



HAL
open science

Incorporation de fines issues de granulats recyclés dans la fabrication de nouveaux liants hydrauliques

Lisa Oksri Nelfia

► **To cite this version:**

Lisa Oksri Nelfia. Incorporation de fines issues de granulats recyclés dans la fabrication de nouveaux liants hydrauliques. Génie civil. Université de La Rochelle, 2015. Français. NNT : 2015LAROS006 . tel-01279043

HAL Id: tel-01279043

<https://theses.hal.science/tel-01279043v1>

Submitted on 25 Feb 2016

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.



Université de La Rochelle – UFR Science et Technologie

Ecole doctorale Sciences et Ingénierie en Matériau, Mécanique, Énergétique et Aéronautique

Laboratoire des Sciences de l'Ingénieur pour l'Environnement

THÈSE

Présentée et soutenue par **Lisa Oksri NELFIA**

Le 6 Juillet 2015

Doctorat de l'Université de La Rochelle

Spécialité : Génie Civil

Incorporation de fines issues de granulats
recyclés dans la fabrication de nouveaux liants
hydrauliques

JURY

Jean-Emmanuel AUBERT	Maitre de Conférences HDR, Université de Toulouse, Rapporteur
Sébastien REMOND	Professeur, École des Mines de Douai, Rapporteur
Ouali AMIRI	Professeur des Universités, Université de Nantes, Directeur de thèse
Abdelhafid KHELIDJ	Professeur des Universités, Université de Nantes, Présidente du jury
Pierre-Yves MAHIEUX	Maître de conférences, Université de La Rochelle, Co-encadrant
Philippe TURCRY	Maître de conférences, Université de La Rochelle, Co-encadrant
Laurent CHATEAU	Ingénieur à la Direction Economie Circulaire et Déchets, ADEME, Invité



Université de La Rochelle – UFR Science et Technologie

Ecole doctorale Sciences et Ingénierie en Matériau, Mécanique, Énergétique et Aéronautique

Laboratoire des Sciences de l'Ingénieur pour l'Environnement

THÈSE

Présentée et soutenue par **Lisa Oksri NELFIA**

Le 6 Juillet 2015

Doctorat de l'Université de La Rochelle

Spécialité : Génie Civil

Incorporation de fines issues de granulats
recyclés dans la fabrication de nouveaux liants
hydrauliques

JURY

Jean-Emmanuel AUBERT	Maitre de Conférences HDR, Université de Toulouse, Rapporteur
Sébastien REMOND	Professeur, École des Mines de Douai, Rapporteur
Ouali AMIRI	Professeur des Universités, Université de Nantes, Directeur de thèse
Abdelhafid KHELIDJ	Professeur des Universités, Université de Nantes, Présidente du jury
Pierre-Yves MAHIEUX	Maître de conférences, Université de La Rochelle, Co-encadrant
Philippe TURCRY	Maître de conférences, Université de La Rochelle, Co-encadrant
Laurent CHATEAU	Ingénieur à la Direction Economie Circulaire et Déchets, ADEME, Invité

Remerciements

Je tiens en premier lieu à remercier tous les membres du jury pour m'avoir fait l'honneur d'accepter de juger ce travail de thèse, MM. Sébastien REMOND, Professeur à l'Ecole des Mines de Douai et Jean-Emanuel AUBERT, Maître de conférences à l'Université Paul Sabatier-INSA Toulouse, rapporteurs de thèse, ainsi que MM. Abdelhafid KHELIDJ, Professeur à Universités de Nantes, Président du jury et Laurent CHATEAU, Ingénieur à la Direction Economie Circulaire et Déchets, ADEME, examinateur de thèse.

Je souhaite ensuite remercier mon directeur de thèse, M. Ouali AMIRI, pour sa bienveillance et son soutien constant. Mes remerciements vont également à M. Karim Aït-Mokhtar, Directeur du LaSIE pour m'avoir accueilli au sein de son laboratoire. Un immense merci aussi à mes encadrants, MM. Pierre-Yves MAHIEUX et Philippe TURCRY toujours disponibles, toujours compréhensifs et dont l'exigence et les encouragements m'ont motivée pour mener à bien ce travail de recherche. Sans leur patience et leur investissement, nous n'aurions pas pu mener à bien ce travail, fruit d'un effort collectif. Je suis heureuse d'avoir pu participer à cette équipe et finalement écrire cette thèse en français.

Cette équipe, c'est également tous mes collègues de laboratoire, à commencer par M. Jérôme LUX, Christelle REBERE, M. Stéphane COHENDEZ, M. Cyril BERZIOU, M. Antony GELICUS. Merci à l'ensemble du personnel : enseignants et techniciens, qui m'ont aidé au quotidien.

Je remercie mes amis de bureau, notre salle 150 C, et notamment Malek BENAMOUR pour son attitude attentionnée et son support moral, ma belle Rayan EL SAWALHI, toujours souriante et ouverte, Alexandra TALLET, la plus belle maman du monde, Jean Louis BOUVIER super gentil et chaleureux, avec qui nous avons partagé les mêmes doutes, les mêmes efforts et les mêmes bonheur et fierté du travail accompli. Un merci tout particulier à Kévin NAMOULNIARA, toujours là et toujours de bon conseil, Julian de SAINT ANGEL qui porte tellement bien son nom d'ange et Adrian GROS pour ses recettes de cuisine et bien d'autres choses encore.

Je remercie aussi mes amis indonésiens, Iman Jauhari MAKNUM, Remon LAPISA, Narita AQUARINI, Hengky MAYAGUEZZ. C'est souvent grâce à eux et aux plats pimentés partagés que j'ai gardé mon courage pour arriver jusqu'à ce jour.

Je remercie également les déjà « anciens », les post-docs qui m'ont permis d'avancer et très souvent aidé face aux difficultés, notamment ma belle amie Mariane AUDO. On a fait une super équipe ensemble, sans toi je m'en serais jamais sorti pour les manip chimiques. J'ai trouvé avec toi, ma meilleure amie ici, en France. Mon cher ami Hakim HAMDOUN tellement courageux et motivant : Chaque fois tu me disais « Allez ! Il faut aller jusqu'à bout ». On y est aujourd'hui et c'est beaucoup grâce à toi !

Je n'oublie pas les administrations de mon pays d'une part, Le ministre de l'éducation de l'Indonésie qui m'a donné les moyens de poursuivre mes études jusqu'ici et d'autre part, la France, notamment Campus France qui a financé ma scolarité.

En écrivant ces remerciements, j'ai une pensée toute particulière pour M. Irwan KATILI, qui m'a toujours fait confiance, plus que moi-même et m'a montré le chemin à suivre. J'ai trouvé en lui un « père d'étude » et suis fière d'être en quelque sorte aujourd'hui, l'une de ses pairs aussi.

Je pense bien sur profondément à mes parents et les remercie du fond du cœur d'avoir accepté et encouragé mes choix, lorsque je suis partie poursuivre mes études à Jakarta puis plus loin encore. J'espère qu'ils sont fiers de leur petite fille de Pariaman qui signe aujourd'hui sa thèse en France. Ma famille, même à 12 000 km de La Rochelle, m'a accompagné et encouragé tout au long de ses trois années et même durant mon Master. Si ma famille n'a pas pu encore venir en France, j'ai eu la chance de rencontrer une seconde famille ici en me mariant.

Grégory, simplement, je t'aime. Merci de me rendre heureuse, de m'avoir supportée durant ces trois années de thèse et d'avoir partagé déjà tant de moments merveilleux. Sans toi, la vie n'est pas aussi belle.

Merci à Dieu de me donner la chance de terminer cette thèse et d'être bientôt une future maman comblée et heureuse.

Merci, merci et encore merci.

Lisa

Résumé

Ce travail de thèse porte sur la valorisation de granulats recyclés dans la fabrication de nouveaux liants hydrauliques. Il s'inscrit dans une problématique actuelle de gestion des déchets du BTP, de sauvegarde des ressources naturelles et de réduction des gaz à effets de serre liés à la production de matériaux cimentaires. En quelques chiffres, sur les 260 millions de tonnes de déchets inertes produits annuellement par le secteur du BTP en France, 90 millions sont encore déposés en installations de stockage. C'est ce gisement qu'il convient de réduire pour accentuer la fabrication de granulats recyclés estimée aujourd'hui à 15 millions de tonne/an. Dans cette perspective, ce travail de recherche a pour double objectif de valoriser des granulats recyclés sous forme de fines ($D_{max} < 80 \mu m$) comme addition minérale en substitution du ciment pour les mortiers et bétons ou bien comme constituant principal de Liants Hydrauliques Routiers (LHR) pour le traitement des sols en place. Deux matériaux source sont utilisés, à savoir : un béton aux propriétés connues et maîtrisées et un granulats issu d'une plateforme de recyclage représentatif d'une filière de production. De ces deux matériaux, des fines sont fabriquées par un protocole couplé de concassage et criblage avec ou sans traitement thermique à haute température puis caractérisées (caractérisation physico-chimique, minéralogique et réactivité hydraulique résiduelle) en vue d'établir une cartographie complète de leur potentiel de valorisation en fonction de leur origine.

Le premier objectif intitulé « fabrication d'une addition minérale à base de fines » traite de l'effet de cette addition sur le comportement rhéologique, mécanique et sur les propriétés de durabilité de mortiers. Malgré un verrou normatif lié à l'utilisation de matières non référencées dans les normes des matériaux cimentaires, les résultats de ce travail démontrent la faisabilité d'introduire des fines en substitut d'additions classiques tel que le filler calcaire dans des proportions largement supérieures à celles imposées. Le second objectif intitulé « fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines » traite de la conception de LHR à base de fines pour le traitement des sols en place. C'est à partir d'un sol témoin reconstitué en laboratoire que deux familles de LHR à base de fines traitées et non traitées sont conçues, testées et comparées à des liants hydrauliques routiers commercialisés et enfin optimisées.

Mots-clés : fines de granulats recyclés ; caractérisation physico-chimique ; caractérisation minéralogique ; réactivité hydraulique ; traitement thermique ; addition minérale ; Liant Hydraulique Routier (LHR)

Abstract

This thesis work focuses on the valorization of recycled aggregates as main component for hydraulic binders. This is included in a current issue of waste management, protection of natural resources and environment, reduction of greenhouse gases emissions in cement production. In France, on 260 millions tons of inert wastes produced per year, 90 millions tons are still stored in non-hazardous landfill. This waste deposit has to be reduced to increase the production of recycled aggregates currently estimated at 15 million tons per year. In view of this, this research is aimed to enhance the valorization of recycled aggregates into powder form ($D_{max} < 80$ microns) as a mineral addition in substitution of cement for mortar and concrete or as main constituent of Hydraulic Road Binders (HRB). Two sources of materials are used : a five years old concrete and a recycled aggregates come from a recycling plant. Powders are prepared by crushing and sieving with or without high-temperature heat treatment and characterized (physical, chemical and mineralogical characterizations : residual hydraulic reactivity) to evaluate their potential valorization based on their origin.

The first objective, entitled “Conception of mineral addition using powder of recycled aggregates”, deals with the influence of these new materials on rheological, mechanical and durability properties of mortars. The results of this study allow us to evaluate the benefits of incorporating powder obtained by crushing/sieving of recycled aggregates as cement or limestone substitute used in the composition of a mortar. The second objective, entitled "Conception of the Hydraulic Road Binders using powders of recycled aggregates", deals with the design of HRB by a comparative approach with HRB manufactured. The characteristics of binders are tested on mortars and on samples of treated soil and the results show that it's possible to produce an HRB rich in powders of recycled aggregates with or without cement which can efficiently stabilize clayey soils.

Key words: powder of recycled aggregates ; physical, chemical and mineralogical characterizations ; hydraulic reactivity ; thermal treatment ; mineral addition ; Hydraulic road binder (HRB).

Sommaire

TABLE DES FIGURES	15
TABLE DES TABLEAUX.....	19
INTRODUCTION GENERALE.....	22
CHAPITRE 1	29
1.1. INTRODUCTION.....	30
1.2. CONTEXTE ET PROBLEMATIQUE DE L'ETUDE : DES ENJEUX ENVIRONNEMENTAUX ET ECONOMIQUES	31
1.2.1. <i>Gestion des déchets du BTP</i>	31
1.2.2. <i>Impacts environnementaux liés à l'extraction des ressources naturelles</i>	33
1.2.3. <i>Impacts environnementaux liés à la fabrication des ciments</i>	36
1.3. TRAITEMENTS ET VALORISATION DES DECHETS DES BTP : ETAT DE L'ART	39
1.3.1. <i>Filières de recyclage des déchets du BTP</i>	39
1.3.2. <i>Voies de valorisation actuelles des granulats recyclés</i>	40
1.4. VALORISATION DES FINES DE GRANULATS RECYCLES	49
1.4.1 <i>Valorisation en qualité de matière première à la fabrication du clinker</i>	49
1.4.2 <i>Valorisation en qualité d'addition minérale en substitution du clinker</i>	50
1.6. OBJECTIFS DE RECHERCHE	55
1.7. CONCLUSION.....	56
CHAPITRE 2	59
2.1. INTRODUCTION.....	60
2.2. MATIERES PREMIERES	61
2.2.1. <i>Béton du projet APPLETT (BA)</i>	61
2.2.2. <i>Granulats recyclés du projet RECYBÉTON (RB)</i>	62
2.3. FABRICATION DES FINES BA/RB-NT/T.....	68
2.3.1 <i>Fabrication des fines BA/RB-NT par concassage-criblage</i>	68
2.3.2. <i>Fabrication des fines BA/RB-T par concassage-criblage-traitement thermique</i> .	69
2.4. METHODES DE CARACTERISATION DES FINES	70
2.4.1. <i>Caractérisation physique</i>	70
2.4.2. <i>Caractérisation chimique et minéralogique</i>	74
2.4.3. <i>Caractérisation environnementale</i>	81

2.5. CONCLUSION.....	83
CHAPITRE 3	88
3.1. INTRODUCTION.....	89
3.2. CARACTERISATION DES FINES NON TRAITEES	90
3.2.1. <i>Caractérisation physique</i>	90
3.2.2. <i>Caractérisation chimique</i>	92
3.2.3. <i>Caractérisation minéralogique</i>	93
3.2.4. <i>Acceptabilité environnementale</i>	105
3.3. CARACTERISATION DES FINES TRAITEES PAR VOIE THERMIQUE (T)	106
3.3.1. <i>Caractérisation physique des fines traitées BA/RB-T</i>	107
3.3.2. <i>Caractérisation minéralogique des fines traitées</i>	109
3.4. POUVOIR HYDRAULIQUE DES FINES BA/RB-NT/T	115
3.4.1. <i>Réactivité résiduelle des fines BA/RB-NT</i>	115
3.4.2. <i>Réactivité hydraulique des fines traitées</i>	120
3.5. POTENTIEL DE VALORISATION ET CONCLUSION	123
CHAPITRE 4	126
4.1. INTRODUCTION.....	127
4.2. FORMULATION DES MORTIERS A BASE DE FINES ET METHODES DE CARACTERISATION	128
4.2.1 <i>Composition des mortiers étudiés</i>	128
4.2.2 <i>Méthodes de caractérisation des mortiers étudiés</i>	130
4.3. RESULTATS ET DISCUSSION	135
4.3.1. <i>Influence des fines sur la rhéologie des mortiers</i>	135
4.3.2 <i>Influence des fines sur l'hydratation du ciment</i>	138
4.3.3. <i>Influence des fines sur la résistance des mortiers</i>	144
4.3.4. <i>Influence des fines sur la durabilité des mortiers</i>	149
4.4. CONCLUSION.....	152
CHAPITRE 5	156
5.1. INTRODUCTION.....	157
5.2. TRAITEMENT DE SOLS : NATURES, TECHNIQUES ET NORMES EN VIGUEUR.....	159
5.2.1 <i>Natures et effets des liants sur les caractéristiques des sols traités</i>	159
5.2.2 <i>Méthodologie des traitements de sols en place au LHR</i>	161
5.2.3 <i>Normes en vigueur et caractérisation des LHR</i>	162

5.3. COMPOSITIONS ET CARACTERISATION DES LHR A BASE DE FINES.....	165
5.3.1. <i>Formulation des LHR à base de fines</i>	165
5.3.2. <i>Classification des LHR formulés selon les normes en vigueur</i>	168
5.4. COMPOSITION ET CARACTERISATION DU SOL TEMOIN	171
5.4.1 <i>Classification du sol témoin selon le GTR</i>	172
5.4.2 <i>Caractéristiques minéralogiques du sol témoin</i>	176
5.5. TRAITEMENT DU SOL TEMOIN AUX LHR	177
5.5.1. <i>Procédures et mélanges étudiés</i>	177
5.5.2. <i>Influence des LHR sur le comportement mécanique du sol traité</i>	186
5.5.3. <i>Influence des LHR sur les propriétés volumiques des sols</i>	191
5.6. OPTIMISATION DE LA FORMULATION DES LHR A BASE DE FINES.....	196
5.7. CONCLUSION.....	198
CONCLUSIONS GENERALES ET PERSPECTIVES.....	201
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	207
ANNEXES	229

Table des figures

Figure 1-1 : Nature des déchets d'après l'étude réalisée par l'ADEME [41]	32
Figure 1-2 : Nature du lieu de dépôt des déchets d'après l'étude réalisée pour le compte de l'ADEME [41].	32
Figure 1-3 : Répartition pondérale des principaux constituants des ciments produits en France	37
Figure 1-4 : Emission de CO ₂ généré par différents types de bétons commercialisés [97]	38
Figure 1-5 : Schéma du principe de l'installation DLB de Gonesse [42]	39
Figure 1-6 : Porosité à l'eau (%) et résistances mécaniques en compression en fonction du temps [132]	46
Figure 1-7: Évolution de l'absorption capillaire en fonction du temps [89]	47
Figure 1-8 : Variation de la profondeur de carbonatation en fonction de la proportion de remplacement de granulats recyclés [89]	48
Figure 1-9 : Analyse par Microscopie optique du clinker recyclé [179]	50
Figure 1-10 : Diffractogrammes de rayons X de fines non traitées et traitées à 200, 500 et 800°C [190]	52
Figure 1-11 : Evaluation de la chaleur d'hydratation avec les fines seules (a), et taux de substitution du ciment de 10 % étudiés par micro calorimétrie (b) [96]	53
Figure 1-12 : Influence de taux de substitution des ciments par les fines traitées (FT) et non traitées (NT) ainsi que les Cendres volantes (CV) sur les résistance à la compression à 7j (gauche) et 28 j (droite) des mortiers étudiés [96]	54
Figure 2-1 : La répartition de la résistance à la compression du béton Applet [45]	61
Figure 2-2 : Éprouvettes $\Phi 11H22$ cm de béton APPLLET stockées en salle humide au LaSIE depuis 2007	62
Figure 2-3 : Vues d'ensemble du site DLB de Gonesse [42]	63
Figure 2-4 : Analyse granulométrique des granulats RB 0/4, 4/10 et 10/20	64
Figure 2-5 : Les résultats visuels des essais de tri sur le RB 10/20 de RECYBÉTON	65
Figure 2-6: Proportion de R_c , R_a , R_u , R_b en fonction des échantillons réduits de RB 10/20	66
Figure 2-7 : ATG et DTG des granulats recyclés RB 0/4, RB 4/10 et RB 10/20	67
Figure 2-8 : Schéma de principe de la méthode de concassage-criblage	68
Figure 2-9 : Passant à 80 μ m en fonction de l'ouverture des mâchoires	69
Figure 2-10: Mode opératoire des traitements thermiques réalisés sur les fines BA/RB	70
Figure 2-11 : Illustration de l'essai de demande en eau proposé par T. Sedran [183]	72
Figure 2-12 : Potentiel Zéta et double-couche électrique [144] [143]	73
Figure 2-13 : Zetamètre de type ZetaCAD (gauche) et zoom sur l'échantillon (droite)	74
Figure 2-14 : ATG et DTG pour une pâte de ciment CEM I additionnée de cendres volantes	75
Figure 2-15 : Préparation des échantillons pour analyse MEB	77
Figure 2-16 : Exemple d'analyse d'image observée au MEB sur le Béton APPLLET	80
Figure 2-17 : Illustration du microcalorimètre isotherme multi-canal de type TAM Air [79]	81
Figure 2-18 : Essai lixiviation (gauche), filtration (centre), échantillon après filtration (droite)	82
Figure 3-1 : Distribution granulométrique des fines BA/RB-NT, du filler calcaire FC et du ciment CEM I 52,5N.	91

<i>Figure 3-2 : Diffractogrammes de rayons X des fines BA-NT et du granulat APPLET</i>	93
<i>Figure 3-3: Courbes DTG des fines BA-NT et du granulat APPLET</i>	94
<i>Figure 3-4 : Image MEB en mode électron rétrodiffusé et analyse EDS des fines de BA-NT issues de l'image 2</i>	96
<i>Figure 3-5 : Traitement d'image MEB des fines BA-NT par filtration et reconstruction</i>	99
<i>Figure 3-6 : Diffractogramme de rayons X des fines BA-NT et RB-NT</i>	101
<i>Figure 3-7 : Courbes DTG des fines BA-NT, RB-NT</i>	102
<i>Figure 3-8 : Image MEB en mode électron rétrodiffusé et analyse EDS des fines de RB-NT</i>	103
<i>Figure 3-9 : Distribution granulométrique des fines BA-NT/T</i>	108
<i>Figure 3-10 : Distribution granulométrique des fines RB-NT/T</i>	108
<i>Figure 3-11 : Diffractogrammes des fines BA-T avant et après traitement à 900, 1000 et 1100°C</i>	109
<i>Figure 3-12 : Diffractogrammes des fines RB-T avant et après traitement à 800, 900 et 1000°C</i>	110
<i>Figure 3-13 : DTG des fines BA (à gauche) et DTG des fines RB (à droite) avant traitement et après traitement aux températures de 800°C, 900°C, 1000°C et 1100°C</i>	111
<i>Figure 3-14 : Analyse au MEB des fines BA-T-1000 en mode électron rétrodiffusé couplée d'une analyse par EDS</i>	113
<i>Figure 3-15 : Analyse au MEB des fines RB-T-900 en mode électron rétrodiffusé couplée d'une analyse par EDS</i>	114
<i>Figure 3-16 : Chaleur d'hydratation en fonction du temps pour les fines BA-NT et RB-NT et le ciment CEM I 52,5.</i>	115
<i>Figure 3-17 : Potentiel zêta des granulats BA (T1 : 1,25/2,5 mm) en fonction du temps (a) ; BA (T2 : 2,5/5 mm) (b) ; BA (T3 : 5/10 mm) (c) ; Evolution du potentiel d'écoulement en fonction de la pression des granulats BA (T1 : 1,25/2,5 mm) (d) ; BA (T2 : 2,5/5 mm) (e) ; BA-NT (T3 : 5/10 mm) (f)</i>	118
<i>Figure 3-18 : Potentiel zêta des granulats RB (T1 : 1,25/2,5 mm) en fonction du temps (a) ; RB (T2 : 2,5/5 mm) (b) ; RB (T3 : 5/10 mm) (c) ; Evolution du potentiel d'écoulement en fonction de la pression des granulats RB (T1 : 1,25/2,5 mm) (d) ; RB (T2 : 2,5/5 mm) (e) ; RB (T3 : 5/10 mm) (f)</i>	119
<i>Figure 3-19 : Diffractogrammes de rayons X des fines BA-T anhydres et hydratées à 1, 14 et 35 jours comparées aux mêmes fines anhydres</i>	120
<i>Figure 3-20 : Courbes DTG des fines BA-T anhydres et hydratées à 1, 14 et 35 jours</i>	121
<i>Figure 4-1 : Formulation des mortiers à base de fines « BA-NT » et « RB-NT »</i>	128
<i>Figure 4-2 : Fabrication des éprouvettes (a) ; conservation des éprouvettes dans l'eau (b) ; dispositif de mesure de la résistance en compression et en flexion (c)</i>	131
<i>Figure 4-3 : Calorimétrie semi-adiabatique Langavant</i>	132
<i>Figure 4-4: Vue du dispositif de conductimétrie ionique.</i>	132
<i>Figure 4-5 : Schéma de la mesure d'essai de porosité accessible à l'eau [203]</i>	133
<i>Figure 4-6 : Eprouvettes prismatiques de mortier 40 x 40 x 160 mm en cours de carbonatation dans la salle climatisée</i>	135
<i>Figure 4-7 : Affaissements des mortiers étudiés</i>	136
<i>Figure 4-8 : Rôle de l'eau dans une pâte : influence de la compacité du mélange granulaire, à droite mélange lâche et à gauche mélange dense [183]</i>	137

<i>Figure 4-9 : Compacités calculées des mélanges granulaires (ciment, additions) en fonction du taux de substitution du ciment.</i>	138
<i>Figure 4-10 : Flux de chaleur d'hydratation des fines BA-NT (a), RB-NT (b) et FC (c)</i>	139
<i>Figure 4-11 : Temps de flux de chaleur maximum en fonction du taux substitution du ciment par les fines BA-NT et RB-NT ou FC</i>	140
<i>Figure 4-12 : Évolution de la conductivité ionique d'une suspension contenant un ciment CEM I en cours d'hydratation (rapport eau sur ciment = 4) [147]</i>	142
<i>Figure 4-13 : Evolution des courbes conductimétriques d'hydratation du ciment CEM I avec substitution de fines BA-NT (a), RB-NT (b) et FC (c)</i>	143
<i>Figure 4-14 : Temps du maximum de conductivité en fonction du taux substitution du ciment par les fines (BA-NT et RB-NT) ou le filler calcaire (FC)</i>	144
<i>Figure 4-15 : Résistances à la compression moyennes des mortiers</i>	145
<i>Figure 4-16 : Influence du taux de substitution du ciment par les fines BA-NT (a), les fines RB-NT (b) et un FC (c) sur les résistances relatives des mortiers étudiés</i>	146
<i>Figure 4-17 : Coefficient d'activité selon la loi de Bolomey à différents taux de substitution du ciment par des fines BA-NT (a); RB-NT (b) et FC (c)</i>	148
<i>Figure 4-18 : Porosités accessibles à l'eau mesurées à 28 jours sur des échantillons de mortier conservés sous eau.</i>	150
<i>Figure 4-19 : Mesures des essais de carbonatation à 90 jours pour CEM I (a) ; BA-NT 25 (b); à 450 jours pour BA-NT 25 (c) ; BA-NT 50 (d)</i>	150
<i>Figure 4-20 : Profondeurs moyennes de carbonatation naturelle des mortiers en fonction de leur âge et de leur composition</i>	151
<i>Figure 5-1 : Influence du traitement à la chaux sur les caractéristiques d'un sol [12]</i>	160
<i>Figure 5-2 : Étapes de traitements de sols en place pour la construction routière</i>	161
<i>Figure 5-3 : Formulation du LHR à base de clinker</i>	166
<i>Figure 5-4 : Formulations des LHR à base d'additions minérales</i>	167
<i>Figure 5-5 : Résistance en compression des mortiers LHR à base de clinker et calcaire (à gauche) et LHR à base de laitier, de chaux et gypse (à droite)</i>	170
<i>Figure 5-6 : Courbes granulométriques du sable, de l'argile et du sol témoin 80/20</i>	173
<i>Figure 5-7 : Courbe Proctor du sol témoin</i>	174
<i>Figure 5-8 : Classification GTR des sols selon leur nature NF P 11 – 300</i>	175
<i>Figure 5-9 : Diffractogramme de rayons X du sol témoin broyé à 80 μm</i>	176
<i>Figure 5-10 : DTG et TG de l'argile et du sable seul (à gauche) et du sol témoin (à droite)</i>	176
<i>Figure 5-11 : Préparation des matériaux jusqu'à l'étape de confection des éprouvettes</i>	178
<i>Figure 5-12 : Courbes des efforts de fermeture en fonction du déplacement pendant la fermeture du moule pour p_d égal à 98% OPN et p_d égal à 96% OPN</i>	178
<i>Figure 5-13 : Schémas illustrant les compositions du sol témoin, du LHR BA-NT et du sol traité</i>	181
<i>Figure 5-14 : Essai de résistance en compression sur des éprouvettes de sol traité (a) ; conservation d'éprouvettes de sol traité (b)</i>	184
<i>Figure 5-15 : L'essai en cours de perméabilité et schéma du dispositif de circulation sols en place</i>	185

<i>Figure 5-16 : Loi de Darcy et limite supérieure d'application Cassan [67]</i>	185
<i>Figure 5-17 : Résistances en compression des éprouvettes de sol traité aux LHR à base de clinker</i>	187
<i>Figure 5-18 : Résistances relatives des sols traités aux LHR en fonction du temps</i>	188
<i>Figure 5-19 : Résistances en compression des sols traités aux LHR à base d'additions minérales</i>	190
<i>Figure 5-20 : Expansion volumique à court terme (à gauche) et long terme (à droite) pour les éprouvettes de sol traité aux LHR à base de clinker</i>	191
<i>Figure 5-21 : Expansion volumique à court terme (à gauche) et long terme (à droite) pour les éprouvettes de sol traité aux LHR à base d'additions minérales</i>	191
<i>Figure 5-22 : Évolution de la perméabilité en fonction du gradient hydraulique du sol traité aux LHR à base de clinker (à gauche) et aux LHR à base d'additions minérales (à droite)</i>	192
<i>Figure 5-23 : Evolution du pH en fonction du rapport L/S au cours des essais de percolation sur des sols traités par des LHR à base d'additions minérales (à gauche) et par des LHR à base de clinker (à droite)</i>	194
<i>Figure 5-24 : Evolution de la conductivité électrique en fonction du rapport L/S au cours des essais de percolation sur le sol traité aux LHR à base d'additions minérales (à gauche) et aux LHR à base de clinker (à droite)</i>	195
<i>Figure 5-25 : Influence de la proportion de fines dans les LHR sur la résistance à la compression du sol traité à 7 jours : (a) fines BA-NT ; fines RB-NT et (c) fines BA-T</i>	197

Table des tableaux

Tableau 1-1 : Part des granulats marins dans la production totale de granulats dans quelques pays européens, d'après l'UEPG [28]	35
Tableau 1-2 : Classification et caractéristiques des Graves Recyclées	41
Tableau 1-3 : Synthèse de la Masse volumique absolue et du coefficient d'absorption entre les granulats recyclés et les granulats naturels	44
Tableau 1-4 : Résistance à la compression de béton ordinaire et béton recyclé en fonction des différents rapports E/C et des taux de substitution et origines des granulats [53]	45
Tableau 1-5 : Synthèse de la composition minéralogique moyenne d'un clinker	50
Tableau 2-1 : Propriétés physiques et chimiques du ciment CEM I 52.5 de Dannes	62
Tableau 2-2 : Composition du béton APPLET (en kg par m ³ de béton)	62
Tableau 2-3 : Constituant du granulats recyclé 6/20 selon la norme NF EN 933-11 [19]	63
Tableau 2-4 : Proportions moyennées des constituants présents dans le granulats recyclé RB 10/20	65
Tableau 2-5 : Masse volumique absolue ρ_{abs} des granulats recyclés RB 0/4, RB 4/10 et RB 10/20	66
Tableau 3-1 : Masse volumique absolue, surface spécifique et granulométrie des matériaux étudiés.	90
Tableau 3-2 : La composition chimique élémentaire des fines BA-NT mesure et compare avec calcul théorie	92
Tableau 3-3 : La composition chimique élémentaire des fines RB-NT	92
Tableau 3-4 : Composition minéralogique des fines BA-NT (kg/kg de fines) et degrés de réaction du ciment et des cendres calculés	96
Tableau 3-5 : Résultats détaillés de l'analyse d'images MEB	100
Tableau 3-6 : Résultats détaillés de l'analyse d'images MEB des fines RB-NT	104
Tableau 3-7 : Résultats des essais de lixiviation des fines BA-NT et RB-NT	106
Tableau 3-8 : Masse volumique absolue et distribution granulométrique des fines traitées	107
Tableau 3-9 : CaO disponible dans les fines BA/RB-T pour chaque T° de traitement	112
Tableau 3-10 : Chaux libre consommée dans les pâtes de fines BA-T hydratées	122
Tableau 4-1 : Propriétés chimiques et physiques du ciment CEM I 52,5N	128
Tableau 4-2 : Compositions et propriétés des mortiers étudiés	129
Tableau 4-3 : Demande en eau et compacité du CEM I, du FC et des fines BA-NT et RB-NT	136
Tableau 4-4 : Résultats des essais de calorimétrie Langavant	141
Tableau 4-5 : Résistances à la compression moyennes des mortiers étudiés	145
Tableau 4-6 : Résultats d'ATG des teneurs en portlandite des mortiers	152
Tableau 5-1 : Démarche pour l'étude de LHR formulés avec des fines de béton	158
Tableau 5-2 : Normes de spécification et caractérisation des liants hydrauliques routiers	163
Tableau 5-3 : Classe de résistance en compression permettant la circulation des engins NF P 94-102-1[34]	164
Tableau 5-4 : Classe des sols en fonction de leur résistance à l'immersion au jeune âge NF P 94-102-1[34]	164
Tableau 5-5 : Spécifications des LHR définis par les normes NF P 15-108 [9] et NF 13282-1&2 [2] [3]	168
Tableau 5-6 : Résistance mécanique en compression des mortiers à base de LHR	169

<i>Tableau 5-7 : Caractéristiques du sol reconstitués au labo</i>	175
<i>Tableau 5-8 : Compacités et résistances mécaniques en compression des éprouvettes de sol non traité après compactage à 98 et 96% de l'OPN</i>	179
<i>Tableau 5-9: Masses volumiques des grains solides du sol témoin, des LHR et globale</i>	181
<i>Tableau 5-10 : Compacités des éprouvettes de sol traité au LHR à base de clinker après compactage à 98% de l'OPN</i>	182
<i>Tableau 5-11 : Compacités des éprouvettes de sol traité au LHR à base d'additions minérales après compactage à 98% de l'OPN</i>	182
<i>Tableau 5-12 : Bilan du nombre d'éprouvettes de sol traité fabriquées et testées</i>	186
<i>Tableau 5-13 : Résistances en compression des éprouvettes de sol traité aux LHR à base de clinker</i>	187
<i>Tableau 5-14 : Résistances en compression des éprouvettes de sol traité aux LHR à base d'additions minérales.</i>	189
<i>Tableau 5-15 : Résistances en compression des formulations optimisées des LHR BA/RB-NT et du LHR BA-T.</i>	196

Introduction générale

Introduction générale

Les déchets du secteur du BTP constituent la plus importante partie des déchets produits en France comme dans le monde et leur quantité continue de progresser notamment dans les pays émergents où l'industrie de la construction connaît actuellement un rythme de croissance très soutenu [31].

À titre d'exemple, en 2009, la France comptait environ 253 millions de tonnes de déchets inertes¹ provenant du BTP (quantité représentant environ 90% des déchets générés par ce secteur [48] mais aussi plus de 70% de la production totale de déchets). Cette année-là, ces matériaux étaient valorisés à hauteur de 70% selon trois filières de valorisation, à savoir : une réutilisation des matériaux issus de la construction routière directement sur chantiers (+ de 110 millions de tonnes), une valorisation dans le secteur agricole ou pour le réaménagement des carrières en fin d'exploitation (50 millions de tonnes) et enfin une valorisation en tant que granulats recyclés via des plateformes de recyclage (15 millions de tonnes). Dans cette équation, c'est presque 90 millions de tonnes qui étaient encore déposés en installations de stockage (ISDI², ISDND³ et déchèteries). Depuis, la profession et les pouvoirs publics visent à réduire d'un quart ces mises en décharge à l'horizon 2020, soit presque 20 millions de tonnes de matériaux à traiter sur les plateformes de recyclage pour la fabrication de granulats recyclés, ce qui constitue plus du double de la production actuelle. L'intérêt est triple puisqu'au-delà d'un contexte économique et environnemental de gestion des déchets, la fabrication de ciment et l'usage intensif de granulats naturels menace l'équilibre de nombreuses régions tant par l'épuisement des ressources non-renouvelables à l'échelle humaine que par une empreinte environnementale aux conséquences parfois désastreuses [32].

Depuis plus de 15 ans, la filière de tri et valorisation des déchets du BTP génère des granulats recyclés majoritairement pour les Travaux Publics. Si aujourd'hui ces matériaux ne sont pas encore normalisés, une note d'information éditée par l'IDRRIM en 2011 prescrit l'utilisation des gravés recyclés en technique routière à travers une classification basée sur un retour de nombreuses expériences régionales. À l'inverse, l'incorporation de granulats recyclés dans les

¹ « Déchets qui ne subissent aucune modification physique, chimique ou biologique importante. Les déchets inertes ne se décomposent pas, ne brûlent pas et ne produisent aucune autre réaction physique ou chimique. Ils ne sont pas biodégradables et ne détériorent pas d'autres matières avec lesquelles ils entrent en contact, d'une manière susceptible d'entraîner une pollution de l'environnement ou de nuire à la santé humaine. » [208]

² Installation de Stockage des Déchets Inertes

³ Installation de Stockage des Déchets Non Dangereux

Introduction générale

bétons est nettement moins aboutie même si les normes EN 933-11 [19] et EN 12620 [1] définissent clairement des méthodes de tri et des catégories de nature pour les gravillons recyclés. Cependant aucune disposition n'est définie pour l'emploi de tels matériaux dans la norme EN 206-1 [24]. Seuls les granulats récupérés (retour de toupies, granulats récupérés des eaux de lavage) peuvent être introduits à hauteur de 5% dans le squelette granulaire d'un béton à composition prescrite (BCP). Au-delà de ce verrou normatif, c'est aussi un verrou scientifique et technique qui limite la réincorporation de granulats recyclés dans les bétons notamment sous forme de sable et de fines.

Depuis 2012, tous les acteurs du béton, des cimentiers et producteurs de béton prêt à l'emploi (BPE) aux centres de recherches, publics, privés et universitaires, se sont réunis autour d'un projet commun, RECYBÉTON, pour accentuer la valorisation des granulats recyclés comme constituants des bétons ou comme matières premières à la production de liants hydrauliques (matière première du cru pour la fabrication du clinker ou constituants de nouveaux liants composés).

Notre démarche s'appuie sur cette volonté de réincorporer les granulats recyclés sous forme de fines de granulométrie identique aux fillers. C'est donc à partir de granulats recyclés que nous avons souhaité fabriquer des fines en vue de concevoir des additions minérales pour les mortiers et bétons d'une part, et des Liants Hydrauliques Routiers (LHR) pour les traitements des sols en place d'autre part. De nombreuses recherches menées sur des sous-produits industriels dans des voies de valorisation similaires à celles que nous proposons nous ont convaincus qu'il était possible de faire de même pour les granulats recyclés. D'autant plus que très peu d'études font état de travaux de recherche à ce sujet.

Ces travaux de recherches expérimentales ont été permis grâce au soutien du Directoire Général de l'Education Supérieure d'Indonésie et de l'Ambassade de France en Indonésie et entièrement réalisés au sein du LaSIE (Laboratoire des Sciences de l'Ingénieur pour l'Environnement), UMR CNRS 7356. Pour atteindre les deux objectifs précédemment cités, nous avons travaillé à partir de deux matériaux sources, l'un issu d'un projet de recherche APPLET (durée de vie des ouvrages en béton : Approche Prédicative Performantielle et probabiliTe) et l'autre issu d'une plateforme de recyclage de la région parisienne utilisée dans le cadre du projet actuel RECYBÉTON. L'intérêt était de se servir d'un matériau témoin (APPLET) pour mieux appréhender le comportement d'un matériau représentatif d'une filière de recyclage.

Introduction générale

Ce manuscrit de thèse est divisé en cinq chapitres. Le premier chapitre intitulé « Contexte, bibliographie et objectifs de l'étude » traite de la gestion actuelle des déchets du BTP et des filières existantes de valorisation de granulats recyclés. Dans ce contexte de gestion des déchets s'ajoute une problématique de gestion des ressources naturelles et non renouvelables à l'échelle humaine. Nous mettons cela en parallèle car mieux valoriser les déchets revient aussi à réduire les extractions de matières premières nécessaires à la construction. Nous abordons aussi les voies de valorisation envisagées et plus particulièrement celles concernant des fines de granulats recyclés dans les matériaux cimentaires. Nous nous sommes rendus compte que les travaux de la littérature sont rares et que de nombreuses voies sont encore envisageables.

Le deuxième chapitre intitulé « Matériaux et méthodes de caractérisation des fines » présente les deux matériaux d'études et les moyens mis en œuvre pour fabriquer des fines (D_{\max} est égal à 80 μm). Deux voies de fabrication ont été retenues, à savoir : une voie mécanique de concassage et de criblage et une seconde voie couplée de concassage, criblage et traitement thermique à hautes températures (jusqu'à 1100°C). Par la suite sont présentés les moyens expérimentaux et les protocoles appliqués pour caractériser les fines produites.

Le troisième volet de ce manuscrit, intitulé « Caractérisation des fines : Résultats et analyses », présente les résultats de la caractérisation des fines et leur potentiel de valorisation. Au-delà d'une caractérisation exhaustive des principales propriétés physiques et minéralogiques, nous avons focalisé cette caractérisation sur la réactivité hydraulique des fines traitées ou non par voie thermique. Cette étape est essentielle pour mieux appréhender et comprendre les résultats des deux chapitres suivants. Parallèlement à cela, une caractérisation environnementale sommaire est présentée ainsi que des mesures de réactivité électrocinétique de granulats recyclés.

Le quatrième chapitre présente les résultats de l'incorporation de fines non traitées en tant qu'addition minérale dans les mortiers. Des mesures à l'état frais et à l'état durci dressent un bilan des effets de ces ajouts sur le comportement rhéologique, mécanique et sur les propriétés de durabilité de mortiers. Malgré un verrou normatif lié à l'utilisation de matières non référencées dans les normes des matériaux cimentaires, notre volonté est de montrer la faisabilité d'introduire des fines en substitut d'additions classiques tel que le filler calcaire dans des proportions largement supérieures à celles imposées.

Introduction générale

Le dernier chapitre intitulé « Fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines » traite de la conception de LHR à base de fines pour le traitement des sols en place. C'est à partir d'un sol témoin reconstitué en laboratoire que deux familles de LHR à base de fines traitées et non traitées ont été testées, puis comparées avec des liants hydrauliques routiers commercialisés et enfin optimisées. Pour cette étude de faisabilité, nous présentons les résultats des caractéristiques physiques (expansion volumique, conductivité hydraulique d'éprouvettes de sol).

Chapitre 1

Contexte, bibliographie et objectifs de l'étude

Chapitre 1

Contexte, bibliographie et objectifs de l'étude

1.1. INTRODUCTION.....	30
1.2. CONTEXTE ET PROBLEMATIQUE DE L'ETUDE : DES ENJEUX ENVIRONNEMENTAUX ET ECONOMIQUES	31
1.2.1. GESTION DES DECHETS DU BTP	31
1.2.2. IMPACTS ENVIRONNEMENTAUX LIES A L'EXTRACTION DES RESSOURCES NATURELLES.....	33
1.2.3. IMPACTS ENVIRONNEMENTAUX LIES A LA FABRICATION DES CIMENTS	36
1.3. TRAITEMENTS ET VALORISATION DES DECHETS DES BTP : ETAT DE L'ART..	39
1.3.1. FILIERES DE RECYCLAGE DES DECHETS DU BTP	39
1.3.2. VOIES DE VALORISATION ACTUELLES DES GRANULATS RECYCLES.....	40
1.4. VALORISATION DES FINES DE GRANULATS RECYCLES	49
1.4.1 VALORISATION EN QUALITE DE MATIERE PREMIERE A LA FABRICATION DU CLINKER	49
1.4.2 VALORISATION EN QUALITE D'ADDITION MINERALE EN SUBSTITUTION DU CLINKER	50
1.6. OBJECTIFS DE RECHERCHE	55
1.7. CONCLUSION	56

1.1. Introduction

La gestion des déchets du BTP est une vraie problématique actuelle du secteur mais peut aussi être un moteur pour compenser et réduire les impacts liés à l'extraction et la fabrication de matières premières pour la construction. En France, chaque année, on extrait 440 millions de tonnes de granulats naturels sur les 550 millions consommés chaque année. C'est aussi 18 millions de tonnes de ciment sur les 4 milliards de la production annuelle mondiale qui sortent des cimenteries françaises. Autant de matières naturelles extraites qui amenuisent les ressources naturelles avec des effets qui peuvent parfois être irréversibles. Ce chapitre bibliographique a donc pour objectif de montrer l'enjeu de la gestion des déchets du BTP pour réduire les impacts environnementaux liés au stockage de ces matières mais aussi et surtout pour réduire les impacts environnementaux de la construction en substituant une partie des matières naturelles au profit de matières recyclées. À travers cela, nous présentons les filières existantes, celles en voie de développement et en particulier les deux voies de valorisation que nous avons choisi de développer dans ces travaux, à savoir : l'incorporation de fines de granulats recyclés sous forme d'additions minérales et comme constituant principal de liant hydraulique routier.

1.2. Contexte et problématique de l'étude : des enjeux environnementaux et économiques

1.2.1. Gestion des déchets du BTP

Les chiffres avancés en introduction générale mettent indirectement en évidence un retard du secteur du Bâtiment par rapport aux Travaux Publics et Génie Civil dans la gestion et la valorisation des déchets de chantier. Si aujourd'hui plus de 75% des déchets routiers (matériaux bitumineux, sous-couches de chaussées et béton) sont revalorisés [30], le constat est loin d'être identique pour le Bâtiment. Ce secteur génère environ 40 millions de tonnes de déchets chaque année en France [94] dont plus de 90% proviennent des chantiers de démolition et de réhabilitation [20]. De ces déchets, 72,4% sont considérés comme inertes contre 26,1% de déchets industriels banals (déchets non dangereux) et 1,5% de déchets dangereux [94]. À l'échelle mondiale, l'Europe produit plus de 500 millions de tonnes de déchets du bâtiment chaque année contre plus de 300 millions aux Etats-Unis et près de 80 millions au Japon [217].

La problématique ne réside pas tant dans la nature des matériaux puisque l'on constate une très grande majorité d'inertes, mais plutôt dans la gestion du tri sur chantiers, et des méthodes de déconstruction, Donc d'une manière générale, de l'implication des entreprises dans la gestion de leurs déchets. En effet, une autre enquête mandatée par l'ADEME [41] montrait en 2012 que 13% des déchets étaient en réalité des mélanges de matériaux inertes et non inertes et que 36% étaient des mélanges d'inertes (Figure 1-1). Dans ces deux cas de figure, ces mélanges peuvent être des facteurs limitant et influencer très fortement le prix de mise en stockage, le coût de traitement sur les plateformes de recyclage et les caractéristiques mécaniques et environnementales futures des granulats recyclés.

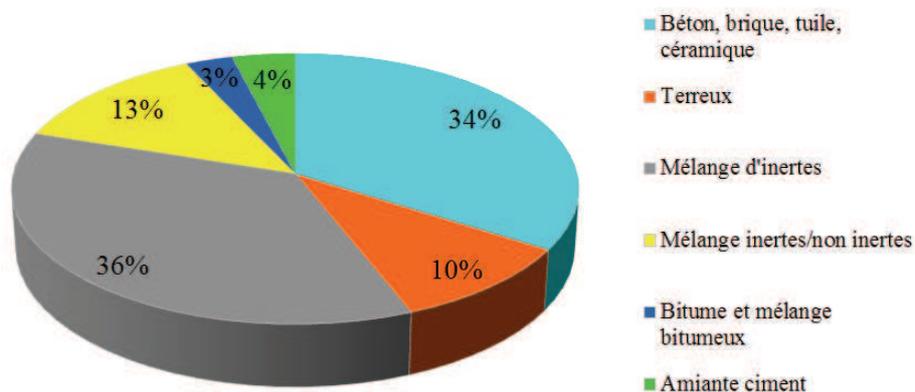


Figure 1-1 : Nature des déchets d'après l'étude réalisée par l'ADEME [41]

Si les déchets de béton pur sont bien recyclés (77,7 %), la valorisation des mélanges de déchets inertes reste faible avec seulement 12,2 % en 2010 [70]. La mise en dépôt est encore très largement dominante et le coût d'élimination était évalué en 2013 à 2,5 milliards d'euros en France, soit 3,5 % du chiffre d'affaire du secteur du bâtiment [94].

Aujourd'hui, trois catégories de sites peuvent accueillir les déchets de chantier, à savoir : les lieux de tri, les lieux de transit et enfin les lieux de dépôt comme les carrières, les déchèteries publiques (environ 16 % des dépôts), les Installations de Stockage de Déchets Inertes (ISDI) et de Déchets Non Dangereux (ISDND)(Figure 1-2) [41].

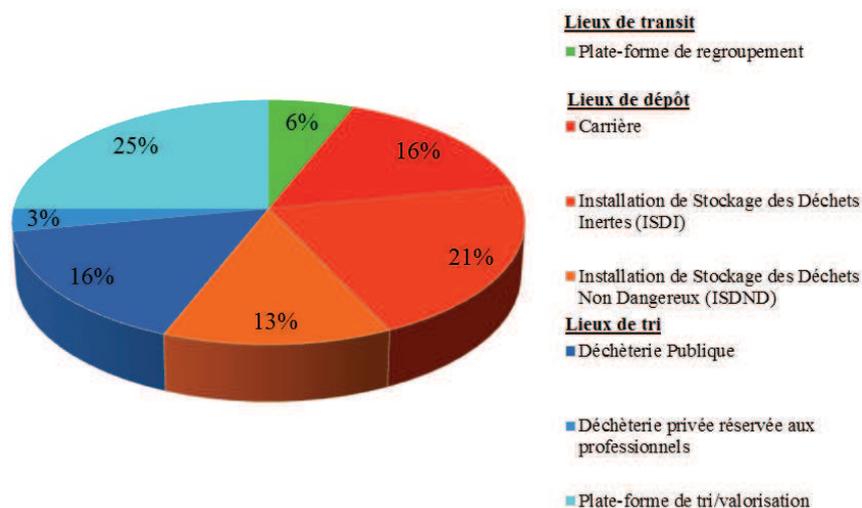


Figure 1-2 : Nature du lieu de dépôt des déchets d'après l'étude réalisée pour le compte de l'ADEME [41].

Chapitre 1 : Contexte, bibliographie et objectifs de l'étude

Les coûts de mise en stockage sont d'une extrême variabilité sans qu'on puisse définir le facteur dominant, induisant ces différences. Ainsi, si on s'intéresse au type de déchets, les coûts hors taxes (TVA et TGAP « Taxe Générale sur les Activités Polluantes ») varient très fortement : de 3 à 14 €/t pour la catégorie béton, brique, tuile, céramique ; de 5 à 11 €/t pour les déchets terreux, de 2 à 8 €/t pour les mélanges de déchets inertes et de 6 à 55 €/t pour les mélanges d'inertes et non-inertes. L'élément notable est qu'en cas de déchets mélangés, c'est le coût du déchet le plus cher qui s'applique, d'où l'importance du tri en amont du stockage [41]. En fait, le paramètre qui semble être le plus déterminant est la localisation régionale de la mise en décharge, en fonction probablement du besoin, des gisements de granulats naturels et de la disponibilité en matériaux inertes.

À l'étranger, le constat est le même qu'en France puisqu'il existe une grande variabilité des coûts de mise en stockage et un taux de recyclage encore très faible. Au Royaume-Uni, le coût moyen de mise en décharge est estimé à 15£/t (environ 18,8 €/t), ce qui représente un coût total pour l'industrie cimentaire de 11,25 M£/an (environ 15,5 M€/an) [182]. En Australie, les déchets inertes provenant du bâtiment représentent 82 % des déchets de construction et de démolition qui sont eux-même mis en décharge à hauteur de 43 % [26]. Le coût de leur mise en décharge a été estimé dans l'état du Western Australia entre 6 et 10 \$/t [66]. Par ailleurs, le problème des statistiques fiables se pose notamment en Malaisie où l'identification des déchets de construction et de démolition n'est pas encore efficace [54] et plus encore au Koweït où jusqu'à 33 % des mises en stockage se font dans des décharges illégales [126].

1.2.2. Impacts environnementaux liés à l'extraction des ressources naturelles

Les besoins en granulats du secteur du BTP s'élèvent chaque année à plus de 550 millions de tonnes dont près de 150 millions pour la construction (bâtiments et ouvrages d'art). Pour répondre à cette forte demande, les granulats ont pour origine :

- les carrières de roches massives ou meubles où plus de 3500 millions de tonnes de granulats naturels sont extraites chaque année en Europe, dont plus de 400 millions en France [211] [210]. Ces chiffres placent les granulats extraits à la deuxième place des ressources naturelles les plus consommées après l'eau [31],

Chapitre 1 : Contexte, bibliographie et objectifs de l'étude

- les chantiers du BTP qui génèrent 15 millions de tonnes de granulats recyclés et plus de 100 millions de tonnes de matériaux assimilés (matériaux routiers recyclés directement sur les chantiers) par an,
- le secteur industriel qui produit chaque année des granulats artificiels à raison de 8 millions de tonnes soit près de 6% des granulats non extraits. Ces granulats artificiels sont principalement issus de processus de traitement de sous-produits industriels tels que, par exemple, les laitiers sidérurgiques, les schistes houillers et les mâchefers [30].

Il paraît évident qu'à la lecture de ces chiffres, une réduction de l'extraction de granulats naturels au profit de granulats recyclés et/ou artificiels s'impose car même si le risque de pénurie n'est pas à proprement parler d'actualité, du moins en France et même en Europe, l'impact sur l'environnement de prélèvements massifs et croissants de matières premières n'en demeure pas moins un phénomène très préoccupant. Parmi les granulats dont la consommation massive apparaît comme alarmante, le sable est au centre de cette problématique. Longtemps exploité en carrières de roche massive, le sable fut ensuite extrait massivement des carrières alluvionnaires. Les conséquences sur l'environnement se sont avérées désastreuses puisque de nombreux effets secondaires sont apparus. La captation dans les lits majeurs et mineurs des rivières ont conduit à une baisse généralisée des lignes d'eaux occasionnant l'affouillement d'ouvrages d'art ainsi que des problèmes de captage d'eaux potables. Pire encore, il est avéré que l'extraction de granulats alluvionnaires accentue le phénomène d'érosion des côtes maritimes par une réduction du remblaiement naturel des plages.

L'exploitation des granulats dans le lit mineur des rivières est interdite dans toute l'Union Européenne et notamment en France depuis 2013, mais peut néanmoins se poursuivre, de manière particulièrement réglementée depuis la loi sur l'eau de 1992 et l'arrêté de janvier 2001 élargissant les zones d'interdiction, là où le contrat d'exploitation est en cours [27] [13]. Peu de restrictions existent en revanche dans la plupart des pays émergents et en voie de développement, ce qui entraîne des perturbations des régimes hydrographiques des fleuves parfois catastrophiques comme l'abaissement du fleuve Niger au Mali, suite à la croissance de la demande pour les constructions à Bamako [121]. Au-delà d'une prise de conscience des pouvoirs publics, l'extraction de granulats alluvionnaires est contrainte par une raréfaction des

Chapitre 1 : Contexte, bibliographie et objectifs de l'étude

ressources posant un réel problème en approvisionnement des centres urbains et industriels [46].

Malheureusement, l'histoire se répète encore aujourd'hui puisque pour répondre à une demande toujours croissante, les producteurs se sont tournés vers l'extraction de granulats marins. L'enquête diligentée par le Ministère de l'écologie en 2005 établissait à 540 milliards de m³ le volume des sédiments meubles disponibles sur les côtes de la Manche et de l'Atlantique, à 100 mètres maximum de profondeur et dans la ZEE (Zone économique exclusive, soit environ 370 km). La ressource est donc abondante, même si ce chiffre colossal masque des réserves exploitables actuellement nettement plus faibles, avec seulement 2% du volume inventorié (concurrence d'autres activités humaines, limite de dragage à 50 m de profondeur au maximum, secteur géographique protégé, nature inégale des sédiments disponibles...) [46]. Cependant, même si cette ressource ne représente que 1,65% dans la production de granulats naturels en France, ces extractions sont déjà bien plus significatives dans certains pays européens et même dramatiques pour certains pays du globe (Tableau 1-1) [28].

Etats européens ayant une production non nulle de granulats marins	Production totale de granulats (Mt)	Production granulats terrestres (Mt)	Production de granulats marins (Mt)	Part des granulats marins dans la production totale
Allemagne	563	552	11	2 %
Belgique	73	69	4	5,5 %
France	432	425	7	1,65 %
Pays-Bas	124	70	54	43,5 %
Royaume-Uni	243	231	12	5 %

Tableau 1-1 : Part des granulats marins dans la production totale de granulats dans quelques pays européens, d'après l'UEPG [28]

Pour exemple, l'Indonésie est très durement touchée par une extraction de granulats marins aux conséquences catastrophiques pour l'écologie : Pour répondre à une très forte demande de Singapour en granulats, c'est plus d'une vingtaine d'îles qui ont disparu à cause de gigantesques cavités laissées par l'extraction de granulats marins. C'est aussi la biodiversité qui est directement touchée par la destruction de l'habitat naturel des organismes vivants, premiers maillons de la chaîne alimentaire. À travers cela, c'est la principale ressource alimentaire de la population locale qui est fortement perturbée [31] [202] [204].

Si les phénomènes sont moins marqués en France, c'est surtout parce que la production de granulats marins est strictement réglementée et fait l'objet d'études prospectives attentives visant à évaluer l'impact d'une extraction sur le milieu environnant à court et long terme. L'actualité charentaise est un parfait exemple puisque qu'au cours du second semestre 2014, les élus locaux et les associations de riverains se sont opposés fermement à l'ouverture d'une concession minière d'extraction de granulats marins au large de l'estuaire de la Gironde. Malgré un avis favorable d'un comité d'enquête, on estime que cette concession visant à extraire 13 millions de m³ de sable et de graviers sur 30 ans mettrait « en péril la stabilité du trait de côte, diminuerait la protection des populations contre les houles venant du large et provoquerait des dommages irréversibles aux écosystèmes aquatiques » [195].

1.2.3. Impacts environnementaux liés à la fabrication des ciments

L'empreinte écologique laissée par la fabrication des ciments est loin d'être négligeable d'autant plus que le marché mondial poursuit sa croissance tiré par les pays émergents, provoquant un doublement de la consommation de ciment au cours des quinze dernières années [171] [135]. En 2014, la production mondiale de ciment atteignait près de 4 milliards de tonnes [29] dont 57% attribués uniquement à la production chinoise. La France, quant à elle, « n'est que » le 20^{ème} producteur mondial avec près de 18 millions de tonnes produit en 2014 [187]. Selon les différentes études portant sur l'impact de l'industrie cimentaire sur les émissions de CO₂, on constate en effet que ce secteur émet en moyenne 1 tonne de CO₂ par tonne de ciment à l'échelle mondiale contre environ 0,8 tonne en Europe [51] et 0.6 tonne en France. Sachant que la production mondiale annuelle de ciment est d'environ 1/2 tonne par an et par être humain [139], on comprend mieux pourquoi l'industrie cimentaire est aujourd'hui responsable de 5 % des émissions de CO₂ dans l'atmosphère [114] [117]. De ces émissions, on considère aussi que 65% proviennent tout d'abord de la décarbonatation du calcaire présent dans le cru lors du traitement thermique à très haute température (jusqu'à 1450°C) [25] mais pas uniquement puisqu'une part importante revient aussi à la consommation énergétique (35%) [63].

Afin de réduire les émissions de CO₂ issues de la fabrication du clinker, des recherches ont visé, depuis deux décennies, à substituer une partie de cette matière par des additions minérales telles que les cendres volantes, les laitiers de hauts-fourneaux, le gypse, le filler

Chapitre 1 : Contexte, bibliographie et objectifs de l'étude

calcaire et d'autres produits. Cependant, on constate aussi que malgré cette volonté de substitution, les ciments produits en France sont encore très majoritairement constitués de clinker avec 78% en moyenne. Pour environ 18 millions de tonnes de ciment produits par an (Figure 1-3) 24.3% sont de type CEM I et 51.9% de type CEM II. Ce chiffre reflète l'effet d'un contexte normatif encore trop limitant pour composer des ciments à base d'additions minérales fortement ajoutées.

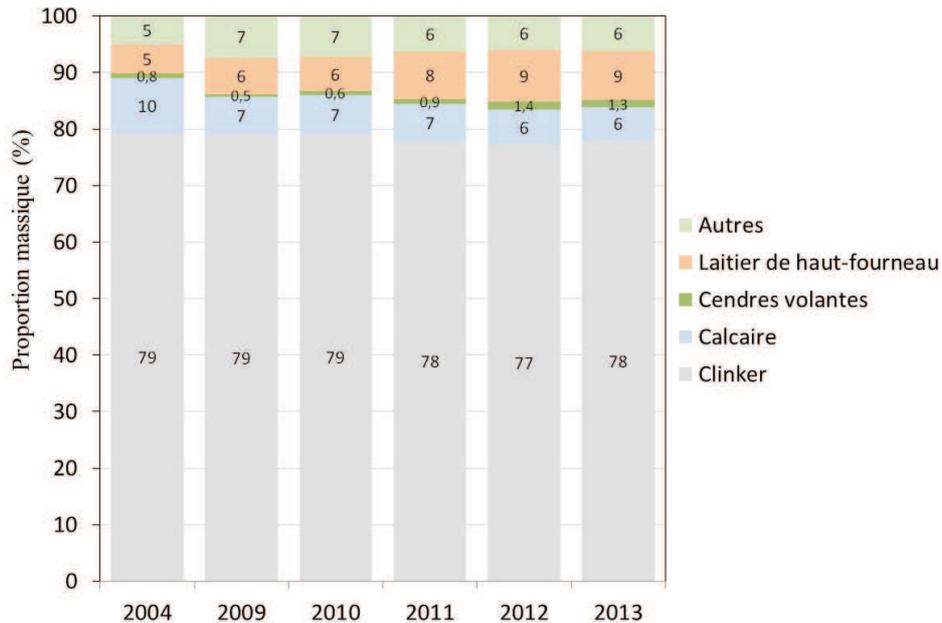


Figure 1-3 : Répartition pondérale des principaux constituants des ciments produits en France

Pourtant les effets de la substitution du ciment par des additions minérales sur la diminution des émissions de CO₂ sont vérifiés. Flower et Sanjayan [97] ont montré que ces émissions, rapportées à 1 m³ de béton, pouvaient être réduites de 15 à 20% lorsque que le ciment était substitué de 25% et 40% respectivement par des cendres volantes et du laitier de haut fourneau (Figure 1-4). Habert et Roussel [108] confirment ces résultats mais précisent aussi qu'il est possible de réduire les émissions de CO₂ en réduisant le volume d'éléments en béton tout en augmentant ses performances mécaniques. Ils estiment possible de réduire les émissions de CO₂ de 30% avec cette approche.

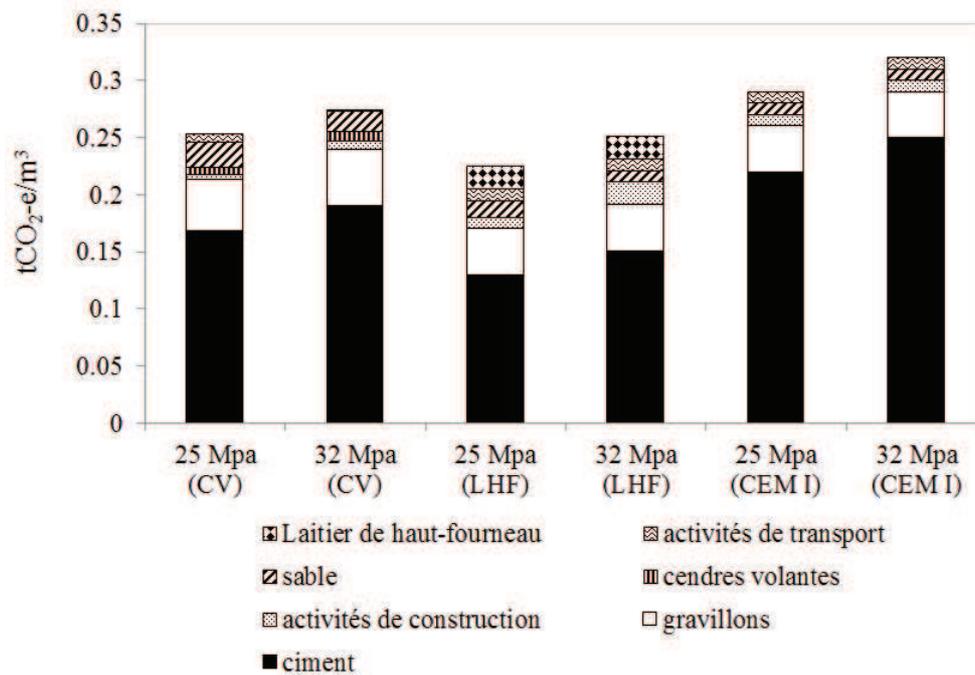


Figure 1-4 : Emission de CO₂ générée par différents types de bétons commercialisés [97]

Le constat est identique dans la norme EN 206-1 puisque même s'il est permis d'incorporer des additions minérales dans un béton formulé avec des ciments composés, les proportions autorisées sont encore trop faibles. À titre d'exemple, pour un béton de classe XC1, l'ajout de laitier moulu de haut fourneau est limité à 30% en masse du liant (addition + ciment). Le projet ANR ECO₂BÉTON [45] est une réponse à cette problématique puisqu'il a été montré que le béton pouvait être additionné de LHF ou de CV à hauteur respectivement de 75% et 50% tout en respectant des critères d'ouvrabilité, de résistances à court terme et de durabilité, autant de critères nécessaires pour répondre à des problématiques techniques industrielles.

1.3. Traitements et valorisation des déchets des BTP : Etat de l'art

1.3.1. Filières de recyclage des déchets du BTP

Il n'existe que 350 plateformes de recyclage en France, gérées par 150 entreprises. Ce faible nombre s'explique par des normes réglementaires exigeantes concernant la production et l'utilisation de granulats recyclés tant à l'échelle nationale qu'europpéenne ainsi que par un marché de la déconstruction complète (déconstruction sélective et tri à la source) encore relativement restreint [134]. Il existe deux types de plateformes de recyclage, à savoir des plateformes « fixes » dont la capacité est généralement entre 70 000 et 500 000 t/an et des « mobiles », installées sur des plateformes de regroupement ou directement sur le chantier et dont la capacité n'excède pas 70 000 t [157].

L'élaboration de granulats recyclés suit un processus identique à celui réalisé pour les granulats naturels (concassage, criblage et parfois lavage) à la différence que les déchets doivent être triés en amont et au cours du traitement pour éliminer les éléments métalliques résiduels et les contaminants légers (bois, plastiques, carton, papiers...). Ils peuvent être aussi réduits par brise roche ou pince hydraulique pour éliminer la majeure partie du ferrailage contenu dans le béton armé avant d'être introduits dans un concasseur. À titre d'exemple, l'organigramme de la Figure 1-5 présente l'installation du site DLB de Gonesse (Ile-de-France) qui est une installation fixe optimisée dans le réemploi des matériaux.

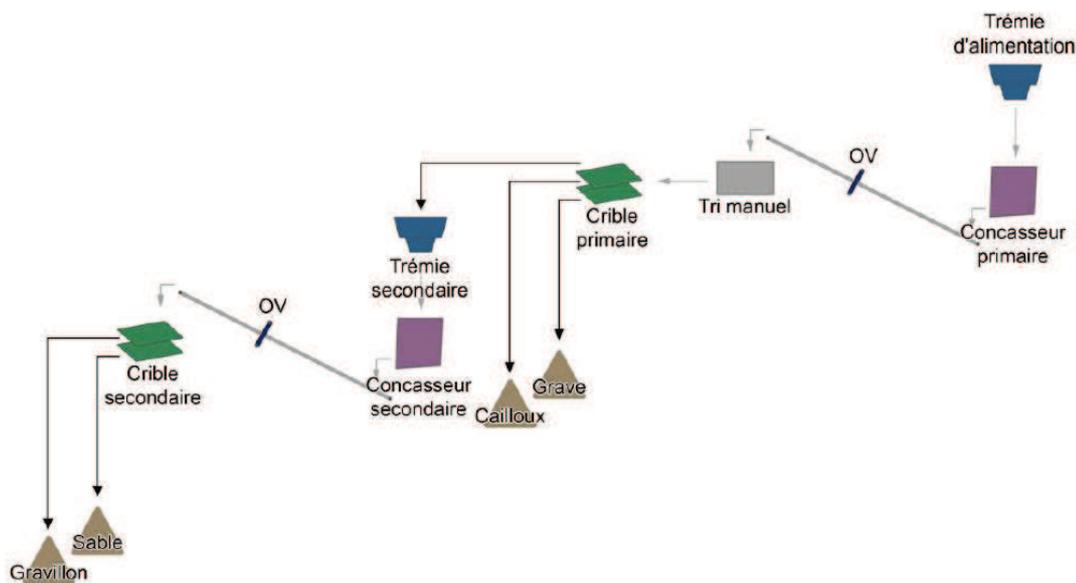


Figure 1-5 : Schéma du principe de l'installation DLB de Gonesse [42]

Chapitre 1 : Contexte, bibliographie et objectifs de l'étude

Avant d'être introduit dans le concasseur primaire à percussion, les matériaux sont pré-criblés (scalpage) en vue de séparer une fraction fine chargée de matières terreuses dans le but d'optimiser les performances des matériaux finis. En sortie du concasseur primaire, les contaminants restant sont éliminés des granulats (0/200) successivement par overband (OV, élimination des éléments métalliques par voie magnétique) et par tri manuel (ou mécanique, pour les contaminants légers) car même si les chargements ont été acceptés en entrée de site, les déchets contiennent inévitablement une quantité substantielle d'éléments indésirables. Contrairement à un site classique produisant des graves recyclées de type 0/D (avec D compris entre 20 et 63 mm) destinées aux infrastructures de transport, les granulats sont concassés, démagnétisés et criblés une seconde fois pour optimiser la régularité des granulats mais aussi et surtout pour fabriquer des granulats pour bétons (sables et gravillons).

1.3.2. Voies de valorisation actuelles des granulats recyclés

Les voies de valorisation des granulats recyclés actuellement intégrées à l'échelle industrielle ne sont pas nombreuses, ni en technique ni en tonnage, puisque sur les 260 millions de tonnes de déchets du BTP produits chaque année, seuls 15 millions sont traités et transformés en plateforme de recyclage majoritairement sous forme de graves pour la construction routière. Toutefois le contexte actuel et les objectifs visés à l'horizon de 2020, mobilisent tous les acteurs de la filière pour accentuer ce chiffre, qui devra selon la loi, atteindre 35 millions d'ici 2020. Nous abordons donc trois voies de valorisation, à savoir : la valorisation sous forme de graves recyclées pour les infrastructures de transport ; la valorisation sous forme de granulats pour la confection de béton et enfin la valorisation sous forme de poudre pour la fabrication de ciment (directement dans le cru ou bien en tant qu'addition minérale co-broyée avec le clinker).

1.3.2.1. Valorisation en qualité de graves recyclées dans les infrastructures de transport

L'utilisation des granulats recyclés en technique routière et aéroportuaire est un usage étudié depuis longtemps [64] [181]. Des études présentées au début des années 1980 ont montré qu'il était possible d'employer des granulats recyclés pour structurer les chaussées (couche de forme et assises de chaussées) [98] [103] [111] [156] [221], voire pour réaliser des chaussées

Chapitre 1 : Contexte, bibliographie et objectifs de l'étude

complètes en béton (couches de roulement comprises), comme en 1984 avec le projet commandé par l'administration fédérale en charge du réseau autoroutier des Etats-Unis d'Amérique [170]. Au cours de ces dernières années, en Indonésie [85], les infrastructures routières n'ont cessé d'augmenter. Cependant, si le pays possède le 13^{ème} plus grand réseau routier au monde [91], plus de 200 000 km de routes n'étaient toujours pas pourvues de couches de roulement en 2011. Face à ce constat, l'État a donc décidé d'utiliser l'alternative des granulats recyclés pour construire des chaussées en béton.

En France, les graves recyclées ne sont toujours normées cependant il existe une note d'information, éditée par l'IDRRIM (Institut Des Routes, des Rues et des Infrastructures pour la Mobilité) [120], qui propose une classification unifiée et respectueuse des normes en vigueur pour une utilisation en techniques routières. Le Tableau 1-2 présente la classification des cinq classes de graves recyclées (de GR0 à GR4) en fonction de leur futur domaine d'emploi.

Désignation	Remblai et couche de forme		Couches d'assise de chaussée		
	GR0	GR1	GR2	GR3	GR4
Granularité 0/D mm	0/150	0/80	0/31.5	0/20	0/20
VBS		< 0.2			
LA		≤ 45	≤ 45	≤ 40	≤ 35
MDE		≤ 45	≤ 45	≤ 35	≤ 30
LA+MDE			≤ 80	≤ 65	≤ 55
Sulfates solubles	SS0.7				
Constituants			R _{cug} 70 ; X1, FL5		

Tableau 1-2 : Classification et caractéristiques des Graves Recyclées

Cette classification identifie les paramètres mécaniques des graves selon leurs coupures granulométriques ainsi que les paramètres de nature. Ainsi, les Graves Recyclées doivent contenir plus de 70 % de béton et produits à base de béton, de pierre naturelles, de graves naturelles traitées ou non au liant hydraulique, et enfin de verre (« R_{cug} »). Elles doivent aussi contenir moins de 1% de matériaux divers (plastiques, métaux, bois..., « X ») et moins de 5% de matériaux flottants (« FL »). Un autre paramètre, primordial vis-à-vis des impacts environnementaux, est la proportion de sulfate soluble limitée à 0.7%. Ce paramètre est sans

doute le plus limitant et restrictif puisque le problème majeur rencontré à l'heure actuelle est le mélange de déchets et notamment pour les matériaux complexes à base de béton et de plâtre. À titre d'exemple, nous présentons en annexe A.12, une fiche technique-produit de graves de recyclage issues d'un site local de Charente Maritime : Planète Recyclage à La Rochelle.

Enfin, en techniques ferroviaires, une norme européenne, NF EN 13450 datant de 2003, spécifie les caractéristiques des granulats obtenus par traitement de matériaux naturels, artificiels et recyclés, utilisés dans la construction de voies ferrées [209].

1.3.2.2. Valorisation en qualité de granulats recyclés dans les bétons

Même si cette voie de valorisation n'est pas normalisée, elle n'en reste pas moins importante car à travers l'étude de l'incorporation de granulats recyclés dans les bétons, ce sont bien les matériaux de demain que nous préparons. Le projet RECYBÉTON [164] est le parfait exemple puisque, comme nous l'avons déjà dit, c'est toute la filière française du béton qui s'est investie dans ce projet dont l'objectif vise à réemployer un maximum de granulats recyclés issus des déchets du BTP dans la fabrication des ciments et des bétons.

