0,4 \mu\text{m}$ et 2 mm ($C_u = 13,2$). En ce qui concerne leur argilosité, les 2 essais mis en œuvre (limites d'Atterberg et essai au bleu) ont mis en évidence qu'ils possédaient un caractère totalement non plastique. Cela est la conséquence du procédé Novosol[®] qui neutralise les argiles initialement contenues dans les sédiments bruts. Les paramètres de compaction de l'essai Proctor Normal révèlent que la masse volumique sèche compactée des STN est relativement faible ($\rho_{\text{OPN}} = 1,33 \text{ g/cm}^3$) pour une teneur en eau élevée ($w_{\text{OPN}} = 30,6 \%$).

D'après la classification du GTR pour les sols ou $D_{\text{max}} \leq 50 \text{ mm}$, les STN se positionnent dans la classe A_1 (Figure 19). Cette catégorie rassemble les limons peu plastiques, loess, silts alluvionnaires, sables fins peu pollués, arènes peu plastiques [GTR, 2000].

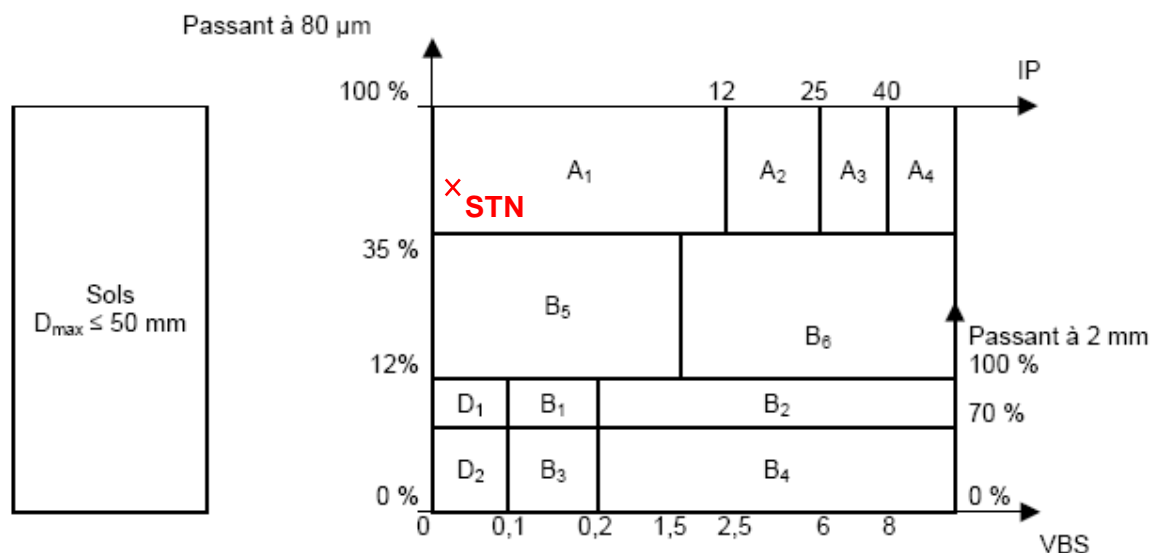


Figure 19 : Positionnement des STN dans la classification des sols du GTR

Pour être utilisé en couche de forme, un sol de classe A₁ doit présenter un IPI à l'optimum Proctor ≥ 20 [GTR, 2000]. Concernant les STN, nous avons vu que $IPI_{OPN} = 26$ donc leur valorisation en couche de forme est possible, et surtout, elle ne nécessite pas d'ajout de matériau complémentaire.

Nous allons maintenant développer l'étude d'une propriété particulière des STN, à savoir leur activité pouzzolanique.

5. Etude de la pouzzolanité des STN

L'hypothèse de la pouzzolanité des STN avait été émise par L. Boucard lors de ses travaux de recherche sur leur valorisation dans les matériaux à matrice cimentaire [Boucard, 2006]. Elle a observé que dans un béton, la substitution en masse d'une partie du ciment par des STN permettait d'augmenter jusqu'à 28 % sa résistance mécanique. Selon elle, un effet filler seul ne permet pas d'expliquer ces performances, ce qui l'a amené à supposer que les STN étaient pouzzolaniques. Cependant, cette hypothèse n'a pas été vérifiée lors de ses travaux.

Après quelques rappels concernant la pouzzolanité, nous présenterons les résultats d'une campagne expérimentale qui a mis en évidence le caractère pouzzolanique des STN. Nous nous intéresserons ensuite à une étude complémentaire basée sur des essais d'analyses thermogravimétriques (ATG) qui a permis de confirmer ces résultats. Enfin, nous verrons quelle peut être l'origine de la pouzzolanité des STN.

5.1. La pouzzolanité

L'activité pouzzolanique ou pouzzolanité est l'aptitude de certains matériaux, dépourvus de propriétés hydrauliques propres, à fixer de l'hydroxyde de calcium (ou Portlandite, ou chaux éteinte) en présence d'eau pour former des hydrates analogues à ceux du ciment Portland, possédant les mêmes propriétés liantes. L'origine du mot « pouzzolane » vient d'Italie. Ce sont les romains qui ont remarqué dès l'antiquité que l'ajout de fines volcaniques prélevées sur les pentes du Vésuve, non loin de Pouzzoles, dans des mortiers de chaux permettait d'augmenter significativement leur résistance mécanique et leur durabilité.

La réaction pouzzolanique est une réaction de dissolution – précipitation en milieu aqueux entre l'hydroxyde de calcium $Ca(OH)_2$ et un matériau pouzzolanique. Les principales phases formées lors de cette réaction sont [Dron, 1978] (cf. annexe 4, Tableau A3-4 pour la nomenclature des notations utilisées) :

- Des silicates de calcium hydratés CSH, qui se présentent sous la forme d'un gel de faible cristallinité ;
- L'aluminate tétracalcique hydraté C_4AH_{13} , hexagonal.

Des études ont montré que dans certaines conditions, il est également possible de trouver la gehlinite hydratée (C_2ASH_8), l'ettringite ($C_3A, 3CaSO_4, 32H_2O$) et le mono sulfo-aluminates ($C_3A, CaSO_4, 12 H_2O$) [Malquori, 1960], [Massaza, 1974], [Dron & Voinovitsch, 1982].

L'hydratation du ciment produisant naturellement de la Portlandite, les matériaux pouzzolaniques sont couramment utilisés comme ajouts dans les bétons ou les liants hydrauliques afin d'améliorer leurs performances mécaniques. Ainsi, du fait de leur faible coût de revient, certains sous produits industriels possédant des propriétés pouzzolaniques comme les cendres volantes ou les fumées de silice, ont trouvé de nombreuses applications dans l'industrie cimentière.

5.2. Mise en évidence expérimentale de l'activité pouzzolanique des STN

5.2.1. Principe

Une méthode simple et pertinente pour mettre en évidence l'activité pouzzolanique d'un matériau, consiste à suivre l'évolution des propriétés mécaniques de mélanges « pouzzolanes – $Ca(OH)_2$ ». Si on observe une augmentation des performances au cours du temps alors le matériau est considéré comme étant pouzzolanique [Lea, 1973], [Rich, 2005].

Pour caractériser les STN, nous avons choisi d'étudier l'évolution de la résistance et du module élastique en compression simple (R_c et E) d'éprouvettes confectionnées aux paramètres Proctor dans lesquelles 10 % de STN ont été substitués en masse par de la chaux éteinte. Cette série sera désignée « 90S ». Une seconde série d'éprouvettes uniquement composées de STN et d'eau (désignée « 100S ») a été confectionnée en parallèle afin de disposer de valeurs de référence.

La cinétique des réactions pouzzolaniques pouvant être lente, nous avons planifié des essais mécaniques jusqu'à 360j de maturation (Figure 20). Pour chaque série et chaque âge, 3 éprouvettes ont été confectionnées, soit 36 au total.

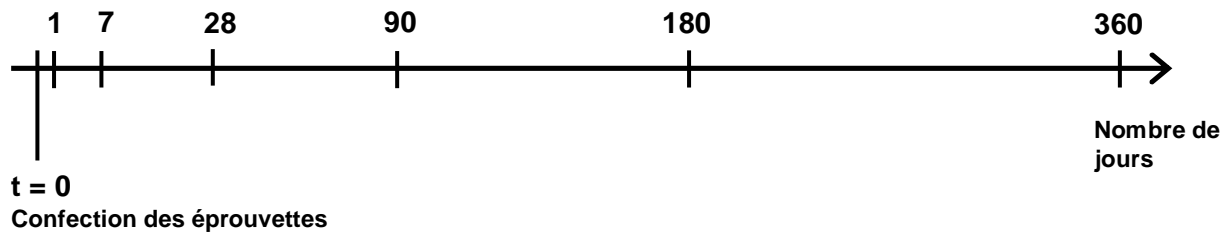


Figure 20 : Campagne de pouzzolanité – Répartition des essais de compression en fonction du temps

5.2.2. Confection des éprouvettes

5.2.2.a. La chaux

Les principales caractéristiques de la chaux utilisée pour la confection des éprouvettes de la série 90S sont résumées tableau 8.

Teneur en chaux éteinte*	Masse volumique	Paramètres granulométriques		
		D ₉₅	D _{médian (D₅₀)}	C ₈₀
> 90 %	2,24 g/cm ³	60,5 μm	13 μm	97 %

Tableau 8 : Caractéristiques de la chaux utilisée (*Donnée fabricant)

La masse volumique de la chaux est plus faible que celle des STN ($\rho_s = 2,76 \text{ g/cm}^3$) et sa granulométrie plus fine (Tableaux 5 & 8). Les 2 séries d'éprouvettes étant confectionnées à la même densité, celles de la série 90S auront une compacité légèrement plus élevée que celles de la série 100S.

5.2.2.b. Formulation des éprouvettes

Pour les essais de compression, nous avons confectionné des éprouvettes d'élanement 2 ayant les dimensions suivantes : $\varnothing = 5 \text{ cm}$ et $h = 10 \text{ cm}$ (cf. annexe 3). Les quantités respectives de chacun des composants (STN, eau et chaux) ont été déterminées afin d'atteindre la masse volumique et la teneur en eau Proctor ($\rho_{\text{OPN}} = 1,33 \text{ g/cm}^3$ et $w_{\text{OPN}} = 30,6 \%$). La composition théorique de chacune des 2 séries est donnée tableau 9.

		Masses théoriques pour 1 éprouvette (g)
Série 100S	STN	261,1
	Eau	79,9
	Total	341,0
Série 90S	STN	235,0
	Chaux	26,1
	Eau	79,9
	Total	341,0

Tableau 9 : Compositions des éprouvettes de la série 90S et 100S

Les 18 éprouvettes de chaque série ont été confectionnées en une seule gâchée (8 kg préparés > 6,2 kg requis). La teneur en eau introduite a été majorée de 1% pour prévenir les risques d'évaporation lors du malaxage et de la confection.

5.2.2.c. Mise en oeuvre

Le protocole de fabrication et de conservation des éprouvettes sont détaillés dans l'annexe 3. Pour les 2 séries, nous avons constaté que la teneur en eau des mélanges diminuait d'environ 1 % entre le début et la fin de la confection des éprouvettes. Ainsi, la teneur en eau moyenne des éprouvettes est supérieure de 0,5 % à w_{OPN} (Tableau 10).

La masse, le diamètre et la hauteur de chaque éprouvette ont été mesurés immédiatement après leur démoulage. Ces valeurs ont été reportées en annexe 5. Il en ressort que la masse moyenne expérimentale des éprouvettes est légèrement inférieure à leur valeur théorique (339,9 g en moyenne au lieu de 341 g). Nous avons effectivement constaté qu'après démoulage, il restait systématiquement de la matière sur les parois internes du moule. Cependant, l'écart est inférieur à 1 %. D'autre part, nous avons également observé que la hauteur des éprouvettes après confection est supérieure à 100 mm (101,4 mm en moyenne). Cela provient de leur protocole de fabrication (cf. annexe 2) : lorsqu'on relâche la pression sur les pistons, le matériau compacté se détend légèrement du fait de ses propriétés élastiques. En revanche, les mesures concernant le diamètre n'a pas permis de déceler de différence significative.

Au final, les masses volumiques sèches expérimentales sont inférieures à ρ_{dOPN} , respectivement de 1,7 % pour 100S et de 2 % pour 90S (Tableau 10).

		Série 100S	Série 90S	Incertitude de la mesure
Teneur en eau (%)	Théorique	30,6	30,6	± 0,24
	Moyenne	31,1	31	
	Initiale	31,5	31,4	
	Finale	30,6	30,6	
Masse volumique sèche (g/cm³)	Théorique	1,33	1,33	± 0,012
	Moyenne	1,31	1,30	
	Minimum	1,30	1,30	
	Maximum	1,32	1,31	
	Ecart type	0,008	0,003	

Tableau 10 : Teneur en eau et masse volumique des éprouvettes des séries 100S et 90S

5.2.3. Mise en œuvre des essais

Suivant le planning précédemment défini (cf. Figure 20), les éprouvettes sont retirées de leur étui de conservation et testées en compression simple sur une presse d'une capacité de 50 kN dont le plateau inférieur peut être piloté en déplacement. Elle a été équipée d'un capteur de force et d'un capteur de déplacement reliés à un logiciel d'acquisition (Figure 21). Le capteur de force est relié à la traverse supérieure de la presse via une pièce intermédiaire qui permet d'obtenir une liaison rotule. Le capteur de déplacement est disposé entre le bâti de la presse et le plateau inférieur. La vitesse de déplacement du plateau a été fixée à 0,12 mm/min.

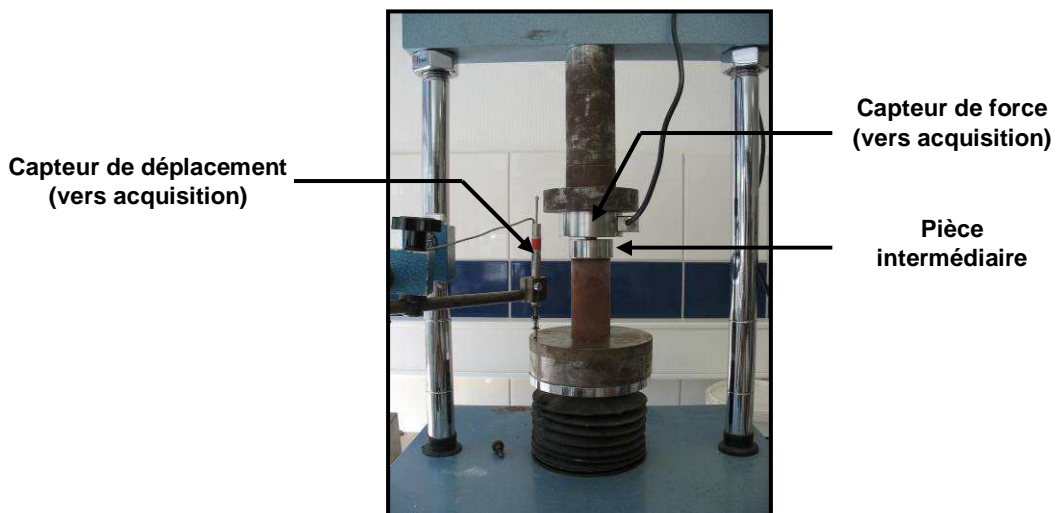


Figure 21 : Essai de compression simple

Après traitement des données, nous avons tracé les courbes contrainte/déformation $\sigma = f(\varepsilon)$ pour chacune des éprouvettes testée. Un exemple caractéristique des résultats obtenus est donné figure 22. La courbe peut être décomposée en 4 phases :

- **Phase initiale ($0 < \varepsilon < \sim 1 \cdot 10^{-3}$)** : cette étape correspond au rattrapage des défauts de parallélismes du montage. Elle se termine lorsque la pièce intermédiaire est parfaitement en contact avec face supérieure de l'éprouvette et que l'augmentation de la contrainte devient significative ;
- **Phase de serrage ($\sim 1 \cdot 10^{-3} < \varepsilon < \sim 2 \cdot 10^{-3}$)** : le chargement de l'éprouvette débute et la contrainte augmente progressivement. Physiquement, il y a un réarrangement des grains non liés ce qui a pour conséquence de resserrer la matrice solide de l'éprouvette ;
- **Phase élastique ($\sim 2 \cdot 10^{-3} < \varepsilon < \sim 7 \cdot 10^{-3}$)** : la relation entre la contrainte et la déformation devient linéaire. La valeur de la pente est alors égale au module élastique E ;
- **Phase plastique ($\sim 7 \cdot 10^{-3} < \varepsilon < \sim 13 \cdot 10^{-3}$)** : la courbe quitte le domaine linéaire et la contrainte atteint un maximum, correspondant à la résistance en compression de l'éprouvette (R_c). La rupture se produit et la courbe décroît.

L'incertitude relative liée à la mesure de R_c est de 0,027 % et celle associée à la détermination de E est de l'ordre de 0,15 % (précision du capteur de déplacement estimée à 10 μm).

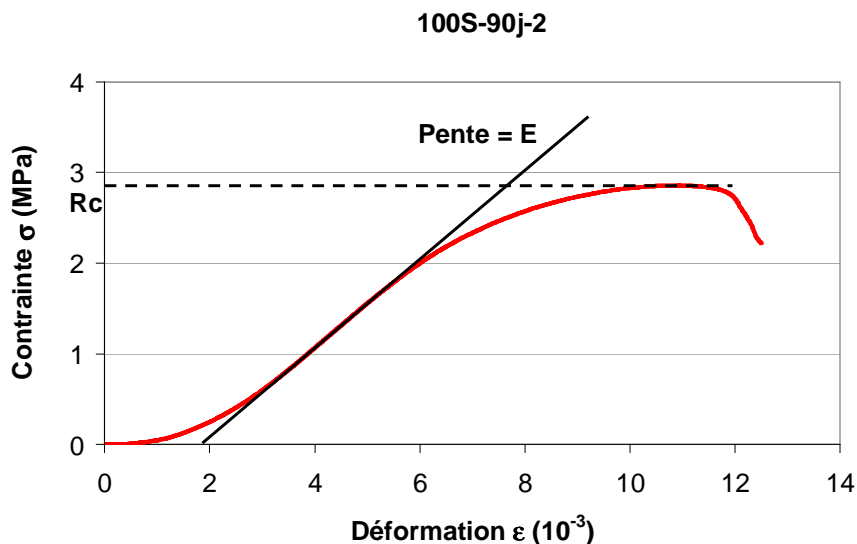


Figure 22 : Exemple de courbe contrainte/déformation

5.2.4. Résultats et interprétations

Les graphiques d'évolution de la résistance en compression R_c et du module élastique E sont donnés figures 23 et 24.

Concernant la série 90S, les courbes sont croissantes et asymptotiques. Les résistances se stabilisent à partir de 180 j à 11,6 MPa. A titre de comparaison, L. Boucard qui a étudié des briques de sédiments Novosol[®] compressés (BSC) avec un rapport massique $M_{\text{ciment}}/M_{\text{sédiments}}$ égal à 20 % pour une masse volumique de $1,6 \text{ g/cm}^3 > \rho_{\text{OPN}}$ avait obtenu des performances mécaniques en compression 2 fois moins importantes [Boucard, 2006].

Les courbes de la série 100S présentent le même type d'évolution, à la différence qu'elles commencent à se stabiliser dès 90 j. La résistance finale atteinte à 360 j est de 3,5 MPa.

Ainsi, les performances mécaniques de la série 90S sont 2,5 à 3 fois supérieures à celles de la série 100S. Les STN développent des propriétés liantes en présence de chaux, ce qui confirme leur caractère pouzzolanique. L'augmentation des résistances de la série 100S pourrait s'apparenter à une réactivité hydrique. Cependant, étant donné que nous avons mis en évidence que les STN contenaient naturellement de la chaux (cf. §2.3.1), il est probable que l'origine de ce phénomène soit également liée à leur activité pouzzolanique.

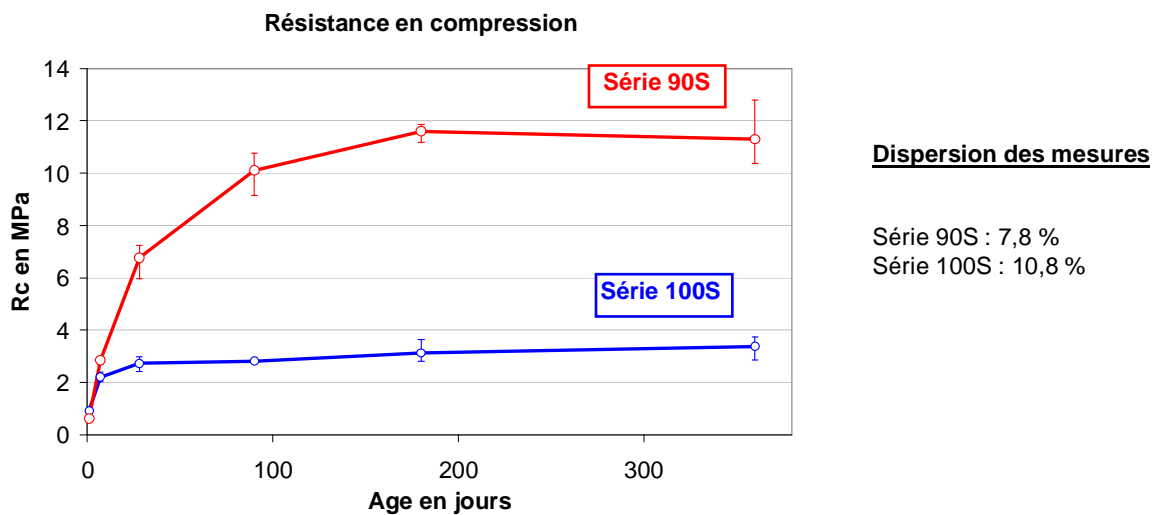


Figure 23 : Evolution de la résistance en compression des éprouvettes 90S et 100S

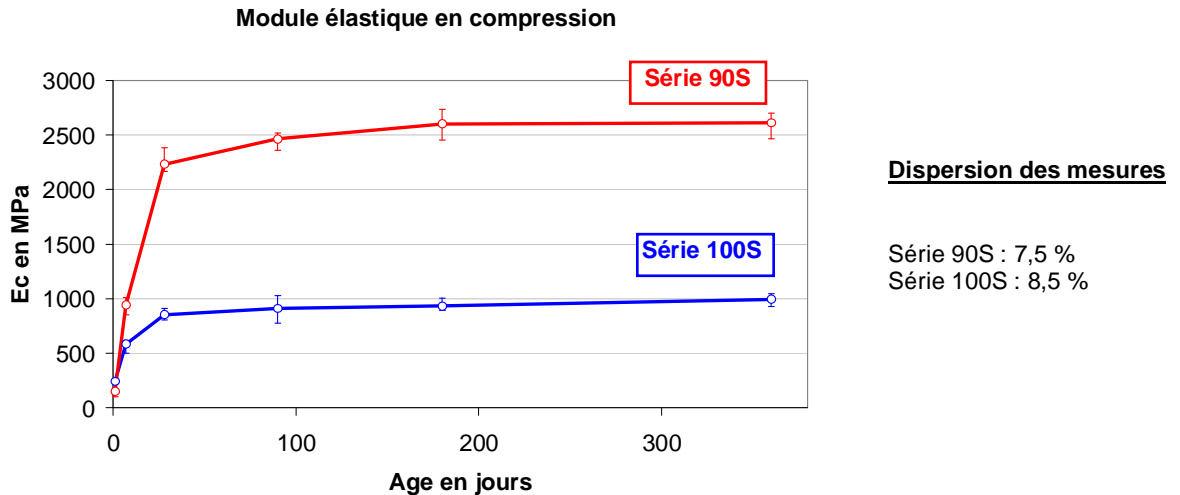


Figure 24 : Evolution du module élastique en compression des éprouvettes 90S et 100S

Cette campagne expérimentale qui avait pour objectif initial de mettre en évidence l'activité pouzzolanique des STN a permis d'observer une autre de leurs caractéristiques importantes : leur réactivité naturelle en présence d'eau. Concrètement, cela a de fortes répercussions sur l'étude de formulation pour leur valorisation en couche de forme, comme nous le verrons en 3^e partie.

Nous allons maintenant présenter les essais d'analyse thermogravimétrique qui nous ont apportés des informations complémentaires relatives à la pouzzolanité des STN.

5.3. Analyses thermogravimétriques (ATG)

5.3.1. Principe

L'ATG est un essai qui consiste à enregistrer en continu les variations de masse d'un échantillon soumis à une loi de chauffe dans une atmosphère gazeuse contrôlée depuis la température ambiante jusqu'à 1150°C. Le principe est exposé de façon complète dans l'ouvrage de Vallet [Vallet, 1972].

Cette technique est utilisée pour l'analyse des matériaux cimentaires car elle permet de mettre en évidence, de façon quantitative, des variations de masse de l'échantillon correspondant à la déshydroxylation des CSH et de la Portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ainsi qu'à la décarbonatation de la calcite CaCO_3 . Pour une analyse plus complète, les résultats obtenus par ATG sont dérivés et lissés afin d'obtenir les courbes de dérivées thermogravimétriques (DTG) qui présentent des pics nets traduisant les points d'inflexion des courbes d'ATG. Les

différentes réactions qui se produisent ressortent mieux, ce qui permet une lecture plus claire des plages de température des décompositions.

La figure 25 présente le résultat typique d'un essai d'ATG sur un matériau à matrice cimentaire (ici un mortier). On distingue 3 phases majeures de décomposition de l'échantillon au cours de l'essai :

- Le départ de l'eau libre des pores et de l'eau liée des CSH, de l'ettringite et des aluminates de calcium, entre $\sim 20^{\circ}\text{C}$ et $\sim 400^{\circ}\text{C}$;
- La déshydroxylation de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ entre $\sim 400^{\circ}\text{C}$ et $\sim 600^{\circ}\text{C}$;
- La décarbonatation de CaCO_3 entre $\sim 600^{\circ}\text{C}$ et $\sim 800^{\circ}\text{C}$.

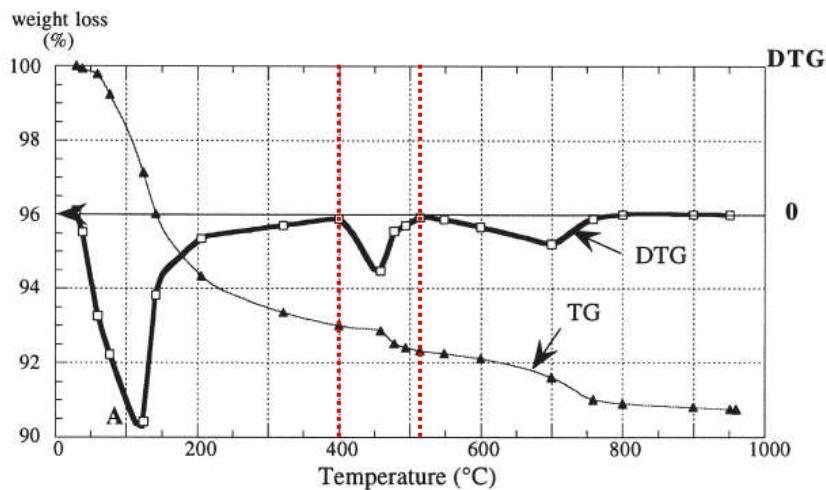


Figure 25 : Essai d'ATG sur un mortier [Loukili, 1999]

Les plages de température pour lesquelles s'effectuent les décompositions peuvent varier d'un matériau à l'autre ainsi qu'en fonction des conditions expérimentales : appareillage utilisé, cinétique de montée en température, masse de l'échantillon, nature du gaz de balayage, etc. [Mounanga, 2003]. Cependant, les réactions s'accompagnant d'un changement de pente de la courbe d'ATG, il est possible de déterminer les limites de température à l'aide de la DTG. Ainsi, sur l'exemple de la figure 25, la déshydroxylation de la chaux débute à 400°C et se termine à 520°C .

5.3.2. Calcul de la teneur en chaux et en calcite

Connaissant les pertes de masse de l'échantillon correspondant à la déshydroxylation de la chaux (notée $\Delta m_{\text{dés}}$) et à la décarbonatation de la calcite (notée $\Delta m_{\text{déc}}$), il est possible de déterminer les proportions de ces composés dans l'échantillon analysé.

5.3.2.a. Quantité de Portlandite

L'équation de la déshydroxylation de la chaux s'écrit de la façon suivante :



La grandeur $\Delta m_{\text{dés}}$ correspond à la perte de masse due à l'eau évaporée. Ainsi, la masse de Portlandite correspondante $m_{\text{Ca(OH)}_2}$ peut être déterminée par la relation suivante :

$$m_{\text{Ca(OH)}_2} = \Delta m_{\text{dés}} \times \frac{M_{\text{Ca(OH)}_2}}{M_{\text{H}_2\text{O}}} \quad [1]$$

avec $M_{\text{Ca(OH)}_2}$ et $M_{\text{H}_2\text{O}}$ les masses molaires respectives de la Portlandite et de l'eau.

5.3.2.b. Quantité de calcite

L'équation de décarbonatation de la calcite s'écrit de la façon suivante :



La valeur de $\Delta m_{\text{déc}}$ correspond à la perte de masse due à la formation de dioxyde de carbone. La masse de calcite correspondante est :

$$m_{\text{CaCO}_3} = \Delta m_{\text{déc}} \times \frac{M_{\text{CaCO}_3}}{M_{\text{CO}_2}} \quad [2]$$

avec M_{CaCO_3} et M_{CO_2} les masses molaires respectives de la calcite et du dioxyde de carbone.

5.3.3. Application de l'ATG pour l'étude de l'activité pouzzolanique des STN

Etant donné que l'ATG permet de quantifier la chaux et de mettre en évidence la présence d'hydrates dans un matériau, elle est largement employée pour l'étude des réactions pouzzolaniques [Perraki et al., 2005], [Mouropoulou et al., 2004], [Roszczynialski et al., 2002], [Paya, 2003], [Caijun & Day, 2001].

5.3.3.a. Principe et protocole

Quatre échantillons ont été analysés : la chaux utilisée pour la confection des éprouvettes 90S, les STN, un fragment d'une éprouvette de la série 90S à 180j de maturation (90S-180j), un fragment d'une éprouvette de la série 100S à 180j de maturation (100S-180j).

Afin confirmer la pouzzolanité des STN, notre démarche a consisté à quantifier la Portlandite et la calcite dans chacun des échantillons ainsi qu'à mettre en évidence la présence d'hydrates dans les échantillons 90S-180j et 100S-180j. En effet, comme nous l'avons vu précédemment (cf. §5.1), un matériau pouzzolanique consomme de la chaux pour former des silicates ou des aluminates de calcium hydraté. La quantification de la calcite a pour but de vérifier que la chaux ne s'est pas carbonatée.

Les analyses ont été effectuées au service Physico-Chimie des Matériaux (PCM) du LCPC de Paris. L'appareil utilisé est un NETZCH STA 490 C/CD, la vitesse de chauffe a été fixée de 10°C/min de la température ambiante à 1150°C. Le gaz de balayage employé est de l'azote avec un débit de 80 mL/min sous une pression de 1 bar. Les échantillons ont été broyés et étuvés à 60°C avant l'essai.

5.3.3.b. Résultats et interprétations

Les thermogrammes sont présentés figures 26 à 29.

La première observation que l'on peut faire concerne la perte de masse des fragments des éprouvettes 90S-180j et 100S-90j pour $T < 400^{\circ}\text{C}$. Elle est 2 % pour 100S et 4,5 % pour 90S. Étant donné que les échantillons ont été préalablement séchés, cela ne peut être dû qu'à la présence d'hydrates ce qui constitue un premier élément permettant de confirmer la pouzzolanité des STN.

Pour calculer les teneurs en Portlandite et en calcite des échantillons, le premier travail consiste à déterminer les plages de températures pour lesquelles ces éléments se décomposent lors de l'essai. Comme cela a été précisé plus haut, on utilise pour cela les changements de pente des courbes de DTG lorsque les températures avoisinent 400°C à 600°C pour la Portlandite et 600°C à 800°C pour la calcite.

Pour la Portlandite, les zones de réaction ont été indiquées en bleu sur les thermogrammes et les valeurs précisées tableau 11. On notera que les courbes de DTG des échantillons 90S-180j et 100S-90j ne présentent aucun changement de pente entre 400°C et 600°C indiquant une absence de Portlandite (Figures 28 et 29).

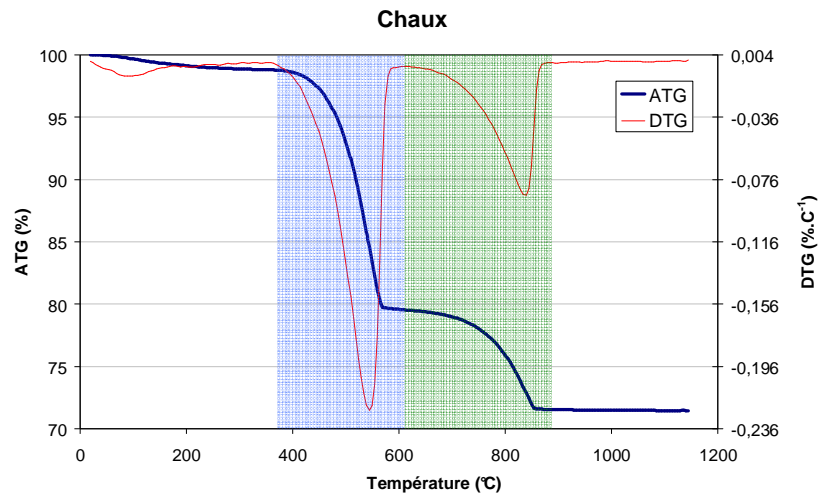


Figure 26 : Courbe d'ATG/DTG de la chaux

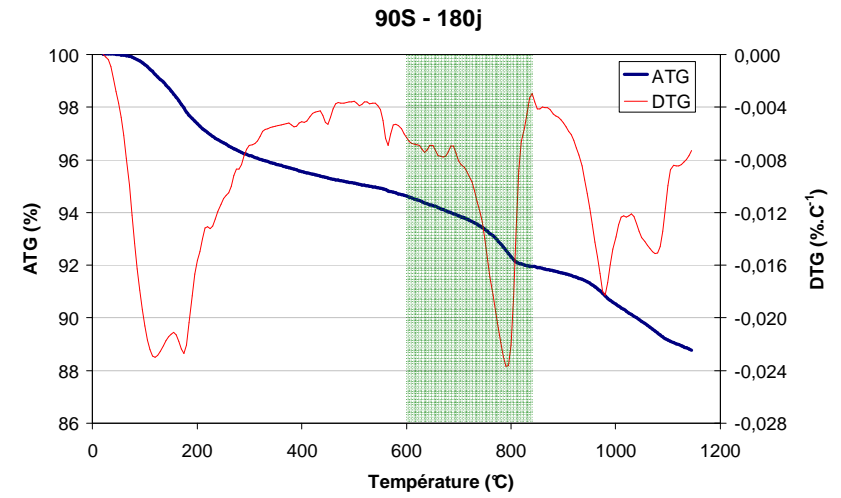


Figure 28 : Courbe d'ATG/DTG de la série 90S à 180j

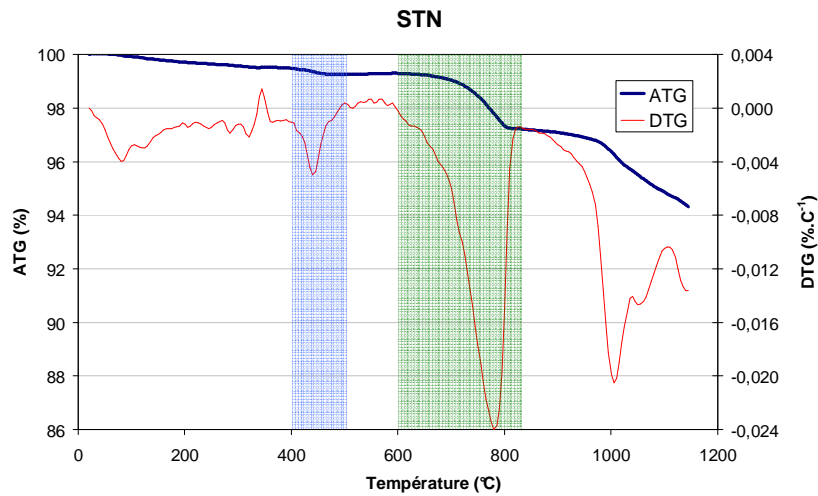


Figure 27 : Courbe d'ATG/DTG des STN

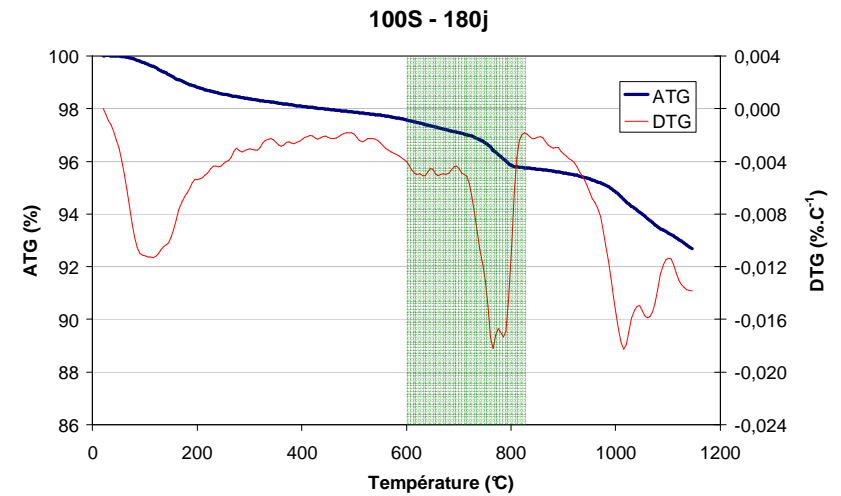


Figure 29 : Courbe ATG/DTG de la série 100S à 180j

Concernant la décarbonatation de la calcite, les plages de températures ont été indiquées en vert sur les figures 26 à 29 et les valeurs correspondantes ont été reportées dans le tableau 12. Pour la chaux et les STN, les changements de pente des courbes DTG ressortent distinctement aux alentours de 600°C et 800°C (Figures 26 et 27) ce qui a permis d'évaluer avec précision les plages de températures relatives à la décomposition de la calcite (Tableau 12). Pour les échantillons 90S-180j et 100S-90j, nous avons également pu déterminer les températures de fin de décarbonatation par la même méthode mais pas celles correspondant au début de cette réaction. En effet, les courbes de DTG présentent des pics parasites pour $T \approx 600^\circ\text{C}$ qui empêchent de distinguer clairement les changements de pente (Figures 28 et 29). Aussi, nous avons choisi de prendre la même température de début de réaction que celle déterminée sur les 2 autres échantillons, à savoir 600°C (cf. Tableau 12).

Connaissant les températures de déshydroxylation de la Portlandite et de décarbonatation de la calcite, on estime à l'aide des courbes d'ATG les pertes de masse relatives de ces réactions au cours de l'essai (Figures 25 à 28 et Tableaux 11 et 12). Enfin, en utilisant les relations [1] et [2], on calcule les teneurs massiques de ces 2 composés dans chacun des échantillons. L'ensemble de ces résultats a été rassemblé tableaux 11 et 12.

Nom échantillon	Température de réaction (°C)	Perte de masse ATG (%)	Teneur massique Ca(OH)_2 (%)
Chaux	370 – 600	19,9	81,9
STN	400 – 500	0,2	1
90S-180j	N. D.	N. D.	0
100S-180j	N. D.	N. D.	0

Tableau 11 : Teneur en Portlandite des échantillons déterminées par ATG

Nom échantillon	Température de réaction (°C)	Perte de masse ATG (%)	Teneur massique CaCO_3 (%)
Chaux	600 – 880	8	18,2
STN	600 – 830	2	4,6
90S-180j	600 – 840	2,7	6,1
100S-180j	600 - 830	1,8	4,1

Tableau 12 : Teneur en calcite des échantillons déterminées par ATG

On peut remarquer que la teneur en Portlandite de la chaux est inférieure à celle annoncée par le fabricant (81,9% alors que d'après le fabricant elle est $> 90\%$,

cf. Tableau 8). Cela peut s'expliquer par de mauvaises conditions de stockage ayant entraîné un début de carbonatation de la chaux éteinte. Concernant les STN, la teneur en chaux éteinte calculée avec cette méthode est de 1 % ce qui est légèrement supérieur à la valeur qui avait été déterminée par le dosage chimique (maximum 0,69 %, cf. §3.1.2). Elle est cependant du même ordre de grandeur. Enfin, comme nous l'avons précisé précédemment, les échantillons 90S-180j et 100S-90J ne contiennent pas de Portlandite.

A partir de ces données et des formulations des séries 90S et 100S (cf. §5.2), il est possible de comparer les teneurs massiques en calcite et en Portlandite des éprouvettes entre leur confection et après 180j de maturation (Tableau13).

	Série 100S		Série 90S	
	Confection	180j	Confection	180j
Teneur en CaCO_3 (%)	4,6	4,1	6	6,1
Teneur en Ca(OH)_2 (%)	1	0	9,1	0

Tableau 13 : Teneur massique en calcite et en Portlandite des éprouvettes 90S et 100S à leur confection et à 180j de maturation

Pour les 2 séries, la totalité de la chaux qu'elles contenaient à leur confection a été consommée alors que la quantité de calcite est restée sensiblement identique.

Finalement, les essais d'ATG ont permis de vérifier la présence d'hydrates dans les éprouvettes des séries 90S et 100S et surtout de mettre en évidence que la totalité de la chaux éteinte qu'elles contenaient avait été consommée. Ceci confirme le caractère pouzzolanique des STN et démontre que la réactivité hydrique qui avait été observée lors de la campagne mécanique sur la série 100S était également due à des phénomènes pouzzolaniques.

5.3.4. Origine de la pouzzolanité des STN

Le premier facteur pouvant expliquer l'activité pouzzolanique des STN est la présence de scories, observées à la loupe binoculaire (cf. §2.1). Ce sont des déchets de l'industrie métallurgique qui proviennent probablement de l'ancienne activité industrielle du bassin de Charleroi où ont été prélevés les sédiments de cette étude. De par leurs propriétés pouzzolaniques avérées, les scories sont utilisées depuis plus d'un siècle en substitution du clinker dans certains ciments, aujourd'hui dénommé CEM II/A-M ou CEM II/B-M (d'après la norme NF EN 197-1, cf. annexe 4) [Carrasco et al., 2005], [Shi & Qian, 2000].

La deuxième origine possible des propriétés pouzzolaniques des STN est liée au traitement Novosol® et en particulier à l'étape de calcination. En effet, l'analyse diffractométrique de la fraction argileuse (cf. §3.1.3) des sédiments phosphatés mais non calcinés (SNC) ont permis de détecter la présence de kaolinite (Figure 30).

La kaolinite, de formule $Al_2Si_2O_5(OH)_4$, fait partie de la famille des phyllosilicates. Lorsqu'on la soumet à des températures supérieures à 450°C comme c'est le cas lors de l'étape de calcination du procédé Novosol®, la kaolinite perd son eau de structure par déshydroxylation pour former de la métakaolinite. La calcination engendre également des réarrangements structuraux, notamment dans le réseau Al-O. Ainsi, alors que la kaolinite est une argile présentant une forte cristallinité, la métakaolinite possède une structure désorganisée qui lui confère des propriétés réactives. En particulier, les métakaolins sont très réactifs à l'hydroxyde de calcium et en présence d'eau, ils forment des silicates de calcium et d'aluminium hydratée. Ils sont donc pourvus de propriétés pouzzolaniques [Kakali, 2001], [Sabir, 2001], [Rich, 2005].

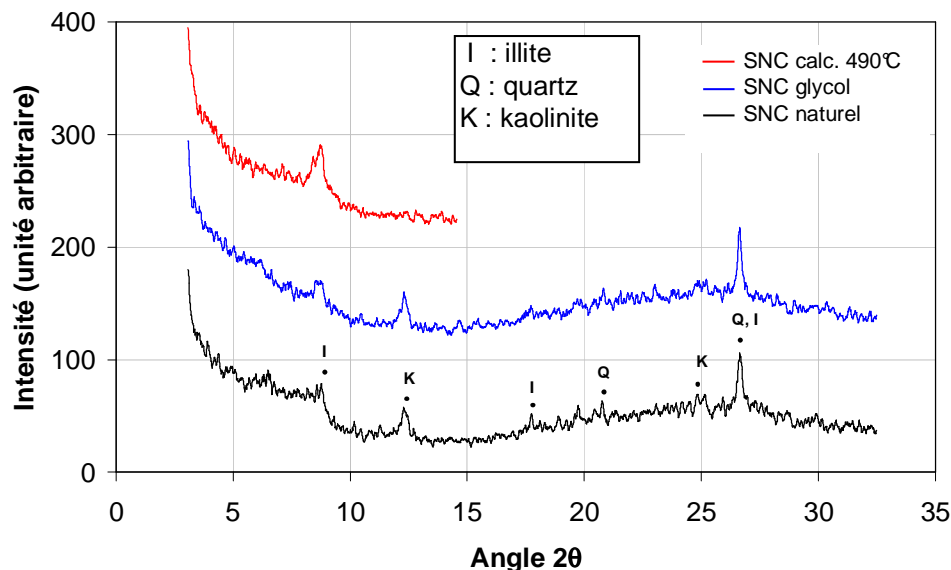


Figure 30 : Analyse diffractométrique de la fraction argileuse des sédiments non calcinés (SNC)

6. Conclusion

Dans le déroulement d'un projet de construction routière, la phase de caractérisation des matériaux est une étape essentielle qui conditionne de nombreux aspects économiques et techniques. Il est en effet primordial de savoir si les sols que l'on rencontre sur le tracé prévisionnel peuvent être utilisés pour constituer les différentes couches routières, en particulier la couche de forme. Les essais de caractérisation ont donc pour but de répondre à 2 questions : est-il possible de réutiliser le sol en place et si oui, dans quelles conditions ?

Pour répondre à ces interrogations, les laboratoires routiers utilisent la méthodologie d'étude décrite dans le Guide des Traitements des Sols [GTS, 2000], qui permet entre autre d'aboutir à la classification du sol en fonction de sa granulométrie et de son argilosité. Dans l'objectif de valorisation des STN en couche de forme, nous avons appliqué la même méthodologie.

Etant donné que c'est un matériau atypique, notamment du fait des transformations chimiques et thermiques du procédé Novosol[®], nous avons dans un premier temps effectué différents essais de caractérisation physico-chimique qui ont permis de souligner certaines de leurs propriétés importantes. Pour résumer, les STN se présentent sous la forme d'un matériau sec, fin et pulvérulent, en partie constitué d'agglomérats malgré leur concassage < 2 mm et faiblement poreux (< 2 %). Ils sont composés essentiellement de quartz et contiennent une proportion faible mais non négligeable de chaux libre (0,52 %) leur conférant un caractère fortement basique. L'analyse chimique a fait ressortir une présence marquée de phosphates (3,5 %) mais il a été démontré qu'ils étaient stables et insolubles. D'un point de vue environnemental, des essais de lixiviation ont mis en évidence que les quantités de métaux relargués par les STN sont tous inférieurs aux seuils de la circulaire « mâchefers », qui, par défaut, fait office de référence pour savoir si un matériau sensible est utilisable en technique routière ou non.

Concernant les aspects plus particulièrement liés la valorisation des STN en couche de forme, la méthodologie de caractérisation décrite dans le GTS a montré qu'il était possible de valoriser les STN en couche de forme, sans ajout de matériau complémentaire (IPI > 20), Cela permet d'envisager l'utilisation de grands volumes de STN, conformément à l'objectif que nous nous étions fixés initialement. L'étude géotechnique a également permis de déterminer les paramètres nécessaires à leur mise en œuvre (granulométrie, argilosité, masse volumique et teneur en eau Proctor, portance) et a abouti à leur classification en tant que matériau de type A₁.

Enfin, une campagne d'essais mécaniques ainsi que des analyses thermogravimétriques ont mis en évidence les propriétés pouzzolaniques des STN. Contenant naturellement de la chaux, nous avons observé que les STN développaient naturellement des hydrates, ce qui pourrait s'apparenter à une prise hydraulique mais qui est plus probablement lié à leur activité pouzzolanique. Ces informations ont des conséquences directes sur la mise en œuvre des STN et notamment dans le choix et le dosage des liants, comme nous allons maintenant le voir dans la 3^e partie de ce rapport, concernant les études de formulations et la quantification des performances mécaniques des STN valorisés en couche de forme.

Liste des tableaux et figures

Tableau 1 : Composition chimique des STN [Nguyen, 2008].....	43
Tableau 2 : Teneur totale en métaux lourds des STN est des lixiviats comparée aux seuils de la circulaire « mâchefer »	47
Tableau 3 : Détermination de la teneur en eau des STN	48
Tableau 4 : Comparaison entre le pH théorique d'une solution de chaux pure et celui des STN pour différentes concentrations.....	51
Tableau 5 : Paramètres granulométriques caractéristiques des STN	53
Tableau 6 : Degré de plasticité des sols.....	56
Tableau 7 : Classification des sols en fonction de leur valeur au bleu de méthylène	58
Tableau 8 : Caractéristiques de la chaux utilisée.....	67
Tableau 9 : Compositions des éprouvettes de la série 90S et 100S.....	67
Tableau 10 : Teneur en eau et caractéristiques des éprouvettes des séries 100S et 90S.....	69
Tableau 11 : Teneur en Portlandite des échantillons déterminées par ATG	77
Tableau 12 : Teneur en calcite des échantillons déterminées par ATG	77
Tableau 13 : Teneur massique en calcite et en Portlandite des éprouvettes 90S et 100S à leur confection et à 180j de maturation	77

Figure 1 : Lieu de prélèvement des sédiments fluviaux.....	97
Figure 2 : Observation macroscopique des STN.....	42
Figure 3 : Observation binoculaire des STN en fonction de leur classe granulométrique....	42
Figure 4 : Détail d'un agglomérat de particules observé au MEB	43
Figure 5 : Diffractogramme d'un échantillon total de STN	45
Figure 6 : Diffractogramme de la fraction argileuse des STN.....	45
Figure 7 : Isotherme d'absorption désorption au diazote des STN.....	49
Figure 8 : Répartition granulométrique numérique des STN entre 0,4 µm et 2 mm.....	53
Figure 9 : Répartition granulométrique volumique cumulée des STN entre 0,4 µm et 2 mm....	53
Figure 10 : Positionnement des STN dans la classification des sols fins	54
Figure 11 : Définition des limites d'Atterberg et de l'indice de plasticité	55
Figure 12 : Appareil de Casagrande pour la détermination de la limite de liquidité	56
Figure 13 : Observation MEB de la structure en feuillet de la kaolinite.....	57
Figure 14 : a) Mise en œuvre de l'essai au bleu de méthylène ; b) Test de la tache	57

Figure 15 : Matériel de l'essai Proctor Normal	61
Figure 16 : a) Protocole de compactage ; b) Aspect du moule à la fin de l'essai.....	61
Figure 17 : Dispositif de l'essai de poinçonnement	62
Figure 18 : Essai Proctor Normal : évolution de la masse volumique sèche et de la .portance en fonction de la teneur en eau	63
Figure 19 : Positionnement des STN dans la classification des sols du GTR.....	64
Figure 20 : Campagne de pouzzolanité – Répartition des essais de compression en fonction du temps	64
Figure 21 : Essai de compression simple	66
Figure 22 : Exemple de courbe contrainte/déformation.....	67
Figure 23 : Evolution de la résistance en compression des éprouvettes 90S et 100S.....	68
Figure 24 : Evolution du module élastique en compression des éprouvettes 90S et 100S	69
Figure 25 : Essai d'ATG sur un mortier [Loukili, 1999]	70
Figure 26 : Courbe d'ATG/DTG de la chaux	73
Figure 27 : Courbe d'ATG/DTG des STN	73
Figure 28 : Courbe d'ATG/DTG de la série 90S à 180j.....	73
Figure 29 : Courbe ATG/DTG de la série 100S à 180.....	73
Figure 30 : Analyse diffractométrique de la fraction argileuse des sédiments non calcinés	76

Bibliographie

- AFECHKAR, NAHHASS. Valorisation des cendres volantes dans le domaine routier, Rapport de recherche du Centre d'Etudes et de Recherche Routière (Maroc), 2006.
- ASTM C 618. Standard Specification for Coal Fly Ash and Raw or Calcined Natural Pozzolan for Use in Concrete. Norme Américaine, ASTM, 2005.
- BICH C. Contribution à l'étude de l'activation thermique du kaolin : évolution de la structure cristallographique et activité pouzzolanique. Thèse de l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2005, 263 p.
- BOUCARD L. Etude expérimentale : valorisation de sédiments fluviaux stabilisés. Thèse de l'Université de Lille, 2006, 206 p.
- BRUNAUER S., DEMING L. S., DEMING W. S., TELLER E. On a theory of the Van der Waals adsorption of gases. Journal of American Chemical Society, 1940, vol. 62, pp. 1723-1732
- CAIJUN S., DAY R.L. Comparison of different methods to enhancing reactivity of pozzolans. Cement and Concrete Research, 2001, vol. 31, pp. 813-818
- CARRASCO M.F., MENENDEZ G., BONAVETTI V., IRASSAR E.F. Strength optimization of "Tailor made cement" with limestone fillers and blast-furnace slag. Cement and Concrete Research, 2005, vol. 35, pp. 1324-1331
- DPPR/SEI/BPSEID. Circulaire n°94-IV-1 du 9 mai 1994 relative à l'élimination des mâchefers des résidus urbains. Ministère de l'Environnement, 1994
- DRON R. L'activité pouzzolanique. Bulletin de Liaison des Ponts et Chaussées, 1978, vol. 93, pp. 66-69
- DRON R., VOINOVITSCH I. A. L'activation hydraulique des laitiers, pouzzolanes et cendres volantes. Le béton hydraulique, Presse de l'Ecole des Ponts et Chaussées, Paris, 1982, ISBN 2-85978-033-5, pp. 237-245.
- DUPAIN R., LANCHON R., SAINT-ARROMAN J. C. Granulats, sols, ciment et bétons – Caractérisation de Génie Civil par les essais de laboratoire. Editions Casteilla, 2000, 236 p. ISBN 2-7135-2064-9
- GTR. Guide technique pour la réalisation des remblais et des couches de forme. Editions du SETRA-LCPC, Fascicules I & II, 2000, 98 p. et 102 p.
- GTS. Guide du traitement des sols à la chaux et aux liants hydrauliques. Editions du SETRA-LCPC, 2000, 237 p.
- KAKALI G., PERRAKI T., TSIVILIS S., BADOGIANNIS E. Thermal treatment of kaolin : the effect of mineralogy on the pozzolanic activity. Applied Clay Science, 2001, vol. 20, pp. 73-80

- LAUTRIN D. Utilisation pratique des paramètres dérivés de l'essai au bleu de méthylène dans les projets du Génie Civil. Bulletin de Liaison des Ponts et Chaussées, 1989, vol. 159.
- LEA F.M. Testing of pozzolanic cements. Cements technology, 1973, vol. 41, pp. 21-25
- LECLOUX A. Exploitation des isothermes d'adsorption et de désorption d'azote pour l'étude de la texture des solides poreux. Mémoires de la Société Royale des Sciences de Liège, 1971, 6^e série, T1, fascicule 4, pp.169-209
- LOUKILI A., KHELIDJ A., RICHARD P. Hydration kinetics, change of relative humidity, and autogenous shrinkage of ultra-high-strength concrete. Cement and Concrete Research, 1999, vol. 29, pp. 577-584
- MACPHERSON D.R., FORBRICH L. R. Determination of uncombined lime in Portland cement – The ethylene glycol method. Industrial and Engineering Chemistry, 1937, vol. 9 (10), pp. 451-453
- MAGNAN J.P. Description, identification et classification des sols. Techniques de l'ingénieur, Construction, 1997, fascicule C208
- MALQUORI G. Proceeding at the IV International Symposium on the Chemistry of Cements, Washington, 1960
- MASSAZZA F. Chemistry of pozzolanic additions and mixed cements. Communication du 6^e congrès international de la Chimie du Ciment, Moscou, 1974
- MOUNANGA P. Etude expérimentale du comportement de pâtes de ciment au très jeune âge : hydratation, retrait, propriétés thermophysiques. Thèse de l'Université de Nantes, 2003, 245 p.
- MOUROPOULOU A., BAKOLAS A., AGGELAKOPOULOU E. Evaluation of pozzolanic activity of natural and artificial pozzolans by thermal analysis. Thermochimica Acta, 2004, vol. 420, pp. 135-140
- NEVILLE A. M. Propriétés des bétons. Editions Eyrolles, 2000, 824 p. ISBN 2-212-01320-5
- NF EN 197-1. Ciment – Partie 1 : composition, spécifications et critères de conformité des ciments courants. Norme Française, AFNOR, 2001
- NF EN 196-2. Méthodes d'essais des ciments – Partie 2 : analyse chimique des ciments. Norme Française, AFNOR, 1995
- NF EN 933-1. Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats - Partie 1 : détermination de la granularité - Analyse granulométrique par tamisage. Norme Française, AFNOR, 1997
- NF ISO 10390. Qualité du sol : détermination du pH. Norme Française, AFNOR, 2005
- NF P94-051. Sols : reconnaissance et essais – Détermination des limites d'Atterberg – Limite de liquidité à la coupelle – Limite de plasticité au rouleau. Norme Française, AFNOR, 1993

- NF P94-068. Sols : reconnaissance et essais - Mesure de la capacité d'adsorption de bleu de méthylène d'un sol ou d'un matériau rocheux - Détermination de la valeur de bleu de méthylène d'un sol ou d'un matériau rocheux par l'essai à la tache. Norme Française, AFNOR, 1998
- NF P94-078. Sols : reconnaissance et essais – Indice CBR après immersion – Indice CBR immédiat – Indice Portant Immédiat. Norme Française, AFNOR, 1992.
- NF P94-093. Sols : reconnaissance et essais - Détermination des références de compactage d'un matériau - Essai Proctor normal. Essai Proctor modifié. Norme Française, AFNOR, 1999
- NF X31-210. Déchets – Essai de lixiviation. Norme Française, AFNOR, 1998
- NGUYEN T. B. Valorisation de sédiments traités par le procédé Novosol® dans les matériaux routiers. Thèse de l'Université de Toulouse, 2008 (en cours)
- PANDIAN N. S. Fly ash characterization with reference to geotechnical applications. Journal of the Indian Institute of Science, 2004, vol. 84, pp. 189-216.
- PAYA J, MONZO J., BORRACHERO M.V., VELAZQUEZ S., BONILLA M. Determination of the pozzolanic activity of fluid catalytic cracking residue – Thermogravimetric analysis studies on FC3R – lime pastes. Cement and Concrete Research, 2003, vol. 33, pp. 1085-1091
- PERRAKI T, KAKALI G., KONTORI E. Characterization and pozzolanic activity of thermally treated zeolite. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, 2005, vol. 82, pp. 109-113
- PIANTONE P., BODENAN F., LASSIN A., LEGENDRE O., PERRIN P. Evaluation environnementale de sédiments stabilisés par phosphatation. Environnement & Technique, 2007, vol. 271, pp. 41-48.
- RAT M. Essai au bleu de méthylène. Recueil d'articles parus dans le Bulletin de Liaison des Ponts et Chaussées, 1990, 80p.
- RICH C. Contribution à l'étude de l'activation thermique du kaolin : évolution de la structure cristallographique et activité pouzzolanique. Thèse de l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2005, 263 p.
- ROUQUEROL F., LUCIANI F., LLEWELYN P., DENOYEL R., ROUQUEROL J. Texture des matériaux pulvérulents ou poreux. Techniques de l'ingénieur, Analyse et caractérisation, 2003, fascicule P1050
- ROUQUEROL J., ROUQUEROL F., SING K. S. W. Adsorption by powders and porous solids - Principles, methodology and application. Editions Academic Press, 1999, 467p. ISBN 0-125-98920-2
- ROSZCZYNIANSKI W. Determination of pozzolanic activity of materials by thermal analysis. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, 2002, vol. 70, pp. 387-392
- SABIR B.B., WILD S., BAY J. Metakaolin and calcined clays as pozzolans for concrete : a review. Cement and Concrete Composites, 2001, vol. 23, pp. 441-454

SHI C., QIAN J. High performance cementing materials from industrial slags – a review. Resources and Conservation Recycling, 2000, vol. 29, pp. 195-207

VALLET P. Thermogravimétrie : étude critique et théorique, utilisation, principaux usages. Editions Gauthier-Villars, Paris, 1972, 388 p.

VENUAT M. Le traitement des sols à la chaux et au ciment. Publié par l'auteur, 1980, 459 p.

Chapitre 3

Valorisation des STN en couche de forme

1. Introduction

Comme il a été précisé dans la deuxième partie, la méthodologie que nous avons utilisée pour l'étude de la valorisation des STN en couche de forme est analogue à celle utilisée pour un sol classique, telle qu'elle est décrite dans le Guide du Traitement des Sols [GTS, 2000]. Après la phase de caractérisation du matériau, le GTS propose 3 niveaux d'étude de formulation, qui dépendent essentiellement de 3 facteurs : le mode de prise en compte de la couche de forme dans le dimensionnement de la chaussée, le niveau d'expérience acquis sur des chantiers similaires et l'intérêt économique d'optimiser les formulations. Le principal objectif de ce travail préliminaire est de prévoir le comportement du matériau traité en fonction du liant et du dosage retenu. Il est à noter que concrètement, dans les laboratoires routiers privés, il est assez rare de dépasser le niveau 1, le plus souvent pour des raisons liées aux délais que nécessitent des études de niveau 2 ou 3.

Concernant les STN, des études de formulation menées par Eurovia en vue de leur valorisation en couche d'assise (cf. Partie 1 – §6.2.3) ont permis d'aboutir à la mise en œuvre d'une planche d'essai. Cependant, lors des premiers essais, de nombreux problèmes avaient été mis en avant, dont notamment une absence de prise pour certains des liants utilisés. Nous avons axé nos recherches sur l'influence de la nature des liants en adoptant la méthodologie d'une étude de niveau 1.

Dans un premier temps, nous ferons quelques rappels concernant le traitement des sols en technique routière, puis nous présenterons la méthodologie de l'étude expérimentale avant de développer et d'interpréter les résultats des différents essais qui ont été mis en œuvre.

2. Le traitement des sols en technique routière

Les sols traités représentent de nos jours une part importante des matériaux utilisés en technique routière. Apparu à la fin des années soixante, le traitement des sols (à la chaux et/ou au liant hydraulique) a d'abord été appliqué à la réutilisation en remblai des matériaux humides et sensibles à l'eau, afin d'éviter les matériaux d'apport. Par la suite, cette technique s'est étendue à la réalisation des couches de forme, notamment pour la construction des autoroutes. L'objectif est de rendre un sol utilisable en améliorant ses caractéristiques rhéologiques, chimiques, mécaniques ainsi que sa durabilité [Venuat, 1980].

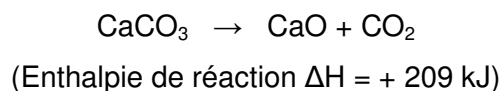
Ce paragraphe, constitué de 3 parties, vise à aborder, d'une manière générale, le traitement des sols en technique routière. Nous présenterons tout d'abord les différents produits de traitements, puis nous détaillerons leur action sur les sols et en dernier point, nous discuterons des éléments perturbateurs, susceptibles d'avoir une influence sur les effets recherchés avec les produits de traitement.

2.1. Les produits de traitements

2.1.1. La chaux aérienne

2.1.1.a. Généralités

La chaux, utilisée depuis des millénaires dans les matériaux de construction, est un produit naturel obtenu par cuisson de roches calcaires à une température d'environ 900°C. Le carbonate de calcium, CaCO_3 se décompose alors selon la réaction suivante :



Cette réaction est réversible : la chaux peut, après hydratation par l'humidité ambiante, se recarbonater lentement sous l'effet du CO_2 présent dans l'atmosphère, d'où la dénomination de « chaux aérienne ».

Après fabrication, la chaux est finement broyée dans des concasseurs à boulets dans le but d'accentuer sa réactivité.

2.1.1.b. Caractéristiques de la chaux aérienne

Les principales caractéristiques de la chaux ayant une influence sur les processus mis en jeu lors d'un traitement de sol sont les suivantes [Rossi et al., 2007] :

- La forme sous laquelle la chaux aérienne est utilisée : chaux vive qui est de loin la plus utilisée (environ 95% du marché), la chaux éteinte résultant de l'hydratation stoechiométrique de la chaux vive et le lait de chaux, qui est une solution de chaux saturée. Cette forme permet une bonne diffusion dans les matériaux mais elle est surtout employée dans les pays arides où il est nécessaire d'augmenter l'humidité des sols ;
- La teneur en chaux libre, exprimée sous forme de CaO équivalent : elle représente les quantités cumulées de chaux vive CaO et de chaux éteinte Ca(OH)_2 (cf. Partie 2 – §3.1.2) ;
- La granularité, définie à l'aide des tamisats 2 ; 0,2 et 0,08 mm ;
- La réactivité, déterminée selon la norme NF P98-102. Cet essai, applicable à la chaux vive, est représentatif de la qualité globale de la chaux : cuisson, finesse de broyage et teneur en chaux libre.

Des informations complémentaires ainsi que certaines propriétés spécifiques de la chaux sont précisées en annexe 4.

2.1.2. Les liants hydrauliques

2.1.2.a. Généralités

Les liants hydrauliques sont des produits qui, en présence d'eau, s'hydratent pour former des espèces insolubles ayant des propriétés liantes. Ils permettent d'agglomérer les matériaux granulaires en créant des ponts solides entre les différents éléments. Ce phénomène, dénommé couramment « prise hydraulique », confère à un sol une cohésion permanente dont l'importance dépend de la nature du matériau traité, du type de liant, de la quantité introduite, de la compacité atteinte lors de la mise en œuvre, de la température du milieu et de l'âge du mélange.

Les liants hydrauliques sont des mélanges comportant en proportions variables les éléments suivants :

- Des matériaux hydrauliques faisant prises en présence d'eau : clinker, laitiers de haut-fourneau, cendres volantes sulfocalciques de charbon ;
- Des matériaux pouzzolaniques faisant prise en présence d'eau et de chaux : cendres volantes silico alumineuses, fumées de silice, pouzzolanes naturelles ;
- Si nécessaire, un ou plusieurs activants dont le rôle principal est l'élévation du pH du milieu afin de déclencher la prise hydraulique des matériaux pouzzolaniques ;
- Différents ajouts éventuels, qui permettent d'ajuster certaines propriétés comme la cinétique de prise ;
- Des fillers calcaires.

En technique routière, 2 types de liants hydrauliques sont utilisés pour le traitement des sols : les ciments et les Liants Hydrauliques Routiers (LHR) développés par les cimentiers pour répondre aux attentes spécifiques des entreprises de construction routière.

2.1.2.b. Les ciments

Le principal constituant des ciments est le clinker, fabriqué à partir d'un mélange de calcaire (80 %) et d'argile (20 %). Après concassage, les grains sont intimement mélangés pour constituer ce qu'on appelle le « cru ». Ce dernier est calciné dans un four tournant à une température de 1450 °C pour obtenir le clinker. Il est ensuite brusquement refroidi puis finement broyé avec du gypse (entre 3 % et 5 %) afin de réguler la prise. La chimie des ciments étant une chimie des oxydes, l'industrie cimentière utilise une nomenclature simplifiée pour les principaux oxydes rencontrés, précisée en annexe 4.

Le clinker se compose essentiellement de 4 phases minérales : le silicate de calcium tricalcique ou alite C_3S (50 à 70 %), le silicate bicalcique ou bélite C_2S (15 à 30 %), l'aluminate tricalcique C_3A (5 à 10 %) et l'alumino-ferrite tétracalcique C_4AF (5 à 15 %).

Les différents ciments utilisés en Génie Civil sont répartis en 5 classes, dénommées CEM I à V (d'après la norme NF EN 197-1) qui diffèrent par leur teneur en clinker ainsi que par la quantité et la nature de constituants secondaires, qui doivent être précisés par le fabricant (cf. annexe 4). A chaque type de ciment correspondent une cinétique, un mécanisme de prise spécifique et des performances mécaniques. Par exemple, un liant riche en clinker tel que le CEM I, développe une prise rapide exclusivement hydraulique tandis

qu'un produit à dominante laitier favorise une prise plus lente liée à l'activation du laitier. On se reportera à l'annexe 4 pour plus d'informations concernant la normalisation des ciments.

2.1.2.c. Les Liants Hydrauliques Routiers (LHR)

Les LHR ne sont pas fondamentalement différents des ciments. On y retrouve, mais en proportions différentes, les mêmes constituants et les phénomènes de prise hydraulique sont de même nature que ceux rencontrés avec les ciments. Cependant, les LHR sont spécialement étudiés afin de présenter des avantages économiques et techniques pour le traitement des sols et pour la fabrication de matériaux d'assises de chaussées [GTS, 2000]. Par exemple, leur composition est principalement constituée de matériaux ne nécessitant pas de cuisson spécifique, ce qui réduit leur coût de production. De plus, leur fabrication pouvant être gérée de manière plus souple que celle des ciments, il peut être envisagé d'optimiser leur composition pour être adapté à un type de sol particulier ou à des conditions de mise œuvre spécifique (période de l'année, conditions climatiques, contraintes d'organisation du chantier, etc.).

De même que pour les ciments, les LHR font l'objet d'une norme concernant leurs spécifications, leurs critères de conformité et leur dénomination (NF P15-108). Ces aspects sont détaillés en annexe 4.