Sans vouloir refaire une étude bibliographique déjà bien fournie, cette partie dresse un bilan synthétique des études menées sur l'incorporation des granulats recyclés dans les bétons en substitution des granulats naturels. On constate que la question d'incorporation de gravillons ou de graviers n'est plus un réel problème, ne serait-ce que pour conserver les principales propriétés des nouveaux bétons que l'on nommera ici « éco-bétons ». La difficulté principale réside dans l'incorporation d'un sable recyclé de fraction granulaire 0/4 ou 0/6 et ses effets sur le comportement à l'état frais et durci des éco-bétons.

S'il est possible de remplacer les granulats naturels par des granulats recyclés dans des proportions allant de 0 à 100 %, les formulations utilisées sont nombreuses, chacun fixant les paramètres utiles pour comparer et observer l'effet des granulats recyclés sur le comportement physique des éco-bétons. Certains choisissent de travailler à ouvrabilité constante [80] [137] tandis que dans d'autres études, une attention particulière est apportée sur les temps de malaxage, sur le degré d'humidité des granulats recyclés et sur la quantité d'eau globale et effective à mettre en œuvre [89] [104]. Plus simplement, pour certaines formulations, le

Chapitre 1 : Contexte, bibliographie et objectifs de l'étude

remplacement est massique ou volumique sans modifier les autres paramètres de composition (C, w(%))... [160]. La diversité des méthodes employées par les chercheurs pour observer l'effet des granulats recyclés sur le comportement des bétons rend difficile la comparaison entre toutes les publications. Toutefois, il est possible de mettre en évidence des tendances visant à caractériser les propriétés mécaniques et la durabilité de ces éco-bétons, conséquences des propriétés physiques des granulats recyclés.

Les matériaux utilisés sont des granulats de béton issus de démolition récupérés localement puis caractérisés et enfin intégrés dans la formulation du béton. Toutefois, certains chercheurs ont orienté leurs travaux en utilisant des granulats de béton recyclé issus de béton fabriqués spécifiquement en laboratoire. L'objet était alors d'avoir un matériau avec des caractéristiques bien connues (matériau de même source) [89] [137] afin de faciliter l'interprétation des résultats. Ces matériaux sont composés en majeure partie de bétons (matrice cimentaire et granulats) et dans une moindre mesure, de tuiles en terre cuite ainsi que d'autres impuretés (bois, métal...). Shi-Cong Kou et al précisent qu'il n'est pas utile d'extraire ces impuretés car elles n'ont pas d'influence sur le comportement global du granulat (Poon et Chan [227]) cité par Kou et al., [132]. Toutefois, il est à noter que dans ce cas bien précis le pourcentage de ces impuretés n'excède pas 0,2%. Le Tableau 1-3 est un tableau récapitulatif des propriétés physiques des granulats recyclés avec en particulier l'absorption capillaire (%), la porosité (%) et la masse volumique absolue. Ce sont les principales valeurs mises en avant dans certaines publications. Les valeurs hautes et basses ont été indiquées sans faire la distinction entre les différentes coupures granulaires car l'intérêt ici est de faire une comparaison avec les granulats naturels.

Chapitre 1 : Contexte, bibliographie et objectifs de l'étude

Références bibliographiques	Granulats recyclés			Granulats naturels		
	Masse volumique absolue (kg/m ³)	Absorption (%)	Porosité (%)	Masse volumique absolue (kg/m ³)	Absorption (%)	Porosité (%)
Abbas et al [40]	2640	3,3 - 5,4	8,1 - 12,3	2760 - 2790	0,54 - 0,89	2,4
Gomez – Soberon [104]	2350 - 2410	5,8 - 8,2	13,4 - 14,9	2590 - 2600	0,88 - 1,49	2,7 - 2,82
Evangelista [89]	2165	13,1	-	2564	0,80	-
Hansen et Narud [112]	2340 - 2490	3,7 - 8,7	-	2500 - 2610	0,8 - 3,7	-
Hasaba et al [113]	2430	7	-	2700	1,14	-
B.C.S.J [53]	2120 - 2430	3,6 - 8	-	2290 - 2510	-	-
Ravindrarah [168]	2320	6,2	-	2,61	0,63	-
Djerbi [200]	2235	3,1 - 5,3	-	2504	0,30 - 0,57	0,64-1,92
Kou et al [132]	2350 - 2450	5,63 - 7,42	8,46	2620	1,11 - 1,12	

Tableau 1-3 : Synthèse de la Masse volumique absolue et du coefficient d'absorption entre les granulats recyclés et les granulats naturels

Des trois propriétés physiques présentées dans le Tableau 1-3, c'est bien la porosité des granulats recyclés qui marque la différence avec les granulats naturels. Globalement, leur porosité est cinq fois supérieure car la porosité des granulats naturels est en général inférieure à 3%. Cette différence n'est pas surprenante car dans un béton ordinaire, la porosité se situe entre 12 et 15%, celle-ci étant causée principalement par la matrice cimentaire. De plus, la porosité des granulats augmente significativement en fonction de la quantité de matrice cimentaire présente dans ces matériaux. Dans ses travaux, M. Katz relève qu'elle est d'autant plus importante si les granulats sont fins [128]. De la même manière, l'absorption capillaire est nettement plus élevée pour les granulats recyclés que pour les granulats naturels. Pour la masse volumique absolue, on observe qu'elle est légèrement inférieure pour les granulats recyclés que pour les granulats naturels. Cette différence s'explique car la masse volumique absolue de la matrice cimentaire est plus faible que celle des granulats naturels. De ce fait, sur la globalité, il est logique que les granulats recyclés aient une masse volumique plus faible que celles des granulats naturels.

Chapitre 1 : Contexte, bibliographie et objectifs de l'étude

- Propriétés des éco-bétons à l'état frais et durci

D'une manière générale, les effets générés par les granulats recyclés sur les « éco-bétons » sont non négligeables mais pas rédhibitoires. Il existe en effet des solutions possibles pour corriger les effets négatifs sur la rhéologie, les propriétés mécaniques et la durabilité du béton [201]. À l'état frais, les granulats recyclés ont tendance à affecter la rhéologie des bétons car, de par leur nature et leur forme, ils absorbent plus d'eau et diminuent la compacité du squelette granulaire. Cependant, ces effets peuvent être contrôlés en jouant sur la formulation (teneur en ciment, nature et proportion d'adjuvants).

À l'état durci, les études montrent que les résistances en compression et traction de bétons de granulats recyclés sont jusqu'à 40 % plus faibles en fonction du taux de substitution et de l'origine des granulats. En revanche, avec un taux de remplacement faible des graviers (inférieur ou égal à 25 %) et de sable (inférieur à 30 %), la diminution de la résistance mécanique à la compression est alors peu significative [71] [90] [131]. C'est aussi ce que confirment des chercheurs japonais qui ont montré que jusqu'à 30% de granulats naturels peuvent être remplacés par des granulats recyclés sans modification significative des propriétés des nouveaux bétons [127] [153]. D'autre part, l'utilisation de graviers recyclés avec du sable naturel peut diminuer la résistance à la compression jusqu'à 20% par rapport au béton ordinaire [155]. Généralement, la diminution est attribuée à une porosité plus importante dans le béton de granulats recyclés tandis que lorsque la porosité des granulats est inférieure à 17%, alors les résistances à la compression sont peu affectées et ce, quel que soit le rapport E/C [44].

Le Tableau 1-4 présente les résultats obtenus par la Building Contractors Society of Japan (BCSJ) lors d'essais de résistance à la compression entre un béton ordinaire et des éco-bétons ayant des taux de substitution et rapport E/C variables [53].

E/C	Résistance à la compression du béton (MPa)			
	Gravier et sable naturel 100% (béton ordinaire)	Gravier et sable recyclé 100%	Gravier recyclé et 100% sable naturel	Gravier recyclé et 50% sable naturel, 50% sable recyclé
0,45	37,5	30	37	34
0,55	28,9	21,5	28,5	25
0,68	22	13	21	17,5

Tableau 1-4 : Résistance à la compression de béton ordinaire et béton recyclé en fonction des différents rapports E/C et des taux de substitution et origines des granulats [53]

Chapitre 1 : Contexte, bibliographie et objectifs de l'étude

Enfin, en ce qui concerne les essais concernant l'élasticité du béton, on a pu constater que le matériau à base de granulats recyclés et de sable naturel était jusqu'à 33 % plus faible que du béton classique [100] tandis que Ravindrarajah et Tam ont également montré que le module d'élasticité de granulats recyclés était inférieur à celui du béton de granulats naturels [169].

- Propriétés de durabilité d'éco-bétons

Des études de durabilité montrent aussi que les principaux indicateurs de durabilité sont affectés par la présence de granulats recyclés dans les éco-bétons. Sur l'ensemble de la littérature, les résultats sur la porosité révèlent que ce paramètre augmente proportionnellement avec l'incorporation des granulats recyclés et cette augmentation est remarquable quelle que soit la méthode de formulation choisie. Toutefois, l'effet de l'augmentation du remplacement sur la porosité s'atténue, voire s'annule sur le long terme (Figure 1-6).

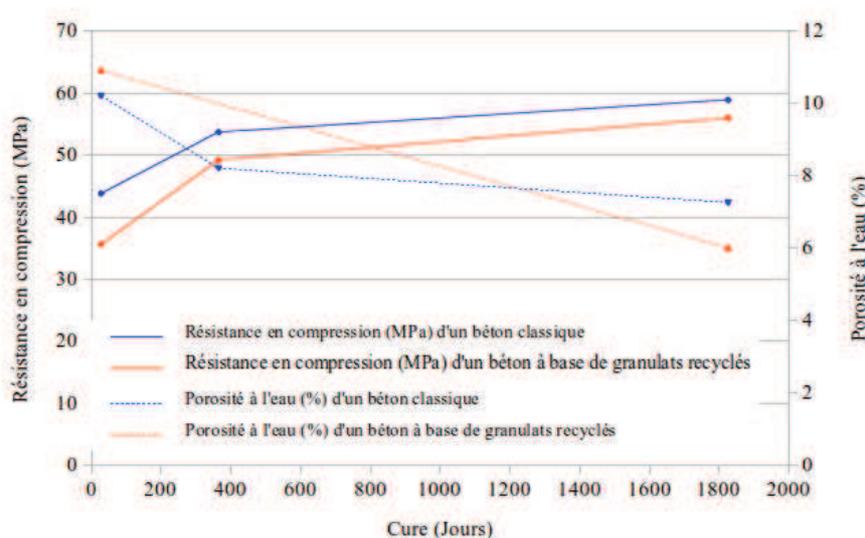


Figure 1-6 : Porosité à l'eau (%) et résistances mécaniques en compression en fonction du temps [132]

La porosité tend à diminuer avec le temps de cure. Cependant, il semble que les granulats recyclés ont pour effet d'accentuer cette diminution (i.e. diminution de 45% de la porosité entre 28 jours et 5 ans pour le béton à base de granulats recyclés et de « seulement » 29% pour un béton classique) [132]. Cette évolution de la porosité est due à l'hydratation / carbonatation tardive des granulats recyclés remplissant les pores. Ces réactions tardives ont

Chapitre 1 : Contexte, bibliographie et objectifs de l'étude

pour effet d'avoir des bétons à base de granulats recyclés avec des résistances en compression équivalentes à des bétons classiques sur le long terme [89] [104] [132] [137]. De la même manière, cette réduction de la porosité est accompagnée d'une réduction du diamètre moyen des pores (de 0,029 à 0,023 μm) [132].

Les mêmes effets sont observés sur les propriétés d'absorption [167], que ce soit l'absorption par immersion ou l'absorption capillaire. En effet ces deux paramètres augmentent avec la proportion de granulats recyclés [104]. Dans ses travaux, M. Brito précise que l'absorption par immersion augmente quasi linéairement avec le pourcentage de remplacement avec une augmentation maximum de 46%. L'augmentation de l'absorption capillaire est plus marquée car, comme dans le cas précédent, elle est linéaire mais le maximum atteint est de 200%. La Figure 1-7 illustre parfaitement l'effet des granulats recyclés sur l'absorption capillaire.

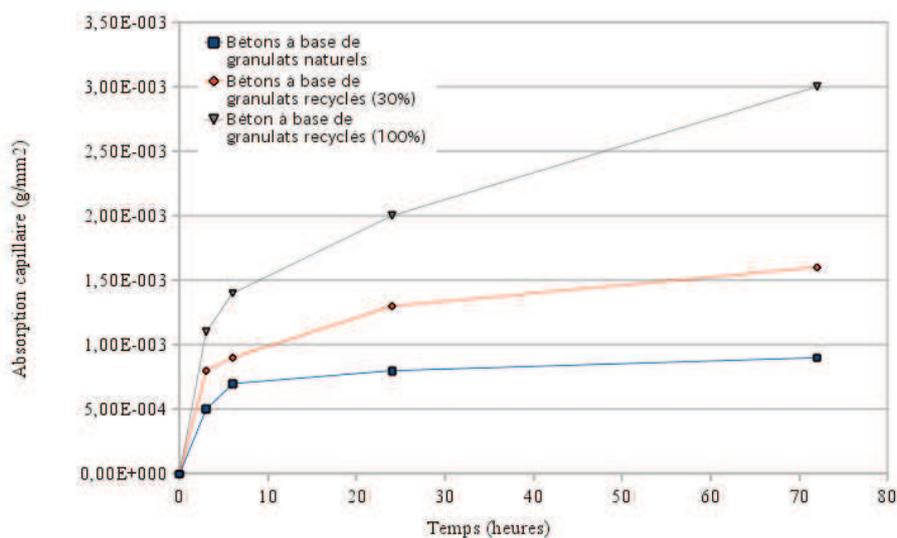


Figure 1-7: Évolution de l'absorption capillaire en fonction du temps [89]

Il semble aussi que ces « éco bétons » soient sensibles à la carbonatation et à la migration des chlorures [128] [89]. Ainsi, le coefficient de diffusion de migration de chlorure augmente linéairement en fonction de la proportion de remplacement des granulats recyclés comme l'atteste la Figure 1-7 [89]. Cependant, d'après les résultats rencontrés dans les différents travaux, il semble que le coefficient de diffusion reste dans le même ordre de grandeur que pour les bétons classiques [40]. M. Gomes précise dans ses travaux [104] que cela est principalement dû à une plus grande perméabilité de la pâte de ciment hydratée présente dans les granulats recyclés. Il justifie cette observation en précisant que le rapport E/C et l'affaissement avaient été gardés constants pour toutes les formulations de ses travaux de

Chapitre 1 : Contexte, bibliographie et objectifs de l'étude

recherche. La carbonatation augmente sensiblement avec le remplacement des granulats naturels par des granulats recyclés. Dans ses travaux, Evangelista précise que l'augmentation atteint un maximum de 110% mesuré à 21 jours, pour un remplacement de 100% (Figure 1-8) et un maximum de 40 % mesuré au même âge avec un taux de remplacement de granulats naturels par des granulats recyclés de 30 % [89]. Katz complète et précise que la carbonatation est 2,5 fois plus grande que pour des bétons classiques [128].

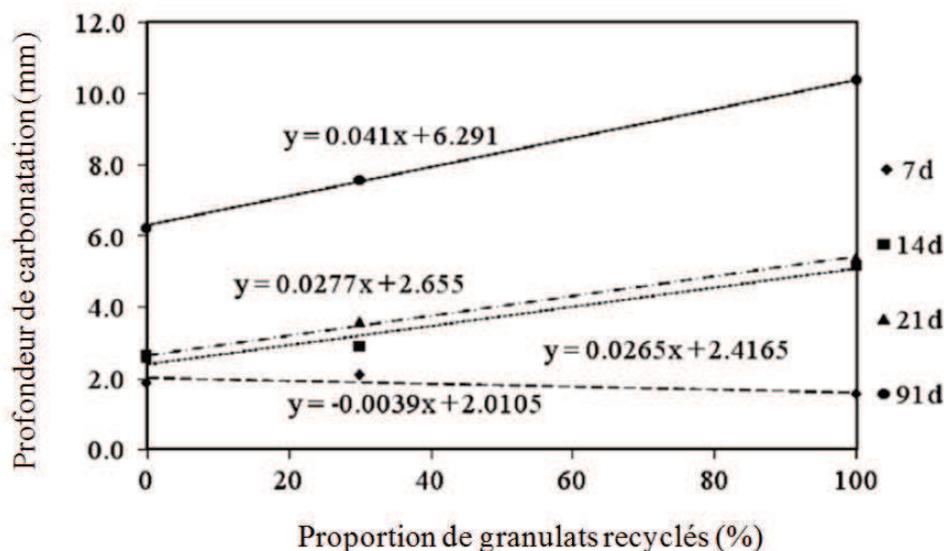


Figure 1-8 : Variation de la profondeur de carbonatation en fonction de la proportion de remplacement de granulats recyclés [89]

D'après cette synthèse sur l'incorporation de granulats recyclés dans les bétons, il se démarque très nettement que ces éco-bétons présentent de sérieux inconvénients. L'ajout de ces granulats très poreux a pour conséquence, en plus des problèmes liés à la formulation, d'augmenter tous les paramètres de durabilité. Que ce soit la carbonatation, le coefficient de diffusion, l'absorption capillaire et l'absorption par immersion, tous ces paramètres augmentent quasi linéairement en fonction du taux de remplacement. Le fait est que les caractéristiques physiques de ces granulats semblent peu appropriées à une démarche durable pour ces bétons. La porosité engendrée par la matrice cimentaire de ces granulats est la source de ces inconvénients. Il semble néanmoins, d'après certains travaux, qu'il soit possible de fabriquer des bétons ayant un bon comportement avec des ajouts partiels de granulats recyclés. D'autre part, il semble aussi que les granulats recyclés aient un effet bénéfique sur le long terme avec une hydratation tardive des granulats réduisant conséquemment la porosité du béton.

L'ajout de granulats recyclés, très poreux, présentent donc des inconvénients et modifient de manière significative les propriétés des bétons obtenus. C'est l'un des freins au recyclage qui demeure dans l'état actuel encore limité des recherches. Pour augmenter le potentiel de valorisation de ces matériaux et ne plus seulement se limiter au remblaiement en construction routière, d'autres thématiques semblent être envisagées, à travers l'incorporation de poudre de granulats recyclés dans la fabrication des ciments ou d'additions minérale. C'est l'objet du point suivant.

1.4. Valorisation des fines de granulats recyclés

1.4.1 Valorisation en qualité de matière première à la fabrication du clinker

L'utilisation de fines de granulats recyclés dans la fabrication de ciment est aujourd'hui une voie de recherche et de développement, soit comme matière première du cru soit comme addition co-broyée au clinker. De nombreuses études font état de cette thématique et montrent qu'il est possible de fabriquer du clinker à partir de fines de granulats recyclés avec ou sans correcteur chimique [55] [99] [101] [166] [220] [212]. La réactivité hydraulique de ces ciments recyclés est conditionnée par la nature chimique initiale des fines.

À titre d'exemple détaillé, De Schepper et al., [179] ont montré dans leurs travaux qu'il était possible de créer un clinker à partir d'un béton recyclé, après concassage-broyage et chauffé à des températures de 1350 et 1450°C. Ils ont en effet réussi à produire un clinker recyclé ayant les mêmes phases minéralogiques qu'un clinker traditionnel (Alite, Bélite, Aluminate de calcium et Alumino-ferrite de calcium). La réactivité de ce clinker a été étudiée par microcalorimétrie, complétée par des analyses par DRX et par microscopie optique. Les résultats par microscopie optique montrent que la composition minéralogique du clinker chauffé jusqu'à 1350°C présente des cristaux polygonaux correspondant aux cristaux d'alite (Ca_3SiO_4) tandis que la bélite (Ca_2SiO_4) est reconnaissable aux cristaux arrondis de couleur brun à bleu, comme on peut le voir sur la Figure 1-9. Le clinker n'étant chauffé qu'à une température de 1350 °C, il contient toujours une quantité importante de bélite.

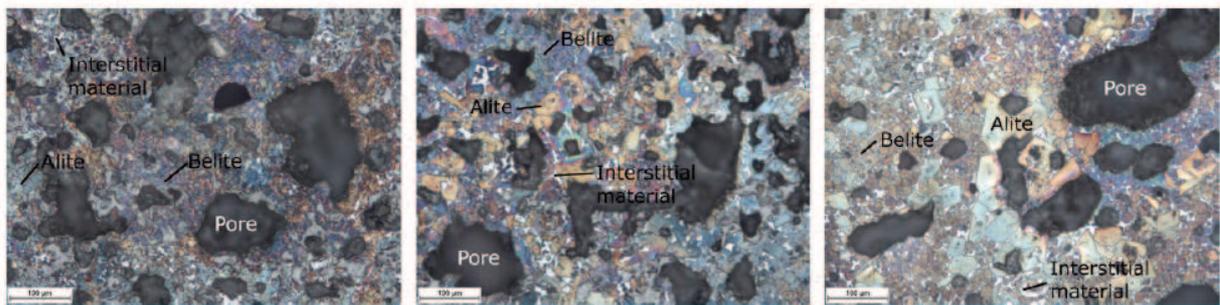


Figure 1-9 : Analyse par Microscopie optique du clinker recyclé [179]

Le Tableau 1-5 est un tableau récapitulatif des compositions minéralogiques moyennes typiques de clinker de Portland selon la littérature [52] [194] [199], comparées aux compositions minéralogiques de clinkers fabriqués à partir de granulats de béton recyclés [125] [72] [179]. Les résultats de ces clinkers recyclés sont conformes aux moyennes des clinkers traditionnels. Au regard de ces résultats, il est donc envisageable d'utiliser le matériau des fines recyclées dans le cru pour composer un clinker.

	Alite (C ₃ S)	Béélite (C ₂ S)	Aluminate (C ₃ A)	Ferrite (C ₄ AF)
Taylor [199]	60-65	10-20	8-12	8-10
Stephan et al [194]	52-85	0-27	7-16	4-18
BBG [52]	40-75	10-35	7-16	4-18
Kakali [125]	71,1	7,7	6,9	11,6
Chen [72]	50	25	15	10
Schepper et al [179]	57,9	26,2	13,1	2

Tableau 1-5 : Synthèse de la composition minéralogique moyenne d'un clinker

1.4.2 Valorisation en qualité d'addition minérale en substitution du clinker

La thématique de valorisation de sous-produits industriels pour la fabrication de ciments composés en substitution du clinker n'est pas récente. La norme EN 196-1 [16] et la norme EN 206-1 [24] intègrent des matériaux d'origine qu'on pourrait désigner de courant car désormais bien connus (norme EN 196-1 et EN 206-1) comme les cendres volantes, les laitiers de haut fourneau, les fumées de silice ou encore les fillers calcaires pour ne citer qu'eux [72] [82] [222]. D'autres recherches se sont intéressées à des matériaux dits « alternatifs » comme les fines issues du recyclage du verre, des boues de stations d'épuration séchées, des sables de fonderie, des déchets de fabrication du sucre, des déchets de carrières de marbre, de plastique, de fibres de verre ou encore des mâchefers d'incinération des ordures

Chapitre 1 : Contexte, bibliographie et objectifs de l'étude

ménagères [102] [133] [158] [159] [177] [191] [193] [206]. La valorisation de sous-produits peut également se faire dans le cadre de la création de Liant Hydrauliques Routiers (LHR) comme c'est le cas dans la thèse de P. Segui [184] qui traite de la valorisation de cendres volantes de papeterie additionnées d'une pouzzolane naturelle. Pour sa part, Mahieux et al., [145] ont travaillé sur la valorisation du laitier LD (laitier issu de la conversion de la fonte en acier dans un convertisseur de type LD) en tant que constituant principal d'un LHR composé à 95% de matières recyclées.

En ce qui concerne l'incorporation de fines de granulats recyclés en ajout de ciment, destinées à la fabrication de nouveaux bétons, la littérature est en revanche plus rare. Dans cette thématique, la plupart des recherches ont été menées à partir de matières premières provenant de déchets de laboratoire et non à partir de granulats recyclés [60] [95] [96] [189] [190] [224]. Cette approche de laboratoire a pour but unique de contrôler la composition d'origine des fines, pour mieux comprendre l'effet de cette matière alternative sur le comportement mécanique des nouveaux mortiers ou bétons. D'ailleurs, ces fines peuvent aussi bien provenir de coulis de ciment que de mortiers ou bétons et sont systématiquement obtenues par des méthodes différenciées de concassage, broyage, tamisage et traitement thermique. Ces opérations de traitement thermique visent essentiellement à rendre les fines de granulats recyclés, réactives en présence d'eau pour participer à la réactivité globale du liant dans les mortiers ou bétons. Selon les différents types de processus de production des fines (concassage, broyage et criblage) et l'origine des matériaux (granulats issus des plateformes de recyclage, déchets de béton de laboratoire), les propriétés physiques (D_{max} et répartition granulométrique), chimiques et minéralogiques constatées sont toutes très variables.

Les masses volumiques absolues des fines étudiées dépendent de l'origine des matériaux et sont de l'ordre de 2400-2500 kg/m³. Cependant Florea et Brouwers [95] montrent que les fractions granulométriques des fines présentent des masses volumiques plus faibles en raison d'une proportion plus importante de matrice cimentaire. Dans le même ordre d'idée, un traitement thermique à haute température a pour effet d'augmenter la masse volumique absolue des fines [96]. Selon Castellote et al., Handoo et al., et shui et al., [68] [110] [189], l'évaporation de l'eau libre liée aux hydrates de la matrice cimentaire et la décarbonatation des carbonates peuvent expliquer cette différence.

Chapitre 1 : Contexte, bibliographie et objectifs de l'étude

Les caractéristiques minéralogiques sont classiques de celles observées sur des bétons et dépendent encore une fois des matériaux d'origine utilisés dans les travaux de recherche. Certains auteurs montrent les effets de traitements thermiques sur les propriétés minéralogiques de fines et sur les nouvelles propriétés hydrauliques. À titre d'exemple [190], les diffractogrammes de la Figure 1-10 présentent l'évolution de la composition minéralogique de fines en fonction de la température de traitement (non traitées, 200°C, 500°C et 800°C).

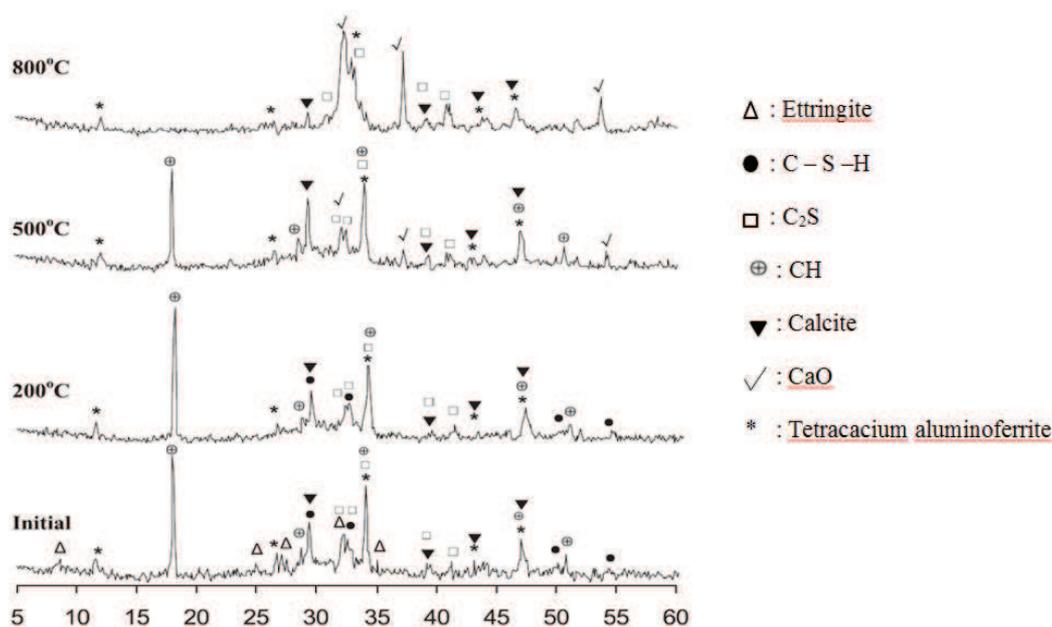


Figure 1-10 : Diffractogrammes de rayons X de fines non traitées et traitées à 200, 500 et 800°C [190]

L'analyse révèle que ces fines avant traitement sont majoritairement cristallisées, composées de silicates de calcium sous la forme de Larnite (Ca_2SiO_4), de carbonates de calcium sous la forme de calcite (CaCO_3), d'hydroxyde de calcium sous la forme de Portlandite CH ($\text{Ca}(\text{OH})_2$), d'ettringite et de C-S-H. La composition minéralogique post-traitement dépend de la température de traitement, toutefois on constate que les pics liés aux hydrates de la matrice cimentaire disparaissent au profit de CaO libre et de silicate dicalcique C_2S . À 800°C, la calcite ne semble pas encore totalement décarbonatée. Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus par un certain nombre de recherches (Farage et al., [92], Florea et al., [96]).

Chapitre 1 : Contexte, bibliographie et objectifs de l'étude

1.4.2.1. Effet de l'incorporation des fines traitées et non traitées sur les propriétés des matériaux cimentaires

Les propriétés des fines (traitées ou non) influencent les réactivités des matériaux cimentaires avec lesquels elles sont mélangées [190] [224], c'est ce que montre Floréa et al., dans leurs travaux à travers des analyses calorimétriques [96] (Figure 1-11).

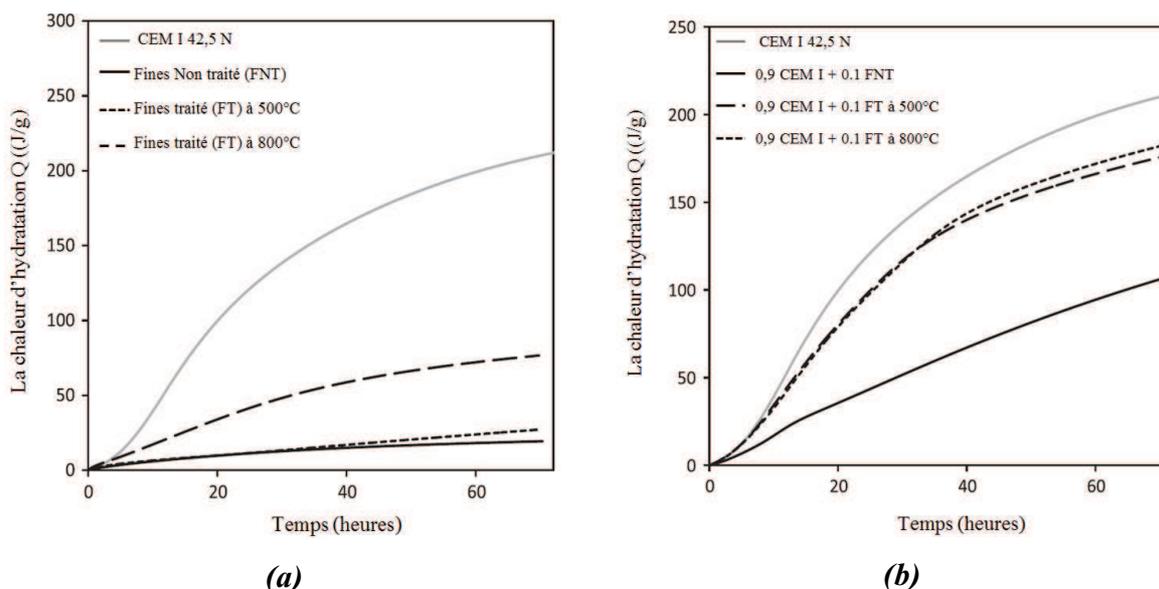


Figure 1-11 : Evaluation de la chaleur d'hydratation avec les fines seules (a), et taux de substitution du ciment de 10 % étudiés par micro calorimétrie (b) [96]

Au regard des évolutions de chaleurs d'hydratation avec les fines seules (Figure 1-11.a), on constate que la courbe de fines non traitées (FNT) présente un dégagement de chaleur cumulé très faible par rapport au CEM I et par rapport aux fines traitées. Ces quatre courbes de la Figure 1-11.b montrent aussi que la réactivité résiduelle d'un fine non traité est non nulle. Lorsque le ciment est remplacé par 10% de fines, les résultats montrent une accélération et une augmentation du processus d'hydratation dû à la création de sites de nucléation. Le flux de chaleur d'hydratation augmente rapidement au début, notamment pour les fines traitées à 800°C.

L'incorporation de fines traitées et non-traitées en substitut, influence aussi les résistances mécaniques de mortiers. Comme le montrent Florea et al., [96] qui ont remplacé jusqu'à 10 % de ciments par des fines, on constate que plus le taux de substitution est élevé plus la

Chapitre 1 : Contexte, bibliographie et objectifs de l'étude

résistance mécanique est faible. La tendance est la même avec les cendres volantes [96] (cf Figure 1-12).

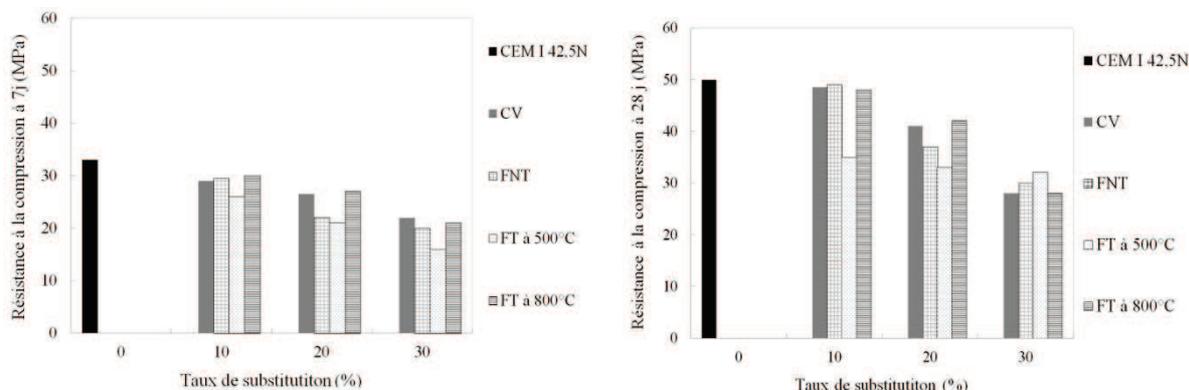


Figure 1-12 : Influence de taux de substitution des ciments par les fines traitées (FT) et non traitées (NT) ainsi que les Cendres volantes (CV) sur les résistance à la compression à 7j (gauche) et 28 j (droite) des mortiers étudiés [96]

Inversement à cela, les travaux de Yu et Shui [224] montrent que la résistance mécanique est à l'optimum lorsque le taux de substitution est de 5%. Braga et al., [61] montrent également que la réduction de la teneur en ciment dans un mortier peut être compensée par l'incorporation de fines issues d'un traitement de concassage et criblage à 150 μm . Le rapport en volume entre le ciment et le sable de 1 : 5 et l'ajout de fines jusqu'à 15%, montrent que la résistance à la compression augmente de 30%. De plus, l'effet de la finesse des fines peut remplir les vides entre les grains de sable et le ciment et donc diminuer la quantité d'eau et augmenter la compacité. En revanche, en utilisant le rapport en volume de ciment sur sable de 1 : 6 avec 15% de fines, on obtient une résistance plus faible par rapport au mortier de référence. Dans une autre étude, Silva et al., [192] incorporent jusqu'à 10 % des déchets de briques broyées dans un mortier avec un rapport volumique ciment sur sable de 1 : 4. La taille des poudres de brique est très fine comme du filler. Cela peut augmenter la compacité du mélange et la résistance mécanique dans un mortier par rapport à la référence de 8 MPa et 14 MPa à 28 jours, en raison de l'effet pouzzolanique des briques sur la pâte de ciment hydraté.

Dans le cas des essais de Pan et al., [161], les auteurs ont montré que la substitution de ciment CEM I par des fines de déchets de cendres de boues jusqu'à 20% a un effet de pouzzolane dans le mortier et augmente la compacité ainsi que la résistance à la compression. Ces travaux prouvent que la finesse des fines peut modifier les propriétés des mortiers.

1.6. Objectifs de recherche

Dans la perspective de valoriser les granulats recyclés sous forme de fines comme addition minérale en substitution du ciment ou bien comme constituant principal d'un liant hydraulique routier pour le traitement des sols en place, les objectifs de ce travail de thèse se déclinent en quatre points, à savoir :

- **Choix des matériaux d'origine :** Nous avons arbitrairement arrêté notre choix sur deux matériaux d'études soit un béton de laboratoire issu d'une étude nationale récente (projet ANR APPLLET) aux origines et propriétés connues et maîtrisées et un granulat recyclé, issu d'une plateforme de recyclage de la région Ile de France, utilisé dans le cadre du projet national RECYBÉTON.
- **Fabrication et caractérisation des fines :** Nous avons mis en place des protocoles de fabrication couplés de concassage et de criblage avec ou sans traitement thermique à haute température. L'objectif est de caractériser des fines de classe granulométrique 0/0,080 en vue d'établir une cartographie complète de leurs potentiels de valorisation en fonction de leurs origines.
- **Incorporation des fines dans la formulation de mortiers et bétons en substitution du ciment :** il s'agit d'étudier l'effet de l'incorporation de fines sur la rhéologie, le comportement mécanique et la durabilité de mortiers et de bétons et de valider cette approche par une étude comparative avec une addition minérale calcaire normalisée.
- **Conception de liants hydrauliques routiers pour le traitement des sols en place :** il s'agit de concevoir des LHR à base de fines à travers des mélanges binaires et ternaires et de valider cette approche par une étude mécanique sur mortiers et sur des éprouvettes de sols traités. Comme pour le point précédent, la validation de cette approche est basée sur le contexte normatif des traitements de sols en technique routière mais aussi sur une étude comparative avec deux LHR commercialisés.

1.7. Conclusion

La consommation de plus en plus importante de granulats et de matériaux cimentaires qui suit le développement urbain, sociétal et industriel de nombreuses puissances émergentes entraîne des prélèvements massifs de matières premières et des émissions de CO₂ dont les quantités inquiètent désormais chercheurs, responsables politiques et opinions publiques. En dépit des efforts des professionnels du secteur du BTP et de la volonté publique affichée notamment lors de conférences internationales, comme Kyoto en 1997, ou dans le cadre de lois volontaires comme le Grenelle de l'environnement en 2007, la valorisation des déchets reste encore insuffisante notamment à cause de problèmes techniques, réglementaires ou normatifs ainsi qu'à cause d'éco-gestes pas encore ancrés dans nos habitudes (déconstruction complète et sélective) ou encore de freins économiques [62].

Fabriquer d'une part, une addition minérale à base de fines de granulats recyclés dans la fabrication de mortiers et de béton, et d'autre part un liant hydraulique routier dans la stabilisation des sols en place comme précisé dans ce chapitre, est le double objectif de notre recherche. Par-là, il s'agit de participer à un effort collectif en cherchant de nouvelles voies de valorisation des déchets du BTP et de diminuer ainsi les mises en stockage de plus en plus coûteuses au profit d'un recyclage accru même pour un emploi noble des granulats recyclés tout en maintenant les propriétés physiques et mécaniques du béton ordinaire.

Chapitre 2

**Matériaux et méthodes de
caractérisation**

Chapitre 2

Matériaux et méthodes de caractérisation

2.1. INTRODUCTION.....	60
2.2. MATIERES PREMIERES	61
2.2.1. BETON DU PROJET APPLLET (BA).....	61
2.2.2. GRANULATS RECYCLES DU PROJET RECYBÉTON (RB)	62
2.3. FABRICATION DES FINES BA/RB-NT/T.....	68
2.3.1 FABRICATION DES FINES BA/RB-NT PAR CONCASSAGE-CRIBLAGE	68
2.3.2. FABRICATION DES FINES BA/RB-T PAR CONCASSAGE-CRIBLAGE-TRAITEMENT THERMIQUE	69
2.4. METHODES DE CARACTERISATION DES FINES.....	70
2.4.1. CARACTERISATION PHYSIQUE.....	70
2.4.2. CARACTERISATION CHIMIQUE ET MINERALOGIQUE	74
2.4.3. CARACTERISATION ENVIRONNEMENTALE	81
2.5. CONCLUSION	83

2.1. Introduction

Ce deuxième chapitre vise à présenter les matériaux étudiés et les méthodes de caractérisation mises en œuvre. Dans un premier temps, nous présentons les deux matériaux dont nous nous sommes servis en tant que matière première pour la fabrication des fines étudiées. Le premier de ces deux matériaux-source est un béton d'ouvrage d'art, déjà étudié au cours du projet ANR APPLET (réf. APPLET). Ce béton, âgé de 5 ans au début de ces travaux de thèse, a été choisi car les propriétés physico-chimiques, minéralogiques, mécaniques et de durabilité étaient en grande partie connues. En outre, cela garantissait l'absence de toute forme de pollution liée à une production classique de granulats recyclés (par exemple des éléments autres que des matériaux cimentaires). Le but était de faciliter la mise en place de nos protocoles d'essais. Le deuxième matériau-source est un granulats recyclés provenant d'une plateforme de recyclage, sélectionné dans le cadre du projet national RECYBÉTON (2012-2015). À l'inverse du béton APPLET, ce matériau est représentatif d'une filière de production locale largement exploitée aujourd'hui et donc plus en adéquation avec la finalité de cette recherche.

Dans un deuxième temps, il s'agit d'appréhender les techniques de fabrication des fines à partir de nos deux matériaux-source précédemment cités. Deux méthodes sont utilisées, à savoir : une approche mécanique de concassage / criblage et une autre méthode similaire complétée d'un traitement thermique à haute température. Enfin, nous présentons les méthodes de caractérisations expérimentales des fines : caractérisation physique d'abord, mais aussi caractérisation chimique et minéralogique et enfin une caractérisation environnementale.

Avant de conclure, nous nous attachons à élaborer l'organigramme du protocole de caractérisation des fines.

2.2. Matières premières

2.2.1. Béton du projet APPLET (BA)

Cette matière première est un béton C50/60 utilisé durant le chantier de l'autoroute A86 par Vinci Construction. Ce béton a été l'objet de nombreuses études pendant le projet ANR APPLET [45]. Le LaSIE dispose dans son stock, d'environ 60 éprouvettes de 11 x 22 cm qui ont été réceptionnées à La Rochelle au cours de l'année 2007. Ces éprouvettes ont été utilisées par le laboratoire pour étudier la variabilité de l'isotherme de désorption de vapeur d'eau au cours du chantier [205]. Dans le cadre du projet APPLET, le LMT Cachan a également étudié la variabilité de la résistance à la compression à 28 jours (Figure 2-1). La résistance en compression moyenne du béton APPLET est de 83,8 MPa. Il s'agit donc d'un Béton à Hautes Performances (BHP).

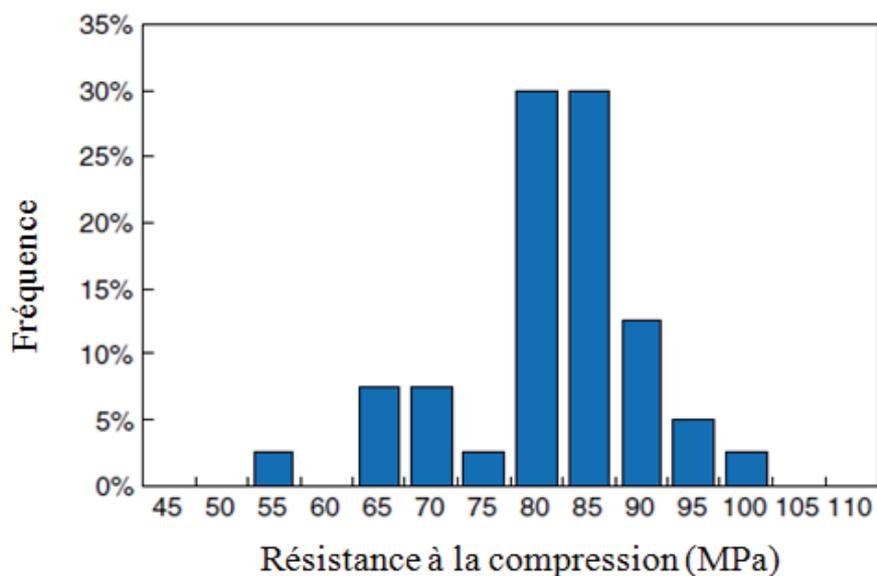


Figure 2-1 : La répartition de la résistance à la compression du béton Applet [45]

Le béton APPLET est composé d'un ciment de type CEM I 52.5 CE CP2 NF de l'usine de Dannes (Annexe A.2), d'une cendre volante allemande de SAFAMENT KWB (Annexe A.7) et de granulats calcaires 0/4, 4/12 et 12/20 du Boulonnais (Annexe A.3 ; A.5, A.6). Les dosages en ciment et en cendres volantes sont respectivement de 350 kg/m³ et de 80 kg/m³

Chapitre 2 : Matériaux et méthodes de caractérisation

avec un rapport E/C de 0,45 (Figure 2-2). Les propriétés physiques et chimiques du ciment et la composition du béton sont données respectivement dans le Tableau 2-1 et le Tableau 2-2.



Figure 2-2 : Éprouvettes $\Phi 11H22$ cm de béton APPLET stockées en salle humide au LaSIE depuis 2007

Proportion d'oxydes exprimée en (%)									PAF (%)	Masse volumique (g/cm ³)
CaO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SO ₃	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	CaO libre		
64,1	20,1	5,0	3,0	3,2	1,0	0,7	0,2	1,3	1,2	3,19

Tableau 2-1: Propriétés physiques et chimiques du ciment CEM I 52.5 de Dannes

CEMI 52.5 Dannes	Cendre volante	Granulats calcaires			Eau Efficace	Superplastifiant
		0/4	5/12	12/20		
350	80	900	320	630	157	2,45

Tableau 2-2 : Composition du béton APPLET (en kg par m³ de béton)

2.2.2. Granulats recyclés du projet RECYBÉTON (RB)

2.2.2.1. Origine du matériau

Le deuxième matériau d'étude est un granulats recyclés utilisés dans le cadre du projet RECYBÉTON (RB). Pour rappel, ce projet national de recherche et développement (2012-2016) s'inscrit dans une démarche de développement durable puisque son objectif est d'accroître le recyclage des matériaux issus des bétons de démolition dans la production de nouveaux liants hydrauliques et bétons.

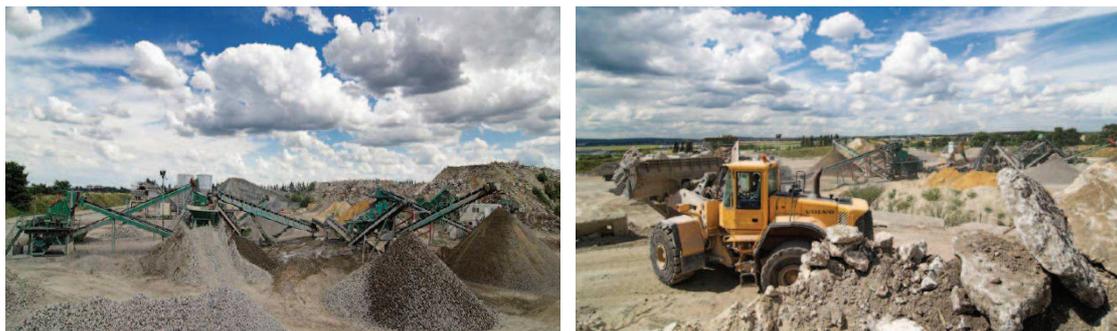


Figure 2-3 : Vues d'ensemble du site DLB de Gonesse [42]

La production de ce granulat recyclé est localisée sur une plate-forme de recyclage en région Ile-de-France, sur le site DLB à Gonesse (Figure 2-3). Les matériaux ont pour origine les chantiers de démolition de bâtiments, d'ouvrages de Génie Civil et de chantiers de travaux publics (graves non traitées, graves traitées, bétons bitumineux). D'après un essai de tri présenté dans le Tableau 2-3, réalisé selon la norme NF EN 933-11 [19], les granulats recyclés produits sur cette plate-forme sont composés en grande partie de produits à base de béton et de granulats naturels ($R_c+R_u=86,5\%$). Le processus de traitement sur site est satisfaisant au regard de la faible proportion de déchets d'origine non minérale.

Désignation des constituants	Proportion (%)
R_c (bétons, mortiers et produits à base de béton)	86,5
R_u (GNT, pierre naturelle, GTLH)	
R_a (matériaux bitumineux)	13,3
R_b (briques, tuiles, silicates de calcium et bétons cellulaires)	0,1
R_g (verre)	0,0
X (argiles, sols, ferreux, non ferreux, bois, plastiques, gypse.....)	0,1
FL (flottants)	1,3 cm ³ /kg

Tableau 2-3: Constituant du granulat recyclé 6/20 selon la norme NF EN 933-11 [19]

Nous avons réceptionné et analysé trois big-bags de 500 kg chacun, contenant des échantillons de coupures granulométriques nommés RB 0/4, RB 4/10 et RB 10/20. Ces granulats recyclés sont issus d'un double cycle de concassage et de criblage (voir § 1.3.2). Nous avons fabriqué et travaillé sur des fines uniquement de fraction 0/4.

2.2.2.2. Échantillonnage des granulats recyclés RECYBÉTON

Des échantillons de laboratoire (50kg) ont été préparés par quartage à partir des échantillons globaux. Cet échantillonnage a été réalisé conformément à la norme EN 932-2 [10].

Sur la Figure 2-4, l'analyse granulométrique des trois coupures RB 0/4, 4/10 et 10/20 montre que les distributions sont un peu plus étalées que prévu, notamment dans le cas du 0/4.

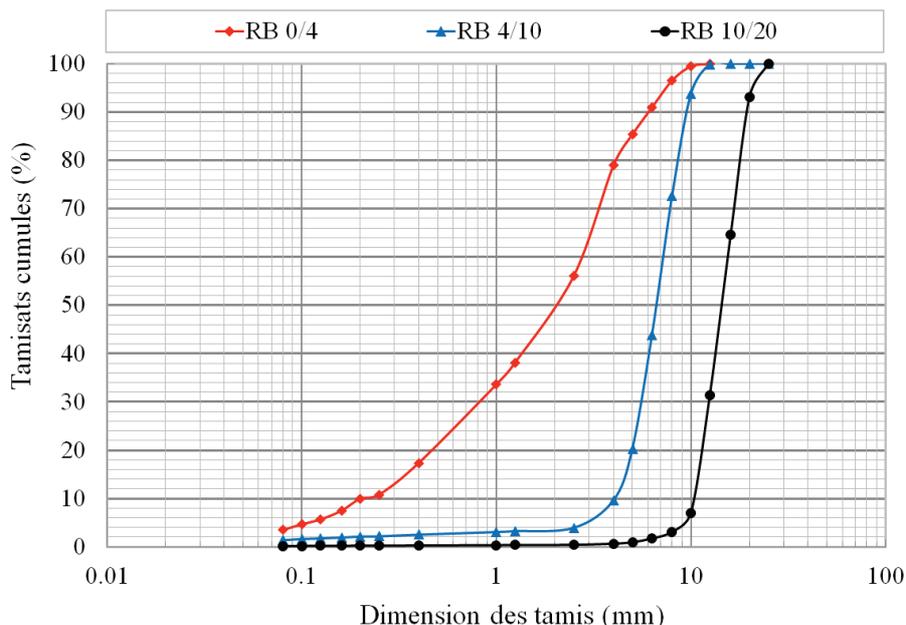


Figure 2-4 : Analyse granulométrique des granulats RB 0/4, 4/10 et 10/20

Des échantillons réduits en trois quantités croissantes de 1, 5 et 10 kg ont été prélevés pour déterminer la composition des granulats. Pour cela, nous avons procédé au tri manuel des granulats recyclés selon la norme EN 933-11 [19] et classé en plusieurs catégories les constituants, à savoir : des produits à base de béton (R_c), de pierres naturelles (R_u), de céramiques et terres cuites (R_b), de matériaux bitumineux (R_a) et enfin de plastiques/papier et bois (X). La Figure 2-5 et le Tableau 2-4 présentent le résultat visuel et quantitatif de l'essai de tri réalisé sur la coupure granulométrique RB 10/20 et uniquement sur celle-ci car, pour les deux autres fractions, l'essai de tri s'est révélé trop imprécis, compte tenu de la finesse des particules.



Figure 2-5 : Les résultats visuels des essais de tri sur le RB 10/20 de RECYBÉTON

Classe granulométrique	kg	RB 10/20			Valeurs Moyennées
		1	5	10	
Échantillons réduits					
R_c (béton, mortier, produits à base de béton)	%	71,0	78,6	85,6	78,4
R_u (pierre naturelle)	%	21,0	14,6	10,4	15,3
∑ R_c+ R_u	%	92	93,2	96,0	93,7
R_a (matériaux bitumineux)	%	6,2	2,4	2,5	3,7
R_b (briques, terre cuite, tuiles)	%	0,9	2,3	0,4	1,2
R_g (verre, autres)	%	0,0	1,0	0,5	0,5
X (bois, plastiques, faïence, ferreux)	%	0,9	1,1	0,6	0,9

Tableau 2-4 : Proportions moyennées des constituants présents dans le granulat recyclé RB 10/20

Selon le Tableau 2-4, trois constituants (R_b , R_g et X) apparaissent dans des proportions négligeables. À l'exception de R_b , nous avons par commodité, décidé de ne pas les reporter dans la Figure 2-6 sur laquelle nous avons fait apparaître les proportions des autres constituants, exprimées en pourcentage pour chaque échantillon réduit de la fraction RB 10/20.

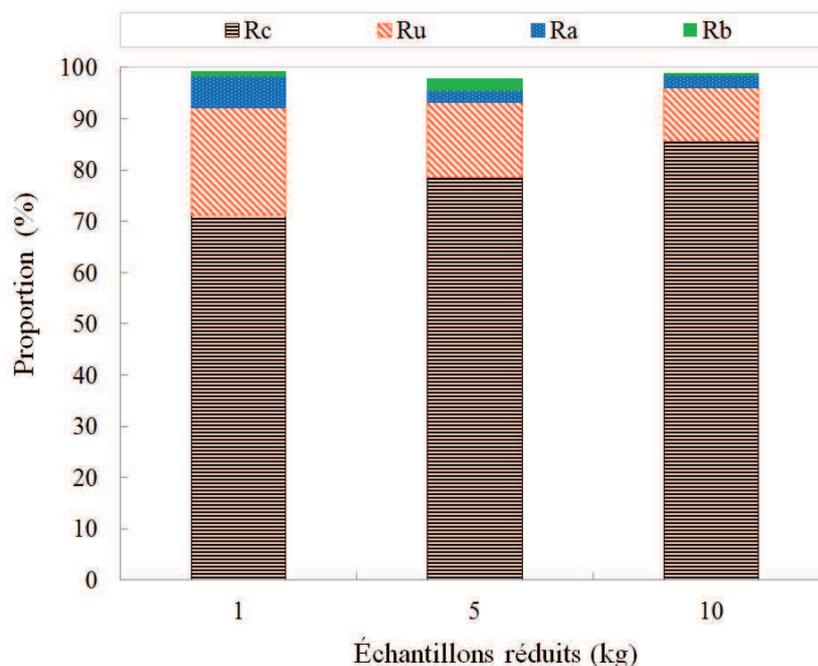


Figure 2-6: Proportion de R_c , R_a , R_u , R_b en fonction des échantillons réduits de RB 10/20

La proportion de $R_c + R_u$ est égale à 93,7% en moyenne. Dans chaque échantillon réduit (1, 5 et 10 kg), les déchets que constituent les matériaux X et R_g sont négligeables par rapport aux autres constituants. Même si nous observons une certaine variabilité entre les échantillons réduits, celle-ci ne traduit pas nécessairement une réelle différence de nature, d'autant plus que la somme $R_c + R_u$ reste à peu près constante. Cette variabilité témoigne surtout de la difficulté de distinguer certains constituants (notamment bétons et pierres naturelles)

2.2.2.3. Caractérisation sommaire des granulats recyclés RECYBÉTON

Sur le Tableau 2-5, nous présentons les résultats de masse volumique absolue pour chaque coupure granulaire RB 0/4, RB 4/10 et RB 10/20, réalisée selon la norme NF EN 1097-6 [23].

Classe granulaire	Masse volumique absolue ρ_{abs} (g/cm ³)				
	Essai 1	Essai 2	Essai 3	moyenne	Ecart type
RB 0/4	2,36	2,33	2,31	2,33	0,03
RB 4/10	2,42	2,42	2,46	2,43	0,03
RB 10/20	2,41	2,43	2,38	2,41	0,02

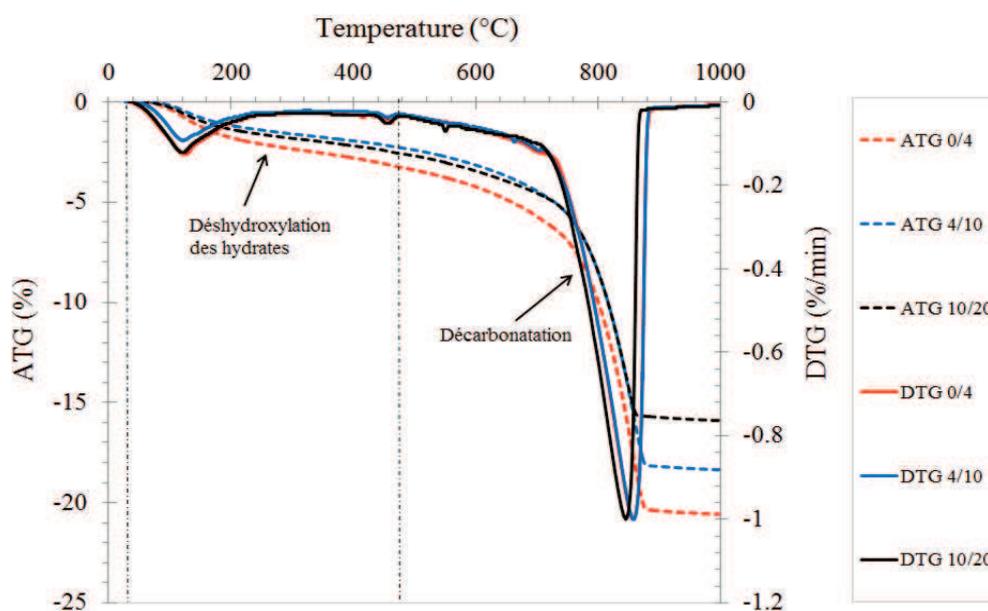
Tableau 2-5 : Masse volumique absolue ρ_{abs} des granulats recyclés RB 0/4, RB 4/10 et RB 10/20

Chapitre 2 : Matériaux et méthodes de caractérisation

Cette approche permet, à l'inverse du tri manuel, de mettre en évidence une différence de nature entre les coupures granulométriques. Même si les masses volumiques absolues moyennées de ces trois fractions sont proches de celle que l'on peut communément trouver pour un béton ($2,4 \text{ g/cm}^3$), celle de la coupure granulométrique RB 0/4 est néanmoins plus faible. Dans une première hypothèse, nous pensons que la proportion de matrice cimentaire est plus importante dans cette fraction parce que sa masse volumique absolue est proche de $2,0 \text{ g/cm}^3$, mais aussi parce qu'elle est supposée plus friable qu'un granulats naturel. Le processus de concassages et de criblages multiples doit générer une présence plus élevée des fines cimentaires dans les fractions granulométriques 0/D.

Les résultats d'analyses thermogravimétriques, présentés sur la Figure 2-7, sur chaque coupure granulométrique confirment cette hypothèse. On observe deux plages de déshydroxylation ($40\text{-}470^\circ\text{C}$) et de décarbonatation ($470\text{-}1000^\circ\text{C}$). La perte de masse liée à une déshydroxylation d'hydrates, entre 40°C et 470°C , est plus importante pour la fraction 0/4 avec 3,22% en moyenne contre 2,34% et 2,56% respectivement pour les fractions 4/10 et 10/20. Ce calcul ne permet pas de distinguer la nature des hydrates ni même leurs proportions mais il présente l'avantage d'estimer une part plus importante de matrice cimentaire dans la fraction 0/4.

Ces trois courbes DTG font apparaitre une phase prépondérante de carbonate. D'après les pertes de masse, la proportion de carbonate exprimée sous la forme carbonate de calcium (CaCO_3) est de 37, 34 et 28% respectivement pour les fractions 0/4, 4/10 et 10/20.



2.3. Fabrication des fines BA/RB-NT/T

Dans la suite de ce mémoire, nous nommerons les fines des granulats recyclés RECYBÉTON (RB) et les fines du béton APPLET (BA) : « fines de béton Non Traitées RB-NT et BA-NT » ou « fines de béton Traitées RB-T et BA-T », suivant les modes de fabrication décrits ci-après.

2.3.1 Fabrication des fines BA/RB-NT par concassage-criblage

Une méthode de concassage-criblage a été employée pour obtenir des fines inférieures à 80 μ m. Dans le cas du béton APPLET, les éprouvettes $\Phi 11$ x H22 cm ont été préalablement écrasées par compression afin d'avoir des morceaux de taille inférieure à 5 cm. Cela nous a facilité la mise en œuvre dans le concasseur. Les granulats recyclés RECYBÉTON RB 0/4 ont été directement introduits dans l'appareil. La petite taille granulaire de l'échantillon sélectionné a permis un gain de temps et d'énergie.

L'appareil utilisé est un concasseur à mâchoire de type RETSCH BB20. L'ouverture de mâchoires varie entre 0 et 40 mm (à 2,5 mm près). La méthode consiste à concasser successivement les matériaux avec une ouverture de mâchoire décroissante. À la fin de chaque étape de concassage, les matériaux sont tamisés à 80 μ m (Figure 2-8). Toutes les particules refusées à ce tamis sont réintroduites pour une nouvelle étape de concassage tandis que les passants à 80 μ m sont conservés. Ces opérations sont répétées jusqu'à ce que l'ouverture de la mâchoire ne puisse plus être réduite.

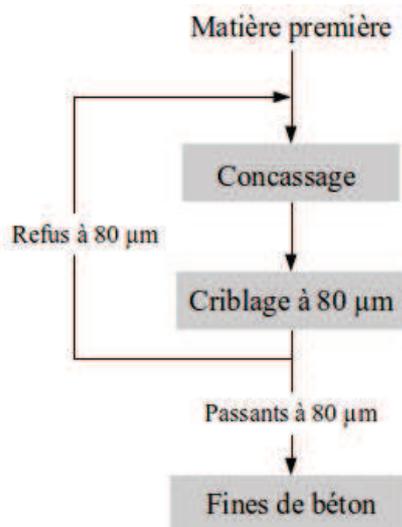


Figure 2-8 : Schéma de principe de la méthode de concassage-criblage

La limite de cette méthode est que nous ne pouvons pas récupérer la totalité du matériau avec une coupure granulométrique de 0/80 μm . Comme le montre la Figure 2-9, nous ne récupérons au maximum que 60 % en masse du matériau et ceci quels que soient les matériaux utilisés. Il est à noter que les 40 % de refus au tamis de 80 μm restent inférieurs à 100 μm . En l'absence d'un broyeur à boulets qui aurait été sans nul doute plus efficace, cette méthode nous a paru la meilleure des solutions pour obtenir des fines à partir des matières premières. Nous verrons dans la suite de ce manuscrit que, aussi fastidieuse soit-elle, cette technique n'a pas eu d'incidence notable sur la représentativité des fines. Enfin, nous avons choisi de tamiser à 80 μm car cette taille se rapproche des D_{max} utilisés classiquement pour les additions minérales.

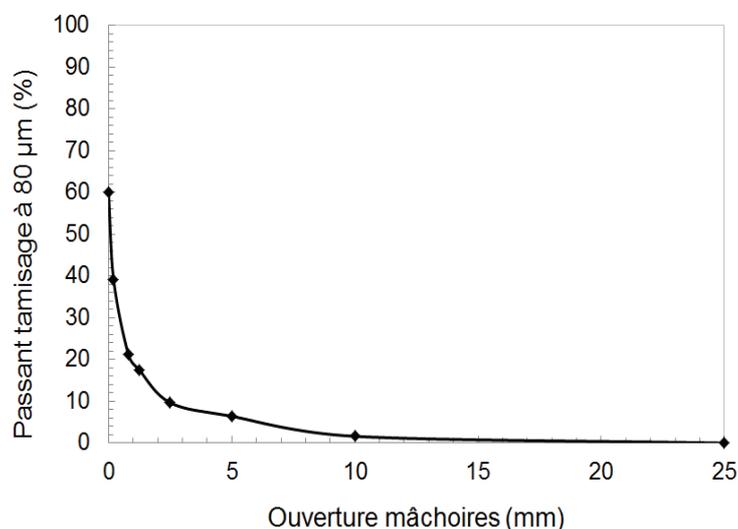


Figure 2-9 : Passant à 80 μm en fonction de l'ouverture des mâchoires

2.3.2. Fabrication des fines BA/RB-T par concassage-criblage-traitement thermique

Cette deuxième méthode consiste à traiter les fines, préalablement concassées et criblées (comme décrit précédemment), par voie thermique. Cette technique a été utilisée en vue de modifier les propriétés minéralogiques des fines. Nous avons utilisé un four à moufle programmable à hautes températures pouvant chauffer jusqu'à 1400°C (F47900 Eurotherm). Pour chaque traitement, 25 grammes de fines ont été disposés dans deux creusets en alumine ($\Phi 4 * H 6$ cm). Le mode opératoire pour ces traitements est divisé en trois phases (Figure 2-10), à savoir :

- La phase de montée en température. Celle-ci démarre à température ambiante, (environ 25°C) dans la chambre du four, augmente linéairement de 10°C/minute pendant 2 heures jusqu'à la température de consigne. Dans notre travail, nous avons testé nos matériaux avec des températures maximales de 800°C, 900°C, 1000°C et 1100°C.
- La deuxième phase correspond à un palier de température maximale maintenue pendant une heure. La variation de température est inférieure ou égale à 5°C.
- La dernière phase est celle du refroidissement. La température diminue de 2°C/minute. Nous avons donc récupéré les fines après 12 heures alors que la température dans la chambre était de nouveau égale à la température ambiante.

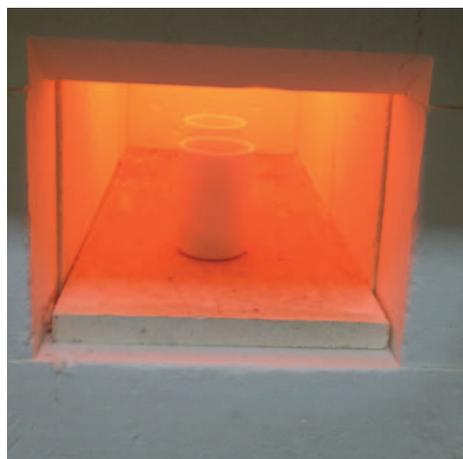
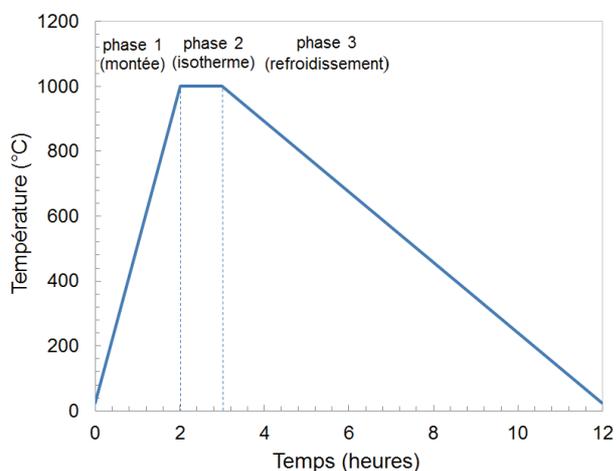


Figure 2-10: Mode opératoire des traitements thermiques réalisés sur les fines BA/RB

2.4. Méthodes de caractérisation des fines

2.4.1. Caractérisation physique

2.4.1.1. Mesure de la masse volumique absolue

La masse volumique absolue est mesurée par la méthode du pycnomètre selon la norme EN 1097-6 [23]. Compte tenu de la nature des fines et de leur possible sensibilité à l'eau, nous avons utilisé le toluène (0,87 g/cm³) comme liquide non réactif. Chaque essai est répété trois fois et moyenné.

2.4.1.2. Analyse granulométrique par laser

La distribution granulaire des matériaux est déterminée par la technique de granulométrie laser. Nous n'avons pas réalisé d'analyse granulométrique par tamisage puisque la coupure granulométrique des matériaux d'étude était systématiquement inférieure à 80 μm . L'analyse par granulométrie laser est donc plus adaptée et plus précise pour ce type de matériau. Les essais sont réalisés avec un analyseur de type **CILAS 1190** par voie sèche. Le principe de cet outil est basé sur la diffusion (diffraction, réflexion et réfraction) du faisceau de lumière sur une suspension de particules. Le modèle de calcul utilisé est basé sur la théorie de MIE. Cette théorie est la plus complète pour les particules fines ou microniques, à l'inverse de la théorie de Fraunhofer qui ne prend pas en compte les paramètres optiques du matériau. Cette dernière est recommandée pour des particules présentant un diamètre supérieur à la longueur d'onde laser ($\lambda_1 = 635 \text{ nm}$, $\lambda_2 = 830 \text{ nm}$) [84] [76].

2.4.1.3. Mesure de la surface spécifique par le Blaine

La Surface spécifique (S_s) est mesurée par la méthode Blaine qui consiste à déterminer la finesse du matériau en mesurant le temps mis par une quantité d'air pour traverser un lit de poudre compactée par un piston et dont la dimension et la porosité sont déjà connues. Il s'agit d'une méthode essentiellement comparative et normalisée **NF EN 196-6 [22]**. La surface spécifique est exprimée en cm^2/g .

2.4.1.4. Demande en eau et compacité

La demande en eau des fines est déterminée avec la méthode proposée par Sedran [183]. La demande en eau correspond à la quantité d'eau permettant d'atteindre une certaine consistance. Pour cet essai, le principe est de mélanger une quantité de matière sèche M_s (masse égale à 350g) de masse volumique ρ_s (g/cm^3) avec une quantité d'eau croissante de masse volumique ρ_e (g/cm^3) jusqu'à l'homogénéisation du mélange. La difficulté de cet essai est de reconnaître précisément le passage du matériau d'un état de type terre humide à une pâte homogène (Figure 2-11). À ce changement d'état, on considère que la quantité d'eau ajoutée M_e (g) remplit toute la porosité laissée par l'empilement des grains. La compacité de l'empilement peut être calculée avec l'équation 2.1 :

$$C = \frac{\rho_e}{\rho_e + \rho_s} \frac{M_e}{M_s} \quad (2.1)$$



Figure 2-11 : Illustration de l'essai de demande en eau proposé par T. Sedran [183]

Cette compacité est une caractéristique propre à la poudre étudiée (correspondant à l'énergie de compactage liée à l'essai de demande en eau).

Pour étudier la compacité des mélanges granulaires, nous avons utilisé le logiciel RENE LCPC [78] qui utilise notamment comme donnée d'entrée, la compacité ainsi déterminée (chapitre 4).

2.4.1.5. Potentiel Zeta

Le protocole de mesure présenté ci-après est utilisé comme nouvelle voie de caractérisation de matériaux granulaire pour le LaSIE. Nous avons souhaité l'utiliser sur nos matériaux pour les comparer avec des matériaux de référence.

L'objectif de cette partie est de quantifier la charge de surface portée par les matériaux d'étude. La charge de surface est souvent traduite par la mesure du potentiel Zeta qui est le paramètre essentiel dans l'établissement des effets électrocinétiques des matériaux conducteurs ou semi-conducteurs. Il peut être défini comme le potentiel moyen d'une surface imaginaire (surface de cisaillement ou plan de cisaillement) qui est considérée comme située à proximité de la surface solide des matériaux à travers laquelle un fluide conducteur peut s'écouler [118].

Chapitre 2 : Matériaux et méthodes de caractérisation

Le potentiel est mesuré au niveau du plan de cisaillement, c'est-à-dire, à la limite de l'interaction des particules solides sur la solution. En effet, le contact d'une phase solide avec une phase liquide entraîne une transformation d'une partie de la solution, immédiatement en contact avec les particules tandis qu'une seconde partie de la solution ne subit aucune modification. C'est la limite entre ces deux parties qui est appelée plan de cisaillement [116]. Il est également appelé potentiel électrocinétique ou plus communément « potentiel zêta » ζ (mV).

Selon les conditions physico-chimiques du milieu et des particules solides, la position de la surface de cisaillement est variable. Néanmoins, on constate que ce plan se situe au maximum à quelques nanomètres au-delà du plan externe d'Helmholtz, qui limite la zone dense (couche compacte), et la couche diffuse (Figure 2-12). La répartition de ces deux couches est décrite généralement par le Modèle de Stern qui décrit le phénomène de double-couche électrique dont le paramètre clé est le potentiel Zéta [81] [119].

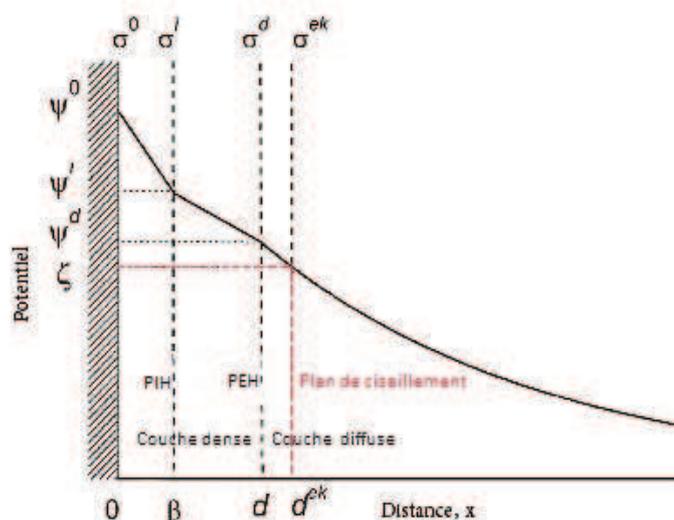


Figure 2-12 : Potentiel Zéta et double-couche électrique [144] [143]

Dans notre étude, le potentiel zéta des matériaux est mesuré à l'aide d'un zetamètre « ZetaCAD-DC » avec le logiciel ZetaCAD (Figure 2-13). Le principe de cet appareil est de mesurer le potentiel d'écoulement grâce à la circulation forcée d'un fluide au travers d'un lit de particules placées dans un capillaire, en appliquant une différence de pression entre l'entrée et la sortie du système [119] [154] comme le montre la Figure 2-13. Le fluide utilisé est une solution saline de NaCl à 0,001 M dont la conductivité électrique était de 0,2

Chapitre 2 : Matériaux et méthodes de caractérisation

(mS/cm). Une fois le fluide en contact avec la charge électrique présente sur la surface du solide, il se produit un échange d'ions (positif d'un côté et négatif de l'autre) qui est à l'origine du potentiel d'écoulement et donc du potentiel Zeta.