2.2. Actions des produits de traitement

2.2.1. La chaux aérienne

Lorsqu'on incorpore de la chaux aérienne dans un sol, plusieurs actions sont attendues. Elles peuvent être immédiates, dès l'instant où le mélange sol-chaux est constitué et portent alors sur l'état hydrique, l'argilosité et le cas échéant, sur la fraction organique du matériau. D'autres actions, dites à long terme, se poursuivent durant plusieurs mois, voire plusieurs années après la mise en œuvre du sol traité.

2.2.1.a. Actions immédiates

La première action immédiate de la chaux sur un sol est la modification de son état hydrique. Elle diffère cependant en fonction de la forme sous laquelle elle est employée :

- La chaux vive provoque un abaissement de la teneur en eau par la combinaison de 3 facteurs : consommation d'eau par hydratation, vaporisation

produite par la chaleur dégagée lors de l'hydratation et apport de matière sèche (chaux éteinte). La perte en eau est de l'ordre de 1 % par pour-cent de chaux vive introduite ;

- La chaux éteinte engendre un abaissement de la teneur en eau mais uniquement par apport de matière sèche. Elle est approximativement de 0,3 % par pour-cent de chaux éteinte introduite ;
- Le lait de chaux provoque au contraire une élévation de la teneur en eau qui dépend de la concentration et de la quantité utilisée.

La seconde action concerne la modification des caractéristiques de la fraction argileuse du sol traité. En effet, l'incorporation de chaux dans un sol argileux se traduit par un apport massif d'ions OH^- et Ca^{2+} . Ils modifient les propriétés électriques des argiles ce qui a pour conséquence de modifier la plasticité du sol traité (augmentation de la limite de liquidité) ainsi que sa portance (augmentation de l'IPI). Etant donné que les STN ne comportent pratiquement pas d'argiles, nous ne nous attarderons pas sur ces phénomènes.

Enfin, la chaux peut également réagir avec la fraction organique contenue dans un sol. Les principales conséquences sont la diminution de l'acidité des matières organiques et la neutralisation des agents pathogènes (virus, bactéries, etc.). Nous ne développerons pas non plus en détails ces aspects car une des conséquences du procédé Novosol[®] sur le traitement des sédiments est la destruction quasi-totale de la matière organique qu'ils contiennent.

2.2.1.b. Action à long terme

La principale action à long terme d'un traitement d'un sol à la chaux est l'action pouzzolanique. D'après le GTS, elle est rendue possible par la présence de certaines argiles (smectite et montmorillonite essentiellement). La pouzzolanité, dont le principe a été exposé Partie 2 - §5, a pour conséquence d'améliorer les performances mécaniques de la couche traitée et en particulier sa portance. Toutefois, les vitesses de solubilisation des constituants de la fraction argileuse d'un sol étant nettement plus faibles que pour les matériaux pouzzolaniques traditionnels, les phénomènes de cimentation se développent en général très lentement, notamment en raison du climat tempéré de nos régions. Concernant les STN, nous avons vu que ses propriétés pouzzolaniques s'exprimaient relativement rapidement, tout du moins à 20°C, ce qui explique que la chaux est un des liants que nous avons retenu pour la campagne de formulation.

2.2.2. Les liants hydrauliques

Comme pour la chaux aérienne, on peut distinguer également des actions immédiates et des actions à long terme. Cependant, avec ces produits, ce sont principalement les modifications à moyen terme et à long terme qui sont recherchées.

2.2.2.a. *Actions immédiates*

Elles sont analogues à celles de la chaux et portent dans un premier temps sur l'état hydrique du sol. Un assèchement se produit du fait de l'ajout de matière sèche et, dans une moindre mesure, de la perte d'eau consommée par l'hydratation du liant. Selon les dosages appliqués, la perte d'eau est de l'ordre de 0,3 à 0,5 % par pour-cent de liant.

La seconde action, exercée par les LHR comportant une forte proportion de chaux, se traduit par une modification de la fraction argileuse du sol, de même que décrite précédemment. Ce phénomène n'est cependant pas aussi intense et rapide que pour un traitement à la chaux seule.

2.2.2.b. *Actions à moyen et long terme*

Les liants, en s'hydratant, donnent naissance à des espèces insolubles et résistantes qui agglomèrent les particules du sol et qui vont permettre d'augmenter sa cohésion et sa résistance mécanique. On peut considérer, en simplifiant, que la prise hydraulique se développe en 3 étapes. La durée de chacune d'elle dépend de la nature du liant et de la température du mélange.

Etape 1 : C'est celle du démarrage de la prise. Elle est liée au temps nécessaire pour la mise en solution et la précipitation des hydrates du liant. Ce temps, qui correspond au délai de maniabilité peut varier entre 2 et 24, voire 48 h après la fabrication du mélange. Ce délai est très important dans les opérations de traitement des sols, car il fixe la durée possible des opérations de mise en œuvre ;

Etape 2 : Le développement de la précipitation et donc de la rigidification du mélange provoque la prise proprement dite. Elle s'étend de quelques jours pour les liants à forte proportion de clinker à quelques semaines pour les liants à prise lente comme certains LHR ;

Etape 3 : Une fois la prise terminée, il y a une période dite de durcissement durant laquelle on observe une poursuite de la croissance des résistances mécaniques. Sa durée peut

s'échelonner, toujours suivant la nature des liants et pour des climats tempérés, entre quelques semaines et plusieurs mois.

En traitement des sols, les durées de prise et de durcissement interviennent principalement pour évaluer le temps au bout duquel il est possible de solliciter mécaniquement le matériau traité. De même que pour les réactions pouzzolaniques, on peut considérer que la prise des liants hydrauliques s'interrompt dès que la température du mélange se situe en dessous de 5°C. Il convient de prendre en compte cet aspect en considération, notamment lorsqu'il s'agit d'évaluer la résistance du sol traité à l'âge correspondant à l'apparition probable du gel sur un chantier donné.

2.3. Eléments perturbateurs

Les principaux éléments perturbateurs que l'on peut rencontrer dans un sol sont les matières organiques, les phosphates, les nitrates et les sulfates. La matière organique des STN ont été détruites lors du traitement et nous avons précisé en Partie 2 - §3.1.1 que les phosphates, bien qu'en forte proportion n'étaient pas solubles. Quant aux nitrates et aux sulfates, leur fraction soluble n'a pas été quantifiée. Cependant, l'analyse chimique totale avait montré que les STN contenaient en masse 0,8 % de sulfates (cf. Partie 2 - Tableau 1). Or, on considère que même dans des proportions de l'ordre de 1 %, les sulfates sont potentiellement dangereux [GTS, 2000].

Les minéraux sulfatés n'empêchent pas la prise hydraulique mais ils peuvent être à l'origine de désordres ultérieurs : gonflement, fissuration, voire même destruction de la prise. Les conséquences de ces phénomènes sur les capacités portantes et les performances mécaniques de la couche traitée sont désastreuses [Rajasekaran, 2005]. Les réactions sulfatiques résultent de la présence naturelle de minéraux primaires comme gypse ($\text{CaSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$), les sulfures (pyrite, FeS_2) ou tout simplement d'une eau chargée en ions SO_4^{2-} . Les minéraux primaires constituent des précurseurs qui, en présence d'un liant (chaux et/ou liant hydraulique), vont donner naissance à des espèces sulfatées secondaires expansives [Le Roux & Orsetti, 2000]. Celles-ci sont nombreuses mais leur composition chimique se rapproche le plus souvent de l'ettringite $\text{Ca}_6[\text{Al}(\text{OH})_6]_2 \cdot (\text{SO}_4)_3 \cdot 26\text{H}_2\text{O}$.

Pour anticiper le « gonflement ettringitique », on effectue un essai qui consiste à vérifier la stabilité dimensionnelle d'éprouvettes conservées dans des conditions de cure particulières permettant d'accélérer les phénomènes de prise (cf. §3.3).

2.4. Conclusion

Lors d'un projet de construction routière, la nature des liants utilisés et leur action sur les sols sont essentielles à maîtriser. Cela conditionne de nombreux facteurs, qu'ils soient techniques (dimensionnement de la couche, matériel d'épandage et de malaxage, etc.) économiques ou encore liés à l'organisation générale du chantier (traficabilité, mise en œuvre des couches supérieures, etc.).

Nous avons abordé ces aspects essentiellement pour des sols en place mais pour les STN, certaines des actions des liants ou de la chaux ne sont pas à prendre en compte. Par exemple, nous avons évoqué que le principal effet recherché avec les traitements à la chaux était la neutralisation des argiles. Dans notre cas, cela ne représente pas de réel intérêt étant donné que les STN n'en contiennent pas. On peut également remarquer que l'influence des traitements sur l'état hydrique du matériau n'est pas non plus un élément à considérer en premier lieu car la teneur en eau des STN est pratiquement nulle. Cependant, cela aura des répercussions sur la quantité d'eau nécessaire à incorporer dans les formulations afin d'obtenir la consistance souhaitée.

Dans le paragraphe suivant, nous allons aborder la méthodologie utilisée pour l'étude du traitement des STN en vue de leur utilisation en couche de forme et décrire les différents essais que nous avons mis en œuvre.

3. Méthodologie de l'étude de traitement des STN

En règle générale, une étude de traitement comporte 2 volets. Le premier consiste, par des essais de caractérisation, à qualifier le matériau. Cela a été présenté Partie 2 - §4. Le second volet correspond à une étude de formulation, basée sur les recommandations du GTS. Comme nous l'avons précisé précédemment, nous avons choisi d'orienter notre étude sur la nature du liant. Ainsi, 5 liants ont été sélectionnés afin de comparer leurs performances respectives et de déterminer quels étaient les plus adaptés au traitement des STN. Le schéma de la figure 1 résume la méthodologie mise en place et le déroulement global de cette étude.

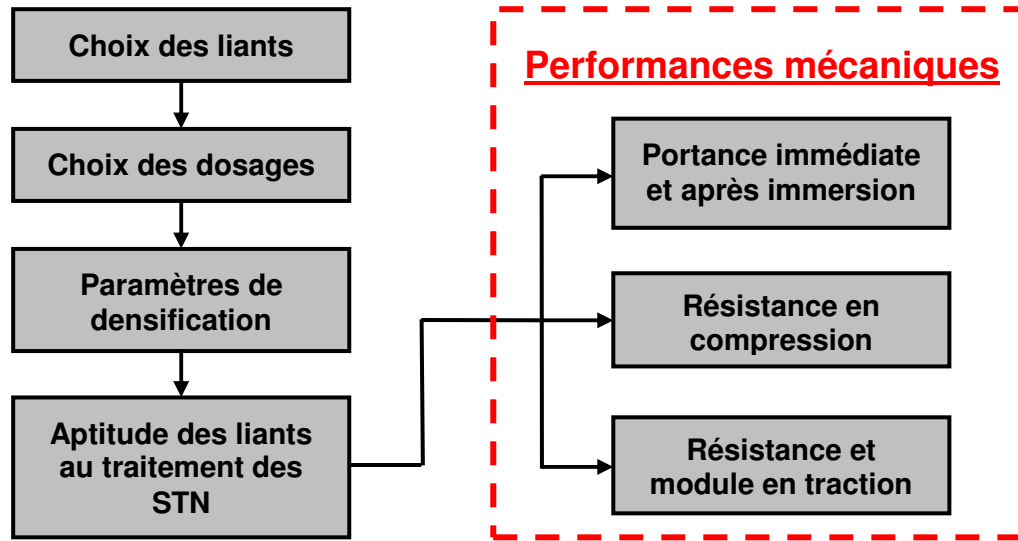


Figure 1 : Méthodologie générale des études de valorisation des STN en couche de forme

Nous allons à présent détailler chacune des étapes de ce diagramme et présenter les moyens mis en œuvre.

3.1. Choix des liants et des dosages

3.1.1. Les liants

Lors d'une étude de traitement de sol, le choix du liant est essentiellement conditionné par 2 critères. Le premier est un critère technique : en fonction de la nature et des propriétés du matériau à traiter, on choisit des liants qui sont, à priori, « adaptés » au type de sol et aux performances requises. L'expérience du maître d'œuvre et du cimentier sont généralement les meilleurs atouts pour sélectionner le ou les liants les plus appropriés. Cependant, afin de le confirmer, on pratique un essai spécifique (aptitude des liants au traitement), réalisé en amont de la caractérisation des performances mécaniques. Le second paramètre qui entre en jeu est lié à des critères géographiques et économiques. En effet, le coût de transport d'un liant entre son lieu de production et de mise en œuvre a de fortes répercussions sur le budget global d'un chantier. Cela est particulièrement vrai pour les LHR qui ne sont pas produits dans toutes les cimenteries. Dans la région Nord Pas-De-Calais, ce sont principalement des liants de la société Holcim qui sont utilisés.

En concertation avec le laboratoire routier de la délégation technique nord d'Eurovia, nous avons donc sélectionné 5 liants : 3 LHR de la société Holcim (Roc As, Roc Sol et Roc

SC), produits à Ebange (57), un ciment (CEM II 32,5) et de la chaux vive. Nous allons justifier les raisons de ces choix.

3.1.1.a. Le Roc As

Ce LHR polyvalent est couramment employé pour le traitement des sols, en particulier lorsqu'ils sont de nature limoneuse. Il est fabriqué à base de laitiers et d'une faible proportion de clinker afin d'obtenir un délai de maniabilité suffisant. Sa dénomination normalisée est HRB 30 S74 K21.

3.1.1.b. Le Roc Sol

C'est également un LHR à base de laitier et de clinker mais sa particularité est qu'il contient de la chaux vive. Il a été développé dans le but de se substituer à un traitement mixte « chaux + liant » et d'éviter ainsi un surcoût lié à la mise en œuvre de 2 produits différents. Dans notre cas, nous l'avons sélectionné afin de tirer bénéfice des propriétés pouzzolaniques des STN. Sa dénomination normalisée est HRB 30 S44 K30 CL21.

3.1.1.c. Le Roc SC

Le Roc SC a été développé par Holcim pour le traitement des craies et des matériaux présentant un caractère basique, comme c'est le cas pour les STN. Il est composé de laitier et d'un activateur. Sa dénomination normalisée est HRB 20 S85 Cs10.

3.1.1.d. Le ciment

Les traitements aux ciments sont également très couramment pratiqués dans nos régions. Etant donné que les exigences mécaniques requises dans les matériaux routiers sont relativement faibles, nous avons choisi d'utiliser un CEM II 32,5/B-M (LL-S) de la société Calcia.

3.1.1.e. La Chaux vive

Aux vues des bonnes performances mécaniques obtenues lors de la campagne de pouzzolanité, il nous a semblé intéressant d'inclure également un traitement à la chaux seule, avec cependant un dosage plus raisonnable que celui appliqué précédemment (10 % de chaux éteinte en masse). Généralement, si on traite un sol uniquement à la chaux, les performances mécaniques à court terme ne sont pas suffisantes et il faut alors compléter par

un traitement au liant hydraulique. Cependant, dans le cas des STN, nous pensons que cela ne sera pas nécessaire étant donné que nous avons observé que les résistances en compression augmentaient significativement dès les premiers jours (cf. Partie 2 - §3).

Nous avons utilisé de la chaux vive car c'est de loin la forme la plus employée sur les chantiers. De plus, d'un point de vue économique, la chaux éteinte est plus onéreuse du fait de l'étape d'extinction nécessaire à sa fabrication. La chaux que nous avons utilisée a été fabriquée par la société Lhoist.

Afin de vérifier sa conformité, nous avons évalué sa réactivité d'après la norme NF P98-102. Cela consiste à mesurer la température en fonction du temps d'une solution constituée de 600 ml d'eau déminéralisée et 150 g de chaux vive, placée dans un calorimètre et mélangée à l'aide d'un agitateur à ailettes à 300 tr/min. Selon la norme, une chaux est considérée comme étant « réactive » si le temps au bout duquel la température atteint 60°C (notée T_{60}) est inférieur à 20 minutes. Dans notre cas (Figure 2), T_{60} est inférieur à 2 minutes, ce qui indique qu'elle est très réactive (cf. Annexe 4).

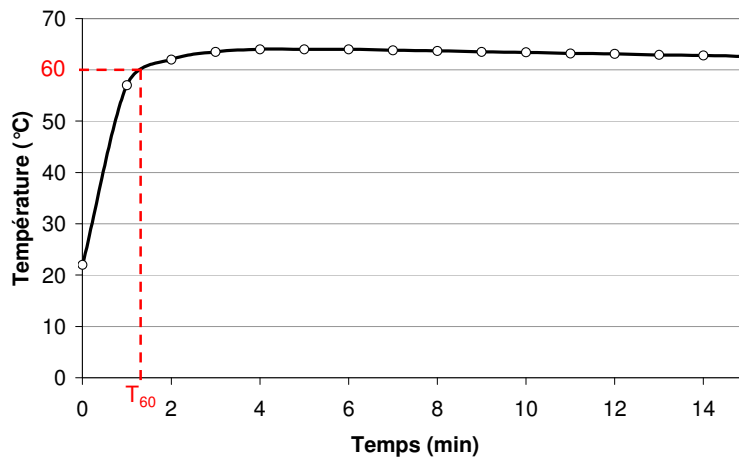


Figure 2 : Essai de réactivité de la chaux vive

3.1.2. Les dosages

Concernant les dosages des différents liants, nous nous sommes basés sur les préconisations du GTS [GTS, 2000]. Il y est indiqué que pour un matériau de type A₁, les dosages en liant hydraulique doivent être de l'ordre de 7 % et de 2 % pour la chaux (pourcentages calculés par rapport à la masse sèche totale). Nous avons respecté cette valeur pour la chaux mais pour les 3 LHR et le ciment, nous avons décidé d'abaisser le dosage à 5 % afin de tirer profit de la réactivité hydraulique naturelle des STN, mise en évidence lors de la campagne de pouzzolanité (cf. Partie 2 - §5).

3.1.3. Principales caractéristiques des liants

Le tableau 1 récapitule les principales propriétés des liants que nous avons utilisés ainsi que leur dosage. Les données indiquées sont celles fournies par les fabricants, conformément à la norme NF EN 197-1 pour les ciments et NF P15-108 pour les LHR (cf. annexe 4). Seuls le diamètre médian (D_{50}) et le passant à 80 μm (C_{80}), ont été mesurés (granulomètre laser Beckman Coulter LS 230 par voie sèche).

Dénomination		Résistance mécanique	Composition (%)	Granulométrie	Masse volumique (g/cm^3)	Dosage (%)
Commerciale	Normalisé					
Roc As	HRB 30 S74 K21	≥ 30 ≤ 50	Laitier : 64–84 Clinker : 11–31 C.S. : < 5	D_{50} : 18,5 μm C_{80} : 99 %	2,9	5
Roc Sol	HRB 30 S44 K30 CL21	≥ 30 ≤ 50	Laitier : 34–54 Clinker : 20–40 Chaux : 11–31 C.S. : < 5 %	D_{50} : 12,6 μm C_{80} : 98 %	3	5
Roc SC	HRB 20 S85 Cs10	≥ 20 ≤ 40	Laitier : 75–95 Clinker : < 5 Sulfate de calcium : 5–15 C.S. : < 5	D_{50} : 19,7 μm C_{80} : 99 %	2,9	5
CEM II 32,5	CEM II 32,5/B-M (LL-S)	$\geq 32,5$ $\leq 52,5$	Clinker : 65–79 Laitier + calcaire : 21–35 C.S. : < 5	D_{50} : 16,9 μm C_{80} : 99 %	3	5
Chaux Vive TP 0/2 mm	/	/	Chaux Libre : 87,8	D_{50} : 54,2 μm C_{80} : 65 %	3,2	2

Tableau 1 : Récapitulatif des liants utilisés et des dosages (C.S. : constituants secondaires)
* : à 28j pour les ciments et 56j pour les LHR (valeurs déterminées selon la norme NF EN 196-1)

3.2. Paramètres de densification

3.2.1. Détermination des paramètres Proctor des mélanges

Théoriquement, les paramètres de densification optimale d'un mélange (ρ_{OPN} et w_{OPN}) sont déterminés à l'aide de l'essai Proctor Normal, présenté Partie 2 – §4. Cependant, lors du projet Demoroute, Eurovia avait effectué un essai Proctor Normal sur un mélange STN / liant hydraulique, dosé à 7 %, qui avait donné les résultats suivants : $\rho_{\text{OPN}} = 1,31 \text{ g/cm}^3$ et $w_{\text{OPN}} = 31,2 \%$. Ces valeurs sont très proches de celles que nous avons obtenues avec le même essai sur un mélange STN + eau, sans liant (cf. Partie 2 - §3.3.3) : $\rho_{\text{OPN}} = 1,33 \text{ g/cm}^3$

et $w_{OPN} = 30,6 \%$. On remarquera également que les masses volumiques des 5 liants que nous avons choisis sont sensiblement identiques ($\sim 3 \text{ g/cm}^3$, cf. Tableau 1). Aussi, plutôt que de déterminer les paramètres Proctor expérimentalement pour chacun des 5 traitements envisagés, nous les avons estimés à partir de ceux obtenus pour 0 et 7 % par régression linéaire (Tableau 2).

Dosage en liant	Paramètres déterminés expérimentalement		Estimation des paramètres par régression linéaire	
	0 %	7 %	2 %	5 %
$\rho_{dOPN} (\text{g/cm}^3)$	1,33	1,31	1,32	1,32
$w_{OPN} (\%)$	30,6	31,2	30,8	30,9

Tableau 2 : Estimation de la masse volumique sèche et de la teneur en eau Proctor des différents traitements

Nous nous sommes aperçus à la fin de l'étude que nous avons commis une inexactitude concernant le mélange à la chaux vive. En effet, contrairement aux liants hydrauliques, la chaux s'hydrate très rapidement, ce qui a pour conséquence d'augmenter sensiblement la demande en eau initiale du mélange. Aussi, notre estimation de la teneur en eau Proctor pour cette formulation est probablement différente de celle que nous aurions obtenue expérimentalement. Cependant, comme nous le verrons par la suite, lors de la confection des éprouvettes, il est très délicat d'obtenir scrupuleusement le bon dosage en eau et les écarts expérimentaux peuvent être de l'ordre du pour-cent. D'autre part, remarquons que la teneur en eau optimale déterminée par l'essai Proctor Normal sur les mélanges à la chaux ne correspond pas à la demande en eau « réelle » de ce type de traitement. En effet, lors de cet essai, la teneur en eau est évaluée par étuvage à 105 °C après le compactage à la dame. Par conséquent, l'eau d'hydratation de la chaux n'est pas prise en compte dans la valeur obtenue (la déshydroxylation de la chaux s'effectue entre 400 et 600 °C, cf. Partie 2 - §4.3.1). Ainsi, dans le cas des traitements à la chaux, il existe inévitablement une différence entre la teneur en eau w_{OPN} déterminée expérimentalement et la quantité d'eau réellement nécessaire à mettre en œuvre.

3.2.2. Objectifs de compactage

Lors de la mise en œuvre d'une couche de forme sur un chantier, le GTR préconise d'obtenir une qualité de compactage de niveau « q3 » [GTR, 2000]. Cela signifie qu'à la teneur en eau Proctor, la densité moyenne en haut de couche (notée ρ_{dm}) doit être égale au minimum à 98,5 % de ρ_{dOPN} et celle en fond de couche (notée ρ_{dfc}), 96 % de ρ_{dOPN} . Ces

prescriptions ont été fixées à partir de nombreuses planches expérimentales accompagnées de mesures précises et répétées de la masse volumique en place, de l'observation du comportement d'ouvrages et d'un modèle mathématique calé sur ces données. Ces travaux ont mis en évidence que la densité sèche sur la hauteur de la couche n'était pas uniforme, comme cela est illustré figure 3.

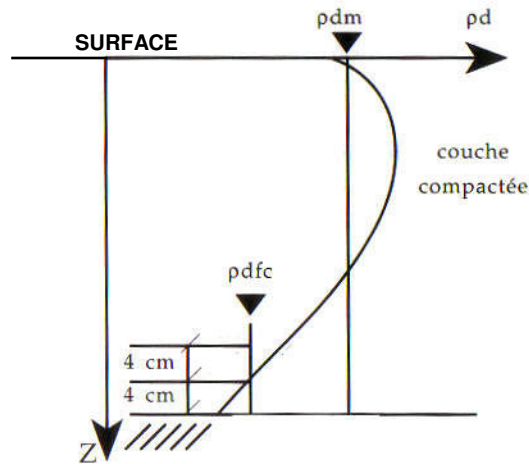


Figure 3 : Variation de la masse volumique sèche sur la hauteur d'une couche compactée [GTR, 2000]

D'un point de vue macroscopique, une couche de forme travaille essentiellement en flexion. Le haut de la couche est donc principalement sollicité en compression alors que le fond l'est en traction. Ainsi, lors des études en laboratoire, les éprouvettes destinées à des essais de compression sont confectionnées en visant w_{OPN} et $0,985 \times p_{dOPN}$ (densité minimum en haut de couche) et celles pour la traction à w_{OPN} et $0,96 \times p_{dOPN}$ (densité minimum en fond de couche).

3.3. Aptitude des liants au traitement

L'étude des performances mécaniques étant souvent longue à mener, l'aptitude d'un sol au traitement envisagé doit être rapidement déterminée. Grâce à des modalités de conservation particulières, il est possible de s'assurer, dans un délai relativement court, que le matériau traité après compactage présente une stabilité dimensionnelle et un comportement mécanique conformes à ce qui est attendu (Tableau 3).

L'essai d'aptitude au traitement, décrit dans la norme NF P94-100, consiste à accélérer les phénomènes de prise hydraulique. Il s'effectue sur des éprouvettes d'élanement 1. Dans notre cas, nous avons utilisé des moules permettant la confection d'éprouvettes de la dimension suivante : $\varnothing = 10 \text{ cm}$; $h = 10 \text{ cm}$. Elles sont compactées à w_{OPN} et $0,96 \times p_{dOPN}$

selon le protocole décrit en annexe 3. Les modalités de conservation, suivant le type de traitement, sont présentées dans le tableau 3.

Concernant la chaux, le temps de conservation initial de 3 jours a pour but de permettre à la chaux d'agir sur les argiles et la matière organique. Dans notre cas, étant donné que l'intérêt de ce traitement est uniquement lié au pouvoir pouzzolanique des STN, nous avons appliqué les mêmes modalités que pour les liants hydrauliques. D'autre part, lors des premiers essais, nous avons observé qu'après 4 heures de conservation, la cohésion des éprouvettes était très faible. Aussi, pour les 5 traitements envisagés, nous avons porté ce temps à 24 heures.

Type de traitement	Mode de conservation
Traitement au liant hydraulique éventuellement associé à la chaux	4h ± 15 minutes à 20 ± 2°C puis immersion pendant 7 jours ± 4 heures dans de l'eau à 40 ± 2°C
Traitement à la chaux seule	3 jours ± 4 heures à 20 ± 2°C puis immersion pendant 7 jours ± 4 heures dans de l'eau à 40 ± 2°C

Tableau 3 : Modes de conservation des éprouvettes pour l'étude de l'aptitude au traitement d'un sol (NF P94-100)

L'objectif de cet essai est double : il permet de mesurer le gonflement volumique (G_v) ainsi que de déterminer si la prise hydraulique se développe correctement. Ce second paramètre est évalué à l'aide d'un essai de compression diamétrale, encore appelé essai de traction brésilienne (cf. §3.4.3). On note R_{tb} la valeur de résistance obtenue par cet essai. Au final, 2 séries d'éprouvettes sont confectionnées : celles pour le gonflement, qui sont démoulées immédiatement après confection et celles pour le niveau de performance mécaniques, conservées dans les moules pendant l'immersion. Les valeurs de référence indiquées dans le tableau 4 permettent d'apprécier l'aptitude du matériau au traitement envisagé.

Type de traitement	Aptitude du sol	Paramètre considéré	
		Gonflement volumique G_v (%)	Résistance à la compression diamétrale R_{tb} (MPa)
Traitement au liant hydraulique éventuellement associé à la chaux	Adapté	≤ 5	$\geq 0,2$
	Douteux	$5 \leq G_v \leq 10$	$0,2 \geq R_{tb} \geq 0,1$
	Inadapté	≥ 10	$\leq 0,1$
Traitement à la chaux seule	Adapté	≤ 5	Paramètre non considéré du fait de la lenteur de la prise pouzzolanique
	Douteux	$5 \leq G_v \leq 10$	
	Inadapté	≥ 10	

Tableau 4 : Critères d'appréciation pour évaluer l'aptitude d'un sol au traitement (NF P94-100)

Théoriquement, il n'est pas nécessaire d'apprécier la résistance en compression diamétrale pour les traitements à la chaux du fait de la lenteur des réactions pouzzolaniques lors d'un traitement de sol en place. Cependant, dans notre cas, nous l'avons effectué, justement pour confirmer que les propriétés pouzzolaniques des STN s'exprimaient rapidement et que la chaux pouvait être de ce fait considérée comme un liant à part entière.

3.4. Etude des performances mécaniques

L'utilisation d'un sol traité en couche de forme nécessite de satisfaire plusieurs critères à plus ou moins long terme [GTS, 2000]. Ils diffèrent en fonction du type de traitement (chaux seule ou liant hydraulique). Cependant, pour les mêmes raisons que celles évoquées précédemment, nous avons appliqué les mêmes critères pour tous les traitements envisagés. De plus, un certain nombre de paramètres complémentaires ont été évalués. Au final, 3 types d'essai ont été mis en œuvre :

- des essais de poinçonnement permettant d'apprécier la portance immédiate (IPI) et après 4 jours d'immersion (I_{CBR}) ;
- des essais de compression simple afin de déterminer l'âge autorisant la mise en circulation de la couche traitée, la résistance à l'immersion au jeune âge, la résistance au gel et la cinétique de prise ;
- des essais de traction brésilienne pour évaluer la résistance et le module élastique en traction (R_t et E).

Nous allons détailler chacun de ces essais.

3.4.1. Essai de poinçonnement

L'essai de poinçonnement permet d'évaluer la portance d'un sol. Lorsqu'il est effectué immédiatement après le compactage dans un moule CBR, il s'agit de l'Indice Portant Immédiat (IPI), présenté Partie 2 - §4.3.2. Il est également possible de déterminer une autre grandeur, appelée indice CBR (Californian Bearing Ratio) après immersion (I_{CBR}). Le protocole de mesure est le même que pour l'IPI mais au lieu d'être effectué juste après le compactage du matériau, l'échantillon, toujours dans son moule, est totalement immergé dans de l'eau à 20°C pendant 4 jours. Sur sa partie supérieure, on dispose une charge annulaire de 4,6 kg afin de simuler les contraintes apportées par les couches supérieures de la chaussée (Figure 4). Durant l'imbibition, on mesure le gonflement du sol grâce à un comparateur opérant entre la surcharge et la paroi du moule, par l'intermédiaire d'un disque de gonflement (Figure 4).

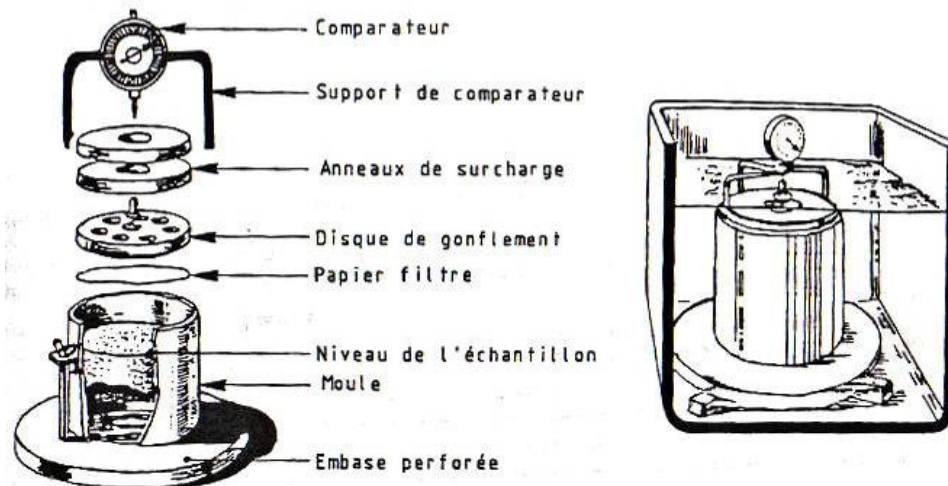


Figure 4 : Essai CBR – Description du montage pour mesurer le gonflement vertical pendant l'immersion (NF P94-078)

Pour chacun des 5 liants, nous avons effectué un essai de portance immédiate ainsi qu'un CBR après immersion. Les mélanges ont été confectionnés à la teneur en eau Proctor estimée dans le tableau 2, ce qui nous a permis de vérifier que les densités atteintes correspondaient bien à celles évaluées par le calcul. Enfin, nous avons déterminé le rapport I_{CBR}/IPI , qui permet d'évaluer la durabilité du traitement ainsi que le comportement de la couche en cas d'immersion aux jeunes âges. Ce paramètre est essentiel à vérifier car lorsqu'un sol fin est saturé en eau, il peut perdre totalement sa cohésion, notamment si le liant n'a pas débuté sa prise. La durabilité et la portance en cas d'immersion sont jugées satisfaisantes si le rapport I_{CBR}/IPI est supérieur à 1.

3.4.2. Essai de compression

Les essais de compression sont pratiqués sur des éprouvettes d'éclatement 2, confectionnées à w_{OPN} et $0,985 \times \rho_{dOPN}$. Les moules que nous avons utilisés permettent la fabrication d'éprouvettes ayant les dimensions suivantes : $\varnothing = 5 \text{ cm}$; $h = 10 \text{ cm}$. Le protocole de confection par compression statique selon la norme NF P98-230-2, la description des moules et les modalités de conservation normale sont précisés en annexe 3.

L'objectif des essais de compression est multiple : il permet de déterminer l'âge autorisant la mise en circulation des engins de chantier sur la couche traitée, de vérifier la résistance de la couche à l'immersion au jeune âge ainsi que la résistance au gel. Les deux premiers points constituent respectivement les critères de traficabilité et d'insensibilité à l'eau (qui est complémentaire de l'essai CBR après immersion). Pour évaluer ces 3 paramètres sur les 5 traitements envisagés, nous avons mesuré les résistances en compression d'éprouvettes après 2, 7, 28, 60 et 90 jours de maturation normale.

Le critère de traficabilité est jugé satisfaisant dès lors que la résistance en compression simple (R_c) est supérieure à 1 MPa. Il s'agit donc d'estimer à l'aide des courbes d'évolution le temps nécessaire pour que cette condition soit vérifiée.

L'évaluation de l'insensibilité à l'eau consiste à comparer les résistances obtenues à 60 jours sur des éprouvettes ayant subies 2 modes de cure différents. Une première série est conservée dans des conditions normales (cf. annexe 3) pendant 60 jours et on détermine ensuite sa résistance en compression, notée R_{c60} . La seconde série subit 28 jours de cure normale puis les éprouvettes sont immergées dans de l'eau à 20°C pendant 32 jours. A terme, on détermine leur résistance en compression, notée R_{ci} . Le rapport R_{ci}/R_{c60} permet d'apprécier l'insensibilité à l'eau du matériau. Elle est satisfaisante si la valeur obtenue est supérieure à 0,80 (critère pour un sol dont la valeur au bleu est inférieure à 0,5).