Figure 2-13 : Zetamètre de type ZetaCAD (gauche) et zoom sur l'échantillon (droite)

Le potentiel Zeta est calculé à partir de la pente définie par le potentiel d'écoulement (ΔE) et la différence de pression (ΔP) en utilisant la formule classique de Helmholtz-Smoluchowski :

$$\xi = \frac{\lambda \eta \Delta E}{\varepsilon \Delta P} \quad (2.2)$$

Où : λ est la conductivité de l'électrolyte, η est la viscosité de l'électrolyte, ε est la permittivité de l'électrolyte, la température dans la salle étant à $20^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$.

Dans notre étude, nous avons utilisé plusieurs tailles d'échantillons (T1 : 1,25/2,5mm ; T2 : 2,5/5 mm ; T3 : 5/10 mm) issus des granulats recyclés RECYBETON et du béton APPLLET, afin de connaître l'influence de la taille des matériaux sur le potentiel Zeta.

2.4.2. Caractérisation chimique et minéralogique

2.4.2.1. Analyse chimique par ICP-AES

Nous utilisons l'analyse chimique par ICP-AES pour déterminer la représentativité des fines de bétons en suivant la méthode proposée par Villain et al., 2007 [214]. Cette méthode consiste à quantifier un ou plusieurs éléments traceurs, l'aluminium dans notre cas, pour calculer la quantité de ciment contenue dans les fines de bétons et la comparer avec les proportions initiales des matériaux source. Pour chaque essai, 100 mg d'échantillon est immergé dans 2 ml d'acide nitrique (HNO_3) pendant 24 heures puis dans une solution d'acide

Chapitre 2 : Matériaux et méthodes de caractérisation

nitrique diluée au 1/50 (pour 500 ml d'eau ultra pure, ajouter 10 ml d' HNO_3). Après 72 heures, les suspensions sont analysées par spectroscopie par émission atomique (ICP-AES). Outre l'aluminium, les éléments de magnésium, de fer, de calcium et de silice sont aussi quantifiés.

2.4.2.2. Analyse thermogravimétrique (ATG)

L'analyse thermogravimétrique a pour but de qualifier et de quantifier les phases carbonatées ou hydratées présentes dans les matériaux grâce à leur décomposition au cours d'une élévation de température. Dans nos travaux, cette dernière est linéaire en fonction du temps, de la température ambiante jusqu'à 1000°C , à raison de $10^\circ\text{C}/\text{min}$. Les essais sont réalisés sur un appareil de marque **SETARAM** et de type **SETSYS Evolution 16/18** [109]. Par essai, 100 mg de matériaux environ sont introduits dans un creuset en alumine de 100 μl de contenance.

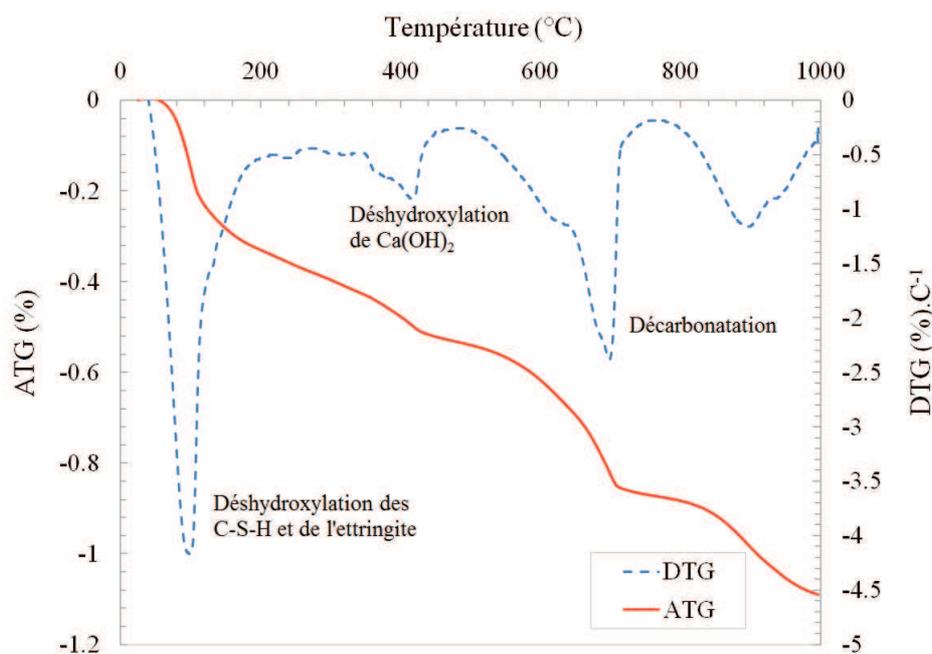


Figure 2-14 : ATG et DTG pour une pâte de ciment CEM I additionnée de cendres volantes

L'utilisation de la courbe dérivée DTG de l'analyse ATG (Figure 2-14) permet de calculer plus précisément les pertes de masse en identifiant plus nettement les plages de températures caractérisant le début et la fin des réactions de décomposition [18]. Cependant, les intervalles de températures varient selon les auteurs, ce qui pose une difficulté [151]. C'est pourquoi nous avons retenu trois intervalles majeurs de températures que nous ajustons en fonction des DTG calculés. Les trois plages de températures sont :

Chapitre 2 : Matériaux et méthodes de caractérisation

- $40^{\circ}\text{C} < T_{\text{C-S-H+ettringite}} < 350^{\circ}\text{C}$, associées à la décomposition des hydrates comme les CSH,
- $350^{\circ}\text{C} < T_{\text{Ca(OH)}_2} < 470^{\circ}\text{C}$, associées à la déshydratation de la portlandite (Ca(OH)_2),
- $470^{\circ}\text{C} < T_{\text{CaCO}_3} < 1000^{\circ}\text{C}$, associées à la décarbonatation des carbonates de calcium.

Pour toutes nos analyses, l'eau libre est négligée car les échantillons sont systématiquement pré-séchés à 105°C .

2.4.2.3 Analyse par diffraction des rayons X

L'appareil utilisé pour effectuer les analyses par diffraction de rayons X est un diffractomètre de type **BRUKER AXS (Siemens) D-5005** équipé d'un monochromateur arrière de type SOLLER et d'une anticathode au Cobalt ($\text{CoK}\alpha$). La tension de l'anode est de 40 kV et l'intensité du courant est de 40mA. Les analyses ont été effectuées sur une plage angulaire de 5° à 70° ($2^{\circ}\theta$) avec une durée de 2 secondes pour un pas de $0,04$ $2^{\circ}\theta$ soit 55 minutes pour cette analyse de routine.

L'analyse quantitative des diffractogrammes est réalisée par la méthode de Rietveld [56] [172] [173] via le logiciel libre MAUD (Material Analysis Using Diffraction) [141] [146]. C'est une méthode analytique qui consiste à utiliser un algorithme d'optimisation des paramètres de profil (caractéristiques instrumentales, fonction de profil et paramètres de maille) et structuraux (positions atomiques, occupations des sites et paramètres de déplacement atomique) afin de reconstruire un diffractogramme théorique, de le comparer au diffractogramme de rayons X expérimental et enfin d'en minimiser les écarts. Pour construire les diffractogrammes théoriques, nous avons utilisé des fichiers de type « .CIF » (Crystallographic Information File) disponible sur les bases de données du logiciel MAUD mais aussi sur le site internet « *American Mineralogist Structure Database* » [106].

2.4.2.4. Microscopie électronique à balayage environnemental (MEB)

L'analyse au Microscope Électronique à Balayage (MEB) est réalisée sur un appareil à effet de champ (ESM/FEG) de modèle **QUANTA 200** et de marque **FEI/Philips**, avec une tension donnée de 20 kV et un grossissement maximum de 3000X. Le MEB est couplé à un

Chapitre 2 : Matériaux et méthodes de caractérisation

spectromètre de dispersion d'énergie (EDS) de la marque **EDAX** de type **Genesis** [145]. L'intérêt d'utiliser cet appareil est de visualiser la structure des particules sur sections polies ou bien sur pastilles, de faire des analyses chimiques ponctuelles pour chaque phase minéralogique et enfin d'en quantifier les proportions par analyse d'image. Les essais sont réalisés en mode électrons secondaires et en mode électrons rétrodiffusés.

2.4.2.4.a. Préparation des échantillons

Deux types d'échantillons sont préparés. D'une part, les fines RB sont compactées (75 MPa de pression appliquée) sous forme de pastilles (diamètre 13 mm et hauteur 5 mm) réalisées avec un modèle porte échantillon 3392 (presse hydraulique Carver) et, d'autre part, sous forme de section polie de morceaux de béton APPLET dans le cas des fines (largeur 15 mm, épaisseur 3 mm). Ces deux types d'échantillons sont disposés dans des moules puis noyés dans de la résine époxy de type Mécaprex MA 2+ pendant 24 heures, sous vide et à température ambiante (Figure 2-15). Chaque échantillon est ensuite poli avec une taille décroissante de papier abrasif de carbure de silicium SiC (de dénomination 500, 1200, 2500 et 4000) sous éthanol pour éviter toute hydratation complémentaire [225].



Figure 2-15 : Préparation des échantillons pour analyse MEB

2.4.2.4.b. Protocole d'analyse d'images obtenues par MEB

Nous avons recours à l'analyse d'images pour quantifier la proportion de phase anhydre résiduelle contenue dans les fines BA/RB. La

Chapitre 2 : Matériaux et méthodes de caractérisation

Figure 2-16 donne un exemple de traitement d'image qui nous a permis de déterminer les fractions surfaciques des différentes phases. L'image obtenue au MEB en mode électrons rétrodiffusés est définie en 256 niveaux de gris (de 0 à 255). L'intensité du niveau de gris augmente de manière linéaire avec le nombre atomique moyen [74] [83]. Le ciment anhydre apparaît clairement sur les images obtenues : les phases les plus denses sont indiquées en blanc (niveau gris = 255) tandis que la porosité apparaît en noir (niveau gris = 0). Les phases intermédiaires apparaissent en différentes nuances de gris (hydrates et granulats) [43] [107]. Afin de quantifier la fraction de ciment anhydre, on suppose que les fractions de surface obtenues à partir du traitement d'image sont équivalentes à des fractions volumiques [74]. En outre, le volume de ciment anhydre doit être lié au volume de la pâte (c'est-à-dire le volume total moins le volume de granulats). Ainsi, le rapport du volume de ciment anhydre et du volume de pâte (p_{CA}) est d'abord calculé :

$$p_{CA} = A_{CA} / A_p \quad (2.3)$$

Où : A_{CA} et A_p sont respectivement les volumes de ciment anhydre et de pâte.

En second lieu, afin d'obtenir la teneur en ciment anhydre (à savoir le rapport massique CA, exprimé en kg de ciment anhydre par kg de béton), le calcul suivant est effectué :

$$CA = p_{CA} \times \rho_c \times \frac{V_p}{M_{tot}} \quad (2.4)$$

Où : ρ_c est la masse volumique du ciment (kg/m^3) ; V_p et M_{tot} sont respectivement, les volumes de la pâte et la masse totale pour 1m^3 de béton.

Dans le cas particulier des fines BA, nous avons quantifié la quantité de cendre volante anhydre résiduelle (CV). Comme pour le volume de ciment anhydre, on considère que le volume de cendre volante est lié au volume de la pâte (P_{cv}). Ainsi la teneur en cendre volante anhydre, exprimée en kg de CV anhydre par kg de béton, est déterminée selon les relations suivantes :

$$P_{CV} = \frac{A_{CV}}{A_p} \quad (2.5)$$

$$CV = P_{CV} \times \rho_{CV} \times \frac{V_p}{M_{tot}} \quad (2.6)$$

Chapitre 2 : Matériaux et méthodes de caractérisation

Où : A_{CV} et A_p sont respectivement les volumes de cendre volante anhydre et de pâte ; ρ_{cv} est la masse volumique des cendres volantes (kg/m^3) ; V_p et M_{tot} sont respectivement, les volumes de la pâte et la masse totale pour 1m^3 de béton.

Le traitement des images (

Figure 2-16) et la quantification de phases anhydres résiduelles dans l'échantillon ont été réalisés à l'aide d'un algorithme de segmentation permettant d'extraire les surfaces relatives des différentes phases [74] [82]. Cet algorithme comprend les étapes suivantes :

- Filtrage gaussien pour éliminer les bruits éventuels de l'image d'origine (Figure 2-16.a&b).
- Seuillage par maximisation de l'entropie des niveaux de gris [152], dans le but de détecter les quatre classes (anhydres, hydrates, sable, porosité) et obtenir une image binaire correspondant à la phase anhydre (Figure 2-16.c).
- Suppression des particules de petite taille puis fermeture de trous dans la phase anhydre qui peut être masquée par des grains encore non enlevés.
- Reconstruction de l'image en différentes phases ; granulats, anhydres, hydrates, cendres volantes (avec différentes couleurs et différentes morphologies) et comparaison à l'image d'origine (Figure 2-16.d et Figure 2-16.a).

Le traitement des images MEB ainsi exposé a été réalisé à l'aide d'un code de calcul développé par Jérôme Lux, chercheur au LaSIE [47] [142].

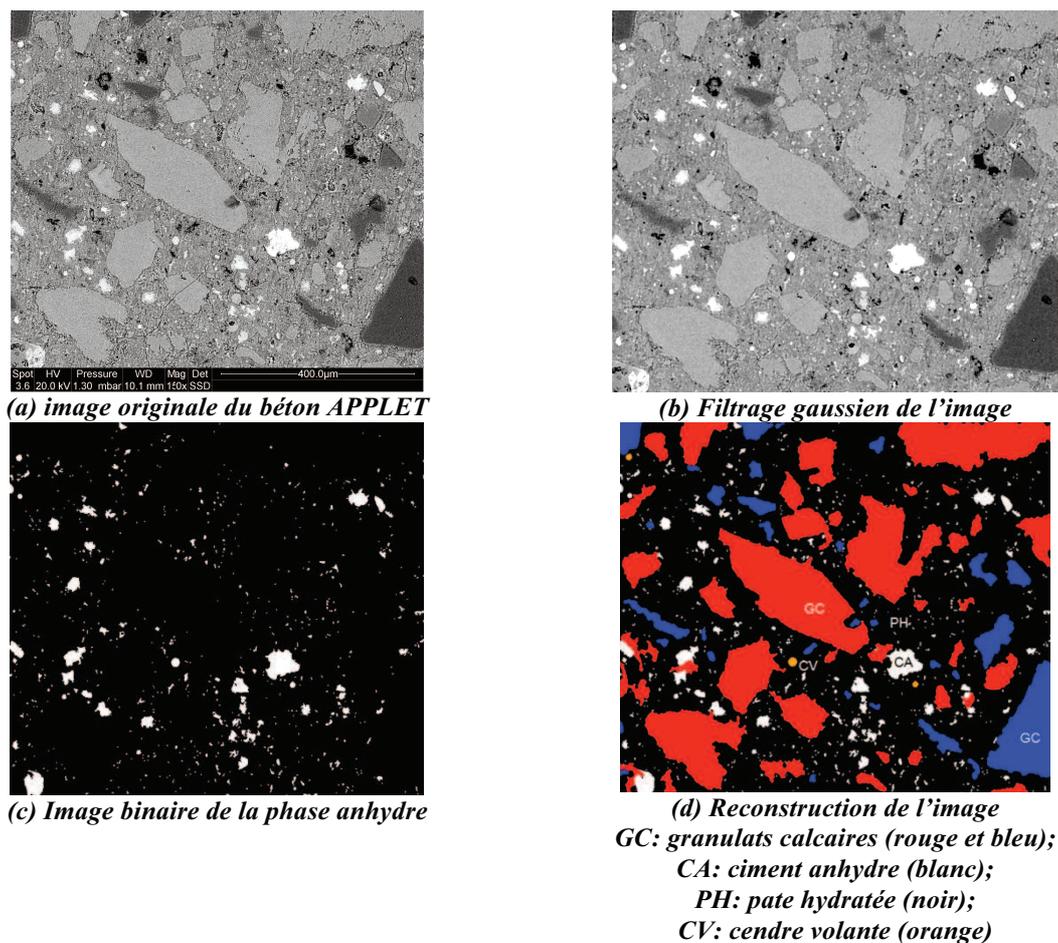


Figure 2-16 : Exemple d'analyse d'image observée au MEB sur le Béton APPLETT

2.4.2.5. Essai de microcalorimétrie

L'hydratation du ciment est un processus exothermique. La mesure de la chaleur dégagée pendant ce processus réactionnel est un moyen pratique de suivre et de quantifier la cinétique d'hydratation. Il existe actuellement quatre principaux types de calorimétries : la calorimétrie adiabatique, la calorimétrie semi-adiabatique, la calorimétrie isotherme et la calorimétrie de solution. Nous avons utilisé ici la microcalorimétrie isotherme.

Dans cette étude, le flux de chaleur d'hydratation des fines a été mesuré à 20°C à l'aide d'un microcalorimètre isotherme multi-canal de type TAM Air (Figure 2-17). Ces essais ont été réalisés au sein de l'équipe Interaction Eau-Géomatériaux du GeM (Institut de Recherche en Génie Civil et Mécanique) à Saint Nazaire.

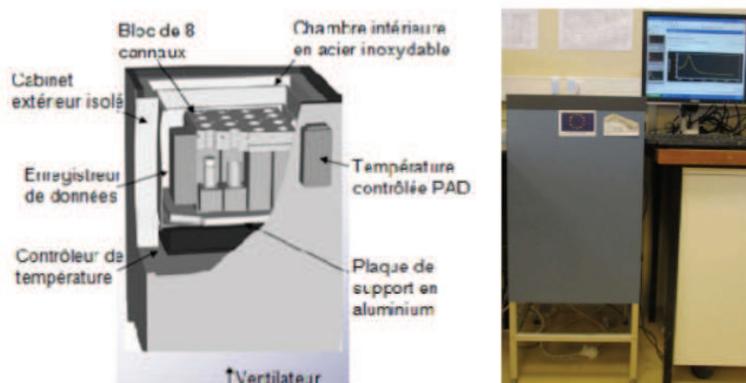


Figure 2-17 : Illustration du microcalorimètre isotherme multi-canal de type TAM Air [79]

Les fines concassées sont d'abord mélangées avec de l'eau. Ensuite deux échantillons de 4 à 6 g sont prélevés du mélange, placés dans des flacons plastiques (HDPE) de 20 ml et pesés, avant d'être introduits dans le microcalorimètre.

Le dégagement de chaleur des échantillons, caractéristique de la vitesse de réaction du liant, se transmet rapidement aux alentours et le flux de chaleur est enregistré par des capteurs. Les courbes de flux de chaleur, rapportées à la masse du liant, sont des courbes moyennes obtenues à partir de deux essais menés en parallèle.

2.4.3. Caractérisation environnementale

La caractérisation environnementale est une approche complémentaire à la caractérisation « classique » effectuée sur les fines de bétons. Nous souhaitons évaluer l'acceptabilité environnementale des fines de bétons en vue d'une valorisation en construction routière (chapitre 5). Nous nous référons pour cela au guide édité par le SETRA intitulé « Acceptabilité des matériaux alternatifs en techniques routières, Evaluation environnementale » de Mars 2011 [186].

Pour répondre aux prescriptions et vérifier les seuils d'acceptabilité, des essais de lixiviation, de chromatographie ionique, d'ICP-AES et d'ICP-MS (CI) sont réalisés sur les fines BA/RB-NT.

Chapitre 2 : Matériaux et méthodes de caractérisation

2.4.3.1. Essai de lixiviation

La lixiviation consiste à soumettre un matériau à l'action d'un solvant afin de quantifier les éléments chimiques (polluants ou non) relargables par le matériau. Ici, les fines RB-NT et BA-NT, ont été mises en solution aqueuse avec un rapport liquide / solide (eau / fines) de 10 L/kg, suivant ainsi la norme NF EN 12457-2 [14]. L'agent lixiviant était de l'eau déminéralisée et le processus de contact s'est effectué sur une durée de 24 heures. À l'issue de cette période, on a procédé à la séparation liquide/solide par filtration (Figure 2-18).



Figure 2-18 : Essai lixiviation (gauche), filtration (centre), échantillon après filtration (droite)

2.4.3.2. Analyses chimiques des lixiviats

2.4.3.2.a. Essai Chromatographie Ionique (CI)

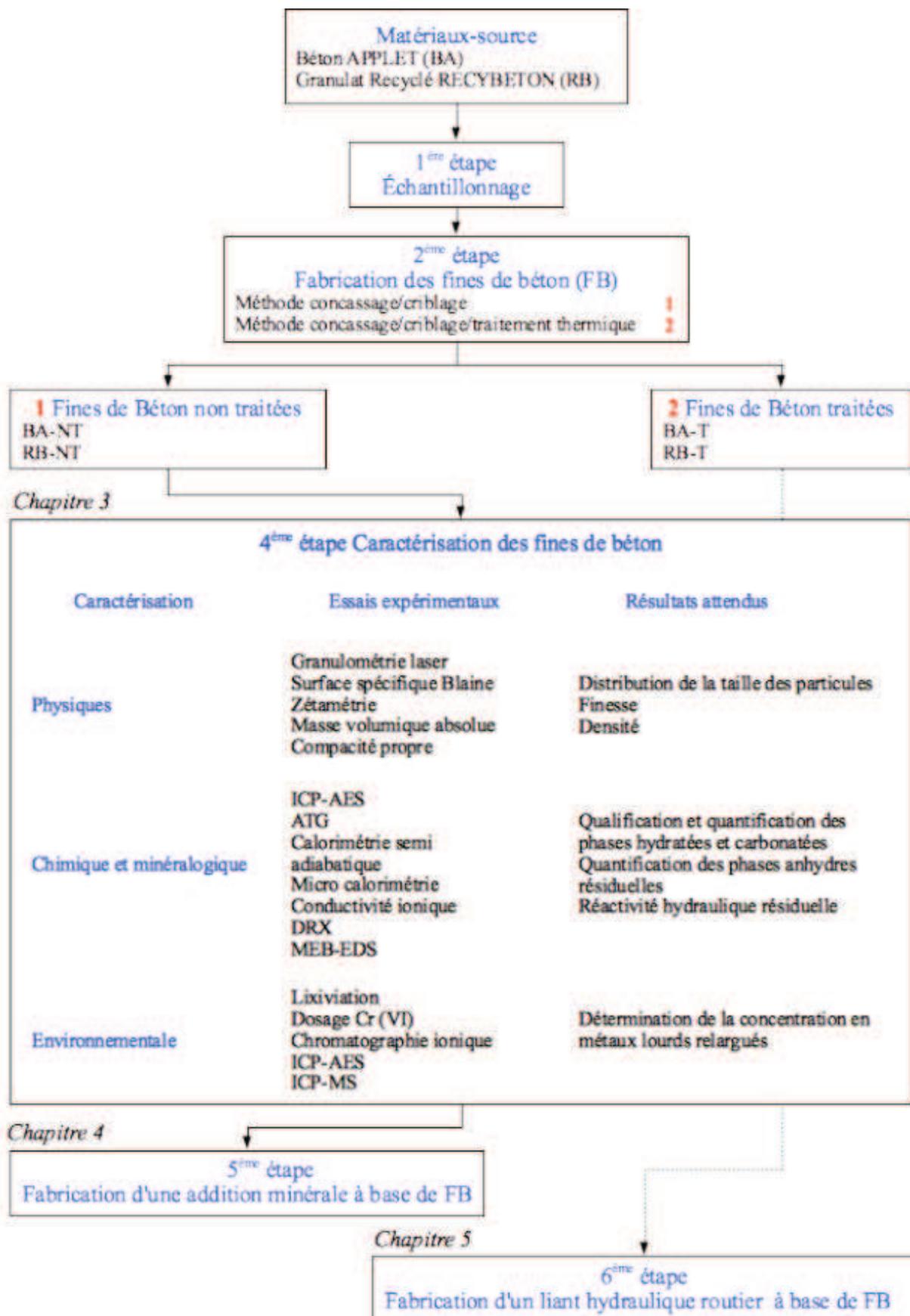
Cette analyse a été effectuée grâce à l'appareil **CI Metrohm, model 8883 Basic IC plus**, équipé d'un passeur automatique **863 compact Autosampler** et d'une colonne **METROSP A Supp 5 100/4,0**. Les données sont traitées avec le logiciel **MagIC net 2,4- Anion**. Il permet de déterminer les concentrations en fluorures (F^-), chlorures (Cl^-), et sulfates (SO_4^{2-}). Le principe est le suivant : une colonne composée d'une résine est chargée positivement (pour séparer des anions). L'éluant amène les anions à se séparer dans la colonne. Plus la différence d'interaction électrostatique entre la résine de la colonne et les trois ions à séparer est grande, plus la séparation se fera facilement.

2.4.3.2.b. Essai ICP-AES et ICP-MS

Le but de ces essais est de permettre la quantification des métaux lourds, arsenic (As), baryum (Ba), cadmium (Cd), chrome (Cr), cuivre (Cu), molybdène (Mo), nickel (Ni), plomb (Pb), sélénium (Se) et zinc (Zn) dans les échantillons étudiés. La plupart des métaux sont dangereux pour l'environnement au-delà d'un certain seuil. Les échantillons ont été préparés selon la méthode de lixiviation. Nous avons ensuite dilué au 10^{ème} et 100^{ème} les échantillons par l'acide nitrique (HNO₃) à 67 - 69%.

2.5. Conclusion

Ce chapitre a permis de présenter les matériaux et méthodes de caractérisation des fines que nous avons utilisés dans ce travail de thèse. Les deux fines de béton (BA et RB) étaient pour les premières, des fines issues d'un béton âgé de 5 ans, utilisé dans le cadre du projet APPLLET, et pour les secondes, des fines issues d'un granulat recyclé de béton, produit sur une plateforme de recyclage et étudié dans le cadre du projet en cours RECYBÉTON. Toutes les méthodes expérimentales présentées ont pour objet de faire le lien entre l'origine des matériaux source et les caractéristiques des fines et de mettre en exergue le potentiel de valorisation de ces dernières (chapitre 3). Dans le chapitre suivant, une attention particulière sera apportée sur le pouvoir hydraulique résiduel de ces matériaux en vue d'une valorisation comme addition minérale dans les bétons ou mortiers (chapitre 4) ou bien comme liant hydraulique routier pour le traitement des sols (chapitre 5). Enfin, une validation environnementale sera présentée sur ces fines et les risques associés au relargage de métaux lourds en application routière. L'ensemble de cette démarche est résumé dans l'organigramme ci-après :



Chapitre 3

Caractérisation des fines : Résultats et analyses

Chapitre 3

Caractérisation des fines : Résultats et analyses

3.1. INTRODUCTION.....	89
3.2. CARACTERISATION DES FINES NON TRAITEES	90
3.2.1. CARACTERISATION PHYSIQUE.....	90
3.2.2. CARACTERISATION CHIMIQUE.....	92
3.2.3. CARACTERISATION MINERALOGIQUE	93
3.2.4. ACCEPTABILITE ENVIRONNEMENTALE	105
3.3. CARACTERISATION DES FINES TRAITEES PAR VOIE THERMIQUE (T).....	106
3.3.1. CARACTERISATION PHYSIQUE DES FINES TRAITEES BA/RB-T	107
3.3.2. CARACTERISATION MINERALOGIQUE DES FINES TRAITEES	109
3.4. POUVOIR HYDRAULIQUE DES FINES BA/RB-NT/T	115
3.4.1. REACTIVITE RESIDUELLE DES FINES BA/RB-NT	115
3.4.2. REACTIVITE HYDRAULIQUE DES FINES TRAITEES	120
3.5. POTENTIEL DE VALORISATION ET CONCLUSION	123

3.1. Introduction

Les matériaux de notre étude et les méthodes suivies ayant été précisées dans le chapitre précédent, l'objectif du présent chapitre est de définir le potentiel de valorisation des fines en nous appuyant sur une caractérisation de leurs principales propriétés physico-chimiques et minéralogiques. Compte tenu de leur origine, nous avons focalisé notre recherche sur la détermination d'un « pouvoir hydraulique résiduel » à travers la quantification des phases anhydres résiduelles ainsi que celles formées au cours de traitements thermiques. Ce paramètre minéralogique, couplé à la finesse des matériaux via les traitements mécaniques et thermiques, est primordial dans l'optique de valoriser ces fines comme substitut du ciment dans la confection de bétons et mortiers ou comme addition principale pour les Liants Hydrauliques Routiers LHR (chapitres 4 & 5).

Au-delà de ces propriétés, nous avons aussi cherché à déterminer leur impact potentiel sur l'environnement. Aujourd'hui considérés comme déchets inertes, ces matériaux n'en sont pas moins porteurs de métaux lourds qu'il convient d'appréhender. Notre approche est d'autant plus à risque que nous travaillons sur des particules très fines, autrement dit une surface d'échange bien plus élevée qu'un granulats recyclés classiques. C'est donc à travers des essais de lixiviation d'une part et le guide proposé par le SETRA sur l'acceptabilité des matériaux alternatifs en technique routière d'autre part, que nous avons évalué l'impact environnemental des fines.

Chapitre 3 : Résultats et analyses : caractérisation des matériaux d'étude

3.2. Caractérisation des fines non traitées

3.2.1. Caractérisation physique

Les résultats de la caractérisation physique des fines non traitées BA/RB-NT que nous présentons dans le **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** sont comparés à deux références, à savoir le filler calcaire (FC) et le ciment CEM I 52,5N (Usine La Couronne, Lafarge). Sont reportés dans le **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**, les résultats des surfaces spécifiques, des masses volumiques absolues et des analyses granulométriques laser par voie sèche. Ce sont des résultats moyennés de trois essais pour chacune des trois caractéristiques. Dans notre étude, nous avons travaillé sur la masse volumique absolue, cependant, il est possible de s'interroger sur la pertinence des valeurs obtenues lors de nos essais puisque celles-ci sont davantage proches de masses volumiques réelles. L'eau n'a en effet peut être pas pu infiltrer les vides entre les grains des fines. On considérera dans la suite de notre travail que les fines ont une porosité nulle, notamment dans l'étude de la formulation des mortiers.

Matériaux	CEM I	FC	BA-NT	RB-NT
Masse volumique absolue ρ_{abs} (g/cm ³)	3,12	2,72	2,45	2,34
Surface spécifique Blaine (cm ² /g)	3500	4600	6200	7700
D ₁₀ (μm)	1,0	1,7	1,4	1,5
D ₅₀ (μm)	15,5	18,3	15,2	19,2
D ₉₀ (μm)	41,2	76,5	53,6	59,1

Tableau 3-1: Masse volumique absolue, surface spécifique et granulométrie des matériaux étudiés.

Les surfaces spécifiques Blaine des fines sont supérieures à celles du filler calcaire FC et du ciment CEM I 52,5N. Au regard de ce résultat, il semble que le traitement couplé de concassage et de criblage soit efficace pour obtenir des matériaux à finesse élevée même si ce procédé n'est pas optimisé puisque l'on perd jusqu'à 40% du matériau source (cf. chapitre 2). Deux raisons peuvent expliquer ce résultat : un effet de concassage successif puisque les éléments les plus grossiers passent jusqu'à 8 fois entre les mâchoires du concasseur et/ou un effet de la friabilité de la matière première riche en calcaire et matériaux cimentaires.

Chapitre 3 : Résultats et analyses : caractérisation des matériaux d'étude

Toutefois, il semble aussi que ce procédé n'a pas d'influence sur la représentativité des fines par rapport aux matériaux d'origine puisque leur masse volumique absolue reste identique. Pour rappel, la masse volumique du béton APPLLET est de $2,44 \text{ g/cm}^3$ tandis que la masse volumique de la fraction 0/4 du granulat RECYBÉTON est de $2,33 \text{ g/cm}^3$ (cf. chapitre 2).

On note également que la masse volumique des fines RB-NT est plus faible que celle des fines BA-NT. Nous avons déjà supposé dans le chapitre 2 que la fraction 0/4 du granulat recyclé contenait plus de matrice cimentaire que les deux autres fractions plus grossières.

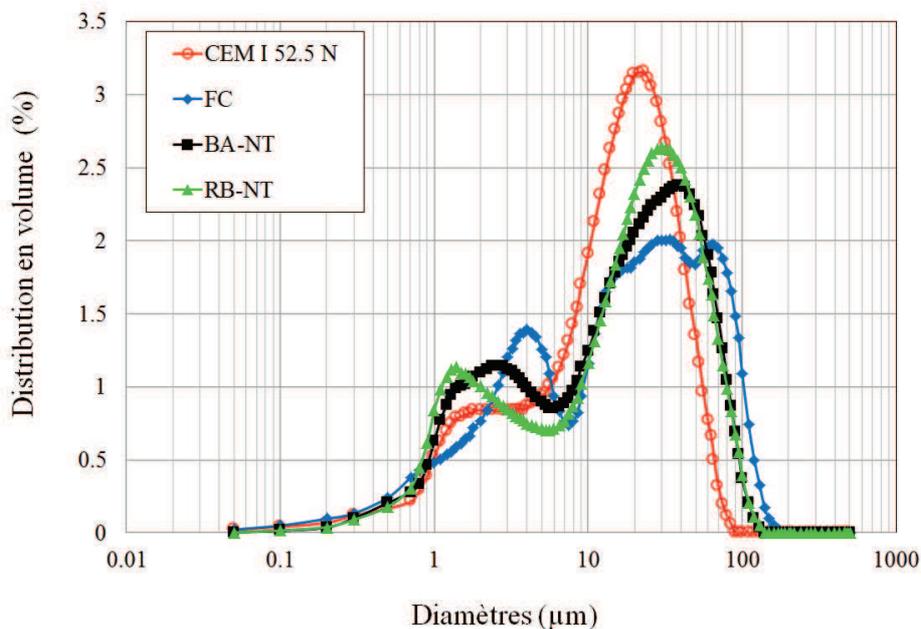


Figure 3-1 : Distribution granulométrique des fines BA/RB-NT, du filler calcaire FC et du ciment CEM I 52,5N.

Sur la Figure 3-1, les diamètres médians des poudres étudiées sont très proches puisque compris entre 15 et 20 µm. Néanmoins, la répartition granulométrique de ces matériaux est bimodale et on note des différences sur les positions des modes et sur leurs intensités. Les fines RB-NT présentent un mode secondaire de diamètre plus faible (1,5 µm) que celui de BA-NT et FC (respectivement 2,5 et 4 µm). Le ciment présente un mode secondaire plus diffus et, à l'inverse, un pic principal plus intense à 20 µm. Ces observations sont cohérentes avec les surfaces spécifiques Blaine. Par exemple, la surface la plus grande correspond au matériau avec le plus d'éléments fins (RB-NT).

Chapitre 3 : Résultats et analyses : caractérisation des matériaux d'étude

En outre, il est intéressant de constater que la distribution granulométrique des fines est relativement proche de celle du filler calcaire. Le remplacement du filler d'un béton ou d'un mortier par ces fines aura, a priori, peu d'influences sur la compacité du mélange (cf. chapitre 4).

3.2.2. Caractérisation chimique

Les tableaux 3-2 et 3-3 présentent les résultats des analyses chimiques effectuées sur les fines BA-NT et RB-NT par ICP-AES. La composition chimique du béton APPLET est quant à elle déduite de la formulation globale de ce béton et des fiches techniques des matériaux constitutifs (le ciment CEM I en Annexe A.2, les granulats en Annexe A.3-A.5-A.6 et les cendres volantes en Annexe A.7). Même si la proportion de cendres volantes reste faible dans le béton APPLET (8%), une incertitude demeure puisque nous n'avons pas, d'une part, la composition chimique exacte de celles-ci et, d'autre part, nous ne savons pas si toute sa silice est soluble.

	Al ₂ O ₃	CaO	Fe ₂ O ₃	MgO	SiO ₂
BA-NT (%)	1,22	43,44	0,68	1,99	3,06
Béton APPLET (%)	1,76	51,81	0,92	2,21	1,86

Tableau 3-2 : Composition chimique élémentaire des fines BA-NT et du béton APPLET

	Al ₂ O ₃	CaO	Fe ₂ O ₃	MgO	SiO ₂
RB-NT (mesure) (%)	1,59	27,77	0,58	0,93	1,86

Tableau 3-3 : Composition chimique élémentaire des fines RB-NT

Malgré ces incertitudes, les fines de BA-NT sont représentatives du matériau d'origine puisque la composition chimique élémentaire est du même ordre de grandeur que celle du béton APPLET.

En revanche, pour les fines RB-NT, il est impossible d'avoir un point de comparaison puisque ces fines proviennent d'une filière de recyclage. Toutefois nous nous sommes servi de ces résultats pour estimer la proportion de ciment présent dans ces fines et la proportion de ciment anhydre résiduelle. Pour ce faire, trois hypothèses fortes sont retenues, à savoir :

Chapitre 3 : Résultats et analyses : caractérisation des matériaux d'étude

- hypothèse 1 : on considère en moyenne qu'un ciment courant contient 16% de SiO_2 et que cette silice est soluble,
- Hypothèse 2 : on considère que la proportion de SiO_2 mesurée (Tableau 3-3) provient uniquement du ciment, ce qui revient à estimer la proportion de ciment initiale à 12% (1,86/16),
- Hypothèse 3 : on considère que le degré d'hydratation est de 80%, soit une proportion estimée de ciment anhydre résiduelle de 2% dans les fines RB-NT.

3.2.3. Caractérisation minéralogique

Notre objectif est de valider notre protocole de fabrication (concassage - criblage). Pour cela, la composition des fines BA-NT est comparée à la composition initiale du béton APPLET. Des analyses qualitatives et quantitatives ont été effectuées par Diffraction de Rayons X, Analyse Thermo-Gravimétrique (ATG) et par Microscopie Electronique à Balayage couplée à des analyses chimiques ponctuelles par EDS. Dans un second temps, il s'agit de caractériser les fines BA-NT et RB-NT pour évaluer leur potentiel de valorisation.

3.2.3.1. Fines BA-NT

Les Figure 3-2 et Figure 3-3 présentent les diffractogrammes de rayons X et la courbe DTG des fines BA-NT et du granulat calcaire utilisé dans la composition du béton APPLET.

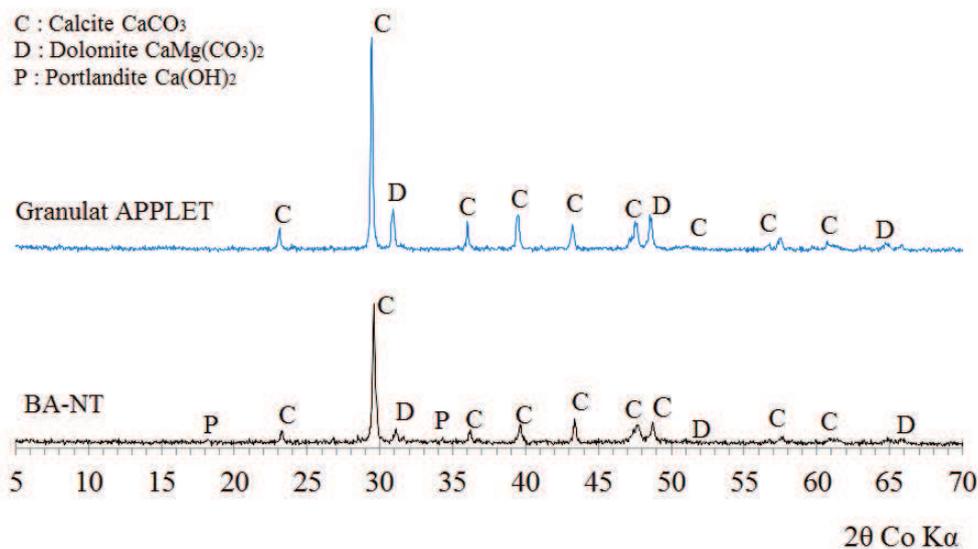


Figure 3-2 : Diffractogrammes de rayons X des fines BA-NT et du granulat APPLET

Chapitre 3 : Résultats et analyses : caractérisation des matériaux d'étude

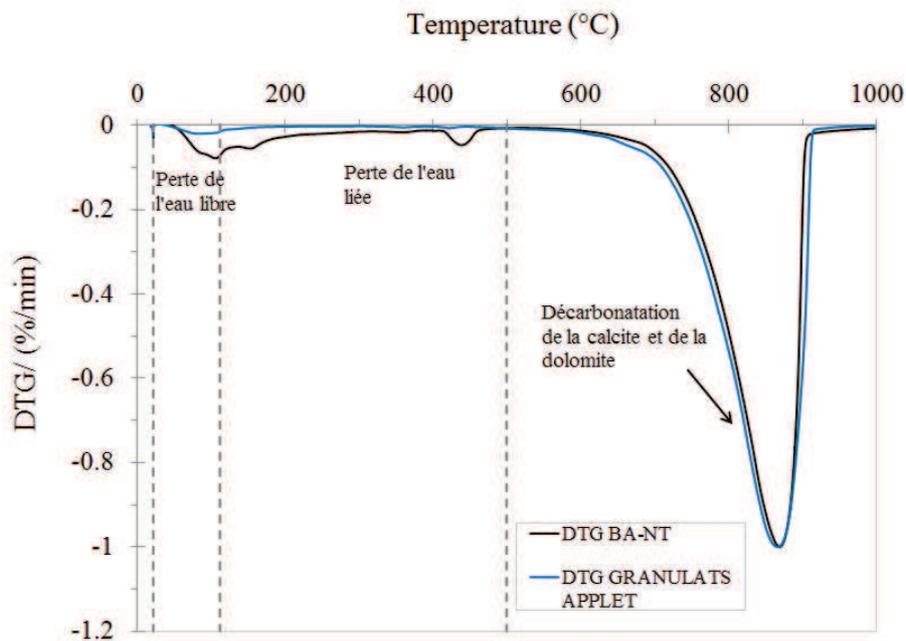


Figure 3-3: Courbes DTG des fines BA-NT et du granulat APPLETT

Le diffractogramme de rayons X du granulat APPLETT révèle deux phases principales de Calcite (CaCO_3) et Dolomite $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ estimées par une analyse Rietveld respectivement à 81% et 13%. Par ATG, ces deux carbonates sont bien mis en évidence, sans que l'on puisse pour autant les distinguer, et représentent 95 % en masse du matériau.

Le diffractogramme de rayons X des fines BA-NT est similaire à celui du granulat APPLETT, même si l'on observe en plus, la présence de Portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Pour autant, l'intensité du pic principal de calcite masque les autres phases de ciment hydraté qui sont minoritaires dans cet échantillon. En revanche, la courbe DTG met bien en évidence des pertes de masse entre 40 et 350°C d'une part, et 400 et 500°C d'autre part, qui peuvent être attribuées, respectivement, à la déshydratation des C-S-H et de l'ettringite et à la déshydroxylation de la Portlandite de la matrice cimentaire. Il est intéressant aussi de noter que les pics correspondant au carbonate sur les DTG des granulats et des fines sont bien superposés.

Les quatre images de la Figure 3-4 obtenues au MEB, en mode électron rétrodiffusé à 150X et 1000X de grossissement, complètent nos précédentes observations, puisque l'on repère des particules de calcite et de dolomite (respectivement les points n°2 et n°3 de l'image 2) mais aussi des particules anhydres de ciment et de cendre volante. Ces quatre images sont des fractures polies de béton APPLETT avant concassage.

Chapitre 3 : Résultats et analyses : caractérisation des matériaux d'étude

Les particules de ciment anhydre (point n°1) apparaissent en gris clair en raison d'une densité plus élevée que les phases hydratées et carbonatées tandis que les formes sphériques de certaines particules sont caractéristiques des cendres volantes (point n°4 de l'image 2).

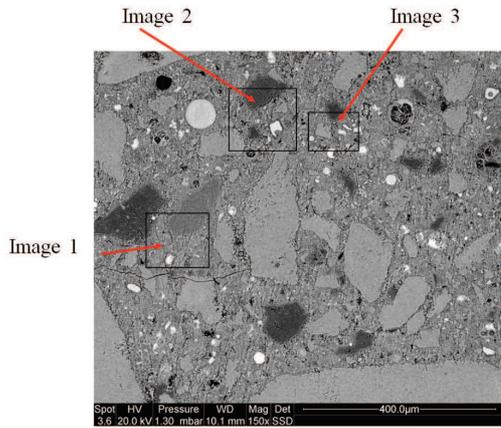


Image globale

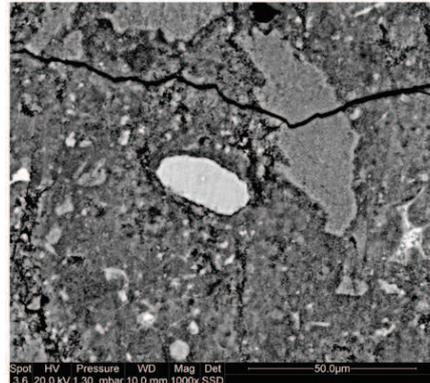


Image 1

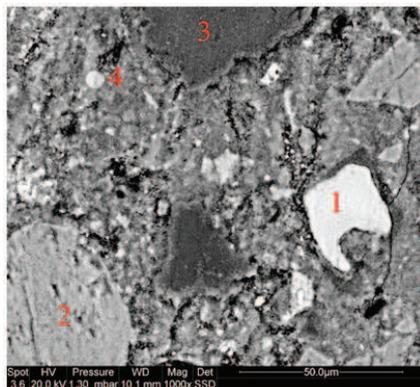


Image 2

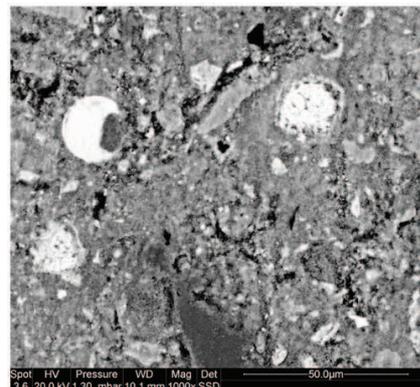
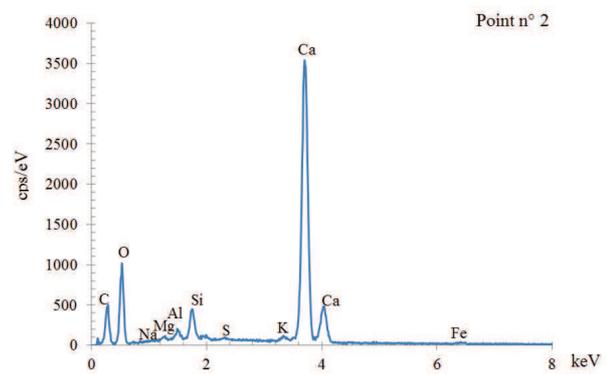
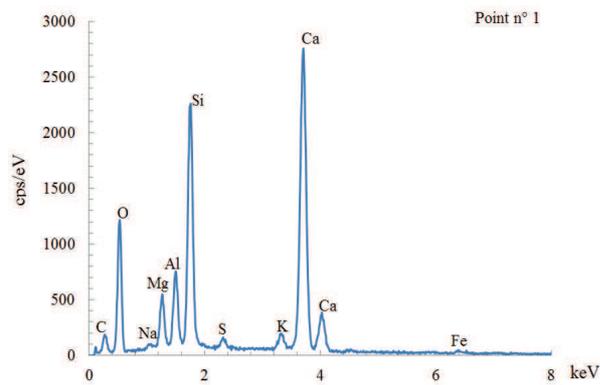


Image 3



Chapitre 3 : Résultats et analyses : caractérisation des matériaux d'étude

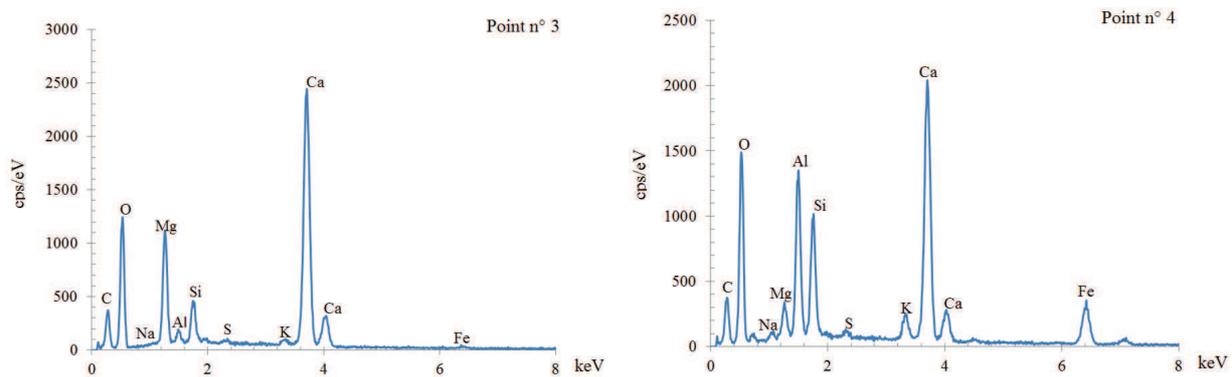


Figure 3-4 : Image MEB en mode électron rétrodiffusé et analyse EDS des fines de BA-NT issues de l'image 2

La présence de phases anhydres résiduelles est un facteur intéressant puisque l'on peut supposer qu'après concassage, ce matériau ne sera pas inerte en présence d'eau. Les tailles de ces particules (entre 10 et 30 μm) sont suffisamment grossières pour être libérées de leur gangue lors du traitement mécanique et donc de nouveau accessibles à l'eau. Pour cette raison, nous avons cherché à quantifier ces particules anhydres résiduelles à l'aide des résultats d'ATG et d'analyses d'images obtenues au MEB.

Le Tableau 3-4 synthétise les résultats obtenus par ATG et par analyse d'images MEB. Leur obtention est détaillée dans la suite de ce chapitre.

		ATG	MEB
Squelette granulaire	Calcite C (%)	76,80	-
	Dolomite D (%)		
Phases de ciment hydraté	Portlandite CH (%)	2,40	-
	Autres hydrates et CV (%)	19,10	-
	Degré d'hydratation du ciment α_c	0,82	0.89
	Degré de réaction des cendres volantes α_{cv}	-	0.97
Phases anhydres	Ciment CA (%)	1,70	1.57
	Cendres volantes CvA (%)	-	0.087

Tableau 3-4 : Composition minéralogique des fines BA-NT (kg/kg de fines) et degrés de réaction du ciment et des cendres calculés

Chapitre 3 : Résultats et analyses : caractérisation des matériaux d'étude

- Quantification du squelette granulaire

La proportion calculée de carbonates par ATG est de 73%. On suppose que la totalité de ces carbonates sont issus du granulat utilisé pour la confection du béton APPLET et non d'une éventuelle carbonatation. Des études antérieures ont montré que ce béton présente une cinétique très lente de carbonatation, même dans des conditions accélérée [207]. Nous pouvons conclure que la teneur en granulats dans les fines BA-NT est de 76,8% compte tenu que la proportion de carbonates dans les granulats APPLET est égale à 95%. Cette valeur est très proche de la teneur en granulats du béton APPLET (cf. Chapitre 2, 1850 kg/m³ soit 75,6%).

On en déduit donc que la méthode de fabrication des fines par concassage/criblage n'affecte en rien la représentativité du matériau puisque la proportion massique de CaCO₃ mesurée est similaire à la proportion de granulats calcaires incorporés dans la composition du béton APPLET.

- Quantification du ciment anhydre résiduel CA

Sur la base du résultat précédent, on peut chercher à estimer la quantité de ciment anhydre dans les fines (CA) en supposant qu'elle est égale à celle du béton APPLET. Notons d'abord que le béton contient, selon sa composition, une teneur initiale en ciment anhydre (CA₀) égale à 14,3 %.

La proportion de ciment anhydre résiduel (CA exprimée en kg/kg de fines BA-NT) peut être estimée à partir des équations 3.1, 3.2 et 3.3 :

$$CA = (1 - \alpha_c) \times CA_0 \quad (3.1)$$

Où : α_c est le degré d'hydratation du ciment CEM I 52.5 N de Dannes.

Le degré d'hydratation (α_c) peut être évalué à partir de la quantité d'eau liée, évaporée au cours de l'analyse thermogravimétrique et de la quantité d'eau liée nécessaire à l'hydratation complète du ciment CEM I 52.5 N (équation 3.2).

$$\alpha_c = \frac{\Delta m_{H_2O}}{(m_{H_2O} \times m_c)} \quad (3.2)$$

Chapitre 3 : Résultats et analyses : caractérisation des matériaux d'étude

$$m_c = CA_0 \times m_i \quad (3.3)$$

Où : Δm_{H_2O} est la masse d'eau liée évaporée entre 145°, recommandée par Taylor [198] et utilisée par Loukili [140] [151] et 600 °C (mg) ; m_{H_2O} la quantité relative d'eau (mg/mg de ciment) nécessaire à l'hydratation complète du ciment anhydre initial, soit entre 0,2 et 0,25 ; m_c la masse de ciment anhydre théorique dans l'échantillon de fines BA-NT testé par ATG de masse initiale m_i (mg).

La proportion d'eau nécessaire pour hydrater complètement le ciment 52.5N de Dannes (m_{H_2O}) est estimée à 24% avec les formules de Bogue connaissant la composition minéralogique fournie par la fiche technique du ciment (annexe A.2).

Au final, le degré d'hydratation α_c est égal à 0,89 et la teneur en ciment anhydre résiduel CA à 1,70%.

- Quantification de la Portlandite CH

La teneur en Portlandite (CH) mesurée par ATG est égale à 2,4%. Pour un degré d'hydratation de 0,89 et une teneur en ciment de 14,3%, la teneur en CH devrait être égale à 3,8%, en supposant qu'une masse de 1kg de ciment CEM I produit 0,3 kg de Portlandite [162]. La différence provient de la présence de cendres volantes dont la pouzzolanité consomme la Portlandite.

Cela étant, d'après le modèle empirique proposé par Papadakis [162] (équation 3.4), la quantité de CH devrait être quasiment nulle si toutes les cendres volantes contenues dans le béton avaient réagi complètement. D'ailleurs, sur les images MEB, on observe encore la présence de cendres.

$$CH = 0,3C - 1,3CV \quad (3.4)$$

Où : CH est la masse de Portlandite, C la masse de ciment et CV la masse de cendres dans le béton APPLLET.

- Quantification des hydrates (CSH, ettringite, etc.) et cendres volantes

Par déduction $\{100-(C+D+CH+CA)\}$, nous estimons à 19,10% la proportion en masse d'hydrates, autre que la portlandite (dont C-S-H et Ettringite), et de cendres n'ayant pas réagi.

Pour compléter cette étude quantitative, nous avons utilisé les images MEB. Les résultats moyens de cette analyse sont aussi présentés dans le Tableau 3-4. Ces résultats ont été

Chapitre 3 : Résultats et analyses : caractérisation des matériaux d'étude

obtenus par l'analyse de cinq images MEB en mode électron rétrodiffusé au grossissement de 150X. Un exemple de filtration et de reconstruction de l'image est présenté sur la Figure 3-5.

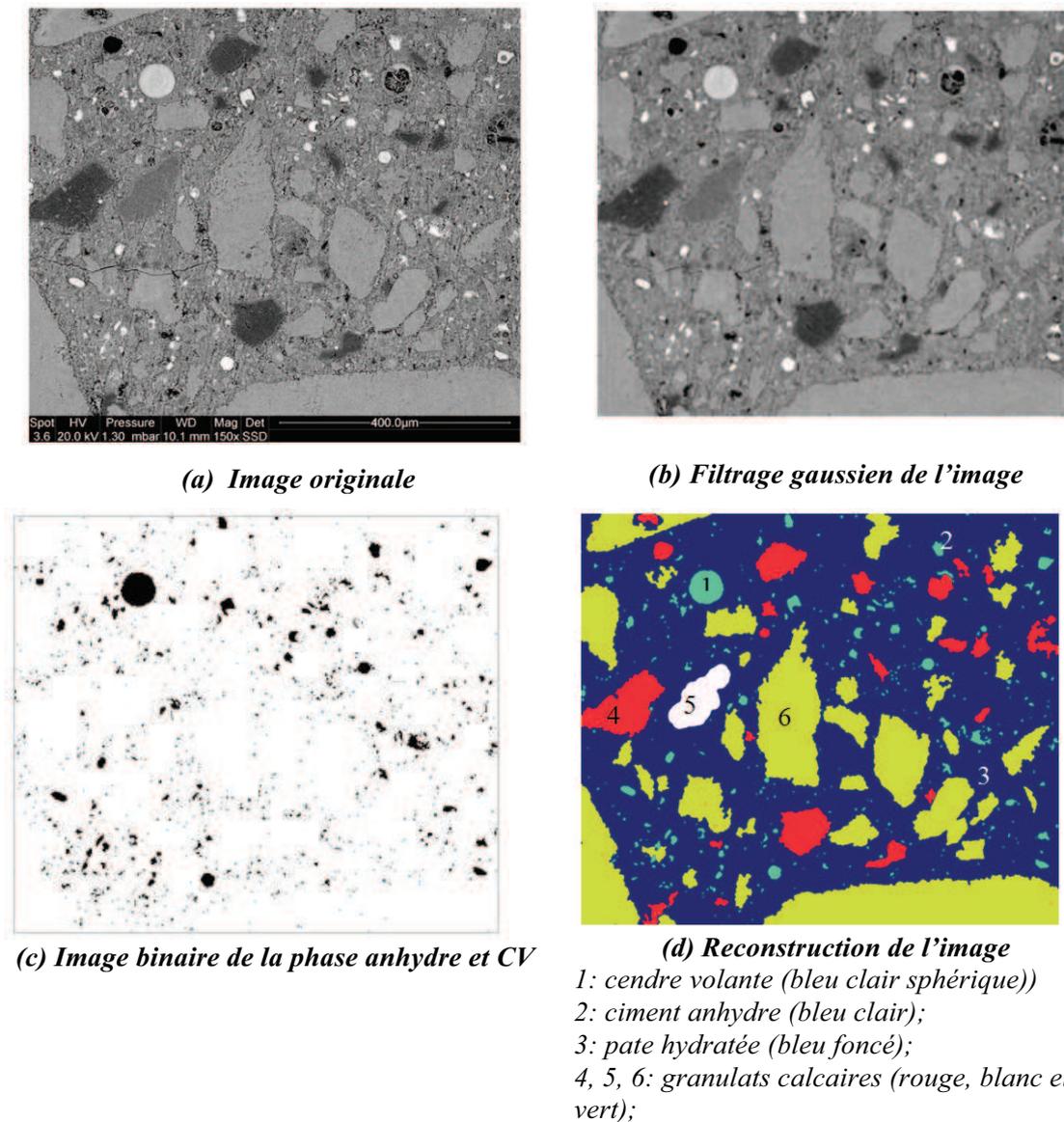


Figure 3-5 : Traitement d'image MEB des fines BA-NT par filtration et reconstruction

La quantification complète des phases minéralogiques par reconstruction d'images n'est pas évidente dans la mesure où elle nécessite une expertise sur la nature des particules, qui sont différenciées en niveaux de gris, mais aussi parce que les images ne sont pas représentatives de l'ensemble du béton analysé. La surface totale des 5 images n'est que de 3,6 mm² ce qui

Chapitre 3 : Résultats et analyses : caractérisation des matériaux d'étude

est peu au regard de la taille du plus gros granulat constituant le béton APPLET ($D_{\max} = 20$ mm). Nous n'apercevons que des granulats dont la taille n'excède pas $400 \mu\text{m}$ soit 12% du squelette granulaire.

Seules les quantités de ciment anhydre résiduel et de cendres volantes résiduelles peuvent être exprimées en fonction du volume de pâte de ciment relevé sur les images et du volume de pâte initial contenue dans le béton APPLET (*cf. chapitre 2*).

Dans le Tableau 3-5 sont présentées les surfaces relatives des phases identifiées sur les 5 images et les calculs de la proportion (kg/kg de fines) de ciment anhydre résiduel et de cendres volantes anhydres résiduelles ainsi que leurs degrés d'hydratation α_{MEB} .

Images		1	2	3	4	5
SURFACES (px/px totaux)	Ciment Hydraté SCH _y (%)	64,54	67,28	58,29	40,25	52,00
	Ciment Anhydre %SCA (%)	3,76	1,64	1,86	1,48	2,94
	Cendre volante SCvA (%)	0,08	0,64	0,15	0,07	0,09
	Pâte de ciment $SP = \sum(SCH_y, SCA, SCvA)$ (%)	68,38	69,56	60,30	41,80	55,02
	Granulat SG (%)	31,62	30,44	39,70	58,20	44,98
CALCULS	Ciment Anhydre CA (kg/kg de fines)	2,18	0,93	1,22	1,40	2,11
	Cendre volante CvA (kg/kg de fines)	0,03	0,25	0,07	0,05	0,04
	α_c du ciment	0,848	0,935	0,915	0,902	0,853
	α_{cv} des cendres volantes	0,990	0,923	0,980	0,986	0,987

Tableau 3-5 : Résultats détaillés de l'analyse d'images MEB

Les résultats des surfaces sont révélateurs du manque de représentativité des images puisque les proportions de pâte de ciment sont très nettement supérieures à celles des granulats, ce qui est contraire à la composition initiale du béton APPLET. Par contre, l'analyse d'images présente l'avantage de pouvoir quantifier les proportions résiduelles à la fois de ciment anhydre et de cendres volantes et d'en déduire leurs degrés de réaction respectifs (α_c et α_{cv}).

Ainsi, la proportion moyenne de ciment anhydre résiduel est proche de celles calculées par ATG, qui sont respectivement de 1,57% et 1,71%. Le degré d'hydratation du ciment calculé par analyse d'images est du même ordre de grandeur que celui calculé avec les résultats

Chapitre 3 : Résultats et analyses : caractérisation des matériaux d'étude

d'ATG. On constate aussi que la réaction des CV est incomplète même si le degré obtenu de 97% est sans doute à nuancer.

Le couplage de ces deux méthodes est intéressant dans la mesure où l'on maîtrise le matériau d'origine (béton APPLET). Dans le cas de fines issues de granulats recyclés, comme les fines RB-NT, la tâche semble plus ardue car nous ne connaissons ni la composition d'origine, ni même la nature des matériaux les constituant. Au-delà d'une analyse qualitative des fines RB-NT, l'approche quantitative sur ce matériau a pour objet de déterminer la proportion de phases anhydres résiduelles en vue d'une incorporation dans les liants hydrauliques.

3.2.3.2. Fines RB-NT

Les diffractogrammes présentés sur la Figure 3-6 nous permettent de comparer les fines RB-NT et les fines BA-NT.

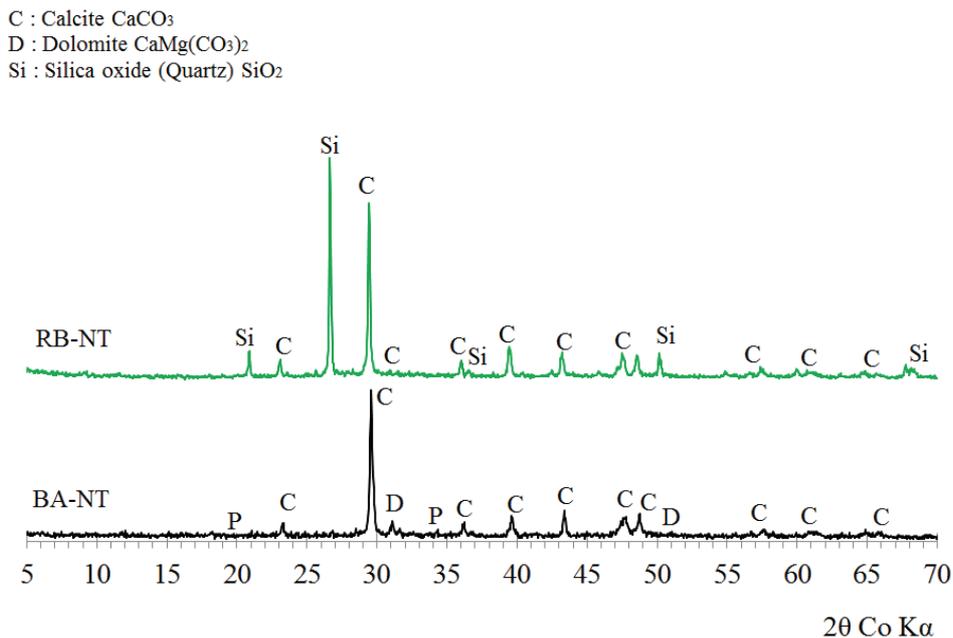


Figure 3-6 : Diffractogramme de rayons X des fines BA-NT et RB-NT

Chapitre 3 : Résultats et analyses : caractérisation des matériaux d'étude

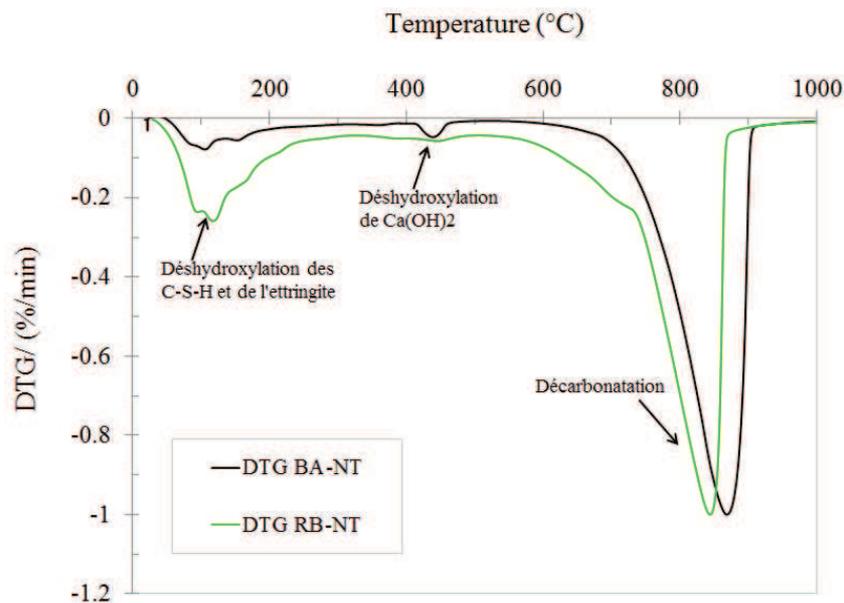


Figure 3-7 : Courbes DTG des fines BA-NT, RB-NT

Le diffractogramme de rayons X des fines RB-NT présente des similitudes avec le BA-NT puisque l'on retrouve majoritairement une phase de CaCO_3 . Par contre sur la courbe DTG (Figure 3-7), la plage de décarbonatation est plus étendue et commence vers 500°C . Cette décarbonatation précoce est significative de carbonates issus d'une carbonatation antérieure de pâtes de ciment et en particulier du C-S-H selon Villain et al.,[214]. Par calcul, la proportion de CaCO_3 est estimée à 43%. Compte tenu de l'origine de ces fines, il est fort probable que les bétons les composant se soient carbonatés au cours de leur vie et durant le stockage à l'air libre sur la plateforme de recyclage après traitement mécanique. En plus de la calcite, le squelette granulaire de ces fines est constitué de quartz, probablement issu de granulats siliceux.

Comme pour le cas du BA-NT, il est difficile de mettre en évidence la présence de la matrice cimentaire à cause de la diffraction intense et cumulée de la calcite et du quartz. Toutefois, la courbe DTG met en évidence une déshydroxylation de phases que l'on peut supposer provenir d'hydrates et qui paraît aussi plus prononcée que dans le cas des fines BA-NT, à part peut-être la Portlandite. S'il nous est impossible en l'état d'attribuer les pertes de masse d'eau entre la température ambiante et 400°C à des hydrates en particulier, on estime que la déshydroxylation entre 400 et 500°C provient de la Portlandite et peut être quantifiée à raison de 1,82%.

Chapitre 3 : Résultats et analyses : caractérisation des matériaux d'étude

Les images au MEB en mode électron rétrodiffusé à 150X de grossissement, complète cette caractérisation. Les six images sont réalisées sur des pastilles de fines RB-NT compressées et assemblées avant d'être traitées pour quantifier les phases en présence. La Figure 3-8 présente le résultat du filtrage et de la reconstruction de cet assemblage d'images.

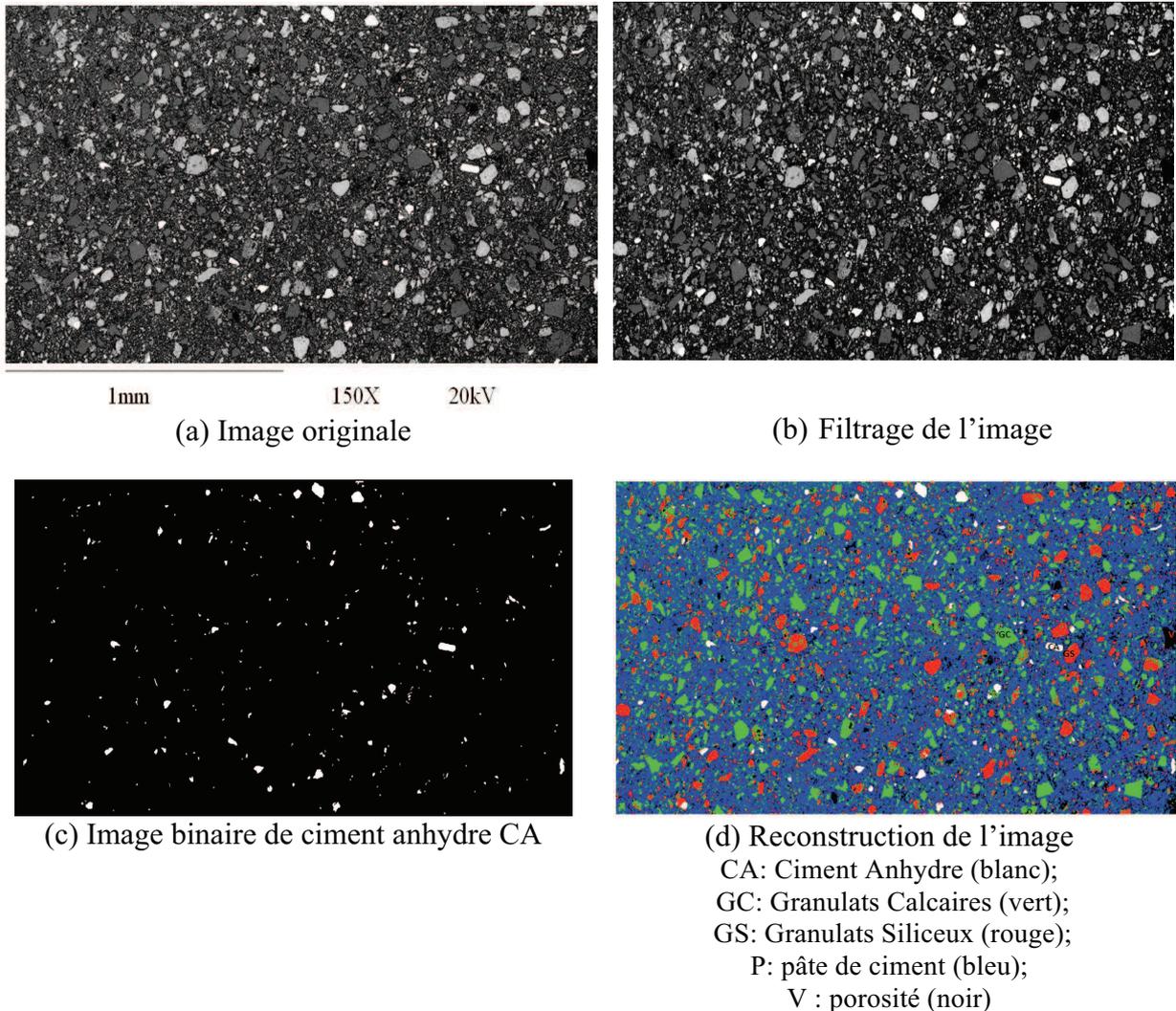


Figure 3-8 : Image MEB en mode électron rétrodiffusé et analyse EDS des fines de RB-NT

L'image reconstruite de la Figure 3-8 fait apparaître les principales familles relevées par ATG et DRX. Cependant la reconstruction n'est vraiment pas aisée et ceci pour plusieurs raisons, à savoir :

- les tailles des particules sont très petites, contrairement aux Fines BA-NT ou l'analyse MEB est réalisée sur une fraction polie de béton APPLLET,

Chapitre 3 : Résultats et analyses : caractérisation des matériaux d'étude

- la compression des fines RB-NT sous forme de pastille laisse apparaître une porosité inter-granulaire,
- la nature des fines est nettement plus complexe puisque l'on doit potentiellement avoir des matériaux autres que du béton et des pierres naturelles (matériaux bitumineux, verre et terre cuite). Toutefois, à l'inverse du cas précédent, on peut supposer que la surface de l'image reconstruite ($4,3 \text{ mm}^2$) est représentative du matériau global puisque le D_{max} des particules est de $80 \text{ }\mu\text{m}$.

Le Tableau 3-6 présente les résultats de notre démarche quantitative à partir de la reconstruction de l'image MEB.

	Surface % S_x (p_x/p_x totaux)	Masse volumique absolue ρ_x (g/cm^3)	Masses calculées m_x	Proportion X (kg/kg de fines RB-NT)
Ciment Anhydre CA	1,22	3,1	0,038	1,86
Granulat calcaire GC	9,23	2,7	0,249	12,21
Granulat siliceux GS	22,29	2,6	0,579	28,40
Ciment hydraté CHy	61,75	1,90	1,173	57,53
Porosité V	5,504	-	-	
		Total	2,039	100

Tableau 3-6 : Résultats détaillés de l'analyse d'images MEB des fines RB-NT

Les proportions des quatre familles minérales sont calculées en supposant que les fractions surfaciques % S_x sont équivalentes à des fractions volumiques, en prenant des valeurs représentatives de masses volumiques absolues ρ_x et en considérant que la somme des masses m_x rapportée au volume de l'image analysée est représentative de la masse volumique des fines RB-NT.

$$X = \frac{(m_x)}{\sum m_x} \text{ avec } m_x = (\%S_x \times \rho_x) \quad (3.5)$$

Chapitre 3 : Résultats et analyses : caractérisation des matériaux d'étude

À partir de cette relation, on constate que la proportion de granulats calcaires est très inférieure avec seulement 12% contre 43% calculée par ATG. Trois hypothèses peuvent expliquer cette différence, à savoir :

- Une partie des carbonates issus de la carbonatation est quantifiée dans la pâte de ciment hydraté CH_y qui est, quant à elle, très majoritaire avec 57%,
- Un manque de représentativité globale des fines RB-NT malgré la finesse des particules et la taille de surface analysée,
- Un problème de filtrage et de reconstruction englobant les très petites particules dans la pâte de ciment hydraté.

Les proportions de granulats siliceux GS et de ciment anhydre CA sont respectivement estimées à 28,40 et 1,86%. L'ensemble des résultats est vraiment à nuancer et met en évidence une difficulté certaine d'analyse lorsque l'on ne maîtrise pas le matériau d'origine. Des perspectives sont à envisager pour mettre au point des méthodes d'analyses croisées à différentes échelles afin de caractériser d'une manière exhaustive et certaine, la nature et la quantité des espèces minéralogiques en présence.

3.2.4. Acceptabilité environnementale

Afin d'évaluer l'acceptabilité environnementale des fines BA/RB-NT, nous avons effectué des essais de lixiviation suivant la norme NF EN 12457-2 [14]. Sont également présentés dans le Tableau 3-7, les seuils à ne pas dépasser pour que les matériaux soient considérés comme déchets inertes ou déchets non dangereux selon la directive européenne concernant la mise en décharge des déchets qui classe ceux-ci en fonction de leur dangerosité [39].

Chapitre 3 : Résultats et analyses : caractérisation des matériaux d'étude

Éléments	L/S : 10		Seuils d'acceptabilité	
	BA-NT	RB-NT	Déchets inertes	Déchets non dangereux
	Concentration (mg/kg)			
As	< 0,022	< 0,022	0,5	2
Ba	22,37	< 0,56	20	100
Cd	< 0,0011	< 0,0011	0,04	1
Cr tot	< 0,11	0,34	0,5	10
Cu	< 0,11	0,21	2	50
Mo	< 0,11	0,13	0,5	10
Ni	< 0,11	< 0,11	0,4	10
Pb	< 0,11	< 0,11	0,5	10
Se	< 0,56	< 0,56	0,1	0,5
Zn	< 0,56	< 0,56	4	50
F ⁻	10,51	9,17	10	150
Cl ⁻	31,15	109,11	800	15000
SO ₄ ²⁻	15,04	296,50	1000	20000
pH	> 11	> 9	-	-

Tableau 3-7 : Résultats des essais de lixiviation des fines BA-NT et RB-NT

D'une manière générale, les principaux éléments-trace métalliques, métalloïdes et anioniques sont inférieurs aux seuils d'acceptabilité pour les deux matériaux, à part pour le Baryum et le Sélénium. Même si ces résultats ne sont représentatifs que d'un échantillon de fines analysées, ils peuvent être potentiellement un frein pour une valorisation et plus particulièrement pour le traitement des sols en place (cf. chapitre 5). Il faudrait donc procéder à davantage d'analyses sur de nouveaux échantillons afin de mener une étude statistique, pour savoir si ces matériaux sont potentiellement dangereux pour l'environnement.

3.3. Caractérisation des fines traitées par voie thermique (T)

Les matériaux « source » que nous avons utilisés dans le cadre de ces travaux sont riches en carbonate de calcium, soit 73% et 43 % respectivement pour les fines BA-NT et RB-NT. Notre intention est d'utiliser ce potentiel intrinsèque des fines en les traitant par voie thermique afin, d'une part, de décarbonater les granulats calcaires et la calcite issue d'une probable carbonatation pour libérer de la chaux vive (CaO), et dans le meilleur des cas pour former de nouvelles phases réactives en présence d'eau. Les fines traitées BA/RB-T ainsi

Chapitre 3 : Résultats et analyses : caractérisation des matériaux d'étude

obtenues seront utilisées pour formuler des liants hydrauliques routiers et ainsi participer à la modification et la structuration d'un sol témoin (chapitre 5).

Pour réaliser cette étude, nous avons utilisé un four à moufle à hautes températures et traité les fines à des températures comprises entre 800°C et 1100°C. Nous avons volontairement limité la température maximale de traitement à 1100°C puisqu'au-delà de ces températures les carbonates sont totalement décarbonatés. Pour rappel, le mode opératoire détaillé des traitements thermiques est présenté dans le chapitre 2 (2.3.2).

3.3.1. Caractérisation physique des fines traitées BA/RB-T

Les résultats de la caractérisation physique des fines traitées BA/RB-T sont présentés dans le Tableau 3-8 où sont reportés les masses volumiques absolues et les diamètres (analyses granulométriques laser par voie sèche). Ce sont des résultats moyennés de trois essais pour chaque température de traitement.

Fines	T° de traitement (°C)	ρ_{abs} (g/cm ³)	D ₁₀ (µm)	D ₅₀ (µm)	D ₉₀ (µm)
BA-T	900	-	2,2	21,11	59,1
	1000	2,67	2,6	25,9	66,4
	1100	-	2,3	17,5	54,1
RB-T	800	-	1,9	22,6	60,8
	900	2,77	3,2	30,0	73,8
	1000	-	3,2	30,8	76,3

Tableau 3-8 : Masse volumique absolue et distribution granulométrique des fines traitées

Les masses volumiques absolues des fines traitées sont de 2,67 g/cm³ pour les fines BA-T et de 2,77 g/cm³ pour les fines RB-T. Elles sont donc supérieures aux masses volumiques absolues avant traitement qui étaient pour BA-NT et RB-NT respectivement de 2,45 kg/m³ et 2,34 kg/m³, soit 9% et 18% d'augmentation (§ 3.2.1). Cette différence s'explique par l'évaporation de l'eau chimiquement liée aux hydrates et par le dégagement de CO₂ des carbonates. Ces observations sont en accord avec des précédentes études de la littérature [95] [96].

Chapitre 3 : Résultats et analyses : caractérisation des matériaux d'étude

D'autre part, on constate que les traitements thermiques affectent peu la répartition granulométrique puisque, comme le montrent les résultats du Tableau 3-8, la répartition reste bimodale et l'ordre de grandeur des diamètres moyens de chaque fine reste équivalent quelle que soit la température de traitement.

Les courbes granulométriques des fines sont présentées sur la Figure 3-9 pour les fines BA-T et dans la Figure 3-10 pour les fines RB-T. Dans les deux cas, on note toutefois que le traitement thermique a pour effet d'augmenter l'intensité du mode principal au détriment du mode secondaire. Les fines traitées doivent être par conséquent plus grossières.

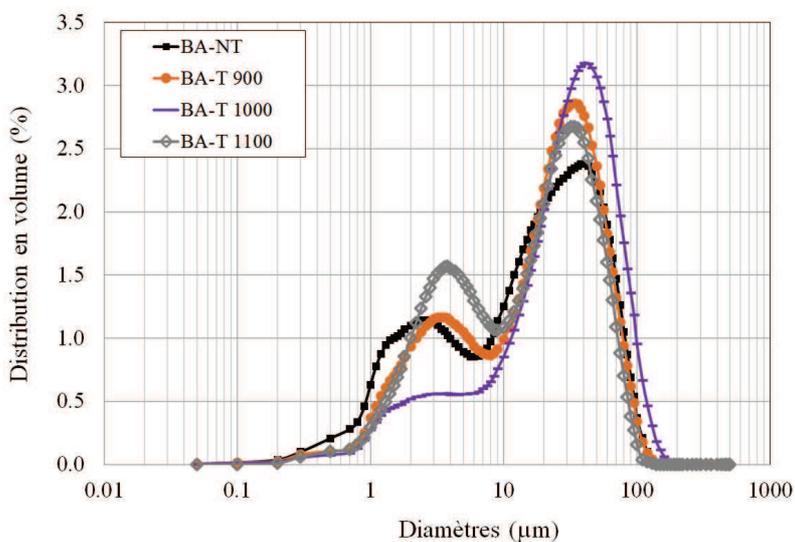


Figure 3-9 : Distribution granulométrique des fines BA-NT/T

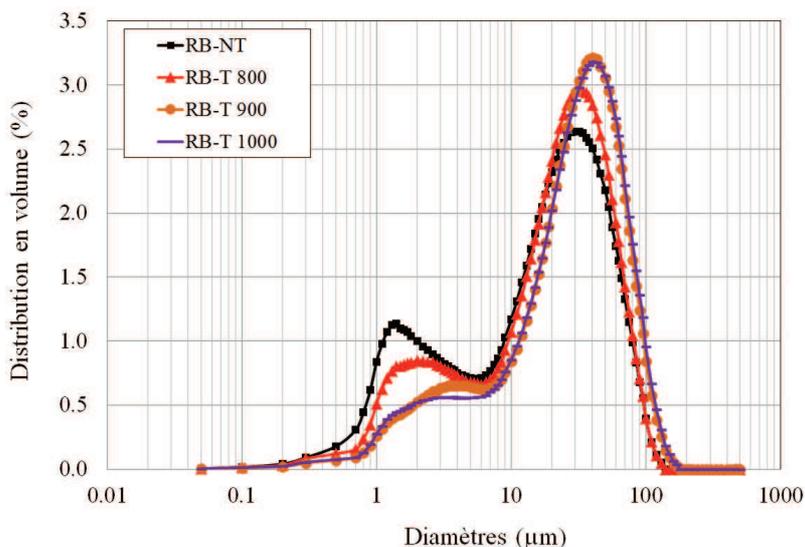


Figure 3-10 : Distribution granulométrique des fines RB-NT/T

Chapitre 3 : Résultats et analyses : caractérisation des matériaux d'étude

3.3.2. Caractérisation minéralogique des fines traitées

Les Figure 3-11 et Figure 3-12 présentent les diffractogrammes de rayons X des fines BA-T et RB-T. Nous avons comparé ces résultats avec les fines avant traitement (BA-NT et RB-NT) afin de déterminer les conditions optimales de traitement nécessaire pour décarbonater et déshydrater les phases minéralogiques initiales.

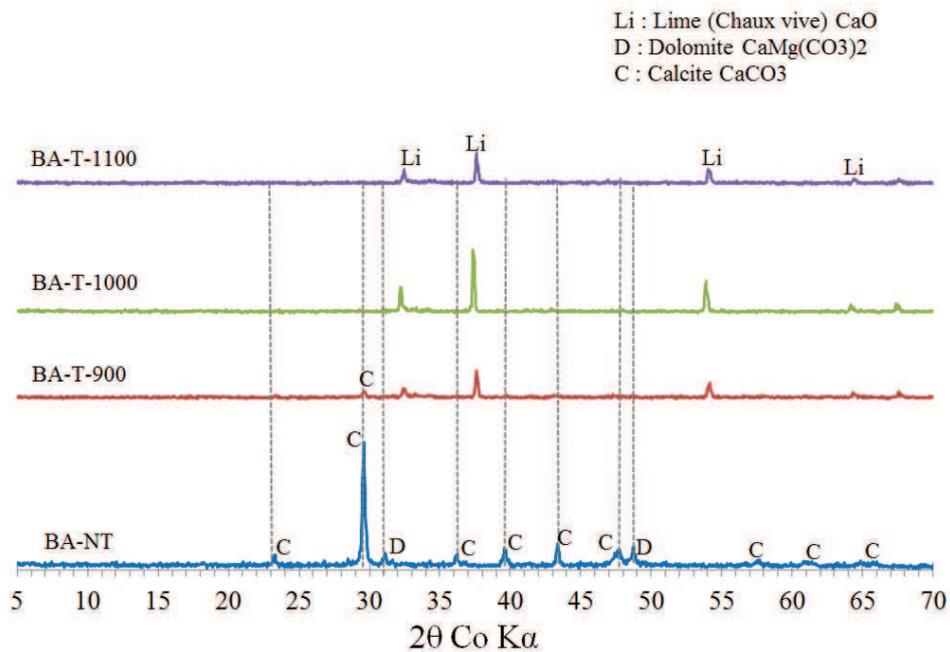


Figure 3-11 : Diffractogrammes des fines BA-T avant et après traitement à 900, 1000 et 1100°C

Nous avons déjà mis en évidence que les fines BA-NT contenaient trois phases minéralogiques principales, à savoir : deux carbonates sous la forme de Calcite ($CaCO_3$) et de Dolomite $CaMg(CO_3)_2$ estimées à 76,8% et 21,5% de pâte de ciment hydraté (2,4% de CH et 19,1% d'autres hydrates).

Les résultats de ces essais montrent qu'à 900°C (BA-T-900), la calcite est toujours présente même si les pics sont de faibles intensités. Cette observation est cohérente avec les travaux de Shui et al., [190] et Florea et al., [96] qui ont montré que la décarbonatation était progressive à partir de 800°C. Ce n'est qu'à partir de 1000°C que les fines BA-T ne présentent plus de trace apparente de carbonate et d'hydrate sur les diffractogrammes où les pics de chaux libre (CaO , noté Li sur le diffractogramme) sont très majoritaires.

Chapitre 3 : Résultats et analyses : caractérisation des matériaux d'étude

Li : Lime (Chaux libre) CaO
Si : Silica oxide (Quartz) SiO₂
M : Mayenite (Ca₁₂Al₁₄O₃₃)
L : Larnite (Ca₂SiO₄)
C : Calcite CaCO₃

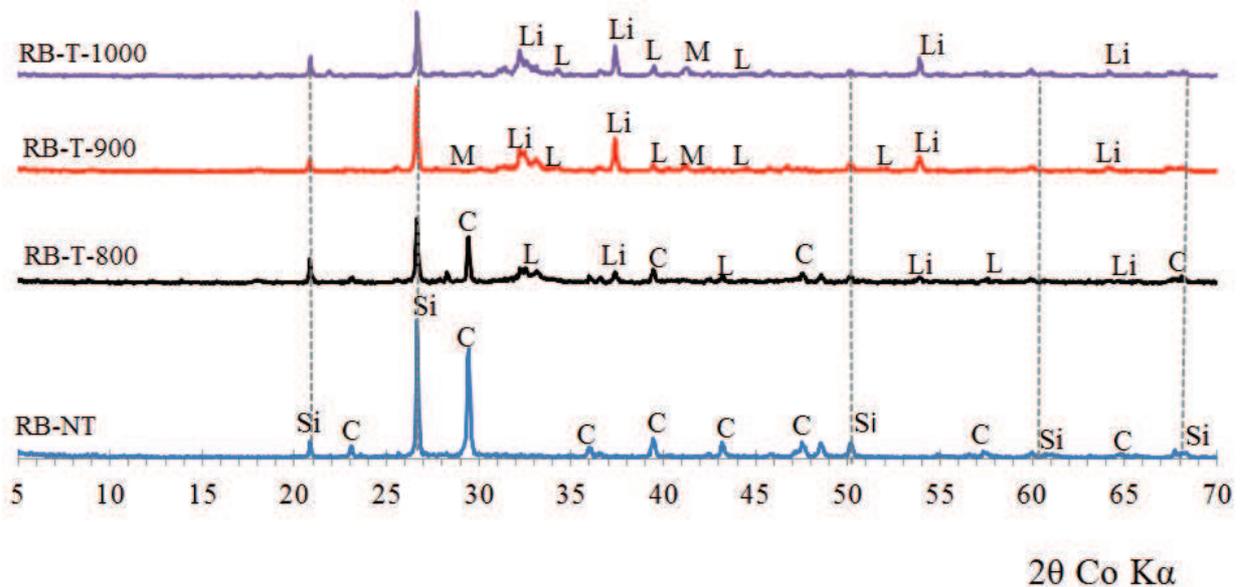


Figure 3-12 : Diffractogrammes des fines RB-T avant et après traitement à 800, 900 et 1000°C

Le cas des fines RB-NT est différent du précédent puisque l'on constate qu'à 900°C la calcite n'est déjà plus apparente sur les diffractogrammes. Il est probable que la quantité de calcite, initialement plus faible que dans les fines BA-NT ainsi que l'origine de celle-ci explique cette différence (granulats calcaires et carbonates issus d'une carbonatation). De plus, la Figure 3-13 nous montre que la structure minéralogique résultante des traitements thermiques est plus complexe mais aussi potentiellement plus intéressante. Les diffractogrammes mettent en évidence la présence d'une phase de silicate de calcium, sous la forme $\gamma\text{C}_2\text{S}$, qui est la forme stabilisée à température ambiante mais non réactive [115]. D'autre part, nous observons une phase d'aluminat de calcium (Mayenite) qui, contrairement au $\gamma\text{C}_2\text{S}$, est potentiellement réactive en présence d'eau. Quant à la silice, les traitements n'ont visiblement pas d'effet sur la nature et l'intensité de cette phase.

Compte tenu de ces résultats, et dans un souci d'économie d'énergie, nous avons choisi de travailler avec les fines BA-T traitées à 1000°C et les fines RB-T traitées à 900°C, puisque

Chapitre 3 : Résultats et analyses : caractérisation des matériaux d'étude

comme le révèle le Tableau 3-9, la quantité supplémentaire de CaO libre fabriquée n'est plus significative au-delà de ces deux températures de traitement.

Les ATG confirment ces premières observations puisque les pertes de masse liées à la déshydratation de phases hydratées n'est plus visible tandis que les pertes de masse liées à la décarbonatation sont de moins en moins importantes jusqu'à s'annuler aux températures maximales de traitement. La Figure 3-13 présente les courbes DTG des fines BA et RB avant et après traitement thermique.

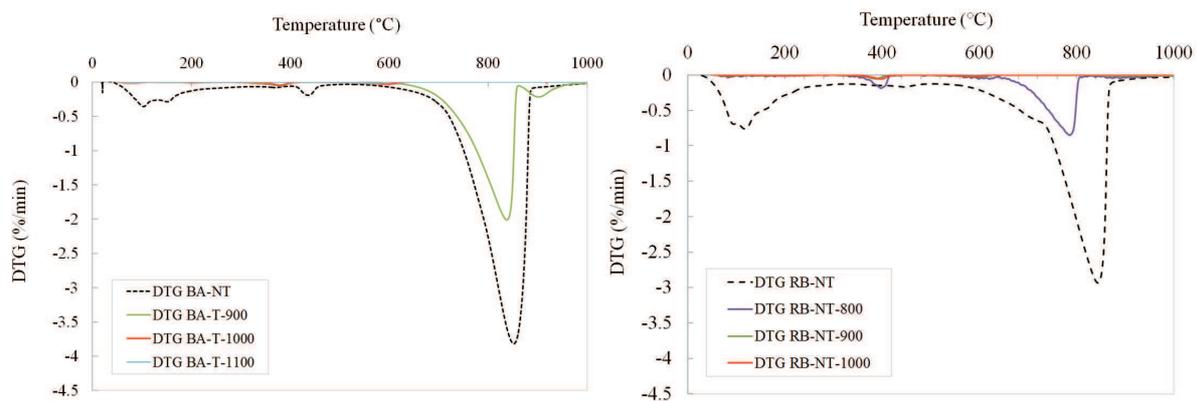


Figure 3-13 : DTG des fines BA (à gauche) et DTG des fines RB (à droite) avant traitement et après traitement aux températures de 800°C, 900°C, 1000°C et 1100°C

À partir de ces ATG, nous avons calculé la quantité de CaO disponible et le CaCO₃ résiduel après traitement à partir de la quantité de CO₂ dégagé et de la masse finale m_f de fines avec les équations suivantes :

$$\Delta C = C_i - C_f \quad (3.6)$$

$$CaO = \frac{\Delta C \times M_{CaO} \times m_i}{(M_{CaCO_3} \times m_f)} \quad (3.7)$$

Où : ΔC est la proportion de CaCO₃ décarbonaté (%), C_i est la proportion en CaCO₃ dans les fines avant traitement (%), C_f est la proportion de CaCO₃ dans les fines après traitement (%), CaO la proportion de chaux libre disponible dans les fines traitées (%), M_{CaO} la masse molaire de l'oxyde de calcium égale à 56 g/mol, M_{CaCO_3} la masse molaire de carbonate de calcium égale à 100 g/mol, m_i (g) la masse initiale de fines avant traitement et m_f (g) la masse finale après traitement.

Chapitre 3 : Résultats et analyses : caractérisation des matériaux d'étude

Le Tableau 3-9 présente les résultats de ces calculs pour chaque fine BA/RB et pour chaque température de traitement.

Désignation	m_i (g)	m_f (g)	C_i (%)	C_f (%)	CaO (%)
BA-NT	-	-	73	-	-
BA-T-900	10	6,87		36,25	29,5
BA-T-1000	10	6,13		0,17	66,1
BA-T-1100	10	5,98		0,14	67,8
RB-NT	-	-	43	-	-
RB-T-800	10	8,03		14,8	19,8
RB-T-900	10	7,40		0,37	32,7
RB-T-1000	10	7,37		0,12	32,5

Tableau 3-9 : CaO disponible dans les fines BA/RB-T pour chaque T° de traitement

Après traitement thermique, les fines BA-T et RB-T disposent respectivement d'environ 65% et 30% de chaux libre. Cette quantité disponible est un atout important surtout dans l'objectif de valoriser ces matériaux dans les techniques de traitement de sols. Ces deux résultats nous laissent à penser que ce type de matériaux pourrait remplacer les matières premières utilisées par les fabricants de chaux. Les effets de cette chaux libre sont analysés dans la suite de ce chapitre (pouvoir hydraulique des fines traitées) ainsi que dans le chapitre 5 (traitement de sol au LHR riche en addition minérale).

Pour compléter cette caractérisation, nous avons analysé les fines traitées BA/RB-T au MEB couplé à l'EDS. Les Figure 3-14 et Figure 3-15 présentent les images de fines BA-T-1000 et RB-T-900 en mode électron rétrodiffusé à différents taux de grossissement.

Chapitre 3 : Résultats et analyses : caractérisation des matériaux d'étude

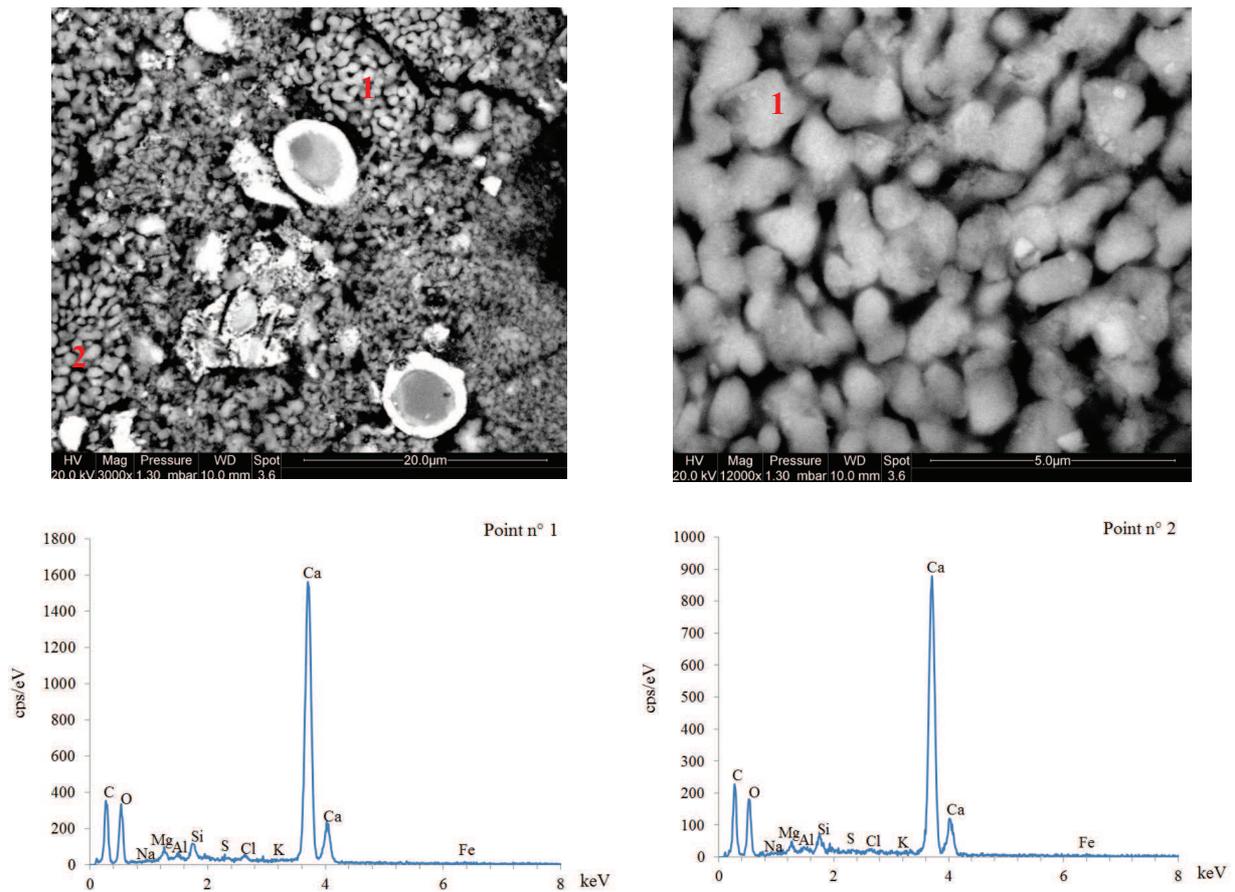


Figure 3-14 : Analyse au MEB des fines BA-T-1000 en mode électron rétrodiffusé couplée d'une analyse par EDS

Les images représentent des zones aléatoires des fines BA-T et RB-T. Pour les fines BA-T, le grossissement à 300x ne permet pas de distinguer précisément les particules de chaux vive. Aussi, nous avons décidé d'accroître le grossissement à 3000x puis 12000x pour arriver à détecter et analyser cette phase minéralogique. Les particules repérées sur la Figure 3-14 sont micrométriques et de forme arrondies. Les spectres EDS confirment bien la nature chimique de cette phase car le calcium et l'oxygène sont les deux éléments chimiques majoritaires (Figure 3-14).

Chapitre 3 : Résultats et analyses : caractérisation des matériaux d'étude

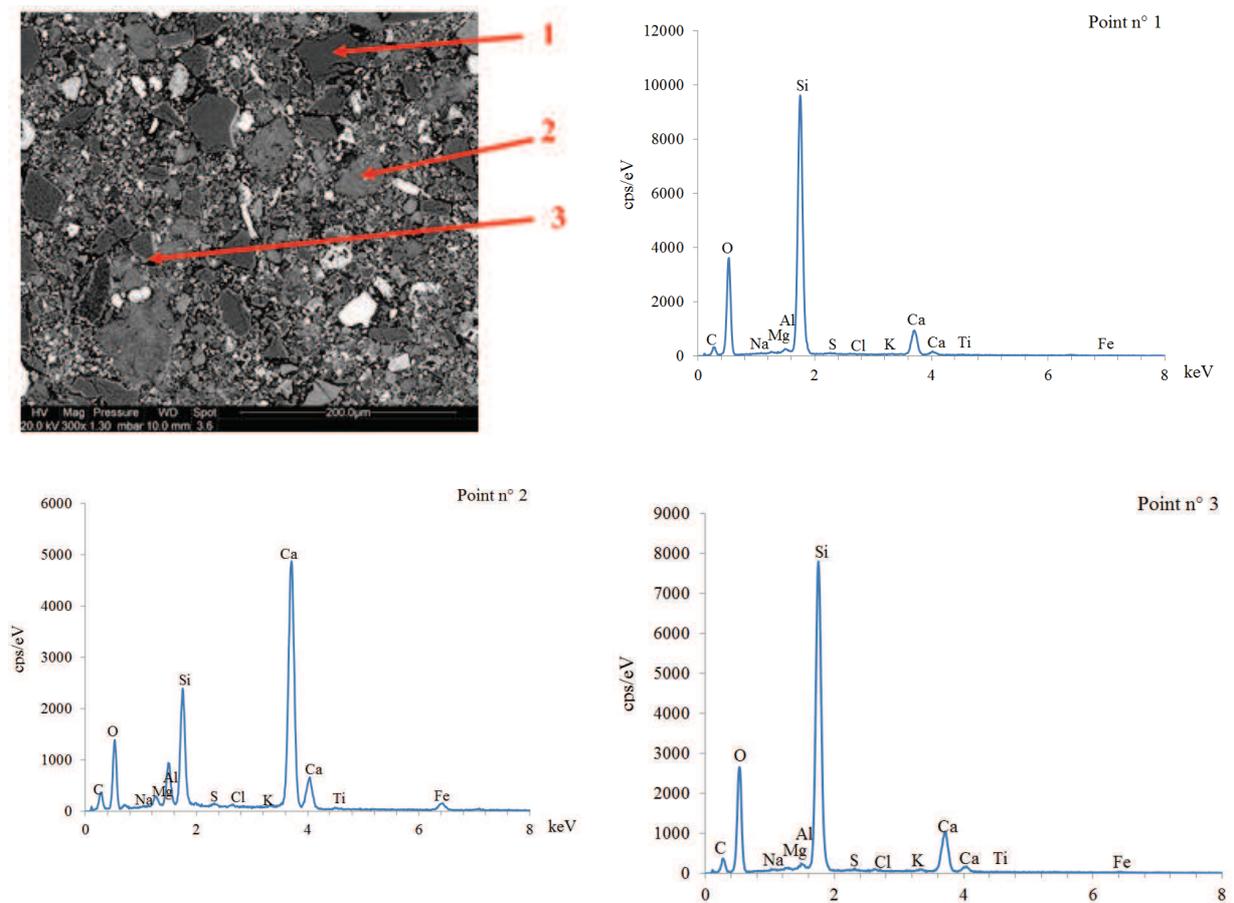


Figure 3-15 : Analyse au MEB des fines RB-T-900 en mode électron rétrodiffusé couplée d'une analyse par EDS

Par ailleurs, pour les fines RB-T-900 (Figure 3-15), nous n'avons pas pu isoler la chaux vive et comme pour le cas précédent ni même l'aluminate de calcium. La quantité disponible, la taille des particules et la complexité multiphasique de ces fines expliquent probablement notre difficulté. Par contre, comme le révèlent les spectres EDS de la Figure 3-15, il y a bien présence de silicate de calcium et de grains de silice.

3.4. Pouvoir hydraulique des fines BA/RB-NT/T

3.4.1. Réactivité résiduelle des fines BA/RB-NT

3.4.1.1 Réactivité hydraulique investiguée par microcalorimétrie

Lors de la caractérisation, nous avons constaté que les fines BA/RB-NT possédaient des particules de ciment anhydre, estimées à 1,7% pour les fines BA-NT et 1,86% pour les fines RB-NT. La présence de ciment anhydre est intéressante en vue d'une valorisation dans les matériaux cimentaires. C'est à travers des essais de micro calorimétrie et la mesure de la quantité de chaleur dégagée par une éventuelle hydratation que nous avons étudié l'influence du ciment anhydre résiduel sur la réactivité hydraulique des fines BA/RB-NT.

Aussi, sur la Figure 3-16, sont présentées les quantités de chaleur cumulées dégagées par le ciment CEM I 52,5N et les deux fines BA/RB-NT, rapportées à la masse sèche de matériaux.

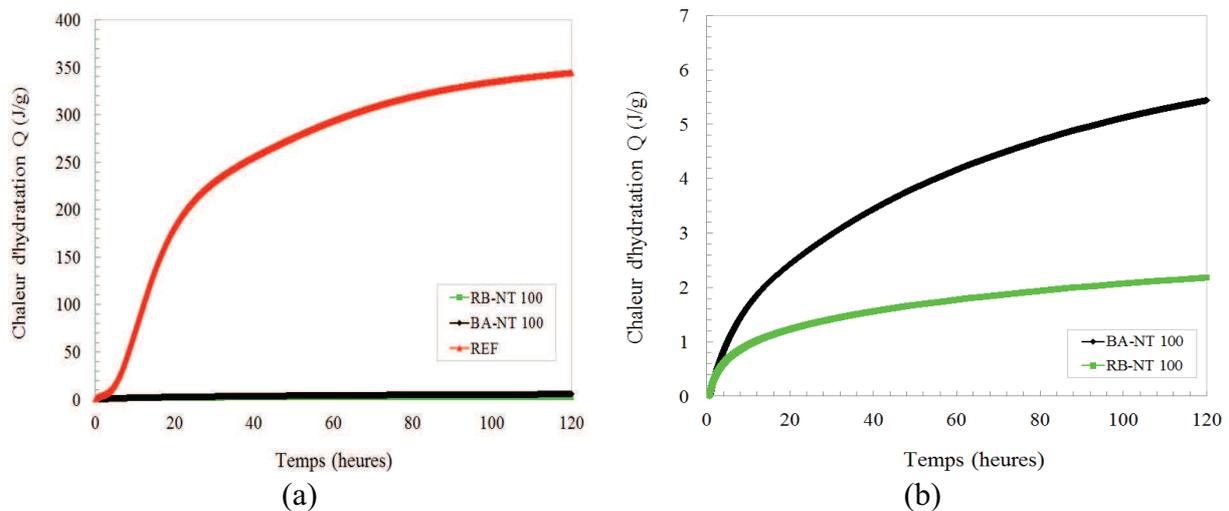


Figure 3-16 : Chaleur d'hydratation en fonction du temps pour les fines BA-NT et RB-NT et le ciment CEM I 52,5.

La quantité totale de chaleur dégagée est non nulle pour les fines BA-NT et RB-NT avec respectivement 6 J/g et 2 J/g contre 350 J/g pour le CEM I. Il est intéressant de noter que la quantité de chaleur dégagée par les fines BA-NT ramenée à celle du ciment est égale à la teneur en ciment anhydre de ces fines déterminées avec les autres méthodes ($1,7\% = 6/350$). On peut supposer à travers ce résultat que toutes les particules de ciment anhydre résiduel

Chapitre 3 : Résultats et analyses : caractérisation des matériaux d'étude

sont de nouveau accessibles à l'eau et réactives. La méthode de fabrication des fines semble donc suffisamment efficace pour libérer les particules de leur gangue cimentaire.

En revanche, dans le cas des fines RB-NT, le ratio entre leur quantité de chaleur sur celle du ciment est inférieure à la teneur trouvée par imagerie MEB : $2/350 = 0,57\%$, contre $1,86\%$. Nous avons néanmoins nuancé la valeur de teneur en ciment trouvée avec le MEB (§3.2.2.2).

En outre, rapporter la quantité de chaleur dégagée par les fines à celle du ciment est sans doute approximatif. En effet, la chaleur maximale que peut dégager un ciment CEM I 52,5 est plutôt de l'ordre de 500 J par gramme de ciment pour une hydratation complète (estimation à partir de la composition minéralogique). On peut s'interroger sur la quantité de chaleur du ciment à prendre pour estimer la teneur en ciment des fines (350 ou 500J ?). Par ailleurs, si le ciment des fines BA-NT est bien un ciment CEM I 52,5, nous n'avons aucune donnée sur le ou les ciments anhydres contenus dans les fines RB-NT.

Malgré ces réserves, la microcalorimétrie apparaît comme une technique pertinente pour évaluer la réactivité de fines de béton concassé. On peut conclure ici que la réactivité hydraulique de nos fines est faible.

3.4.1.2 Réactivité électrocinétique par Potentiel Zeta

La réactivité de nos matériaux a également été investiguée au moyen de mesures du potentiel Zeta dont l'objectif est de quantifier la charge de surface portée par les fines (voir chapitre 2). Le matériel à notre disposition ne permettant pas de tester des poudres, nous avons fait les essais sur des échantillons de granulométrie plus grossier. Cette étude a été menée principalement à titre exploratoire de la zétamétrie.

Afin de caractériser l'influence de la taille d'échantillon sur le comportement électrocinétique des matériaux étudiés, nous avons utilisé trois types d'échantillons, décrits dans le chapitre 2 (§ 2.4.1.5). Sur les figures suivantes, on trouvera l'évolution du potentiel zéta des matériaux en fonction du temps (pour une solution saline de NaCl 0,001 M) et l'évolution du potentiel électrique mesuré en fonction de la pression d'injection. Le potentiel Zéta est obtenu après une série de mesures par palier de pression, durant une période d'environ deux heures, jusqu'à ce que la pente E (champs électrique)/ P (pression) soit stable.

Chapitre 3 : Résultats et analyses : caractérisation des matériaux d'étude

A partir des résultats de la Figure 3-17 concernant les échantillons de béton APPLET, nous pouvons noter les points suivants :

- Le potentiel zêta (ζ_p) diminue pendant l'essai. Pour l'échantillon de granulats APPLET (de taille T2 : 2,5/5 mm) il est d'abord positif mais devient rapidement négatif (après 30 min). Ces mesures confirment les résultats de la littérature [116] [154].
- Les valeurs de potentiels Zeta pour l'ensemble des matériaux sont différentes de zéro ($\zeta_p \neq 0$). Cela montre la réactivité de surface des particules des matériaux. Nous avons obtenu des résultats négatifs à la fin de l'essai entre -11 et -13 mV : les particules ne sont pas neutres électriquement et se repoussent.
- Les granulats APPLET de taille T3 : 5/10 mm contenant beaucoup de calcaire (cf résultats ATG) présentent un potentiel zêta plus faible (-16,5 mV) comparés aux échantillons étudiés (Annexe B.5). On peut émettre l'hypothèse que la différence de tailles de particules (T1, T2, T3) n'a pas d'effet sur la réactivité électrique des matériaux étudiés.

On retrouve la même tendance pour les échantillons de Récybéton (Figure 3-18). Nous avons trouvé au final des potentiels zeta négatifs (-12 à -16 mV) alors qu'en début de mesure le potentiel zêta avaient parfois des valeurs positives autour de + 15 mV avant la stabilisation de la solution. Ceci nous permet de noter que la présence de charge de surface des fines confirme la présence d'un potentiel d'hydraulicité des matériaux testés.

La détermination du potentiel zétamétrique sur des particules granulaires en contact avec un électrolyte se heurte à de nombreuses difficultés selon le travail de Paumier [163]. Le potentiel zétamétrique est une mesure faite sur l'ensemble du matériau qui intègre donc en une seule valeur le contact du fluide avec toutes les particules. L'utilisation de la zétamétrie sur des matériaux de taille micrométrique est de ce fait encore peu développée. Il semble pourtant être un bon indicateur des potentialités d'interaction entre particules (floculation) pour les composés cimentaires. Il serait intéressant de confirmer ces valeurs à travers d'autres mesures, faites par exemple sur des plaques de mortier fabriquées avec les fines.

Chapitre 3 : Résultats et analyses : caractérisation des matériaux d'étude

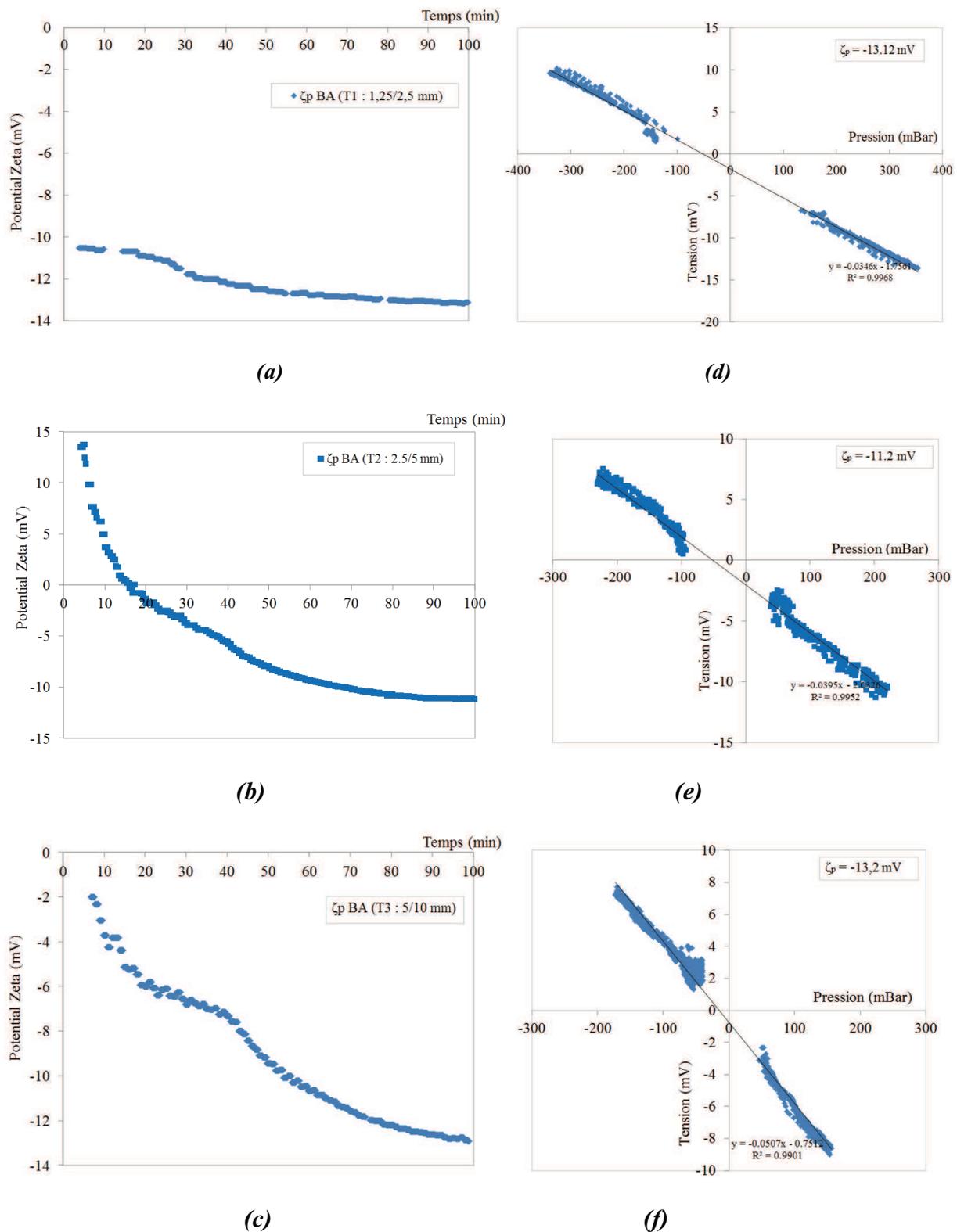


Figure 3-17 : Potentiel zêta des granulats BA (T1 : 1,25/2,5 mm) en fonction du temps (a) ; BA (T2 : 2,5/5 mm) (b) ; BA (T3 : 5/10 mm) (c) ; Evolution du potentiel d'écoulement en fonction de la pression des granulats BA (T1 : 1,25/2,5 mm) (d) ; BA (T2 : 2,5/5 mm) (e) ; BA-NT (T3 : 5/10 mm) (f)

Chapitre 3 : Résultats et analyses : caractérisation des matériaux d'étude

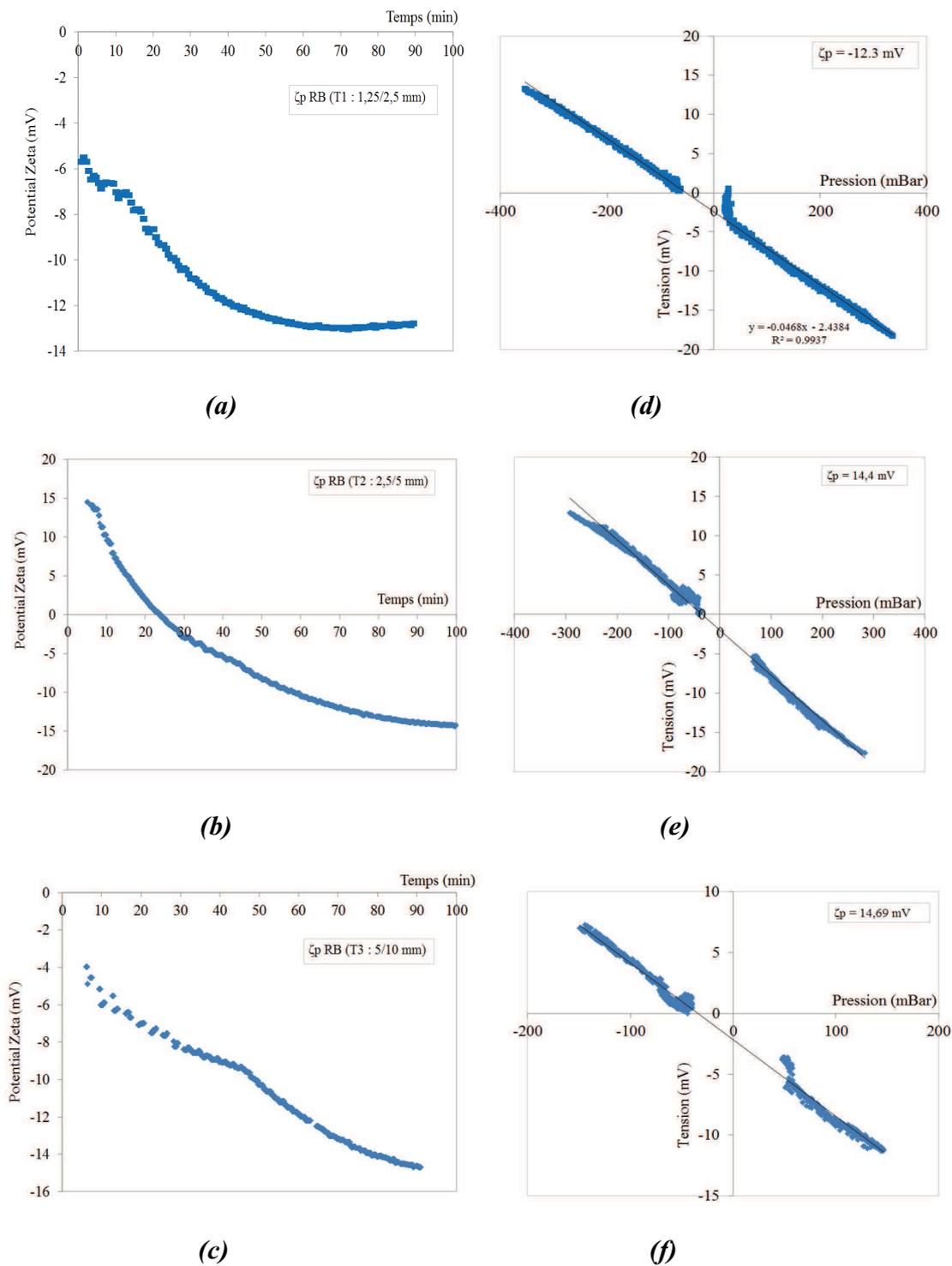


Figure 3-18 : Potentiel zêta des granulats RB (T1 : 1,25/2,5 mm) en fonction du temps (a) ; RB (T2 : 2,5/5 mm) (b) ; RB (T3 : 5/10 mm) (c) ; Evolution du potentiel d'écoulement en fonction de la pression des granulats RB (T1 : 1,25/2,5 mm) (d) ; RB (T2 : 2,5/5 mm) (e) ; RB (T3 : 5/10 mm) (f)

Chapitre 3 : Résultats et analyses : caractérisation des matériaux d'étude

3.4.2. Réactivité hydraulique des fines traitées

Les traitements thermiques réalisés à hautes températures ont modifié la nature minéralogique des fines en libérant une quantité importante de chaux libre conformément à ce que l'on attendait. L'hydratation des fines BA-T est réalisée dans le but d'identifier une éventuelle réactivité hydraulique en plus de la chaux libre (les fines RB-T n'ont pas été investiguées dans cette campagne d'essais). Ainsi, nous avons hydraté les fines BA-T avec un rapport Eau/Fines égal à 0,4. Nous les avons ensuite conservées dans des plots hermétiques. Les analyses de diffraction par rayons X et ATG ont été effectuées à 1, 14 et 35 jours. À chaque échéance, nous avons broyé et séché les pâtes à l'acétone afin de stopper l'hydratation.

Sur la Figure 3-19, sont présentés les diffractogrammes de rayon X des échantillons de fines BA-T hydratées à 1, 14 et 35 jours, comparées aux fines BA-T anhydres dans le but d'évaluer la cinétique d'hydratation de la chaux vive et de mettre en évidence une réactivité hydraulique potentielle.

Li : Lime (Chaux libre) CaO
K : Katoite $\text{Ca}_3\text{Al}_2(\text{OH})_{12}$
M : Mayenite $(\text{Ca}_{12}\text{Al}_4\text{O}_{33})$
P : Portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$

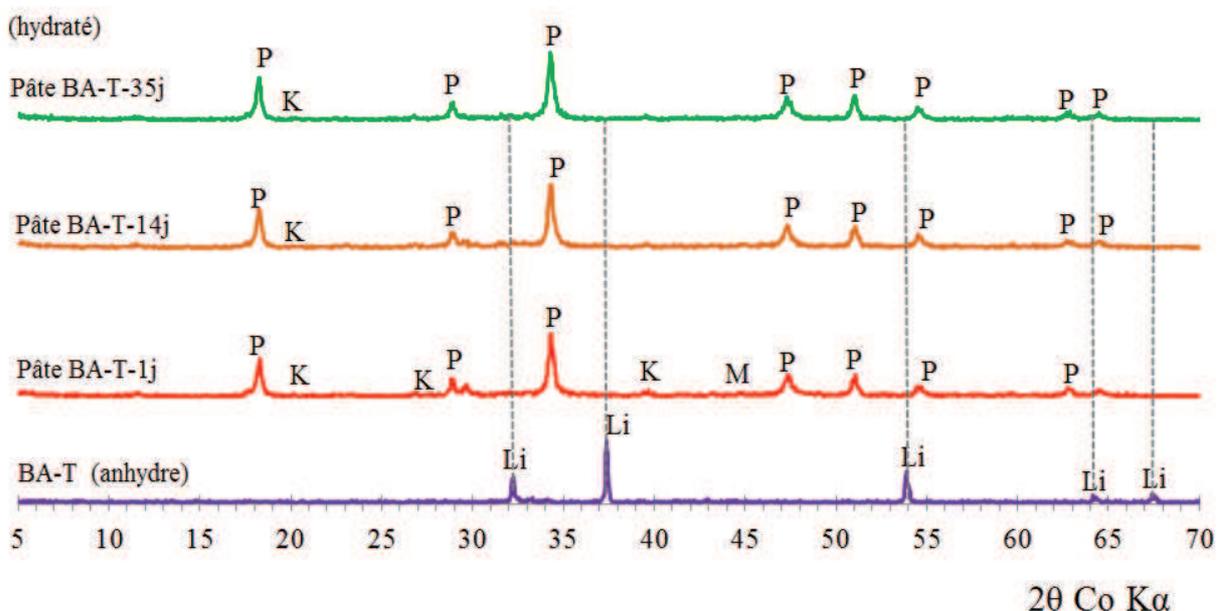


Figure 3-19 : Diffractogrammes de rayons X des fines BA-T anhydres et hydratées à 1, 14 et 35 jours comparées aux mêmes fines anhydres

Chapitre 3 : Résultats et analyses : caractérisation des matériaux d'étude

Ces quatre diffractogrammes mettent en évidence deux réactions principales intervenant durant la cure du BA-T. Comme attendu, la chaux libre s'est hydratée au cours des 24 premières heures pour former de la Portlandite puisqu'aucun pic caractéristique de CaO n'est encore visible à cette échéance. On observe aussi le pic principal de calcite même s'il reste de faible intensité. Il est difficile au regard de ces trois diffractogrammes de pâtes hydratées de déceler une éventuelle activité hydraulique.

L'ATG est plus sensible puisque l'on aperçoit, sur la Figure 3-20, des pertes de masse significatives entre la température ambiante et 400°C. Les pertes de masse enregistrées jusqu'à 145°C peuvent être attribuées à l'évaporation de l'eau libre. On note la présence plus importante d'eau libre à un jour de cure. A cette échéance, l'eau ne s'est que très partiellement évaporée et est chimiquement liée aux hydrates. Au-delà de 145°C et jusqu'à 520 °C, les courbes DTG se superposent bien. On suppose que des hydrates se sont formés dès les premières 24h comme le montrent les diffractogrammes. Cependant, hormis la Portlandite, une incertitude demeure sur la nature des hydrates formés. Autre fait remarquable, les pertes de masses liées à la décarbonatation sont plus élevées à 14 et 35 jours. Malgré une conservation dans des pots hermétiques, nos échantillons se sont partiellement carbonatés.

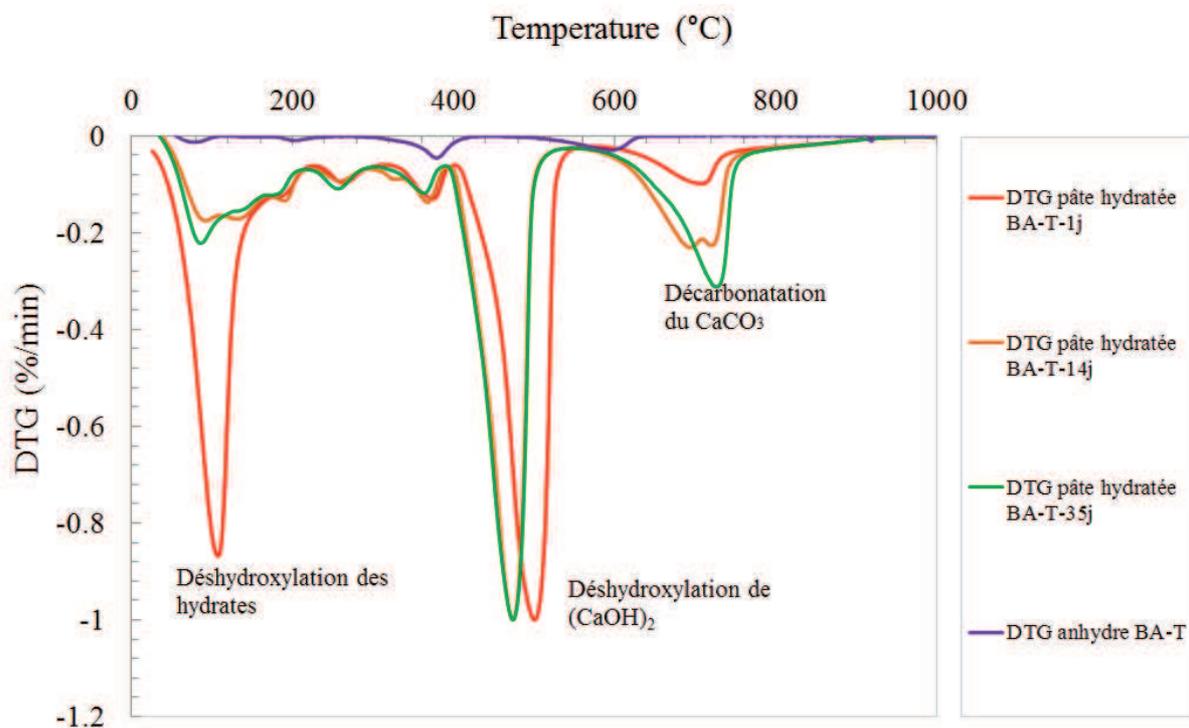


Figure 3-20 : Courbes DTG des fines BA-T anhydres et hydratées à 1, 14 et 35 jours

Chapitre 3 : Résultats et analyses : caractérisation des matériaux d'étude

À partir des proportions de Portlandite CH et de calcite CaCO_3 déterminées par ATG, nous avons souhaité calculer la teneur en chaux libre consommée ΔCaO et la comparer avec la teneur en chaux libre initiale (égale à 66,1%), selon l'équation 3.8 :

$$\Delta\text{CaO} = \left[\left(\frac{\text{CH} \times M_{\text{CaO}}}{M_{\text{CH}}} \right) + \left(\frac{\text{CaCO}_3 \times M_{\text{CaO}}}{M_{\text{CaCO}_3}} \right) \right] \quad (3.8)$$

Où :

ΔCaO est la chaux libre (%) consommée par l'hydratation de CH et de CaCO_3 ; CH la proportion de portlandite mesurée par ATG dans les pâtes hydratées ; CaCO_3 la proportion de calcite mesurée par ATG ; M_{CaO} la masse molaire de l'oxyde de calcium (g/mol) ; M_{CH} la masse molaire de la Portlandite (g/mol) et M_{CaCO_3} la masse molaire de la calcite (g/mol).

Les résultats de cette démarche sont présentés dans le Tableau 3-10 :

	CH%	CaCO ₃ %	ΔCaO (%)
BA-T-1j	51,1	4,1	41,0
BA-T-14j	47,9	12,23	43,1
BA-T-35j	48,2	12,1	43,2

Tableau 3-10 : Chaux libre consommée dans les pâtes de fines BA-T hydratées

On constate que la quantité de chaux libre consommée augmente en fonction du temps sans pour autant atteindre la quantité initialement présente de 66,1%. Compte tenu des diffractogrammes marquant l'absence de pics de CaO libre, il est probable que celle-ci se soit combinée avec d'autres éléments pour former des hydrates plus difficilement quantifiables (par exemple des CSH). On constate aussi une diminution de la proportion de CH en fonction du temps et inversement pour la calcite. Malgré nos précautions de conditionnement, ces résultats confirment ce que nous avançons précédemment à savoir une carbonatation de nos pâtes.

Chapitre 3 : Résultats et analyses : caractérisation des matériaux d'étude

3.5. Potentiel de valorisation et conclusion

Ce chapitre 3 avait pour but de caractériser les fines BA/RB-NT/T afin de mettre en évidence un potentiel de valorisation pour deux applications, l'une sous forme d'additions minérales (chapitre 4) et l'autre sous forme de liants hydrauliques routiers (chapitre 5). Nous avons basé notre étude expérimentale sur la caractérisation des fines BA-NT aux origines connues afin d'étendre notre méthodologie à une fine classique, les fines RB-NT issues du granulat recyclé 0/4 RECYBÉTON. Si notre méthode de concassage et criblage n'affecte pas la représentativité des fines, il est difficile en l'état actuel de qualifier et de quantifier avec certitude, les constituants contenus dans les fines RB-NT. La nature de ce type de matériau est plus complexe qu'un béton même si ces fines RB-NT contiennent plus de 80% de matériaux cimentaires. Toutefois, nous avons mis en évidence que les deux fines BA/RB-NT présentaient un potentiel de réactivité hydraulique grâce à la présence de ciment anhydre. L'opération mécanique s'avère efficace pour libérer ces particules et les rendre accessibles à l'eau puisque les chaleurs d'hydratation mesurées par des essais de micro calorimétrie sont proportionnelles à la quantité de ciment anhydre résiduel contenu dans les fines.

Les fines BA/RB-NT sont des matériaux riches en carbonates de calcium. Nous avons exploité cette caractéristique en les traitant par voie thermique afin de libérer de la chaux vive (CaO). Après de multiples essais à différentes températures, les fines traitées contiennent jusqu'à 66% de CaO pour les fines BA-T et 33% pour les fines RB-NT. Cette quantité est très intéressante dans la mesure où la chaux vive peut servir d'activateur pour des liants hydrauliques latents ou bien de stabilisateur dans le cas des traitements de sol. En revanche, nous ne pouvons pas confirmer avec certitude si les traitements thermiques ont favorisé la formation d'autres phases minérales potentiellement réactives.

Enfin, nous avons montré que les quantités lixiviées des principaux éléments-trace métalliques, métalloïdes et anioniques respectaient d'une manière générale, les seuils d'acceptabilité pour les déchets inertes. Ce résultat est intéressant puisque les finesses de ces matériaux sont très grandes et que les surfaces d'échanges sont importants.

Chapitre 4

Fabrication d'une addition minérale à base de fines BA/RB-NT

Chapitre 4

Fabrication d'une addition minérale à base de fines BA/RB-NT

4.1. INTRODUCTION.....	127
4.2. FORMULATION DES MORTIERS A BASE DE FINES ET METHODES DE CARACTERISATION	128
4.2.1 COMPOSITION DES MORTIERS ETUDIES	128
4.2.2 METHODES DE CARACTERISATION DES MORTIERS ETUDIES.....	130
4.3. RESULTATS ET DISCUSSION	135
4.3.1. INFLUENCE DES FINES SUR LA RHEOLOGIE DES MORTIERS.....	135
4.3.2 INFLUENCE DES FINES SUR L'HYDRATATION DU CIMENT	138
4.3.3. INFLUENCE DES FINES SUR LA RESISTANCE DES MORTIERS.....	144
4.3.4. INFLUENCE DES FINES SUR LA DURABILITE DES MORTIERS	149
4.4. CONCLUSION	152

4.1. Introduction

Première voie de valorisation initiée dans le cadre de ces travaux, l'utilisation des fines comme addition minérale pour matériaux cimentaires fait l'objet, dans ce quatrième chapitre, d'une étude comparative réalisée entre les fines BA-NT issues d'un béton d'ouvrage d'art du projet APPLLET, les fines RB-NT issues de granulats recyclés du projet RECYBÉTON et un filler calcaire (FC). Il s'agit d'étudier l'influence de l'incorporation des fines BA/RB-NT en substitut du ciment sur le comportement rhéologique, mécanique et sur les propriétés de durabilité de mortiers. Pour ce faire, trois taux de substitution volumique (25, 50 et 75%) ont été réalisés et analysés à l'état frais par des mesures d'affaissement, de calorimétrie semi-adiabatique et de conductivité ionique ainsi qu'à l'état durci par des essais mécaniques en compression, de porosité à l'eau et de carbonatation naturelle en laboratoire.

Cette voie de valorisation s'expose encore aujourd'hui à un verrou normatif puisque la norme EN 206-1 ne prévoit pas dans ses textes, l'incorporation de fines issues de granulats recyclés dans les bétons, ni même n'envisage des substitutions majoritaires comme celles que nous proposons. C'est donc en nous basant sur les travaux de Younsi et Rozière [223] [176] et sur le principe de performance équivalente de la norme EN 206-1 que nous avons étudié la faisabilité d'introduire des fines comme addition minérale dans les matériaux cimentaires.

Chapitre 4 : Fabrication d'une addition minérale à base de fines BA/RB-NT

4.2. Formulation des mortiers à base de fines et méthodes de caractérisation

4.2.1 Composition des mortiers étudiés

L'étude de la substitution du ciment par des fines a été réalisée sur des mortiers contenant un sable siliceux d'étendue granulométrique 0/4 mm et un ciment CEM I 52,5N (Lafarge, La Couronne). Les propriétés physiques et chimiques du ciment sont données dans le (Tableau 4-1). Les fiches techniques sont fournies en annexe A.1.

	Proportion d'oxydes (%)									PAF (%)	Masse volumique (g/cm ³)
	CaO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SO ₃	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	CaO libre		
CEMI 52,5N La Couronne	64,8	20,5	4,5	2,0	3,4	1,5	0,8	0,1	0,6	1,0	3,12

Tableau 4-1 : Propriétés chimiques et physiques du ciment CEM I 52,5N

Pour formuler les mortiers, nous avons utilisé l'approche proposée par Khokhar et al [130] et schématisée sur la Figure 4-1. Les différentes compositions sont dérivées d'une composition de référence (Ref) ou la fraction volumique de sable est fixée à 54% (soit une fraction de pâte de 46%). Le liant du mortier « Ref » est le ciment CEM I. Son rapport massique E/C est égal à 0,6.

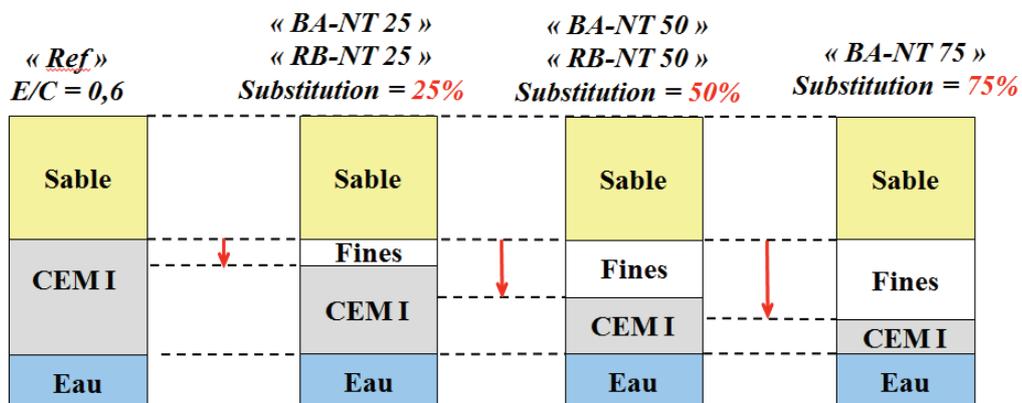


Figure 4-1 : Formulation des mortiers à base de fines « BA-NT » et « RB-NT »

Chapitre 4 : Fabrication d'une addition minérale à base de fines BA/RB-NT

Les autres compositions ont été obtenues en remplaçant un certain volume de ciment par un même volume de fines. Pour toutes les compositions, les fractions volumiques de pâte et d'eau ont été gardées identiques. Trois taux de substitution du ciment par les fines BA-NT ont été utilisés : 25, 50 et 75%. Dans le cas des fines RB-NT, seuls deux taux de substitution ont été utilisés : 25 et 50% (pour les essais de calorimétrie et de conductimétrie ionique, des mortiers à 75% de fines RB-NT ont tout de même été testés).

Nous avons choisi de comparer les mortiers contenant les fines à des mortiers formulés avec un filler calcaire FC (SAMIN), c'est-à-dire une addition minérale pour béton conforme à la norme NF EN 206-1. Ce filler contient 97% de CaCO_3 (§ Annexe A.10). Trois autres compositions ont donc été étudiées, pour des taux de substitution de 25, 50 et 75% du ciment par le filler. On considère que la porosité accessible à l'eau est négligeable et donc que la masse volumique absolue est équivalente ou proche de la masse volumique réelle, comme nous l'avons précédemment exposé dans le chapitre 3 (cf. 3.2.1).

Toutes les compositions de mortier sont présentées dans le ; $C = \text{Ciment}$; $E = \text{Eau efficace}$

Tableau 4-2. Les mortiers ont été préparés avec un malaxage conforme à la norme NF EN 196-6 [22].

	Ref	BA-NT			RB-NT		Filler calcaire (FC)		
		0,25	0,5	0,75	0,25	0,5	0,25	0,5	0,75
Sable 0/4 (kg/m^3)	1431	1431	1431	1431	1431	1431	1431	1431	1431
Ciment (kg/m^3)	499	374	249	125	374	249	374	249	125
Addition (kg/m^3)	0	99	197	296	87	174	109	219	328
Eau efficace (kg/m^3)	299	299	299	299	299	299	299	299	299
E/C	0,60	0,80	1,20	2,40	0,80	1,2	0,80	1,20	2,40
E/(A+C)	0,60	0,63	0,67	0,71	0,65	0,71	0,62	0,64	0,66
Affaissement (cm)	6,1	8,5	8,3	8,0	7,9	8,4	6,9	7,5	8,1
f_c 2j (MPa)	26,6	24,8	10,7	2,5	18,6	9,5	20,7	10,7	1,0
f_c 7j (MPa)	36,9	32,7	14,0	5,7	26,1	14,2	30,3	14,8	3,5
f_c 28j (MPa)	45,8	38,4	16,4	4,2	33,0	18,3	34,6	18,1	4,4
f_c 90j (MPa)	52,0	38,7	17,3	4,6	41,6	19,2	37,9	21,6	4,5

$A = \text{Addition minérale} : \text{BA-NT}, \text{RB-NT}$ ou filler calcaire (FC) ; $C = \text{Ciment}$; $E = \text{Eau efficace}$

Tableau 4-2: Compositions et propriétés des mortiers étudiés

Chapitre 4 : Fabrication d'une addition minérale à base de fines BA/RB-NT

4.2.2 Méthodes de caractérisation des mortiers étudiés

4.2.2.1. Mesure de la consistance

Il s'agit de mesurer l'affaissement du mortier sous son propre poids et ainsi de définir si le matériau est plus ou moins fluide. Nous avons utilisé pour cela un « mini-cône » d'Abrams (h=150 mm, d=100 mm) placé sur une plaque de marbre.

Ces deux équipements sont d'abord humidifiés avec une éponge. Le mini-cône est rempli de mortier en trois couches successives, tassées à raison de 25 coups par couche, avec une tige de piquage en acier, arrondie à son extrémité et d'un diamètre de 5 mm. La tige sert ensuite à araser le mortier. Nous soulevons enfin le mini-cône délicatement et mesurons l'affaissement du mortier. Cet essai est très pratique et donne une bonne indication de la rhéologie du matériau à l'état frais, car l'affaissement est bien corrélé au seuil de cisaillement du matériau [183] [218].

4.2.2.2. Mesure de la résistance en compression

Pour mesurer la résistance en compression, nous avons suivi la norme NF EN 196-1 [16]. Plusieurs moules de dimensions 40 x 40 x 160 mm sont remplis de mortiers ayant différentes compositions comme indiqué dans la partie précédente (§ 4.2.1).

Les mortiers sont introduits en deux couches successives dans les moules qui sont placés sur une table de vibration durant 30 secondes par couche. Cette procédure permet d'enlever les éventuelles bulles d'air et de compacter le mortier. Les éprouvettes sont arasées et placées dans une salle humide, après avoir été recouvertes d'une protection afin d'éviter le séchage de la surface (film plastique). Les éprouvettes sont démoulées à 24 h et conservées sous l'eau à une température de $20 \pm 2^\circ\text{C}$ pendant toute la durée de la cure (2, 7, 28 et 90 jours) (Figure 4-2.b). À chaque échéance, deux éprouvettes sont testées en flexion (chargement jusqu'à 10kN avec une vitesse de mise en charge de $50\text{N/s} \pm 10 \text{N/s}$) et les quatre demi-éprouvettes ainsi obtenus sont testées en compression (chargement jusqu'à 150 kN avec une vitesse de mise en charge de $2400 \text{N/s} \pm 200 \text{N/s}$).

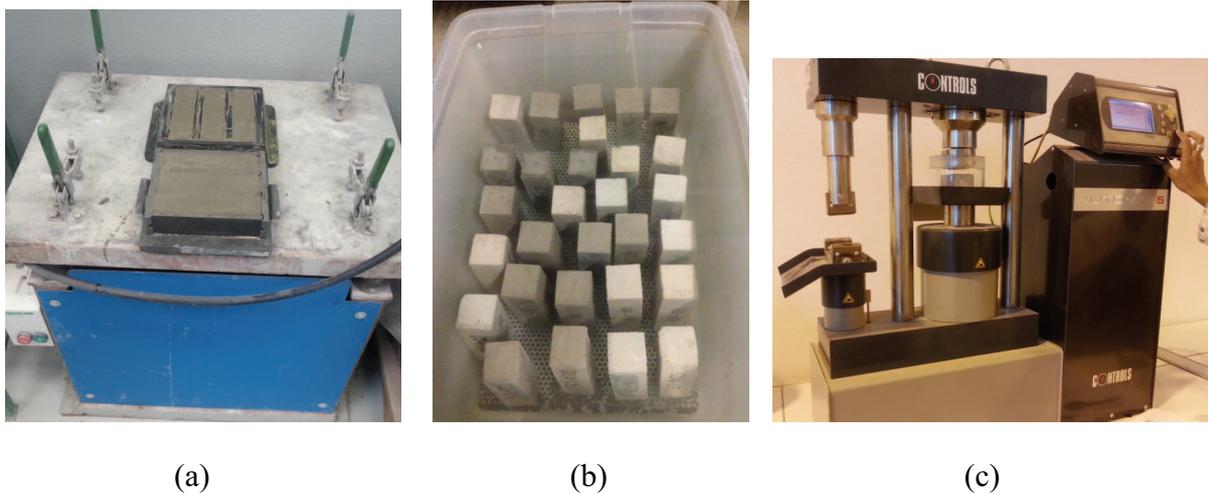


Figure 4-2 : Fabrication des éprouvettes (a) ; conservation des éprouvettes dans l'eau (b) ; dispositif de mesure de la résistance en compression et en flexion (c)

4.2.2.3. Essai de calorimétrie semi-adiabatique Langavant

La mesure de la chaleur dégagée pendant l'hydratation des liants hydrauliques est un moyen pratique de suivre et de quantifier la cinétique d'hydratation. La calorimétrie semi-adiabatique a pour but de déterminer la quantité de chaleur dégagée par l'hydratation des matériaux cimentaires (ciment et mélange binaire de ciment + fines). Pour cet essai, nous utilisons un calorimètre Langavant de type CERILH NF EN 196-9 [17]. Le principe de la méthode semi-adiabatique consiste à introduire un échantillon de mortier normalisé NF EN 196-1 [16], fraîchement préparé dans un calorimètre afin de déterminer, d'après l'évolution de la température au cours du temps, la quantité de chaleur dégagée. À une échéance donnée, la chaleur d'hydratation (Q exprimée en J/g de ciment) du ciment contenu dans l'échantillon est égale à la somme de la chaleur accumulée dans le calorimètre et de la chaleur dissipée vers le milieu ambiant pendant toute la durée de l'essai. Le flux de chaleur d'hydratation est exprimé en J/g.h. Les mesures d'essai se déroulent pendant 5 jours (Figure 4-3) dans une salle maintenue en température à $20^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$.



Figure 4-3 : Calorimétrie semi-adiabatique Langavant

4.2.2.4. Essais de conductivité ionique

La mesure de conductivité ionique est une méthode classique pour suivre la réactivité d'un liant hydraulique. Lors de notre étude, cette technique a été utilisée pour déterminer l'influence de l'addition des fines sur la cinétique d'hydratation du ciment.

Pour cet essai, nous avons utilisé l'appareil CDM 210 de MeterLab, fourni par Radiometer Copenhagen. Il est équipé d'une sonde à deux pôles en platine et raccordé à une centrale d'acquisition. L'étalonnage de la sonde (constante de cellule $k=0,979 \text{ cm}^{-1}$) a été réalisée avec une solution étalon de conductivité $1413 \mu\text{S/cm}$. Les expériences ont été conduites sur des suspensions avec un rapport eau/liant égal à 4 (masse du liant = 75 g et masse d'eau = 300 g). Ce rapport eau/liant a été proposé par Vernet [213] pour garantir une bonne reproductibilité de l'essai. La conductivité d'une solution étant fonction de la température, les essais ont été réalisés dans une cellule plongée dans un bain thermostaté à $25 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ (Figure 4-4).



Figure 4-4: Vue du dispositif de conductimétrie ionique.