D'après le GTS, la résistance au gel est définie par rapport à une valeur minimale de résistance en traction brésilienne (cf. §3.4.3). On considère que le matériau traité résiste au gel si sa valeur de R_{tb} à l'âge correspondant à la première apparition statistique du gel est supérieure à 0,25 MPa. Cependant, pour des raisons pratiques, nous avons préféré nous baser sur un critère lié à la résistance en compression simple. Il est généralement admis que le rapport entre la résistance en compression et celle en traction est de l'ordre de 10, quel que soit l'âge considéré. Afin d'affiner cette valeur, nous avons déterminé pour chacun des liants le rapport des résistances à 2 âges, 28j et 90j, puis calculé la moyenne des 2 valeurs obtenues, notée $K_{c/t}$. A l'aide des courbes d'évolution des résistances en compression, nous

avons ensuite déterminé l'âge à partir duquel les valeurs étaient supérieures à $0,25 \times K_{ct}$ pour chacun des 5 liants. Ceci sera détaillé par la suite, au §4.4.4.

Enfin, les courbes d'évolution des résistances en compression permettent également d'apprécier les cinétiques de prise des différents liants.

3.4.3. Essai de traction brésilienne

L'objectif de cet essai est de déterminer les performances mécaniques en traction de la couche traitée (résistance en traction R_t et module élastique E) à 28 jours et 90 jours de maturation.

Le couple (R_t , E) peut être évalué de 2 manières différentes. La première consiste à effectuer un essai de traction directe sur des éprouvettes « diabolos » équipées d'anneaux d'extensométrie. Cependant, cet essai est coûteux et délicat à mettre en œuvre, notamment du fait qu'il est nécessaire d'utiliser des moules et un protocole de fabrication particulier pour la confection des éprouvettes. Aussi, on pratique plus couramment l'essai dit de traction brésilienne, décrit dans la norme NF P98-232-3, sur des éprouvettes cylindriques d'élanement 1, confectionnées à w_{OPN} et $0,96 \times p_{d_{OPN}}$. Dans notre cas, nous avons utilisé des moules ayant les dimensions suivantes : $\varnothing = 10 \text{ cm}$; $h = 10 \text{ cm}$. Le protocole de fabrication par compression statique selon la norme NF P98-230-2, la description des moules et les modalités de conservation normale sont précisés en annexe 3.

Le principe de l'essai consiste à effectuer une compression diamétrale en appliquant une charge linéique sur 2 génératrices diamétralement opposées de l'éprouvette (Figure 5). La résistance en traction brésilienne (R_{tb} en MPa) est déterminée à partir de la force appliquée par la presse au moment de la rupture de l'échantillon (F_r en Newton), en utilisant la formule suivante :

$$R_{tb} = 2.10^{-2} \times \frac{F_r}{\pi \cdot \varnothing \cdot h}$$

La valeur que l'on obtient correspond théoriquement à la résistance en traction de l'éprouvette. Cependant, elle est légèrement surestimée, car en pratique, il est impossible d'appliquer une charge strictement linéique (il se crée nécessairement une zone d'aplatissement). L'expérience a montré qu'en multipliant R_{tb} par 0,8, on obtenait une valeur plus cohérente de la résistance en traction réelle (R_t) du matériau compacté [GTS, 2000].

Concernant le module élastique E , il est estimé à 30 % de la contrainte maximale, c'est-à-dire lorsque que la charge appliquée est égale à $F_{0,3} = 0,3 \times F_r$. Si on note $\Delta\varnothing_{0,3}$

l'allongement du diamètre perpendiculaire au plan de rupture de l'éprouvette pour $F = F_{0,3}$, alors le module élastique E (MPa) peut être calculé avec la formule suivante ($\Delta\varnothing_{0,3}$ en cm) :

$$E = 10^{-2} \frac{K}{h} \times \frac{F_{0,3}}{\Delta\varnothing_{0,3}}$$

K est un paramètre qui dépend du coefficient de Poisson ν du matériau. Par défaut, on prend généralement $K = 0,291$ qui correspond à $\nu = 0,25$. Cependant, si ν est plutôt de l'ordre de 0,20, l'erreur commise sur la valeur du module est de 15 %, ce qui n'est pas négligeable. Aussi, une méthode permettant de déterminer le coefficient de Poisson lors de l'essai de compression diamétrale a été développée par le LCPC. Pour cela, il est nécessaire de déterminer la variation d'un second diamètre, orienté de 60° par rapport à la perpendiculaire du plan de rupture. Concrètement, ces déformations sont mesurées à l'aide de cadres d'extensométrie équipés de capteurs de déplacement (Figure 6).

Les principes théoriques ainsi que la vérification expérimentale de la pertinence de cette méthode de mesure ont été étudiés en détail par D. C. Nguyen et F. Derkx [Nguyen & Derkx, 1997].

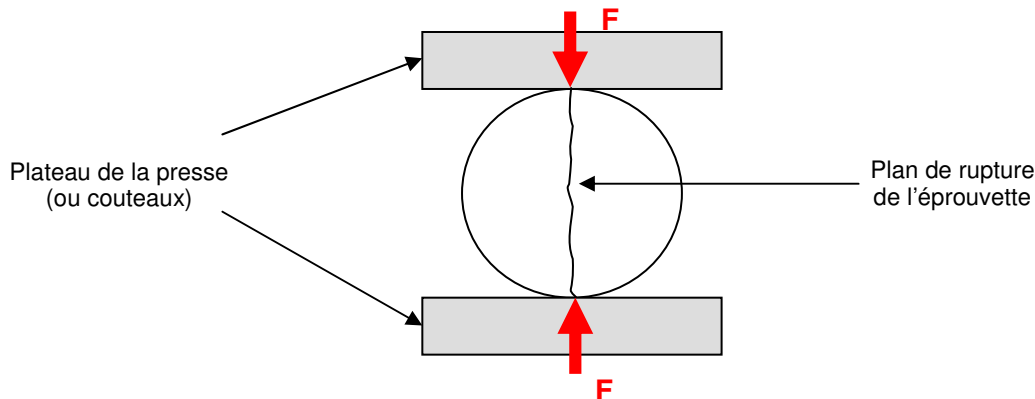


Figure 5 : Principe de l'essai de traction brésilienne

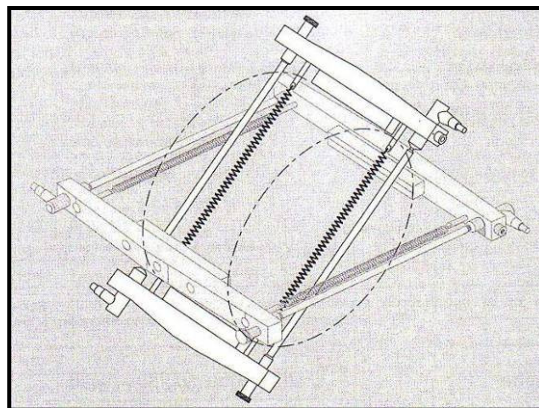


Figure 6 : Disposition des cadres d'extensométrie pour la détermination du module élastique E

A partir de la résistance en traction directe et du module d'Young d'un matériau traité, on peut déterminer sa classe mécanique. Elle correspond au numéro de la zone (1 à 5) où se situe le matériau dans l'abaque de classement du GTS (Figure 7). Plus la classe est élevée et moins les performances mécaniques sont intéressantes. Ce paramètre est essentiel car le dimensionnement et donc le coût de la mise en œuvre d'une couche de forme en dépendent directement. La zone 5 est le minimum requis pour l'utilisation d'un matériau traité en couche de forme mais les professionnels considèrent généralement qu'il faut se situer au moins en Zone 3 pour que cela représente un intérêt technico-économique. Bien entendu, ce critère n'est pas absolu car la zone de classement à atteindre dépend en réalité de nombreux facteurs : type de traitement, coût des matériaux, type de chaussée, qualité de la plate forme de support, etc. Cependant, en première approche, nous nous sommes fixés comme objectif que les traitements envisagés avec les STN permettent de se positionner au minimum en Zone 3 à 90 jours.

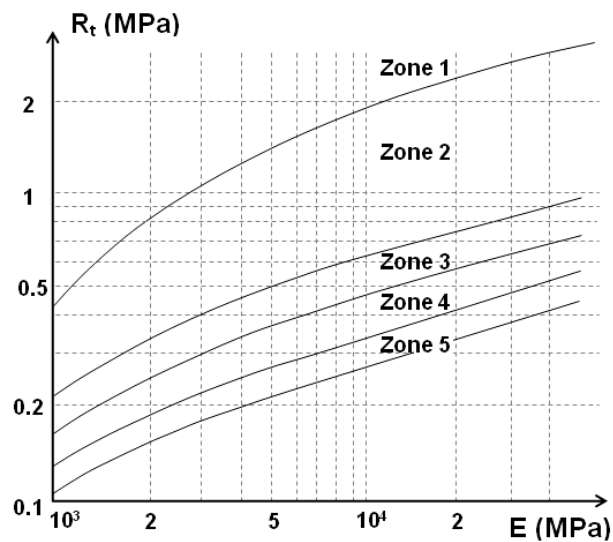


Figure 7 : Abaque de classement des performances mécaniques des matériaux traités [GTS, 2000]

3.5. Récapitulatif des essais

Le tableau 4 ci-après récapitule les différents essais que nous venons de présenter ainsi que les exigences requises et/ou les critères de jugement pour l'utilisation d'un matériau traité en couche de forme.

Propriété considérée	Grandeur caractéristique	Exigence ou critère de jugement
Aptitude au traitement : Gonflement	Gonflement volumique G_v d'éprouvettes immergées pendant 7 jours dans de l'eau à 40 °C	$G_v \% \leq 5$: adapté $5 \leq G_v \% \leq 10$: douteux $G_v \geq 10 \%$: inadapté
Aptitude au traitement : Performance mécanique	Résistance en traction brésilienne R_{tb} d'éprouvettes immergées pendant 7 jours dans de l'eau à 40 °C	$R_{tb} \geq 0,2$ MPa : adapté $0,2 \text{ MPa} \geq R_{tb} \geq 0,1$ MPa : douteux $R_{tb} \leq 0,1$ MPa : inadapté
Portance et durabilité	Poinçonnement immédiat (IPI) et après 4j d'immersion (I_{CBR}) sur une éprouvette compactée dans un moule CBR	$I_{CBR} / IPI \geq 1$
Gonflement de la couche traitée	Mesure du gonflement vertical lors de l'immersion pendant 4 jours de l'essai CBR	Comparatif entre les différents liants
Cinétique de prise	Evolution de la résistance en compression R_c jusqu'à 90 jours de maturation	Comparatif entre les différents liants
Age autorisant la circulation sur la couche traitée	Résistance en compression R_c	La couche de forme peut être circulée dès que $R_c \geq 1$ MPa
Résistance à l'immersion au jeune âge	R_c à 60 jours de maturation normale (R_{c60}) R_c après 28 jours de cure normale suivis de 32 jours d'immersion totale dans de l'eau à 20 °C (R_{ci})	Pour un sol dont le V_{BS} est inférieur à 0,5 : $R_{ci}/R_{c60} \geq 0,8$
Résistance au gel	Résistance en compression R_c Rapport moyen entre les résistances en compression et en traction à 28 et 90 jours $K_{c/t}$	La résistance au gel est jugée satisfaisante si R_c à l'âge correspondant à l'apparition probable du gel est supérieure à $0,25 \times K_{c/t}$
Performances mécaniques	Résistance en traction R_t (estimée à partir de la résistance en traction brésilienne R_{tb}) et module élastique E à 28 et 90 jours	Le couple (R_t , E) conduit au minimum à un matériau de classe mécanique 5. Objectif pour les STN : classe 3 à 90 jours

Tableau 5 : Récapitulatif des essais et des exigences et/ou des critères de jugement pour l'utilisation d'un matériau traité en couche de forme

3.6. Conclusion

Comme nous l'avons précisé en introduction, l'objectif de cette étude de formulation est de comparer les performances des 5 liants que nous avons sélectionnés. Les résultats obtenus nous permettront de connaître les avantages et inconvénients de chacun des traitements ainsi que d'avoir des informations sur l'intérêt technico-économique de

l'utilisation des STN en couche de forme. Bien entendu, ceci n'est qu'une première approche, limitée à une étude en laboratoire qui ne permet pas de préjuger des aspects relatifs à la mise en œuvre des STN sur un chantier.

Nous allons maintenant aborder la partie concernant la réalisation pratique des essais ainsi que l'analyse des résultats obtenus.

4. Réalisation des essais

Dans ce paragraphe, nous allons développer le travail expérimental lié à l'exécution des essais décrits précédemment. Pour chacun d'entre eux, nous décrirons le matériel et le protocole utilisé puis nous exposerons et interpréterons nos résultats.

Mais avant cela, nous allons présenter les paramètres de mise en œuvre des éprouvettes et faire quelques remarques concernant leur confection.

4.1. Confection des éprouvettes

4.1.1. Paramètres de mise en œuvre et composition des éprouvettes

Comme il a été précisé au paragraphe précédent, trois sortes d'éprouvettes sont nécessaires à confectionner pour réaliser la totalité des essais :

- Des éprouvettes « CBR » pour la détermination de l'IPI et de l' I_{CBR} . Elles sont élaborées par compactage à la dame directement dans les moules CBR selon le protocole décrit Partie 2 - §4.3.1 (essai Proctor Normal) ;
- Des éprouvettes cylindriques « 5 x 10 » ($\varnothing = 5$ cm ; $h = 10$ cm) pour les essais de compression. Conformément à ce qui a été dit §3-2, elles sont fabriquées en visant la teneur en eau Proctor w_{OPN} et 98,5 % de masse volumique sèche Proctor pd_{OPN} ;
- Des éprouvettes cylindriques « 10 x 10 » ($\varnothing = 10$ cm ; $h = 10$ cm) pour les essais d'aptitude au traitement et de traction brésilienne. Elles sont confectionnées en visant la teneur en eau Proctor w_{OPN} et 96 % de masse volumique sèche Proctor pd_{OPN} (cf. §3 – 2) ;

Pour les éprouvettes 5 x 5 et 5 x 10, les moules utilisés, le protocole de fabrication et le mode de conservation sont décrits en annexe 3.

Les paramètres de mise en œuvre des mélanges et des éprouvettes sont regroupés dans les tableaux 6-a et 6-b. On rappelle que les dosages en liant sont exprimés par rapport à la masse sèche totale du mélange.

	Mélanges au LHR ou ciment	Mélange à la chaux	Type de moule	Volume (cm ³)	Paramètres de mise en œuvre	
					ρ_d (g/cm ³)	w (%)
Dosage (%)	5	2	5 x 10	196,3	0,985 x ρ_{dOPN}	w_{OPN}
ρ_{dOPN} (g/cm ³)	1,32	1,32	10 x 10	785,4	0,96 x ρ_{dOPN}	w_{OPN}
w_{OPN} (%)	30,8	30,9	CBR	2297,3	ρ_{dOPN}	w_{OPN}

a **b**

Tableau 6 : a) Paramètres de mise en œuvre en fonction des mélanges ; b) Paramètres de mise en œuvre en fonction du type d'éprouvette

A partir de ces données, il est possible de remonter aux compositions théoriques de chacune des éprouvettes (Tableau 7).

		Masse théorique en g (traitement à 5 % de LHR ou de ciment)	Masse théorique en g (traitement 2 % de chaux)
5 x 10	STN	243,1	250,7
	Liant	12,8	5,1
	Eau	79,1	78,8
	Total	334,9	334,6
10 x 10	STN	947,6	973,1
	Liant	49,9	19,9
	Eau	308,2	305,8
	Total	1305,7	1298,8
CBR	STN	2880,8	2971,8
	Liant	151,6	60,6
	Eau	934	937
	Total	3966,4	3969,5

Tableau 7 : Composition des 3 types d'éprouvettes

4.1.2. Répartition des éprouvettes et quantité de mélange préparé en fonction des essais

Pour chaque liant, nous avons confectionné 34 éprouvettes, dont la répartition en fonction des essais est précisée tableau 8. Au total, ce sont donc $5 \times 34 = 170$ éprouvettes qui ont été fabriquées pour l'ensemble de ce travail expérimental. Pour chaque série et chaque liant, elles ont été confectionnées en une seule gâchée, exceptées celles destinées à la mesure de R_{ci} avec le Roc As pour lesquelles nous avons rencontré un problème lors de leur conservation, ce qui nous a amené à refaire une gâchée supplémentaire.

A partir des compositions de chaque type d'éprouvette (Tableau 7), nous avons calculé les quantités minimales à préparer pour chaque série (Tableau 8). Les valeurs obtenues ont été majorées afin de prélever des échantillons pour la teneur en eau (en début et fin de confection) et d'être en mesure de confectionner une ou plusieurs éprouvettes supplémentaires en cas de problème. D'autre part, pour les éprouvettes CBR, il est nécessaire de prévoir environ 20 % de mélange en plus car leur protocole de fabrication entraîne nécessairement une perte de matériau.

Essai ou grandeur mesurée	Aptitude au traitement	IPI et I_{CBR}	R_c	R_{ci}	R_t et E
Type d'éprouvette	10 x 10	Moule CBR	5 x 10	5 x 10	10 x 10
Nombre d'éprouvettes	3 pour G_v 3 pour R_{tb}	1 pour l'IPI 1 pour l' I_{CBR}	3 par âge (2, 7, 28, 60 et 90 jours) soit 15 au total	3	4 par âge (28 et 90 jours) soit 8 au total
Quantité minimale de mélange à préparer (kg)	~7,8	~8	~6	~6	~10,4
Quantité de mélange préparé (kg)	~10	~11	~8	~8	~13

Tableau 8 : Répartition des éprouvettes en fonction des essais et quantité de mélange préparé par série (pour un liant)

Précisons enfin qu'en pratique, les teneurs en eau ont été augmentées de 0,5 % par rapport à leur valeur théorique afin d'anticiper les pertes d'eau par évaporation lors de la confection des mélanges.

4.1.3. Teneur en eau et masse volumique expérimentale des éprouvettes

Immédiatement après démoulage, les éprouvettes « 5 x 10 » et « 10 x 10 » ont été mesurées (hauteur et diamètre) et pesées. Ces données ont été rassemblées en annexe 5. A partir de ces valeurs et des teneurs en eau des gâchées déterminées au début et à la fin de la confection de chaque série, nous avons évalué les masses volumiques sèches expérimentales des éprouvettes afin de les comparer aux valeurs théoriques (Tableaux 9 et 10).

Concernant les masses et les dimensions des éprouvettes (cf. annexe 5), on retrouve les mêmes observations que celles qui avaient été faites lors de la campagne de pouzzolanité (cf. Partie 2 - §5.2.2). Les masses expérimentales sont légèrement inférieures à la valeur théorique car il y a une perte de matière lors du démoulage et les hauteurs mesurées sont toutes supérieures à 100 mm du fait de l'élasticité du matériau compacté. En revanche, les diamètres des éprouvettes sont très proches de la valeur théorique, à savoir 50 mm.

D'autre part, on remarquera que la dispersion des valeurs obtenues est très faible. En effet, les écarts types sont tous inférieurs à 0,5 % de la mesure, ce qui indique une bonne répétitivité du protocole de fabrication des éprouvettes. De plus, les intervalles entre les valeurs minimales et maximales sont également relativement faibles (~1 % de la valeur moyenne), confirmant cette constatation. Enfin, la nature du liant utilisée et le type d'éprouvette (5 x 5 ou 10 x 10) ne semblent pas influencer ces paramètres.

Pour ce qui est de la teneur en eau, les valeurs mesurées expérimentalement sont assez proches des valeurs théoriques. Seuls les mélanges confectionnés avec de la chaux présentent des teneurs en eau sensiblement inférieures aux valeurs visées. Ceci provient probablement de l'hydratation de la chaux vive, qui consomme une certaine quantité d'eau, non prise en compte dans la détermination théorique de cette grandeur (cf. §3.2.1). La variation de teneur en eau entre le début et la fin de la confection des éprouvettes est d'environ 0,6 % pour les 5 x 10 et de 0,3 % pour les 10 x 10. Comme il a été précisé auparavant, ce phénomène a été anticipé en majorant les teneurs en eau théorique ajoutées au mélange de 0,5 %.

		Roc As	Roc Sol	Roc SC	CEM II	Chaux	Incertitude de la mesure
Teneur en eau (%)	Théorique	30,8	30,8	30,8	30,8	30,9	± 0,24
	Moyenne	30,9	30,4	30,9	30,8	29,9	
	Initiale	31,1	30,7	31,4	31	30,2	
	Finale	30,7	30,1	30,4	30,6	29,5	
Masse volumique sèche (g/cm³)	Théorique	1,30	1,30	1,30	1,30	1,30	± 0,012
	Moyenne	1,28	1,28	1,28	1,28	1,29	
	Minimum	1,27	1,27	1,27	1,27	1,28	
	Maximum	1,29	1,29	1,29	1,29	1,29	
	Ecart type	0,006	0,004	0,004	0,005	0,004	

Tableau 9 : Teneur en eau et masse volumique des éprouvettes « 5 x 10 »

		Roc As	Roc Sol	Roc SC	CEM II	Chaux	Incertitude de la mesure
Teneur en eau (%)*	Théorique	30,8	30,8	30,8	30,8	30,9	± 0,24
	Moyenne	31,1 / 30,5	30,9 / 30,8	N.D. / 31,2	31,0 / 31,3	30,2 / 30,0	
	Initiale	31,4 / 30,9	31,0 / 30,9	N.D. / 31,3	31,2 / 31,7	30,2 / 30,1	
	Finale	30,9 / 30,1	30,8 / 30,7	N.D. / 31,0	30,9 / 31,0	30,2 / 30,1	
Masse volumique sèche (g/cm³)	Théorique	1,27	1,27	1,27	1,27	1,27	± 0,011
	Moyenne	1,25	1,25	1,24	1,25	1,25	
	Minimum	1,25	1,25	1,23	1,24	1,25	
	Maximum	1,26	1,26	1,24	1,26	1,25	
	Ecart type	0,005	0,003	0,003	0,004	0,001	

Tableau 10 : Teneur en eau et caractéristiques des éprouvettes « 10 x 10 »

N.D. : non déterminé

* : 1^{ère} valeur : mélange destiné à la confection des éprouvettes pour les essais de traction brésilienne
 2^e valeur : mélange destiné à la confection des éprouvettes pour les essais d'aptitude au traitement

Finalement, les masses volumiques sèches des éprouvettes sont remarquablement constantes entre les différents liants mais sensiblement inférieures aux valeurs théoriques. L'écart moyen est de 1,7 % pour les éprouvettes « 5 x 5 » et de 2 % pour les « 10 x 10 ».

Concrètement cela signifie qu'elles ont été confectionnées respectivement à 97,1 % et 94,6 % de pd_{OPN} au lieu de 98,5 % et 96 %.

4.1.4. Conclusion

En conclusion, on peut dire qu'étant donné la faible dispersion des caractéristiques des éprouvettes, les écarts expérimentaux sur les différentes grandeurs mesurées seront, à priori, uniquement associés à la mise en œuvre de l'essai en lui-même. A chaque fois que cela sera possible, les dispersions des valeurs obtenues seront précisées avec les résultats. Le second point important à retenir est que les masses volumiques réelles des éprouvettes sont inférieures aux valeurs préconisées par le GTS. Cela signifie que l'on se place dans des conditions défavorables d'un point de vue mécanique étant donné que la qualité d'une couche de forme est principalement liée à son compactage [GTS, 2000]. Ainsi, les performances atteignables sur un chantier pourront à priori être supérieures à celles déterminées par cette étude expérimentale.

Nous allons maintenant présenter les essais mis en œuvre en commençant par l'aptitude des liants au traitement.

4.2. **Aptitude des liants au traitement**

4.2.1. Mise en œuvre de l'essai

Cet essai, présenté au paragraphe §3.3, consiste à évaluer le gonflement (G_v) et le niveau de performance mécanique (R_{tb}) d'éprouvettes placées dans des conditions de cure accélérée, conformément à la norme NF P94-100. Nous allons dans un premier temps décrire la préparation des éprouvettes et les méthodes d'essai utilisées.

4.2.1.a. *Préparation des éprouvettes*

Conformément à ce qui a été dit précédemment, 6 éprouvettes « 10 x 10 » ont été confectionnées pour chaque liant (3 pour G_v et 3 pour R_{tb}). Après une première phase de conservation normale de 24h, les éprouvettes confectionnées sont immergées dans de l'eau maintenue à 40°C pendant 7 jours (Figure 8-b). Les premières, destinées à la mesure du gonflement sont démoulées immédiatement après confection et entourées d'une bande en plastique (maintenue par des élastiques) afin d'éviter qu'elles ne se désagrègent lors de l'immersion. En revanche, les éprouvettes de la seconde série sont conservées dans leur

moule jusqu'à la fin de l'immersion (Figure 8-a et b). Elles sont démoulées au moment de l'essai de compression diamétrale.

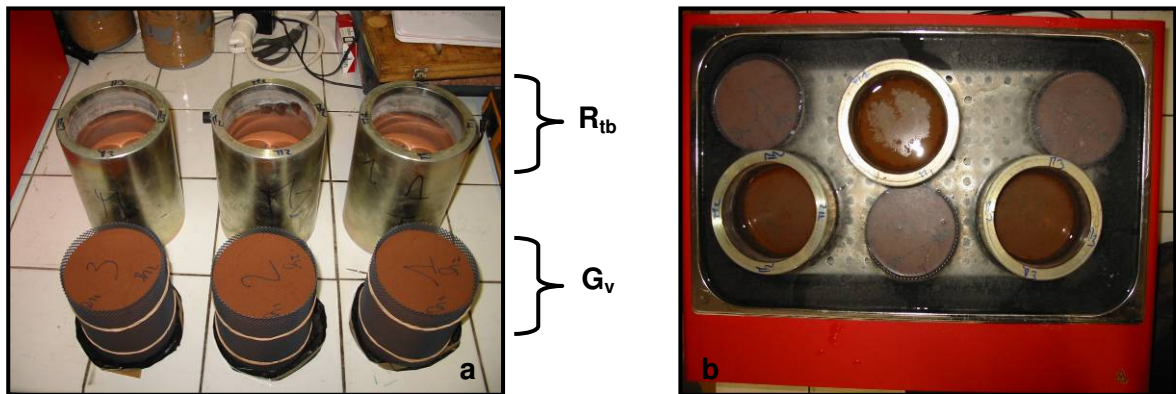


Figure 8 : Aptitude des liants au traitement- Aperçu des éprouvettes avant l'immersion (a) et pendant l'immersion (b)

4.2.1.b. Détermination du gonflement volumique G_v

Le volume initial V_i des éprouvettes est calculé immédiatement après leur confection, à partir de leurs dimensions (hauteur et diamètre), déterminées au pied à coulisse (précision : 0,1 mm), en suivant le protocole suivant :

- Hauteur (h_m en mm) : moyenne de 2 mesures espacées de 90° ;
- Diamètre (D_m en mm) : moyenne de 3 mesures : haut, milieu et bas de l'éprouvette.

V_i s'exprime donc de la façon suivante (en cm^3) :

$$V_i = 0,001 \times \frac{\pi D_m^2}{4} \times h_m$$

L'incertitude relative de la valeur obtenue est de 0,31 %.

Après immersion, on retire les bandes de plastique et on détermine le volume final V_f des échantillons par pesée hydrostatique. Pour cela, on sature dans un premier temps les éprouvettes sous vide pendant 4h. Ensuite, après avoir épongé leurs surfaces extérieures elles sont pesées à l'air (masse M_a en g) et immergées dans l'eau (masse M_e en g) (Figure 9).

Si on note ρ_e la masse volumique de l'eau ($\rho_e = 1 \text{ g/cm}^3$), alors le volume V_f de l'éprouvette est (en cm^3) :

$$V_f = \frac{M_a - M_e}{\rho_e}$$



Figure 9 : Pesée hydrostatique d'une éprouvette 10 x 10

La précision de la balance étant de 0,1 g, l'incertitude relative de la mesure du volume est de 0,03 %. On notera que cette méthode est 10 fois plus précise que celle qui consiste à évaluer le volume de l'éprouvette à partir de ses dimensions.

Finalement, le gonflement volumique G_v (en %) est :

$$G_v = \frac{V_f - V_i}{V_i}$$

L'incertitude absolue sur la détermination du gonflement volumique est de l'ordre de 0,32 %.

4.2.1.c. Détermination de la résistance en traction brésilienne R_{tb}

La résistance en traction brésilienne R_{tb} (en MPa) est déterminée par l'essai de compression diamétrale, tel qu'il est décrit au §3.4.3. Nous l'avons mis en place sur une presse de la société Wykeham Farrance d'une capacité de 50 kN. Elle a été équipée d'un capteur de force et de 2 pièces intermédiaires afin que la charge soit appliquée sur 2 génératrices opposées de l'éprouvette (Figure 10). Une fois l'échantillon correctement centré, le plateau inférieur est mis en mouvement à une vitesse de 0,12 mm/min et on relève la force à la rupture, notée F_r (en Newton). La valeur de R_{tb} est ensuite calculée à l'aide de l'équation 1 (cf. §3.4.3). L'incertitude relative liée à cette mesure est de 0,025 %.

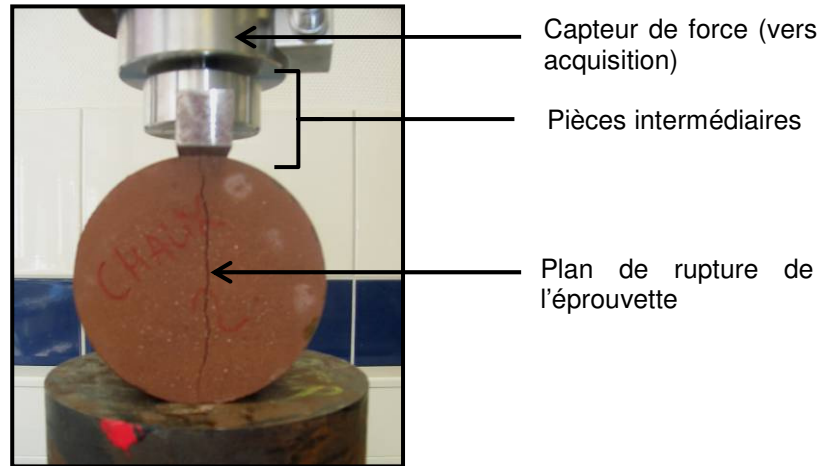


Figure 10 : Aptitude au traitement – Essai de traction brésilienne

4.2.2. Résultats et interprétations

4.2.2.a. *Gonflement volumique*

Les résultats obtenus sur le gonflement des éprouvettes en fonction de la nature du liant utilisé sont présentés tableau 11 et figure 11. Sur cette dernière, nous avons indiqué les valeurs seuils recommandées par le GTS (cf. Tableau 4).

Nature du liant	Roc As	Roc Sol	Roc SC	CEM II	Chaux Vive
G _v (%)	0,44	4,71	0,60	0,28	0,48

Tableau 11 : Aptitude au traitement - Gonflement volumique en fonction de la nature du liant

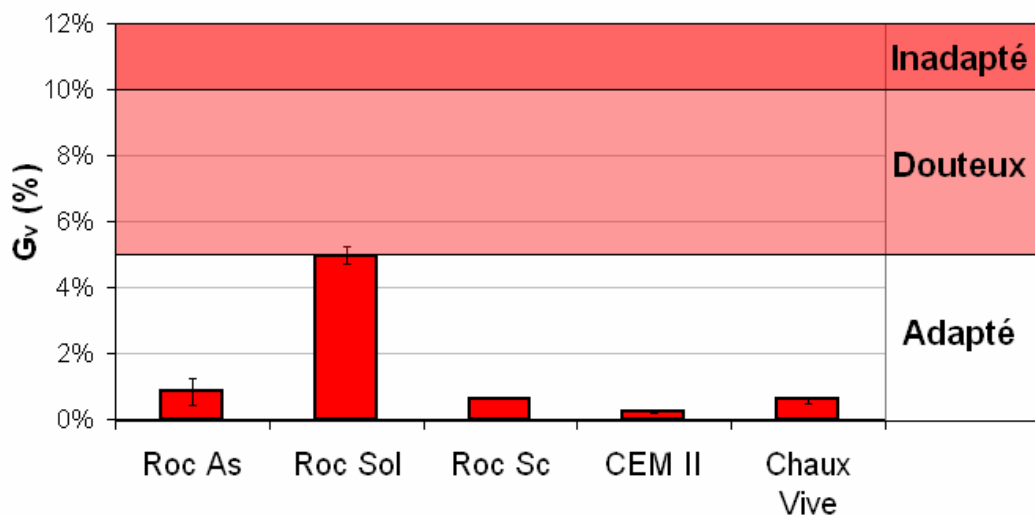


Figure 11 : Aptitude au traitement - Gonflement volumique en fonction de la nature du liant

La dispersion moyenne des mesures est de 18,7 %, ce qui est élevé. Cependant, cette constatation n'a pas réellement de sens pratique étant donné que les gonflements moyens sont relativement faibles et que par conséquent, les écarts les plus infimes ont de fortes conséquences sur la valeur de la dispersion. Cela est également cohérent avec la valeur de l'incertitude absolue, qui avait été estimée à 0,32 % (cf. §4.2.1.b). On notera cependant qu'un liant se distingue des autres, à savoir le Roc As, qui présente une dispersion de 45,6 %.

Par ailleurs, il ressort de ces résultats que le traitement au Roc Sol présentait un risque de gonflement important, les valeurs obtenues pour ce liant étant à la limite du seuil « douteux » (Figure 11). Des fissures sont apparues à la surface de certaines éprouvettes, sans orientation préférentielle (Figure 12). Les plus importantes, s'étalant sur une dizaine de cm, présentaient une ouverture supérieure à 1 mm et une profondeur de plusieurs centimètres. Les autres traitements n'ont engendré qu'un faible gonflement, inférieur à 1 %.



Figure 12 : Fissures sur les éprouvettes traitées au Roc Sol

Des analyses DRX n'ont pas permis de détecter la présence d'ettringite dans les éprouvettes traitées au Roc Sol. L'origine du gonflement provient plus probablement de l'hydratation de la chaux vive contenue dans ce liant (cf. Tableau 1). En effet, lors du processus de fabrication du Roc Sol, la chaux est broyée très finement ($\leq 2 \mu\text{m}$), ce qui augmente significativement sa réactivité. Or, l'hydratation de la chaux s'accompagne d'un gonflement volumique de 93 %. Dans les conditions de l'essai, les éprouvettes sont saturées ce qui favorise la réaction d'hydratation. Le matériau n'étant pas suffisamment consolidé, cela entraîne l'apparition de fissures. Cette hypothèse a été confirmée par une analyse granulométrique effectuée sur le Roc Sol après 24h d'hydratation qui a permis de mettre en évidence un accroissement du diamètre médian des grains de 33 %. C'est donc probablement le gonflement des grains de chaux vive qui est à l'origine des fissurations.