Chapitre 4 : Fabrication d'une addition minérale à base de fines BA/RB-NT

4.2.2.5. Indicateurs de durabilité

4.2.2.5.1. Mesure de la porosité accessibilité à l'eau

La mesure de la porosité permet de quantifier le volume des pores accessibles à l'eau qui sont les pores représentant la porosité capillaire. Sa mesure est un des paramètres qui permet de caractériser le réseau poreux des bétons testés. Pour cette étude, nous avons suivi les recommandations de la norme NF P 18-459 [21]. Après fabrication, les éprouvettes prismatiques de mortier 40 x 40 x 160 mm sont conservées dans l'eau. À l'âge de 28 jours, des échantillons (de section 40 x 40 mm pour une épaisseur d'environ 10 mm) sont obtenus par sciage des prismes. On place ensuite ces échantillons dans un dessiccateur afin de réaliser la saturation sous vide, à la pression de vapeur saturante à 20°C, c'est-à-dire 25 mbars (Figure 4-5) pendant 48 heures. Les échantillons sont ensuite passés à l'étuve à 105°C jusqu'à stabilisation de la masse.

On calcule les porosités accessibles à l'eau du mortier en appliquant la équation suivante :

$$\varepsilon_{eau} = \frac{m_{éch.sat.} - m_{éch.sec.}}{\rho_{eau} V_{éch}} 100 \quad (4.1)$$

avec : ε_{eau} (%) est la porosité accessible à l'eau de l'échantillon de mortier ; $m_{éch.sat.}$ (kg) est la masse de l'échantillon saturé sous vide ; $m_{éch.sec.}$ (kg) est la masse de l'échantillon sec après étuvage ; ρ_{eau} (kg/m³) est la masse volumique de l'eau ; $V_{éch}$ (m³) est le volume total de l'échantillon obtenu par pesée hydrostatique.

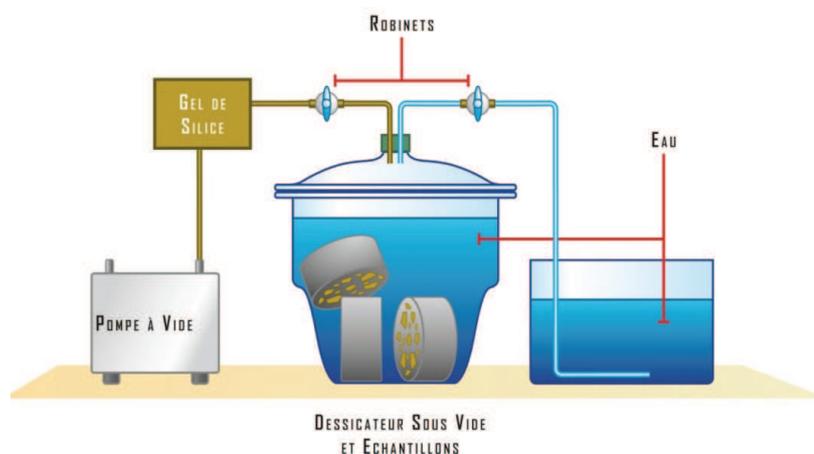


Figure 4-5 : Schéma de la mesure d'essai de porosité accessible à l'eau [203]

Chapitre 4 : Fabrication d'une addition minérale à base de fines BA/RB-NT

4.2.2.5.2. Essai de carbonatation des mortiers en conditions naturelles de laboratoire

La carbonatation est l'agression extérieure la plus courante des ouvrages en béton armé. Le CO_2 de l'air ambiant se diffuse progressivement dans la porosité du matériau où il réagit, après dissolution dans l'eau interstitielle, avec les hydrates en présence ($\text{Ca}(\text{OH})_2$, CSH). La matrice cimentaire s'en trouve acidifiée et les armatures dépassivées. La carbonatation provoque donc le risque de corrosion des structures. Le phénomène est assez lent : sa cinétique est proportionnelle à la racine carrée du temps (le coefficient de proportionnalité dépend bien sûr de la composition du béton).

Pour évaluer la résistance à la carbonatation des bétons, il existe un essai accéléré faisant l'objet d'une norme française (XP P18-458). Néanmoins, ce protocole ne fait pas consensus. D'abord, la concentration en CO_2 utilisée (50%) est très élevée par rapport à la concentration de l'air (généralement inférieure à 0,05%). Ensuite, le pré-conditionnement qui consiste à étuver les échantillons à 45°C pendant 14 jours a tendance à trop assécher le matériau, rendant paradoxalement la carbonatation impossible, comme nous l'avons montré dans le travail de Turcry et al., [207].

Pour réaliser notre étude, nous avons fait le choix d'une expérimentation en carbonatation « naturelle » en laboratoire. Des éprouvettes de dimensions 40 x 40 x 160 mm ont été placées dans l'eau pendant 90 jours. À l'issue de cette cure « idéale », elles ont été conservées dans une salle climatisée assurant une température moyenne de 20°C ($\pm 2^\circ$), avec une humidité relative (HR) entre 30 et 70 % (Figure 4-6). Les extrémités des éprouvettes (40 x 40 mm) ont été recouvertes par de l'aluminium adhésif afin d'imposer un séchage et une diffusion de CO_2 dans le sens radial. La profondeur de carbonatation a été mesurée à l'aide d'un indicateur de pH (phénolphthaléine) pulvérisé sur la section des éprouvettes obtenue par sciage à mi-hauteur. La pulvérisation de phénolphthaléine sur les mortiers produit une tache violette lorsque le pH est supérieur à 9. La zone exposée avec un pH inférieur à 9 (où a lieu la carbonatation) reste incolore. Des mesures ont été réalisées aux échéances de 90 et 450 jours.



Figure 4-6 : Eprouvettes prismatiques de mortier 40 x 40 x 160 mm en cours de carbonatation dans la salle climatisée

4.3. Résultats et discussion

4.3.1. Influence des fines sur la rhéologie des mortiers

D'après la Figure 4-7, on constate que la consistance des mortiers à base de fines **RB-NT** et **BA-NT** ou **FC** est plus plastique, comparée à celle du mortier de référence, quelle que soit la substitution volumique. Ce résultat peut paraître, à premier vue, surprenant sachant que la finesse Blaine des additions testées est supérieure à celle du ciment (§ 3.2.1).

Chapitre 4 : Fabrication d'une addition minérale à base de fines BA/RB-NT

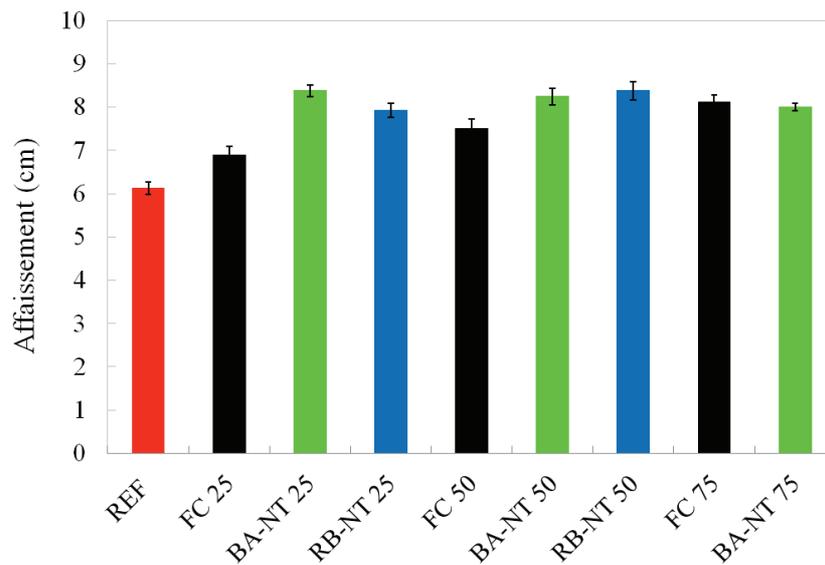


Figure 4-7 : Affaissements des mortiers étudiés

Pour mieux comprendre ces résultats, nous avons mesuré la demande en eau des poudres seules, à l'aide de la méthode proposée par Sedran [183], décrite au chapitre 2 (cf 2.4.1.4). Pour rappel, cette méthode consiste à déterminer la quantité d'eau nécessaire pour atteindre une certaine consistance. Les résultats moyennés de trois essais de demande en eau réalisés sur le ciment CEM I, le FC et les fines BA/RB-NT sont présentés dans le Tableau 4-3 :

	Matière sèche (Ms) (g)	Masse eau (Me) (g)	Me/Ms (-)	Ve/Vs (-)	Compacité (-)
CEM I	350	89,2	0,25	0,80	0,56
FC	350	67,1	0,19	0,52	0,66
BA-NT	350	88,1	0,25	0,62	0,62
RB-NT	350	105,1	0,30	0,70	0,59

Tableau 4-3 : Demande en eau et compacité du CEM I, du FC et des fines BA-NT et RB-NT

La demande en eau, rapport du volume d'eau sur le volume de solide (Ve/Vs), permet de calculer la compacité de la poudre pour l'énergie de compactage correspondant à la procédure de l'essai (on suppose que l'eau sature toute la porosité inter-granulaire). Cette donnée est intéressante car la consistance d'une pâte, mélange de poudre et d'eau, dépend de la compacité du mélange granulaire, comme l'illustre la Figure 4-8.

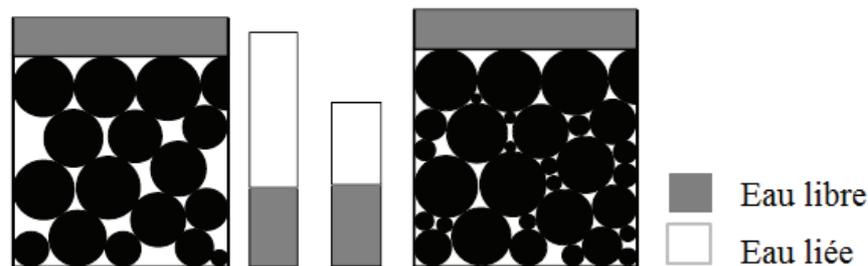


Figure 4-8 : Rôle de l'eau dans une pâte : influence de la compacité du mélange granulaire, à droite mélange lâche et à gauche mélange dense [183]

Dans une pâte, l'eau joue deux rôles : elle remplit la porosité du mélange granulaire (« eau liée ») et elle lubrifie le mélange (« eau libre ») en écartant les grains. Sur ce principe d'interprétation simple, un mélange granulaire dense aura une demande en eau faible et un affaissement élevé.

Dans le Tableau 4-3 , on remarque que les fines BA-NT et RB-NT et le FC ont une demande en eau (V_e/V_s) plus faible que celle du ciment et donc une compacité plus élevée. Sur le principe précédent, on peut donc s'attendre à avoir un affaissement plus élevé pour ces trois poudres que dans le cas du ciment (bien que leur finesse soit plus grande que celle du ciment). Les résultats sur la Figure 4-7 concernent évidemment des mélanges granulaires plus complexes, puisque constitués de trois éléments, sable, ciment et additions.

Pour aller un peu plus loin dans cette analyse, nous avons utilisé le logiciel « René LCPC » développé par De Larrard et Sedran [78]. Ce logiciel permet de calculer la compacité de mélanges granulaires. Les paramètres d'entrée de « René LCPC » sont les suivants : la masse volumique absolue (§ 2.4.1.1), la compacité propre déduite de la demande en eau (§ 2.4.1.4), la distribution granulométrique des poudres (§ 2.4.1.2), et un indice de compaction (modélisant l'énergie de compactage). Pour plus de détails sur le modèle utilisé dans « René LCPC », on pourra voir la référence [77]. En annexe B.1, est également donnée une synthèse sur le modèle.

Nous avons modélisé les empilements granulaires des mélanges du ciment et des additions pour différents taux de substitution volumique du ciment (de 0 à 100%) et un indice de compactage donné (égal à 6,7). Comme le montre la Figure 4-9, la compacité calculée des mélanges augmente avec la substitution du ciment quelle que soit les fines, RB-NT, BA-NT ou FC. On n'observe d'ailleurs pas d'optimum de compacité, comme observé en théorie pour

Chapitre 4 : Fabrication d'une addition minérale à base de fines BA/RB-NT

des mélanges binaires sans interaction selon les travaux de Rémond et Gallias [174] Cela étant, pour un mélange de ciment et de filler calcaire, Sedran ne mesure pas non plus d'optimum [183]. Dans tous les cas, le mélange à 100% est ici le plus compact.

L'évolution de la compacité calculée en fonction du taux de substitution va dans le sens des résultats obtenus sur la consistance : l'affaissement a tendance à augmenter avec le remplacement du ciment par les fines ou le filler (l'effet est certes peu marqué pour les fines BA-NT). En conclusion, on peut attribuer l'amélioration de la consistance des mortiers avec la substitution du ciment à un effet sur la compacité.

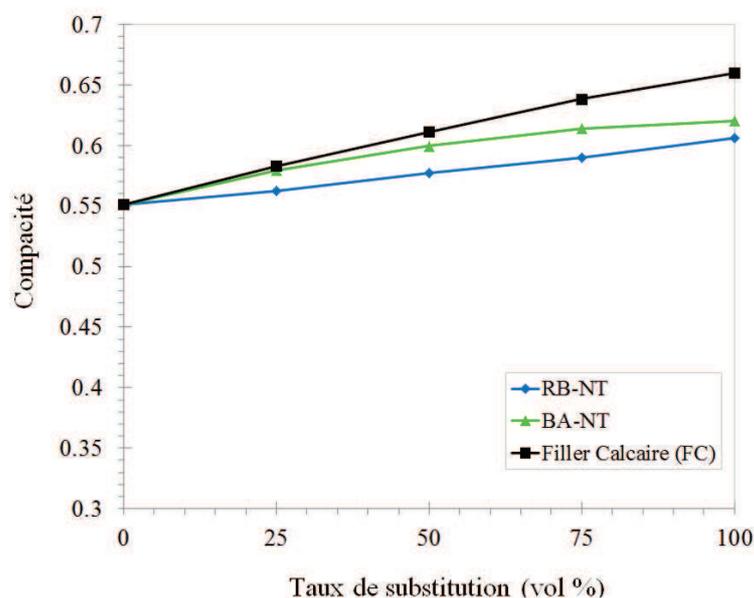


Figure 4-9 : Compacités calculées des mélanges granulaires (ciment, additions) en fonction du taux de substitution du ciment.

4.3.2 Influence des fines sur l'hydratation du ciment

4.3.2.1. Calorimétrie semi-adiabatique

Afin de mesurer l'influence des fines sur la réactivité du ciment, nous avons suivi le dégagement de chaleur des mortiers par calorimétrie semi-adiabatique Langavant [17]. La Figure 4-10 donne l'évolution du flux de chaleur Q' (J/h) rapportée à la quantité de chaleur totale mesurée à la fin des essais Q_{tot} (J).

Chapitre 4 : Fabrication d'une addition minérale à base de fines BA/RB-NT

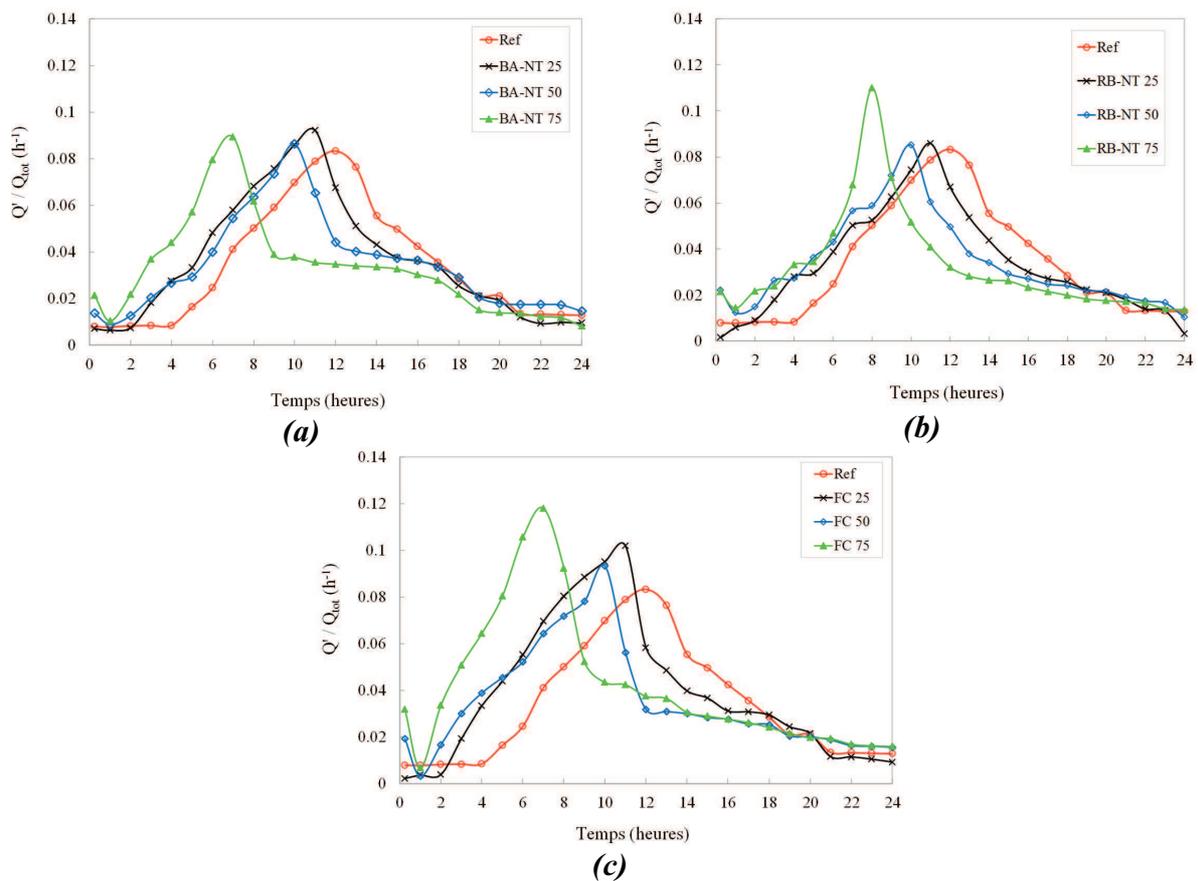


Figure 4-10 : Flux de chaleur d'hydratation des fines BA-NT (a), RB-NT (b) et FC (c)

Nos résultats montrent que les fines jouent un rôle sur l'hydratation du ciment : plus le taux de substitution est élevé, plus le pic du flux de chaleur est précoce (Figure 4-11). Les fines, à l'instar du filler calcaire, ont pour effet d'accélérer le processus d'hydratation du ciment. Dans la littérature, cet effet « accélérateur » est expliqué, classiquement dans le cas des fillers calcaires, par la création de sites de nucléation sur lesquels peuvent précipiter des hydrates comme la Portlandite [59] [122] [124] [165] [219].

Chapitre 4 : Fabrication d'une addition minérale à base de fines BA/RB-NT

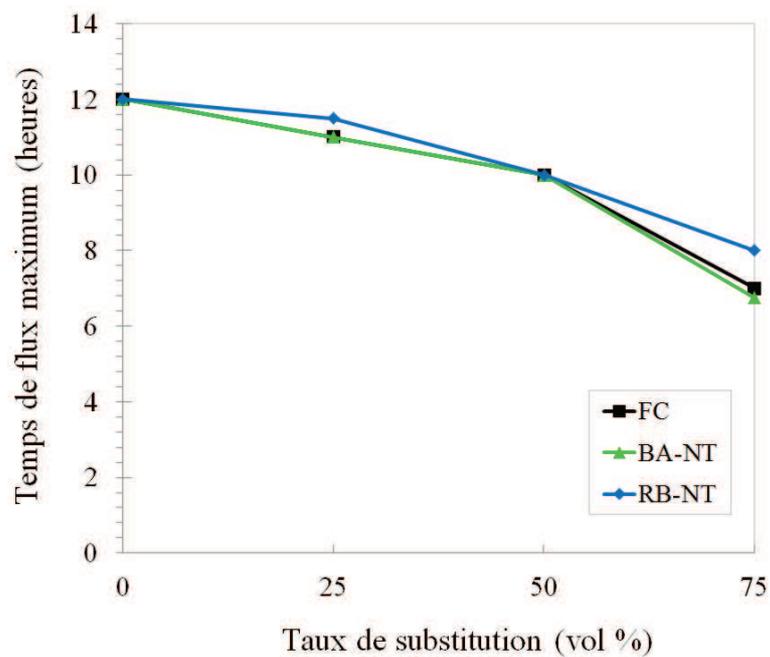


Figure 4-11 : Temps de flux de chaleur maximum en fonction du taux substitution du ciment par les fines BA-NT et RB-NT ou FC

Dans le Tableau 4-4, on donne la quantité de chaleur mesurée en fin d'essai (Q_{tot}), qui diminue, comme attendu, avec la substitution du ciment. Au chapitre 3, nous avons montré que les fines contiennent un peu de ciment anhydre qui pourrait participer au dégagement de chaleur total. Le Tableau 4-4 donne la chaleur dégagée par les fines. Cette dernière a été calculée en supposant que 1 g de fines BA-NT dégage 6 J et que les fines RB-NT dégagent 2 J (résultats de micro-calorimétrie - § 3.4.1.1). La quantité de chaleur ainsi calculée apparaît négligeable par rapport au total Q_{tot} (au maximum 3% de Q_{tot} dans le cas du mortier avec 75% de substitution du ciment par les fines BA-NT).

La chaleur dégagée uniquement par le ciment a ensuite été évaluée en soustrayant la chaleur dégagée par les fines à la chaleur totale ($Q_c = Q_{tot} - Q_{fines}$) et a été exprimée en kJ par kg de ciment. Le degré d'hydratation a enfin été calculé comme le rapport de la chaleur dégagée par le ciment et du maximum de chaleur pour une hydratation complète, c'est-à-dire 500 J/g de ciment (valeurs obtenues en utilisant la composition minéralogique et le modèle de Schindler et Folliard [180]) calculé comme l'indique l'équation suivante (4.2) :

$$Q_c = 500pC_3S + 260pC_2S + 866pC_3A + 420pC_4AF + 624pSO_3 + 1186PCaO(libre) + 850MgO \quad (4.2)$$

Chapitre 4 : Fabrication d'une addition minérale à base de fines BA/RB-NT

Où : Q_c = la chaleur totale d'hydratation du ciment (J/g) ; p_i = le pourcentage massique de la phase pure i contenue dans le ciment.

Les valeurs ainsi obtenues montrent qu'en plus d'un effet d'accélération, la substitution du ciment provoque une augmentation du degré d'hydratation final du ciment. Cette augmentation peut résulter de la présence de fines mais aussi de l'augmentation du rapport E/C consécutive à la substitution. Le degré d'hydratation « ultime » d'un ciment augmente selon la littérature avec le rapport E/C [149] calculé à l'aide de l'expression empirique (4.3).

$$\alpha_u = \frac{1,031 \times \frac{E}{C}}{0,194 + \frac{E}{C}} \quad (4.3)$$

Au final, les résultats obtenus pour les fines BA-NT et RB-NT sont très proches de ceux observés pour le filler calcaire.

	Ref	FC			BA-NT			RB-NT		
		25	50	75	25	50	75	25	50	75
Temps de flux maximum de chaleur (h)	12	11	10	7	11	10	6,8	11,5	10	8
Chaleur totale mesurée Q_{tot} (kJ)	125	98,5	74,9	37,4	108,3	77,1	42,5	108	79,2	48,3
Chaleur dégagée par les fines (kJ)	0	0	0	0	0,4	0,9	1,3	0,1	0,3	0,4
Chaleur dégagée par les fines (% Q_{tot})	0	0	0	0	0,4	1,1	3,1	0,1	0,3	0,8
Chaleur dégagée par le ciment Q_c (kJ)	125	98,5	74,9	37,4	107,8	76,2	41,2	107,8	78,9	47,9
Chaleur dégagée par le ciment (kJ/kg de ciment)	0,34	0,35	0,39	0,38	0,38	0,41	0,44	0,38	0,42	0,49
Degré d'hydratation du ciment (en %)	69	69	78	77	76	81	87	75	83	99

Tableau 4-4 : Résultats des essais de calorimétrie Langavant

Chapitre 4 : Fabrication d'une addition minérale à base de fines BA/RB-NT

4.3.2.2. Conductimétrie ionique

La mesure de conductivité ionique pour étudier la réactivité des ciments a déjà été utilisée par de nombreux chercheurs [49] [147] [197] [196]. Nous l'utilisons ici pour compléter nos résultats de calorimétrie.

Sur la Figure 4-12, l'évolution en trois phases de la courbe conductimétrique classique pour un ciment Portland a été tracée. Durant la première phase I, une augmentation immédiate et rapide de la conductivité due à la dissolution des composants du ciment (principalement les silicates) est observée. Des CSH se forment rapidement autour des grains de ciment anhydre. La formation des hydrates ralentit fortement l'augmentation de la conductivité ionique. Néanmoins, la dissolution progressive des CSH engendre une libération d'ions calcium menant à une augmentation lente de la conductivité ionique (période d'induction ou période dormante, phase II). À un instant t , les concentrations ioniques en solution atteignent une valeur seuil, à partir de laquelle la portlandite va précipiter [105]. Cette précipitation va donc engendrer une chute de la conductivité ionique, il s'agit de la période d'accélération (période III).

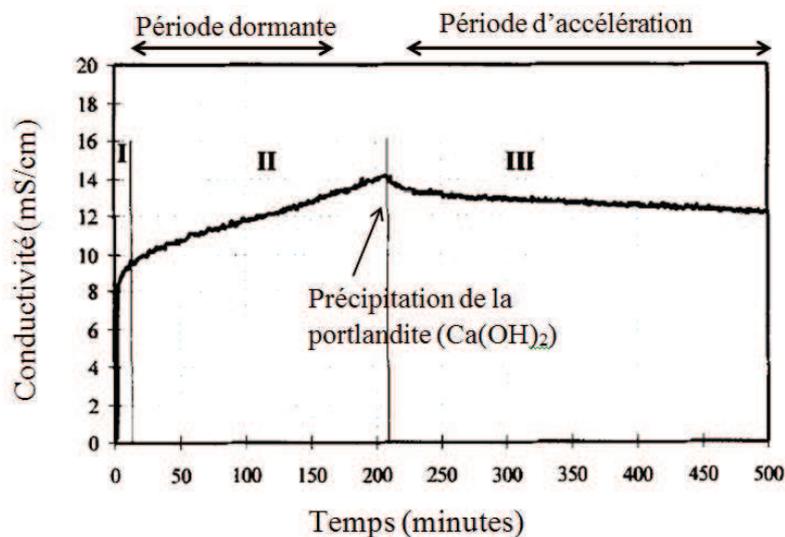


Figure 4-12 : Évolution de la conductivité ionique d'une suspension contenant un ciment CEM I en cours d'hydratation (rapport eau sur ciment = 4) [147]

Sur la Figure 4-13, le même essai a été reproduit, en substituant le ciment par des fines BA-NT et RB-NT, à des taux de 25, 50, 75 et 100 %. Il est aisé de constater que les fines ont bien une influence sur la cinétique d'hydratation puisque le pic de précipitation de la portlandite

Chapitre 4 : Fabrication d'une addition minérale à base de fines BA/RB-NT

est observé pour des temps plus faibles. Ce pic présent dans la Figure 4-14 survient après 177 min pour le BA-NT 25 et 193 min pour le RB-NT 25 contre 240 min pour le CEM I. Pour le BA-NT 50, on obtient la valeur de 143 min et 133 min pour le BA-NT 75. On constate donc bien une accélération de l'hydratation quelles que soient les fines. On trouve en outre les mêmes tendances dans le cas des suspensions avec le filler calcaire.

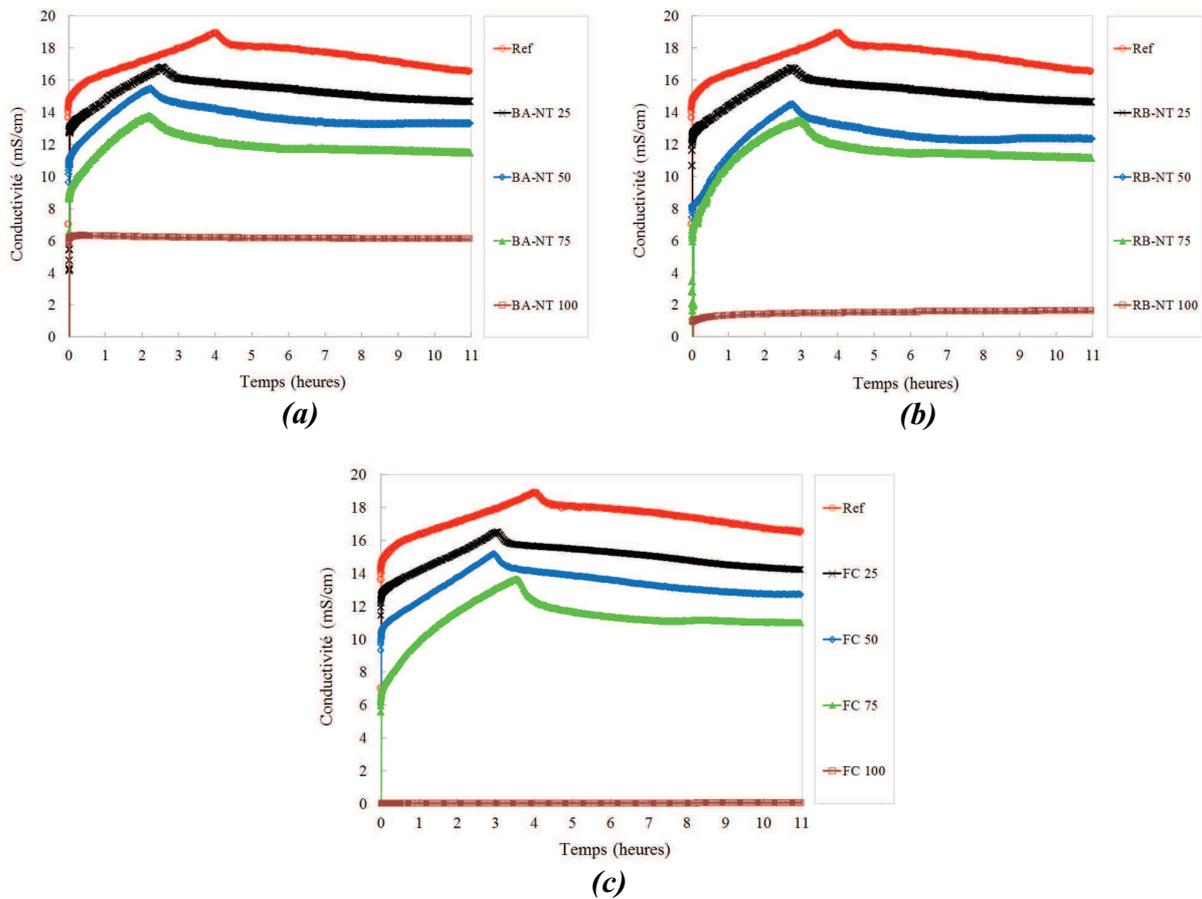


Figure 4-13 : Evolution des courbes conductimétriques d'hydratation du ciment CEM I avec substitution de fines BA-NT (a), RB-NT (b) et FC (c)

Chapitre 4 : Fabrication d'une addition minérale à base de fines BA/RB-NT

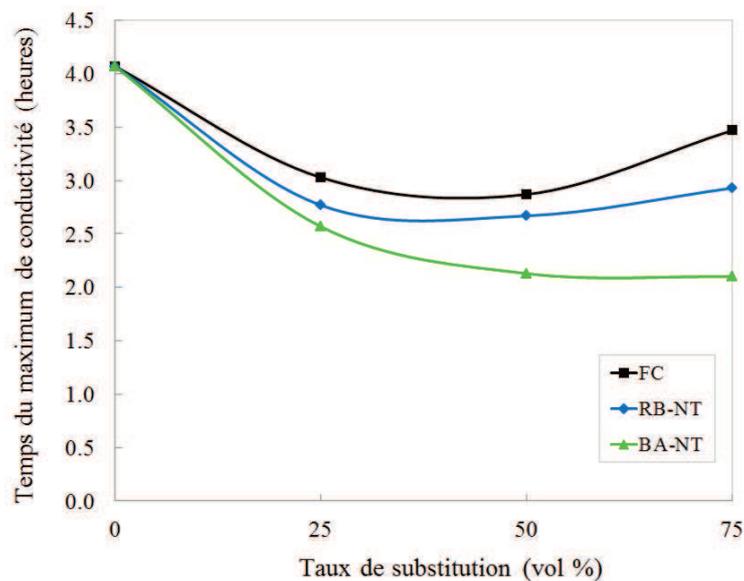


Figure 4-14 : Temps du maximum de conductivité en fonction du taux de substitution du ciment par les fines (BA-NT et RB-NT) ou le filler calcaire (FC)

La présence de fines ou de fillers dans la suspension permet une précipitation plus précoce de la Portlandite. À priori, les poudres ajoutées au ciment offrent des sites de nucléation à la portlandite. Cela confirme les résultats de calorimétrie.

En revanche, le temps de précipitation de la Portlandite en présence des fines est assez peu sensible aux taux de substitution (entre 25 et 50%). À l'inverse, les résultats obtenus par calorimétrie montrent une accélération de l'hydratation d'autant plus importante que la quantité de fines ajoutées est élevée. Cela peut être expliqué par la différence de rapports E/C ($E/C = 4$ pour l'essai de conductivité et $E/C = 0,45$ pour l'essai de calorimétrie).

Il est intéressant aussi de constater que les suspensions contenant les fines seules ont une conductivité ionique non nulle (contrairement à la suspension avec le filler calcaire dont la conductivité est inférieure à la précision de notre conductimètre). La conductivité des suspensions BA-NT 100 et RB-NT 100 sont est d'environ 6 et 2 mS/cm respectivement.

4.3.3. Influence des fines sur la résistance des mortiers

4.3.3.1. Résistances à la compression moyennes

Le Tableau 4-5 et la Figure 4-15 synthétisent les résultats des essais de compression. On note que plus le taux de substitution est élevé plus la résistance est faible, quelle que soit

Chapitre 4 : Fabrication d'une addition minérale à base de fines BA/RB-NT

l'échéance. Cela tient en partie à l'augmentation du rapport E/C avec la substitution. Il est évident que le remplacement du ciment doit être limité à 25% car la perte de performance mécanique est trop importante au-delà. Si on se place selon les prescriptions de la norme NF EN 206-1 [24], qui limite la substitution par une addition calcaire à 25%, force est de constater que les résistances des mortiers avec fines sont proches de celles obtenues avec le filler calcaire.

	Ref	BA-NT			RB-NT		FC		
		0,25	0,5	0,75	0,25	0,5	0,25	0,5	0,75
f_c 2j (MPa)	26,6	24,8	10,7	2,5	18,6	9,5	20,7	10,7	1,0
f_c 7j (MPa)	36,9	32,7	14,0	5,7	26,1	14,2	30,3	14,8	3,5
f_c 28j (MPa)	45,8	38,4	16,4	4,2	33,0	18,3	34,6	18,1	4,4
f_c 90j (MPa)	52,0	38,7	17,3	4,6	41,6	19,2	37,9	21,6	4,5

Tableau 4-5: Résistances à la compression moyennes des mortiers étudiés

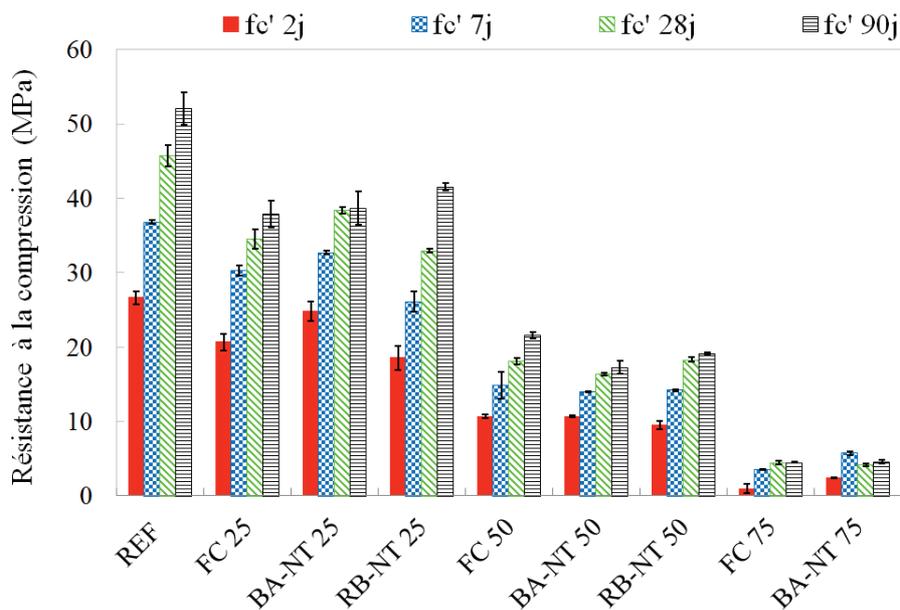


Figure 4-15 : Résistances à la compression moyennes des mortiers

4.3.3.2. Analyse des résistances relatives

Sur la Figure 4-16 sont présentées les résistances relatives des mortiers en fonction du temps et du taux de substitution. La résistance relative est définie comme le rapport entre la résistance d'un mortier donné et de la résistance du mortier de référence pour la même

Chapitre 4 : Fabrication d'une addition minérale à base de fines BA/RB-NT

échéance.

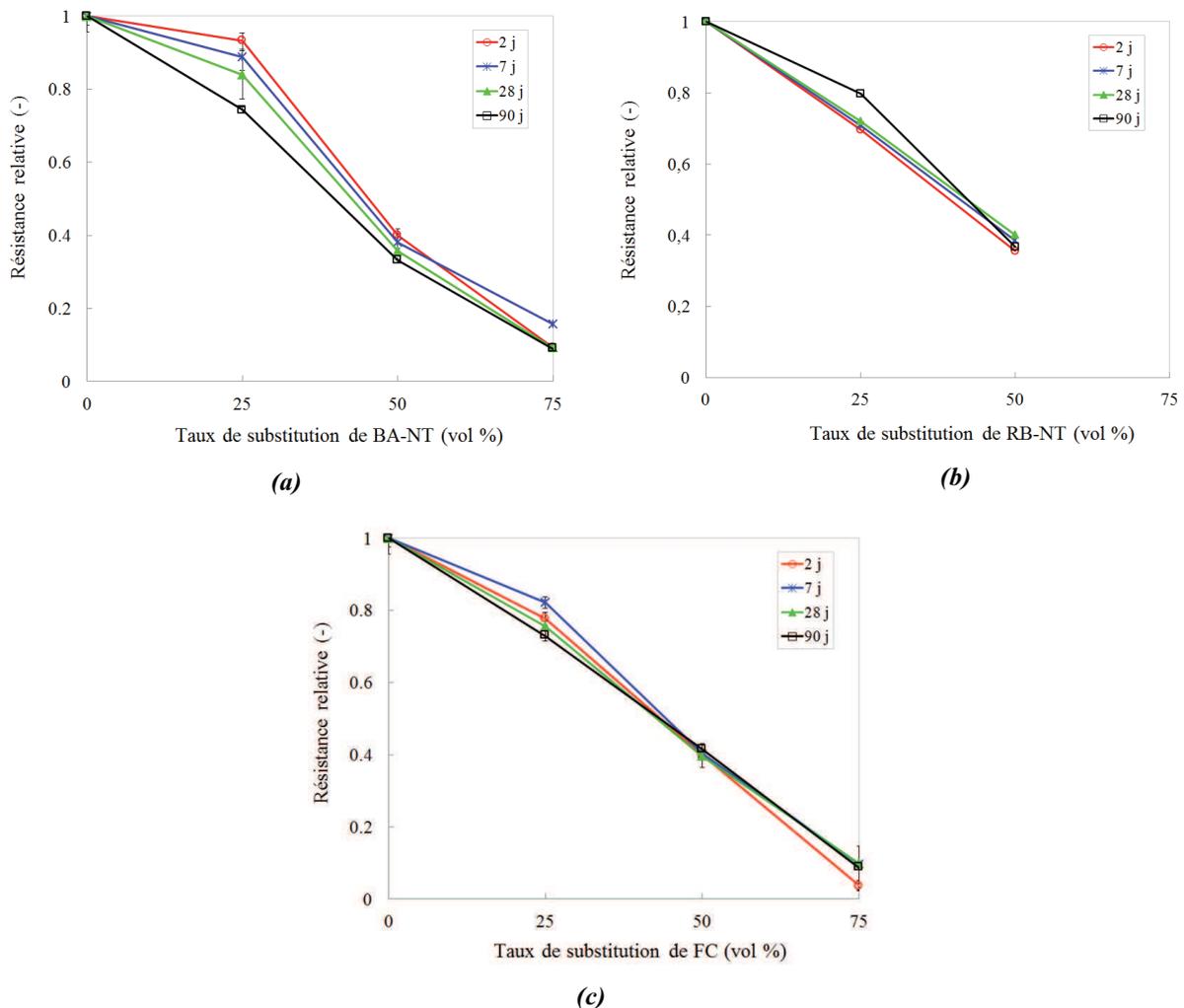


Figure 4-16 : Influence du taux de substitution du ciment par les fines BA-NT (a), les fines RB-NT (b) et un FC (c) sur les résistances relatives des mortiers étudiés

Plus le taux de substitution est élevé plus la résistance relative est faible, quelle que soit l'échéance. Cependant, pour le taux de substitution égal à 25%, les résistances relatives dépendent du temps. Dans le cas des mortiers avec BA-NT ou filler calcaire, on remarque que les résistances relatives sont plus élevées au jeune âge (entre 2 et 7 jours) qu'à plus long terme (au-delà de 28 jours). Ce résultat va dans le sens des observations faites en calorimétrie à savoir un effet d'accélération de l'hydratation du ciment en présence des fines ou du filler calcaire.

Néanmoins, un tel effet n'est pas observé dans le cas des mortiers formulés avec 25% de fines

Chapitre 4 : Fabrication d'une addition minérale à base de fines BA/RB-NT

RB-NT. La différence de comportement entre les mortiers BA-NT et FC d'un côté et RB-NT de l'autre, provient peut-être de leur différence de teneur en calcaire. Les fines BA-NT ont une teneur en CaCO_3 plus élevée (73%) que celle des fines RB-NT (43%), les rendant proches du filler calcaire (97%).

De plus, la résistance relative du mortier avec 25% de fines RB-NT est plus élevée à 90 jours. Cela témoigne d'une probable activité pouzzolanique. Il est possible que la présence de terre cuite dans la matière première de ces fines procure des éléments pouzzolaniques qui réagissent au fil du temps. Des mesures après 90 jours auraient été souhaitables pour mieux connaître le comportement à long terme et vérifier cette hypothèse.

4.3.3.3. Coefficient d'activité (Bolomey)

La substitution du ciment par les additions augmente le rapport E/C. Il est connu que la résistance à la compression est directement proportionnelle à ce paramètre (tout autre paramètre identique : granulats, ciment, âge). Pour évaluer la contribution des additions à la résistance, nous pouvons calculer un indice d'activité χ_B au sens de la relation de Bolomey [57] [130].

Dans la relation de Bolomey (Eq. 4.4), la résistance f_c du mortier à l'âge considéré est fonction de K_B , paramètre qui ne dépend que de l'activité du ciment (pour un type de granulats donné), et des masses de ciment (C), d'eau (E) et d'addition (A). V est le volume d'air contenu dans le mortier. Le coefficient d'activité χ_B donne une équivalence entre la masse de l'addition minérale et le ciment. Un coefficient nul signifie que l'addition n'a aucune influence sur la résistance.

Dans notre cas, K_B a été calculée à l'aide des résistances à la compression mesurées pour le mortier de référence (Eq. 4.5). Le coefficient χ_B a ensuite été calculé en utilisant les résultats sur les mortiers avec fines et filler calcaire (Eq. 4.6).

$$f_c(t) = K_B(t) \left(\frac{C + \chi_B \times A}{E + V} - 0.5 \right) \quad (4.4)$$

Chapitre 4 : Fabrication d'une addition minérale à base de fines BA/RB-NT

$$K_B(t) = f_c(t) / \left(\frac{C}{W+V} - 0.5 \right) \quad (4.5)$$

$$\chi_B(t) = \left[\left(\frac{f_c(t)}{K_B(t)} + 0.5 \right) (W+V) - C \right] / A \quad (4.6)$$

Sur la Figure 4-17 nous présentons l'évolution de l'activité (χ_B) des fines BA-NT, RB-NT et du filler calcaire en fonction du temps et du taux de substitution.

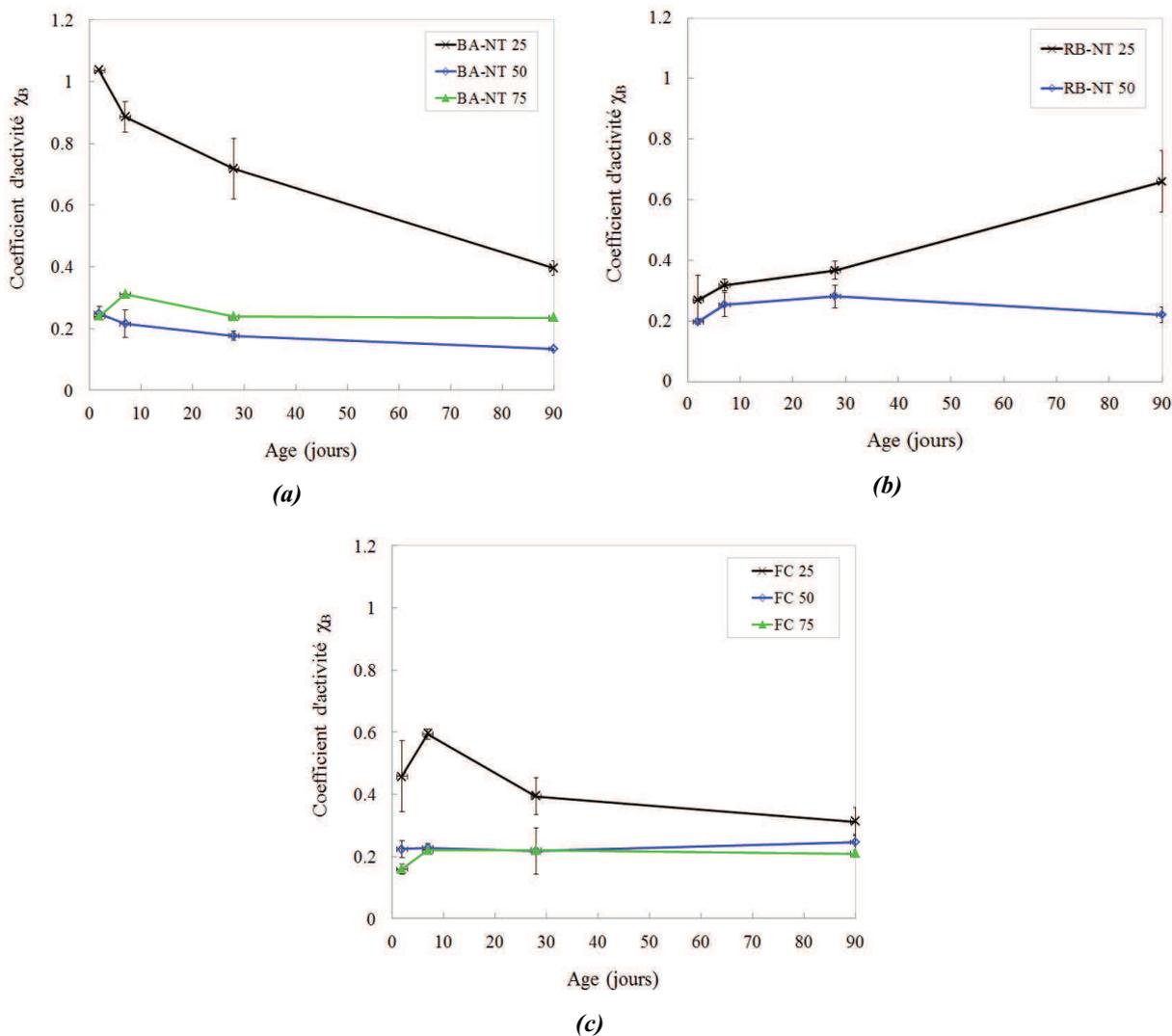


Figure 4-17 : Coefficient d'activité selon la loi de Bolomey à différents taux de substitution du ciment par des fines BA-NT (a); RB-NT (b) et FC (c)

Chapitre 4 : Fabrication d'une addition minérale à base de fines BA/RB-NT

En premier lieu, il est intéressant de noter que l'activité des fines BA-NT et RB-NT est non nulle quelle que soit l'échéance et le taux de substitution. Considérons ensuite plusieurs cas :

- Taux de substitution élevés (50 et 75%) : Le coefficient d'activité χ_B est de l'ordre de 0,2 quelle que soit l'addition. Ce coefficient non nul peut provenir d'un effet « filler » (comme montré avec le logiciel René-LCPC, les mélanges ciment/fines sont plus compacts quand le dosage en fines augmente). Ce résultat peut être expliqué aussi par le modèle utilisé. Nous avons calculé le coefficient K_B à partir des résistances du mortier Ref contenant uniquement le ciment. Or nous avons montré par calorimétrie que le degré d'hydratation « final » du ciment augmente en présence de fines (§ 4.3.2.1). L'activité du ciment est donc affectée par le taux de substitution, et K_B doit être plus élevé quand le mortier contient des fines. Le coefficient χ_B doit être en réalité plus faible que celui trouvé ici (cf. Eq. 4.6).

- Taux de substitution de 25% : Les fines BA-NT et le filler calcaire ont des coefficients d'activité plus élevés au jeune âge, comme montré précédemment à l'aide des résistances relatives. Progressivement, leur coefficient diminue au cours du temps. Notons qu'à 90 jours, le coefficient des fines BA-NT est plus élevé que celui du filler (0,4 contre 0,31). La différence provient, en partie, de la présence de ciment anhydre dans les fines. Néanmoins, cette présence ne peut expliquer seule la différence d'activité (la teneur en ciment des fines est inférieure à 4%). Le comportement des fines RB-NT est différent car on observe, à l'inverse des fines BA-NT et du filler calcaire, un coefficient d'activité plus élevé à 90 jours, comme noté précédemment attribuable à une probable pouzzolanicité.

4.3.4. Influence des fines sur la durabilité des mortiers

4.3.4.1. Porosité accessible à l'eau

Sur la Figure 4-18, on constate que la porosité accessible à l'eau du mortier de référence (Ref) est plus faible que celle des mortiers avec une substitution du ciment de 50% à 75%. Cependant, pour un taux de 25%, la différence de porosité est mineure.

Jusqu'à 25% de substitution de ciment, il y a deux équivalences de performance entre la référence et les mortiers avec addition, dans le cas d'une cure « idéale » (conservation sous eau pendant 28 jours).

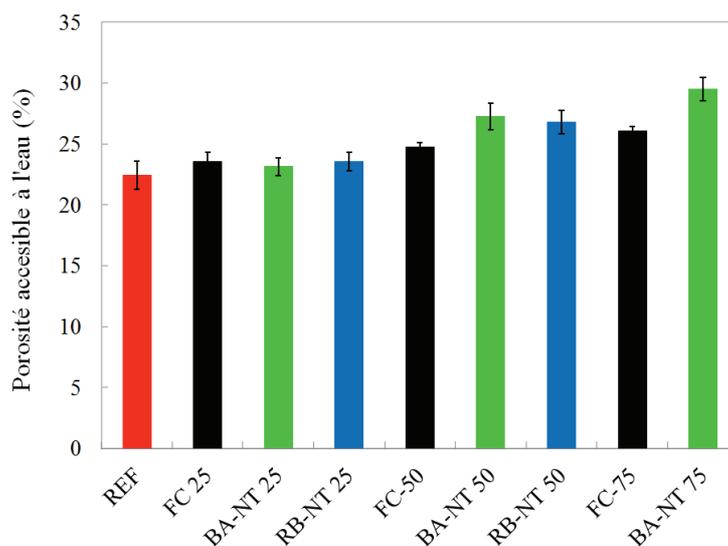


Figure 4-18 : Porosités accessibles à l'eau mesurées à 28 jours sur des échantillons de mortier conservés sous eau.

4.3.4.2. Carbonatation naturelle des mortiers

À titre d'exemple, la Figure 4-19 montrent des prismes 40 x 40 x 160 mm, après fendage et pulvérisation de phénolphtaléine, laissés 90 et 450 jours à l'air libre.

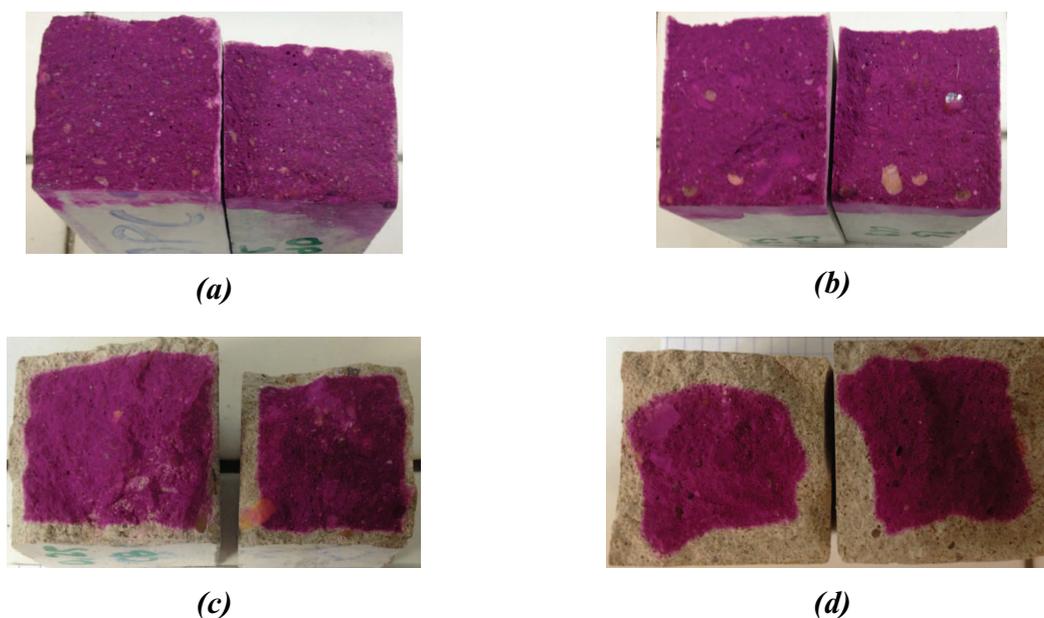


Figure 4-19 : Mesures des essais de carbonatation à 90 jours pour CEM I (a) ; BA-NT 25 (b); à 450 jours pour BA-NT 25 (c) ; BA-NT 50 (d)

Chapitre 4 : Fabrication d'une addition minérale à base de fines BA/RB-NT

La Figure 4-20 donne les profondeurs moyennes de carbonatation naturelle pour l'ensemble des mortiers étudiés.

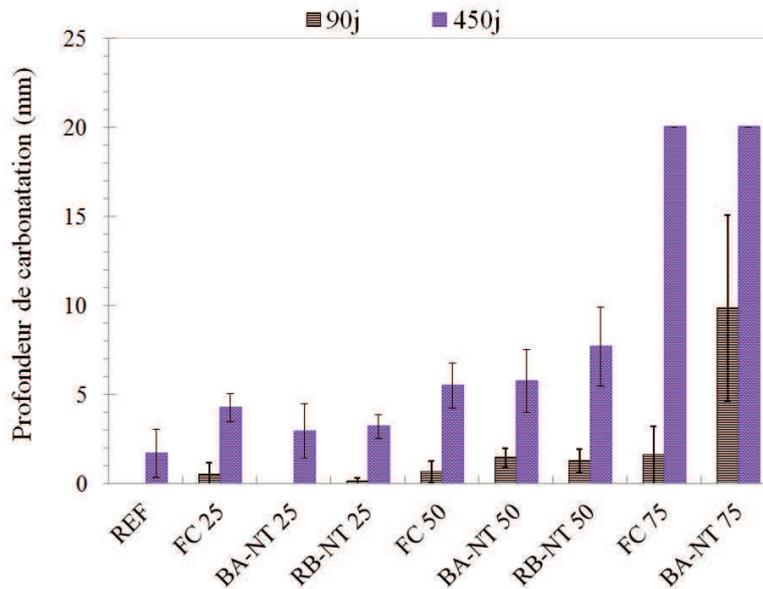


Figure 4-20 : Profondeurs moyennes de carbonatation naturelle des mortiers en fonction de leur âge et de leur composition

Les mortiers avec 75% de substitution du ciment par des fines ou du filler calcaire ont une résistance très faible à la carbonatation puisqu'ils sont totalement carbonatés en moins de 450 jours.

Pour les autres compositions, on constate que, plus le taux de substitution est élevé, plus la profondeur de carbonatation est grande, à 90 ou 450 jours. Ce résultat est confirmé par la littérature. En effet, les bétons contenant des additions minérales, telles que les laitiers de haut-fourneau (LHF) ou les cendres volantes (CV), montrent une sensibilité accrue à la carbonatation par rapport au béton contenant des ciments Portland du type CEM I [93] [123] [148] [222]. La moindre résistance de ces matériaux provient surtout d'une teneur en Portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$ qui diminue avec la substitution. La Portlandite est l'hydrate qui tamponne la solution interstitielle à un pH basique. Le

Tableau 4-6 donne en exemple les teneurs en portlandite mesurée par ATG des mortiers Ref et BA-NT.

Chapitre 4 : Fabrication d'une addition minérale à base de fines BA/RB-NT

	Teneur Ca(OH)_2 % (mg/mg échantillon)
Ref (non carbonaté)	6,1
BA-NT 25 – 90j	4,9
BA-NT 50 – 90 j	3
BA-NT 75 – 90 j	1,7

Tableau 4-6 : Résultats d'ATG des teneurs en portlandite des mortiers pour une durée de 3 mois « sains »

Dans le cas de nos mortiers, la porosité plus élevée avec la substitution du ciment explique aussi les profondeurs de carbonatation plus élevées. Une porosité élevée favorise la diffusion du CO_2 .

Pour un taux de substitution de 25%, la différence entre mortier de référence et mortier avec fines ou filler est cependant faible (les profondeurs de carbonatation à 450 jours sont d'ailleurs relativement faibles). Dans le cadre d'une approche performantielle, si on compare d'un côté, les mortiers avec fines avec de l'autre, le mortier avec filler calcaire, il est possible de conclure à une équivalence de performance vis-à-vis de la carbonatation.

Des résultats d'ATG pour les fines BA-NT à différents taux de substitution et sur une durée de 3 mois donnant des profils de teneur en CaCO_3 d'une part et des profils de teneur en Portlandite (Ca(OH)_2) d'autre part, sont présentés dans les (§ Annexes B.2).

4.4. Conclusion

Nos travaux de recherche sur les fines fabriquées par concassage-criblage à partir de granulats recyclés RECYBÉTON (RB-NT) et d'un béton d'ouvrage d'art (BA-NT) nous permettent de dégager plusieurs conclusions intéressantes. Utilisées en remplacement partiel d'un ciment Portland, les fines ont une influence très proche de celle d'une addition calcaire sur le comportement des mortiers étudiés.

- Malgré leur grande finesse, les fines n'ont pas un effet négatif sur la rhéologie des mortiers : l'affaissement a tendance à augmenter avec l'incorporation des fines. Ce résultat, corrélé à la plus faible demande en eau des fines, trouve une explication dans la compacité augmentée des mélanges granulaires ciment/fines.

Chapitre 4 : Fabrication d'une addition minérale à base de fines BA/RB-NT

- Les fines ont un effet « accélérateur » sur l'hydratation du ciment. À l'instar d'un filler calcaire, on peut supposer que les fines fournissent des sites de nucléation aux hydrates. La substitution du ciment par les fines provoque aussi une augmentation du degré d'hydratation final du ciment, mesuré par calorimétrie.
- Pour un même taux de substitution, la résistance à la compression des mortiers avec les fines est proche de celle des mortiers avec addition. Les différences observées résultent de la composition des poudres. À court terme, les fines avec une forte teneur en calcaire (BA-NT) ont un coefficient d'activité plus élevé qu'à plus long terme, ce qui est la conséquence, comme pour le filler calcaire, d'une accélération de l'hydratation du ciment au jeune âge. Si un tel effet n'est pas observé pour les fines fabriquées à partir de granulats recyclés (RB-NT), ces dernières ont un coefficient d'activité plus élevé à long terme, ce qui traduit de probables réactions pouzzolaniques dues à leur importante teneur en silice. Les teneurs en ciment anhydre des fines étudiées sont a priori trop faibles pour expliquer les différences d'activité entre fines et filler calcaire.
- Lorsque le taux de substitution du ciment par les additions reste limité (inférieur à 25%), la durabilité potentielle des mortiers avec fines ou filler calcaire est proche de celle des mortiers fabriqués avec du ciment Portland, selon l'essai de vieillissement (carbonatation naturelle en laboratoire) et l'indicateur étudié (porosité). En outre, les performances des mortiers avec fines sont identiques à celles du mortier avec filler.

L'ensemble de ces résultats présentés et analysés dans ce chapitre, est plus qu'encourageant pour le développement d'une nouvelle filière de valorisation des matériaux de démolition, sous forme d'addition minérale pour béton.

Chapitre 5

Fabrication de Liants Hydrauliques

Routiers à base de fines BA/RB-NT/T

Chapitre 5

Fabrication de Liants Hydrauliques Routiers à base de fines BA/RB-NT/T

5.1. INTRODUCTION.....	157
5.2. TRAITEMENT DE SOLS : NATURES, TECHNIQUES ET NORMES EN VIGUEUR.....	159
5.2.1 NATURES ET EFFETS DES LIANTS SUR LES CARACTERISTIQUES DES SOLS TRAITES	159
5.2.2 METHODOLOGIE DES TRAITEMENTS DE SOLS EN PLACE AU LHR.....	161
5.2.3 NORMES EN VIGUEUR ET CARACTERISATION DES LHR	162
5.3. COMPOSITIONS ET CARACTERISATION DES LHR A BASE DE FINES	165
5.3.1. FORMULATION DES LHR A BASE DE FINES	165
5.3.2. CLASSIFICATION DES LHR FORMULES SELON LES NORMES EN VIGUEUR	168
5.4. COMPOSITION ET CARACTERISATION DU SOL TEMOIN.....	171
5.4.1 CLASSIFICATION DU SOL TEMOIN SELON LE GTR.....	172
5.4.2 CARACTERISTIQUES MINERALOGIQUES DU SOL TEMOIN.....	176
5.5. TRAITEMENT DU SOL TEMOIN AUX LHR	177
5.5.1. PROCEDURES ET MELANGES ETUDIES	177
5.5.2. INFLUENCE DES LHR SUR LE COMPORTEMENT MECANIQUE DU SOL TRAITÉ	186
5.5.3. INFLUENCE DES LHR SUR LES PROPRIETES VOLUMIQUES DES SOLS	191
5.6. OPTIMISATION DE LA FORMULATION DES LHR A BASE DE FINES	196
5.7. CONCLUSION	198

5.1. Introduction

Ce cinquième et dernier chapitre traite de la conception de Liants Hydrauliques Routiers (LHR) à base de fines, traitées (T) ou non (NT) par voie thermique. Cette nouvelle voie de valorisation s'inscrit dans une démarche multiple visant à limiter la mise en décharge des déchets du BTP, limiter l'extraction des ressources naturelles pour la construction, limiter l'utilisation de clinker dans les LHR et enfin réduire les impacts liés au transport des matériaux par une valorisation in situ des sols.

Le traitement des sols entraîne par définition, une modification des caractéristiques des sols destiné à : faciliter leur emploi à court terme, augmenter durablement leurs propriétés mécaniques et ainsi améliorer la durée de vie des ouvrages. D'une manière générale, les traitements de sol sont réalisés sur des sols sensibles à l'eau et aux propriétés géotechniques médiocres. Les LHR sont des liants composés à base de clinker, d'additions minérales (filler calcaire, pouzzolanes naturelles, laitier moulu de haut fourneau, laitier LD, cendres volantes, etc.), de constituants secondaires n'excédant pas 10 % en masse, de sulfates de calcium et enfin d'additifs [2].

L'objectif principal de ce chapitre est d'étudier l'introduction des fines dans la constitution de LHR en tant qu'addition minérale principale. Nous nous exposons à un verrou normatif puisque qu'aucun texte ne spécifie l'introduction de tels matériaux dans les LHR. En revanche, nous nous servons de ce même contexte normatif pour comparer nos LHR avec des LHR industriels couramment utilisés en France, utilisés comme références. La première partie du chapitre est consacrée une brève synthèse des techniques et normes en vigueur pour les traitements des sols.

Dans une deuxième partie, nous présentons les quatre liants mis au point et leur méthode de formulation. Deux familles de LHR ont été conçues, inspirées des LHR de référence :

- famille « clinker + fines non traitées » : LHR constitués d'un mélange de ciment CEMI et de fines non traitées ;
- famille « additions minérales + fines traitées » : LHR constitués d'un mélange de laitier de haut fourneau, de fines traitées thermiquement et de gypse.

Chapitre 5 : Fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines BA et RB

Dans cette même partie, est présentée également une caractérisation des propriétés des LHR développés et des LHR de référence. Cette caractérisation permet une classification partielle des LHR dans le cadre des normes actuelles.

Les six LHR étudiés ont été utilisés pour le traitement d'un sol témoin fabriqué en laboratoire. La troisième partie s'intéresse à la formulation et à la caractérisation de ce sol. Les résultats du traitement du sol témoin par les LHR sont exposés en quatrième partie. Enfin, le chapitre se termine par une étude de l'optimisation des LHR vis-à-vis de la résistance à court terme du sol traité.

Le Tableau 5-1 synthétise notre démarche expérimentale en quatre étapes.

	Désignation	Essais et résultats attendus
1	Sol reconstitué (80/20) Caractérisation et classification selon le GTR	<ul style="list-style-type: none"> - Analyse granulométrique (% de passants à 80 μm et 2 mm) - Limites d'Atterberg (wl, wp, Ip) - Essai au Bleu (VBS) - Essai Proctor ($\rho_{d\text{OPN}}$, ω_{OPN}) - Essai CBR (IPI à l'OPN)
2	Formulation et classification des LHR à base de fines traitées et non traitées	<ul style="list-style-type: none"> - Confection d'éprouvettes 4*4*16 cm - Essais mécaniques en compression : Résistances à 7, 28 et 56 jours - DRX : Réactivité hydraulique des LHR
3	Traitement de sol à 3% de LHR	<ul style="list-style-type: none"> - Confection d'éprouvettes Φ5H5 à 98% $\rho_{d\text{OPN}}$, à 75% de compacité, à ω_{OPN} - Essais mécaniques en compression à 1, 3, 7, 28, 56, 90, 180 et 365 jours - Stabilité volumique des éprouvettes du sol traité - Essais de perméabilité à l'eau
4	Optimisation de la formulation des LHR à base de fines	<ul style="list-style-type: none"> - confection d'éprouvettes (à 21, 32, 45, 70, 85 et 100% de fines) : objectifs d'atteindre 1 MPa à 7 jours - Essais mécaniques en compression à 7 jours

Tableau 5-1 : Démarche pour l'étude de LHR formulés avec des fines de béton

5.2. Traitement de sols : natures, techniques et normes en vigueur

Il existe deux types de traitement de sol : le traitement naturel et le traitement par ajout de liant. Le premier vise à réduire la teneur en eau des sols par aération, mise en dépôt temporaire ou par mélange avec de la matière sèche (sable ou sous-produits industriels). Son action est relativement lente et n'a pas d'effet à long terme. La deuxième technique consiste à ajouter aux sols des liants, comme la chaux ou les LHR. Les effets à court terme sur les propriétés géotechniques sont rapides et génèrent souvent une augmentation des propriétés mécaniques avec le temps. Dans tous les cas, ces traitements sont destinés aux remblais techniques, aux couches de forme et aux couches d'assise de chaussées. Nous nous intéressons par la suite, aux traitements par ajout de liant.

5.2.1 Natures et effets des liants sur les caractéristiques des sols traités

5.2.1.1 Chaux (vive ou éteinte)

L'ajout de chaux sert en premier lieu de régulateur hydrique d'un sol. Si le sol est trop humide, l'ajout de 1% de chaux vive CaO permet de diminuer la teneur en eau de l'ordre de 1 à 2 % [73]. La réaction d'hydratation provoque une consommation et une évaporation de l'eau du sol. Si le sol se trouve autour de l'optimum Proctor, on peut utiliser de la chaux éteinte Ca(OH)_2 .

La seconde action de la chaux sur les sols à court terme est la floculation des particules argileuses pour former des agrégats moins sensibles en présence d'eau. Cette transformation entraîne une modification rhéologique des sols qui se traduit par une diminution de l'indice de plasticité (IP) et une augmentation de l'indice de portance immédiate (IPI) qui peut être de 4 à 10 fois supérieur à celui du sol non traité [129]. Par ailleurs, on observe une modification lors du compactage avec un optimum Proctor décalé (augmentation de la teneur en eau optimale) et une diminution de la masse volumique sèche (ρ_d). La Figure 5-1 illustre ces propos.

Chapitre 5 : Fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines BA et RB

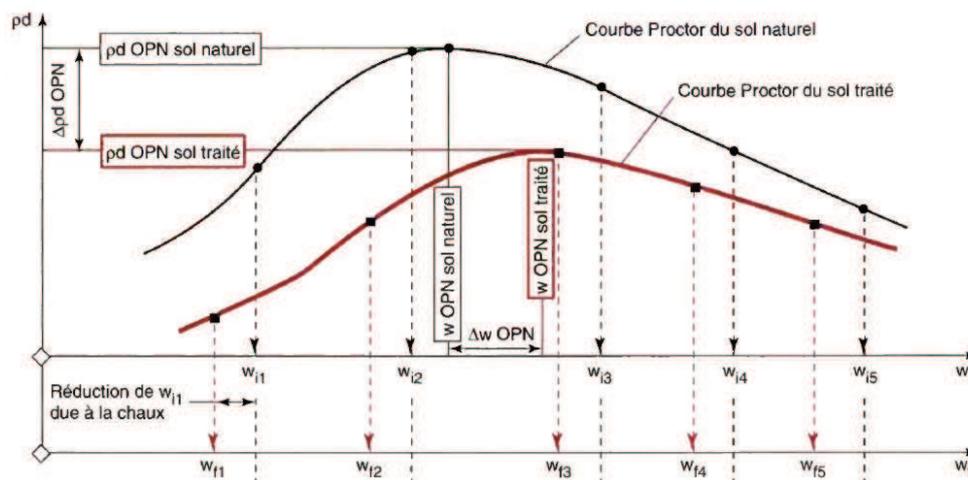


Figure 5-1 : Influence du traitement à la chaux sur les caractéristiques d'un sol [12]

La troisième action est une modification de la liaison des particules argileuses. En milieu basique ($\text{pH} \geq 12$), les argiles sont attaquées et libèrent des ions aluminium et silicium qui s'associent à leur tour avec des ions calcium pour former des hydrates d'aluminates de calcium C-A-H ou de silicates de calcium hydraté C-S-H. À long terme, la formation de ces hydrates, aux propriétés liantes, engendrent une augmentation des propriétés mécaniques. L'intensité et la vitesse de ces réactions sont influencées par les caractéristiques du sol comme le pH, la teneur en matières organiques, la quantité et la nature de fraction argileuse, la teneur en eau et le dosage maximal en chaux [73].

5.2.1.2 Liant Hydraulique Routier (LHR)

À court terme, l'action de floculation des particules argileuses par les LHR est moindre par comparaison avec la chaux, même si la teneur en eau diminue par l'action d'hydratation. Il est donc préférable d'agir sur le sol avec un prétraitement à la chaux si la structuration à court terme est nécessaire ou bien d'utiliser des liants hydrauliques « mixtes » à forte teneur en chaux pour observer le double effet de structuration et d'amélioration. L'amélioration des propriétés mécaniques du sol est due à la création d'hydrates enrobant et liant les particules entre elles.

On utilisera donc l'un ou l'autre des traitements en fonction des sols à traiter. On préférera un traitement à la chaux pour un sol fin qui ne présente aucune stabilité face aux aléas

Chapitre 5 : Fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines BA et RB

climatiques tandis que l'option « LHR » sera choisie pour des sols peu ou pas plastiques. Le traitement dépendra également de l'objectif final fixé, à savoir une utilisation en tant que remblai ou pour permettre la progression d'un chantier.

5.2.2 Méthodologie des traitements de sols en place au LHR

Le traitement des sols en place est une technique qui existe depuis le milieu du 20^{ème} siècle puisque cette approche était utilisée pour le terrassement d'ouvrages d'art dès les années 1950, avant de se répandre, et s'améliorer au gré des évolutions techniques, aux couches de forme et d'assises de chaussée. Aujourd'hui, cette technique est souvent proposée en solution principale ou variante des tracés routiers puisqu'elle s'applique à un nombre de plus en plus grand de sols, qu'ils soient argileux, limoneux, sableux ou bien crayeux. Il s'agit d'un procédé dont les mises en œuvre suivent les recommandations du guide technique de « Traitement des sols à la chaux et/ou aux liants hydrauliques – application à la réalisation des remblais et des couches de formes » SETRA/LCPC [12]. Sans détailler des configurations spécifiques, on distingue cinq étapes principales pour le traitement des sols, synthétisées sur la Figure 5-2.