4.2.2.b. Niveau de performance mécanique

Les valeurs moyennes des mesures de R_{tb} pour les 5 liants ont été rassemblées tableau 12 et figure 13. De même que pour le gonflement volumique, nous y avons précisé les valeurs seuils préconisées par le GTS.

Nature du liant	Roc As	Roc Sol	Roc SC	CEM II	Chaux Vive
R_{tb} (MPa)	0,33	0,29	0,17	0,31	0,39

Tableau 12 : Aptitude au traitement - Résistance en traction brésilienne en fonction de la nature du liant

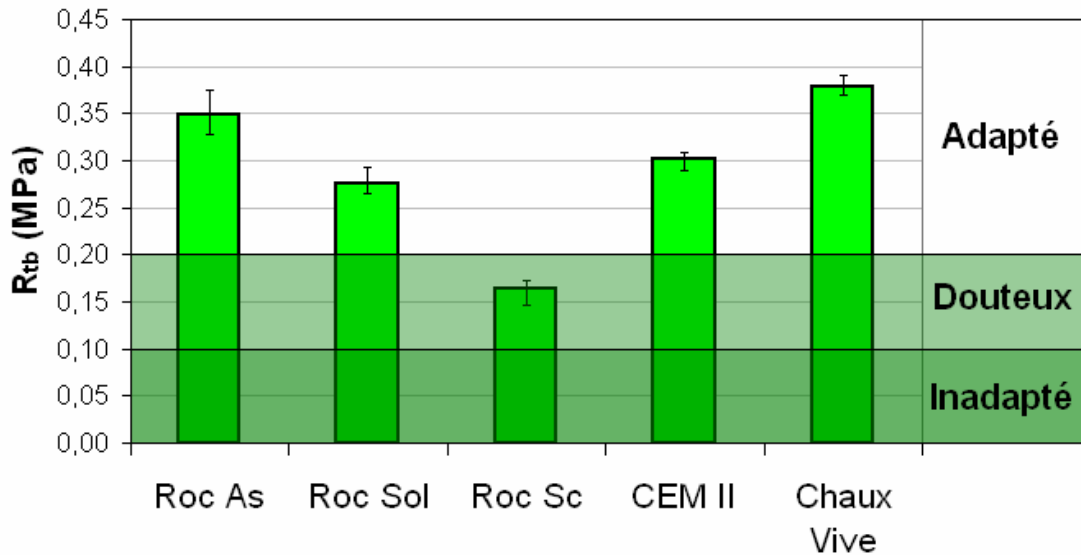


Figure 13 : Aptitude au traitement – Résistance en traction brésilienne en fonction de la nature du liant

La dispersion des résultats en fonction des liants est sensiblement la même, la moyenne étant de 5,2 % et la plus importante de 8 % (pour le Roc SC).

Les valeurs des résistances obtenues sont toutes supérieures à 0,2 MPa, excepté pour le Roc SC (Figure 13). Cependant, n'étant pas « inadapté » au sens de cet essai, ce liant n'a pas été écarté pour la suite des travaux.

4.2.3. Conclusion

Cet essai a mis en évidence qu'au sens de la norme NF P94-100 et aux dosages envisagés, les 5 liants étaient aptes au traitement des STN. Un gonflement préjudiciable a été observé avec le traitement au Roc Sol, entraînant la fissuration de certaines éprouvettes.

Cependant, ce problème n'a plus été rencontré par la suite, sur l'ensemble des éprouvettes confectionnées avec ce liant, conservées dans des conditions de cure normales.

Concernant le niveau de performance mécanique, il est apparu que les échantillons traités au Roc SC donnaient des résultats sensiblement inférieurs aux autres liants mais cependant conformes aux préconisations du GTS.

Nous allons maintenant aborder les essais de portance (IPI et I_{CBR}).

4.3. Détermination de l'IPI et de l' I_{CBR}

L'objectif de cet essai, présenté au §3.4.2, est d'évaluer la portance d'éprouvettes confectionnées selon le protocole de compactage Proctor Normal, immédiatement après leur fabrication (IPI) et après 4 jours d'immersion dans l'eau à 20 °C (I_{CBR}). Il nous a également permis de vérifier l'exactitude des paramètres Proctor déterminés par le calcul (cf. Tableau 2) et de mesurer, pendant la phase d'immersion, le gonflement vertical du matériau compacté (G_{ver}).

4.3.1. Mise en œuvre de l'essai

4.3.1.a. *Préparation des éprouvettes*

Pour chaque liant, 2 éprouvettes sont préparées dans des moules CBR (une pour l'IPI et l'autre pour I_{CBR}) en suivant le protocole de compactage de l'essai Proctor Normal selon la norme NF P094-93 (cf. Partie 2 - §4.3.1). Lors de la confection des mélanges, les quantités d'eau ajoutées sont calculées en fonction des valeurs déterminées tableau 2, majorées de 0,5 %, soit $w_{\text{OPN}} + 0,5 \%$.

Pour l'échantillon destiné à la détermination de I_{CBR} , on dispose des surcharges annulaires sur la face supérieure de l'éprouvette puis l'ensemble est immergé dans un bac rempli d'eau, lui-même disposé dans une pièce maintenue à 20 ± 1 °C. Enfin, le dispositif de mesure du gonflement vertical est placé en appui sur les rebords du moule (cf. Figure 4 et Figure 14).

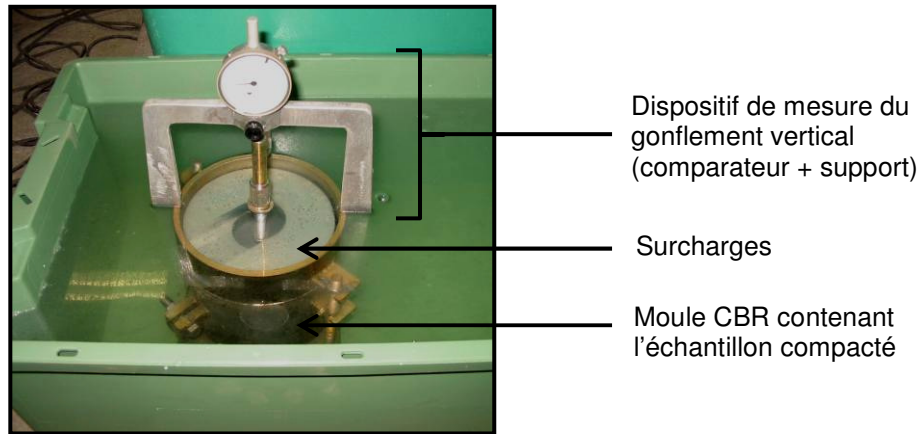


Figure 14 : Immersion de l'éprouvette pour la détermination de I_{CBR} et de G_{ver}

4.3.1.b. Mesure du gonflement vertical

Le comparateur est réglé à 0 au début de l'essai, puis la valeur du déplacement vertical ΔH (mm) est relevé régulièrement (précision : 10^{-2} mm) jusqu'au terme des 4 jours d'immersion. G_{ver} correspond au rapport du déplacement vertical avec la hauteur initiale de l'échantillon ($H = 126,6$ mm), exprimé en %, soit :

$$G_{ver} = \frac{\Delta H}{H} \times 100$$

L'incertitude relative de cette mesure (sur la valeur finale du gonflement) est de l'ordre de 0,6 %.

4.3.1.c. Détermination de l'IPI et de l' I_{CBR}

Les indices portants immédiats et après immersion sont déterminés par l'essai de poinçonnement tel qu'il est décrit Partie 2 - §4.3.2. Pour l'IPI, il est effectué immédiatement après compactage et pour l' I_{CBR} après la phase d'immersion.

4.3.1.d. Vérification de la masse volumique sèche ρ_{OPN}

Pour vérifier si les paramètres Proctor évalués par le calcul étaient corrects, nous avons pesé les moules à vide puis immédiatement après le compactage des éprouvettes destinées à la mesure de l'IPI (précision : 1 g). Les teneurs en eau ont été déterminées par étuvage à 105°C à la fin de la confection des éprouvettes. La balance utilisée a une précision de 0,1 g. Connaissant la masse de l'éprouvette, sa teneur en eau et son volume (volume du moule :

2297 cm³), on peut calculer sa masse volumique sèche ρ_d , avec une incertitude absolue liée à la mesure de 0,005 g/cm³.

4.3.2. Résultats et interprétations

4.3.2.a. Masse volumique sèche Proctor

Le tableau 13 ci-dessous regroupe pour chaque liant les valeurs des densités sèches obtenues sur les éprouvettes compactées pour l'essai d'IPI comparées aux valeurs théoriques de ρ_{dOPN} (cf. Tableau 2). Nous avons également précisé les teneurs en eau expérimentales.

Nature du liant		Roc As	Roc Sol	Roc SC	CEM II	Chaux Vive
w_{OPN} (%)	Théorique	30,9	30,9	30,9	30,9	30,8
	Expérimentale	31,2	30,6	30,2	30,1	30,3
ρ_{dOPN} (g/cm ³)	Théorique	1,32	1,32	1,32	1,32	1,32
	Expérimentale	1,33	1,34	1,33	1,32	1,30

Tableau 13 : Comparaison entre les paramètres Proctor théoriques et expérimentaux pour les 5 liants

A part pour le Roc As, toutes les teneurs en eau sont inférieures aux valeurs théoriques mais les écarts sont raisonnables (en moyenne, $\Delta w_{OPN} = 0,5 \%$). Concernant la densité sèche, on peut observer qu'en pratique, nous avons obtenu des valeurs très proches de celles déterminées théoriquement (en moyenne, $\Delta \rho_{OPN} = 0,01 \text{ g/cm}^3$).

4.3.2.b. Gonflement vertical G_{ver}

L'évolution du gonflement vertical en fonction du temps est donné figure 15. Nous avons également reporté les valeurs finales obtenues pour chaque liant dans le tableau 14.

La première constatation que l'on peut faire est que pour tous les liants, G_{ver} se stabilise rapidement et les valeurs maximales sont atteintes au bout de 12h. Le traitement au Roc Sol présente un gonflement légèrement supérieur aux autres liants comme cela avait été observé lors des essais d'aptitude au traitement (cf. §4.2.2.a). Cependant, quel que soit le liant, les valeurs obtenues sont faibles (de l'ordre du pour cent).

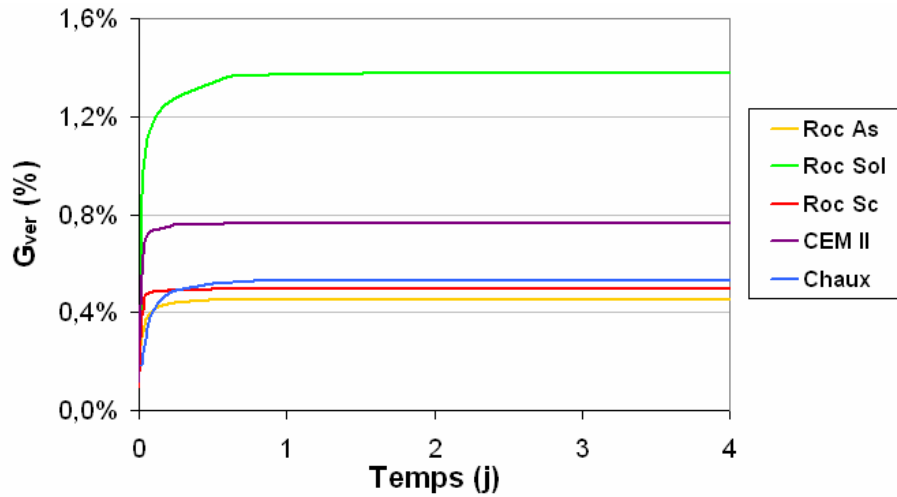


Figure 15 : Gonflement vertical G_{ver} en fonction temps et de la nature du liant

Nature du liant	Roc As	Roc Sol	Roc SC	CEM II	Chaux Vive
G_{ver} (%) final	0,45	1,38	0,50	0,77	0,53

Tableau 14 : Gonflement final en fonction des liants

4.3.2.c. IPI et I_{CBR}

Les résultats concernant les mesures de l'IPI et de l' I_{CBR} pour chacun des liants ont été rassemblés figure 16 et tableau 15. Nous avons également calculé le rapport I_{CBR}/IPI .

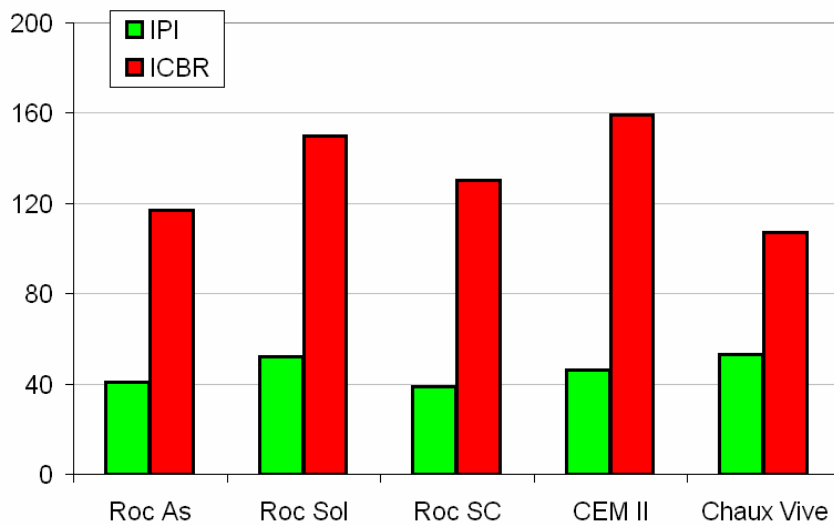


Figure 16 : IPI et I_{CBR} en fonction de la nature du liant

Nature du liant	Roc As	Roc Sol	Roc SC	CEM II	Chaux Vive
IPI	41	52	39	46	53
I _{CBR}	117	150	130	159	107
I _{CBR} /IPI	2,9	2,9	3,3	3,5	2

Tableau 15 : IPI et I_{CBR} en fonction de la nature du liant

Les valeurs d'IPI sont du même ordre de grandeur pour tous les liants. On remarquera cependant qu'elles sont légèrement supérieures pour le Roc Sol et la chaux vive. Cela provient probablement de la perte d'eau engendrée par l'hydratation de la chaux qui permet d'améliorer sensiblement la portance du matériau compacté. Concernant l'I_{CBR}, on peut observer des écarts plus significatifs : les traitements au Roc Sol et CEM II permettent d'obtenir les meilleures portances après immersion (159 et 150), puis viennent le Roc SC (130), le Roc As (117) et la chaux vive (107). La différence entre le Roc Sol et la chaux vive pourrait s'expliquer par le fait que le Roc Sol contient à la fois de la chaux et du clinker, ce dernier permettant d'améliorer plus rapidement et significativement la cohésion des STN qu'un traitement à la chaux seule.

Finalement, on retiendra que pour tous les traitements envisagés, la portance augmente fortement en cas d'immersion de la couche, les rapports I_{CBR}/IPI étant tous supérieurs à 2.

4.3.3. Conclusion

Cette campagne d'essais a permis de souligner plusieurs caractéristiques importantes concernant le comportement des STN traités. Tout d'abord, les valeurs des paramètres Proctor déterminés par le calcul ont été confirmées expérimentalement.

D'autre part, dans les conditions d'essai de l'I_{CBR}, proches de celles rencontrées par une couche de forme mise en œuvre (simulation des couches supérieures à l'aide des surcharges et frettage horizontal des éprouvettes), le gonflement des STN traités est stable dans le temps et n'engendre pas de déformations préjudiciables.

Enfin, nous avons mis en évidence que la portance était nettement améliorée après 4 jours d'immersion. Ainsi, le risque de perte de cohésion en cas de saturation hydrique de la couche est écarté et d'autre part, les rapports I_{CBR}/IPI sont tous nettement supérieurs à 1, ce qui est un critère de pérennité des traitements envisagés [GTS, 2000].

Nous allons à présent aborder les campagnes d'essais relatifs aux performances mécaniques des STN, en commençant par les résistances en compression simple.

4.4. Campagne d'essais en compression simple

Comme cela a été décrit tableau 5, les essais de résistance mécanique en compression permettent de caractériser plusieurs paramètres : la cinétique de prise, l'âge autorisant la circulation sur la couche traitée, la résistance à l'immersion au jeune âge et la résistance au gel.

Les paramètres de confection des éprouvettes ont été exposés §4.1 et le protocole de mise en œuvre de l'essai de compression est identique à celui présenté lors de la campagne de pouzzolanité (cf. Partie 2 - §5.2.3). Aussi, nous ne nous reviendrons pas sur ces aspects et présenterons directement les résultats obtenus pour chacune des propriétés précitées.

4.4.1. Evolution de la résistance mécanique et cinétique de prise

La figure 17 ci-après rassemble les courbes d'évolution des résistances mécaniques en fonction du temps (2, 7, 28, 60 et 90 jours) des 5 liants utilisés, pour les éprouvettes conservées en condition de cure normale.

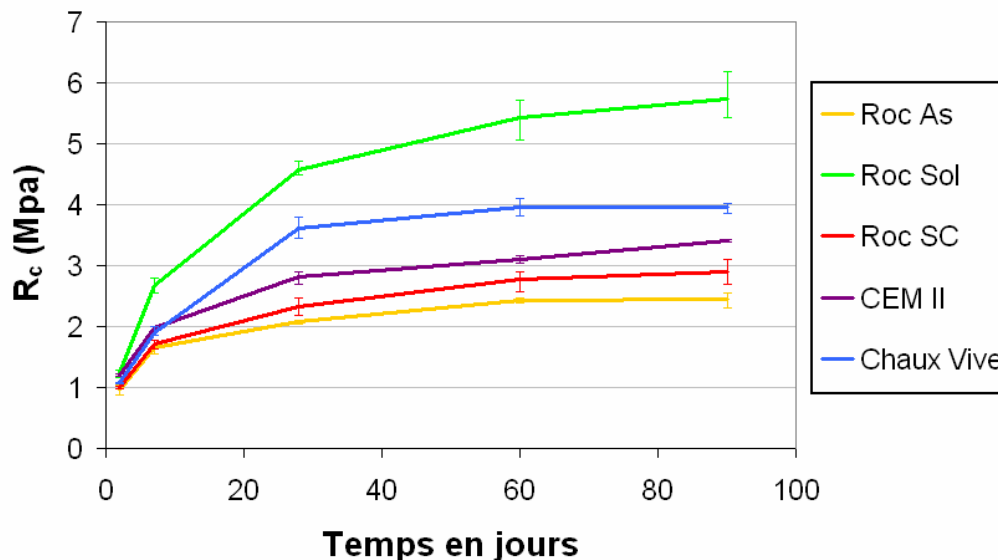


Figure 17 : Courbes d'évolution des résistances mécaniques en compression simple des 5 liants en fonction du temps de maturation

On peut observer qu'en fonction des traitements, les évolutions et les performances atteintes sont sensiblement différentes. On notera également que la dispersion des mesures est relativement faible (4 % en moyenne, maximum 9 % pour le Roc As à 2 jours)

Un liant se distingue des autres, à savoir le Roc Sol. En effet, c'est celui qui permet d'obtenir les meilleures performances mécaniques à 90 jours (5,7 MPa), sans compter que la forme de la courbe permet d'envisager des résistances encore supérieures au-delà de cette échéance. On observe le même phénomène avec le CEM II pour lequel les performances ne semblent pas totalement se stabiliser après 90 jours. Cela pourrait s'expliquer par le fait que lors de l'hydratation du ciment, il se forme progressivement de la Portlandite, ce qui permet de former par pouzzolanité de nouveaux hydrates qui améliorent la cohésion du matériau.

En revanche, les résistances obtenues avec la chaux vive, le Roc As et le Roc SC tendent vers une asymptote dès 60 jours pour les 2 premiers (respectivement égales à 4 MPa et 2,4 MPa) et probablement à partir de 90 jours pour le troisième (~2,9 MPa).

Finalement, il ressort de ces résultats que les traitements au Roc As et Roc SC sont ceux qui donnent les moins bonnes performances mécaniques en compression, que ce soit d'un point de vue des valeurs atteintes que de l'âge auquel elles se stabilisent. Il est d'ailleurs intéressant de remarquer que le comportement mécanique en compression de ces 2 liants sont pratiquement identiques à celui qui avait été observé lors de la campagne de pouzzolanité sur des éprouvettes de STN confectionnées sans liant (cf. Partie 1 - §5.2.4, Série 100S). On remarquera cependant que lors de cette campagne, la densité des échantillons était légèrement supérieure : $\rho_d = 1,31 \text{ g/cm}^3$ au lieu de $1,28 \text{ g/cm}^3$, soit une différence de 1,5 %. Cet écart est relativement faible mais comme nous l'avons déjà évoqué, la compacité des matériaux routiers a une forte influence sur ses performances mécaniques [GTS, 2000].

4.4.2. Age autorisant la circulation sur la couche de forme

Le critère permettant de déterminer cette caractéristique est lié aux performances mécaniques en compression du matériau traité. On considère qu'une couche de forme est circulaire dès lors que sa résistance en compression R_c est supérieure à 1 MPa (cf. §3.4.2).

D'après la figure 17, cette valeur est atteinte dès 2 jours pour les 5 liants étudiés. Le développement initial de la prise est rapide ce qui est particulièrement intéressant dans le scénario de valorisation des STN en couche de forme car cela permet de minimiser le délai de mise en œuvre des couches supérieures.

4.4.3. Résistance à l'immersion aux jeunes âges

Comme nous l'avons expliqué au §3.4.2, ce paramètre est évalué en calculant le rapport de la résistance en compression d'éprouvettes conservées 28 jours à l'air puis 32 jours immergées dans de l'eau (R_{ci}) à celle obtenue sur des éprouvettes conservées 60 jours en condition de cure normale (R_{c60}). Pour la phase d'immersion des éprouvettes, nous les avons placées dans un bac en acier inoxydable, lui-même disposé dans une pièce climatisée maintenue à 20°C (Figure 18).

Les résultats de cette campagne sont présentés tableau 16 et figure 19.



Figure 18 : Immersion des éprouvettes destinées à la détermination de R_{ci}

Nature du liant	Roc As	Roc Sol	Roc SC	CEM II	Chaux Vive
R_{c60} (MPa)	2,4	5,4	2,8	3,1	4
R_{ci} (MPa)	2,9	5	2,7	2,9	3,7
R_{ci} / R_{c60}	1,20	0,93	0,96	0,94	0,93

Tableau 16 : R_{ci} / R_{c60} en fonction de la nature du liant

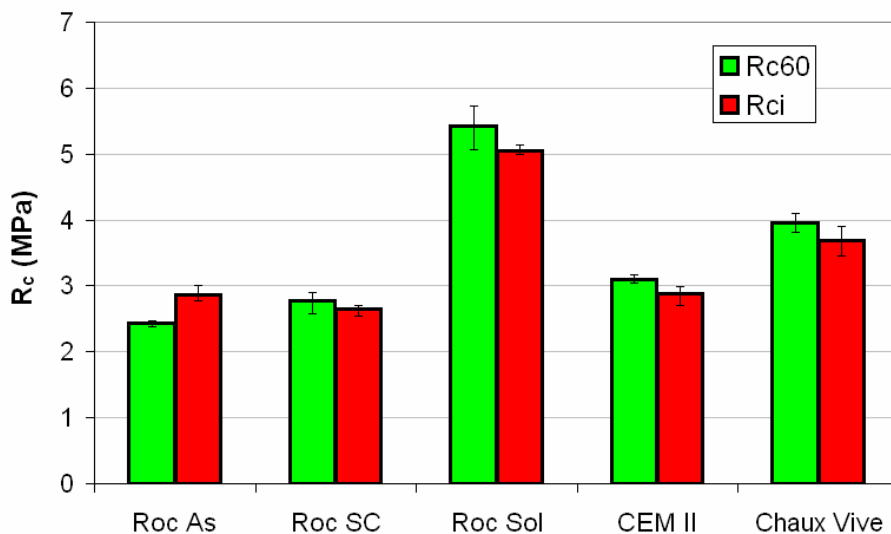


Figure 19 : R_{c60} et R_{ci} en fonction de la nature du liant

Ici encore, la dispersion des mesures est faible : 3,9 % en moyenne et 6,7 % au maximum sur la valeur de R_{c60} avec le Roc SC.

Si on compare les valeurs du rapport R_{ci}/R_{c60} entre les 5 liants, on peut s'apercevoir qu'elles sont toutes du même ordre de grandeur, excepté pour le Roc As. Cela provient d'un problème expérimental nous ayant contraint à réaliser une gâchée supplémentaire pour déterminer R_{ci} avec ce liant. Pour les autres, l'ensemble des éprouvettes ont été confectionnées en une seule fois.

Malgré la valeur erronée pour le Roc As, on peut considérer que quelque soit le liant, le rapport est supérieur à 0,8, valeur minimale préconisée par le GTS. Les STN traités ne présentent donc pas de perte de résistance significative en cas d'immersion au jeune âge.

4.4.4. Résistance au gel

Il a été précisé §3.4.2 que pour des raisons pratiques, nous avons évalué cette caractéristique à l'aide des essais de compression alors que théoriquement, on se base sur la résistance en traction brésilienne. L'objectif est de déterminer l'âge à partir duquel on a $R_{tb} \geq 0,25$ MPa. Pour trouver une condition équivalente sur R_c , il a été nécessaire dans un premier temps de calculer pour chacun des liants le rapport de conversion entre la résistance en compression et celle en traction, noté $K_{c/t}$. Le paramètre à évaluer est alors l'âge à partir duquel $R_c \geq K_{c/t} \times 0,25$.

4.4.4.a. Détermination des rapports de conversion

Ils ont été calculés à posteriori, en utilisant les résultats des essais de traction brésilienne présentés plus loin (cf. §4.5). Pour chaque liant, nous avons déterminé le rapport de R_c/R_{tb} à 28 et 90 jours de maturation. $K_{c/t}$ est la moyenne des 2 valeurs obtenues (Tableau 17).

Nature du liant	Roc As	Roc Sol	Roc SC	CEM II	Chaux Vive
R_c/R_{tb} à 28 jours	10,5	12,1	9,9	9,7	9,9
R_c/R_{tb} à 90 jours	12,3	12,5	11,2	9,3	9,8
$K_{c/t}$	11,4	12,3	10,6	9,5	9,9

Tableau 17 : Détermination des facteurs de conversion entre les résistances en compression (R_c) et en traction brésilienne (R_{tb})

On peut remarquer que les valeurs de R_c/R_{tb} à 28 et 90 jours sont assez proches, ce qui justifie la cohérence de notre approche. Le Roc As et le Roc SC présentent cependant des écarts significatifs. Cela pourrait provenir de la dispersion des mesures car pour tous les essais exposés jusque là, ce sont ces 2 liants qui ont obtenus les écarts expérimentaux les plus importants.

Concernant $K_{c/t}$, il varie sensiblement en fonction des liants mais comme prévu, sa valeur se situe autour de 10 (cf. §3.4.2).

4.4.4.b. Résultats et interprétation

A partir des données du tableau 17 et des courbes d'évolution de la résistance en compression (Figure 17), on peut finalement évaluer le nombre de jours nécessaires à respecter avant la date d'apparition probable du gel pour mettre en œuvre la couche de forme en fonction des différents liants (Tableau 18). Ces résultats ont été estimés par régression linéaire entre les valeurs connues à 2, 7, 28, 60 et 90 jours.

Nature du liant	Roc As	Roc Sol	Roc SC	CEM II	Chaux Vive
Valeur minimale de R_c ($K_{c/t} \times 0,25$ en MPa)	2,9	3,1	2,6	2,4	2,5
Temps (jours)	N.D.	~12	~47	~18	~14

Tableau 18 : Age à partir duquel $R_c \geq K_{c/t} \times 0,25$ en fonction des liants

Pour le Roc As, la résistance en compression à 90 jours (2,4 MPa) est inférieure à 2,9 MPa ce qui explique qu'il n'a pas été possible de déterminer son critère de résistance au gel. Le Roc Sol, CEM II et la chaux vive présentent des valeurs équivalentes de l'ordre de 15 jours. En revanche, pour le Roc SC, le nombre de jours à respecter avant la date d'apparition probable du gel est d'un mois et demi, ce qui est relativement élevé et constitue une contrainte importante. Par exemple, dans le Nord Pas-De-Calais, les premières gelées pouvant apparaître dès fin octobre, cela signifie qu'en cas de traitement au Roc SC, il est nécessaire que la couche de forme soit mise en œuvre mi-septembre.

Pour résumer, ces 2 liants ne présentent pas de bonnes performances pour le critère de résistance au gel.

4.5. Campagnes d'essais en compression diamétrale

L'ensemble de ces essais, décrits §3.4.3 a été réalisé au Laboratoire Régional des Ponts et Chaussées (LRPC) de Lille. Etant donné que les performances mécaniques en traction (R_t et E) sont essentielles à connaître précisément pour le dimensionnement d'une couche de forme, nous avons testé 4 éprouvettes « 10 x 10 » pour chaque âge et chaque liant, au lieu de 3 pour les campagnes précédentes.

Le protocole et les paramètres de fabrication des échantillons ont été décrits au §4.1.

4.5.1. Mise en œuvre de l'essai

Une fois sorties de leurs étuis, un gabarit est collé sur une des faces des éprouvettes. Il permet de positionner correctement les 2 cadres d'extensométrie permettant la mesure des déformations diamétrales. Le premier est situé perpendiculairement au plan de rupture et le second forme un angle de 60° avec le premier (Figure 20). Chacun est équipé de 2 capteurs de déplacement (un à chaque extrémité) afin d'améliorer la précision de la mesure. L'ensemble éprouvette + cadres d'extensométrie est ensuite disposé entre les couteaux d'une presse de compression, comme nous pouvons le voir sur la figure 20 (presse IGM d'une capacité de 270 kN). Un capteur de force situé sur le couteau supérieur permet de relever la charge linéique appliquée sur les génératrices de l'éprouvette. Il est relié, ainsi que les capteurs de déplacement, à un logiciel d'acquisition qui calcule à partir de ces données la résistance en traction brésilienne R_{tb} (en MPa), le coefficient de Poisson ν et le module élastique E (en MPa) de l'éprouvette (cf. §3.4.3). Enfin, précisons que la vitesse de déplacement pendant l'essai est de 0,01 MPa/s.

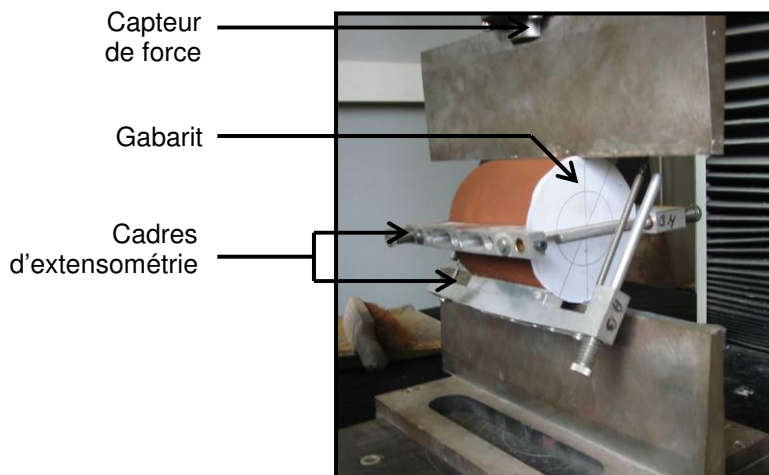


Figure 20 : Essai de compression diamétrale

Un exemple de courbe contrainte/déformation est donné figure 21.

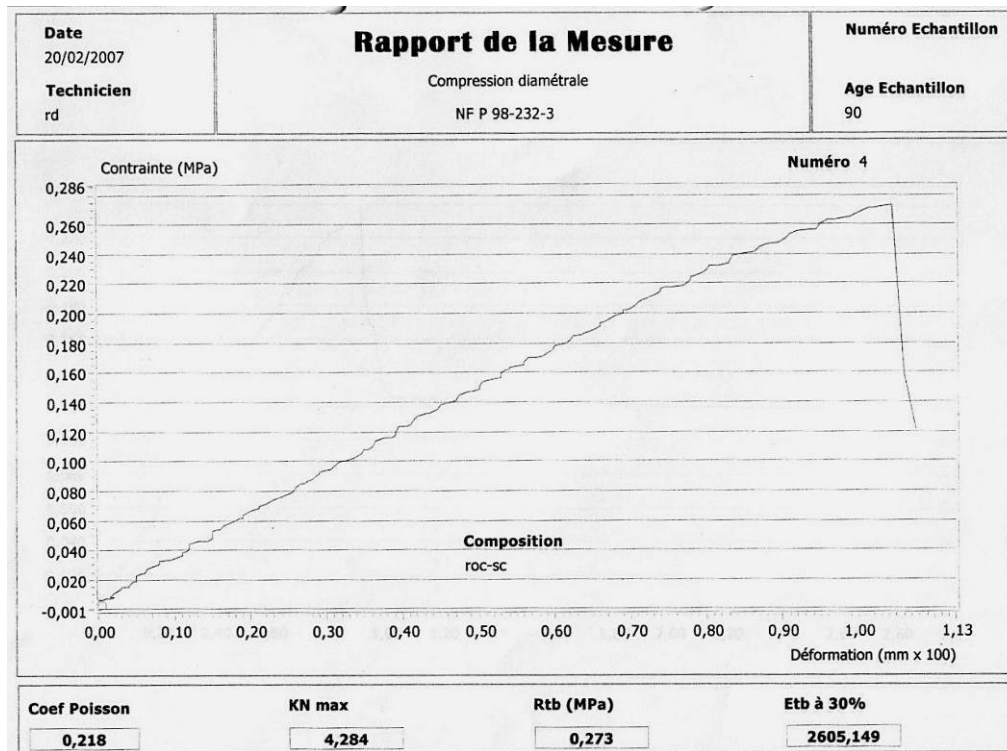


Figure 21 : Exemple de courbe contrainte/déformation lors de l'essai de traction brésilienne

4.5.2. Résultats et interprétation

Les résultats des essais sur les 5 liants à 28 jours et 90 jours ont été rassemblés tableau 19. R_t est évalué en multipliant R_{tb} par 0,8 (cf. §3.4.3).

Age des éprouvettes	Paramètre mécanique	Liant				
		Roc As	Roc Sol	Roc SC	CEM II	Chaux Vive
28 jours	R_{tb} (MPa)	0,20	0,38	0,23	0,29	0,36
	R_t (MPa)	0,16	0,30	0,19	0,23	0,29
	E (MPa)	2140	3290	2610	2970	3040
90 jours	R_{tb} (MPa)	0,20	0,46	0,26	0,37	0,40
	R_t (MPa)	0,16	0,37	0,21	0,29	0,32
	E (MPa)	2240	3680	2540	3170	3190

Tableau 19 : Paramètres mécaniques en traction des 5 liants à 28 jours et 90 jours de maturation

La dispersion expérimentale moyenne sur la mesure de R_{tb} est de 8,4 % et celle sur E est de 12,8 %. Elles sont supérieures à ce que nous avons rencontré jusqu'à présent mais restent cependant relativement raisonnables. On notera par ailleurs que ce sont une nouvelle fois le Roc AS et le Roc SC qui présentent les écarts expérimentaux les plus importants (respectivement 13,7 % sur R_{tb} à 28 jours et 27,4 % sur E à 28 jours).