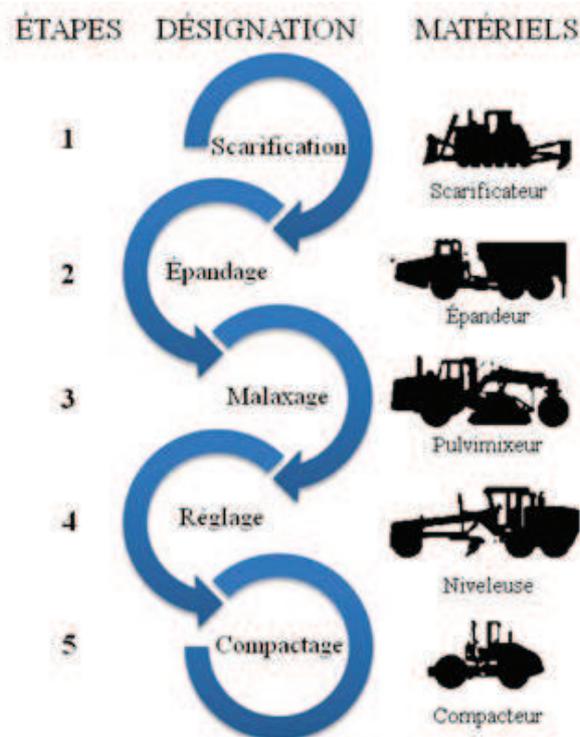


Figure 5-2 : Étapes de traitements de sols en place pour la construction routière

Chapitre 5 : Fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines BA et RB

- ÉTAPE 1 : Il s'agit de faciliter le travail des malaxeurs, et donc d'ouvrir le sol et d'en éliminer les éléments trop gros à l'aide de scarificateur. L'objectif est d'homogénéiser le matériau en place [69] [73].
- ÉTAPE 2 : L'épandage est réalisé par des systèmes d'épandeur à dosage volumétrique asservi ou non en vitesse et défini par un système de réglage pondéral. La mise en œuvre doit en effet être très précise dans les quantités à épandre (Q en kg/m^2).
- ÉTAPE 3 : Le malaxage est destiné à obtenir une bonne homogénéité du matériau traité sur l'épaisseur désiré. Il est réalisé à l'aide de pulvimixeur, engin doté de chambre de malaxage, de dispositifs d'injection d'eau et parfois d'injection liant hydraulique [73].
- ÉTAPE 4 : Un compactage partiel suit très rapidement le malaxage afin de limiter l'exposition aux intempéries. Le réglage s'effectue à la niveleuse et consiste à l'enlèvement de matériau avec une tolérance de ± 3 cm pour les couches de forme et les fondations des assises de chaussée, de ± 2 cm pour les bases des assises de chaussée.
- ÉTAPE 5 : On procède au compactage final afin d'obtenir l'objectif de densification visé (selon l'usage du sol) [12]. Une protection de surface est réalisée pour protéger les couches des intempéries et du trafic sur chantier. Plusieurs enduits (émulsion de bitume ou complexe d'émulsion et d'enduits superficiels) peuvent être utilisés pour répondre aux niveaux d'agressivité de trafic de chantier et d'exposition climatique avant son recouvrement par la couche sus-jacente.

5.2.3 Normes en vigueur et caractérisation des LHR

De multiples normes définissent les conditions d'emploi, les spécifications des matériaux et les protocoles d'essais. Pour résumer et centrer ce contexte normatif sur notre étude, nous n'avons retenu que quelques-unes d'entre elles, synthétisées dans le Tableau 5-2 ci-après :

Chapitre 5 : Fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines BA et RB

EN 13282-1&2	« Liants hydrauliques routiers. Partie 1 : Liants hydrauliques routiers à durcissement rapide & normal. Composition, spécifications et critères de conformité » [2]:
NF P 94-102	« Sols : reconnaissance et essais. Sol traité au liant hydraulique, éventuellement associé à la chaux, pour utilisation en couche de forme, partie 1 & 2. [34] [8]
NF EN 14227-13	« Mélanges traités aux liants hydrauliques, spécifications. Partie 13 : sol traité au LHR ». À noter que cette présente norme s'applique aux sols traités au LHR destinés à la construction ou l'entretien d'assises de chaussées ». [33]
NF EN 13286-53	« Mélanges traités aux liants hydrauliques et mélanges non traités. Partie 53 : Méthode de confection par compression axiale des éprouvettes de matériaux traités aux liants hydrauliques ». [36]
NF EN 13286-41	« Mélanges traités et mélanges non traités aux liants hydrauliques - Partie 41 : méthode d'essai pour la détermination de la résistance à la compression des mélanges traités aux liants hydrauliques ». [35]
NF EN 13286-42	: « Mélanges traités et mélanges non traités aux liants hydrauliques - Partie 42 : méthode d'essai pour la détermination de la résistance à traction indirecte des mélanges traités aux liants hydrauliques ». [37]
NF EN 13286-43	« Mélanges traités et mélanges non traités aux liants hydrauliques - Partie 43 : méthode d'essai pour la détermination du module d'élasticité des mélanges traités aux liants hydrauliques ». [38]
NF EN 13286-45	« Mélanges traités aux liants hydrauliques et mélanges non traités. Partie 45 : Méthode d'essai pour la détermination du délai de maniabilité des mélanges traités aux liants hydrauliques ». [4]

Tableau 5-2 : Normes de spécification et caractérisation des liants hydrauliques routiers

Chapitre 5 : Fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines BA et RB

Les performances à atteindre sont différentes en fonction de la destination du traitement (remblai ou couches de forme et d'assise). Pour les assises de chaussée, les performances mécaniques du traitement de sol doivent être caractérisées et classées selon l'une des trois méthodes proposées dans la norme EN 14227-13 [33], à savoir : l'indice de portance Californien (ICBR), exprimé en pourcentage ; la résistance mécanique en compression (R_c) ; le couplage de la résistance mécanique en traction directe (R_t) ou diamétrale (R_{tB}) et du module d'élasticité (E). D'autres caractéristiques sont exigées comme l'insensibilité à l'eau, la non gélivité et le délai de maniabilité. Pour les couches de forme, les performances mécaniques sont caractérisées à travers la résistance à la compression simple autorisant la circulation de chantier R_{cir} , la résistance à l'immersion au jeune âge R_{im} , la résistance au gel $R_{tb}(g)$ et les performances à long terme (couple R_t/E_t).

Pour la résistance permettant la circulation de chantier R_{cir} sur la couche traitée, trois classes existent conformément aux données du Tableau 5-3. Les résistances sont mesurées à différentes échéances puis interpolées pour déterminer le nombre de jours (n) permettant d'atteindre la classe de résistance visée.

Classe	R_{ci1}	R_{ci2}	R_{ci3}
Résistance en compression à n jours	$R_c(n) > 1,5$ MPa	$1,0 < R_c(n) < 1,5$ MPa	$0,5 < R_c(n) < 1,5$ MPa

Tableau 5-3 : Classe de résistance en compression permettant la circulation des engins NF P 94-102-1[34]

L'insensibilité à l'eau est caractérisée par le rapport entre la résistance après immersion et la résistance en compression à 60 jours. Comme dans le cas précédent, trois classes existent selon l'argilosité du sol, à savoir (Tableau 5-4):

Argilosité	R_{im1}	R_{im2}	R_{im3}
$VBS \leq 0,5$	$R_{ci}/R_{c60} > 0,9$	$0,9 \geq R_{ci}/R_{c60} \geq 0,8$	$0,8 \geq R_{ci}/R_{c60} \geq 0,7$
$VBS > 0,5$	$R_{ci}/R_{c60} > 0,9$	$0,8 \geq R_{ci}/R_{c60} \geq 0,6$	$0,6 \geq R_{ci}/R_{c60} \geq 0,5$

Tableau 5-4 : Classe des sols en fonction de leur résistance à l'immersion au jeune âge NF P 94-102-1[34]

Chapitre 5 : Fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines BA et RB

La résistance au gel est définie soit par une valeur minimale de la résistance en compression diamétrale $R_{tb}(g)$ égale à 0,25MPa, soit par des essais de gonflement réalisés selon la norme NF P 98-234-2 [11]. Les performances à long terme sont définies par les valeurs à 90 jours de la résistance en traction directe ou indirecte (résistance à la compression diamétrale) et le module en traction.

Tout type de sol ne peut recevoir un traitement au LHR. Pour ce faire, les matériaux en place doivent répondre à trois critères fondamentaux : l'homogénéité du gisement, un pourcentage maximal de gonflement volumique après immersion dans l'eau G_v selon la norme EN 13286-49 (inapte si $G_v > 10\%$ et apte si $G_v \leq 5\%$) [33], une valeur minimale de la résistance en compression diamétrale R_{tb} (inapte si $R_{tb} < 0,10$ MPa et apte si $R_{tb} \geq 0,2$ MPa).

5.3. Compositions et caractérisation des LHR à base de fines

5.3.1. Formulation des LHR à base de fines

Pour formuler nos LHR, nous nous sommes inspirés de deux liants industriels. Le premier est un liant à base de clinker et d'additions minérales inertes, appelé dans la suite « LHR industriel 1 », identifié par le marquage HRB E 3 K75, L22 selon la norme NF E 13282-1 [2]. Il s'agit d'un liant appartenant à la classe de résistance 30 MPa, composé de clinker à 75% et de calcaire à 22%. Le second, nommé « LHR industriel 2 », est un liant à base d'additions minérales à forte teneur en laitier de haut fourneau (LHF), identifié comme HRB E 3 S82, L6, V6, K6 selon la norme NF E 13282-1 [2]. Comme pour le premier liant, ce LHR appartient à une classe de résistance de 30 MPa. Il est constitué de 82% de LHF, 6% de calcaire, 6% de cendres volantes et 6% de clinker. Ces deux liants sont représentatifs de deux familles de LHR industriels, l'une à base de clinker et l'autre à base d'additions minérales. Ils servent dans la suite, de références de comparaison.

5.3.1.1. LHR « clinker + fines non traitées »

Un premier groupe de LHR a été formulé à base de fines non traitées (BA-NT ou RB-NT). Il appartient à la famille du LHR industriel 1 : ce sont des mélanges binaires de ciment et de

Chapitre 5 : Fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines BA et RB

finies de proportions massiques respectives 22 et 78%. Sur la Figure 5-3 sont schématisées leurs compositions.

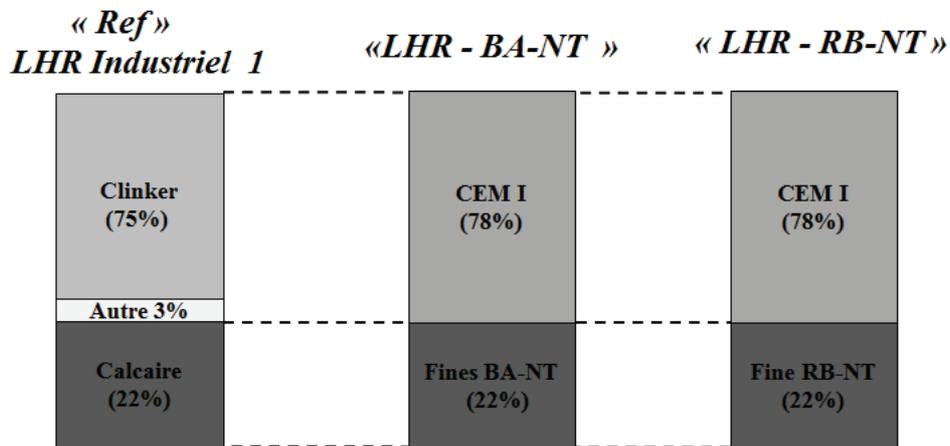


Figure 5-3 : Formulation du LHR à base de clinker

Pour ces deux LHR, nous avons utilisé un ciment de type CEM I 52,5N de l'usine de Saint Pierre La Cour (LAFARGE, annexe A.14). Ce ciment est composé à 94% de clinker, 4,5% de gypse et 2% d'addition non définie. Connaissant la composition du ciment, on en déduit celle détaillée de nos LHR : 73,3% de clinker, 22% d'addition de fines et 3,3% de gypse et 1,4 % d'addition autre.

5.3.1.2. LHR « additions minérales + fines traitées »

Pour formuler des LHR de la deuxième famille, c'est-à-dire comparables au LHR industriel 2, nous nous sommes basés sur les travaux de Ségui et al., [184] [185]. Les auteurs ont travaillé sur l'optimisation de la composition d'un LHR avec la quantité la plus élevée possible de pouzzolane naturelle ajoutée de chaux et de gypse, ces deux matériaux pouvant jouer un rôle important dans la résistance des mélanges pouzzolane/chaux/gypse. En effet, la présence de gypse accroît la consommation de la chaux par la pouzzolane. En revanche, la quantité de gypse doit être limitée à 5% afin que la proportion de sulfate (SO_3) maximale soit inférieure à 4% [2] [188]. La Figure 5-4 compare entre les deux LHR formulés avec les fines traitées (BA-T et RB-T), le liant industriel 2, et le liant optimisé par Segui et al., [185] composé de 80% de pouzzolane, 15% de chaux et 5% du gypse.

Chapitre 5 : Fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines BA et RB

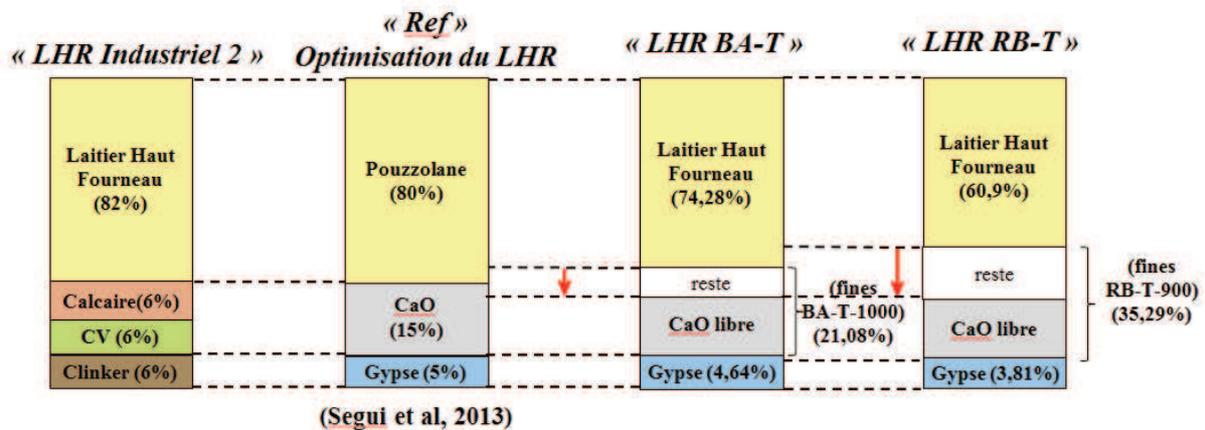


Figure 5-4 : Formulations des LHR à base d'additions minérales

Dans notre étude, nous avons choisi d'utiliser un laitier haut fourneau (LHF) (Annexe A.8) à la place de la pouzzolane naturelle et de remplacer la chaux industrielle utilisée par Segui et al., [185] par les fines traitées BA-T-1000 et RB-T-900 (dont la démarche de fabrication et les caractéristiques ont été présentées dans le chapitre 3). Un gypse industriel avec la teneur en calcium sulfate hydrate à 98% a également été utilisé (Annexe A.13).

Les compositions des LHR BA-T et RB-T ont été calculées à l'aide du système d'équations suivant, en s'inspirant des travaux de Ségui et al., [185].

$$p_{LHF} + p_{Fines} + p_G = 100\% \quad (5.1)$$

$$p_G / p_{LHF} = 6,25 \cdot 10^{-2} \quad (5.2)$$

$$p_{CaO} / p_{LHF} = 0,187 \quad (5.3)$$

$$p_{CaO} / p_{Fines} = 0,667 \text{ et } 0,324 \text{ respectivement pour BA-T et RB-T} \quad (5.4)$$

p_{LHF} , p_{Fines} , p_G et p_{CaO} sont respectivement les proportions massiques (en %) en laitier de haut fourneau, en fines (BA-T ou RB-T), en gypse et en chaux du liant formulé. Les ratios p_G / p_{LHF} et p_{CaO} / p_{LHF} ont été pris égaux à ceux proposés par Ségui et al., [185] (équations 5.2 & 5.3). Les proportions de chaux libre contenue dans les fines BA-T ou RB-T (p_{CaO} / p_{Fines}) ont été déterminées après traitement thermique (cf. chapitre 3).

Chapitre 5 : Fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines BA et RB

La résolution de ces quatre équations nous permet de proposer les deux compositions :

- le mélange ternaire nommé « LHR-BA-T » constitué de 74,3% de LHF; 21,1% de fines BA-T et 4,6% gypse.
- le mélange ternaire nommé « LHR-RB-T » constitué de 60,9% de LHF; 35,3% de fines BA-T et 3,8% gypse.

5.3.2. Classification des LHR formulés selon les normes en vigueur

Tous les résultats de notre étude de classification sont basés sur la norme française des liants hydrauliques routiers (NF-P 15-508) [9] puisqu'au moment de la réalisation de ces travaux de thèse, les normes EN 13282-1&2 [2] [3] actuelles de spécification des « liants hydrauliques routiers à durcissement rapide et normal » n'étaient pas encore en vigueur. Les différences entre ces deux normes européennes et la norme française ne sont pas fondamentales puisque toutes les trois prescrivent des exigences de nature, mécaniques, physiques et chimiques (voir Tableau 5-5).

Caractéristique		Critère	NF P 15-108 (Spécification)	Critère	NF 13282-1 (Spécification)					
Mécanique		R_c à 56 j	Classe de résistance (MPa)		Classe de résistance (MPa)					
			10	20	30	R_c à 7 j	E 2	E 3	E4	E4-RS
			≥ 10	≥ 20	≥ 30		≥ 5	≥ 10	≥ 16	≥ 16
			≤ 30	≤ 40	≤ 50	R_c à 28 j	$\geq 12,5$	$\geq 22,5$	$\geq 32,5$	$\geq 32,5$
			$\leq 32,5$	$\leq 42,5$	$\leq 52,5$		-			
Physiques	Finesse	Refus à 90 μm (%)	$\leq 15\%$ en masse		Refus à 90 μm (%)	$\leq 15\%$ en masse				
	Temps de début de prise	Classe courante	≥ 180 min		E 2, E 3, et E 4	≥ 90 min				
		Prise rapide (PR)	≤ 45 min		E-RS	≤ 90 min				
	Stabilité	Expansion	≤ 30 mm		Expansion	≤ 10 mm				
Chimique		Teneur en sulfates (SO_3)	$\leq 4\%$ Ou 9% si LHR composant Schistes calcinés (T), cendre volantes calciques (W) et laitier (S)		Teneur en sulfates (SO_3)	$\leq 4\%$ Ou 9% si LHR composant Schistes calcinés (T), cendre volantes calciques (W) et laitier (S)				

Tableau 5-5 : Spécifications des LHR définis par les normes NF P 15-108 [9] et NF 13282-1&2 [2] [3]

Chapitre 5 : Fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines BA et RB

5.3.2.1 Exigences de nature

Dès ce premier critère, les LHR formulés à bases de fines (NT et T) ne sont pas en conformité avec le contexte normatif. En aucun cas la norme NF-P 15-108 ne spécifie l'utilisation de déchets du BTP comme constituant principal dans les LHR, ni même comme constituants secondaires et additifs.

5.3.2.2 Exigences mécaniques

La norme NF-P 15-108 classe les LHR en fonction des résistances mécaniques en compression à 56 jours sur mortier normalisé (selon la norme EN 196-1 [16]). Trois éprouvettes de dimensions 40 x 40 x 160 mm ont été fabriquées pour chaque composition. Le mortier est constitué de (1350 ± 5g) de sable normalisé, (225 ± 1g) d'eau et de (450 ± 2g) de LHR. Les éprouvettes ont été coulées puis démoulées à 24h et conservées dans de l'eau à 20°C pendant toute la durée de la cure. Les résistances en compression ont été ensuite mesurées à trois échéances (7, 28 et 56 jours). Le Tableau 5-6 et la Figure 5-5 présentent les résultats de cette étude.

		Résistance à la compression R _c (MPa)		
		7j	28j	56j
Liants Hydrauliques Routiers	LHR-BA-NT	36,0	41,5	49,2
	LHR-RB-NT	33,4	37,4	48,2
	LHR-industriel 1	-	-	49,2
	LHR-BA-T	20,3	29,4	40,8
	LHR-RB-T	17,5	27,6	40,1
	LHR-industriel 2	-	-	39,1

Tableau 5-6 : Résistance mécanique en compression des mortiers à base de LHR

Chapitre 5 : Fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines BA et RB

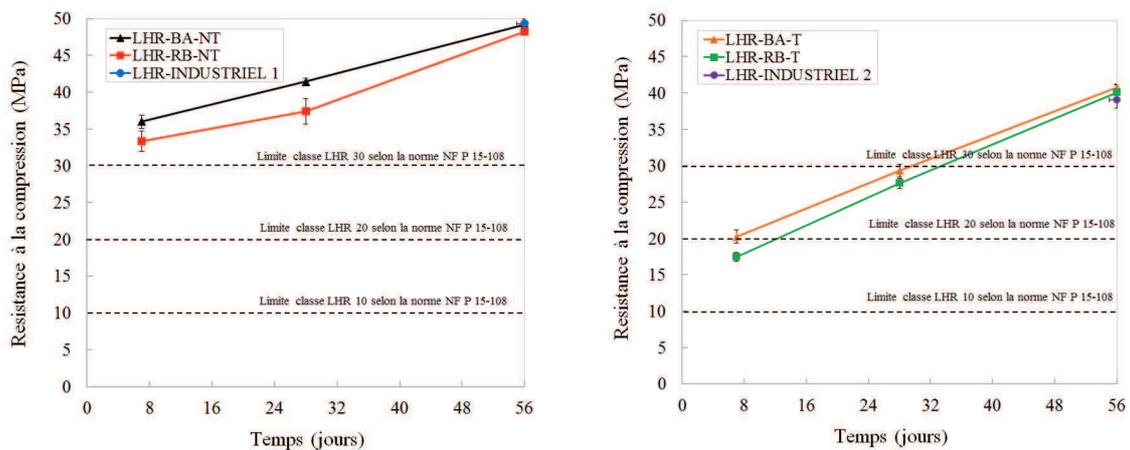


Figure 5-5 : Résistance en compression des mortiers LHR à base de clinker et calcaire (à gauche) et LHR à base de laitier, de chaux et gypse (à droite)

Les résistances en compression à 56 jours sont comparables entre les mortiers formulés à partir des LHR industriels et ceux formulés à partir des LHR à base de fines. Vis-à-vis de cette exigence, les quatre LHR sont de classe de résistance 30, soit la plus haute classe proposée dans la norme. Selon la norme EN 13282-1&2 [2] [3], nos LHR peuvent être considérés comme des liants à durcissement rapide puisque les résistances à 7 jours sont supérieures à 10 MPa (classe E3 pour les LHR à base de BA/RB-T ; classe E4 pour les LHR à base de BA/RB-NT).

L'évolution des résistances des mortiers normalisés formulés avec les LHR BA/RB-NT présente des similitudes avec celle des mortiers formulés avec des fines BA/RB-NT présentés dans le chapitre 4. Nous avons avancé, dans ce même chapitre, que les fines RB-NT ont une probable activité pouzzolanique. Celle-ci semble bien se confirmer ici. En effet, les résistances sont plus faibles à court terme dans le cas des mortiers avec fines RB-NT que dans le cas des mortiers avec fines BA-NT. Mais, à long terme, la différence de résistance tend à s'annuler.

Dans le cas des mortiers normalisés avec des fines traitées (LHR-BA/RB-T), le constat est similaire : les différences de résistances observées au jeune âge diminuent avec le temps (Figure 5-5). Les deux LHR ont été formulés à teneur en chaux vive constante (15%) ce qui, compte tenu de la composition des fines après traitement, nécessitait un apport plus élevé de fines RB-T que de fines BA-T et donc moins de LHF et de gypse susceptibles de participer à

Chapitre 5 : Fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines BA et RB

l'évolution des résistances dans le LHR-RB-T. Au regard de ces considérations, émettons deux hypothèses :

- Comme dans le cas des fines non traitées RB-NT, les pouzzolanes (terre cuite) dans les fines traitées RB-T participent à la réactivité générale du LHR-RB-T et donc compensent la réduction de LHF.
- La quantité de chaux vive ajoutée n'est pas suffisante pour activer la totalité des LHF puisque les résistances sont équivalentes à 56 jours. Cette hypothèse pourrait être confirmée par une analyse complémentaire par diffraction de rayons X par exemple, pour quantifier la consommation de la chaux hydratée.

Il est à noter enfin que les résistances des mortiers avec le LHR industriel 2 et les LHR BA/RB-T sont plus faibles que celles des trois autres compositions (LHR industriel 1, LHR BA/RB-NT) quelle que soit l'échéance.

5.3.2.3 Exigences physiques et chimiques

Pour être en conformité, les LHR doivent aussi répondre à des exigences physiques, d'ordre granulométrique, de temps de prise, d'expansion et de teneur en sulfates, autant de paramètres qu'il sera nécessaire de déterminer, à l'avenir, pour valider complètement nos LHR.

5.4. Composition et caractérisation du sol témoin

Un sol témoin a été reconstitué en laboratoire. Nous avons choisi de mélanger 80 % de sable et 20 % d'argile pour obtenir un sol riche en fines nécessitant un traitement au LHR. Le sol témoin est constitué d'un sable siliceux de coupure granulométrique 0/4 provenant d'une carrière KLEBER MOREAU en Vendée (85) (Annexe A.4) et d'une argile de type kaolinique sous forme de poudre ($D_{\max} = 200 \mu\text{m}$) fournie par l'entreprise SOLARGIL (Annexe A.11).

La caractérisation du sol reconstitué en laboratoire a été réalisé en conformité avec le Guide des Terrassement routier « GTR » (la norme NF-P 11-300 [5]). Les principaux paramètres sont : l'origine pétrographique du sable et de l'argile, la granularité (D_{\max}), la répartition

Chapitre 5 : Fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines BA et RB

granulométrique du mélange (% de passants à 80 μm et 2 mm), l'argilosité (VBS; I_p), les caractéristiques géotechniques (ρ_{dOPN} , ω_{OPN} , IP). Nous ne prenons pas en compte l'état hydrique du matériau car c'est un sol reconstitué à partir de matière sèche. En revanche, la classification de ce sol est définie à la teneur en eau optimale pour le compactage puisque c'est à cette même teneur en eau que nous réalisons les traitements au LHR.

5.4.1 Classification du sol témoin selon le GTR

5.4.1.1 Granulométrie et masse volumique

Les courbes granulométriques du sable, de l'argile et du sol témoin 80/20 ont été obtenues par tamisage et granulométrie laser [10] et sont présentées sur la Figure 5-6.

D'après la courbe du sol témoin (courbe de mélange), les pourcentages de passant à 80 μm et 2 mm sont respectivement de 19,1% et 84,3%. Ces deux seuils permettent de confirmer la nature du sol témoin qui est, selon le GTR, un sol à tendance sableuse riche en fines.

La masse volumique des grains solides (ρ_s) du sol témoin a été recalculée à partir des masses volumiques réelles du sable (2,65 g/cm^3) et de l'argile (2,54 g/cm^3) et est estimée à 2,627 g/cm^3 . On trouvera en annexe B.3, la méthode de calcul de la masse volumique d'un mélange à partir des masses volumiques des constituants.

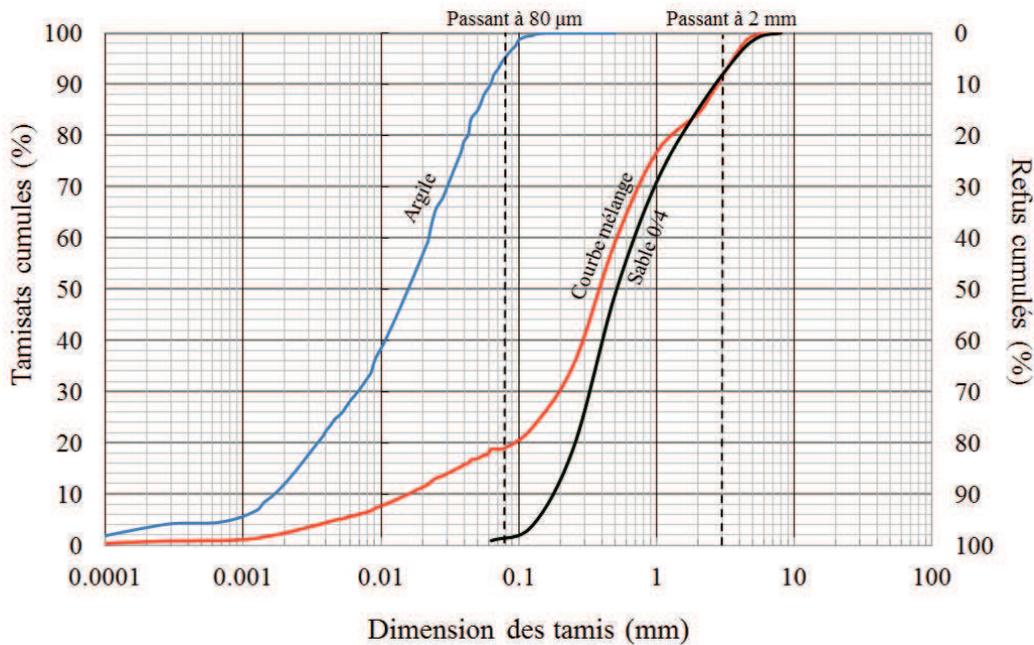


Figure 5-6 : Courbes granulométriques du sable, de l'argile et du sol témoin 80/20

5.4.1.2 Argilosité

L'argilosité d'un sol est définie à travers l'indice de plasticité (I_p) [6] et la valeur de bleu de méthylène saturé (VBS) [7]. Ces deux paramètres sont complémentaires même si l'indice I_p est aussi un paramètre de comportement (maniabilité). L'indice I_p caractérise l'étendue du domaine plastique où le sol reste déformable tout en conservant ses propriétés mécaniques (cisaillement). Il est défini comme étant la différence entre la limite de liquidité (w_l , teneur en eau exprimée en %) et la limite de plasticité (w_p exprimée en %) sur une fraction inférieure à 400 μm . On considère que, plus l'indice I_p est élevé, plus l'argilosité est grande. La valeur au bleu de méthylène saturé VBS exprime la quantité de bleu de méthylène adsorbée à la surface interne et externe des particules d'un sol. On suppose que, plus la VBS est élevée, plus la quantité de fraction argileuse est grande. Le Tableau 5-7 donne les valeurs de VBS et I_p obtenues pour notre sol témoin.

5.4.1.3 Essai Proctor

L'essai Proctor a pour objectif de déterminer la teneur en eau (ω_{OPN}) optimisant la compacité d'un sol dans des conditions de compactage normalisées. Pour notre étude, l'essai Proctor

Chapitre 5 : Fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines BA et RB

Normal a été réalisé sur le sol témoin selon la norme EN 13286-2 [3] dans un moule CBR à cinq teneurs en eau différentes (4, 6, 8, 10 et 12 %). La Figure 5-7 présente les résultats de cette analyse où la masse volumique sèche ρ_{dOPN} (g/cm³) est exprimée en fonction de la teneur en eau ω (%).

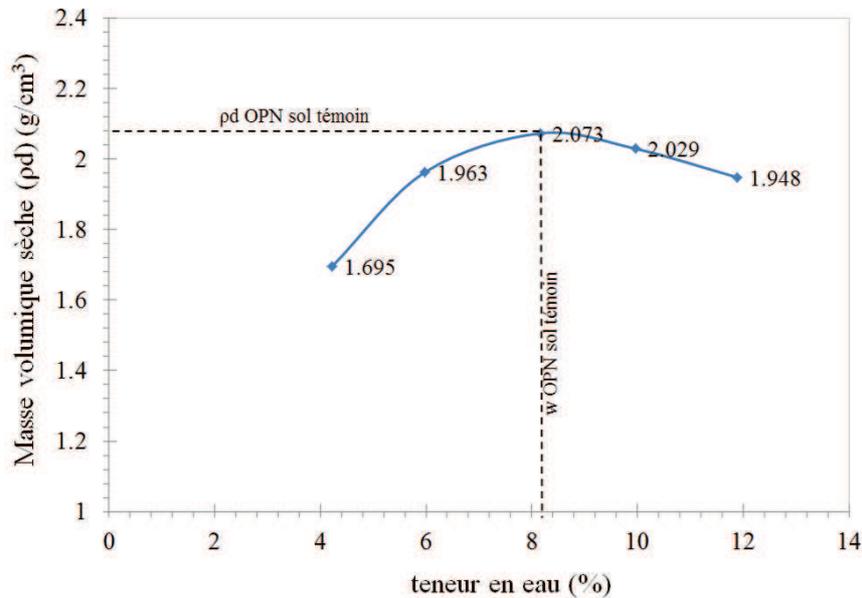


Figure 5-7 : Courbe Proctor du sol témoin

La courbe Proctor obtenue présente classiquement une allure « en cloche ». Par lecture graphique, la teneur en eau à l'optimum est estimée à 8,16% pour une masse volumique sèche maximale ρ_d de 2,07 g/cm³. À partir de cette dernière et de la masse volumique des grains solides ρ_s , on estime la compacité à l'optimum à $\rho_d/\rho_s = 0,79$.

5.4.1.4 Indice Portant Immédiat (IPI)

L'IPI caractérise l'aptitude d'un sol, normalement compacté à sa teneur en eau naturelle, sans surcharge ni immersion, à permettre la circulation des engins de chantier. Cet indice est une donnée d'entrée utile à l'identification des sols selon le GTR.

Un essai de poinçonnement CBR a été réalisé sur le sol étudié selon la norme NF P94-078. Cependant, contrairement à ce qui est préconisé dans le protocole normalisé, l'essai a été fait sur le sol compacté à l'optimum Proctor à la teneur ω_{OPN} . L'IPI a ainsi été évalué à 12,4%.

Chapitre 5 : Fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines BA et RB

5.4.1.5 Classification selon le guide GTR

Le Tableau 5-7 et la Figure 5-8 présentent la synthèse des données nécessaires à la classification selon le GTR. À noter que l'on considère la teneur en eau naturelle du sol témoin égale à ω_{OPN} , car les traitements du sol témoin se font, dans le cadre de ces travaux, à cette teneur en eau.

Un sol de classe B5 est un sol similaire à un sol fin de classe A1 compte tenu de leur faible plasticité ($I_p < 12$) et donc de leur sensibilité aux variations hydriques. Ce sont des sols qui nécessitent des traitements spécifiques aux liants. Ces principaux paramètres valident notre sol témoin, qui sert de support aux traitements avec les LHR étudiés.

Classement selon la nature		B5 « Sables et graves très siliceux »	Classement selon l'état hydrique		
$D_{max} = 4 \text{ mm}$	$\leq 50 \text{ mm}$		IPI = 12,4	$12 < IPI \leq 30$	B5m
Tamisé à 80 $\mu\text{m} = 20\%$	$\leq 35 \%$		$\omega_{OPN} = \omega_n = 8,16\%$	$0,9 \omega_{OPN} \leq \omega_n \leq 1,1 \omega_{OPN}$	
VBS = 0,6 %	$< 1,5 \%$				
$I_p = 10,83 \%$	$< 12 \%$				

Tableau 5-7 : Caractéristiques du sol reconstitués au labo

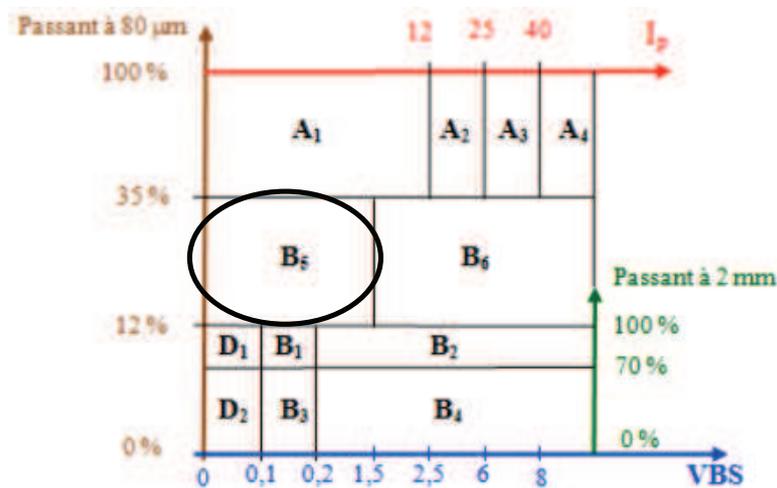


Figure 5-8 : Classification GTR des sols selon leur nature NF P 11 – 300

Chapitre 5 : Fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines BA et RB

5.4.2 Caractéristiques minéralogiques du sol témoin

Un échantillon représentatif du sol témoin a été broyé à 80 µm avant d'être analysé par diffraction de rayons X et par ATG. Les résultats de ces deux analyses sont présentés sur la Figure 5-9 et la Figure 5-10.

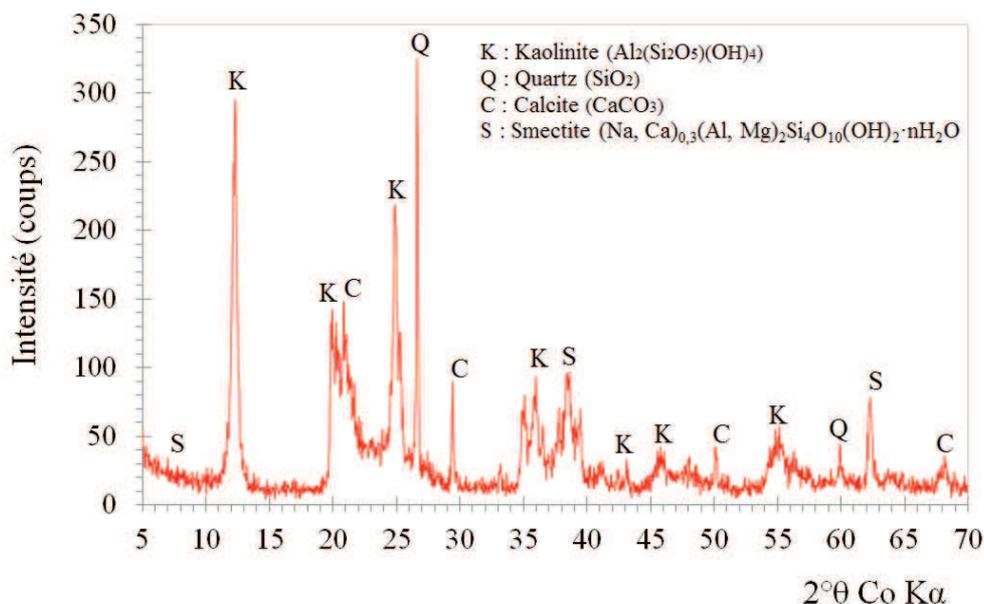


Figure 5-9 : Diffractogramme de rayons X du sol témoin broyé à 80 µm

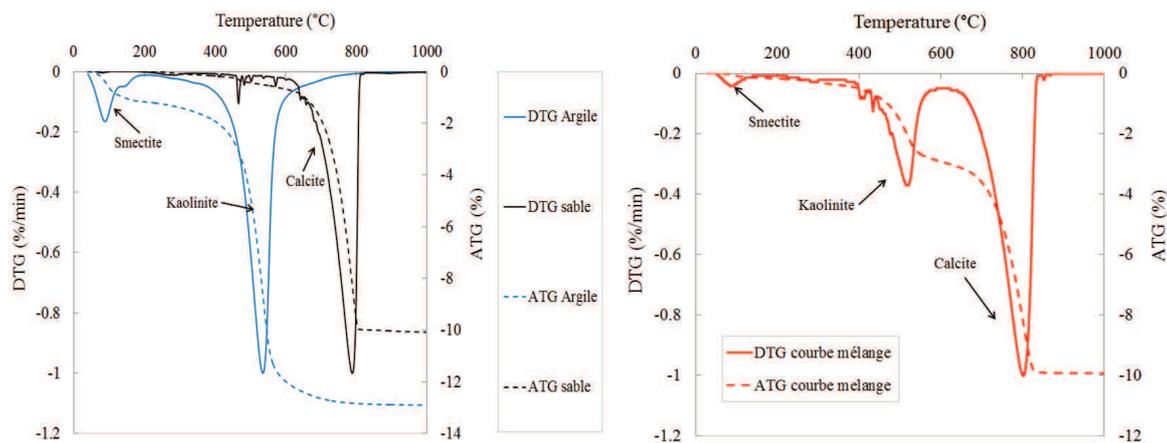


Figure 5-10 : DTG et TG de l'argile et du sable seul (à gauche) et du sol témoin (à droite)

Chapitre 5 : Fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines BA et RB

Le diffractogramme de rayons X confirme la présence des minéraux argileux (Kaolinite K et Smectite S) et d'autres non argileux (quartz Q, calcite C). Ces résultats qualitatifs sont cohérents avec les données des fiches techniques du sable et de l'argile (annexe A.4 et A.11)

La courbe DTG de l'argile met en évidence un premier pic avant 100°C lié à l'évaporation de l'eau situé dans l'espace interfoliaire et sur les surfaces externes des particules de la Smectite. Un large pic apparaît entre 200 et 800°C lié à la déshydroxylation conjuguée de la Kaolinite et de la Smectite. La courbe DTG du sable met en évidence un pic principal lié à la décarbonatation de la calcite entre 570 et 820°C, dont la teneur est estimée à 21%, un pic secondaire à 580°C correspondant à la transformation du quartz et deux autres pics vers 480°C non identifiés. La courbe DTG du sol témoin se superpose aux deux précédentes (mêmes pics), ce qui valide la représentativité du mélange testé. En outre, la proportion de calcite mesurée pour le sol (16,1%) est bien proportionnelle à la teneur en calcite du sable (21%) et à la proportion de sable dans le sol (80%).

5.5. Traitement du sol témoin aux LHR

5.5.1. Procédures et mélanges étudiés

5.5.1.1. Confection des éprouvettes de sol traité

Dans le cadre de notre étude de faisabilité basée sur une comparaison de LHR industriels et de LHR confectionnés à partir des fines BA/RB-NT/T, seules la résistance en compression et la sensibilité à l'eau du sol traité sont analysées.

Nous avons choisi de travailler à compacité constante, à la teneur en eau optimale Proctor, quelle que soit la nature du liant. En fixant ces paramètres, les différences de résistance à la compression des sols traités seront principalement dues au liant utilisé (et non à une différence de porosité initiale). Notons aussi que les éprouvettes testées sont de diamètre et hauteur, de 5 cm ($v_0 : 98,17 \text{ cm}^3$), soit un élancement de 1. La norme demande un élancement égal à 2. Nous avons bien conscience qu'un élancement égal à 1 conduit à une surestimation des résistances en compression. Cependant, nous avons fait ce choix pour des questions pratiques liées à la quantité de LHR à produire.

Chapitre 5 : Fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines BA et RB

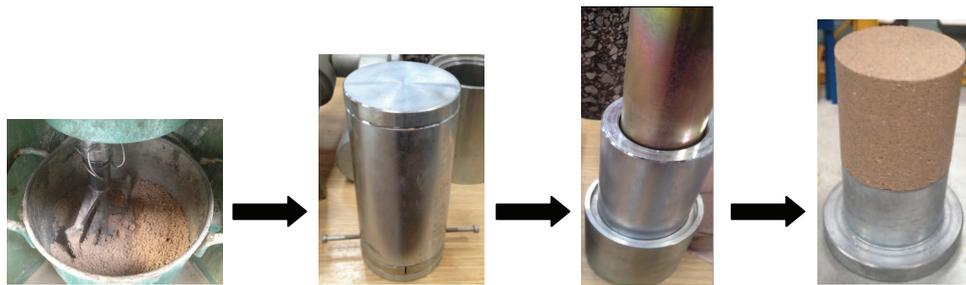


Figure 5-11 : Préparation des matériaux jusqu'à l'étape de confection des éprouvettes

Les éprouvettes de sol sont confectionnées par compression axiale à partir de la norme NF EN 13286-53 [36]. La Figure 5-11 présente le matériel utilisé et une éprouvette après compactage. Le malaxage du sol non traité est fait dans un malaxeur à mortier à la teneur ω_{OPN} , 24 heures avant le compactage. Le mélange est conservé dans des sacs hermétiques pour favoriser l'homogénéité de la teneur en eau. Dans le cas des sols traités avec les LHR aux fines traitées, le sol est mélangé au LHR 30 min avant le compactage. Cette durée permet d'éteindre la chaux vive amenée par les LHR et donc d'éviter le gonflement à très court terme. Dans le cas des LHR avec fines non traitées, le compactage est fait juste après le mélange sol/LHR.

Lors du compactage sous presse, on mesure l'effort appliqué en fonction du temps. Une brusque augmentation de l'effort nous indique que le moule est refermé (c'est-à-dire qu'on a atteint une hauteur de 5 cm et donc le volume v_0). La Figure 5-12 donne un exemple de courbes « efforts en fonction du déplacement » pendant la fermeture du moule.

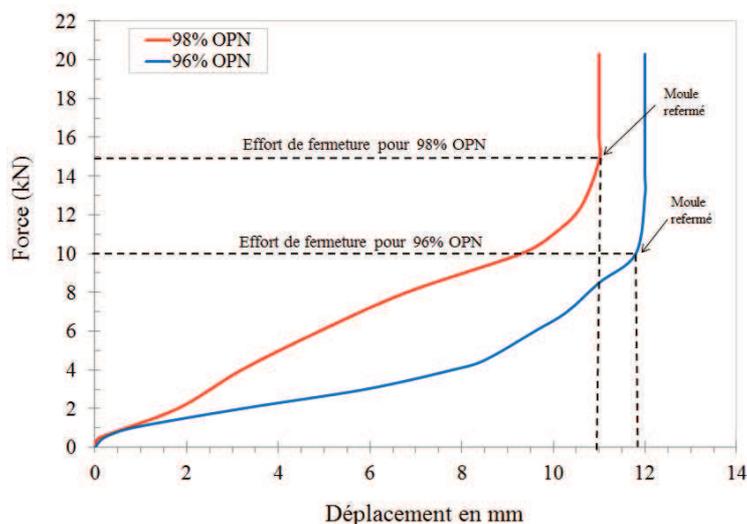


Figure 5-12 : Courbes des efforts de fermeture en fonction du déplacement pendant la fermeture du moule pour p_d égal à 98% OPN et p_d égal à 96% OPN

Chapitre 5 : Fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines BA et RB

5.5.1.1.a. Confection des éprouvettes du sol témoin non traité

Nous avons d'abord étudié le protocole de confection d'éprouvettes sur le sol non traité, avant de l'étendre à tous les sols.

Conformément aux résultats de l'essai Proctor, la masse de sol témoin (m_0) est préparée à la teneur en eau à l'optimum ($\omega_{OPN} = 8,16\%$), et compactée pour avoir la densité sèche optimale ($\rho_d = 2,03 \text{ g/cm}^3$), soit une compacité de 0,79. Cependant, dans cette configuration, l'effort de fermeture appliqué par le piston ($>>20 \text{ kN}$) est très élevé par rapport au seuil imposé par la norme (5,89 kN, soit 3 MPa pour une éprouvette de 5 cm de diamètre).

Nous avons donc réduit l'objectif de compacité en fabriquant des éprouvettes à 98% puis 96% de la masse volumique sèche à l'optimum, soit 2,03 et 1,99 g/cm^3 , afin de limiter l'effort de fermeture. Malgré cela, les efforts de fermeture du piston restent très nettement au-dessus de la limite imposée par la norme puisque qu'à 96% de l'optimum on mesure encore des efforts près de 10 kN (Tableau 5-8).

	Nombre d'éprouvettes	Effort de fermeture F (kN)	m_0 (g)	v_0 (cm^3)	m'_0 (g)	v'_0 (cm^3)	ρ_{app} (g/cm^3)	ρ_d (g/cm^3)	Compacité	R_{c0} (MPa)
98% OPN	1	14,80	215,66	98,17	215,38	101,94	2,113	1,953	0,743	0,20
	2	15,00			215,49	101,34	2,126	1,966	0,748	0,19
	3	14,80			215,18	101,14	2,128	1,967	0,748	0,19
96% OPN	1	10,02	211,31		210,57	100,14	2,103	1,944	0,740	0,17
	2	9,90			210,47	102,75	2,048	1,894	0,720	0,17
	3	10,00			210,81	102,14	2,064	1,908	0,730	0,18

Tableau 5-8 : Compacités et résistances mécaniques en compression des éprouvettes de sol non traité après compactage à 98 et 96% de l'OPN

Pour déterminer la compacité des éprouvettes, nous avons calculé la masse volumique sèche ρ_d à partir de la teneur en eau initiale, de la masse volumique apparente ρ_{app} (masse m'_0 et du volume v'_0 des éprouvettes mesurés après le compactage) et de la masse volumique des grains

Chapitre 5 : Fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines BA et RB

solides du sol ($\rho_s = 2,63 \text{ g/cm}^3$). Nous obtenons une compacité moyenne de 0,75 à 98% de l'optimum et 0,73 à 96%.

On remarquera que la masse mesurée après compactage m'_0 est légèrement inférieure à la masse introduite dans le moule m_0 à cause de petites pertes. De même, le volume de l'éprouvette après compactage v'_0 est plus grand que le volume visé v_0 . La compacité réelle d'une éprouvette peut être donc légèrement différente de la compacité visée. Au regard de ces résultats, nous avons décidé, au final, de réaliser notre étude comparative à 98% de l'optimum en visant une compacité moyenne pour chaque éprouvette fabriquée de 0,75.

Après compactage, les résistances en compression des éprouvettes du sol témoin sont non nulles puisque l'on mesure 0,19 et 0,17 MPa respectivement à 98% et 96% de l'optimum.

5.5.1.1.b. Confection des éprouvettes de sols traités

Le sol témoin est traité aux LHR sans prétraitement à la chaux puisqu'il est inutile de faire une correction hydrique à l'optimum. Nous traitons le sol témoin avec une teneur massique de 3% de LHR (par rapport au sol sec). Pour atteindre l'objectif de compacité fixé (0,75), nous avons d'abord déterminé les masses volumiques des grains solides $\rho_{s \text{ global}}$ des sols traités (97% sol témoin + 3% LHR).

Prenons l'exemple du sol traité au LHR BA-NT. Le sol témoin est composé de 80% sable et 20% argile tandis que le LHR BA-NT est composé de 78% CEM I et 22% fines BA-NT. La Figure 5-13 schématise ces compositions. À partir de la masse volumique des grains du sol témoin et celle du LHR, il est possible d'estimer la masse volumique des grains solides globale. Dans le cas du LHR BA-NT, $\rho_{s \text{ globale}}$ est calculée égale à $2,64 \text{ g/cm}^3$ (en annexe B.4) on trouvera le calcul de la masse volumique d'un mélange de deux constituants de masses volumiques connues).

Chapitre 5 : Fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines BA et RB

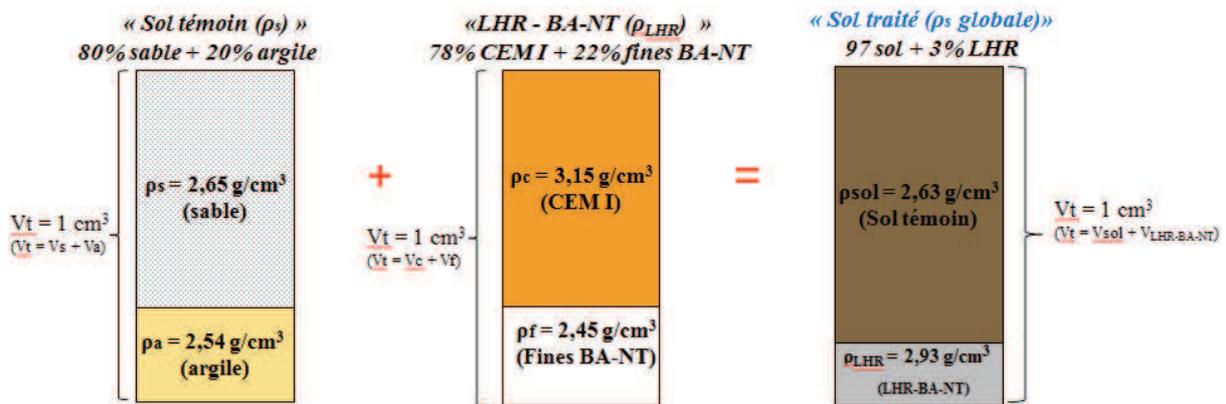


Figure 5-13 : Schémas illustrant les compositions du sol témoin, du LHR BA-NT et du sol traité

Dans le Tableau 5-9 sont reportées les masses volumiques des grains solides pour toutes les compositions.

Composition (97% Sol + 3% LHR)	ρ_s sol témoin (g/cm ³)	ρ_s LHR (g/cm ³)	ρ_s globale (g/cm ³)
LHR industriel 1	2,627	2,890	2,634
LHR BA-NT		2,929	2,635
LHR RB-NT		2,829	2,633
LHR Industriel 2		2,910	2,635
LHR BA-T		2,810	2,632
LHR RB-T		2,821	2,633

Tableau 5-9: Masses volumiques des grains solides du sol témoin, des LHR et globale

Pour confectionner les éprouvettes de sol traité, nous avons suivi le protocole présenté précédemment et vérifié pour chaque composition et chaque éprouvette la compacité après confection. Le Tableau 5-10 et le Tableau 5-11 présentent les résultats respectivement pour les éprouvettes de sol traité aux LHR à base de clinker et pour les éprouvettes de sol traité aux LHR à base d'addition minérale. Ces résultats valident notre méthode de fabrication puisque toutes les compacités sont constantes et très proches de la compacité visée, quel que soit le LHR utilisé.

Chapitre 5 : Fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines BA et RB

LHR	Nombre d'éprouvettes	Effort de fermeture F (kN)	m_0 (g)	v_0 (cm ³)	m'_0 (g)	v'_0 (cm ³)	ρ_{app} (g/cm ³)	ρ_d (g/cm ³)	Compacité
LHR-Industriel 1	1	12,5	215,66	98,17	209,25	99,35	2,106	1,947	0,74
	2	12,2			209,15	99,16	2,109	1,950	0,74
	3	12			209,09	99,82	2,095	2,095	0,74
LHR BA-NT	1	9			209,03	99,35	2,104	1,945	0,74
	2	9,1			208,12	99,16	2,099	1,941	0,74
	3	9			208,19	99,60	2,100	1,941	0,74
LHR RB-NT	1	10			209,01	99,35	2,104	1,945	0,74
	2	10			208,91	99,62	2,097	1,939	0,74
	3	10,5			209,25	99,62	2,099	1,941	0,74

Tableau 5-10 : Compacités des éprouvettes de sol traité au LHR à base de clinker après compactage à 98% de l'OPN

LHR	Nombre d'éprouvettes	Effort de fermeture F (kN)	m_0 (g)	v_0 (cm ³)	m'_0 (g)	v'_0 (cm ³)	ρ_{app} (g/cm ³)	ρ_d (g/cm ³)	Compacité
LHR-Industriel 2	1	5,5	215,66	98,17	208,48	98,63	2,114	1,954	0,75
	2	6,2			209,18	98,63	2,121	1,961	0,75
	3	6,1			209,15	99,16	2,109	1,950	0,75
LHR BA-T	1	12,5			209,06	99,68	2,097	1,939	0,74
	2	13			208,98	99,16	2,108	1,949	0,75
	3	13			209,23	99,22	2,109	1,950	0,75
LHR RB-T	1	11,1			209	99,22	2,106	1,947	0,74
	2	11,6			209,36	98,73	2,121	1,961	0,75
	3	11,4			209,2	98,63	2,121	1,961	0,75

Tableau 5-11 : Compacités des éprouvettes de sol traité au LHR à base d'additions minérales après compactage à 98% de l'OPN

Chapitre 5 : Fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines BA et RB

5.5.1.2. Protocoles de caractérisation des éprouvettes de sol

5.5.1.2.a Résistance en compression

Les résistances en compression des éprouvettes de sols ont été déterminées selon la norme NF EN 13286-41 [35]. Trois éprouvettes de sol traité ont été systématiquement testées pour chaque échéance et pour chaque composition, soit un total de 144 analyses. Nous avons utilisé une presse de 100 kN de marque Zwick/Roell Z100 à vitesse de mise en charge constante étalonnée à raison de 20 N/s (voir Figure 5-14.a). Huit échéances ont été retenues dont 5 pour le court terme (1, 3, 7, 28 et 56 jours) et trois pour le long terme (90, 180 et 365 jours). Pendant la période de cure, les éprouvettes ont été conservées dans des sacs hermétiques, eux même conservés dans une salle humide (HR > 80%).

5.5.1.2.b Expansion volumique G_v

L'expansion volumique des sols traités a été mesurée selon la norme NF EN 13286-49 [NF EN 13286-49]. De plus, nous avons choisi d'utiliser deux méthodes pour évaluer les gonflements à court et à long terme.

- La première consiste à déterminer l'expansion sans période de cure afin d'estimer les effets des LHR à court terme. Trois éprouvettes par composition ont été stockées, juste après confection, pendant 24 heures dans des sacs hermétiques puis entourées d'une bande élastique et d'un bracelet (Figure 5-14.b) et immergées dans de l'eau à 20 ± 2 °C (soit 54 analyses). Les volumes apparents des éprouvettes ont été mesurés au pied à coulisse à la confection puis à chaque échéance (3, 7 et 28 jours) par des pesées hydrostatiques.
- Nous avons suivi une méthode similaire pour mesurer l'expansion volumique à long terme des sols traités. Les éprouvettes ont été conservées dans des sacs hermétiques durant une période de 28 jours puis immergé dans de l'eau à 20 ± 2 °C les 28 jours suivants. Après immersion dans de l'eau à 20 ± 2 °C, nous avons mesuré les expansions volumiques à 56 et 90 jours (soit 36 analyses).

L'expansion volumique G_v est calculée l'aide de la relation suivante :

$$G_v = 100 \times [(V_1 - V_2) - V_0] / V_0 \quad (5.6)$$

Chapitre 5 : Fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines BA et RB

Où :

V_0 = volume initial (en mm^3) ; V_1 = somme du volume final + volume des bracelets élastiques et de la bande textile (en mm^3) ; V_2 = volume des bracelets élastiques et de la bande textile (en mm^3)



(a)



(b)

Figure 5-14 : Essai de résistance en compression sur des éprouvettes de sol traité (a) ; conservation d'éprouvettes de sol traité (b)

5.6.1.2.c Conductivité hydraulique

Il s'agit donc d'évaluer la conductivité hydraulique du sol témoin traité et non traité aux LHR. On a longtemps considéré le coefficient de perméabilité, dont la mesure était effectuée sur un échantillon homogène d'un matériau, comme une propriété intrinsèque. On sait aujourd'hui qu'il n'en va pas ainsi lorsque le matériau présente un comportement qui peut évoluer en cours d'essai. La mesure de la conductivité hydraulique est donc un moyen de caractériser la stabilité chimique et volumique du sol traité aux LHR et de valider ses performances.

Les essais ont été effectués à l'IFSTTAR (l'Institut Français des Sciences et Technologies des Transports, de l'Aménagement et des Réseaux) de Nantes selon la norme NF X 30-443, 2002 [15] avec des perméamètres à parois souples sur les éprouvettes de sol traité aux LHR âgées de 6 mois. Le dispositif présente le double avantage d'appliquer une contrainte de confinement sur les éprouvettes et de maintenir les membranes souples qui les contiennent. On limite ainsi les risques d'écoulement préférentiels, c'est-à-dire à travers les parois latérales.

L'essai est réalisé sur au moins une éprouvette de sol traité pour chaque composition (voir Figure 5-15). Les coefficients de perméabilité ont été calculés à partir des mesures de débit,

Chapitre 5 : Fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines BA et RB

de pH et de conductivité électrique de la solution percolant à travers l'échantillon. La contrainte d'injection est augmentée de 20 à 100 kPa en s'assurant pour chaque montée en charge que chacun des paramètres sont stables.

L'injection de l'eau pour l'écoulement se fait de bas en haut afin de garantir une saturation uniforme de l'éprouvette. Pour faciliter l'interprétation des résultats, la contrainte de confinement est choisie égale à deux fois la contrainte d'injection.

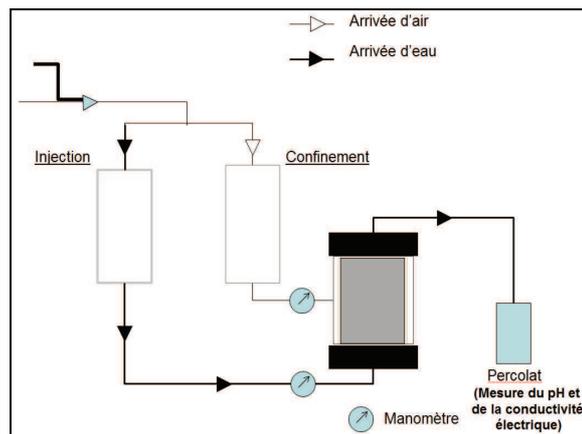


Figure 5-15 : L'essai en cours de perméabilité et schéma du dispositif de circulation sols en place

Le coefficient de perméabilité se calcule à l'aide de l'équation de Darcy (5.7). En régime laminaire, le coefficient de perméabilité moyen k correspond à la pente de la courbe $v=f(i)$ (Figure 5-16).

$$k = \frac{Q}{A \times i} \quad (5.7)$$

Ou

Q : le flux mesuré ;

A : la section de l'éprouvette de sol de diamètre 5 cm ;

i : gradient hydraulique appliquée de 20 à 100 m/m. Ces valeurs dépendent du rapport entre la contrainte d'injection et la hauteur d'échantillon, fixé ici à 5 cm

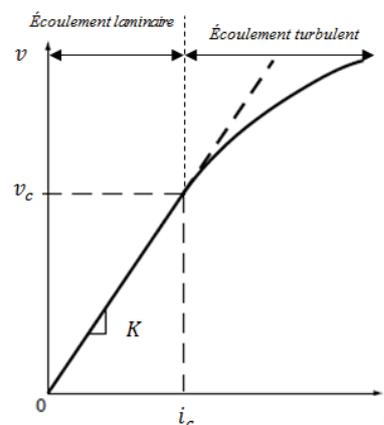


Figure 5-16 : Loi de Darcy et limite supérieure d'application Cassan [67]

Chapitre 5 : Fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines BA et RB

5.6.1.2.d Bilan

Le Tableau 5-12 présente le nombre d'éprouvettes confectionnées pour mener à bien cette caractérisation. Aussi, plus de 260 éprouvettes ont été préparées, conservées et analysées pour étudier l'influence des LHR à base de fines de béton APPLET et de granulats recyclés RECYBÉTON sur le comportement physique et mécanique du sol.

Type d'essai	Désignation	Echéances (j)	Nb. d'échantillons par échéance (-)	Nb. total d'échantillons (-)
Résistances en compression	LHR-BA-NT	1, 3, 7, 28, 56, 90, 182, 365	3	24
	LHR-RB-NT	1, 3, 7, 28, 56, 90, 182, 365	3	24
	LHR liant industriel 1	1, 3, 7, 28, 56, 90, 182, 365	3	24
	LHR-BA-T	1, 3, 7, 28, 56, 90, 182, 365	3	24
	LHR-RB-T	1, 3, 7, 28, 56, 90, 182, 365	3	24
	LHR liant industriel 2	1, 3, 7, 28, 56, 90, 182, 365	3	24
Expansion volumique	LHR-BA-NT	3, 7, 28 (à court terme) 56, 90 (à long terme)	3	15
	LHR-RB-NT	3, 7, 28 (à court terme) 56, 90 (à long terme)	3	15
	LHR liant industriel 1	3, 7, 28 (à court terme) 56, 90 (à long terme)	3	15
	LHR-BA-T	3, 7, 28 (à court terme) 56, 90 (à long terme)	3	15
	LHR-RB-T	3, 7, 28 (à court terme) 56, 90 (à long terme)	3	15
	LHR liant industriel 2	3, 7, 28 (à court terme) 56, 90 (à long terme)	3	15
Conductivité hydraulique	LHR-BA-NT	182	1	3
	LHR-RB-NT	182	3	9
	LHR liant industriel 1	182	1	3
	LHR-BA-T	182	1	3
	LHR-RB-T	182	3	9
	LHR liant industriel 2	182	1	3
Nombre total d'éprouvette				264

Tableau 5-12 : Bilan du nombre d'éprouvettes de sol traité fabriquées et testées

5.5.2. Influence des LHR sur le comportement mécanique du sol traité

Dans un premier temps, nous nous intéressons à l'influence des LHR sur le comportement mécanique des sols. Les résultats sont présentés ci-dessous en deux parties concernant d'une part les LHR à base de clinker et d'autre part les LHR à base d'addition minérale.

Chapitre 5 : Fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines BA et RB

5.5.2.1. Sol traité aux LHR à base de clinker

Sur la Figure 5-17 et le Tableau 5-13 sont présentées les résistances moyennées du sol traité à base du LHR industriel 1 et ceux traités à base de fines BA/RB-NT à court terme (1, 3, 7, 28 et 56 jours) et à long terme (90, 180 et 365 jours). Ces résultats sont complétés par les limites des trois classes de résistance en compression autorisant la circulation de chantier (R_{ci} de 0,5 ; 1 et 1,5 MPa) selon la norme NF P 94-102-1 [34].

Echéances (jours)	Résistance en compression (MPa)			Ecart type (MPa)		
	LHR-BA-NT	LHR-RB-NT	LHR-industriel 1	LHR-BA-NT	LHR-RB-NT	LHR-industriel 1
1	1,63	1,85	1,70	0,05	0,05	0,02
3	1,89	1,95	2,21	0,02	0,11	0,04
7	2,39	2,47	2,58	0,05	0,05	0,08
28	2,86	2,92	3,19	0,01	0,15	0,06
56	3,55	4,03	4,35	0,02	0,26	0,04
90	3,93	4,72	4,49	0,04	0,21	0,06
180	3,96	5,27	4,71	0,18	0,11	0,28
365	4,02	5,67	5,37	0,004	0,13	0,11

Tableau 5-13 : Résistances en compression des éprouvettes de sol traité aux LHR à base de clinker

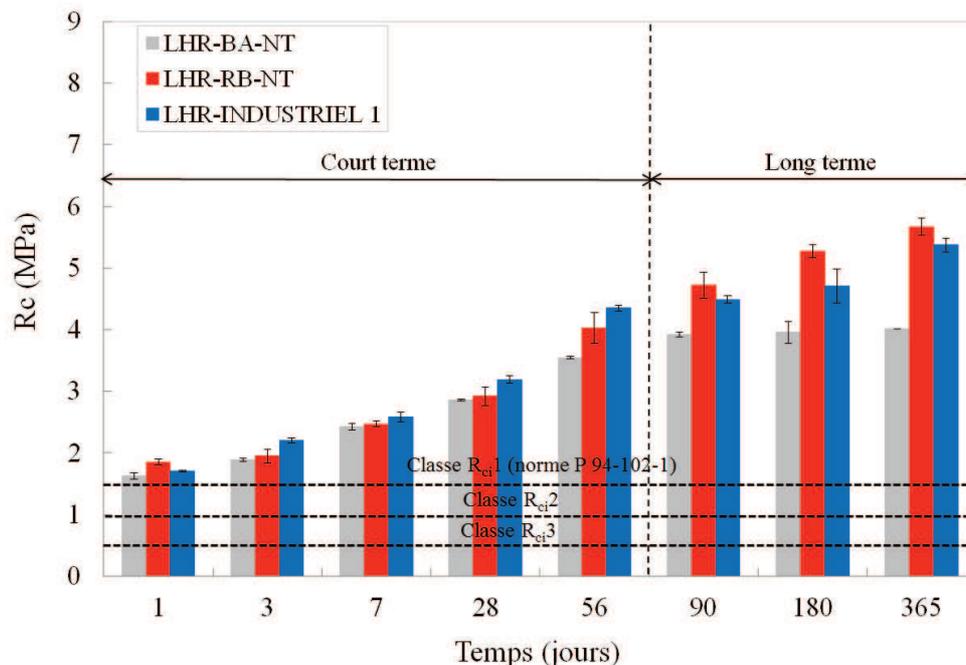


Figure 5-17 : Résistances en compression des éprouvettes de sol traité aux LHR à base de clinker

Chapitre 5 : Fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines BA et RB

Le bilan des résistances en compression des sols traités aux LHR BA/RB-NT est très positif puisque leurs performances mécaniques sont proches de celle du sol traité avec le LHR industriel 1. Dès le premier jour, le seuil de résistance à la compression autorisant la circulation de chantier R_{cir1} est atteint. Cette approche est d'autant plus encourageante que la substitution du filler calcaire par les fines pourrait être augmentée. Cette optimisation sera d'ailleurs présentée à la fin de ce chapitre.

Sur la Figure 5-18 sont représentées les résistances relatives obtenues de 56 à 365 jours en prenant pour référence à celle mesurée en moyenne à 28 jours pour chaque formulation (LHR industriel 1, LHR-BA/RB-NT).

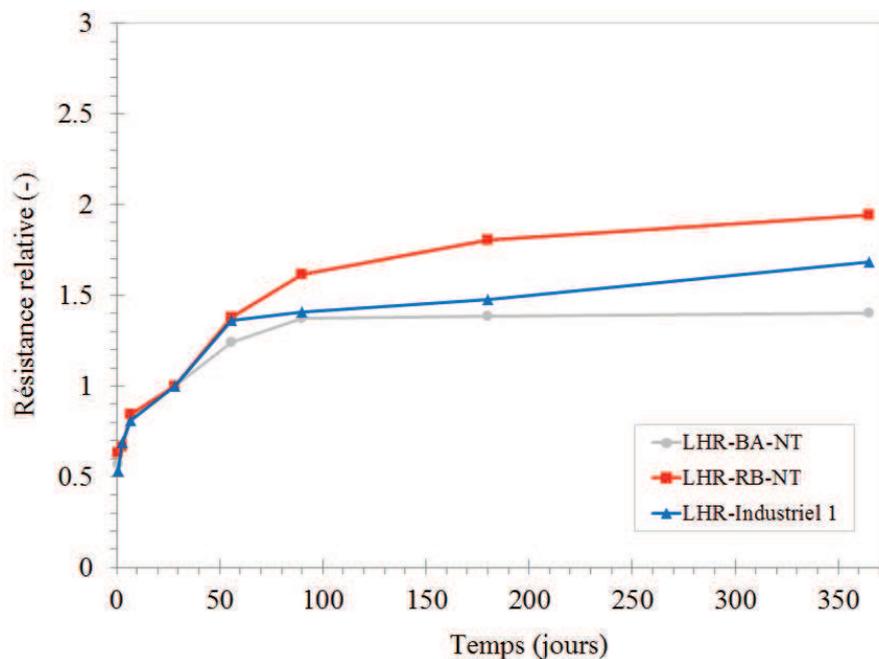


Figure 5-18 : Résistances relatives des sols traités aux LHR en fonction du temps

On constate que la résistance relative des éprouvettes de sol traité au LHR BA-NT se stabilise à partir de 56 jours, au contraire de celle du sol formulé avec le LHR RB-NT qui augmente encore de 12 % jusqu'à un an. Cette observation confirme celle que nous avons faite précédemment sur les éprouvettes de mortiers normalisés (cf. 5.4.2 Classification des LHR selon la norme NF-P 15-108) ainsi que celle faite sur l'incorporation des fines en substitution du ciment dans les mortiers (chapitre 4). Le potentiel pouzzolanique est encore visible dans ce cas de figure. Cette remarque est d'autant plus intéressante que ce matériau est représentatif d'une filière de production classique de granulats recyclés. Des études complémentaires

Chapitre 5 : Fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines BA et RB

devront toutefois être menées à la fois sur la composition initiale des fines et en particulier la teneur en terre cuite et le caractère pouzzolanique potentiel. Si ces effets étaient vérifiés et contrôlés, la plus-value serait vraiment significative pour la valorisation de ces matériaux.

5.5.2.2. Sols traités aux LHR à base d'additions minérales

Sur la Figure 5-19 et le Tableau 5-14 sont présentées les résistances mécaniques moyennées du sol traité à base du LHR industriel 2 et ceux traités à base de fines BA/RB-T à court terme (1, 3, 7, 28 et 56 jours) et à long terme (90, 180 et 365 jours). Ces résultats sont complétés par les limites des trois classes de résistances en compression autorisant la circulation de chantier (R_{cir} de 0,5 ; 1 et 1,5 MPa) selon la norme NF P 94-102-1 [34].

Echéances (jours)	Résistance en compression (MPa)			Ecart type (MPa)		
	LHR-BA-T	LHR-RB-T	LHR- industriel 2	LHR-BA-T	LHR-RB-T	LHR- industriel 2
1	0,90	0,94	0,57	0,03	0,07	0,02
3	1,41	1,39	0,91	0,02	0,06	0,02
7	2,41	1,88	1,47	0,10	0,18	0,01
28	4,20	3,49	2,80	0,09	0,49	0,15
56	5,42	5,55	4,68	0,29	0,13	0,17
90	5,76	6,26	5,23	0,13	0,22	0,49
180	6,55	7,56	7,16	0,56	0,25	0,08
365	7,61	8,06	7,56	0,11	0,05	0,18

Tableau 5-14 : Résistances en compression des éprouvettes de sol traité aux LHR à base d'additions minérales.

Chapitre 5 : Fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines BA et RB

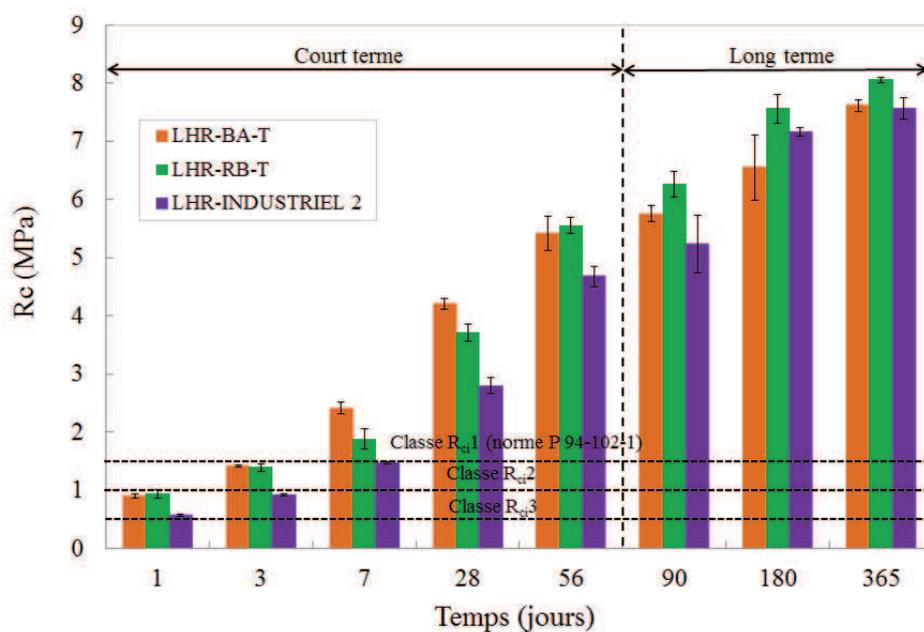


Figure 5-19 : Résistances en compression des sols traités aux LHR à base d'additions minérales

Comme dans le cas précédent, l'évolution des résistances mécaniques en compression des éprouvettes du sol traité aux LHR BA/RB-T est comparable à celle obtenue avec le liant industriel 2 même si nos LHR paraissent plus efficace à court terme. À 7 jours, la classe de résistance en compression simple permettant le trafic de chantier Rci1 est atteint pour les trois LHR. En comparant ces résultats avec ceux obtenus avec les LHR BA/RB-NT (Figure 5-17), on constate que les résistances sont plus faibles à court terme mais bien plus élevées à long terme, jusqu'à 40% plus résistant au maximum à 365 jours pour les LHR à base de fines RB-T. Cette observation n'est pas surprenante dans la mesure où les réactions d'hydratation sont plus lentes pour les laitiers de haut fourneau (LHF). Selon la littérature, l'utilisation d'une forte teneur de LHF dans le mélange peut provoquer la baisse de la chaleur d'hydratation [86] améliorant la résistance mécanique à long terme [87] [138]. Cela explique donc l'évolution des résistances qui sont nettement plus élevées à partir de 56 jours et jusqu'à 365 jours. En outre, le sol semble réagir avec le liant et participer pleinement au durcissement des éprouvettes de sol, puisqu'un tel écart entre les résistances à court et à long terme n'a pas été observé sur les mortiers normalisés (cf. 5.4.2) [65].