A partir de ces données, (R_t et E), nous avons déterminé la classe mécanique de chaque liant en les positionnant dans l'abaque des performances mécaniques du GTS (Figures 22).

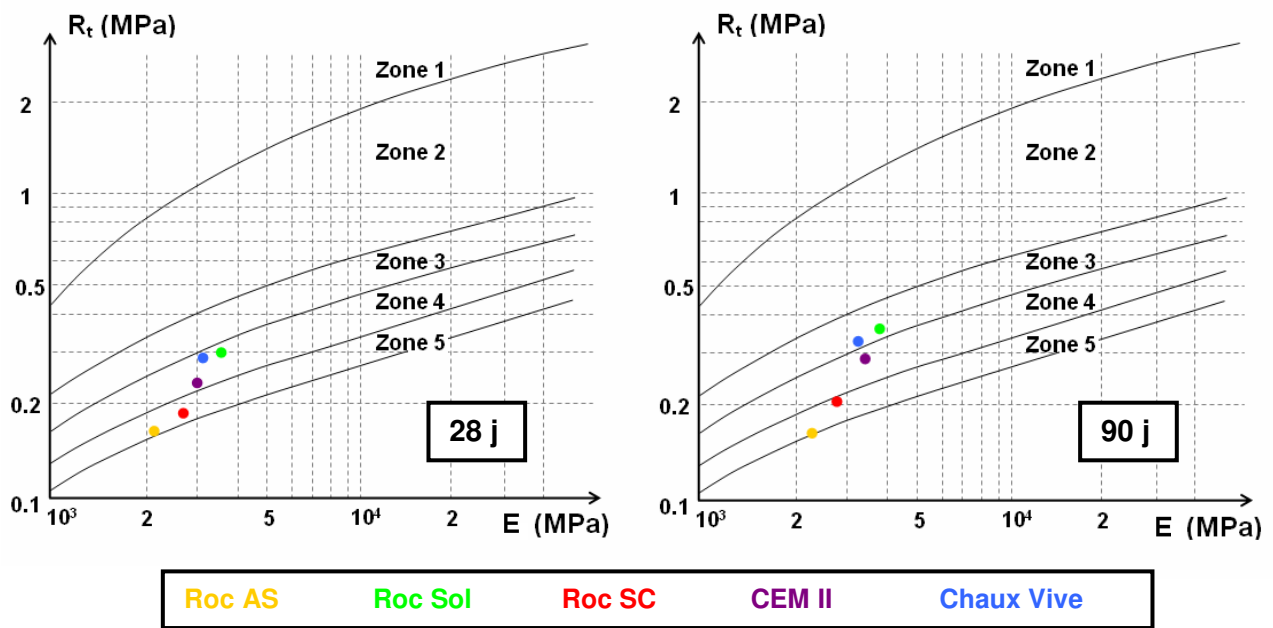


Figure 22 : Positionnement des 5 traitements à 28 et 90 jours dans l'abaque de classement du GTS

Nous avons précisé §3.4.3 que la valorisation des STN traités représentait un réel intérêt technico économique si les traitements envisagés se situaient au minimum moins en Zone 3. Toutefois, rappelons qu'il est possible d'utiliser un traitement se positionnant en Zone 4 ou 5 mais l'épaisseur de la couche et donc le coût de sa mise en œuvre est alors plus élevé.

On peut observer qu'à 28 jours, aucun des liants ne permet d'atteindre ce niveau de performance. En revanche, à 90 jours, les traitements au Roc Sol et à la chaux vive se situent en Zone 3. Le CEM II est en limite haute de la Zone 4 mais comme nous avons vu que ses performances semblent pouvoir encore augmenter après 90 jours (cf. §4.4.1), on peut supposer qu'au terme du développement de sa prise, il pourrait également se situer en Zone 3.

Le Roc AS et Roc SC sont les 2 liants qui donnent les moins bonnes performances et sont placés pour les 2 âges dans la Zone 5. On remarquera en particulier que pour le Roc AS, son point représentatif ne se déplace pratiquement pas entre 28 et 90 jours. Cela

rejoint les observations qui avaient été faites lors de la campagne de compression, à savoir que les résistances maximales envisageables avec ce liant sont atteintes rapidement.

4.5.3. Conclusion

Les résultats de ces essais sont tout à fait cohérents avec ceux qui avaient été obtenus lors la campagne de résistance en compression. En particulier, si on compare les performances mécaniques des liants entre eux, on retrouve le même classement que précédemment, à savoir par ordre croissant : le Roc As, le Roc SC, le CEM II, la chaux vive et le Roc Sol.

Comme nous avons pu le constater auparavant, ce sont les traitements au Roc Sol et à chaux vive qui donnent les meilleurs résultats et ce sont les seuls qui, à 90 jours, permettent d'atteindre l'objectif que nous nous étions fixés, à savoir de se classer en Zone 3.

Nous allons dans le paragraphe suivant reprendre, liant par liant, les principales caractéristiques des 5 formulations étudiées et évaluées selon la méthodologie du GTS, avant de conclure cette 3^e partie.

4.6. **Récapitulatif des résultats**

Les résultats des différents essais mis en œuvre pour la valorisation des STN en couche de forme ont été rassemblés dans le tableau 20. D'un point de vue général, le bilan est très positif. En effet, les 5 liants testés permettent d'envisager l'utilisation des STN pour constituer une couche de forme : aptitude au traitement vérifiée, excellente pérennité des traitements et gonflement non préjudiciable (cf. §4.3), bonne résistance à l'immersion et tous se situent au minimum en Zone 5 à 90 jours.

Cependant, leur comportement et leur niveau de performance diffèrent pour chacun d'entre eux :

Roc As (5 %) : C'est le liant qui présente les moins bonnes performances. Comme nous l'avons vu, son comportement mécanique est sensiblement identique à celui qu'on obtiendrait sans traitement. En particulier, nous avons constaté que ses performances mécaniques maximales étaient atteintes rapidement (entre 28 et 60 jours) et ne permettaient pas de satisfaire au critère de résistance au gel. En outre, il se positionne à 90 jours en Zone 5, ce qui ne constitue par un critère d'exclusion mais est relativement défavorisant d'un point de vue technico économique.

Roc SC (5 %) : Son comportement avec les STN est très similaire au Roc As mis à part qu'il a été possible de déterminer son critère de résistance au gel, environ 47 jours. Néanmoins, cette valeur est très élevée. La particularité de ces 2 liants est qu'ils contiennent une forte proportion de laitier broyé (cf. tableau 1). Ainsi, il semblerait que les STN inhibent l'activation des laitiers de haut fourneau. Nous n'avons cependant pas déterminé l'origine de ce phénomène.

CEM II (5 %) : Ce liant donne de bons résultats et est à priori très prometteur. Entre autre, nous avons pu mettre en évidence que sa prise n'était pas finalisée à 90 jours et que par conséquent, les performances mécaniques déterminées à 90 jours (Zone 4) pouvaient encore augmenter à plus grande échéance. D'après nous, la Portlandite générée par l'hydratation du ciment pourrait être à l'origine de ce comportement. En effet, les STN étant pouzzolaniques, cette chaux permet au fur et à mesure de sa formation, de créer de nouveaux hydrates, améliorant ainsi les performances mécaniques du matériau compacté.

Chaux Vive (2 %) : Ce traitement avait été choisi uniquement pour exploiter le potentiel pouzzolanique des STN. Nous pouvons constater que d'un point de vue des performances obtenues (Zone 3), les résultats sont très intéressants, compte tenu du faible dosage. D'autre part, et malgré un dosage assez faible (2 %), la cinétique de prise est rapide ($R_c > 1$ MPa dès 2 jours) et n'est donc pas un frein à son utilisation comme cela pourrait être le cas avec un autre matériau pouzzolanique.

Roc Sol (5 %) : C'est de loin le liant qui donne les meilleurs résultats : cinétique rapide, performances à 90 jours en Zone 3 et sa courbe d'évolution de résistance en compression permet d'envisager des résistances mécaniques accrues à plus long terme. Ce liant contient à la fois du clinker et de la chaux vive. Il est donc cohérent que son comportement se rapproche à la fois de celui du CEM II et du traitement à la chaux vive.

Nature de l'essai	Nature du liant				
	Roc As	Roc Sol	Roc SC	CEM II	Chaux Vive
Aptitude au traitement	$G_v \leq 5\%$: adapté $R_{tb} \geq 0,2$ MPa : adapté	$G_v \leq 5\%$: adapté $R_{tb} \geq 0,2$ MPa : adapté	$G_v \leq 5\%$: adapté $0,1$ MPa $\leq R_{tb} \leq$ $0,2$ MPa : douteux	$G_v \leq 5\%$: adapté $R_{tb} \geq 0,2$: adapté	$G_v \leq 5\%$: adapté $R_{tb} \geq 0,2$: adapté
Portance	$I_{CBR}/IPI \geq 1$	$I_{CBR}/IPI \geq 1$	$I_{CBR}/IPI \geq 1$	$I_{CBR}/IPI \geq 1$	$I_{CBR}/IPI \geq 1$
Age autorisant la circulation sur la couche traitée	2 jours	2 jours	2 jours	2 jours	2 jours
Résistance à l'immersion au jeune âge	$R_{ci}/R_{c60} \geq 0,8$	$R_{ci}/R_{c60} \geq 0,8$	$R_{ci}/R_{c60} \geq 0,8$	$R_{ci}/R_{c60} \geq 0,8$	$R_{ci}/R_{c60} \geq 0,8$
Résistance au gel (nombre de jours avant la date d'apparition probable du gel)	N.D.	~12 jours	~47 jours	~18 jours	~14 jours
Classe mécanique à 90 jours	Zone 5	Zone 3	Zone 5	Zone 4 (mais possibilité d'atteindre Zone 3 si ≥ 90 jours)	Zone 3

Tableau 20 : Récapitulatif des critères retenus par le GTS pour la valorisation des STN en couche de forme avec les 5 liants étudiés
N.D. : Non Déterminable

5. Conclusion

Dans le deuxième chapitre, nous avons présenté l'ensemble du travail concernant la caractérisation des STN, qui avait abouti sur la faisabilité de leur valorisation en couche de forme. En nous plaçant dans ce scénario de valorisation, nous avons développé dans ce 3^e chapitre une étude de formulation basée sur 5 liants différents. Ils ont été sélectionnés en fonction des usages pratiqués dans le Nord Pas-De-Calais ainsi que de certaines propriétés des STN. Ainsi, 3 Liants Hydrauliques Routiers (LHR) produits par la société Holcim ont été retenus : le Roc As, couramment utilisé pour le traitement des sols, le Roc Sol qui contient de la chaux permettant de tirer profit du caractère pouzzolanique des STN et le Roc SC qui est un liant adapté aux matériaux présentant un caractère basique. Nous avons également étudié un ciment CEM II 32,5 ainsi qu'un traitement à la chaux seule.

D'après la méthodologie utilisée (étude de niveau 1 du Guide du Traitement des Sols), les 5 liants permettent de valoriser des STN en couche de forme. En effet, aux dosages testés (5 % pour les liants hydrauliques, 2 % pour la chaux), ils ont tous été jugés aptes au traitement des STN, la portance est améliorée après immersion, ce qui garantit la pérennité du matériau traité, aucun ne présente de gonflement préjudiciable ni de perte de cohésion en cas de saturation à l'eau, le délai de mise en circulation est rapide (2 jours) et la résistance à l'immersion est satisfaisante.

Cependant, 2 liants se distinguent particulièrement par leurs bonnes propriétés mécaniques : il s'agit du Roc Sol et de la chaux. Ce sont les seuls dont les performances à 90 jours permettent de se situer en Zone 3, ce qui leur confère un avantage d'un point de vue technico économique. Ainsi, en tirant profit des propriétés pouzzolaniques des STN, il est possible d'obtenir un matériau présentant un bon comportement mécanique, même à court et moyen terme. De plus, on notera que dans le cas du Roc Sol, il semble qu'il soit possible d'obtenir des performances encore meilleures après 90 jours (résistance en compression non stabilisée à 90 jours). On peut faire la même remarque pour le traitement au CEM II, qui se place en Zone 4 mais qui pourrait s'améliorer à plus long terme.

En revanche, le Roc As et le Roc SC ont donné des performances nettement inférieures (Zone 5). Les performances atteintes en compression avec ces 2 liants sont pratiquement semblables celles qui avaient été obtenues sur des éprouvettes compactées sans liant (série 100S de la campagne de pouzzolanité, Partie 2 - §5). Etant donné que ces 2 LHR sont principalement à base de laitier, cela nous laisse supposer que les STN inhibent l'activation

des laitiers. Cela rejoint les conclusions du projet Demoroute, qui avait mis en avant un défaut de prise avec le Roc As.

Enfin, il faut également souligner que les résultats de cette étude, menée en laboratoire, sont vraisemblablement sous évaluées par rapport à ce qu'il serait possible d'obtenir sur un chantier. En effet, nous avons constaté que la compacité de nos éprouvettes se situaient en dessous des valeurs minimales théoriquement requises (~2 % d'écart). Or, la compacité d'une couche de forme a une très forte incidence sur ses performances globales. Il est donc probable qu'un test grandeur nature permettrait d'obtenir de meilleures performances que notre approche expérimentale. D'autre part, rappelons également que les dosages auxquels nous avons travaillé ont été minorés de 2 % par rapport aux valeurs préconisées par le GTS (uniquement sur les liants hydrauliques). Ainsi, par rapport à un sol en place de même qualité (classe A₁), il est à priori économiquement intéressant d'utiliser des STN pour constituer une couche de forme.

Liste des tableaux et figures

<u>Tableau 1 :</u>	Récapitulatif des liants utilisés et des dosages	100
<u>Tableau 2 :</u>	Estimation de la masse volumique sèche et de la teneur en eau Proctor des différents traitements	101
<u>Tableau 3 :</u>	Modes de conservation des éprouvettes pour l'étude de l'aptitude au traitement d'un sol (NF P94-100)	103
<u>Tableau 4 :</u>	Critères d'appréciation pour évaluer l'aptitude d'un sol au traitement (NF P14-100)	104
<u>Tableau 5 :</u>	Récapitulatif des essais et des exigences et/ou des critères de jugement pour l'utilisation d'un matériau traité en couche de forme.....	110
<u>Tableau 6 :</u>	a) Paramètres de mise en œuvre en fonction des mélanges ; b) Paramètres de mise en œuvre en fonction du type d'éprouvette.....	112
<u>Tableau 7 :</u>	Composition des 3 types d'éprouvettes	112
<u>Tableau 8 :</u>	Répartition des éprouvettes en fonction des essais et quantité de mélange préparé par série (pour un liant).....	113
<u>Tableau 9 :</u>	Teneur en eau et masse volumique des éprouvettes « 5 x 10 »	115
<u>Tableau 10 :</u>	Teneur en eau et caractéristiques des éprouvettes « 10 x 10 »	115
<u>Tableau 11 :</u>	Aptitude au traitement - Gonflement volumique en fonction de la nature du liant.....	119
<u>Tableau 12 :</u>	Aptitude au traitement - Résistance en traction brésilienne en fonction de la nature du liant.....	121
<u>Tableau 13 :</u>	Comparaison entre les paramètres Proctor théoriques et expérimentaux pour les 5 liants	124
<u>Tableau 14 :</u>	Gonflement final en fonction des liants	125
<u>Tableau 15 :</u>	IPI et I_{CBR} en fonction de la nature du liant	126
<u>Tableau 16 :</u>	R_{ci} / R_{c60} en fonction de la nature du liant.....	129
<u>Tableau 17 :</u>	Détermination des facteurs de conversion entre les résistances en compression (R_c) et en traction brésilienne (R_{tb})	130
<u>Tableau 18 :</u>	Age à partir duquel $R_c \geq K_{c/t} \times 0,25$ en fonction des liants	131
<u>Tableau 19 :</u>	Paramètres mécaniques en traction des 5 liants à 28 jours et 90 jours de maturation	133
<u>Tableau 20 :</u>	Récapitulatif des critères retenus par le GTS pour la valorisation des STN en couche de forme avec les 5 liants étudiés N.D. : Non Déterminable	137

<u>Figure 1 :</u>	Méthodologie générale des études de valorisation des STN en couche de forme ...	97
<u>Figure 2 :</u>	Essai de réactivité de la chaux vive	99
<u>Figure 3 :</u>	Variation de la masse volumique sèche sur la hauteur d'une couche compactée [GTR, 2000].....	102
<u>Figure 4 :</u>	Essai CBR – Description du montage pour mesurer le gonflement vertical pendant l'immersion (NF P94-078)	105
<u>Figure 5 :</u>	Principe de l'essai de traction brésilienne	108
<u>Figure 6 :</u>	Disposition des cadres d'extensométrie pour la détermination du module élastique E.....	108
<u>Figure 7 :</u>	Abaque de classement des performances mécaniques des matériaux traités [GTS, 2000].....	109
<u>Figure 8 :</u>	Aptitude des liants au traitement- Aperçu des éprouvettes avant l'immersion (a) et pendant l'immersion (b)	117
<u>Figure 9 :</u>	Pesée hydrostatique d'une éprouvette 10 x 10	118
<u>Figure 10 :</u>	Aptitude au traitement – Essai de traction brésilienne.....	119
<u>Figure 11 :</u>	Aptitude au traitement - Gonflement volumique en fonction de la nature du liant	119
<u>Figure 12 :</u>	Fissures sur les éprouvettes traitées au Roc Sol	120
<u>Figure 13 :</u>	Aptitude au traitement – Résistance en traction brésilienne en fonction de la nature du liant.....	121
<u>Figure 14 :</u>	Immersion de l'éprouvette pour la détermination de I_{CBR} et de G_{ver}	123
<u>Figure 15 :</u>	Gonflement vertical G_{ver} en fonction temps et de la nature du liant	125
<u>Figure 16 :</u>	IPI et I_{CBR} en fonction de la nature du liant	125
<u>Figure 17 :</u>	Courbes d'évolution des résistances mécaniques en compression simple des 5 liants en fonction du temps de maturation.....	127
<u>Figure 18 :</u>	Immersion des éprouvettes destinées à la détermination de R_{ci}	129
<u>Figure 19 :</u>	R_{c60} et R_{ci} en fonction de la nature du liant.....	129
<u>Figure 20 :</u>	Essai de compression diamétrale	132
<u>Figure 21 :</u>	Exemple de courbe contrainte/déformation lors de l'essai de traction brésilienne	133
<u>Figure 22 :</u>	Positionnement des 5 traitements à 28 et 90 jours dans l'abaque de classement du GTS	134

Bibliographie

- GTR. Guide technique pour la réalisation des remblais et des couches de forme. Editions du SETRA-LCPC, Fascicules I & II, 2000, 98 p. et 102 p.
- GTS. Guide du traitement des sols à la chaux et aux liants hydrauliques. Editions du SETRA-LCPC, 2000, 237 p.
- LEROUX A., ORSETTI S. Les réactions sulfatiques : conditions de formation, structure et expansion des minéraux secondaires sulfatés. Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées, 2000, vol. 225, pp. 41-50
- NF EN 196-1. Méthodes d'essais des ciments – Partie 1 : déterminations des résistances mécaniques. Norme française, AFNOR, 2006.
- NF EN 197-1. Ciment – Partie 1 : Composition, spécifications et critères de conformité des ciments courants. Norme française, AFNOR, 2001.
- NF P15-108. Liants hydrauliques – Liants hydrauliques routiers – Composition, spécifications et critères de conformité. Norme française, AFNOR, 2000.
- NF P94-078. Sols : reconnaissance et essais – Indice CBR après immersion – Indice CBR immédiat – Indice Portant Immédiat. Norme Française, AFNOR, 1992.
- NF P94-100. Sols : reconnaissances et essais – Matériaux traités à la chaux et/ou au liant hydraulique – Essai d'évaluation de l'aptitude d'un sol au traitement. Norme Française, AFNOR, 1999.
- NF P98-102. Assise de chaussée – Chaux aérienne calcique pour sols et routes – Essai de réactivité de la chaux vive à l'eau. Norme française, AFNOR, 1991.
- NF P98-230-2. Essais relatifs aux chaussées – Préparation des matériaux traités aux liants hydrauliques ou non traités – Partie 2 : Fabrication des éprouvettes de sables ou de sols fins par compression statique. Norme Française, AFNOR, 1993.
- NF P98-323-3. Essais relatifs aux chaussées - Détermination des caractéristiques mécaniques des matériaux traités aux liants hydrauliques – Partie 3 : Essai de compression diamétrale sur sables et sols fins. Norme Française, AFNOR, 1997.
- NGUYEN D. C., DERKX F. Méthode de mesure des caractéristiques rhéologiques d'un matériau au moyen de la compression diamétrale – Application aux matériaux routiers. Bulletin de Liaison des Ponts et Chaussées, vol. 207, 1997, pp. 21-32
- RAJASEKARAN G. Sulphate attack and ettringite formation in the lime and cement stabilized marine clays, Ocean Engineering, vol. 35, 2005, p. 1133-1159
- ROSSI P., GAVOIS L., RAOUL G. Traitement des matériaux. Techniques de l'ingénieur, Génie Civil, 2007, fascicule C 5362.
- VENUAT M. Le traitement des sols à la chaux et au ciment. Publié par l'auteur, 1980, 459 p.

Chapitre 4

Valorisation des STN en remblai autocompactant

1. Introduction

Les matériaux autocompactants sont apparus en France dans les années 90 afin de palier aux difficultés de compactage rencontrées avec les matériaux traditionnellement employés pour le remblayage de tranchées. Comme leur dénomination l'indique, leur particularité est que leur mise en œuvre ne nécessite pas de compactage ni de vibration, ce qui simplifie grandement leur utilisation tout en assurant une portance suffisante à cours terme. Généralement formulés à partir d'un matériau fin, par exemple des cendres volantes, ils contiennent une faible proportion de ciment et une quantité d'eau suffisante pour assurer leur pompabilité et un enrobage uniforme des canalisations.

Dans le cadre de la valorisation des STN dans le domaine routier, nous avons précisé dans la 1^{ère} partie qu'un des intérêts de ce secteur d'activité était la diversité des matériaux qui y sont utilisés. Aussi, bien que l'essentiel de notre travail ait concerné les couches de forme, nous avons souhaité élargir nos recherches et nous intéresser à une autre voie de valorisation dans les matériaux routiers. Dans cette 4^e et dernière partie, nous allons donc développer une étude expérimentale, menée en collaboration avec Eurovia, concernant l'utilisation des STN en tant que matériau autocompactant.

Mais tout d'abord, nous allons présenter l'origine de ce matériau ainsi que ses principales caractéristiques.

2. Qu'est ce qu'un matériau de remblai autocompactant ?

2.1. Origines

Les tranchées réalisées avec des matériaux « classiques » présentent encore, en proportion importante, des défaillances de comportement liées essentiellement à une insuffisance de compactage lors de leur remblayage [CIMBETON, 2005]. Cela est dû à une application insuffisante, soit par impossibilité, soit par négligence, des règles de l'art décrites dans la norme NF P 98-331.

Par exemple, en milieu urbain, du fait de la multiplication des interventions sur les nombreux réseaux et des contraintes liées à la circulation des véhicules et des piétons, l'ouverture de tranchées est de plus en plus étroites (40 à 50 cm de largeur) ce qui pose des difficultés pour assurer un compactage de qualité (Figure 1).



Figure 1 : *Ouverture de tranchée de faible largeur en milieu urbain*

Les matériaux autocompactants apportent une solution à ce problème car ils se mettent en place naturellement dans les tranchées, par simple déversement (Figure 2). En outre, ils assurent en quelques heures une portance suffisamment élevée pour permettre une remise en circulation rapide et présentent à long terme de bonnes performances mécaniques.



Figure 2 : Remplissage de tranchée avec un remblai autocompactant par simple déversement

Il n'existe à l'heure actuelle aucune norme concernant les produits autocompactants. Aussi, les prescriptions techniques, les formulations, les conditions de mise en oeuvre diffèrent d'une entreprise à l'autre et s'appuient principalement sur l'expérience acquise sur différents chantiers. Un dossier a cependant été rédigé par le Centre Technique sur les Réseaux, les Transports, l'Urbanisme et les constructions publiques (CERTU) qui regroupe l'essentiel des pratiques françaises et qui fait office de référence dans ce domaine [CERTU, 1998].

C'est à partir de ce document que nous allons maintenant décrire comment sont formulés les matériaux autocompactants ainsi que les différents types de produits utilisés à ce jour.

2.2. Principales caractéristiques

2.2.1. Formulation

Un matériau autocompactant est formulé à partir de 3 ou 4 composants : un sable ou plus souvent un matériau fin, un liant hydraulique, généralement du ciment, de l'eau et éventuellement un adjuvant (entraîneur d'air, fluidifiant, etc.).

2.2.1.a. *Dosage en liant*

Le liant est dosé afin que les matériaux atteignent à long terme des performances mécaniques suffisantes pour assurer leur fonction. Cependant, la résistance est volontairement limitée pour permettre en cas de nécessité, une réexcavation facile du matériau. Concrètement, on cherche à obtenir des résistances en compression comprises entre 0,7 et 2 MPa à 28 jours (Tableau 1).

R_c à 28 jours (MPa)	< 0,7 MPa	0,7 à 2 MPa	> 2 MPa
Réexcavabilité	Facile	Moyennement facile	Difficile
	Manuelle	Manuelle ou mécanisation légère	Mécanisation

Tableau 1 : Critère de résistance mécanique en compression à 28 jours

Pour obtenir ces performances, les dosages en liant sont généralement de l'ordre de 1 à 4 % (calculés par rapport à la matière sèche totale), soit environ 25 à 100 kg par mètre cube de matériau confectionné.

2.2.1.b. Dosage en eau

Dans le cas d'une formulation sans adjuvant, seule l'eau permet d'ajuster la consistance des produits autocompactants. La quantité d'eau nécessaire à introduire dans le mélange doit donc être suffisante pour assurer la pompabilité du matériau, l'enrobage correct des canalisations ainsi que le remplissage des aspérités de la tranchée. La fluidité est mesurée par affaissement et/ou étalement au cône d'Abrams. Le critère utilisé par Eurovia est l'obtention d'un affaissement au cône de 15 cm.

2.2.2. Traficabilité

Le délai de restitution piétonne peut être évalué grâce au boulet de Kelly. Cet essai consiste à mesurer l'enfoncement d'une bille d'acier lâchée d'une hauteur précise sur le matériau autocompactant. La tranchée est dite « traficable » si la valeur obtenue est inférieure à 2,5 cm. Cependant, Eurovia utilise un autre critère, basé sur la détermination de l'Indice Portant (essai de poinçonnement décrit Partie 2 - §4.3.2) à 24 h de maturation. La portance est jugée satisfaisante si la valeur obtenue est ≥ 10 .

2.2.3. Les différents produits connus

On distingue actuellement 2 types de matériaux autocompactants :

- **Les produits essorables** qui utilisent le principe des remblais hydrauliques : leur capacité portante est obtenue essentiellement par l'évacuation d'une forte partie de l'eau dans l'encaissant ;

- **Les produits non essorables** qui durcissent uniquement grâce à la prise du liant. Généralement, ils contiennent un ou plusieurs adjuvants spécifiques qui permettent de diminuer leur teneur en eau initiale.

Le choix du type de produit nécessite donc l'identification préalable des matériaux encaissants de la tranchée. Les matériaux essorables ne sont pas utilisables dans des roches massives non fissurées, dans des argiles ou des limons et sables argileux, sauf si un dispositif d'évacuation de l'eau est mis en place.

2.3. Fabrication, transport et mise en œuvre

Les matériaux autocompactants sont fabriqués dans des centrales de béton prêt à l'emploi ainsi que par quelques entreprises de travaux publics. Les centrales assurent le dosage et le malaxage des constituants, à l'aide de malaxeur continu ou discontinu. Les teneurs en liant étant faibles, le matériel de pesée doit être suffisamment précis pour respecter la formulation retenue.

Leur transport s'effectue en camion malaxeur car pour certains produits, les adjuvants doivent être introduits à l'arrivée sur le chantier. D'autre part, les matériaux essorables doivent être malaxés énergiquement (3 à 5 minutes à grande vitesse) avant leur mise en œuvre, afin d'assurer une bonne homogénéité du mélange.

La mise en œuvre des matériaux autocompactants nécessite très peu de main d'œuvre. En effet, en plus du chauffeur, il faut seulement une personne supplémentaire pour guider la goulotte de déversement dans la tranchée (Figure 3). Eventuellement, une 3^e personne peut être nécessaire pour homogénéiser la surface du remblai.



Figure 3 : Mise en œuvre d'un remblai autocompactant

Le matériau est directement versé de la goulotte du camion malaxeur dans la tranchée au fur et à mesure de la progression du véhicule. Il convient de limiter au maximum la hauteur de chute afin d'éviter la ségrégation et de minimiser les risques de détérioration des canalisations. On notera également que contrairement à un matériau de remblayage conventionnel, il est nécessaire d'arrimer solidement les canalisations et les filets avertisseurs afin d'éviter leur remontée par poussée hydrostatique. D'autre part, en raison de leur grande fluidité, les matériaux autocompactants ne peuvent pas être utilisés si la pente de la tranchée est supérieure à 10 %. Enfin, rappelons que la prise du liant s'interrompt si la température descend en dessous de 5°C.

2.4. Conclusion

Comme nous venons de le voir, les matériaux autocompactants présentent de nombreux atouts par rapport aux matériaux de remblais classiques. Cependant, leur utilisation est soumise à certaines restrictions. L'ensemble de ces caractéristiques a été rassemblé dans le tableau 2 ci-après.

Avantages	Inconvénients
Reconstitution rapide de la chaussée définitive sans risque de tassement dû à un compactage de mauvaise qualité	Emploi limité à des tranchées présentant une pente inférieure à 10 %
Elimination des nuisances sonores et des gênes occasionnées par les vibrations provoquées par le compactage mécanique	Arrimage des conduites et des filets avertisseurs
Aucun stockage de matériau de remblai sur le site	Respect du délai de remise en circulation
Réduction du matériel de chantier	Pas de mise en œuvre si la température est inférieure à 5°C
Gain de productivité et réduction de la main d'œuvre nécessaire	
Sécurité accrue des ouvriers qui n'ont plus à descendre dans la tranchée	
Possibilité de remblayage des tranchées étroites et encombrées	

Tableau 2 : Avantages et inconvénients des matériaux de remblai autocompactant

Il ressort clairement que les avantages d'utilisation sont beaucoup plus nombreux que les inconvénients, ce qui explique l'intérêt des entreprises de travaux public pour ce type de

matériau. De nombreuses études sont actuellement en cours afin d'appliquer cette technologie à d'autres utilisations. Entre autre, des recherches sont menées par le LCPC sur des Matériaux Autocompactants Essorables de Structure (MACES) destinés à la réalisation d'assises de chaussée [Herr & al., 2001]. L'objectif est le même que pour le remblayage de tranchées à savoir s'affranchir du compactage de la couche.

Nous allons maintenant présenter la campagne expérimentale que nous avons réalisée pour étudier la valorisation des STN en tant que matériau de remblai autocompactant.

3. Etude expérimentale de la valorisation des STN dans les matériaux de remblai autocompactant

3.1. Protocole des essais

La méthodologie d'étude a été mise en place en collaboration avec Eurovia. Elle se décompose en 3 grandes étapes : détermination de la formulation (dosages en liant et en eau), vérification de l'IPI à 24h et confection d'éprouvettes pour l'évaluation des résistances mécaniques en compression à 28 jours.

3.1.1. Formulation

Le liant que nous avons utilisé est un ciment CEM II 32,5/B-M (LL-S) identique à celui que nous avons employé pour la valorisation des STN en couche de forme (cf. Partie 3 - §3.1.1). Nous avons choisi de tester 3 dosages : 0, 2 et 4 % (pourcentage massique par rapport à la masse sèche totale). Etant donné que plus la quantité de liant est faible et plus le matériau présente un intérêt économique, la formulation à 0 % nous a semblé intéressante à étudier pour savoir si la réactivité naturelle des STN était suffisante pour les valoriser sans liant.

Pour obtenir la fluidité souhaitée, nous avons uniquement joué sur la teneur en eau, qu'il a fallu ajuster afin d'obtenir un affaissement au cône d'Abrams de 15 cm. Les gâchées ont été confectionnées dans un premier temps avec une teneur en eau de 40 %. Puis, pendant le malaxage, nous avons rajouté une certaine quantité d'eau supplémentaire en contrôlant au fur et à mesure la valeur de l'affaissement au cône (Figure 4). Une fois la bonne consistance obtenue, un échantillon a été placé dans une étuve à 105°C afin de déterminer la teneur en eau initiale w_i des gâchées.