Chapitre 5 : Fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines BA et RB

5.5.3. Influence des LHR sur les propriétés volumiques des sols

La Figure 5-20 et la Figure 5-21 présentent l'évolution des expansions volumiques des LHR en fonction du temps à court terme et long terme. Ces résultats sont complétés par la limite d'expansion tolérée par la norme EN 13286-49.

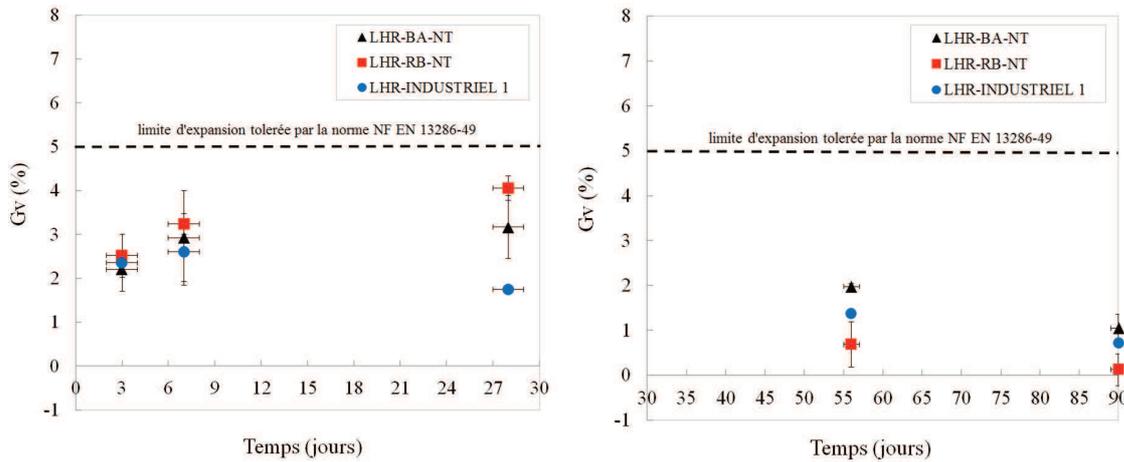


Figure 5-20 : Expansion volumique à court terme (à gauche) et long terme (à droite) pour les éprouvettes de sol traité aux LHR à base de clinker

La Figure 5-20 montre que les variations dimensionnelles des éprouvettes de sol traité aux LHR à base de clinker sont non négligeables mais qu'elles restent toujours inférieures à la limite d'expansion tolérée et fixée à 5%. Ces traitements restent donc adaptés conformément à la recommandation de la norme NF EN 14227-13 [33] ; guide SETRA [12].

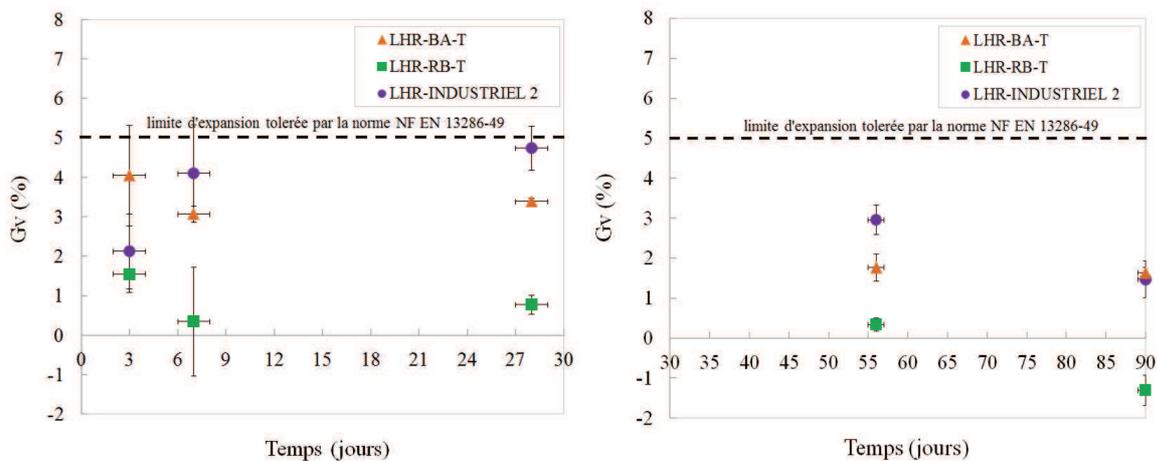


Figure 5-21 : Expansion volumique à court terme (à gauche) et long terme (à droite) pour les éprouvettes de sol traité aux LHR à base d'additions minérales

Chapitre 5 : Fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines BA et RB

Afin d'éviter le gonflement volumique dû au contact de la chaux libre avec l'eau, nous avons dû respecter un délai d'une heure pour fabriquer les éprouvettes composées du mélange « sol-LHR à base d'addition minérale (laitiers, fines traitées et gypse) ». L'évolution des expansions volumiques des LHR à base d'additions minérales à court et à long terme est présentée sur la Figure 5-21.

On peut noter que les écart-types sont élevés à court terme mais se réduisent ensuite à long terme. Ces gonflements s'expliquent d'après la littérature [50] [58] par la formation d'ettringite au contact de l'eau dans laquelle les éprouvettes sont plongées après 24 heures. Par ailleurs, la présence de sulfate dans le gypse augmente encore le gonflement selon Wild et al, 1999 [216]. Dans tous les cas, les expansions moyennes restent inférieures à la tolérance normalisée.

5.5.4. Influence du traitement au LHR sur la conductivité hydraulique du sol

La Figure 5-22 présente les coefficients de perméabilité mesurés en fonction du gradient hydraulique appliqué aux échantillons de sol traité aux LHR à base de clinker et d'additions minérales.

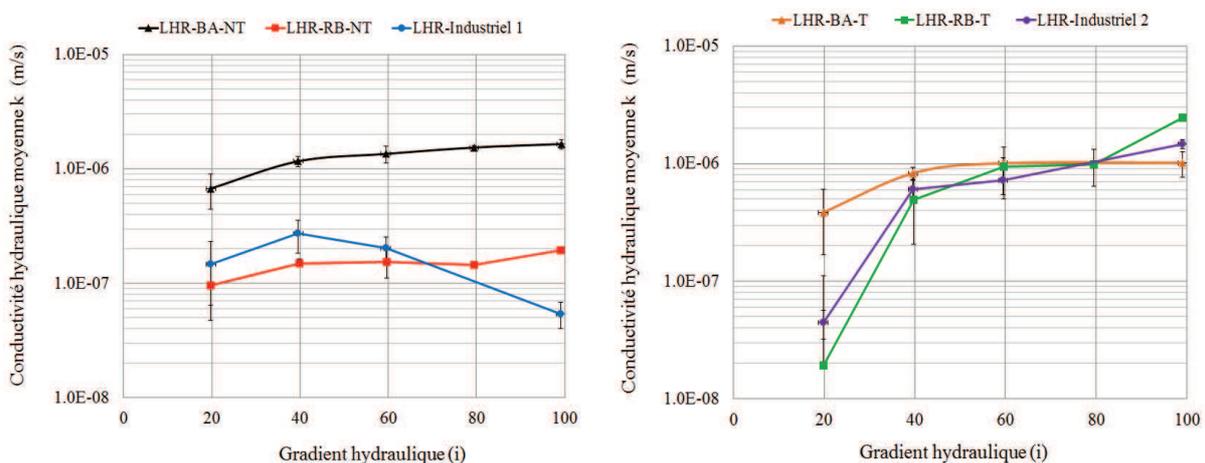


Figure 5-22 : Évolution de la perméabilité en fonction du gradient hydraulique du sol traité aux LHR à base de clinker (à gauche) et aux LHR à base d'additions minérales (à droite)

Selon Couradin et al. [75], le coefficient de perméabilité d'un sol indéformable est constant pour des gradients hydrauliques inférieurs au gradient critique. L'étude de tous nos

Chapitre 5 : Fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines BA et RB

échantillons montre des résultats variables entre 10^{-8} et 10^{-6} m/s (perméabilités « classiques » de sols limoneux) et qui évoluent en fonction du gradient hydraulique. Une étude plus attentive permet de mettre en évidence des cinétiques différentes entre les deux familles de LHR. Pour les LHR à base d'additions minérales (Figure 5-22 à droite), on remarque une augmentation du coefficient de perméabilité à faible gradients hydrauliques (entre 20 et 40), qui traduit a priori une modification du matériau (augmentation de porosité) due, par exemple, à la dissolution de la chaux [178]. Par la suite, les coefficients de perméabilité évoluent moins. Dans le cas des LHR à base de clinker, les coefficients de perméabilité ne connaissent pas d'augmentation pour les faibles gradients hydrauliques en début d'essai (Figure 5-22, à gauche). En ce qui concerne le LHR industriel 1, le coefficient a même tendance à diminuer pour les forts gradients.

Les travaux de Rönnqvist et Viklander [175], Moffat et Fannin [150], Wan [215] indiquent que la présence d'une forte proportion de fines dans un sol ($>$ à 30%) peut provoquer une instabilité liée à une migration des particules pendant les mesures. Les variations de perméabilité de nos échantillons pourraient donc s'expliquer par la teneur élevée en éléments fins du sol due à l'ajout même du liant que l'on estime à 25%. On peut émettre aussi l'hypothèse que le coefficient de perméabilité évolue parce qu'il y a eu dissolution et lessivage dans nos échantillons (dissolution de la Portlandite par exemple). Cependant, aucune déformation volumique n'a été observée pendant l'essai (ce qui se serait traduit par une variation de la contrainte de confinement).

Le pH des eaux ayant percolées dans les sols traités a été mesuré durant l'essai (Figure 5-23). Les résultats sont présentés en fonction du rapport L/S, c'est-à-dire du rapport de la masse de liquide ayant circulé dans l'échantillon (L) sur la masse l'échantillon solide (S). L'ensemble des pH obtenus pour les sols contenant des LHR à base d'additions minérales sont compris entre 10 et 12,5 tandis que les sols aux LHR à base de clinker ont des pH entre 9 et 12. Le pH d'un sol non traité varie entre 2 et 11 et un sol traité peut atteindre un pH supérieur à 12 (condition pour l'initiation des réactions d'hydratation selon Le Runigo [136]). En moyenne, il y a peu de différences entre nos deux types de traitement. Les pH très basiques traduisent l'effet des LHR. Le pH a tendance à diminuer, ce qui semble témoigner d'un lessivage des éprouvettes.

Chapitre 5 : Fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines BA et RB

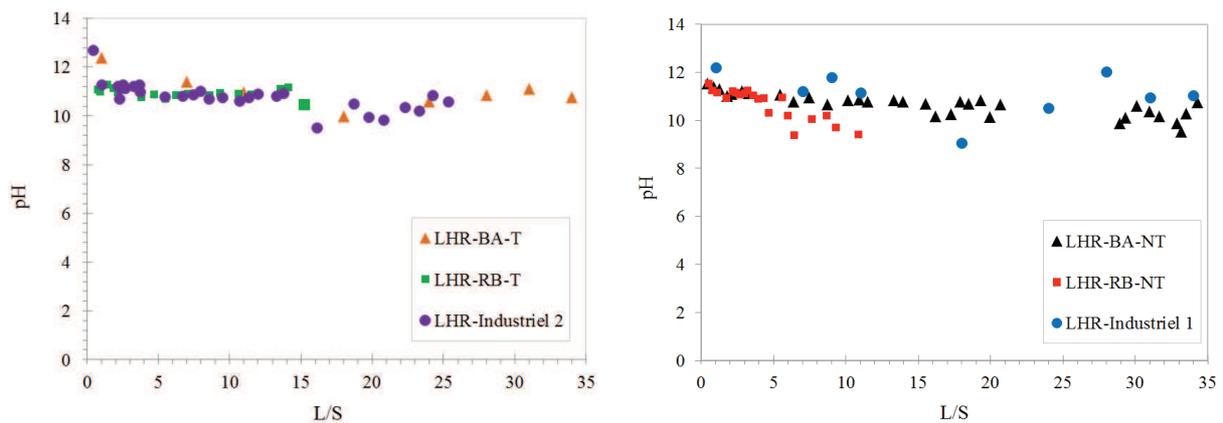


Figure 5-23 : Evolution du pH en fonction du rapport L/S au cours des essais de percolation sur des sols traités par des LHR à base d'additions minérales (à gauche) et par des LHR à base de clinker (à droite)

La Figure 5-24 présente l'évolution de la conductivité électrique de la solution percolée en fonction du rapport L/S. Les résultats montrent une conductivité plus importante lorsque le rapport L/S est plus faible. À l'inverse, lorsque la solution est plus diluée, la fréquence de courant électrique est peu élevée. La conductivité électrique dépend surtout de la quantité de minéraux solubles présente dans la matrice du sol compacté. On peut supposer que les LHR participe à cette activité électrique puisque, comme nous l'avons montré dans le chapitre 4, la conductivité des fines BA/RB-NT substituant 25% du ciment (équivalent au LHR à base de clinker) présentait des valeurs de conductivité ionique comprises entre 11,5 et 14,65 mS/cm.

D'autre part, la présence d'argile dans le sol contribue aussi à l'augmentation de conductivité électrique puisqu'elle permet d'augmenter la concentration des ions dans la phase aqueuse. En revanche, d'après El Oumri et Viellefon [88], en cas d'absence ou d'une faible quantité de métaux lourds (Au, Ni, Cu) ou de corps conducteurs (comme le graphite) dans le sol, le transport de charges électriques est permis grâce à l'action des ions présents dans l'eau du sol dont la migration dite ionique est à l'origine du courant électrique. La présence de charge de surface (potentiel zêta) (cf 3.4.1.2) des particules peut contribuer également à la conductivité des matériaux testés.

Chapitre 5 : Fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines BA et RB

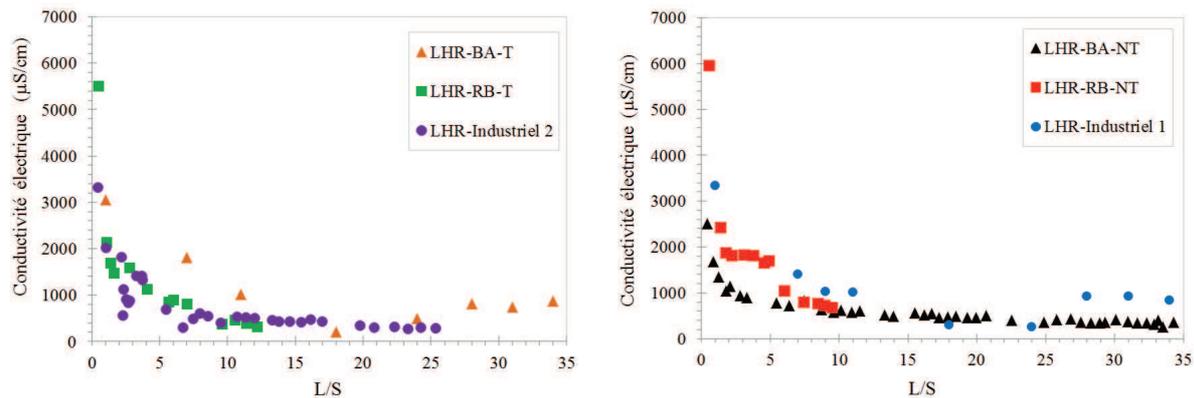


Figure 5-24 : Evolution de la conductivité électrique en fonction du rapport L/S au cours des essais de percolation sur le sol traité aux LHR à base d'additions minérales (à gauche) et aux LHR à base de clinker (à droite)

Enfin pour mesurer la conductivité hydraulique, nous n'avons testé qu'un seul échantillon pour chaque composition sauf pour les fines RECYBÉTON (LHR RB-NT et LHR RB-T) pour lesquelles nous avons réalisé 3 éprouvettes. La pertinence des résultats obtenus est donc bien à relativiser même si les résultats actuels nous invitent à poursuivre cette recherche. Dans ce domaine enfin, il manque l'étude comparative de la conductivité hydraulique, du pH et de la conductivité électrique pour les sols non traités avec les sols traités.

Chapitre 5 : Fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines BA et RB

5.6. Optimisation de la formulation des LHR à base de fines

À partir des résultats en compression obtenus sur les sols traités aux LHR BA/RB-NT/T, la classe de résistance permettant la circulation à 7 jours est au minimum supérieure à 1,88 MPa (Tableau 5-15). Aussi, pour optimiser les formulations de nos LHR, nous avons choisi d'augmenter la proportion de fines pas à pas (de 20% à 85% en masse) avec l'objectif de connaître le pourcentage maximum permettant d'atteindre au minimum 1 MPa à 7 jours.

Trois éprouvettes de sol traité aux LHR par taux de substitution par nature de LHR ont été confectionnés et stockés dans des sacs hermétiques pendant 7 jours (Tableau 5-15). Comme pour la campagne d'essais principale, nous avons maintenu constant la compacité des éprouvettes à 0,75 (compactage à 0,98% de ρ_{dOPN}). Les éprouvettes de sol traité au LHR RB-T n'ont pas été fabriquées par manque de matière première.

% de fines	Résistance en compression Rc7 (MPa)			Ecart type		
	LHR-BA-NT	LHR-RB-NT	LHR-BA-T	LHR-BA-NT	LHR-RB-NT	LHR-BA-T
21	-	-	2,41	-	-	0,10
22	2,39	2,47	-	0,047	0,048	-
32	-	-	2,28	-	-	0,138
36	2,07	2,19	-	0,018	0,164	-
44	1,95	1,95	-	0,027	0,135	-
45	-	-	1,96	-	-	0,027
50	1,88	1,89	-	0,026	0,129	-
70	-	-	1,91	-	-	0,081
75	1,29	1,19	-	0,075	0,046	-
85	1,00	1,01	1,72	0,171	0,114	0,02

Tableau 5-15 : Résistances en compression des formulations optimisées des LHR BA/RB-NT et du LHR BA-T.

Sur la Figure 5-25 sont présentées les résistances en compression à 7 jours des éprouvettes de sol traité aux LHR BA/RB-NT et LHR BA-T.

Chapitre 5 : Fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines BA et RB

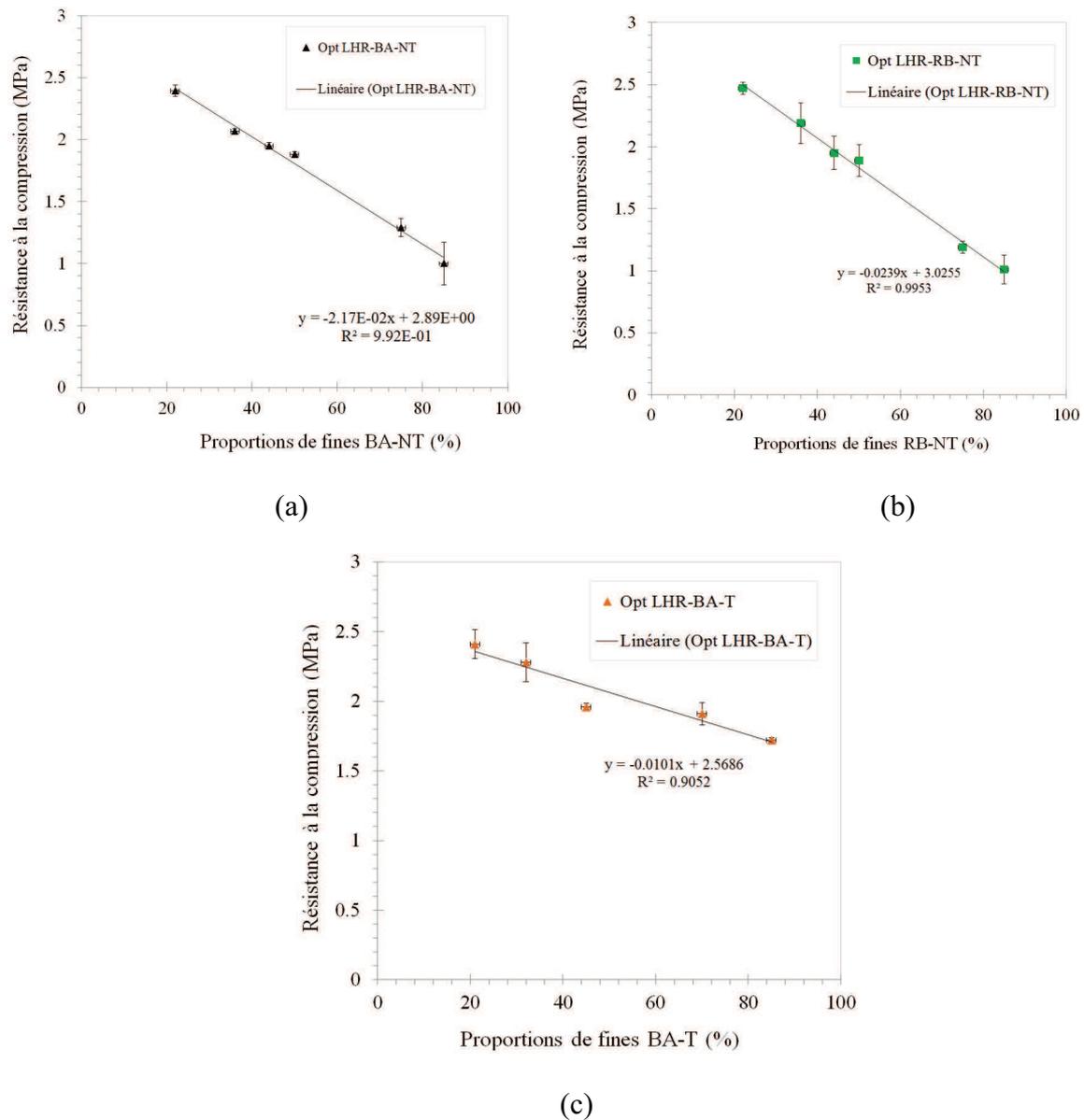


Figure 5-25 : Influence de la proportion de fines dans les LHR sur la résistance à la compression du sol traité à 7 jours : (a) fines BA-NT ; fines RB-NT et (c) fines BA-T

Les résultats de cette étude sommaire d'optimisation des LHR sont satisfaisants dans la mesure où les fines non traitées et traitées peuvent être incorporées comme constituant très majoritaire dans les LHR. Il est évident que, même si l'on obtient des résistances supérieures à 1MPa à 7 jours pour des taux de substitution allant jusqu'à 85%, cette étude doit être largement complétée pour vérifier les comportements à long terme et la stabilité volumique et enfin vérifier les interactions avec le sol d'étude.

Chapitre 5 : Fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines BA et RB

Dans cette optimisation, comme dans notre précédente étude, il convient de préciser qu'une étude plus approfondie des interactions sol/LHR aurait été nécessaire pour compléter toutes nos interprétations et comprendre les mécanismes chimique, physique et mécanique intervenant dans les traitements. Toutefois, cette première approche a le mérite de présenter une faisabilité d'introduction de fines sans avoir nécessairement à les traiter thermiquement.

5.7. Conclusion

Les résultats de nos travaux de recherche menés sur l'incorporation des fines BA/RB-NT/T comme constituant principal de liant hydraulique routier pour le traitement des sols en place ont montré que cette voie de valorisation était une alternative crédible à l'utilisation de matériaux naturels ou artificiels. Sans avoir vérifié toutes les conditions d'un contexte normatif important, ni même travaillé sur les interactions entre les sols et les liants, nous pensons aujourd'hui que les fines de granulats recyclés ont un réel avenir industriel dans la constitution des LHR. Notre étude de faisabilité menée sur deux LHR à base de fines en comparaison avec deux LHR industriels s'est avérée concluante. La démarche et les principales conclusions sont présentées en suivant :

- Le traitement de sol au LHR est réalisé sur un sol témoin reconstitué au laboratoire de type B5m selon le guide des terrassements routier. Il est constitué de 80% de sable et 20% d'argile. Il est traité au LHR à raison de 3% en masse de sol sec.
- Deux familles de LHR ont été conçues : une famille de LHR à base de clinker et de fines BA/RB-NT introduites à raison de 22% et une autre à base d'additions minérales (LHF + gypse) et de fines BA/RB-T introduites jusqu'à 35%.
- Les LHR à base de fines sont exposés à un verrou normatif puisque les fines de granulats recyclés ou de béton ne sont pas référencés comme constituants principaux ou secondaires dans les normes NF-P 15-508 et nouvellement EN 13282-1&2. Toutefois les performances mécaniques sur mortiers montrent que ces LHR sont au minimum de classe 3 ($R_{c56} > 30\text{MPa}$).

Chapitre 5 : Fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines BA et RB

- Toutes les éprouvettes de sol traité aux LHR, de dimension $\Phi 5H5$ cm, ont été compactées à 98% de l'OPN à compacité constante de 0,75 même si à la confection, les efforts de fermeture du piston sont supérieurs au seuil imposé par la norme.
- Les résistances mécaniques en compression des éprouvettes de sol traité au LHR à base de fines BA/RB-NT/T sont très encourageantes dans la mesure où elles sont équivalentes à celles mesurées sur des éprouvettes de sol traité aux LHR industriels. Le seuil de remise en circulation de 1MPa est atteint au plus tard à 72h après compactage (LHR BA/RB-T).
- Les LHR à base de fines RB-NT ont un comportement à long terme que l'on associe à un comportement pouzzolanique, probablement dû à la présence de terre cuite résiduelle. Les résistances sont toujours plus faibles à court terme en comparaison avec le LHR à base de fines BA-NT et inversement à long terme. Des perspectives sont envisagées d'une part pour confirmer cette hypothèse mais aussi pour mieux contrôler en amont les propriétés des fines issues des granulats recyclés si toutefois la présence de terre cuite s'avérait réellement avantageuse.
- Les expansions volumiques des éprouvettes de sol traité aux LHR à base de fines BA/RB-NT/T restent inférieures au seuil imposé par la norme. Il restera néanmoins à compléter cette étude par des essais complémentaires de fendage et des mesures de module de rigidité pour confirmer définitivement ces résultats.
- Les premiers résultats de conductivité hydraulique des éprouvettes de sol traité aux LHR à base de fines BA/RB-NT/T sont variables en fonction du gradient hydraulique et du LHR utilisé. Des hypothèses sur l'instabilité des sols traités ont été avancées. Il faut cependant nuancer ces résultats compte tenu du fait qu'ils n'ont été obtenus que sur un seul échantillon par composition.
- Les résistances mécaniques en compression de l'étude d'optimisation ont montré qu'il était possible de substituer plus de 50% du ciment tout en conservant des propriétés mécaniques suffisantes à court terme

Conclusions générales et perspectives

Conclusions générales et perspectives

Notre projet de recherche avait pour motivation originale de répondre à une double démarche de valorisation de granulats recyclés issus des déchets du BTP dans les matériaux cimentaires. Nos travaux de recherche ont apporté quelques éléments de réponses supplémentaires dans un contexte politique et sociétal visant à réduire les impacts environnementaux liés aux stockages des déchets, à l'extraction de matériaux naturels et non renouvelables à l'échelle humaine pour la fabrication de matériaux de construction.

Nous nous sommes interrogés sur la fabrication de fines avec pour objectif premier de mettre au point des additions minérales pour les mortiers et bétons mais aussi dans le but de concevoir de nouveaux Liants Hydrauliques Routiers (LHR) pour les traitements des sols en place. Il nous a d'abord paru nécessaire de présenter les enjeux et de rappeler le contexte de notre étude et notamment l'état de la filière des granulats recyclés ainsi que les voies de valorisation actuelles qui se limitent à un usage en technique routière et dans une moindre mesure à un usage comme granulat pour béton.

Dans une deuxième partie nous avons précisé la nature des deux matériaux source. Le premier était un béton d'ouvrage d'art, du projet ANR APPLET, âgé de cinq ans au début de cette thèse et qui, ayant été élaboré en laboratoire, possédait des caractéristiques particulièrement bien connues. Le second matériau était un granulat recyclé provenant de la plateforme de recyclage de DLB à Gonesse et qui faisait partie du projet national RECYBÉTON. À défaut de présenter des caractéristiques aussi bien connues, celui-ci était cependant représentatif d'une filière de traitement et de valorisation de granulats recyclés. La méthode de fabrication a d'abord été de type mécanique par la technique couplée de concassage-criblage qui nous a permis d'obtenir des fines non traitées inférieures à 80 μm nommées « fines BA-NT et RB-NT » respectivement issues du béton APPLET et des granulats recyclés RECYBÉTON, mais aussi par traitement thermique à haute température afin de disposer de fines traitées (fines BA-T et RB-T). Nos analyses de caractérisation ont à la fois utilisé des méthodes expérimentales à l'échelle microscopique (DRX, ATG, MEB+EDS, Potentiel Zéta...) mais aussi à l'échelle macroscopique (performance mécanique, perméabilité, calorimétrie, conductivité hydraulique...).

Les caractérisations physiques, chimiques, minéralogiques et environnementales des fines ainsi préparées ont été présentées dans le chapitre 3. Les principales conclusions de ce chapitre sont que les méthodes de traitement utilisées n'ont pas d'incidence sur la représentativité des fines même si nous ne récupérons que 60% de la matière première. Autre conclusion remarquable : les fines possèdent un pouvoir hydraulique grâce à la présence de

Conclusions générales et perspectives

ciment anhydre résiduel même si cette phase est faiblement représentée (de 1 à 2%). Inversement, les fortes proportions de carbonates de calcium dans ces deux fines BA/RB-NT (respectivement 77% et 43%) nous ont permis de fabriquer par voie thermique des additions riches en chaux libre CaO visant à activer des liants hydrauliques latents tels que le laitier de haut fourneau.

En l'état actuel des résultats, on se rend compte de la difficulté de caractériser une fine issue de granulats recyclés aux origines inconnues car toute la quantification des constituants que ce soit à l'échelle macroscopique (tri manuel) ou bien microscopique (analyse d'image MEB) est très difficile et nécessite plus d'essais pour caractériser complètement ce genre de matériaux. Néanmoins, il semble aussi qu'une fine provenant de granulats recyclés est davantage de potentiel qu'une fine fabriquée à partir d'un béton. Nous avons relevé que ces matériaux pouvaient présenter des propriétés pouzzolaniques grâce à la présence de terre cuite. Cette terre cuite est susceptible de réagir pour former des hydrates si les conditions de dissolution et précipitation sont réunies.

C'est d'ailleurs une des conclusions fortes du chapitre 4 qui traite de la fabrication d'additions minérales à base de fines non traitées (BA/RB-NT). Outre une influence similaire des fines à celle d'un filler calcaire sur le comportement rhéologique et mécanique de mortiers, les fines RB-NT offrent une plus-value mécanique sur le long terme que l'on peut attribuer à une activité pouzzolanique. D'une manière générale, nous avons pu constater dans cette partie qu'en ce qui concerne leur consistance, les mortiers à base de fines RB-NT et BA-NT sont toujours plus plastiques que le mortier de référence fabriqué à base ciment Ce résultat était à première vue surprenant compte tenu de la finesse élevée des fines cependant nous avons aussi relevé que les fines ont une demande en eau plus faible.

Nos recherches nous ont également permis de mettre en évidence que les fines accélèrent le processus d'hydratation du ciment et augmente le degré d'hydratation du ciment. On suppose que les fines fournissent des sites de nucléation au ciment. À l'inverse la quantité de chaleur diminue avec l'augmentation de la substitution, ce qui s'explique par la faible quantité de ciment anhydre dans les fines. Les résultats de la calorimétrie ont été confirmés par la conductimétrie ionique. La présence de fines provoque une précipitation plus précoce de la Portlandite.

L'influence des fines sur la résistance mécaniques des mortiers a permis de montrer que l'augmentation du taux de substitution diminuait la résistance et ce quel que soit l'échéance et

Conclusions générales et perspectives

donc que cette substitution devait être limitée à 25 % car la perte de performance mécanique serait trop importante au-delà. D'autre part, pour un même taux de substitution, les résistances relatives sont plus élevées à court terme (3 à 7 jours) qu'à long terme (28 jours) pour le BA-NT, et plus élevées à 90 jours pour le RB-NT. L'ensemble de ces résultats présentés et analysés dans ce chapitre, est plus qu'encourageant pour le développement d'une nouvelle filière de valorisation des granulats recyclés, sous forme d'addition minérale pour béton.

Dans la dernière partie de ce travail, nous avons conçu des LHR à base de fines traitées ou non (BA/RB-NT/T) pour le traitement d'un sol témoin reconstitué en laboratoire. Ainsi, deux familles de LHR ont été formulées, à savoir des LHR à base de clinker où les fines BA/RB-NT se substituent au filler calcaire communément utilisé et une autre famille à base de laitier de haut fourneau où les fines traitées servent principalement d'activateur. Nous avons montré que ces deux types de LHR répondaient aux exigences mécaniques imposées par les normes (NF-P 15-508 ; EN 13282-1&2) mais que cette approche était confrontée à un verrou normatif puisqu'en aucun cas les fines issues de béton ou de granulats recyclés ne peuvent être actuellement intégrées dans la formulation de LHR. D'une manière générale, nous avons montré que les performances mécaniques et la stabilité volumique d'éprouvettes de sol, traitées aux LHR et fabriquées à compacité constante, étaient comparables à celles obtenues sur des LHR commercialisés. Ces premiers résultats montrent que cette voie de valorisation peut être une alternative crédible à l'utilisation de matériaux naturels dans la conception de LHR.

Perspectives

Un développement industriel semble envisageable à condition de prolonger la recherche notamment en ce qui concerne le LHR dont l'étude des interactions sol/LHR devra être plus approfondie pour compléter toutes nos interprétations et comprendre les mécanismes chimique, physique et mécanique intervenant dans les traitements. Ainsi, nous avons constaté que la résistance relative des éprouvettes du sol traité au LHR BA-NT se stabilisait à partir de 56 jours au contraire de celle du sol formulée avec le LHR RB-NT qui augmentent encore de 12 % jusqu'à un an. L'explication de cette différence nécessite une étude complémentaire sur la composition des fines RB, en particulier leur teneur en terre cuite et le caractère pouzzolanique qui en découlerait. Si ces effets étaient vérifiés et contrôlés, la plus-value serait vraiment significative pour la valorisation de ces matériaux. Il serait donc intéressant de faire

Conclusions générales et perspectives

une analyse plus approfondie pour vérifier l'effet pouzzolanique en observant la réactivité hydraulique des fines RB-NT et également de faire la caractérisation minéralogique par DRX et ATG sur les LHR RB-NT et LHR RB-T hydratés. Il serait intéressant de faire l'analyse de l'image MEB complémentaire sur le granulat Recybéton de fraction 0/4 sous forme de pastilles pour lesquelles il sera plus aisé de distinguer les granulats de la matrice cimentaire et ainsi quantifier facilement la présence de ciment anhydre dans les fines. Par ailleurs, pour être en conformité, les LHR doivent aussi répondre à des exigences physiques, d'ordre granulométrique, de temps de prise, d'expansion et de teneur en sulfates, autant de paramètres qu'il sera nécessaire de déterminer, à l'avenir, pour valider complètement nos LHR.

Références bibliographiques

Références Bibliographiques

- [1] NF EN 12620 : Granulats pour béton, 2008
- [2] NF EN 13282-1 : Liants hydrauliques routiers - partie 1 : Liants hydrauliques routiers à durcissement rapide - composition, spécifications et critères de conformité, 2014
- [3] NF EN 13282-2 : Mélanges traités et mélanges non traités aux liants hydrauliques - partie 2 : Méthodes d'essai de détermination en laboratoire de la masse volumique de référence et de la teneur en eau - compactage Proctor, 2010
- [4] NF EN 13286-45 : Mélanges traités et mélanges non traités aux liants hydrauliques - partie 45 : Méthodes d'essai pour la détermination du délai de maniabilité, 2004
- [5] NF P 11-300 : Exécution des terrassements : Classification des matériaux utilisables dans la construction des remblais et des couches de forme d'infrastructures routières, 1992
- [6] NF P 94-051 : Sols - reconnaissance et essai - détermination des limites d'Atterberg. Limite de liquidité à la coupelle - limite de plasticité au rouleau, 1993
- [7] NF P 94-068 : Sols - reconnaissance et essai - 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 tâche, 1998
- [8] NF P 94-102-2 : Sols : reconnaissance et essais. Sol traité au liant hydraulique, éventuellement associé à la chaux, pour utilisation en couche de forme. Partie 2 : Méthodologie des études de formulation en laboratoire, 2001
- [9] NF P 15-108 : Liants hydrauliques - liants hydrauliques routiers - composition, spécification et critères de conformité, 2000
- [10] NF EN 933-2 : Essai pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats ; partie 2 : Détermination de la granularité - tamis de contrôle, dimensions nominales des ouvertures, 1996
- [11] NF P 98-234-2 : Essais relatifs aux chaussées - comportement au gel - partie 2 : Essai de gonflement au gel des sols et matériaux granulaires traités ou non de $D \leq 20$ mm, 1996
- [12] GTS 2000 : Traitement des sols à la chaux et/ou aux liants hydrauliques - application à la réalisation des remblais et des couches de forme (GTS), 2000
- [13] République française, arrêté du 24 janvier 2001 modifiant l'arrêté du 22 septembre 1994 relatif aux exploitations de carrières et aux installations de premier traitement des matériaux de carrières, RF, 2001

Références Bibliographiques

- [14] NF EN 12457-2 : Lixiviation - essai de conformité pour lixiviation des déchets fragmentés et des boues, 2002
- [15] NF X 30-443 : Détermination en laboratoire du coefficient de perméabilité à saturation d'un matériau - Perméamètre à parois flexible à gradient hydraulique constant, 2014
- [16] NF EN 196-1 : Méthodes d'essais des ciments - partie 1 : détermination des résistances mécaniques, 2006
- [17] NF EN 196-9 : Méthodes d'essais des ciments - partie 9 : chaleur d'hydratation – méthode semi-adiabatique, 2010
- [18] *GranDuBé (Grandeurs associées à la durabilité des bétons)*. Presses de l'école nationale des Ponts et chaussées, 2007
- [19] NF EN 933-11 : Essai pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats; partie 11 : Essai de classification des constituants des gravillons recyclés, 2009
- [20] Fédération française du bâtiment (FFB) - Déchets de chantier : les réponses aux questions que vous vous posez, Consulté en ligne en Aout 2014, http://www.dechets-chantier.ffbatiment.fr/res/dechets_chantier/PDF/Dechets_QR_231014_V5protege.pdf. FFB, Septembre 2010
- [21] NF P 18-459 : Béton - Essai pour béton durci - Essai de porosité et de masse volumique, 2010
- [22] NF EN 196-6 Méthodes d'essai des ciments : Partie 6 : Détermination de la finesse, 2012
- [23] NF EN 1097-6 : Essai pour déterminer les caractéristiques mécaniques et physiques des granulats - partie 6 : Détermination de la masse volumique réelle et du coefficient d'absorption d'eau, 2014
- [24] NF EN 206-1 : Béton - Partie 1 : Spécification, performance, production et conformité, 2006
- [25] Laboratoire d'études et de recherches sur les matériaux (LERM) - valorisation des coproduits et des déchets : <http://doc.lerm.fr/wp-content/uploads/2013/08/valorisation-dechet-moulin.pdf>, *ciment, béton, plâtres, chaux*, (894) : 46, consulté en Janvier 2014

Références Bibliographiques

- [26] Productivity commission - Australian government, waste management: productivity commission : http://www.pc.gov.au/_data/assets/pdf_file/0014/21614/waste.pdf, Australian Government, Canberra, consulté en Aout 2014
- [27] République française, loi n° 2009-967 du 3 août 2009 de programmation relative à la mise en œuvre du Grenelle de l'environnement, <http://www.legifrance.gouv.fr/> consulté en Juillet 2014
- [28] Union européenne des producteurs de granulats (UEPG), rapport annuel, 2009 http://wwz.ifremer.fr/drogm/content/download/45460/642184/version/1/file/donnees_production_europe.pdf consulté en Aout 2014
- [29] United State geological survey (USGC), mineral commodity summaries 2014, <http://minerals.usgs.gov/minerals/pubs/mcs/2014/mcs2014.pdf> consulté en Février, 2014
- [30] Union nationale des producteurs de granulats (UNPG), http://www.unpg.fr/dossiers/economie/les_granulats_recycles consulté en Août 2014
- [31] United Nations environment program (UNEP), sand rarer than one thinks <http://unep.org/geas/> Technical report, United Nations, consulté en Juin 2014
- [32] Institut bruxellois, l'utilisation des granulats issus du recyclage http://documentation.bruxellesenvironnement.be/documents/if_batex_fiche4.1.granulats_fr.pdf, consulté en Septembre 2014
- [33] NF EN 14227-13 : Mélanges traités aux liants hydrauliques spécifications - partie 13 : Sol traité au liant hydraulique routier, 2006
- [34] NF P 94-102 : Sols : reconnaissance et essais. Sol traité au liant hydraulique, éventuellement associé à la chaux, pour utilisation en couche de forme. Partie 1 : Définition - composition - classification, 2001
- [35] NF EN 13286-41 : Mélanges traités et mélanges non traités aux liants hydrauliques : Partie 41 : Méthode d'essai pour la détermination de la résistance à la compression des mélanges traités aux liants hydrauliques, 2003
- [36] NF EN 13286-53 : Mélanges traités et mélanges non traités aux liants hydrauliques - Partie 53 : Méthode de confection par compression axiale des éprouvettes de matériaux traités aux liants hydrauliques, 2005

Références Bibliographiques

- [37] NF EN 13286-42 : Mélanges traités et mélanges non traités aux liants hydrauliques - Partie 42 : Méthode d'essai pour la détermination de la résistance à la traction indirecte des mélanges traités aux liants hydrauliques, 2003
- [38] NF EN 13286-43 : Mélanges traités et mélanges non traités aux liants hydrauliques : Partie 43 : Méthode d'essai pour la détermination du module d'élasticité des mélanges traités aux liants hydrauliques, 2003
- [39] 1999/31/CE. Directive 1999/31/ce du conseil du 26 avril 1999 concernant la mise en décharge des déchets. *Journal Officiel des Communautés Européennes*, 1999
- [40] A. Abbas, G. Fathifazl, O. B. Isgor, A. G. Razaqpur, B. Fournier, and S. Foo. Durability of recycled aggregate concrete designed with equivalent mortar volume method. *Cement and Concrete Composites, Sustainability of Civil Engineering Structures - Durability of Concrete*, 31(8):555 – 563, 2009
- [41] ADEME. Etude sur le prix d'élimination des déchets inertes du BTP. ADEME, Juin 2012
- [42] ADEME. Rapport final - amélioration des techniques de tri de déchets du BTP sur les installations de recyclage des bétons de déconstruction, Décembre 2011
- [43] A.M. Werner and D.A. Lange Quantitative image analysis of masonry mortar microstructure. *Compt civil engineering*, 13:110–115, 1999
- [44] S. C. Angulo, P. M. Carrijo, A. D. Figueiredo, A. P. Chaves, and V. M. John. On the classification of mixed construction and demolition waste aggregate by porosity and its impact on the mechanical performance of concrete. *Materials and Structures*, 43(4):519–528, May 2010
- [45] A. Aït-Mokhtar, R. Belarbi, F. Benboudjema, N. Burlion, B. Capra, M. Carcassès, J.-B. Colliat, F. Cussigh, F. Deby, F. Jacquemot, T. de Larrard, J.-F. Lataste, P. Le Bescop, M. Pierre, S. Poyet, P. Rougeau, T. Rougelot, A. Sellier, J. Séméndadisse, J.-M. Torrenti, A. Trabelsi, P. Turcry, and H. Yanez-Godoy. Experimental investigation of the variability of concrete durability properties. *Cement and Concrete Research*, 45(0):21 – 36, 2013
- [46] C. Augris and L. Simplet. Les matériaux marins - géosciences n°17 du BRGM. IFREMER, Octobre 2013

Références Bibliographiques

- [47] E. Badel and C. Delisee, and J. Lux. 3d structural characterization, deformation measurements and assessment of low-density wood fibreboard under compression : The use of x-ray microtomography. *Composites Science and Technology*, 68 (7-8) : 1654 – 1663, 2008
- [48] J. M. Balet, *Aide-mémoire de gestion des déchets - 4e éd*, p15, 7 mai 2014
- [49] L. Barcelo. *Influence de la caractéristique des ciments sur la structuration et le comportement dimensionnel des matériaux cimentaires au jeune âge*. Thèse de Doctorat de Ecole Normale Supérieur de Cachan, 2001 (Cité par Zreiki, 2009)
- [50] L. Gavois, H. Havard, J. Barylà and M.V. Chenais. Effet de sulfates et sulfures sur des marnes traitées à la chaux et au liant routier sur un chantier autoroutier. pp. 39-48 224, Bulletin de liaison des Laboratoires des Ponts et Chaussées, Réf 4301 (cité par T. Le borgne, 2000)
- [51] R. Bastier. Fours de cimenterie, ateliers de cuisson du clinker. p.24, Techniques de l'ingénieur, 2000
- [52] BBG. *Betontechnologie*. De Belgische Betongroepering, 2006
- [53] BCSJ. Building contractors society of japan, study on recycled aggregate and recycled aggregate concrete, Committee on disposal and reuse of concrete construction waste. *Summary in Concrete Journal*, 16(7):18–31, 1978
- [54] R. A. Begum, C. Siwar, J. J. Pereira, and A. H. Jaafar. A benefit-cost analysis on the economic feasibility of construction waste minimization: The case of Malaysia. *Resources, Conservation and Recycling*, 48(1):86 – 98, 2006
- [55] G. Bianchini, E. Marrocchino, R. Tassinari, and C. Vaccaro. Recycling of construction and demolition waste materials: a chemical-mineralogical appraisal. *Waste Management*, 25(2):149 – 159, 2005
- [56] D. L. Bish and S. A. Howard. Quantitative phase analysis using the Rietveld method. *Journal of Applied Crystallography*, 21(2):86–91, April 1988
- [57] J. Bolomey. Granulation et prévision de la résistance probable des bétons. *Travaux*, 19(30):228–232, 1935
- [58] T. Le Borgne. *Caractérisation et quantification des éléments perturbateurs de prise lors du traitement des sols*. Thèse de doctorat de l'institut National Polytechnique de Lorraine (INPL), École Nationale supérieure de Géologie de Nancy, 2010

Références Bibliographiques

- [59] M. Bouasker, P. Mounanga, P. Turcry, A. Loukili, and A. Khelidj. Chemical shrinkage of cement pastes and mortars at very early age: Effect of limestone filler and granular inclusions. *Cement and Concrete Composites*, 30(1):13 – 22, 2008
- [60] M Braga, J de Brito, and R. Veiga. Incorporation of fine concrete aggregates in mortars. *Construction and Building Materials*, 36(0):960 – 968, 2012
- [61] M. Braga, J de Brito, and R. Veiga. Reduction of the cement content in mortars made with fine concrete aggregates. *Materials and Structures*, 47:171–182, 2014
- [62] BRGM. Recyclage des matériaux de construction : Les nouvelles filières pour préserver l’environnement géosciences. http://www2.brgm.fr/fichiers/revue_01/recyclage.pdf, p.49-52, consulté en Janvier 2014
- [63] Béton[s]. Béton[s] hors-série n°5, développement durable, p. 28. Technical report, Automne 2008
- [64] A.D. Buck. Recycled concrete, high research record no. 430. *Highway research board, Washington D.C*, 1-8, 1973
- [65] N. Cabane. *Sols traités à la chaux et aux liant hydrauliques : Contribution à l’identification et à l’analyse des éléments perturbateurs de la stabilisation*. Thèse de Doctorat de l’École Nationale Supérieure Des Mines de Saint-Etienne, 20 décembre 2004
- [66] B. S. D. Cardno. PTY LTD. Inquiry into waste generation and resource efficiency. Technical report, Western Australia, 2006
- [67] M. Cassan. *Les essais de perméabilité sur site dans la reconnaissance des sols*. N° 568. Presses de l’école nationale des Ponts et Chaussées, 2005
- [68] M. Castellote, C. Alonso, C. Andrade, X. Turrillas, Composition and microstructural changes of cement pastes upon heating, as studied by neutron diffraction. *Cement and Concrete Research*, 34(9):1633 – 1644, H. F. W. Taylor Commemorative Issue, 2004
- [69] CIMbéton (centre d’information sur le ciment et ses applications). Terrassements et assises de chaussées : Traitement des sols aux liants hydrauliques (T70). consulté en Avril 2014
- [70] CGDD. Commissariat général au développement durable, 254 millions de tonnes de déchets produits par l’activité construction en France en 2008. Chiffres et Statistiques n° 164. Octobre 2010

Références Bibliographiques

- [71] R. M. Chakardhara, S. K. Bhattacharyya, and S. V. Barai. Influence of field recycled coarse aggregate on properties of concrete. *Materials and structure, Springer Netherland*, pages 205–220, 2011
- [72] A. I. Chen and M.C.G. Juenger. Incorporation of waste materials into portland cement clinker synthesized from natural raw materials. *Journal of Material Science*, (44):2617–2627, 2009
- [73] CIMbéton. Le traitement des sols à la chaux et/ou aux liants hydrauliques pour l'exécution des remblais et des couches de forme. Technical Report Routes N°89. September 2004
- [74] M. Coster and J. L. Chermant. Image analysis and mathematical morphology for civil engineering materials. *Cement and Concrete Composites*, 23(0):133 – 151, 2001
- [75] A. Couradin, A. Saadi, L. D. Cazaux, and G. Didier. Les essais de perméabilité au choc impulsif dans le cas des installations de stockage de déchets. In *Journées Nationales de Géotechnique et de Géologie de l'Ingénieur JNGG'10*. INSA, 2010
- [76] M. Cyr. *Contribution à la caractérisation des fines minérales et à la compréhension de leur rôle dans le comportement rhéologie des matrices cimentaires*. Thèse de Doctorat de l'Université de Sherbrooke, 1999
- [77] F. De Larrard. Concrete mixture proportioning: A scientific approach. *Spon Press*, p. 488, 1999
- [78] F de Larrard and T Sedran. Optimization of ultra-high-performance concrete by the use of a packing model. *Cement and concrete research*, 24(6):997–1009, 1994
- [79] Institut de Recherche en Génie Civil et Mécanique (GEM). Microcalorimètre isotherme multi-canal de type tam air. Technical report, GeM, 2014
- [80] F. Debieb, L. Courard, S. Kenai, and R. Degeimbre. Mechanical and durability properties of concrete using contaminated recycled aggregates. *Cement and Concrete Composites*, 32(6):421 – 426, 2010
- [81] A.V. Delgado, F. G. Caballero, R. J. Hunter, L. K. Koopal, and J. Lyklema. Measurement and interpretation of electrokinetic phenomena. *Journal of Colloid and Interface Science*, 309(2):194 – 224, 2007

Références Bibliographiques

- [82] M. M. Y. Delmi. *Etude de l'hydratation et du couplage carbonatation-échanges hydriques dans les mortiers et bétons*. Thèse de Doctorat de l'Université de la Rochelle, 17 décembre 2004
- [83] A. S. Dequiedt, M. Coster, L. Chermant, and J. L. Chermant. Study of phase dispersion in concrete by image analysis. *Cement and Concrete Composites*, 23(0):215 – 226, 2001
- [84] V. der Hulst. *Light scattering by Small Particles*. N° 176. Wiley, New York, 1957.
- [85] Ministère des Travaux publics en Indonésie. Recyclage du béton pour la préservation des chaussées routières (construction durable et innovante), <http://pustaka.pu.go.id/new/artikel-detail.asp?id=307>, consulté en Aout 2014
- [86] E. Douglas, A. Eola, and V.M. Malhotra. Characterization of ground granulated blast furnace slags and fly ashes and their hydration in Portland cement blends. *AST Cement, Concrete and Aggregates*, 12(1):38–46, 1990. (Cité par M. Codina, 2007, Thèse de doctorat de l'Institut National des Sciences Appliquées (INSA), titre de la thèse "Les bétons bas pH formulation, caractérisation et l'étude à long terme)
- [87] E. Douglas and G. Pouskouleli. Prediction of compressive strength of mortars made with Portland cement - blast-furnace slag - fly ash blends. *Cement and Concrete Research*, 21(4):523 – 534, 1991
- [88] J. El Oumri, M. Viellefon. Étude expérimentale de la conductivité électrique globale des sols, application à l'estimation de leur salinité. *Cah. O.R.S.T.O.M., sér. Pédol.*, 20(2):91–108, 1981. http://horizon.documentation.ird.fr/exl-doc/pleins_textes/cahiers/PTP/15438.PDF
- [89] L. Evangelista and J. de Brito. Durability performance of concrete made with fine recycled concrete aggregates. *Cement and Concrete Composites*, 32(1):9 – 14, 2010.
- [90] L. Evangelista and J. de Brito. Criteria for the use of fine recycled concrete aggregates in concrete production. In *RILEM, Actes du colloque use of recycled materials in building and structures*, p. 9–11, November 2004
- [91] CIA (Central Intelligence Agency) Factworld. The world factbook, roadways, Indonesia. consulté en Juillet 2014
- [92] M.C.R. Farage, J. Sercombe, and C. Gallé. Rehydration and microstructure of cement paste after heating at temperatures up to 300 °c. *Cement and Concrete Research*, 33(7):1047 – 1056, 2003

Références Bibliographiques

- [93] N.I. Fattuhi. Carbonation of concrete as affected by mix constituents and initial water curing period. *Materials and Structures* :131–136, 1986. DOI: 10.1007/BF02481757
- [94] FFB/ADEME. Mieux gérer les déchets de chantier de bâtiment, 2013
- [95] M.V.A. Florea and H.J.H. Brouwers. Properties of various size fractions of crushed concrete related to process conditions and re-use. *Cement and Concrete Research*, 52(0):11 – 21, 2013
- [96] M.V.A. Florea, Z. Ning, and H.J.H. Brouwers. Activation of liberated concrete fines and their application in mortars. *Construction and Building Materials*, 50(0):1 – 12, 2014
- [97] D. J. M. Flower and J. G. Sanjayan. Greenhouse gas emissions due to concrete manufacture - *The international Journal of Life Cycle Assessment*, 12(5):282–288, July 2007, Department of civil Engineering. Monash University, Clayton, VIC 3800, Australia. DOI: <http://dx.doi.org/10.1065/lca2007.05.327>
- [98] S. W. Forster. Recycled concrete as aggregate. *Concrete international - Design and Construction (ACI)*, (34-40), 1986
- [99] M. Fridrichova, K. Kulisek, and J. Brauner. Utilizacion de hormigones reciclados en la industria del cemento. *Cemento-Hormigon*, (872):26–50, 2006
- [100] S. Y. Frondistou. Waste concrete as aggregate for new concrete. *ACI (American Concrete Institute)*, pages 373–376, 1977
- [101] C.T. Galbenis and S. Tsimas. Use of construction and demolition wastes as raw materials in cement clinker production. *China Particuology*, 4(2):83 – 85, 2006
- [102] F. Gameiro, J. de Brito, and D. Correia da Silva. Durability performance of structural concrete containing fine aggregates from waste generated by marble quarrying industry. *Engineering Structures*, 59(0):654 – 662, 2014
- [103] D. Goerle and L. Sayes. Reuse of crushed concrete as road base material. *Proceeding of the Second International RILEM Symposium on demolition and reuse of concrete and masonry*, 135:736–745, 1986
- [104] J. M. V Gómez- Soberón. Porosity of recycled concrete with substitution of recycled concrete aggregate: An experimental study. *Cement and Concrete Research*, 32(8):1301 – 1311, 2002

Références Bibliographiques

- [105] A. Govin. *Aspect physico-chimiques de l'interaction bois-ciment ; modification de l'hydratation du ciment par le bois*. Thèse de Doctorat de l'École Nationale Supérieure des Mines de Saint Etienne, 2004
- [106] S. Grazulis, D. Chateigner, R T. Downs, A. F. T. Yokochi, L M. Quirós, and Lutterotti, E Manakova, J Butkus, P Moeck, and A. Le Bail. Crystallography open database an open-access collection of crystal structures. *Journal of Applied Crystallography*, 42(4):726–729, Aug 2009
- [107] S. A. Gunay. *Influence de la cinétique d'hydratation des phases aluminates en présence de sulfate de calcium sur celles des phases silicate conséquences sur l'optimum de sulfatage des ciments*. Thèse de Doctorat de l'université de Bourgogne, 15 mai 2012
- [108] G. Habert and N. Roussel. Study of two concrete mix-design strategies to reach carbon mitigation objectives. *Cement and Concrete Composites*, 31(6):397 – 402, 2009
- [109] A. E. A. Hamami. *Vers une prédiction de la perméabilité au gaz à partir de la composition des matériaux cimentaires*. Thèse de Doctorat de l'Université de La Rochelle, 17 juin 2009
- [110] S.K. Handoo, S. Agarwal, and S.K. Agarwal. Physicochemical, mineralogical, and morphological characteristics of concrete exposed to elevated temperatures. *Cement and Concrete Research*, 32(7):1009 – 1018, 2002
- [111] T. C. Hansen and E.K. Lauritzen. Concrete waste in a global perspective, recycling concrete and other materials for sustainable development. *American Concrete Institute (ACI)*, p.35–45, 2004
- [112] T.C. Hansen and H. Narud. Strength of recycled concrete made from crushed concrete coarse aggregate. *Concrete International - Design and Construction*, 5(1):79–83, 1983
- [113] S. Hasaba, M. Kawamura, and K. Torik. Drying shrinkage and durability of concrete made of recycled concrete aggregates. *Translation of the Japan concrete Institute*, 3:55–60, 1981 (Additional information obtained from background report in Japanese)
- [114] A. Hendriks, C, E. Worrell, D. de Jager, K. Block, and P. Riemer. Emission reduction of greenhouse from the cement industry. Technical report, IEA greenhouse gas R&D Programme, 2000
- [115] Peter C. Hewlett. *Lea's : Chemistry of cement and concrete*, fourth edition of ISBN: 978-0-7506-6256-7. Elsevier Science & Technology Books, 2010

Références Bibliographiques

- [116] T. Hocine. *Détermination expérimentale de la double couche électrique et étude de son influence sur le transfert des chlorures dans les matériaux cimentaires*. Thèse de Doctorat de l'Université de La Rochelle, 7 juillet 2009
- [117] K. Humphreys and M. Mahasenan. *Toward a sustainable concrete industry*, volumes substudy 8 Climate Change. World Business Council for Sustainable Development, March 2002
- [118] R.J Hunter. *Zeta potential in colloid science, principles and applications*. Academic Press, London, 1981
- [119] R.J. Hunter. *Foundations of colloid science*. page 816, New-York, USA, 2001, Oxford University Press
- [120] IDRRIM. *Classification et aide au choix des matériaux granulaires recyclés pour leurs usages routiers hors agrégats d'enrobés*. *Institute Des Routes, des Rues et des Infrastructures pour la Mobilité*, (22), Février 2011.
- [121] IRD. *Extraction des sables et tendance à l'incision du Niger supérieur malien* <http://www.ird.fr/la-mediathèque/fiches-d-actualite-scientifique/376-1-equilibre-du-fleuve-niger-perturbe-par-les-pecheurs-de-sable>, *Géomorphologie 2012/2013*, consulté Aout 2014
- [122] O. Ivan. *Hydration, setting and hardening of Portland cement*, In: Hewlett P. Number 241-342. *Lea's chemistry of cement and concrete*, 1998
- [123] L Jiang, B Lin, and Y. Cai. *A model for predicting carbonation of high-volume fly ash concrete*. *Cement and Concrete Research*, 30(5):699 – 702, 2000
- [124] E.H. Kadri and R. Duval. *Effect of ultrafine particles on heat of hydration of cement mortars*. *ACI materials Journal*, 99(2):138–142, 2002
- [125] G. Kakali, S. Tsivilis, K. Kolovos, N. Voglis, J. Aivaliotis, T. Perraki, E. Passialakou, and M. Stamatakis. *Use of secondary mineralizing raw materials in cement production. a case study of a wolframite-stibnite ore*. *Cement and Concrete Composites*, 27(2):155 – 161, 2005
Cement and Concrete Research in Greece
- [126] N. Kartam, N. Al-Mutairi, I. Al-Ghusain, and J. Al-Humoud. *Environmental management of construction and demolition waste in kuwait*. *Waste Management*, 24(10):1049 – 1059, 2004

Références Bibliographiques

- [127] N. Kashino and Y. Takahashi. Experimental studies on placement of recycled aggregate concrete. In Nihon Daigaku Kaikan Y. Kasai, editor, *Proceeding of the Second International RILEM Symposium on demoltiton reuse of concrete and masonry, Reuse of demolition waste*, p. 557-564, Tokyo, Japan, 1986, Chapman and Hall, London
- [128] A. Katz. Properties of concrete made with recycled aggregate from partially hydrated old concrete. *Cement and Concrete Research*, 33(5):703 – 711, 2003
- [129] A. K. S. Abdulkader. *Etude multi-échelles d'un sol argileux plastique traité à la chaux*. Thèse de Doctorat de Université d'Orléans. cité par N. Cabane : Sols traites à la chaux et aux liants hydrauliques., 2002. p.224
- [130] M. I. A. Khokhar, E. Roziere, P. Turcry, F. Grondin, and A. Loukili. Mix design of concrete with high content of mineral additions: Optimisation to improve early age strength. *Cement and Concrete Composites*, 32(5):377 – 385, 2010
- [131] S.C. Kou and C. S. Poon. Properties of self-compacting concrete prepared with coarse and fine recycled concrete aggregates. *Cement and Concrete Composites*, 31(9):622 – 627, 2009
- [132] S.C. Kou, C.S Poon, and M. Etxeberria. Influence of recycled aggregates on long term mechanical properties and pore size distribution of concrete. *Cement and Concrete Composites*, 33(2):286 – 291, 2011.
- [133] P. Krammart and S. Tangtermsirikul. A study on cement made by partially replacing cement raw materials with municipal solid waste ash and calcium carbide waste. *Science Asia*, (29):77–84, 2003
- [134] Lafarge. Fiche-repère : le recyclage granulats et bétons <http://www.lafarge-france.fr/fiche-recyclage-lafarge.pdf>, consulté en 2014
- [135] Lafarge. Document de référence, marché mondial du ciment http://www.lafarge.fr/04182013-customers_activities-cement_market_2012-fr.pdf p.30, consulté en août 2014
- [136] B. Le Runigo. *Durabilité du limon de Jossigny traité à la chaux et soumis à différentes sollicitations hydriques : comportement physico-chimique, microstructural, hydraulique, et mécanique*. Thèse de doctorat de l'École Centrale de Nantes, 2008

Références Bibliographiques

- [137] S. M. Levy and P. Helene. Durability of recycled aggregates concrete: a safe way to sustainable development. *Cement and Concrete Research*, 34(11):1975 – 1980, 2004
- [138] S.N Lim and T.H Wee. Autogenous shrinkage of ground-granulated blast-furnace slag concrete. *ACI Materials Journal*, 97(5):587 – 593, 2000. (Cite par A. Younsi. 2011, Thèse de Doctorat de l'Université de la Rochelle "carbonatation de bétons à fort taux de substitution du ciment par des additions minérales)
- [139] B. Lippiatt and S. Ahmad. Measuring the life cycle environmental and economic performance of concrete : the best approach.in. In *International workshop on sustainable development and concrete technology*, p. 20-21, 2004
- [140] A Loukili. *Etude du retrait et du fluage de bétons à ultra-hautes performances*, p.155. Thèse de doctorat de l'École Centrale de Nantes, 1996
- [141] L. Lutterotti, S. Matthies, and H.R Wenk. Maud: a friendly java program for material analysis using diffraction. *IUCr: Newsletter of the CPD*, 21(1):14–15, 1999
- [142] J. Lux, A. Ahmadi, C. Gobbé, and C. Delisée. Macroscopic thermal properties of real fibrous materials: Volume averaging method and 3d image analysis. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 49(0):1958 – 1973, 2006
- [143] Lyklema. Pure app. *Chem*, 63:885, 1995
- [144] J. Lyklema. Fundamentals of interfaces and colloid science. *Academic Press, New York*, 2: Chaps. 3,4, 1995
- [145] P.Yves-Mahieux. *Valorisation du laitier LD de Dunkerque dans les liants hydraulique routiers*. Thèse de doctorat de l'Université de Toulouse, 23 Septembre 2008
- [146] MAUD. Program maud available from <http://www.ing.unitn.it/maud/beta.html> 2014
- [147] S. Maximilien, J. Péra, and M. Chabannet. Study of the reactivity of clinkers by means of the conductometric test. *Cement and Concrete Research*, 27(1):63 – 73, 1997
- [148] A. Meyer. Investigation on the carbonation of concrete. In *Proc. 5th International Symposium on the chemistry of cement*, volume 3, pages 394–401, Tokyo, 1968
- [149] R.H. Mills. Factors influencing cessation of hydration in water-cured cement pastes. *Special report, highway research board.*, (90):406–424, 1966
- [150] R. Moffat and R.J. Fannin. A hydromechanical relation governing internal stability of cohesionless soil. *Canadian Geotechnical Journal*, 3(48):413–424, 2011

Références Bibliographiques

- [151] P. Mounanga. *Etude expérimentale du comportement de pâtes de ciment au très jeune âge : hydratation, retrait, propriétés thermophysiques*. Thèse de Doctorat de l'Université de Nantes, 2003
- [152] M. Mouret, E. Ringot, and A. Bascoul. Image analysis: a tool for the characterisation of hydration of cement in concrete metrological aspects of magnification on measurement. *Cement and Concrete Composites*, 23(0):201 – 206, 2001, Special Theme Issue on Image Analysis
- [153] T. Mukai and M. Kikuchi. Properties of reinforced concrete beams containing recycled aggregate. In Nihon Daigaku Kaikan Y. Kasai, editor, *Proceeding of the Second International RILEM Symposium on demoltiton reuse of concrete and masonry, Reuse of demolition waste*. p. 557-564, pages 670–679. Chapman and Hall, London, 1986
- [154] P. T. Nguyen. *Etude multiphysique du transfert de chlorures dans les bétons insaturés : Prédiction de l'initiation de la corrosion des aciers*. Thèse de Doctorat de Université de la Rochelle, 10 janvier 2014
- [155] P. J. Nixon. Recycled concrete as an aggregate for concrete, a review RILEM TC-37-drc. *Materials and Structures (RILEM)*, 65:371–378, 1977
- [156] Department of Transport. Specification for road and bridge works. Technical Report 6th Ed, UK., 1983
- [157] OFRIR. Observatoire français des ressources pour les infrastructures (OFRIR). IFSTTAR : Institut Français des Sciences et Technologies des Transports, de l'Aménagement et des Réseaux, consulté en août 2014
- [158] R. Oliveira, J. de Brito, and R. Veiga. Incorporation of fine glass aggregates in renderings. *Construction and Building Materials*, 44(0):329 – 341, 2013
- [159] R. Oliveira, J. de Brito, and R. Veiga. Reduction of the cement content in rendering mortars with fine glass aggregates. *Journal of Cleaner Production*, (0):1–14, 2015
- [160] F.T. Olorunsogo and N. Padayachee. Performance of recycled aggregate concrete monitored by durability indexes. *Cement and Concrete Research*, 32(2):179 – 185, 2002
- [161] S. C. Pan, D.H. Tseng, and C. Lee. Influence of the fineness of sewage sludge ash on the mortar properties. *Cement and Concrete Research*, 33(11):1749 – 1754, 2003

Références Bibliographiques

- [162] V.J. Papadakis. Effect of supplementary cementing materials on concrete resistance against carbonation and chloride ingress. *Cement and Concrete Research*, 30(2):291 – 299, 2000
- [163] S Paumier. *Facteurs déterminant l'organisation et la rhéologie du système argile-eau pour des suspensions de smectites*. Thèse de de Doctorat de l'Université de Poitiers, 2007
- [164] PN RECYBETON. Projet de R&D, PN Récybéton (recyclage complet des bétons), Novembre 2011, IREX (Institut pour la recherche appliquée et l'expérimentation en génie civil)
- [165] A.M Poppe and G. De Schutter. Cement hydration in the presence of high filler contents. *Cement and Concrete Research*, 35(12):2290 – 2299, 2005
- [166] F. Puertas, I.G. Diaz, and M. Palacios. Comportamiento e hidratación de un cemento portland obtenido a partir de un residuo cerámico como materia prima alternativa. *Cemento Hormigon*, (940):4–12, 2010. Cite par le PN RECYBETON
- [167] Rasheeduzzafar and A. Khan. Recycled concrete - a source of new aggregate. *Cement, Concrete, and Aggregate (ASTM)*, 6(1):17–27, 1984
- [168] R. S. Ravindrarajah and C. T. Tam. Recycled concrete as fine and coarse aggregate in concrete. *International Journal of Cement Composites and Lightweight Concrete*, 9 (4):235–241, 1987
- [169] R. S. Ravindrarajah and C. T. Tam. Recycling concrete as fine aggregate in concrete. *Magazine of Concrete Research*, 39(141):214–220, 1987
- [170] G. Ray. Recycling Portland cement concrete. In *Paper presented at the 6th National Institute on Recycling of Pavements*. University of Wisconsin-Extension. Madison, Wisconsin, 1984
- [171] Cement Review. The global cement report (France) : <http://www.cemnet.com/gcr/>, consulté en Août 2014
- [172] H. M. Rietveld. Line profiles of neutron powder-diffraction peaks for structure refinement. *Acta Crystallographica*, 22(1):151–152, Jan 1967
- [173] H.M Rietveld. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. *J. Appl. Crystallogr*, 2(1):65–71, 1969

Références Bibliographiques

- [174] S. Rémond and J.L. Gallias. A 3d semi-digital model for the placing of granular materials. *Powder Technology*, 148(1):56 – 59, 2004
- [175] H. Rönnqvist and P. Viklander. On the kenney-lau approach to internal stability evaluation of soils. *geomaterials, Scientific Research*, (4):129–140, Octobre 2014
- [176] E. Rozière, A.Loukili, and F. Cussigh. A performance based approach for durability of concrete exposed to carbonation. *Construction and Building Materials*, 23(1):190 – 199, 2009
- [177] N. Saikia and J. de Brito. Use of industrial waste and municipality solid waste as aggregate, filler or fiber in cement mortar and concrete. Nova Science Publishers, Inc, In: *Advances in Materials Science Research*, Editor: Maryann C. Wythers, 2009
- [178] L. Saussaye. *Traitement des sols aux liants hydrauliques : aspects géotechniques et physico-chimiques des perturbations de la solidification*. Thèse de doctorat de l'Université de Caen, France, 2012
- [179] M. De Schepper, K. De Buysser, I. V. Driessche, and N. De Belie. The regeneration of cement out of completely recyclable concrete: Clinker production evaluation. *Construction and Building Materials*, 38(0):1001 – 1009, 2013, 25th Anniversary Session for ACI 228 - Building on the Past for the Future of NDT of Concrete
- [180] A.K. Schindler and K.J. Folliard. Heat of hydration models for cementitious materials. *ACI mat*, 102(1):24–33, 2005
- [181] R.R. Schulz. Recycling of masonry waste and concrete in west germany, eda/rilem demo-recycling conference, reuse of concrete and brick materials. In *Rotterdam, European Demolition Association, Wassenaarseweg 80, 2596 CZ, De Haag, the Netherlands*, 1985
- [182] B.J. Sealey, P.S. Phillips, and G.J. Hill. Waste management issues for the uk ready-mixed concrete industry. *Resources, Conservation and Recycling*, 32(0):321 – 331, 2001
- [183] T. Sedran. *Rhéologie et rhéométrie des bétons. Application aux bétons autonivelants*. Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale Des Ponts et Chaussées, 8 mars 1999
- [184] P. Segui. *Elaboration de liants hydrauliques routiers à base de pouzzolane naturelle ou de cendre volante de papeterie*. Thèse de Doctorat de Université de Toulouse, 10 juin 2011
- [185] P. Segui, J.E. Aubert, B. Husson, and M. Measson. Utilization of a natural pozzolan as the main component of hydraulic road binder. *Construction and Building Materials*,

Références Bibliographiques

40(0):217 – 223, 2013. Special Section on Recycling Wastes for Use as Construction Materials

[186] SETRA. Acceptability of alternative materials in road construction, environmental assessment. March 2011

[187] SFIC. Syndicat français de l'industrie cimentière (SFIC), l'essentiel 2014 <http://www.infociments.fr/publications/industrie-cimentiere/statistiques/st-g08-2013>, consulté en Juin 2014

[188] C. Shi and L. D. Rober. Pozzolanic reaction in the presence of chemical activators: Part I. Reaction kinetics. *Cement and Concrete Research*, 30(1):51 – 58, 2000

[189] Z. Shui, D Xuan, W. Chen, R. Yu, and R Zhang. Cementitious characteristics of hydrated cement paste subjected to various dehydration temperatures. *Construction and Building Materials*, 23(1):531 – 537, 2009

[190] Z. Shui, D Xuan, H Wan, and B Cao. Rehydration reactivity of recycled mortar from concrete waste experienced to thermal treatment. *Construction and Building Materials*, 22(8):1723 – 1729, 2008

[191] A.M. Silva, J. de Brito, and R. Veiga. Incorporation of fine plastic aggregates in rendering mortars. *Construction and Building Materials*, 71(0):226 – 236, 2014

[192] J. Silva, J. de Brito, and R. Veiga. Incorporation of fine ceramics in mortars. *Construction and Building Materials*, 23(1):556 – 564, 2009

[193] Sénat. La valorisation des mâchefers issus d'incinération des ordures ménagères (MIOM), consulté en Mars 2015

[194] D. Stephan and S. Wistuba. Crystal structure refinement and hydration behaviour of $3\text{CaO}\cdot\text{SiO}_2$ solid solutions with MgO , Al_2O_3 and Fe_2O_3 . *Journal of the European Ceramic Society*, 26(1-2):141 – 148, 2006

[195] SudOuest. Extraction de granulat : le "non" du syndicat, Consulté 17 Mars 2015.