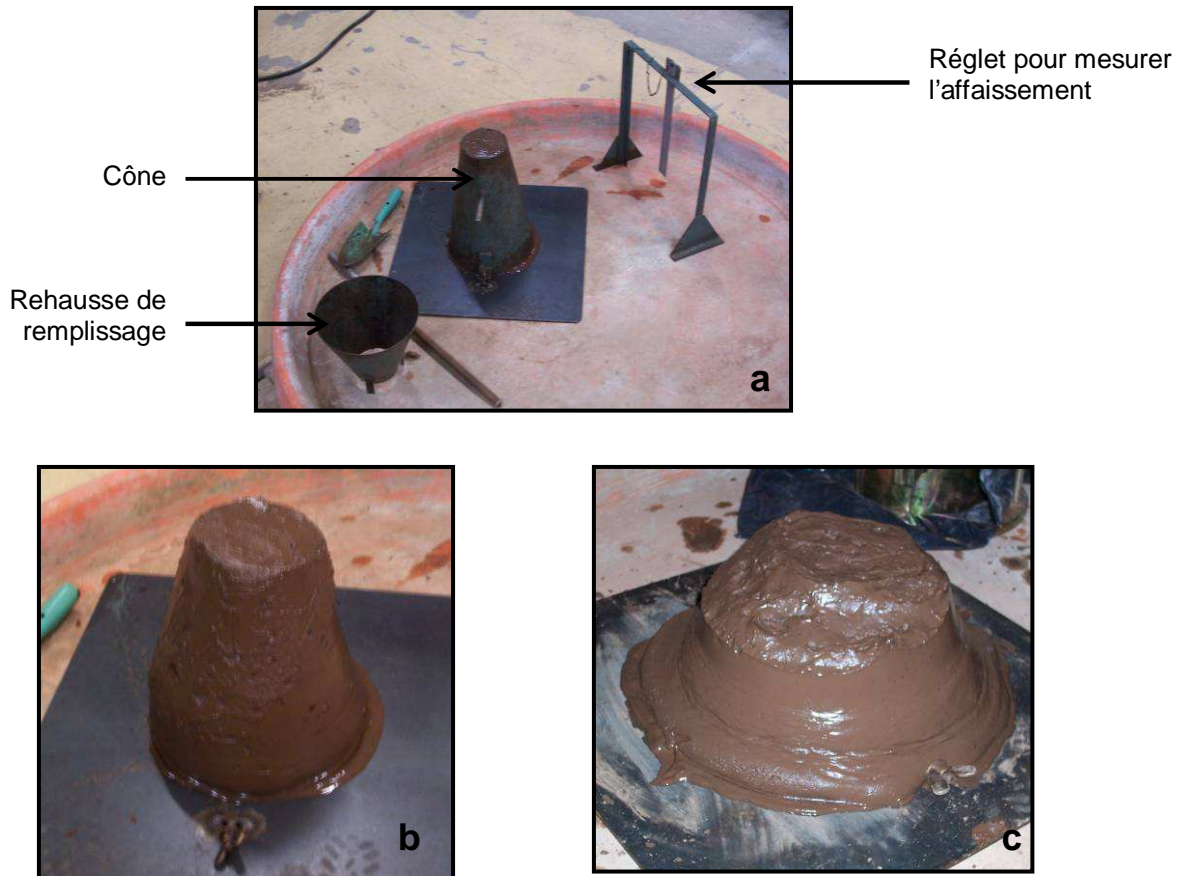


Figure 4 : Détermination de l'affaissement au cône d'Abrams
 a) Matériel de l'essai
 b) Mélange trop ferme : nécessité d'ajouter de l'eau
 c) Affaissement correct (~15 cm)

3.1.2. Détermination de la portance à 24h

Pour vérifier le critère de traficabilité, il a été nécessaire de déterminer la portance des 3 formulations après 24h de maturation. Pour cela, nous avons utilisé un moule CBR dans lequel le matériau a été déversé immédiatement après confection, sans compactage. L'éprouvette a ensuite été placée dans une pièce climatisée à 20°C pendant 24h avant de mettre en œuvre l'essai de poinçonnement tel qu'il est décrit Partie 2 - §4.3.2.

3.1.3. Réalisation des éprouvettes et de l'essai de compression

3.1.3.a. Fabrication et conservation des éprouvettes

Afin de mesurer la résistance en compression à 28 jours de maturation, nous avons confectionné des éprouvettes cylindriques d'élançement 2 en utilisant des moules en carton ayant les dimensions suivantes : $\varnothing = 11 \text{ cm}$; $h = 22 \text{ cm}$. Pour les 3 formulations retenues, nous avons étudié les 2 scénarios possibles d'utilisation, à savoir le cas essorable (E) et non

essorable (NE). Pour simuler la première situation, le fond des moules a été percé (Figure 5) et les éprouvettes ont été disposées sur une plaque de plâtre pendant leur conservation afin de reproduire le drainage de l'encaissant. Les éprouvettes « non essorables » ont été conservées sans précautions particulières (Figure 6).



Figure 5 : Fond d'un moule percé (simulation du cas essorable)

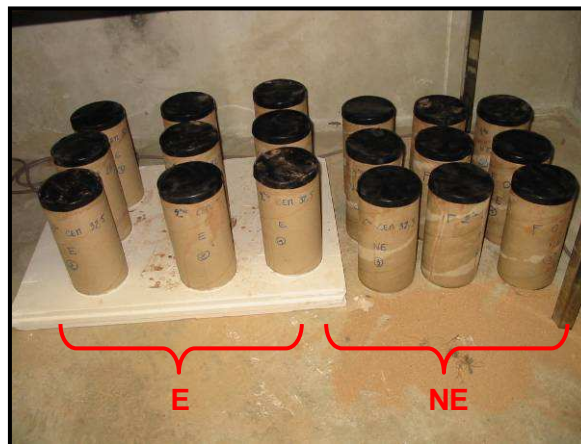


Figure 6 : Conservation des éprouvettes essorables (E) et non essorables (NE)

Nous avons confectionné 3 éprouvettes par formulation et par situation, soit $3 \times 3 \times 2 = 18$ éprouvettes. Chaque série a été réalisée en une seule gâchée soit 6 gâchées au total. Immédiatement après leur fabrication, les échantillons ont été placés dans une pièce climatisée à 20°C dans les conditions décrites précédemment (Figure 6).

Après 28 jours de maturation, nous avons déterminé le tassement de chaque éprouvette ainsi que leur masse (après démoulage). Enfin, nous avons évalué leur teneur en eau finale w_f par étuvage à 105°C sur des échantillons prélevés après les essais de compression.

3.1.3.b. Essais de compression

Après démoulage, les éprouvettes ont été souffrées afin que leurs faces soient planes et parallèles. Pour éviter les pertes en eau par évaporation entre cette opération et les essais de compression, nous les avons enveloppées dans un film plastique (Figure 7).



Figure 7 : Soufrage des éprouvettes avant l'essai de compression

Les essais de compression ont été réalisés avec une presse hydraulique Instron d'une capacité de 500 kN, équipée d'un capteur de force relié à une chaîne d'acquisition. Le capteur de force a été étalonné à l'aide d'un anneau dynamométrique. La vitesse de déplacement du plateau inférieur a été fixée à 0,12 mm/min. Le plateau supérieur est relié au bâti par l'intermédiaire d'une liaison rotule afin de compenser d'éventuels défauts de parallélisme.

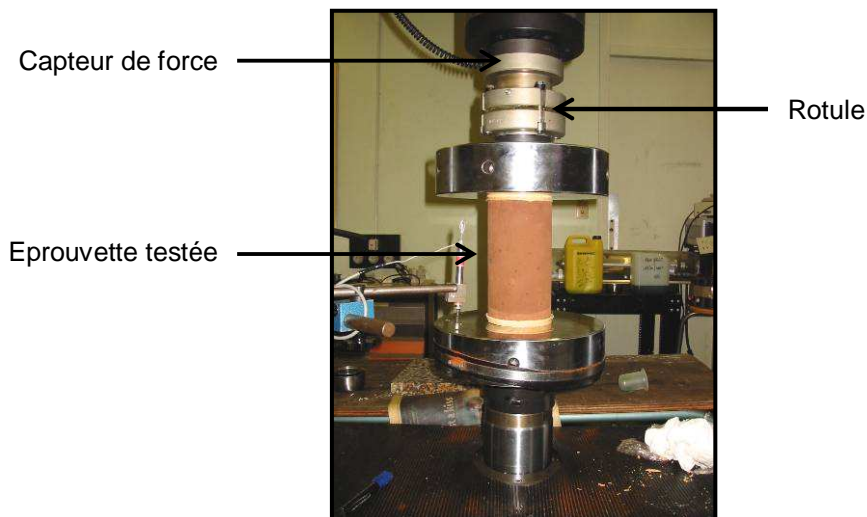


Figure 8 : Essai de compression

Nous avons également placé un capteur de déplacement entre le bâti et le plateau inférieur dans le but d'évaluer le module élastique des éprouvettes. Cependant, nous nous sommes aperçus lors du dépouillement des mesures que les valeurs obtenues étaient très dispersées (jusqu'à 150 % d'écart entre 2 éprouvettes d'une même série). Aussi, nous avons jugé qu'elles n'étaient pas représentatives et par conséquent, nous n'exposerons pas ces résultats.

Un exemple de courbe contraintes – déformations est présentée figure 9. On y retrouve les mêmes phases que celles que nous avons décrites lors des essais de pouzzolanité (cf. Partie 2 - §5.2.3) : phase initiale, phase de serrage, phase élastique et phase plastique. La résistance en compression R_c correspond au maximum atteint au cours de l'essai.

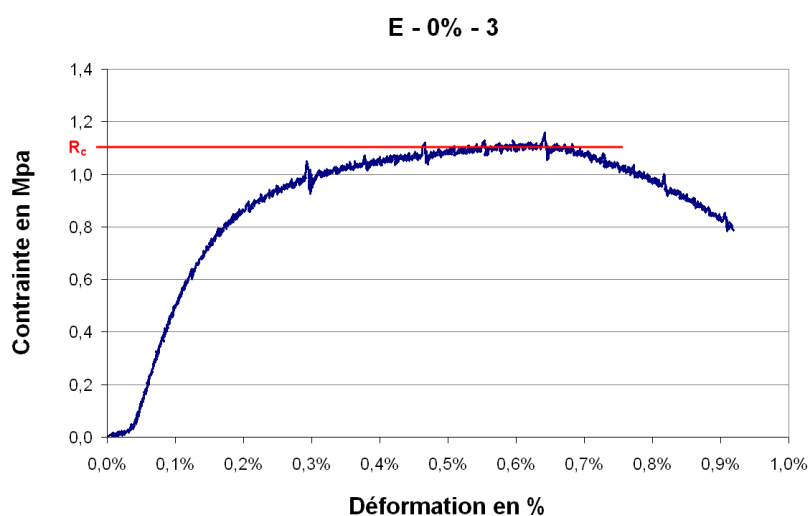


Figure 9 : Exemple de courbe contraintes - déformations

3.2. Résultats et interprétations

3.2.1. Remarque préliminaire

Lors de la conservation des échantillons, nous avons constaté un problème avec les éprouvettes non essorables : les moules étaient tous imbibés d'eau (Figure 10). Etant donné que la paroi interne de ces moules est revêtue d'un film plastique, nous pensions qu'ils étaient imperméables à l'eau. Cependant, étant fabriqué à partir d'une bande enroulée en spirale pour former un cylindre, les jointures ne sont pas parfaitement étanches et l'eau peut s'y infiltrer pour se diffuser ensuite dans l'ensemble du moule.

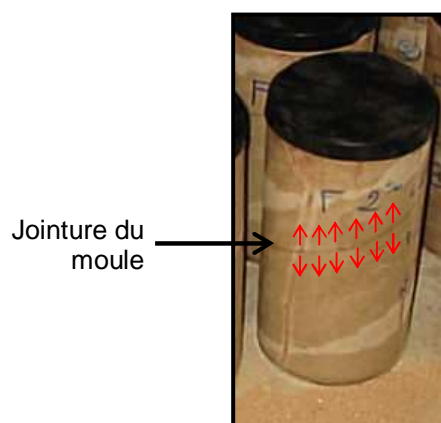


Figure 10 : Diffusion de l'eau dans les moules des éprouvettes non essorables

Finalement, les conditions de conservation de ces éprouvettes se rapprochent plus d'une situation « essorable » que « non essorable ». Par conséquent, et comme nous le verrons par la suite, les résultats des séries E et NE sont pratiquement identiques.

3.2.2. Affaissement et teneur en eau initiale

Les affaissements obtenus pour les 6 gâchées et les teneurs en eau correspondantes (w_i) ont été précisés dans le tableau 3. La précision de la balance utilisée est de 0,1 g et la masse de l'échantillon placé à l'étuve est de l'ordre de 200 g. L'erreur absolue sur w_i est d'environ 0,18 %.

Teneur en liant (%)	Type d'éprouvettes	Affaissement (cm)	Teneur en eau w_i (%)
0	Essorables	14,8	40,5
	Non essorables	14,6	43,3
2	Essorables	15,7	43,1
	Non essorables	16,2	46,8
4	Essorables	15,2	42,2
	Non essorables	15,6	41,5

Tableau 3 : Teneur en eau et affaissement des 6 gâchées

L'écart moyen des affaissements par rapport à la valeur visée (15 cm) est de 0,55 cm soit 3,7 % d'erreur, ce qui est raisonnable. Concernant les teneurs en eau, la valeur moyenne est de 42,9 % avec une dispersion de 3,5 %. Un des mélanges présente cependant des valeurs sensiblement supérieures aux autres (formulation à 2%, non

essorable). On remarquera par ailleurs que l'on a une corrélation entre l'affaissement et les teneurs en eau (plus w_i est élevé, plus l'affaissement est important) ce qui est cohérent.

3.2.3. Portance à 24h

L'essai de portance a été effectué uniquement sur les gâchées destinées aux éprouvettes essorables. Les résultats ont été reportés dans le tableau 4.

Teneur en liant (%)	Portance à 24h
0	6
2	3
4	7

Tableau 4 : Valeur de la portance à 24h pour les 3 formulations

Nous avons été assez surpris de constater qu'aucune des formulations ne permettait d'atteindre la valeur minimale de 10. En effet, un essai préalable réalisé dans le Laboratoire Route d'Eurovia avait permis d'obtenir une portance de 13 à 24h. Cependant, nous avons utilisé un ciment CEM II 42,5 et surtout, un malaxeur différent de celui qui a servi à la confection de nos 6 gâchées.

D'autre part, nous pouvons également remarquer qu'il y a une incohérence dans nos résultats : la portance de la formulation à 2 % est inférieure à celle du mélange ne contenant pas de liant alors que la logique voudrait que ce soit le contraire. Nous pensons que ce phénomène est lié au temps de malaxage, facteur qui n'a pas été pris en compte pendant la confection. Or, nous avons déjà constaté lors des campagnes précédentes que la durée du malaxage avait une forte influence sur la consistance du mélange obtenu. Aussi, en tout état de cause, une meilleure maîtrise de ce paramètre devrait permettre d'obtenir des portances plus élevées. Dans le cas contraire, il est toujours possible de remédier à ce problème de différentes manières : on peut par exemple augmenter le délai de restitution du remblai au-delà de 24h, avoir recours à des adjuvants pour diminuer la teneur en eau et accroître ainsi la portance à court terme, ou encore utiliser un liant présentant une cinétique de prise plus rapide.

3.2.4. Résistance en compression à 28 jours

Les valeurs moyennes des résistances en compression ont été rassemblées tableau 5 et figure 11. Sur cette dernière, nous avons précisé les valeurs minimale (0,7 MPa) et maximale (2 MPa) requises pour les matériaux autocompactants (cf. Tableau 1).

La dispersion moyenne sur la totalité des mesures est de 9,8 % et l'écart le plus important est de 18,5 % (formulation à 4 %, cas essorable).

Teneur en liant (%)	Type d'éprouvettes	R _c à 28j (MPa)
0	Essorables	0,99
	Non essorables	0,94
2	Essorables	1,57
	Non essorables	1,68
4	Essorables	2,58
	Non essorables	2,38

Tableau 5 : Résistance en compression à 28 jours des 6 séries d'éprouvettes

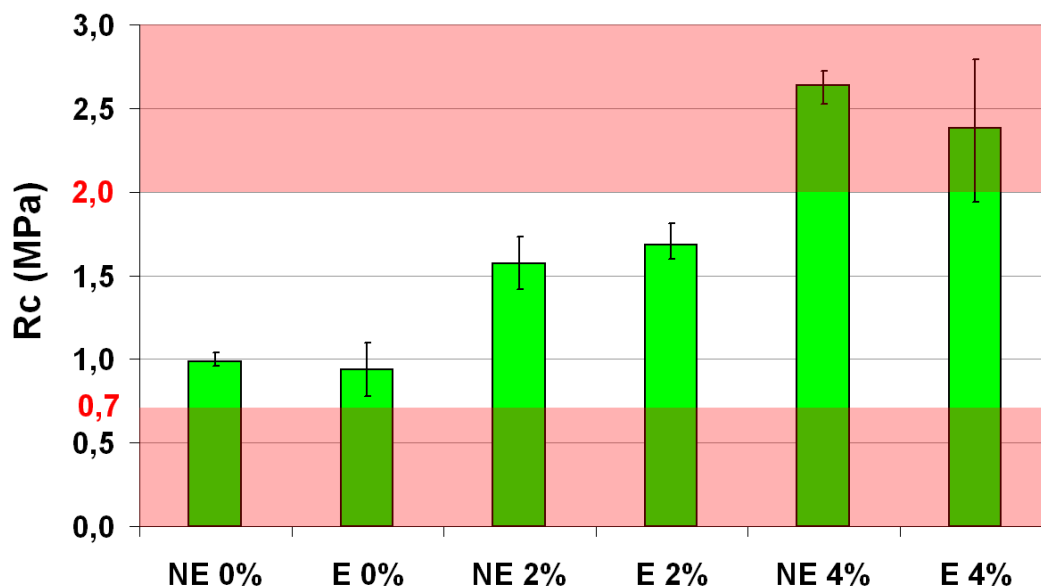


Figure 11 : Résistance en compression à 28 jours des 6 séries d'éprouvettes

On peut constater qu'il n'y a pas de différence significative entre les cas E et NE. Cela confirme l'observation que nous avons faite à propos du problème rencontré avec les moules en carton (cf. §3.2.1).

Si nous nous intéressons maintenant à l'influence du dosage en ciment, nous pouvons remarquer qu'en toute logique, les performances mécaniques augmentent avec la teneur en liant. Les résistances atteintes pour les formulations à 0 % et 2 % se situent dans la fourchette recommandée (entre 0,7 et 2 MPa) contrairement à celles du mélange contenant 4 % liant ($R_c > 2$ MPa).

Etant donné que d'un point de vue économique, plus le dosage en ciment est faible et plus le matériau est intéressant à utiliser, les résultats obtenus avec la formulation ne contenant pas de ciment sont particulièrement remarquables. En effet, d'après ces résultats, il est envisageable de valoriser les STN en tant que matériau de remblai autocompactant sans qu'il soit nécessaire d'utiliser de liant hydraulique, ce qui minimise son coût d'utilisation et simplifie sa mise en œuvre.

3.2.5. Evolution de la teneur en eau

Sur le graphique de la figure 12, nous avons représenté l'évolution de la teneur en eau initiale w_i (à la confection) et finale w_f (après l'essai de compression) des 6 formulations. Le trait rouge correspond à la teneur en eau Proctor soit 30,6 %.

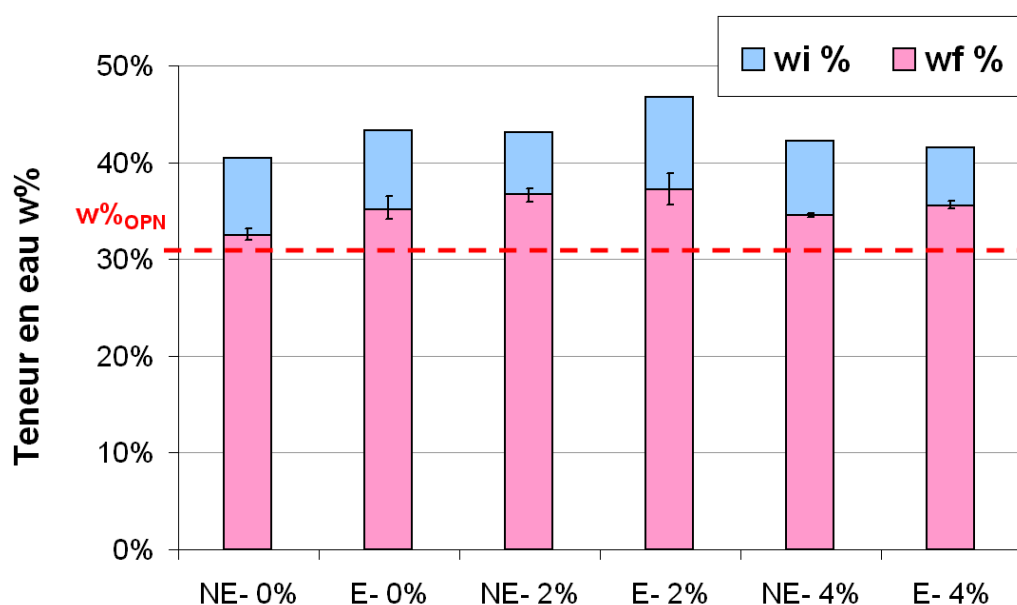


Figure 12 : Evolution entre les teneurs en eau initiales et finales

En premier point, on peut remarquer que la dispersion des mesures à 28 jours est faible (2 % en moyenne). La variation des teneurs en eau de l'ensemble des éprouvettes est comprise entre 5,9 % et 9 % (7,6 % en moyenne). Suite au problème que nous avons rencontré, on constate que contrairement à ce que nous souhaitons, les pertes en eau des

éprouvettes NE sont du même ordre de grandeur que celles des éprouvettes E. On peut également observer que le dosage ne semble pas avoir d'influence sur cette propriété.

Finalement, à 28 jours, la teneur en eau moyenne des éprouvettes est de 35,3 %, soit 4,7 % de plus que w_{OPN} .

3.2.6. Tassement des éprouvettes

Le tassement des matériaux autocompactants est un paramètre essentiel à contrôler. En effet, en cas de retrait important, le remblai peut se fissurer ce qui entraîne sa fragilisation. Pour évaluer l'ampleur du tassement de nos 3 formulations, nous avons déterminé les variations de hauteur de chacune des éprouvettes entre l'instant initial (à la confection) et final (à 28 jours). Leurs surfaces étant très inégales, nous avons effectué la moyenne de 3 mesures en 3 points différents à l'aide d'un pied de profondeur (Figure 13). Les résultats sont présentés figure 14.

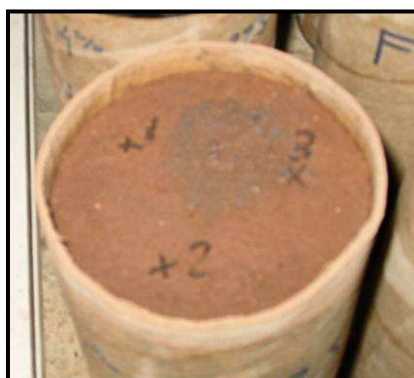


Figure 13 : Détermination du tassement des éprouvettes en 3 points

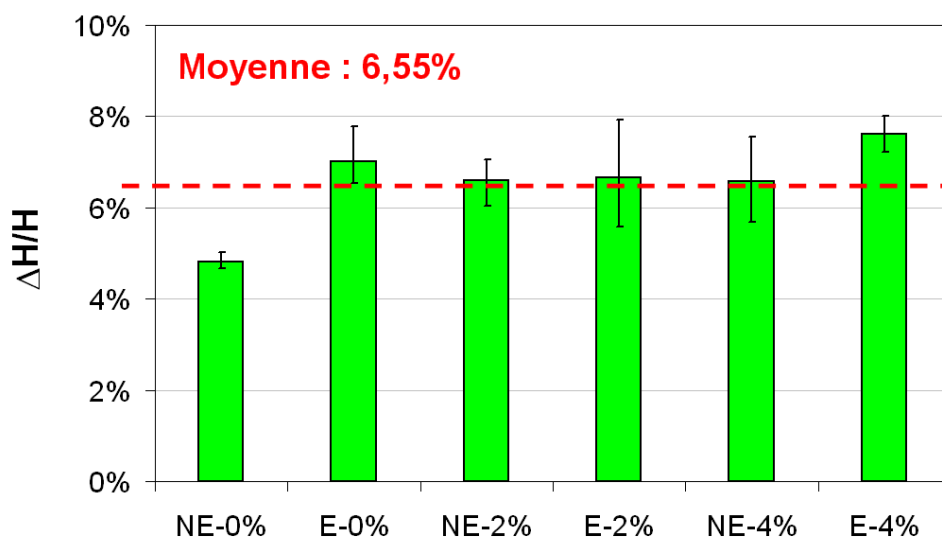


Figure 14 : Tassement des éprouvettes à 28 jours

La dispersion moyenne des mesures est relativement importante : 9,7 % en moyenne ce qui s'explique par les nombreuses sources d'erreurs possibles : inhomogénéité des surfaces, précision de la mesure, cinétique du départ d'eau non maîtrisé, etc. Cependant, ici encore, aucune différence significative entre les éprouvettes E et NE n'est observable, mis à part pour la série NE-0 % qui présente un tassement sensiblement plus faible que les autres ($\Delta H/H = 4,8\%$). Nous pensons que l'origine de cette particularité est liée au fait que la gâchée qui a servi à la confection de cette série est celle qui contenait la plus faible quantité d'eau (cf. Tableau 3). Ainsi, par rapport aux autres formulations, l'eau occupe un volume moins important et son départ engendre donc un tassement moindre.

Si on écarte cette série, le tassement moyen est compris entre 6,6 % et 7,6 % ce qui est loin d'être négligeable. Aussi, avant d'envisager la valorisation des STN en remblai autocompactant, il serait nécessaire de mieux comprendre et maîtriser ce phénomène afin d'en prévoir les conséquences. Concrètement, une solution simple, efficace et couramment pratiquée sur chantier consiste à incorporer des fibres juste avant la mise en œuvre du matériau, ce qui permet de limiter le retrait par départ d'eau.

3.2.7. Evolution de la masse volumique sèche

Connaissant le volume des éprouvettes, leur masse ainsi que leur teneur en eau, il est possible de calculer leur masse volumique sèche initiale ρ_{d_i} et finale ρ_{d_f} . La figure 15 et le tableau 6 rassemblent les résultats obtenus. A titre de comparaison, nous avons indiqué sur le graphique la masse volumique sèche Proctor $\rho_{d_{OPN}} = 1,33 \text{ g/cm}^3$.

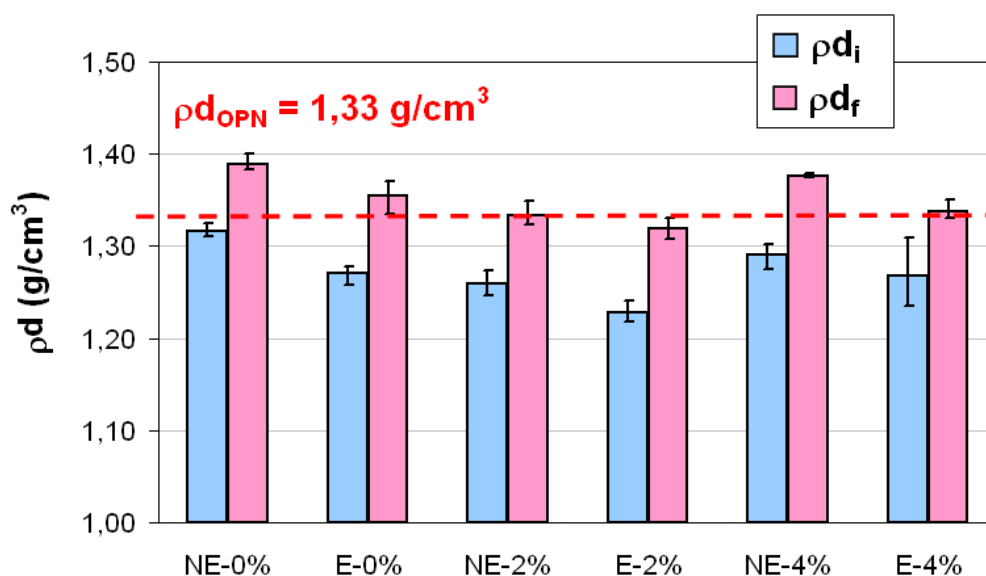


Figure 15 : Evolution de la masse volumique sèche des éprouvettes

La dispersion moyenne des valeurs est de 1 % ce qui indique une bonne cohérence des résultats. Une nouvelle fois, on remarque qu'aucune tendance particulière ne se dégage quand au caractère essorable ou non des éprouvettes. En moyenne, la masse volumique sèche initiale est de $1,27 \text{ g/cm}^3$ et à 28 jours, de $1,35 \text{ g/cm}^3$ soit une augmentation de 6,3 %. On peut remarquer qu'on a une corrélation entre la teneur en eau introduite dans les mélanges et leur densité : plus la quantité d'eau initiale est importante et plus les masses volumiques sont faibles (Tableau 6).

Formulation	w_i (%)	ρ_{d_i} (g/cm^3)	ρ_{d_f} (g/cm^3)
NE – 0 %	40,5	1,33	1,39
E – 0 %	43,3	1,27	1,35
NE – 2 %	43 ,1	1,26	1,33
E – 2 %	46,8	1,23	1,32
NE – 4 %	42,2	1,29	1,38
E – 4 %	41,5	1,27	1,34

Tableau 6 : Comparaison entre la teneur en eau initiale et les masses volumiques sèches

Ce phénomène s'explique facilement : pour un volume donné, un mélange possédant une forte teneur en eau contient en proportion moins de matière solide. Par conséquent, sa masse volumique sèche est plus faible.

Enfin, on notera que la densité des mélanges à 28 jours est sensiblement du même ordre de grandeur que la densité Proctor, ce qui démontre l'efficacité du tassement hydraulique.

4. Conclusion

Face aux nombreuses difficultés rencontrées lors du compactage des remblais de tranchées, certaines entreprises routières ont développé de nouveaux matériaux dits autocompactants. Ils ont la particularité d'être suffisamment fluides pour se mettre en place par déversement et ne nécessitent aucune opération de compactage ou de vibration. Ils présentent ainsi de nombreux avantages par rapport aux matériaux classiquement utilisés pour le remblayage de tranchées.

Dans le cadre de la valorisation des STN dans les matériaux routiers, nous avons souhaité étudier la possibilité de leur utilisation pour ce type d'application. Notre travail a été basé sur l'étude de 3 formulations, contenant respectivement 0, 2 et 4 % de ciment CEM II

32,5. Il ressort des différents essais mis en œuvre qu'avec un dosage $\leq 2\%$, les STN peuvent être utilisés en matériau de remblai autocompactant. D'après nos résultats, la teneur en eau permettant d'obtenir la fluidité désirée se situe aux alentours de 43 % initialement et chute de 7,6 % après 28 jours. A cet âge, la masse volumique des matériaux confectionnés est de l'ordre de $1,27 \text{ g/cm}^3$, ce qui est très proche de la densité Proctor ($\rho_{\text{OPN}} = 1,33 \text{ g/cm}^3$).

Cependant, nous avons été confrontés à plusieurs difficultés : portance insuffisante à 24 h (indice portant < 10), influence du temps de malaxage non maîtrisée, problème rencontré avec les éprouvettes « non essorables », tassement important ($\sim 6,5\%$ à 28 jours) pouvant être préjudiciable. Aussi, avant d'envisager un essai grandeur nature, il serait nécessaire de compléter ces travaux. Il pourrait par exemple être intéressant d'envisager l'utilisation d'un adjuvant pour diminuer la teneur en eau initiale, ce qui permettrait d'augmenter la portance à court terme et de limiter le retrait par départ d'eau. Concernant le tassement et le comportement du remblai vis-à-vis du trafic, il serait opportun de mener une campagne d'essais œdométriques afin d'améliorer notre compréhension globale du comportement du remblai.

Quoi qu'il en soit, la faisabilité de la valorisation des STN en tant que matériau autocompactant a pu être établie et en particulier, on retiendra qu'il est possible de les utiliser sans ajout de liant hydraulique, ce qui est extrêmement intéressant d'un point de vue pratique et économique.

Liste des tableaux et figures

Tableau 1 : Critère de résistance mécanique en compression à 28 jours	147
Tableau 2 : Avantages et inconvénients des matériaux de remblai autocompactant.....	149
Tableau 3 : Teneur en eau et affaissement des 6 gâchées.....	155
Tableau 4 : Valeur de la portance à 24h pour les 3 formulations.....	156
Tableau 5 : Résistance en compression à 28 jours des 6 séries d'éprouvettes.....	157
Tableau 6 : Comparaison entre la teneur en eau initiale et les masses volumiques sèches ...	161

Figure 1 : Ouverture de tranchée de faible largeur en milieu urbain.....	145
Figure 2 : Remplissage de tranchée avec un remblai autocompactant par simple déversement .	146
Figure 3 : Mise en œuvre d'un remblai autocompactant	148
Figure 4 : Détermination de l'affaissement au cône d'Abrams	151
Figure 5 : Fond d'un moule percé (simulation du cas essorable)	152
Figure 6 : Conservation des éprouvettes essorables (E) et non essorables (NE)	152
Figure 7 : Soufrage des éprouvettes avant l'essai de compression	153
Figure 8 : Essai de compression.....	153
Figure 9 : Exemple de courbe contraintes - déformations.....	154
Figure 10 : Diffusion de l'eau dans les moules des éprouvettes non essorables.....	155
Figure 11 : Résistance en compression à 28 jours des 6 séries d'éprouvettes	157
Figure 12 : Evolution entre les teneurs en eau initiales et finales.....	158
Figure 13 : Détermination du tassement des éprouvettes en 3 points.....	159
Figure 14 : Tassement des éprouvettes à 28 jours	159
Figure 15 : Evolution de la masse volumique sèche des éprouvettes	160

Bibliographie

CERTU. Remblayage des tranchées – Utilisation de matériaux autocompactants. Edité par le CERTU et Cimbéton, 1998, 36p.

CIMBETON. Remblayage des tranchées – Les matériaux autocompactants à base de ciment. Collection Technique Cimbéton, indice T62, 2005, 15p.

HERR O., VACHON M., SEDRAN T., DE LARRARD F., BALAY J.M. Les matériaux autocompactants essorables de structure (MACES) – Etude de faisabilité d'une nouvelle gamme de matériaux hydrauliques pour les assises de chaussées, Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées, 2001, vol. 232, pp. 99-103.

NF P 98-331. Chaussées et dépendances – tranchées : ouverture, remblayage et défection. Norme française, AFNOR, 2005.

Conclusion générale

La gestion des sédiments de dragage contaminés par de la matière organique et inorganique constitue un problème économique et environnemental majeur de notre société. Pour y remédier, de nombreuses études se sont intéressées à la mise au point de procédés de traitement efficaces et à la valorisation des produits traités. L'entreprise Solvay a ainsi développé le procédé de stabilisation Novosol[®], permettant d'inertiser les boues de dragage polluées et d'envisager leur valorisation dans les matériaux du Génie Civil. Il se décompose en 2 grandes étapes : la première consiste à mélanger les sédiments avec de l'acide phosphorique (~2 à 3 %) et la seconde à les calciner dans un four tournant à environ 650°C.

L'objectif de ce travail de thèse était d'évaluer la faisabilité et les conditions d'utilisation des sédiments traités Novosol[®] (STN) dans les matériaux routiers, en particulier dans une couche de forme et en tant que remblai autocompactant.

S'agissant d'un matériau nouveau, il a été nécessaire de commencer par une caractérisation approfondie des propriétés physico-chimiques et géotechniques des STN. Les sédiments de cette étude ont été prélevés à Dampremy, près de Charleroi en Belgique et traités par le procédé en avril et mai 2005. Après traitement, les STN se présentent sous la forme d'un matériau orangé, sec et friable qui a été concassé en une fraction inférieure à 2 mm. Il est composé de particules dont le diamètre médian est de 38,8 µm avec une fraction fine importante (72 % de passant à 80 µm). Sa masse volumique est de 2,76 g/cm³ et les analyses minéralogiques ont fait ressortir qu'il était essentiellement constitué de quartz et d'hématite. Une de ses particularités est qu'il présente un caractère fortement basique (pH = 12,4) du au fait que l'étape de calcination du traitement Novosol[®] permet de décarbonater

une partie de la calcite (CaCO_3) initialement contenue dans les sédiments, en chaux vive (CaO).

D'un point de vue géotechnique, il a été mis en évidence que l'Indice Portant Immédiat des STN étant suffisant pour qu'ils puissent être valorisés dans une couche de forme sans matériau d'apport. Il est ainsi envisageable d'absorber de grands volumes de STN dans cette voie de valorisation. Leurs paramètres de compactage Proctor ont été déterminés ($\rho_{\text{OPN}} = 1,33 \text{ g/cm}^3$ et $w_{\text{OPN}} = 30,6 \%$) et ils se positionnent en tant que matériau A_1 dans la classification des sols du Guide du Traitement des Sols (GTS). Il s'agit de la catégorie qui rassemble les limons peu plastiques, les loess, les silts alluvionnaires, les sables fins peu pollués et les arènes peu plastiques. Cette information est essentielle car connaissant la classe d'un matériau, il est possible d'utiliser les recommandations du GTS, notamment en ce qui concerne la nature et le dosage des liants.

D'autre part, d'après une campagne expérimentale d'essais en compression complétée par des Analyses Thermogravimétriques, il a été démontré que les STN présentaient un caractère pouzzolanique ainsi qu'une réactivité naturelle à l'eau. Ces propriétés importantes ont été mises à profit dans le travail de valorisation (utilisation de chaux, abaissement des dosages par rapport aux préconisations du GTS). Il serait intéressant de mener des travaux complémentaires afin de mieux comprendre ces phénomènes ainsi que leurs origines : composition initiale des sédiments, influence du traitement Novosol[®], etc.

Concernant la valorisation des STN en couche de forme, une étude de formulation portant sur 5 liants différents a été menée. Il s'agit de 3 Liants Hydrauliques Routiers (LHR) produits par la société Holcim (Roc As, Roc SC et Roc Sol), un ciment CEM II 32,5 et de la chaux vive. Ils ont été sélectionnés en fonction des propriétés spécifiques des STN ainsi que des habitudes pratiquées par les entreprises routières dans le Nord Pas De Calais. La chaux a été dosée à 2 % (pourcentage par rapport à la matière sèche totale) et les autres liants à 5 %, soit 2 % de moins que le dosage conseillé par le GTS pour un matériau de classe A_1 . Pour chaque liant, une caractérisation complète du comportement et des performances mécaniques d'éprouvettes compactées a été réalisée.

Il ressort de ce travail expérimental que les 5 liants étaient adaptés au traitement des STN. Aux dosages testés, il a été montré que la portance des mélanges confectionnées était améliorée après 4 jours d'immersion, ce qui garantit la pérennité du matériau traité. D'autre part, il n'a pas été observé de gonflement préjudiciable ni de perte de cohésion en cas de saturation à l'eau. Quelque soit le liant, le délai de mise en circulation est rapide (2 jours), ce

qui permet la mise en œuvre des couches supérieures dans un délai raisonnable. Enfin, la résistance à l'immersion au jeune âge est satisfaisante, excluant tout risque de défaillance de la couche en cas de remontée de la nappe phréatique.

Cependant, de grandes différences ont été mises en évidence en ce qui concerne les performances en compression et en traction des 5 formulations. Deux se distinguent particulièrement par leur bon comportement mécanique : il s'agit du Roc Sol et de la chaux. Ce sont les seuls dont les performances à 90 jours permettent de se situer en Zone 3 dans l'abaque de classement du GTS, conformément aux objectifs fixés. Etant donné que Roc Sol contient une forte proportion de chaux vive, ce sont les propriétés pouzzolaniques des STN qui sont à l'origine de ces performances. On notera par ailleurs que contrairement à d'autres matériaux, le développement de la prise pouzzolanique des STN est rapide ($R_c > 1$ MPa dès 2 jours). Le Roc As et le Roc SC ont donné des performances nettement inférieures (Zone 5). Ces 2 LHR étant principalement à base de laitier, il semblerait que les STN aient une influence néfaste sur leur activation. Il serait intéressant de mener des analyses complémentaires afin de mieux comprendre cette observation. En ce qui concerne le traitement au ciment CEM II 32,5, il se situe en Zone 4 à 90 jours mais la courbe d'évolution de sa résistance en compression laisse prévoir un accroissement de ses performances à plus long terme.

Il est important de garder à l'esprit que ces résultats ont été obtenus avec des dosages en liants inférieurs à ceux préconisés par le GTS, ce qui d'un point de vue économique, confère au STN un réel avantage par rapport à d'autre matériau de classe A₁. Afin de valider ces résultats, il serait nécessaire d'effectuer un essai en grandeur nature en mettant en œuvre une couche de forme constituée de STN dans une structure routière.

La dernière partie de ce travail a consisté à explorer une autre voie de valorisation, à savoir les remblais autocompactants. Ce type de matériau est formulé de telle sorte que sa fluidité lui permette se mettre en place dans une tranchée sans compactage ni vibration (affaissement au cône d'Abrams de 15 cm). Trois formulations ont été testées (0 %, 2 % et 4 % de ciment CEM II 32,5) et la bonne fluidité a été obtenue pour une teneur en eau de l'ordre de 43 %. Les performances mécaniques en compression à 28 jours ont montré que pour un dosage en ciment inférieur à 2 %, il était possible de valoriser les STN en tant que remblai autocompactant. En particulier, la formulation sans liant a permis d'obtenir de bons résultats ce qui est particulièrement intéressant d'un point de vue économique et pratique. Cependant, de nombreux problèmes ont été mis en évidence, notamment un défaut de

portance à 24h et un tassement important à 28 jours (~6,5 %). Ces points nécessiteraient d'être approfondis avant d'effectuer un essai en grandeur nature.

Finalement, d'après tout ce qui a été dit, on peut conclure que les matériaux routiers représentent un bon débouché pour la valorisation des STN. Le projet Démoroute mené en collaboration avec Eurovia, le LCPC et Solvay avait montré qu'il était possible de formuler une couche d'assise contenant jusqu'à 40 % de STN. Ce travail de thèse a prouvé qu'il était également envisageable de les valoriser en couche de forme et en remblai autocompactant. Ainsi, la palette d'utilisation des STN en technique routière est très étendue et le sera probablement encore plus dans l'avenir.

Annexes

Annexe 1

Détermination de l'incertitude d'une mesure par la méthode de la dérivée logarithmique

Le calcul d'incertitude permet d'évaluer les erreurs qui se produisent lors de la détermination expérimentale d'une grandeur physique. Connaissant la précision des instruments de mesure utilisés, la méthode de la dérivée logarithmique permet d'évaluer un intervalle de confiance dans lequel est située la grandeur considérée. Elle est particulièrement adaptée aux grandeurs physiques s'exprimant sous la forme d'un produit de ses paramètres.

Par exemple, considérons une grandeur physique f dépendant de 3 paramètres notés x , y et z et qui s'exprime sous la forme suivante :

$$f(x, y, z) = x^a y^b z^c$$

où a , b et c sont des constantes. On applique alors le logarithme népérien aux 2 membres de cette relation :

$$\ln f(x, y, z) = a \ln x + b \ln y + c \ln z$$

Puis, on prend la différentielle de cette équation :

$$\frac{df}{f} = a \frac{dx}{x} + b \frac{dy}{y} + c \frac{dz}{z}$$

Les paramètres x , y et z ayant été déterminés expérimentalement avec une incertitude respective Δx , Δy et Δz , on obtient en remplaçant les différentielles par ces grandeurs :

$$\frac{\Delta f}{f} = a \frac{\Delta x}{x} + b \frac{\Delta y}{y} + c \frac{\Delta z}{z}$$

Dans notre cas, toutes les grandeurs physiques sont positives mais en revanche, les constantes a , b et c peuvent être négatives. Aussi, la dernière étape consiste à majorer la relation précédente en passant par la valeur absolue :

$$\frac{\Delta f}{f} \leq |a| \frac{\Delta x}{x} + |b| \frac{\Delta y}{y} + |c| \frac{\Delta z}{z}$$

Le terme Δf représente l'incertitude absolue (exprimée dans l'unité de la grandeur mesurée) et $\frac{\Delta f}{f}$ l'incertitude relative (exprimée sous forme d'un pourcentage). En fonction des situations, on préférera donner l'une ou l'autre de ces 2 incertitudes. D'autre part, on remarquera que cette méthode permet de relier facilement entre elles les différentes incertitudes des grandeurs mesurées.

Exemple : Calcul de l'incertitude liée à la détermination de la masse volumique sèche d'une éprouvette cylindrique compactée (Partie 2 - §5.2.2 et Partie 3 - §4.1.3).

Notations : ρ_s : masse volumique sèche de l'éprouvette (g/cm^3)

M_s : masse sèche de l'éprouvette (g)

M_h : masse humide de l'éprouvette (g)

w : teneur en eau de l'éprouvette (%)

V : volume de l'éprouvette (cm^3)

D : diamètre de l'éprouvette (cm)

h : hauteur de l'éprouvette (cm)

D'après les relations suivantes : $\rho_s = \frac{M_s}{V}$

$$w = \frac{M_h - M_s}{M_s}$$

$$V = \frac{\pi \times D^2}{4} \times h$$

on peut écrire : $\rho_s = \frac{4M_h}{\pi \times D^2 \times h \times (1+w)}$

Si on applique la méthode précédemment décrite, on obtient :

$$\ln \rho_s = \ln(4) + \ln M_h - \ln(\pi) - 2\ln(D) - \ln(h) - \ln(1+w)$$

$$\frac{d\rho_s}{\rho_s} = \frac{dM_h}{M_h} - 2\frac{dD}{D} - \frac{dh}{h} - \frac{dw}{1+w}$$

$$\frac{\Delta\rho_s}{\rho_s} = \frac{\Delta M_h}{M_h} - 2\frac{\Delta D}{D} - \frac{\Delta h}{h} - \frac{\Delta w}{1+w}$$

$$\frac{\Delta\rho_s}{\rho_s} \leq \frac{\Delta M_h}{M_h} + 2\frac{\Delta D}{D} + \frac{\Delta h}{h} + \frac{\Delta w}{1+w}$$

Donc, en supposant que :

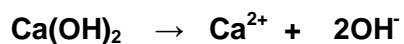
- les valeurs de M_h , D et h aient été mesurées avec des appareils dont on connaît la précision (balance et pied à coulisse)
- w soit connu (déterminé à partir d'un échantillon prélevé lors de la confection de la gâchée, pesé avant et après étuvage)
- l'incertitude de w ait été évaluée en utilisant également la méthode de la dérivée logarithmique

alors il est possible de calculer $\frac{\Delta\rho_s}{\rho_s}$ et $\Delta\rho_s$.

Annexe 2

Détermination du pH d'une solution de chaux

Considérons une solution d'eau déminéralisée et de chaux éteinte (hydroxyde de calcium) Ca(OH)_2 , non saturée, de concentration C . L'équation de dissolution de la chaux dans l'eau s'écrit :



A l'équilibre, on a donc $[\text{OH}^-] = 2 \times [\text{Ca(OH)}_2] = 2 \times C$

Soit K_e le produit ionique de l'eau : $K_e = [\text{H}_3\text{O}^+][\text{OH}^-] = 10^{-14}$

Alors, le pH de la solution vaut $\text{pH} = -\log [\text{H}_3\text{O}^+]$

$$\text{pH} = -\log (K_e / [\text{OH}^-]) = 14 + \log [\text{OH}^-]$$

$$\text{pH} = 14 + \log (2 \times C)$$

$\text{pH} = 14,3 + \log C$

Annexe 3

Protocole de fabrication et de conservation des éprouvettes compactées

En fonction des essais mis en œuvre, 2 types d'éprouvettes cylindriques ont été confectionnées : $\varnothing = 5$ cm et h = 10 cm (5x10) ou $\varnothing = 10$ cm et h = 10 cm (10x10). Leur protocole de fabrication étant pratiquement identique (seules les dimensions des moules changent), nous allons détailler uniquement la confection des éprouvettes 5x10.

La méthodologie utilisée repose sur la norme NF P98-230-2 : « Essais relatifs aux chaussées – Préparation des matériaux traités aux liants hydrauliques ou non traités – Partie 2 : Fabrication des éprouvettes de sables ou de sols fins par compression statique ».

Préparation du mélange

Les quantités respectives des différents matériaux (STN, liant et/ou chaux, eau) sont pesées en fonction de la formulation étudiée. Les STN sont introduits en premier dans le bol du malaxeur (Figure A2-1) qui est ensuite mis en fonctionnement. Le liant et/ou la chaux sont rajoutés, puis l'eau. A partir du moment où la totalité de l'eau a été incorporée, le malaxage est maintenu pendant 4 minutes, durée suffisante pour obtenir une mouture parfaitement homogène (Figure A2-2). A la fin du malaxage, le bol est retiré et immédiatement recouvert d'une bâche en plastique afin de prévenir l'évaporation de l'eau.



Figure A2-1 : Malaxeur utilisé pour la préparation des mélanges



Figure A2-2 : Aspect de la mouture après malaxage

Matériel nécessaire pour la confection

La confection des éprouvettes se fait par double compression statique afin d'obtenir un compactage le plus homogène possible. Le matériel nécessaire à la confection se compose d'un corps de moule, de 2 pistons et de 2 demi-coquilles d'espacement (Figures A2-3 et A2-5). Pour le démoulage des éprouvettes, on utilise un contre piston ainsi qu'une rehausse de démoulage (Figure A2-4).

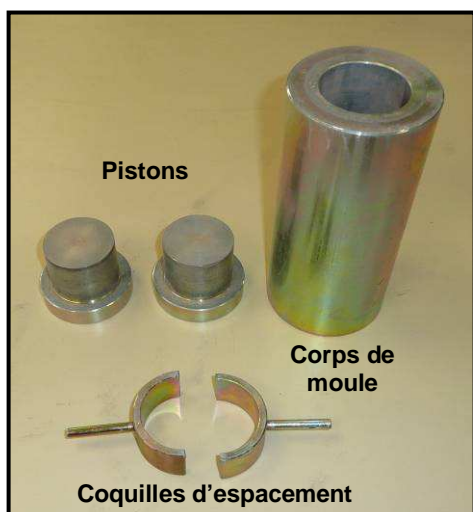


Figure A2-3 : Matériel pour la confection des éprouvettes



Figure A2-4 : Matériel pour le démoulage des éprouvettes

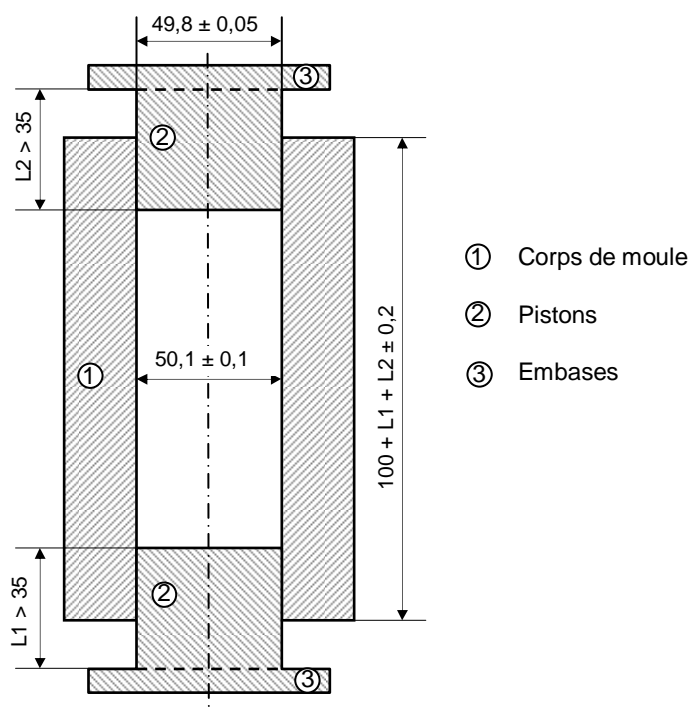


Figure A2-5 : Schéma d'un moule pour la confection d'éprouvette $\varnothing = 5 \text{ cm}$, $h = 10 \text{ cm}$. Les cotes sont en mm.

Remplissage du moule

Les 2 demi-coquilles d'espacement ($h = 25 \text{ mm}$) sont disposées entre le corps du moule et l'embase du piston inférieur (Figure A2-6). Le moule est rempli par le haut, en 3 fois, en tassant légèrement le mélange entre chaque couche.



Figure A2-6 : *Disposition du moule lors du remplissage avec les demi-coquilles d'espacement*

Compactage de l'éprouvette

Une fois le moule rempli, les 2 demi-coquilles sont retirées et le piston supérieur est mis en place. L'ensemble est disposé sur une presse manuelle (presse Enerpac, capacité 25 tonnes) et on procède au compactage, sans à-coup (Figure A2-7). La durée de l'opération ne doit pas être inférieure à 10 secondes. Une fois les embases en contact avec le corps du moule, la charge est maintenue pendant 10 secondes (100 bars pour les éprouvettes 5x10, 150 bars pour les 10x10).



Figure A2-7 : *Compactage des éprouvettes*

Démoulage de l'éprouvette

Après le compactage, les 2 pistons sont retirés. Afin d'éviter que l'éprouvette ne se détériore lors du démoulage, elle est extraite du corps du moule par le haut. Pour cela, on dispose la rehausse sur la partie supérieure du moule et on insère le contre piston par le dessous. En appliquant une pression sur la rehausse, l'éprouvette est démoulée (Figure A2-8).

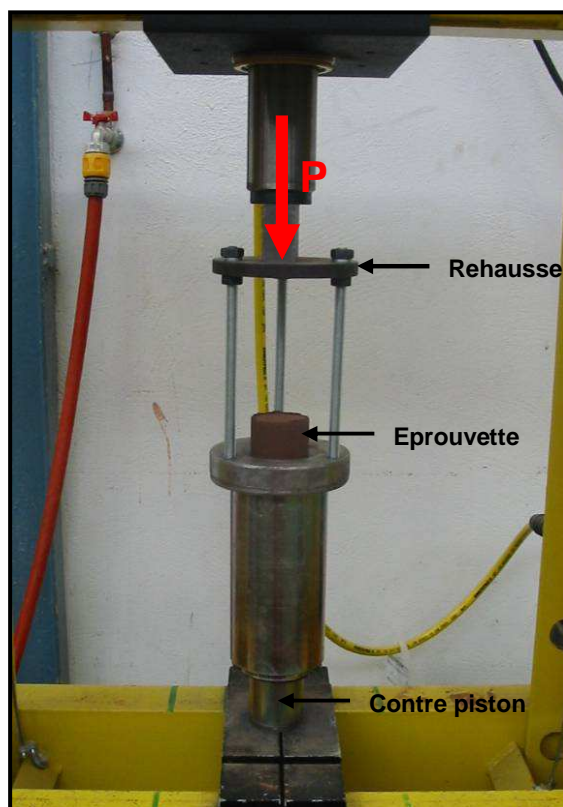


Figure A2-8 : Epreuve en cours de démoulage

Conservation normale des éprouvettes

Après démoulage, les éprouvettes sont pesées et mesurées (diamètre : moyenne de 3 mesures au pied à coulisse dans la partie haute, centrale et basse de l'éprouvette ; hauteur : moyenne de 2 mesures au pied à coulisse espacées de 90°). Elles sont ensuite introduites dans des étuis en PVC ($\varnothing = 63$ mm pour les 5x5 ; $\varnothing = 120$ mm pour les 5x10) hermétiquement fermés aux extrémités et disposés dans une pièce climatisée à $20 \pm 1^\circ\text{C}$ pendant le temps de maturation nécessaire (Figure A2-9).



Figure A2-9 : Conservation des éprouvettes dans les étuis en PVC

Annexe 4

Informations complémentaires sur les produits de traitement utilisés en technique routière

La chaux aérienne

Les principales caractéristiques de la chaux utilisée en technique routière ont été exposées dans le 3^e chapitre, paragraphe 2.1.1. Nous apportons ici quelques précisions ainsi que d'autres paramètres qui peuvent être pris en compte.

- La surface spécifique est une caractéristique importante dans la mesure où elle intervient sur les conditions de transport, de stockage et de mélange. En outre, elle peut intervenir sur la vitesse de réaction de la chaux. En effet, l'extinction de la chaux vive par de l'eau du sol peut augmenter considérablement la finesse initiale puisqu'elle entraîne une pulvérisation très fine (à l'inverse du ciment qui « prend en grumeaux » et perd de son efficacité s'il est humidifié prématurément). La chaux vive possède une surface spécifique généralement comprise entre 0,3 et 1 m²/g et la chaux éteinte entre 1 et 2 m²/g.

- La masse volumique apparente est un paramètre également intéressant à connaître, notamment pour le transport de la chaux. Elle dépend de la nature de la chaux, de sa granulométrie, de son degré d'aération, etc. Pour la chaux vive, elle est de l'ordre de 800 à 950 kg/m³ et de 300 à 650 kg/m³ pour la chaux éteinte.

- La solubilité de la chaux éteinte dans l'eau est très faible et elle diminue lorsque la température augmente. Elle est de 1,25 g/L à 20°C et 0,67 g/L à 80°C.

- La teneur en CaO libre est la principale caractéristique d'une chaux. Le CaO peut être libre, c'est-à-dire non combiné, sous forme d'oxyde CaO pour une chaux vive, ou d'hydroxyde Ca(OH)₂ pour la chaux éteinte. Le CaO peut aussi se présenter sous la forme de carbonates, soit parce que le calcaire d'origine n'a pas été complètement dissocié et qu'il reste des « incuits » ; soit parce qu'il y a eu recarbonatation de la chaux au contact de l'air. Le CaO ainsi combiné peut être considéré comme inerte pour la plupart des emplois routiers : on apprécie son importance grâce à la teneur en CO₂ de la chaux. Enfin, on peut également rencontrer du CaO combiné dans des silicates et des aluminates. La somme du CaO libre et du CaO combiné représente le CaO total.

- La teneur en MgO libre est également intéressante à connaître car la magnésie a en général une action analogue à celle de la chaux.

- La réactivité déterminée par l'essai dit de « réactivité à l'eau » réalisé selon la norme NF P98-102. Elle représente la vitesse d'hydratation de la chaux vive et peut s'interpréter comme un test global de la qualité de la chaux car elle prend en compte à la fois la qualité de la cuisson, la teneur en chaux libre et la finesse de broyage. Le principe repose sur la mesure de l'augmentation de la température d'une solution de chaux en fonction du temps. Plus l'augmentation de température est rapide, plus la chaux est réactive (Figure A3-1).

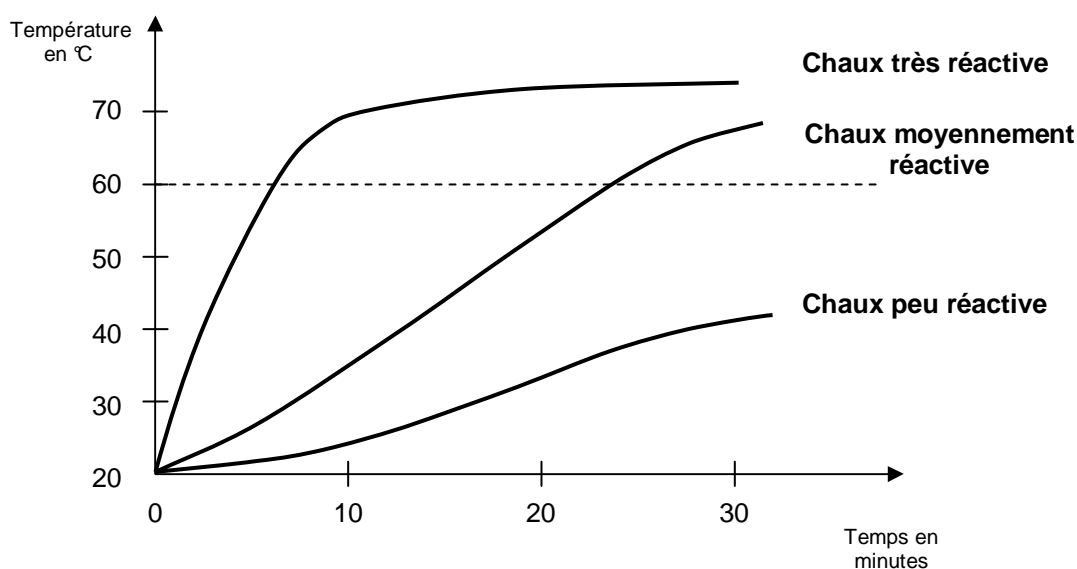


Figure A3-1 : Test de la réactivité de la chaux vive

- Les spécifications des chaux à usage routier sont décrites dans la norme NF P98-101. Les valeurs des caractéristiques devant être respectées par les chaux aériennes utilisables en technique routière sont précisées tableau A3-1.

Chaux vive	Chaux éteinte
Critères granulométriques	
Classe granulométrique 0/2 mm Passant au tamis 0,2 mm \geq 80 % Passant au tamis 0,08 mm \geq 50 %	Passant au tamis 0,08 mm \geq 90 %
Critères chimiques et réactivité	
Teneur en CaO libre \geq 80 % Teneur en MgO \leq 8 % Test de réactivité à l'eau : température finale $>$ 60°C atteinte en moins de 25 minutes	Teneur en CaO libre \geq 50 % Teneur en MgO \leq 6 % Teneur en eau libre \leq 2 %

Figure A3-1 : Critères de conformité de la chaux utilisée dans le domaine routier

Les ciments

Les ciments peuvent comporter de nombreux ajouts mélangés au clinker. Si la teneur d'un constituant est supérieure à 5 %, le fabricant doit l'indiquer dans la dénomination du ciment et indiquer par une lettre sa nature (cf. ci-après). Les principaux ajouts sont :

- Les laitiers de haut-fourneau qui sont un sous produit industriel résultant du refroidissement rapide de la scorie provenant de la fusion du minerai de fer dans un haut-fourneau. C'est un matériau hydraulique latent, c'est-à-dire qu'il présente des propriétés hydrauliques lorsqu'il a subi une activation. Si le ciment contient du laitier, cela est précisé par la lettre S.

- Les pouzzolanes d'origine volcanique, les roches sédimentaires ayant une composition chimique et minéralogique appropriée ou bien les argiles et les schistes activés thermiquement. Les pouzzolanes réagissent, en présence d'eau, avec l'hydroxyde de calcium (Ca(OH)_2) pour former des silicates et des aluminates de calcium. La présence de pouzzolanes est précisée par la lettre P si elles sont d'origine naturelle, Q si ce sont des argiles calcinées et T pour les schistes calcinés.

- Les cendres volantes silico-alumineuses ou silico-calcaires. Les premières sont des résidus de la combustion du charbon dans les centrales thermiques. Elles se présentent sous la forme d'une fine poudre de particules principalement sphériques, vitrifiées et présentant des propriétés pouzzolaniques. Un ciment contenant ce type de cendre volante comporte dans sa dénomination la lettre V. Quant aux cendres volantes silico-calcaires, elles

se présentent également sous la forme d'une poudre fine ayant des propriétés hydrauliques et pouzzolaniques. Elles sont déclarées par la lettre W.

- La fumée de silice qui provient de la réduction de quartz de grande pureté par du charbon dans des fours à arc électriques utilisés pour la production de silicium et d'alliages de ferro-silicium. Elle est formée de particules sphériques très fines (typiquement 100 nm de diamètre), de très haute pureté en silice amorphe leur conférant une forte réactivité pouzzolanique. Elles sont dénommées par la lettre S dans les ciments.

- Les fines calcaires, inertes chimiquement. Leur présence dans certains ciments sert uniquement de diluant. Un ciment contenant des fines calcaires est dénommé L ou LL en fonction de leur teneur en carbone organique total

La dénomination des ciments courants est précisée dans le tableau suivant :

Désignation du type de ciment	Dénomination normalisée	Composition
Ciment Portland	CEM I	Clinker : > 95 % Autres constituants : < 5%
Ciment Portland composé	CEM II/A	Clinker : 80 – 94 % Autres constituants : 6 – 14 %
	CEM II/B	Clinker : 65 – 79 % Autres constituants : 21 – 35 %
Ciment de haut-fourneau	CEM III/A	Clinker : 35- 64 % Laitier : 36 – 65 %
	CEM III/B	Clinker : 20- 34 % Laitier : 66 – 80 %
	CEM III/C	Clinker : 5- 19 % Laitier : 71 – 95 %
Ciment pouzzolanique	CEM IV/A	Clinker : 65 – 90 % Pouzzolanes : 10 – 35 %
	CEM IV/B	Clinker : 45 – 64 % Pouzzolanes : 36 – 55 %
Ciment composé	CEM V/A	Clinker : 40 – 64 % Laitier : 18 – 30 % Pouzzolanes : 10 – 35 %
	CEM V/B	Clinker : 20 – 39 % Laitier : 31 – 50 % Pouzzolanes : 31 – 50 %

Tableau A3-1 : Dénomination des principaux ciments courants, selon la norme NF EN 197-1

Les performances mécaniques courantes des ciments, sont déterminées selon la norme NF EN 196-1 (confection de mortiers normalisés). En fonction des résistances en compression obtenues, le ciment peut faire partie d'une des 3 classes de résistance suivantes : 32,5 ; 42,5 ou 52,5 MPa. D'autre part, une indication supplémentaire sur la cinétique de prise à court terme est également prise en compte. Elle est indiquée par la lettre N pour des résistances normales à court terme et R pour des résistances élevées. Le tableau A3-2 rassemble les exigences mécaniques requises.

Classe de résistance	Résistance à la compression (MPa)		
	Résistance à court terme		Résistance courante
	2 jours	7 jours	28 jours
32,5 N	/	≥ 16	$\geq 32,5$ $\leq 52,5$
32,5 R	≥ 10	/	
42,5 N	≥ 10	/	$\geq 42,5$ $\leq 62,5$
42,5 R	≥ 20	/	
52,5 N	≥ 20	/	$\geq 52,5$
52,5 R	≥ 30	/	

Tableau A3-2 : Exigences mécaniques des ciments courants définies en terme de valeurs caractéristiques

Les Liants Hydrauliques Routiers (LHR)

Comme nous l'avons précisé, les principaux constituants des LHR sont pratiquement identiques à ceux des ciments mais leur proportion est adaptée aux applications routières. On utilise également la même dénomination que pour les ciments : K pour le clinker, S pour les laitiers, Z pour les pouzzolanes naturelles, V pour les cendres volantes siliceuses, W pour les cendres volantes calciques, T pour les schistes calcinés et enfin L pour les fines calcaires. Les autres composants que l'on peut trouver dans les LHR en proportion importante sont : la chaux (CL) et le sulfate de calcium (Cs).

La composition d'un LHR doit être déclarée par le fabricant pour les constituants dont la teneur est supérieure à 5 %. Si la proportion déclarée est supérieure à 20 %, la tolérance absolue est de ± 10 % et si elle est comprise entre 6 et 20 %, la tolérance est de ± 5 %.

Concernant les performances mécaniques, elles sont évaluées à l'aide de la norme NF EN 196-1, mais contrairement au ciment, les essais sont effectués à 56 jours de maturation. Trois classes mécaniques sont définies par la norme NF P15-108 : 10, 20 et 30 MPa. Le tableau suivant précise les valeurs requises en fonction des classes.

Classe de résistance	Résistance à la compression à 56 jours (MPa)
10	≥ 10 ≤ 30
20	≥ 20 ≤ 40
30	≥ 30 ≤ 50

Tableau A3-3 : Exigences mécaniques des 3 classes de résistances les LHR

La désignation normalisée d'un LHR doit comprendre sa classe de résistance ainsi que les proportions des principaux constituants. Par exemple, un LHR dénommé LHR 10 S55 V35 L10 signifie que sa résistance est comprise entre 10 et 30 MPa et qu'il est composé de $55 \pm 10 \%$ de laitier, $35 \pm 10 \%$ de cendres volantes siliceuses et $10 \pm 5 \%$ de fines calcaires.

La nomenclature utilisée dans la chimie des liants hydrauliques

La chimie des ciments étant une chimie des oxydes, l'industrie cimentière a adopté une nomenclature simplifiée pour les principaux oxydes rencontrés, précisée dans le tableau A3-4 :

CaO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	H ₂ O
C	S	A	F	H

Tableau A3-4 : Notations conventionnelles de la chimie des liants hydrauliques

Annexe 5

Données relatives aux dimensions et à la masse des éprouvettes 5 x 10 et 10 x 10

Campagne de pouzzolanité

		Série 100S	Série 90S	Incertitude de la mesure
Masse (g)	Théorique	341	341	± 0,1
	Moyenne	338,5	339,1	
	Minimum	336,7	338,0	
	Maximum	339,7	340,1	
	Ecart type	0,74	0,55	
Hauteur (mm)	Théorique	100	100	± 0,1
	Moyenne	101,5	101,3	
	Minimum	100,5	101,1	
	Maximum	102,1	101,6	
	Ecart type	0,56	0,14	
Diamètre (mm)	Théorique	50	50	± 0,1
	Moyenne	50,0	50,0	
	Minimum	50,1	50,1	
	Maximum	50,0	50	
	Ecart type	0,03	0,02	

Campagnes de valorisation en couche de forme – Eprouvettes 5 x 10

		Roc AS	Roc SOL	Roc SC	CEM II	Chaux	Incertitude de la mesure
Masse (g)	Théorique	334,9	334,9	334,9	334,9	334,6	± 0,1
	Moyenne	334,4	334,2	334	334,2	334,1	
	Minimum	333,3	333	331,8	333,3	333,1	
	Maximum	335,3	335,6	334,8	335	334,8	
	Ecart type	0,56	0,55	1,01	0,51	0,59	
Hauteur (mm)	Théorique	100	100	100	100	100	± 0,1
	Moyenne	101	101,1	101,1	101,2	101,1	
	Minimum	100,6	100,6	100,9	101,1	101	
	Maximum	101,4	101,2	101,3	101,5	101,3	
	Ecart type	0,15	0,15	0,11	0,17	0,12	
Diamètre (mm)	Théorique	50	50	50	50	50	± 0,1
	Moyenne	50,1	50,1	50	50	50	
	Minimum	50	50	50	50	50	
	Maximum	50,2	50,2	50,1	50,1	50,1	
	Ecart type	0,08	0,05	0,05	0,05	0,05	

Campagnes de valorisation en couche de forme – Eprouvettes 10 x 10

		Roc AS	Roc SOL	Roc SC	CEM II	Chaux	Incertitude de la mesure
Masse (g)	Théorique	1305,7	1305,7	1305,7	1305,7	1298,8	± 0,1
	Moyenne	1305,4	1305,1	1304,8	1304,6	1298,2	
	Minimum	1304,3	1304,6	1303,1	1303,9	1297,3	
	Maximum	1306,5	1305,9	1305,8	1305,1	1298,7	
	Ecart type	0,69	0,46	0,74	0,36	0,45	
Hauteur (mm)	Théorique	100	100	100	100	100	± 0,1
	Moyenne	101,3	101,3	101,2	101,3	101,3	
	Minimum	101,0	101,1	101,0	100,9	101,1	
	Maximum	101,4	101,6	101,4	101,6	101,5	
	Ecart type	0,16	0,18	0,14	0,21	0,12	
Diamètre (mm)	Théorique	100	100	100	100	100	± 0,1
	Moyenne	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	
	Minimum	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	
	Maximum	100,1	100,1	100,1	100,2	100,2	
	Ecart type	0,03	0,05	0,05	0,07	0,07	