[196] F. D. Tamas. Electrical conductivity of cement pastes. *Cement and Concrete Research*, 12(1):115 – 120, 1982

[197] F.D. Tamas, E. Farkas, M. Voros, and D.M. Roy. Low-frequency electrical conductivity of cement, clinker and clinker mineral pastes. *Cement and Concrete Research*, 17(2):340 – 348, 1987

Références Bibliographiques

- [198] H.F. Taylor. *Cement chemistry*. San Diego: Academic press limited. P. 475, 1990.
- [199] H.F.W. Taylor. *Cement chemistry*. Academic press, 1997
- [200] D. Tegguer, A. Determining the water absorption of recycled aggregates utilizing hydrostatic weighing approach. *Construction and Building Materials*, 27(1):112 – 116, 2012
- [201] M. Thiery, P. Dangla, P. Belin, G. Habert, and N. Roussel. Carbonation kinetics of a bed of recycled concrete aggregates: A laboratory study on model materials. *Cement and Concrete Research*, 46(0):50 – 65, 2013
- [202] New York Times. Indonesia's islands are buried treasure for gravel pirates, http://www.nytimes.com/2010/03/28/weekinreview/28grist.html?_r=1&, 28 March, 2010.
consulté en Juillet 2014
- [203] J.M. Torrenti and L.D. Schwartzentruber. *Le grand livre des bétons, Connaissances et pratiques - Avancées environnementales, Réglementation et cadre normatif*. Référence : 111689, Editions le Moniteur, 2014
- [204] Tourisme-Review-Ecology. Islands in the Indonesian archipelago are literally disappearing as thieves dig them up and sell the sand and gravel for construction, <http://www.tourism-review.com/ecological-catastrophe-indonesian-islands-disappearing-because-of-sand-pirates-news2121>, 2010
- [205] A. Trabelsi, A. Hamami, R. Belarbi, Ph. Turcry, and A. Aït-Mokhtar. Assessment of the variability of moisture transfer properties of high performance concrete from multi-stage drying experiment. *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, 16(3-4):352–361, April 2012
- [206] P.E. Tsakiridis, S.A. Leonardou, and P. Oustadakis. Red mud addition in the raw meal for the production of Portland cement clinker. *Journal of Hazardous Materials*, 116:103 – 110, 2004
- [207] Ph. Turcry, L. Oksri-Nelfia, A. Younsi, and A. Ait-Mokhtar. Analysis of an accelerated carbonation test with severe preconditioning. *Cement and Concrete Research*, 57(0):70 – 78, 2014
- [208] UE. Journal officiel de l'union européenne n° 1 102. 11 avril 2006
- [209] UE. Union européenne directive européenne nf en 13450. UE, Août 2003

Références Bibliographiques

- [210] UEPG. Union européenne des producteurs de granulats (UEPG) rapport annuel 2009-2010, 2010
- [211] UNICEM. Union nationale des industries de carrières et matériaux de construction (unicem), Développer le recyclage des granulats pour construire durablement <http://www.gsm-granulats.fr/nr/rdonlyres/fc52f148-3cbe-42e8-9337-e39c9f3c81ee/0/recyclageunpg.pdf> consulté en 2014
- [212] G.C. Urcelay. Reciclado de escombros de demolicion para la fabricacion de cemento. *Cemento-Hormigon*, (768):149–155, 1997
- [213] C. Vernet and G. Noworyta. Conductometric test for cement - admixture systems. In *Proc. 9th Int.Symp. Cement. Chemistry.*, number 3, pages 627–633, 1992
- [214] G. Villain, M. Thiery, and G. Platret. Measurement methods of carbonation profiles in concrete: Thermogravimetry, chemical analysis and gammadensimetry. *Cement and Concrete Research*, 37(8):1182 – 1192, 2007
- [215] C. F. Wan. *Experimental Investigations of Piping Erosion and Suffusion of Soils in Embankment Dams and Their Foundations*. Thèse de doctorat de l'University of New South Wales, Sydney, 2006
- [216] S. Wild, J. M. Kinuthia, G. I. Jones, and D. D. Higgins. Suppression of swelling associated with ettringite formation in lime stabilized sulphate bearing clay soils by partial substitution of lime with ground granulated blastfurnace slag (GGBS). *Engineering Geology*, 51(4):257 – 277, 1999
- [217] M. Wimala, A. Fujiki, and K.Kawai. Environmental impact of waste concrete treatment in precast concrete production. School of Engineering, Hiroshima University, Japan, 2011
- [218] J. Yammine. *Rhéologie des bétons fluides à hautes performances : relations entre formulations, propriétés rhéologiques, physico-chimie et propriétés mécaniques*. Thèse de Doctorat de l'Ecole Normale Supérieure de Cachan, 2007, (cité par Coussot, P et Roussel, N : "Quantification de la thixotropie des matériaux cimentaires et de ses effets". *Revue Européenne de Génie Civil*, vol. 10(1), 2006, pp. 45-63)
- [219] G. Ye, X. Liu, G. De Schutter, A. M. Poppe, and L. Taerwe. Influence of limestone powder used as filler in scc on hydration and microstructure of cement pastes. *Cement and Concrete Composites*, 29(2):94 – 102, 2007

Références Bibliographiques

- [220] K. Yoda, T. Yoshikane, Y. Nakashima, and Soshiroda. Recycling of demolished concrete and masonry" - report of technical committee 37-DRC (demolition and reuse of concrete), ed. T. C. Hansen, RILEM report 6. 1992
- [221] T. Yoshikane. The instance of concrete recycled for base courses material in japan. In Nihon Daigaku Kaikan Y. Kasai, editor, *Proceeding of the Second International RILEM Symposium on demoltiton reuse of concrete and masonry, Reuse of demolition waste*. p. 557-564, Tokyo, Japan, 1986, Chapman and Hall, London
- [222] A. Younsi. *Carbonatation de bétons à forts taux de substitution du ciment par des additions minérales*. Thèse de Doctorat de Université de la Rochelle, 2011
- [223] A. Younsi, P. Turcry, E. Rozière, A. Ait-Mokhtar, and A. Loukili. Performance-based design and carbonation of concrete with high fly ash content. *Cement and Concrete Composites*, 33(10):993 – 1000, 2011
- [224] R. Yu and Z. Shui. Influence of agglomeration of a recycled cement additive on the hydration and microstructure development of cement based materials. *Construction and Building Materials*, 49(0):841 – 851, 2013
- [225] M. Zajac. *Etude des relations entre vitesse d'hydratation, texturation des hydrates et résistance mécanique final des pâtes et micro-mortiers de ciment portland*. Thèse de Doctorat de l'Université de Bourgogne, 2007
- [226] F. De Larrard and T. Sedran. Computer-aided mix design: Predicting final results. *Concrete International*, p 39–41, December 1996
- [227] C. S. Poon and D. Chan. The use of recycled aggregate in concrete in Hongkong. *Resources, Conservation and Recycling*, 50(3):293 – 305, 2007.

Annexes

Annexe A. Fiches Techniques Produits des constituants

Annexe A.1 : Fiche technique du ciment CEM I 52.5N CE CP2 NF LAFARGE

Usine de La Couronne

 LAFARGE CEMENTS Usine de LA COURONNE	CEM I 52,5 N CE CP2 NF NF EN 197-1 NF P 15-318 NF EN 196-10		Fiche produit technique  N° de certificat CE : 0333-CPD-0802						
	• Constituants et composition du ciment								
Principaux (%)		Secondaires (%)	Sulfate de calcium (%)		Additifs (%)				
Clinker	100		Gypse (Cherves) 5		Agent de mouture ADM 72 0,02				
C3S	64,6	C4AF			Agent réducteur Cr VI Chlorure d'Etain 0,02				
C2S	8,4								
C3A	7,8	C2S	12,9						
• Caractéristiques physiques et mécaniques									
	Valeur usine moyenne	Limites applicables à chacun des résultats (Réf : NF EN 197-1)		Limites applicables à chacun des résultats (Réf : annexe 1 du règlement de certification NF002)					
		minimum	maximum	minimum	maximum				
Résistance à la compression 2 jours (MPa)	34,3	18		18					
Résistance à la compression 28 jours (MPa)	66,0	50		50					
Retrait à 28 jours (µm/m)	620								
Début de prise (min)	157	40		60					
Stabilité (mm)	1,0		10		10				
Masse volumique (g/cm ³)	3,12								
Surface spécifique Blaine (cm ² /g)	3540								
Q12h (J/g)	224								
Q41h (J/g)	343								
L*	56,9								
• Caractéristiques chimiques (%) <small>MAXI : Valeurs limites applicables à chacun des résultats (Réf : NF EN 197-1, NF P 15-318)</small>									
	Valeur usine moyenne	MAXI		Valeur usine moyenne	MAXI				
SiO ₂	21,10		S-	0,02	0,20	Insolubles	0,50	5,00	
Al ₂ O ₃	4,40		Cl-	0,02	0,10	CO ₂	0,50		
Fe ₂ O ₃	2,65		Perte au feu	1,10	5,00	CaO libre	0,75		
CaO	63,90		TiO ₂	0,25			Valeur usine moyenne	Coef var	
MgO	1,30		MnO	0,04		Alcalins actifs	0,67	0,04	
K ₂ O	0,82		P ₂ O ₅	0,25		Na ₂ O _{Eq}	0,67		
Na ₂ O	0,14		Non dosé	ND					
SO ₃	3,20	4,50							
		Total : 99,19							
<small>Ces valeurs, extraites de notre autocontrôle, permettent de vérifier la conformité de notre produit aux spécifications normatives et donnent une indication pour les caractéristiques complémentaires. Elles ne constituent pas un engagement sur les résultats à venir.</small>									
■ Caractéristique modifiée / fiche précédente			ND : non dosé	Révision N° : 20	du 28/09/2010				

Annexe A.2 : Fiche technique du ciment CEM I 52.5N CE CP2 NF Usine de DANNES (béton APPLLET)

FICHE PRODUIT														
Fabriqué à DANNES														
Mise à jour du 25/04/2007														
Ciment Portland														
NF EN 197-1/A1	CEM I 52,5 N N° de certificat : 0333-CPD-8002 01/06/2001													
CE+NF	CEM I 52,5 N CE CP2 NF 08/12/1978													
NF P15-318	Ciments à teneur en sulfures limitée pour béton précontraint CP2													
Disponibilités :	Vrac													
COMPOSITION DÉCLARÉE (en %)														
<u>Constituant</u>	<u>Régulateur de prise</u>													
Clinker (K).....	Gypse.....													
Laitier de haut-fourneau (S).....	Anhydrite.....													
Filler pouzzolanique (Z).....	Autre sulfate de calcium.....													
Pouzzolanes naturelles (P).....	<u>Additif</u>													
Cendres volantes siliceuses (V).....	Agent de mouture HEA 299.....													
Cendres volantes calcoiques (W).....	Sulfate ferreux.....													
Calcaires (L ou LL).....														
Constituants secondaires.....														
97	4,5													
-	-													
-	-													
-	0,01													
-	0,30													
3														
RESISTANCES A LA COMPRESSION (en MPa)														
1 jour.....	23	2 jours.....	35	7 jours.....	-	28 jours....	61							
CARACTÉRISATION PHYSIQUE														
<u>Sur poudre</u>	<u>Sur pâte pure</u>	<u>Sur mortier</u>												
Masse volumique (en g/cm ³).....	Besoin en eau (en %).....	Chal. hydr. 41h (en J/g).....												
Surface massique (en cm ² /g)....	Stabilité (en mm).....													
Indice de clarté.....	Début de prise (en min).....													
3,19	29,6	350												
4100	0,5													
62,5	110													
CARACTÉRISATION CHIMIQUE														
PAF	INS	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₂	K ₂ O	Na ₂ O	S ⁻	Cl ⁻	CO ₂	CaO _{tot}	Na ₂ O eq actif
1,2	0,2	20,1	5,0	3,0	64,1	1,0	3,2	0,72	0,2	0,00	0,02	0,4	1,3	0,67
Composition potentielle du clinker :					C3A	8,5	C3S	65	C4AF	9				

Annexe A.3 : Fiche technique du sable lavé 0/4 carrières du Boulonnais (béton APPLET)



Tel : 03.21.99.67.00
Fax : 03.21.99.67.10

S.A.S. CARRIERES DU BOULONNAIS
62250 FERQUES
R.C. CALAIS B 541 750 660 - APE 142A

Fiche Technique Produit

SABLE lavé 0/4 mm à 7 % de fines (SL0704)

Référence normative	CE	XP P 18-545, Article 10 Code : A	
Nature Pétrographique	Calcaire viséen dur compact		
Utilisation	Granulats pour bétons hydrauliques		

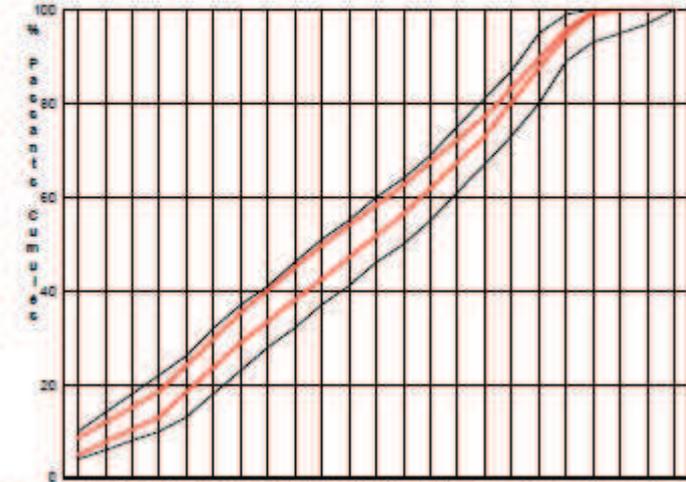
Spécifications contractuelles :

	2D	1.4D	D	1	0.25	f	FM	MB
Tamis (mm)	8	5,6	4	1	0,250	0,063		
max			99,0	64,0	37,0	10,0	3,15	1,50
min	100,0	95,0	89,0	50,0	23,0	4,0	2,55	
max + U			100,0	68,0	41,0	12,0	3,30	2,00
min - U		94,0	87,0	46,0	19,0	2,0	2,40	
DF max				4,24	4,24		0,182	

Résultats : Granularité et propreté : Période du 20/09/05 au 20/02/06 (5 mois)
Autres caractéristiques : Période du 20/09/05 au 20/02/06 (5 mois)

	2D	1.4D	D	1	0.25	f	FM	MB
Tamis (mm)	8	5,6	4	1	0,250	0,063		
max			96,5	64,0	36,5	9,3	2,99	0,40
Xf+1,25 Sf			95,9	62,6	35,4	8,6	2,90	0,34
moyenne Xf	100,0	99,9	95,3	59,5	32,1	6,8	2,76	0,28
Xf - 1,25 Sf	100,0	99,8	94,6	56,4	28,9	5,0	2,62	
mini	100,0	99,5	94,4	54,9	27,1	4,0	2,56	
Ecart type Sf	0,00	0,13	0,53	2,48	2,57	1,43	0,114	0,049
nb. valeurs	31	31	31	31	31	31	31	31

Fuseaux de régularité et de fabrication :



Autres Caractéristiques

	Valeur	Dernier Essai
WAZ4	0,6 %	28/09/05
S total	0,06 %	09/09/05
Cl-	0,0003%	01/07/05
Na2O 4eq	10,7 mg/kg	01/07/05
MVR	2,66 t/m3	28/09/05

Polluants organiques : test négatif.
Impuretés prohibées : néant.
Alcali-réaction : NR.

Date et visa du responsable laboratoire :
21/02/06 

Fiche n° : 610

Nos produits étant sujets à évolution, merci de nous contacter pour tout engagement ou durée de validité

Annexe A.4 : Fiche technique du sable lavé 0/4



Carrières KLEBER MOREAU
Service Technique - 85702 Pouzauges Cedex
Tél : 02 51 65 85 16 Fax : 02 51 65 89 53
www.kmoreau.fr

Fiche Technique de Produit
Engagement du 01/07/2014 au 31/12/2014
Page 1/1

Producteur : SABLIERE DE CADEUIL
Granulats : 0/4 lavé
Pétrographie : GISEMENT A 99.6 % DE SILICE (ALLUVION)

(les caractéristiques autres que granulométriques, teneur en fines et MB datent de moins de 2 ans)

Partie normative
Valeurs spécifiées sur lesquelles le producteur s'engage

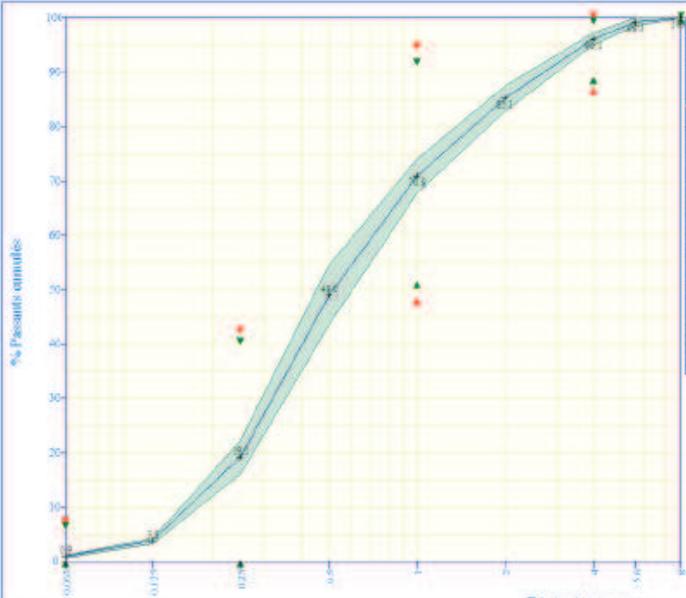
Classe granulaire	Norme	Catégorie
0 4	Norme NF P 18-545 Article 10 - EN 12620	Code A

	0,063	0,125	0,25	0,5	1	2	4	5,6	8	FM	SE(10)	W
V.S.S.-U	7,0		42,0		94,4		100,0		100,0	3,33		
V.S.S.	6,0		40,0		91,4		99,0		100,0	3,18		
V.S.L	0,0		0,0		51,4		89,0		100,0	2,58	65	
V.S.L.-U	0,0		0,0		48,4		87,0		100,0	2,43	59	

Partie informative
Résultats de production

du 19/03/14 au 10/06/14

	0,063	0,125	0,25	0,5	1	2	4	5,6	8	FM	SE(10)	W
Maximum	1,2	4,0	23,0	54,0	75,0	88,0	97,0	100,0	100,0	2,89	89	5,4
Moyenne Xf	0,9	3,8	19,1	49,0	70,9	85,1	96,1	99,3	100,0	2,76	85	4,0
Minimum	0,7	3,0	16,0	44,0	67,0	82,0	94,0	98,0	100,0	2,62	81	2,5
Ecart-type	0,15	0,43	2,47	4,39	2,52	1,90	0,93	0,66	0,00	0,090	3,0	0,90
Nombre de résultats	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8

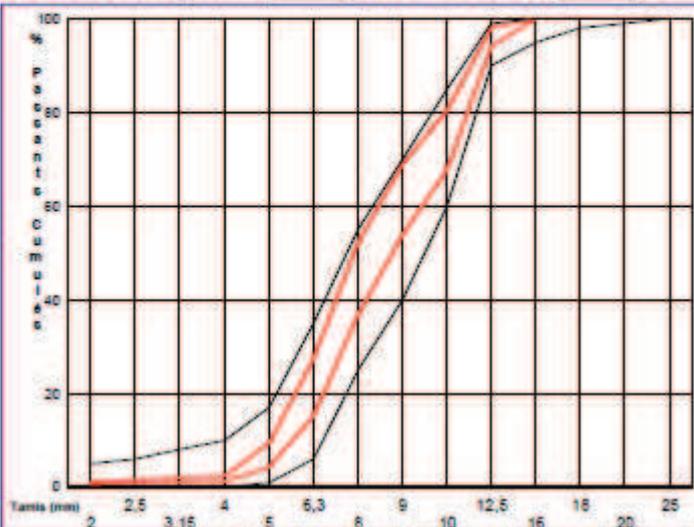


Autres caractéristiques

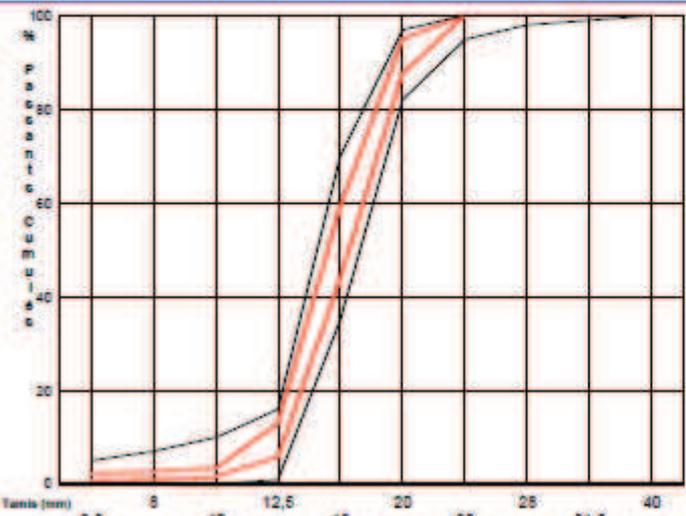
Masse volumique réelle	0/4 lavé	2,64 T/m ³ (01/04/2014)
Absorption d'eau	0/4 lavé	0,22 % (01/04/2014)
Alcali-réaction	0/2 LAVE NR	an 02/12/2013
Sulfate soluble dans l'acide	0/2 LAVE	< 0,15 % (03/06/2013) < 0,2
Teneur en chlorures	0/2 LAVE	< 0,001 % (03/06/2013)
Teneur en K ₂ O	0/2 LAVE	0,0000 % (03/06/2013)
Teneur en matière humique	0/2 LAVE	Absence (03/06/2013)
Teneur en Na ₂ O	0/2 LAVE	0,0000 % (03/06/2013)
Teneur en éq. Na ₂ O	0/2 LAVE	0,0000 % (03/06/2013)
Soufre total	0/2 LAVE	0,012 % (03/06/2013) < 0,4
pH	0/2 LAVE	7,10 au 23/04/2014
Sensibilité au gel/dégel	0/2 LAVE	Non gélif au 01/04/2014

0EL 16.01.17.99 (c) Arcalade 1996,2013

Annexe A.5 : Fiche technique du gravillon lavé 4/12 carrières du Boulonnais (APPLET)

 <p>Tel : 03.21.99.67.00 Fax : 03.21.99.67.10</p>	<p>S.A.S. CARRIERES DU BOULONNAIS 62250 FERQUES R.C. CALAIS B 641 760 660 - APE 142A</p>																							
	<p>Fiche Technique Produit</p>																							
	<p>GRAVILLON lavé 4/12 mm (GL0412)</p>																							
Référence normative		<p>XP P 18-545, Article 10 Code : A</p>	 <p>AFNOR CERTIFICATION 11, av. Francis de Pressensé 92010 ST DENIS LA PLAINE</p>																					
Nature Pétrographique	Calcaire viséen dur compact																							
Utilisation	Granulats pour bétons hydrauliques																							
<p>Spécifications contractuelles :</p>																								
	2D	1.4D	D	D/1.4	d	d/2	f	FI	LA															
Tamis (mm)	25	16	12,5	9	4	2																		
100%			99.0	70.0	10.0	5.0	4.00	20	30															
10%	100.0	96.0	90.0	40.0																				
100% + U			100.0	76.0	15.0	6.0	4.30	24	33															
10% + U		97.0	85.0	34.0																				
IP max				9.09																				
<p>Résultats : Granularité et propreté : Période du 26/04/05 au 26/10/05 (6 mois) Autres caractéristiques : Période du 26/10/03 au 26/10/05 (24 mois)</p>																								
	2D	1.4D	D	D/1.4	d	d/2	f	FI	LA															
Tamis (mm)	25	16	12,5	9	4	2																		
maxi			98.8	70.6	3.1	1.4	0.63	15	25															
Xf+1,25 Sf			98.1	68.8	2.5	1.1	0.55		23.8															
moyenne Xf	100.0	100.0	96.1	61.3	1.9	0.8	0.40	12.2	22.5															
Xf-1,25 Sf	100.0	100.0	94.2	53.8																				
mini	100.0	100.0	92.3	47.5																				
Ecart type Sf	0.00	0.00	1.56	6.04	0.50	0.19	0.118		1.04															
nb. valeurs	47	47	47	47	47	47	47	5	23															
<p>Fuseaux de régularité  et de fabrication  :</p>																								
		<p>Autres Caractéristiques</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th></th> <th>Valeur</th> <th>Commentaire</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>WA24</td> <td>0,7%</td> <td>06/07/05</td> </tr> <tr> <td>S total</td> <td>0,03%</td> <td>09/06/05</td> </tr> <tr> <td>Na2O équ.</td> <td>4,89 mg/kg</td> <td>01/07/05</td> </tr> <tr> <td>MBP</td> <td>1,2 g/kg</td> <td>06/10/05</td> </tr> <tr> <td>Cl-</td> <td>0,0004%</td> <td>01/07/05</td> </tr> <tr> <td>MPR</td> <td>2,68 t/m3</td> <td>06/07/05</td> </tr> </tbody> </table> <p>Sensibilité au gel-dégel: GA. Boulettes d'argile : néant Alcali-réaction : NR. Impuretés prohibées : néant.</p>			Valeur	Commentaire	WA24	0,7%	06/07/05	S total	0,03%	09/06/05	Na2O équ.	4,89 mg/kg	01/07/05	MBP	1,2 g/kg	06/10/05	Cl-	0,0004%	01/07/05	MPR	2,68 t/m3	06/07/05
	Valeur	Commentaire																						
WA24	0,7%	06/07/05																						
S total	0,03%	09/06/05																						
Na2O équ.	4,89 mg/kg	01/07/05																						
MBP	1,2 g/kg	06/10/05																						
Cl-	0,0004%	01/07/05																						
MPR	2,68 t/m3	06/07/05																						
<p>Date et visa du responsable laboratoire</p> <p>26/10/05</p> <p>Fiche n° : 578</p> 																								
<p>Nos produits étant sujets à évolution, merci de nous contacter pour tout engagement ou durée de validité</p>																								

Annexe A.6 : Fiche technique du gravillon lavé 12/20 carrières du Boulonnais (APPLET)

 <p>Tel : 03.21.99.67.00 Fax : 03.21.99.67.10</p>	S.A.S. CARRIERES DU BOULONNAIS 62250 FERQUES <small>R.C. CALAIS B 641 760 660 - APE 142A</small>																						
	<h3>Fiche Technique Produit</h3>																						
	GRAVILLON lavé 12/20 mm (GL1220)																						
Référence normative		XP P 18-545, Article 10																					
Nature Pétrographique		Code : A																					
Utilisation		Calcaire viséen dur compact																					
		Granulats pour bétons hydrauliques																					
Spécifications contractuelles :																							
	20	1,40	D	d	d/2	f	F1	LA															
Tamis (mm)	40	28	20	12,5	6,3																		
max			97,0	16,0	6,0	4,00	20	30															
MVR	100,0	96,0	82,0	1,0																			
MVR + U			100,0	21,0	6,0	4,50	24	33															
MVR - U	99,0	97,0	77,0	0,0																			
DF max																							
Résultats : Granularité et propreté : Période du 20/02/05 au 20/02/06 (12 mois) Autres caractéristiques : Période du 20/02/04 au 20/02/06 (24 mois)																							
	20	1,40	D	d	d/2	f	F1	LA															
Tamis (mm)	40	28	20	12,5	6,3																		
max			96,5	14,3	2,7	1,29	12	25															
Xf-1,25 Sf			95,1	13,0	2,2	1,06		23,7															
moyenne Xf	100,0	100,0	91,4	9,4	1,5	0,75	7,1	22,5															
Xf - 1,25 Sf	100,0	100,0	87,6	5,8																			
mini	100,0	100,0	84,1	2,2																			
Ecart type Sf	0,00	0,00	2,99	2,86	0,52	0,246		1,01															
nb. valeurs	29	29	29	29	29	29	13	22															
Fuseaux de régularité  et de fabrication  :																							
		Autres Caractéristiques <table border="1"> <thead> <tr> <th></th> <th>Valeur</th> <th>Date de l'Essai</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>MVR</td> <td>2,88 t/m³</td> <td>27/12/05</td> </tr> <tr> <td>WA24</td> <td>0,7%</td> <td>27/12/05</td> </tr> <tr> <td>Na2O équ.</td> <td>4,89 mg/kg</td> <td>01/07/05</td> </tr> <tr> <td>S total</td> <td>0,04%</td> <td>23/12/05</td> </tr> <tr> <td>Cl-</td> <td>0,0004%</td> <td>01/07/05</td> </tr> <tr> <td>MVF</td> <td>1,3 g/kg</td> <td>06/02/06</td> </tr> </tbody> </table> <p>Sensibilité au gel-dégel: GA. Boulettes d'argile: néant. Alkali-réaction: NR. Impuretés prohibées: néant.</p> <p>Date et visa du responsable laboratoire</p> <p>21/02/06 </p> <p>Fiche n° : 615</p> <p style="font-size: small;">Nos produits étant sujets à évolution, merci de nous contacter pour tout engagement ou durée de validité</p>		Valeur	Date de l'Essai	MVR	2,88 t/m ³	27/12/05	WA24	0,7%	27/12/05	Na2O équ.	4,89 mg/kg	01/07/05	S total	0,04%	23/12/05	Cl-	0,0004%	01/07/05	MVF	1,3 g/kg	06/02/06
	Valeur	Date de l'Essai																					
MVR	2,88 t/m ³	27/12/05																					
WA24	0,7%	27/12/05																					
Na2O équ.	4,89 mg/kg	01/07/05																					
S total	0,04%	23/12/05																					
Cl-	0,0004%	01/07/05																					
MVF	1,3 g/kg	06/02/06																					

Annexe A.7: Fiche technique de Cendres volantes allemandes de SAFAMENT KWB (APPLET)

Material analysis *

Components	Content (M.-%)
SiO ₂	42.0 - 58.0
Al ₂ O ₃	23.0 - 32.0
Fe ₂ O ₃	3.0 - 15.0
CaO	2.0 - 8.5
MgO	2.0 - 3.5
SO ₃	0.2 - 2.0
K ₂ O	0.5 - 4.6
Na ₂ O	0.1 - 4.0
Cl	≤ 0.01

* Tolerance ranges of material analysis

Material characteristics *

Parameter	Values
Loss on ignition	1.5 - 5.0 M. - %
Finess (> 0.045 mm)	≤ 40%
Gross density	2.1 - 2.4 kg/dm ³
Bulk density	0.7 - 1.1 kg/dm ³
Water requirement as per DIN EN 196-3	22 - 30%

* Tolerance ranges of material characteristics

Annexe A.8: Fiche technique du Laitier de Haut Fourneau ECOCEM

	ECOCEM	07/02/2008
---	---------------	------------

FICHE TECHNIQUE DU LAITIER MOULU ORCEM

I Définition

Le laitier moulu Orcem répond aux normes suivantes :

BS 6699 1992, "ground granulated blastfurnace slag for use with Portland cement"
ATG Guide d'agrément Technique Laitier de haut Fourneau Moulu LMA (Belgique)
BRL 9325 gemalen Gegrannuleerde Hoogovenslak voor het gebruik als bindmiddel met Portlandcement in beton(Pays Bas)
NBN EN 15167-1, 2007 Laitier granulé de haut fourneau broyé pour bétons, mortiers et coulis. Définition, spécifications et critères de conformité

II Fabrication

Le Laitier moulu Orcem est séché et broyé à l'usine de Moerdijk (Pays Bas). Il est livré en vrac par camions.

III Composition chimique

La composition chimique centésimale moyenne du laitier Orcem de novembre 2007 est donnée dans le tableau ci-dessous

SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	MnO	TiO ₂	K ₂ O	Na ₂ O	SO ₃	Cl ⁻	S ²⁻
33.3	12.5	0.4	41.5	7.0	0.5	0.9	0.5	0.3	0.2	0.06	1.0

IV Résistances mécaniques

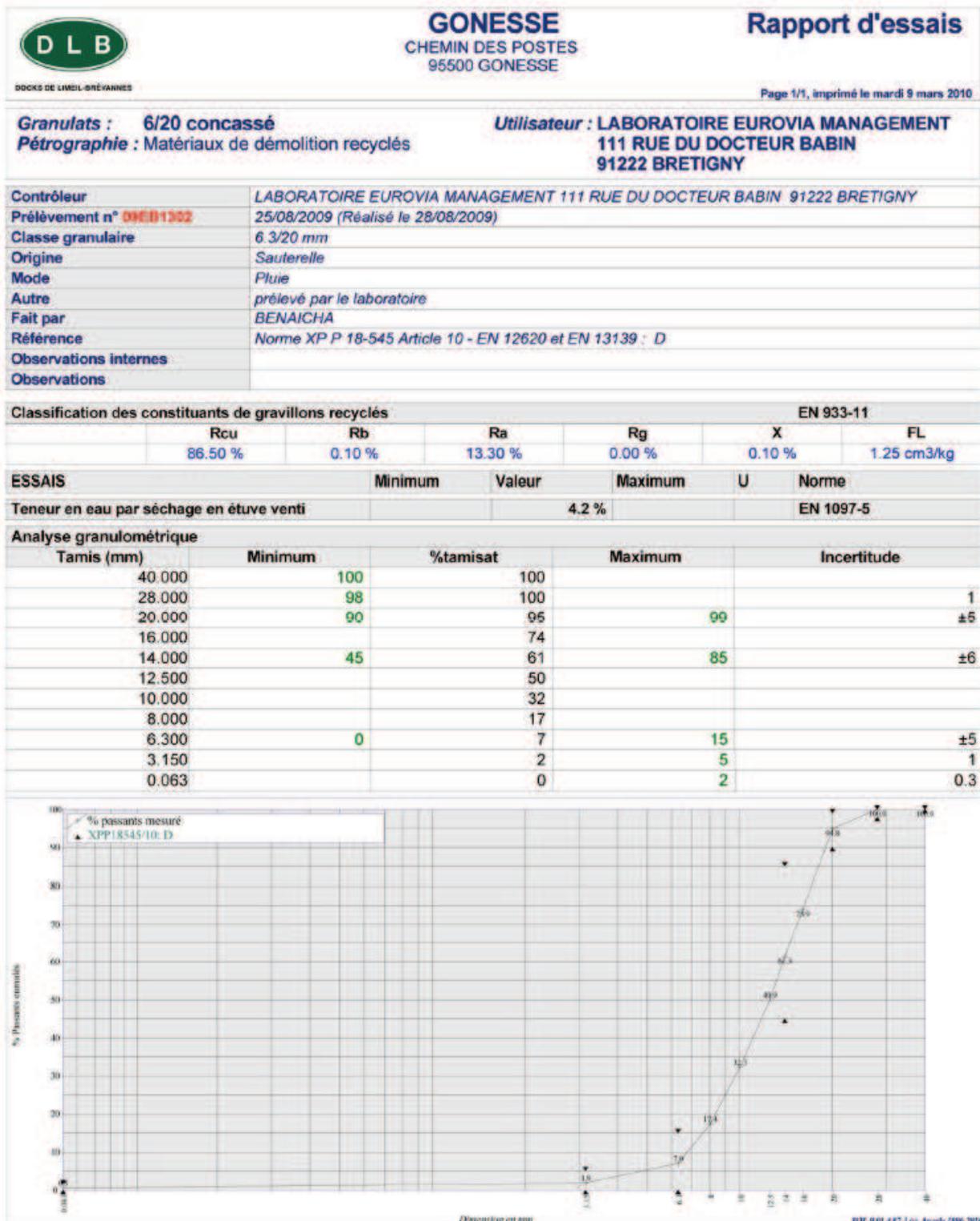
Le laitier Orcem mélangé à deux ciments de référence CEM I 52.5 R et CEM I 42.5 R donne les résistances suivantes (essais en mortier 1/3 avec E/C = 0.5, selon la norme EN 196-1) :

CEM I	CEM I seul		30 % LMA		50 % LMA		70 % LMA	
	R 2 j	R 28 j	R 2 j	R 28 j	R 2 j	R 28 j	R 7 j	R 28 j
42.5 R	34	58	23	56	15	56	27	51
52.5 R	40	65	30	72	21	64	33	55

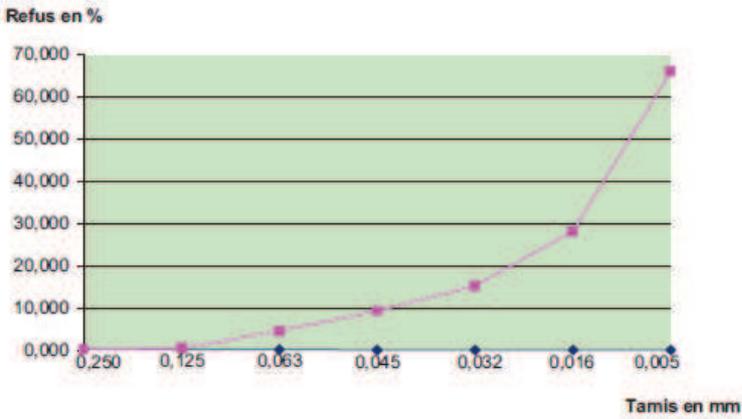
V Autres caractéristiques

Surface Blaine : 4500 cm²/g
Masse volumique : 2.89 g/cm³
Refus à 32 μ : 3 à 5%
Temps de début de prise : 180 min (50% CEM I 52.5 R) et 200 min (50% CEM I 42.5 R)

Annexe A.9: Fiche technique du granulat recyclé 6/20 concassé (Plateforme de recyclage de DLB à Gonesse)



Annexe A.10: Fiche technique du Filler Calcaire

FICHE PRODUIT																												
		SAMIN 18, avenue Malvesin B.P. 4 92403 COURBEVOIE CEDEX Tél : 01 46 91 98 46 Fax : 01 43 34 81 87																										
TC 45 M																												
Etablissement	TACON		Application	BTP																								
Gisements	TC		Type	Filler Calcaire																								
			Norme																									
Analyse chimique moyenne		Caractéristiques physiques moyennes																										
<table border="1"> <tr><td>CaO</td><td style="text-align: right;">55,7</td><td style="text-align: right;">%</td></tr> <tr><td>MgO</td><td style="text-align: right;">0,25</td><td style="text-align: right;">%</td></tr> <tr><td>Fe₂O₃</td><td style="text-align: right;">0,05</td><td style="text-align: right;">%</td></tr> <tr><td>SiO₂</td><td style="text-align: right;"><0,05</td><td style="text-align: right;">%</td></tr> <tr><td>Perte au feu (à 1100°C) ~</td><td style="text-align: right;">44</td><td style="text-align: right;">%</td></tr> </table>		CaO	55,7	%	MgO	0,25	%	Fe ₂ O ₃	0,05	%	SiO ₂	<0,05	%	Perte au feu (à 1100°C) ~	44	%	<table border="1"> <tr><td>Densité réelle g/cm³</td><td style="text-align: right;">2,70</td></tr> <tr><td>Couleur (L,a,b)</td><td style="text-align: right;">91,53 ; +0,45 ; +5,66</td></tr> <tr><td>Densité apparente g/cm³</td><td style="text-align: right;">0,84</td></tr> <tr><td>Humidité en %</td><td style="text-align: right;"><0,5</td></tr> <tr><td>Dureté (Mohs)</td><td style="text-align: right;">3</td></tr> </table>		Densité réelle g/cm ³	2,70	Couleur (L,a,b)	91,53 ; +0,45 ; +5,66	Densité apparente g/cm ³	0,84	Humidité en %	<0,5	Dureté (Mohs)	3
CaO	55,7	%																										
MgO	0,25	%																										
Fe ₂ O ₃	0,05	%																										
SiO ₂	<0,05	%																										
Perte au feu (à 1100°C) ~	44	%																										
Densité réelle g/cm ³	2,70																											
Couleur (L,a,b)	91,53 ; +0,45 ; +5,66																											
Densité apparente g/cm ³	0,84																											
Humidité en %	<0,5																											
Dureté (Mohs)	3																											
<p><i>Les résultats d'analyses mentionnés ci - dessus sont des valeurs moyennes représentatives de la qualité du produit. Le produit étant d'origine naturelle, les résultats peuvent subir quelques variations.</i></p>																												
ANALYSE GRANULOMETRIQUE MOYENNE																												
Tamissage AFNOR																												
ouverture de maille en mm	Refus cumulés %																											
0,250	0,006																											
0,125	0,3																											
0,063	4,49																											
0,045	9,2																											
0,032	15,2																											
0,016	28,1																											
0,005	65,9																											
<table border="1"> <tr><td>D50</td><td style="text-align: right;">7,59 µm</td></tr> <tr><td>D90</td><td style="text-align: right;">42,94 µm</td></tr> </table>		D50	7,59 µm	D90	42,94 µm																							
D50	7,59 µm																											
D90	42,94 µm																											
<table border="1"> <tr> <td style="width: 50%; text-align: center;">Responsable Qualité</td> <td style="width: 50%; text-align: center;">Directeur Commercial</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;"></td> <td style="text-align: center;"></td> </tr> </table>		Responsable Qualité	Directeur Commercial																									
Responsable Qualité	Directeur Commercial																											
																												

Annexe A.11: Fiche technique d'argile utilisée pour le sol témoin



ARGILE REFRACTAIRE

B T R

SOLARGIL®

Argile Kaolinique, de couleur rose utilisée en céramique pour tous les produits réfractaires.

Se présente sous forme de poudre .

RESISTANCE PYROSCOPIQUE 1740°C

Analyse Chimique :

SiO ²	48.00 %
Al ² O ³	41.40 %
TiO ²	1,62 %
Fe ² O ³	1.20 %
CaO	0.30 %
MgO	0.10 %
Na ² O	0.10 %
K ² O	0.10 %
MnO	0.01 %
 P.F	 13.40 %

Granulométrie 50 microns

Température de cuisson 1280°C-1600°C

Coef. de dilatation : 40X10⁻⁷

Retrait à 1300°C : 12.60 %

Résistance mécanique à 1300°C : 130 N./mm²

Annexe A.12: Fiche technique produit de graves recyclées 0/31,5 de Planète Recyclage



analyses réalisées par





FICHE TECHNIQUE PRODUIT (FTP)

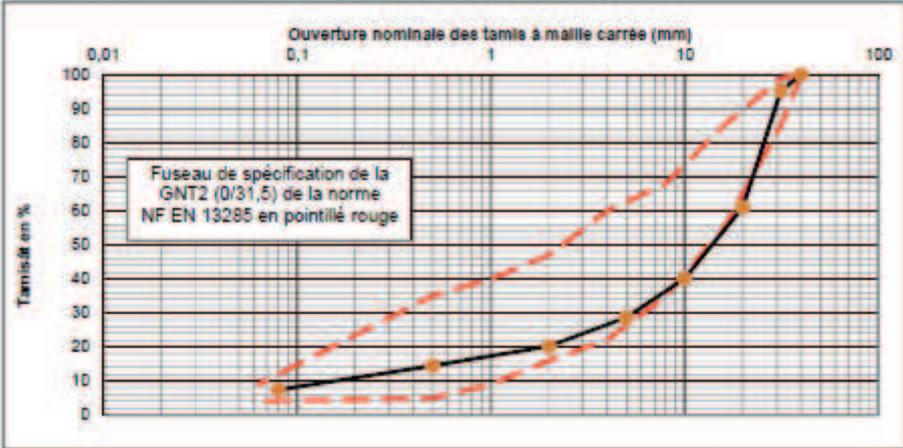
Lot de septembre à décembre 2014

Graves de recyclage 0/31,5	Classification F71 assimilé D21 (GTR 92) ; Ssb ; GR2 (note IDRRIM n°22)
-----------------------------------	---

Caractéristiques géotechniques

granulométrie moyenne	
Tamis (mm)	Passants cumulée (%)
40	100,0
31,5	95,3
20	61,0
10	40,1
5	28,7
2	20,2
0,5	14,5
0,08	7,4

	Résultat	Références
Sensibilité à l'eau VBS NF P 94-069 (3 essais)	0,06	< 0,1 à 0,15
Résistance du matériau Los Angeles LA NF EN 1067-1	31	< 45
Micro-Deval MDE NF EN 1097-2	35	< 45
Classe selon NF P 18-545 (6,3/10)	Classe E	
Compactage NF P 94-093 Densité sèche $\rho_{d,app}$ Teneur en eau W_{app} IPI _{app} NF P 94-078	Non réalisé	



Ouverture nominale des tamis à maille carrée (mm)
0,01 0,1 1 10 100

Tamisât en %
0 10 20 30 40 50 60 70 80 90 100

Fuseau de spécification de la GNT2 (0/31,5) de la norme NF EN 13285 en pointillé rouge

Teneurs en sulfates solubles dans l'eau (SO₄²⁻)

	Valeur moyenne sur 6 essais	Classement selon NF P 18-545	Valeurs de références	
			Usage technique routière	Usage sous dallage béton*
Sulfates solubles selon NF EN 1744-1+A1 §10.2	0,34 +/- 0,01	< 0,7 (SSb)	< 0,7	< 0,5

* Interdit en contact direct avec les dallages selon DTU 13.3

Usages et préconisations techniques

usages	Remblai - PST - couche de forme routière (recommandations de mise en œuvre GTR 92) Couche de fondation et de base jusqu'à trafic T4 ; possibilité trafic T3 après étude Remblaiement de tranchées (objectif de compactage q4 et q3 ; difficulté de compactage DC3)
avantages	Peu sensible à l'eau - séchage assez rapide - prise/durcissement dans le temps - densité faible



Planète Recyclage - Avenue de la Repentie
ZI de la Pallice - 17000 LA ROCHELLE

nov-14

Annexe A.13 : Fiche technique du gypse

SIGMA-ALDRICH

sigmaaldrich.com

3050 Spruce Street, Saint Louis, MO 63103, USA

Website: www.sigmaaldrich.comEmail USA: techserv@sial.comOutside USA: eurtechserv@sial.com**Product Specification**

Product Name:
Calcium sulfate dihydrate – ACS reagent, 98%

Product Number: 255548
CAS Number: 10101-41-4 $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
MDL: MFCD00149625
Formula: $\text{CaO}_4\text{S} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
Formula Weight: 172.17 g/mol

TEST	Specification
Appearance (Color)	White to Off-White
Appearance (Form)	Powder
X-Ray Diffraction	Conforms to Structure
Complexometric EDTA	98.0 - 102.0 %
Iron (Fe)	< 0.001 %
Heavy Metal (as Lead)	< 0.002 %
Potassium (K)	< 0.005 %
Magnesium (Mg)	< 0.02 %
Sodium (Na)	< 0.02 %
Strontium (Sr)	< 0.05 %
Insoluble matter c = 3.3%, Dilute HCl	< 0.02 %
Chloride	< 0.005 %
Carbonate	Pass
Miscellaneous Assay Nitrate	Pass
Meets ACS Requirements 10th Edition	Current ACS Specification

Specification: PRD.0.ZQ6.10000045170

Annexe A.14 : Fiche technique du ciment CEM I 52.5N CE CP2 NF LAFARGE

Usine de Saint Pierre La Cour



CEM I 52,5 N CE CP2 NF

NF EN 197-1 NF P 15-318

NF EN 196-10

Fiche produit technique



N° de certificat CE : 0333-CPD-4602

• Constituants et composition du ciment

Principaux (%)		Secondaires (%)		Sulfate de calcium (%)		Additifs sur sec (%)	
Clinker	98			Gypse ou sulfogypse	4.5	Agent de mouture ADM3	0.04
C3S	63.49	C4AF	9.8	ou anhydrite	4.1	Agent réducteur de Cr VI	Sulfate d'Etain 0.016
C3A	8.09	C2S	12.6				
		Filler (F)	2				

• Caractéristiques physiques et mécaniques

	Valeur usine moyenne	Limites applicables à chacun des résultats (Réf : NF EN 197-1)		Limites applicables à chacun des résultats (Réf : annexe 1 du règlement de certification NF002)	
		minimum	maximum	minimum	maximum
Résistance à la compression 1 jour (MPa)	25.1				
Résistance à la compression 2 jours (MPa)	35.1	18		18	
Résistance à la compression 28 jours (MPa)	59.0	50		50	
Retrait à 28 jours (µm/m)	469				
Début de prise (min)	129	40		60	
Stabilité (mm)	0.5		10		10
Masse volumique (g/cm ³)	3.15				
Surface spécifique Blaine (cm ² /g)	3649.9				
Q12h (J/g)	272				
Q41h (J/g)	365				
L*	58.6				

• Caractéristiques chimiques (%)

MAXI : Valeurs limites applicables à chacun des résultats (Réf : NF EN 197-1, NF P 15-318)

	Valeur usine moyenne	MAXI		Valeur usine moyenne	MAXI		Valeur usine moyenne	MAXI
SiO ₂	20.12		S--	< 0.01	0.20	Insolubles	0.16	5.00
Al ₂ O ₃	5.03		Cl-	0.01	0.10	CO ₂	0.41	
Fe ₂ O ₃	3.12		Perte au feu	0.93	5.00	CaO libre	1.46	
CaO	64.53		TiO ₂	0.23			Valeur usine moyenne	Coef var
MgO	0.98		MnO	ND				
K ₂ O	0.98		P ₂ O ₅	0.31				
Na ₂ O	0.16		Non dosé	0.25		Na ₂ OEq	0.8	
SO ₃	3.34	4.00						
Total : 100								

Ces valeurs, extraites de notre autocontrôle, permettent de vérifier la conformité de notre produit aux spécifications normatives et donnent une indication pour les caractéristiques complémentaires. Elles ne constituent pas un engagement sur les résultats à venir.

■ : Caractéristique modifiée / fiche précédente

ND : non dosé

Révision du

28/03/2012

Annexe B. Résultats complémentaires d'essais expérimentaux

Annexe B.1: Fonctionnement du logiciel René-LCPC

Dans le cadre de mélange binaire ou ternaire, la compacité a été calculée à l'aide du logiciel RENE LCPC [78]. L'utilisation de ce logiciel demande auparavant d'introduire plusieurs paramètres d'entrée, ayant fait l'objet de plusieurs articles [226] [183], l'ensemble étant présenté dans la Figure B.1.1 :

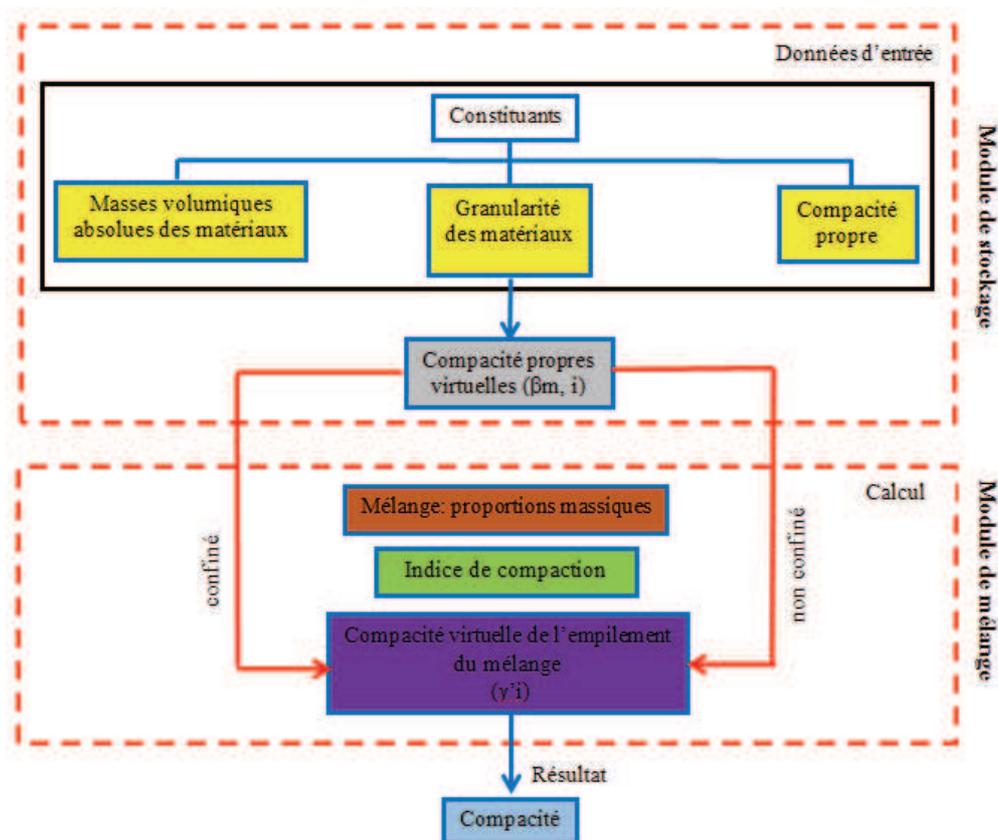


Figure B.1.1 : Paramètres et fonctionnement du logiciel René-LCPC [183]

La première étape consiste à définir précisément les propriétés et compositions des constituants [183], à savoir :

1. Les masses volumiques absolues des matériaux d'études (ciment, fines RB-NT et BA-NT),
2. La granularité des matériaux complétée par les résultats de surface spécifique Blaine,

3. La compacité propre a été définie en calculant la compacité de 100 % de fines RB-NT, BA-NT et 100 % de ciment CEM I 52,5N (Equation 2.1). Ces compacités seront présentées dans le chapitre 3 (§ 4.3.1).
4. Un indice de compaction modèle (K) correspond à chaque protocole de mesures de compacité. Les travaux de Sedran [183], et Larrard [77] ont permis de fixer un indice de compaction modèle à $K = 6,7$ pour un mélange de ciment et d'additions minérales comme le filler calcaire ou encore la fumée de silice. Après avoir comparé les résultats des essais de compacité du mélange binaire et ceux obtenus par le modèle du logiciel, l'erreur absolue moyenne était de 0,0066. Nous avons décidé de suivre le même protocole puisque notre étude substitue également une partie du ciment par des fines qui se comportent comme le filler calcaire (§ chapitre 3).

Ces propriétés définies sont sauvegardées dans une base de données appelée **module de stockage**. La deuxième étape consiste à obtenir la compacité propre virtuelle ($\beta_{m,i}$). Il s'agit de la compacité maximale obtenue par un empilement optimal des grains alors que la compacité propre est toujours inférieure puisque l'empilement des grains est désordonné. À l'instar de Sedran [183], l'hypothèse retenue est que les compacités virtuelles sont toujours les mêmes dans le constituant, quelle que soit la proportion massique du mélange, soit $\beta_{i,m} = \beta_m$. Le logiciel déduit β_m pour obtenir les compacités propres virtuelles.

La deuxième partie du logiciel est appelée **module de mélange**. Elle permet de choisir les proportions massiques du mélange entre les constituants déjà enregistrés dans le module de stockage. Celles-ci sont traduites en volumes partiels à l'aide de la masse volumique. En fonction de l'interaction entre les constituants, on associe ensuite un degré de confinement (confiné ou non confiné). Dans le cas d'un mélange binaire associant du ciment (d_1) et des fines (d_2), on considère que $d_1 \geq d_2$, mais que d_2 n'est pas très petit par rapport à d_1 . Deux cas sont possibles comme le montre la Figure B.1.2 :

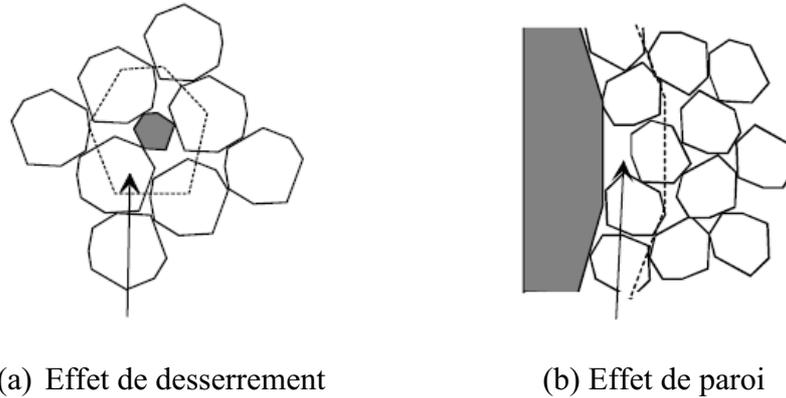


Figure B.1.2 : Effet d'interaction entre deux classes granulaires [183]

Dans le premier cas (Figure B.1.2.a), un grain plus petit d_2 (ici, les fines) est inséré dans un empilement de grains plus gros, d_1 (donc dominants) et correspondant ici au ciment. Cette action provoque un effet de desserrement. Dans le second cas (Figure B.1.2.b), un grain plus gros d_1 est inséré dans un empilement de grains plus petits, d_2 (donc dominants) pour provoquer cette fois un effet de paroi, c'est-à-dire une augmentation de la porosité à sa surface. Dans notre étude de mélange binaire, on émet l'hypothèse que l'incorporation de fines dans le ciment entraîne un effet de desserrement (non confiné).

Le logiciel nous donne enfin le résultat final de la compacité des différents mélanges (Figure 4-9), à l'aide de l'indice de compaction modèle et de la compacité virtuelle du mélange (γ_i) et dont les formules de calcul sont expliquées dans le travail de Sedran [183].

Annexe B.2 : Résultats d'ATG carbonatation naturelle

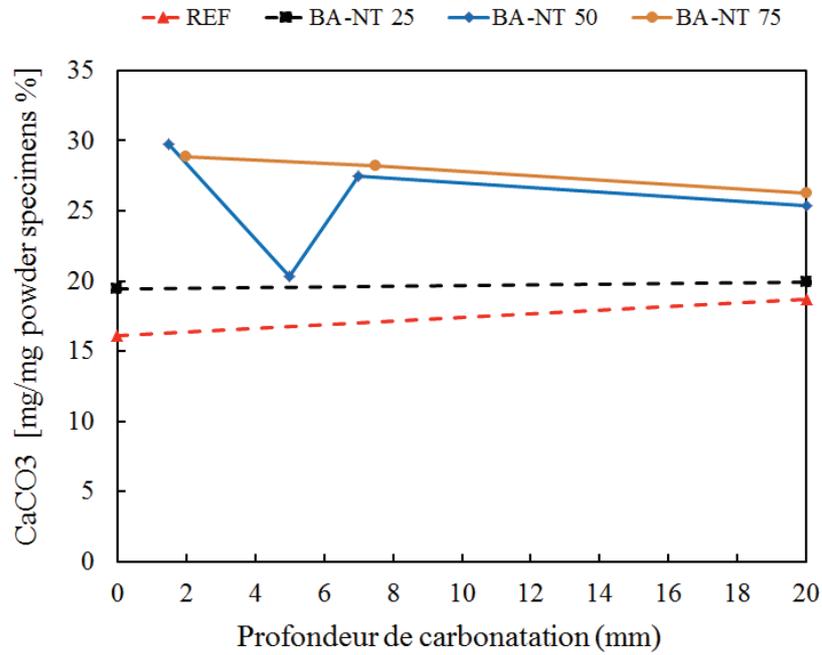


Figure B.2.1 : Profil de teneur en calcite (CaCO_3) obtenu par ATG en condition naturelle au laboratoire

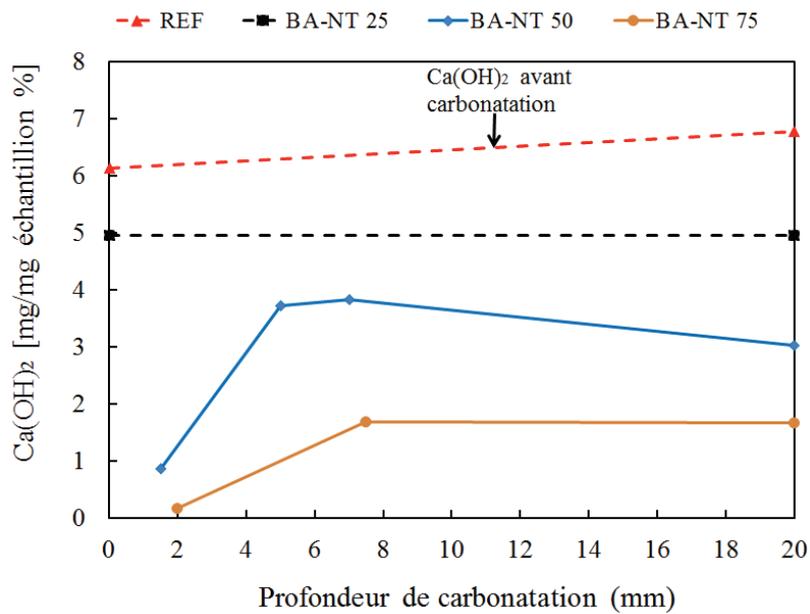


Figure B.2.2 : Profil de teneur en Portlandite (Ca(OH)_2) obtenu par ATG en condition naturelle au laboratoire

Annexe B.3 : Calcul de la masse volumique du sol témoin

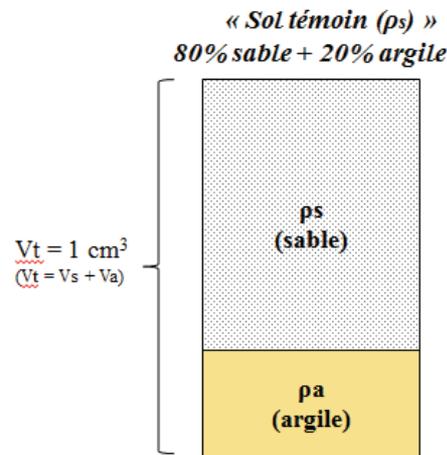


Figure B.3 : Schéma illustrant les compositions du sol témoin

Calcul de la masse volumique d'un mélange d'un sol témoin

$$1 \text{ cm}^3 = V_a + V_s$$

$$1 \text{ cm}^3 = \frac{m_a}{\rho_a} + \frac{m_s}{\rho_s}$$

$$m_s = \frac{1}{\left(\frac{0,2}{0,8} \frac{1}{\rho_a} + \frac{1}{\rho_s}\right)} = \frac{1}{\left(\frac{0,2}{0,8} \frac{1}{2,54} + \frac{1}{2,65}\right)} = 2,102 \text{ g}$$

$$m_a = \frac{1}{\left(\frac{1}{\rho_a} + \frac{0,8}{0,2} \frac{1}{\rho_s}\right)} = \frac{1}{\left(\frac{1}{2,54} + \frac{0,8}{0,2} \frac{1}{2,65}\right)} = 0,525 \text{ g}$$

$$m_{\text{Tot}} = m_s + m_a = 2,627 \text{ g}$$

$$\rho_{\text{sol témoin}} = \frac{(m_s + m_a)}{1 \text{ cm}^3} = \frac{2,627 \text{ g}}{1 \text{ cm}^3} = 2,627 \text{ g/cm}^3$$

où :

V_a = volume argile ; V_s = volume sable ; m_a = masse argile ; m_s = masse sable ;

$\rho_a = 2,54 \text{ g/cm}^3$; $\rho_s = 2,65 \text{ g/cm}^3$

Annexe B.4 : Calcul de la masse volumique d'un mélange Sol témoin – LHR

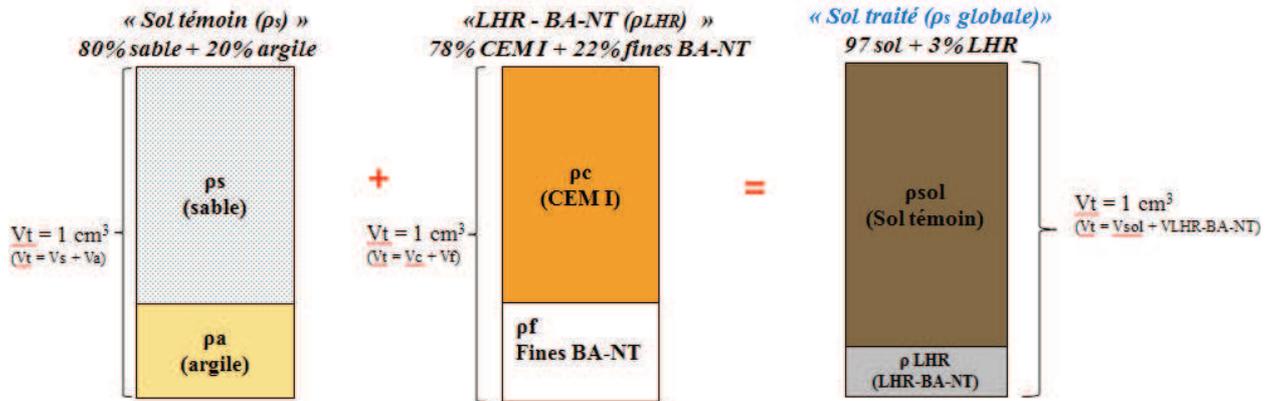


Figure B.4 : Schéma illustrant les compositions du sol témoin, du LHR BA-NT et du sol traité

<p>1. Calcul du $\rho_{sol\ témoin} (\rho_s)$</p> $1\text{ cm}^3 = V_a + V_s$ $1\text{ cm}^3 = \frac{m_a}{\rho_a} + \frac{m_s}{\rho_s}$ $m_s = \frac{1}{\left(\frac{0,2}{0,8 \rho_a} + \frac{1}{\rho_s}\right)}$ $m_a = \frac{1}{\left(\frac{1}{\rho_a} + \frac{0,8}{0,2 \rho_s}\right)}$ $m_{Tot} = m_s + m_a$ $\rho_{sol\ témoin} = \frac{(m_s + m_a)}{1\text{ cm}^3}$	<p>2. Calcul du ρ_{LHR}</p> $1\text{ cm}^3 = V_c + V_f$ $1\text{ cm}^3 = \frac{m_c}{\rho_c} + \frac{m_f}{\rho_f}$ $+ m_c = \frac{1}{\left(\frac{0,22}{0,78 \rho_f} + \frac{1}{\rho_c}\right)}$ $m_f = \frac{1}{\left(\frac{1}{\rho_f} + \frac{0,78}{0,22 \rho_c}\right)}$ $m_{Tot} = m_c + m_f$ $\rho_{LHR} = \frac{(m_c + m_f)}{1\text{ cm}^3}$	<p>3. Calcul du $\rho_{sol\ traité} (\rho_s\ global)$</p> $1\text{ cm}^3 = V_{sol} + V_{LHR}$ $1\text{ cm}^3 = \frac{m_{sol}}{\rho_{sol}} + \frac{m_{LHR}}{\rho_{LHR}}$ $m_{sol} = \frac{1}{\left(\frac{0,3}{0,97 \rho_{LHR}} + \frac{1}{\rho_{sol}}\right)}$ $m_{LHR} = \frac{1}{\left(\frac{1}{\rho_{LHR}} + \frac{0,97}{0,3 \rho_{sol}}\right)}$ $m_{Tot} = m_{sol} + m_{LHR}$ $\rho_{sol\ traité} = \frac{(m_{sol} + m_{LHR})}{1\text{ cm}^3}$
---	--	---

où :

V_c = volume ciment ; V_f = volume fines ; m_c = masse ciment ; m_f = masse fines ;

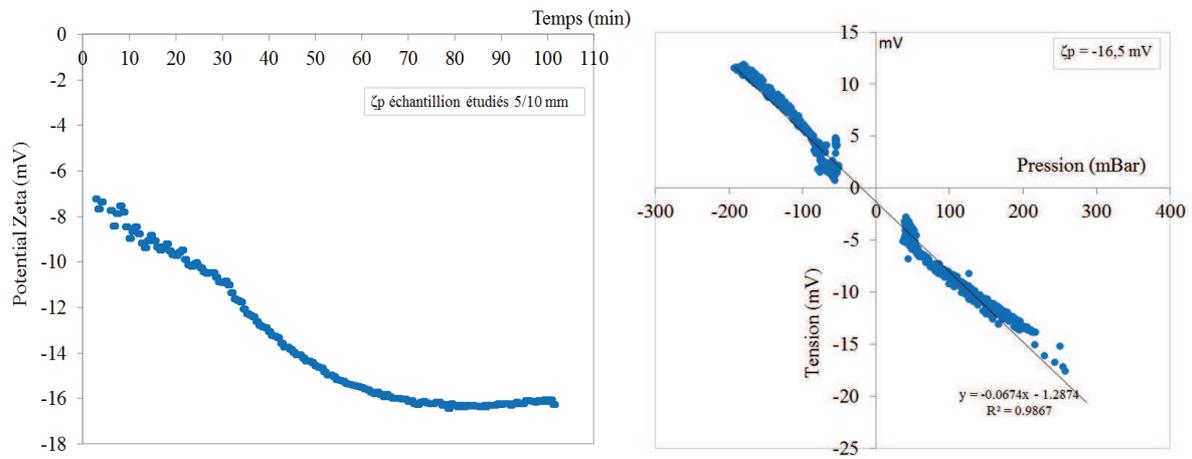
V_{sol} = volume sol témoin ; V_{LHR} = volume LHR ; m_{sol} = masse sol témoin ; m_{LHR} = masse LHR

m_{Tot} = masse totale de chaque mélange

$\rho_{f(BA-NT)} = 2,45\text{ g/cm}^3$; $\rho_{f(RB-NT)} = 2,33\text{ g/cm}^3$; $\rho_{industriel\ 1} = 2,89\text{ g/cm}^3$; $\rho_{industriel\ 2} = 2,91\text{ g/cm}^3$

$\rho_{f(BA-T)} = 2,67\text{ g/cm}^3$; $\rho_{f(BA-T)} = 2,77\text{ g/cm}^3$

Annexe B.5 : Résultats des essais Zetamètre pour les échantillons étudiés



**Figure B.5 : Potentiel zêta des échantillons étudiés 5/10 mm en fonction du temps (à gauche)
Evolution du potentiel d'écoulement en fonction de la pression (à droite)**

Incorporation de fines issues de granulats recyclés dans la fabrication de nouveaux liants hydrauliques

Ce travail de thèse porte sur la valorisation de granulats recyclés dans la fabrication de nouveaux liants hydrauliques. Il s'inscrit dans une problématique actuelle de gestion des déchets du BTP, de sauvegarde des ressources naturelles et de réduction des gaz à effets de serre liés à la production de matériaux cimentaires. En quelques chiffres, sur les 260 millions de tonnes de déchets inertes produits annuellement par le secteur du BTP en France, 90 millions sont encore déposés en installations de stockage. C'est ce gisement qu'il convient de réduire pour accentuer la fabrication de granulats recyclés estimée aujourd'hui à 15 millions de tonne/an.

Dans cette perspective, ce travail de recherche a pour double objectif de valoriser des granulats recyclés sous forme de fines ($D_{max} < 80 \mu m$) comme addition minérale en substitution du ciment pour les mortiers et bétons ou bien comme constituant principal de Liant Hydraulique Routier (LHR) pour le traitement des sols en place. Deux matériaux source sont utilisés, à savoir : un béton aux propriétés connues et maîtrisées et un granulats issu d'une plateforme de recyclage représentatif d'une filière de production. De ces deux matériaux, des fines sont fabriquées par un protocole couplé de concassage et criblage avec ou sans traitement thermique à haute température puis caractérisées (caractérisation physico-chimique, minéralogique et réactivité hydraulique résiduelle) en vue d'établir une cartographie complète de leur potentiel de valorisation en fonction de leur origine. Le premier objectif intitulé « fabrication d'une addition minérale à base de fines » traite de l'effet de cette addition sur le comportement rhéologique, mécanique et sur les propriétés de durabilité de mortiers. Malgré un verrou normatif lié à l'utilisation de matières non référencées dans les normes des matériaux cimentaires, les résultats de ce travail démontrent la faisabilité d'introduire des fines en substitut d'additions classiques tel que le filler calcaire dans des proportions largement supérieures à celles imposées. Le second objectif intitulé « fabrication de liants hydrauliques routiers à base de fines » traite de la conception de LHR à base de fines pour le traitement des sols en place. C'est à partir d'un sol témoin reconstitué en laboratoire que deux familles de LHR à base de fines traitées et non traitées sont conçues, testées et comparées à des liants hydrauliques routiers commercialisés et enfin optimisées.

Mots-clés : fines de granulats recyclés ; caractérisation physico-chimique ; caractérisation minéralogique ; réactivité hydraulique ; traitement thermique ; addition minérale ; Liant Hydraulique Routier (LHR)

The Incorporation of powders made from recycled aggregates in the manufacture of new hydraulic binders

This thesis work focuses on the valorization of recycled aggregates as main component for hydraulic binders. This is included in a current issue of waste management, protection of natural resources and environment, reduction of greenhouse gases emissions in cement production. In France, on 260 millions tons of inert wastes produced per year, 90 millions tons are still stored in non-hazardous landfill. This waste deposit has to be reduced to increase the production of recycled aggregates currently estimated at 15 million tons per year. In view of this, this research is aimed to enhance the valorization of recycled aggregates into powder form ($D_{max} < 80 \text{ microns}$) as a mineral addition in substitution of cement for mortar and concrete or as main constituent of Hydraulic Road Binders (HRB). Two sources of materials are used : a five years old concrete and a recycled aggregates come from a recycling plant. Powders are prepared by crushing and sieving with or without high-temperature heat treatment and characterized (physical, chemical and mineralogical characterizations : residual hydraulic reactivity) to evaluate their potential valorization based on their origin.

The first objective, entitled "Conception of mineral addition using powder of recycled aggregates", deals with the influence of this new materials on rheological, mechanical and durability properties of mortars. The results of this study allow us to evaluate the benefits of incorporating powder obtained by crushing/sieving of recycled aggregates as cement or limestone substitute used in the composition of a mortar. The second objective, entitled "Conception of the Hydraulic Road Binders using powders of recycled aggregates", deals with the design of HRB by a comparative approach with HRB manufactured. The characteristics of binders are tested on mortars and on samples of treated soil and the results show that it's possible to produce an HRB rich in powders of recycled aggregates with or without cement which can efficiently stabilize clayey soils.

Key words : powder of recycled aggregates ; physical, chemical and mineralogical characterizations ; hydraulic reactivity ; thermal treatment ; mineral addition ; Hydraulic road binder (HRB).