



HAL
open science

Formulation et caractérisation physique d'un béton léger de mousse et à base d'argile : valorisation des sédiments fins de dragage

Agnès Zambon

► To cite this version:

Agnès Zambon. Formulation et caractérisation physique d'un béton léger de mousse et à base d'argile : valorisation des sédiments fins de dragage. Mécanique [physics]. Université de Bordeaux, 2018. Français. NNT : 2018BORD0295 . tel-02049784

HAL Id: tel-02049784

<https://theses.hal.science/tel-02049784>

Submitted on 26 Feb 2019

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.

THÈSE PRÉSENTÉE

POUR OBTENIR LE GRADE DE

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE BORDEAUX

ÉCOLE DOCTORALE : Sciences Physiques et de l'Ingénieur

SPÉCIALITÉ Mécanique

Par Agnès ZAMBON

**FORMULATION ET CARACTERISATION PHYSIQUE
D'UN BETON LEGER DE MOUSSE ET A BASE D'ARGILE :
VALORISATION DES SEDIMENTS FINS DE DRAGAGE**

Sous la direction de : Pr. Nadia SAIYOURI
Co-directeur : Mehdi SBARTAÏ

Soutenue le 6 décembre 2018

Membres du jury :

Mme HATTAB, Mahdia	Professeur	Université Lorraine	Présidente de Jury
M. ABRIAK, Nor-Edine	Professeur	IMT Lille Douai	Rapporteur
M. BREUL, Pierre	Professeur	Université Clermont	Rapporteur
Mme CARRE, Hélène	Maitre de Conférences	UPPA	Examinatrice
Mr GOTTELAND, Philippe		FNTP	Invité
Mr DUPLAINE, Hervé		Balinea	Invité
Mme SAIYOURI, Nadia	Professeur	Université Bordeaux	Directrice de thèse
M. SBARTAÏ, Mehdi	Maitre de Conférences HDR	Université Bordeaux	Co-directeur

Titre : Formulation et caractérisation physique d'un béton léger de mousse et à base d'argile - Valorisation des sédiments fins de dragage

Résumé :

Une réutilisation des sédiments issus du dragage en tant que matière première dans la fabrication d'un béton directement sur le site du dragage est une voie de valorisation économique et écologique. La présente étude a pour but de valoriser la partie fine des sédiments qui ne trouve pas de solutions de valorisation efficaces. En effet la structure en feuillet de l'argile la rend sensible aux conditions hydriques et lui confère une importante capacité de rétention des polluants. Afin d'optimiser les volumes à valoriser, le béton est envisagé en substitution totale des granulats par la fraction fine des sédiments. Les résultats apportés par la littérature tendent à privilégier une application en remblai tels que le remplissage entre deux rideaux de palplanches, un remblaiement géotechnique ou de carrières. Un procédé d'incorporation d'une mousse à base de protéine animale lors de la fabrication du béton est utilisé dans le cadre de cette étude pour alléger le matériau (densité comprise entre 1,1 et 1,3). Ce type de matériau fait donc partie de la catégorie des bétons légers de mousse plus communément appelée LWFC (LightWeight Foamed Concrete). Dans cette étude le matériau est désigné par le sigle BAMS (Béton Allégé par l'incorporation d'une Mousse et à base de Sédiments). L'étude a été réalisée sur un sol modèle constitué de 80% de bentonite et de 20% de sable correcteur de diamètre 0,125mm. La méthode de formulation est basée sur la limite de liquidité du sol afin de prendre en compte l'absorption de l'eau. La caractérisation du BAMS se scinde en trois parties ; La première partie correspond à la caractérisation à l'état frais du BAMS. Elle met en exergue une optimisation de l'abaissement de la densité à partir d'une certaine quantité d'eau apportée par rapport à la limite de liquidité du sol. L'allègement du matériau par l'incorporation d'une mousse modifie les propriétés du matériau à l'état frais ; elle améliore la fluidité et retarde la prise du ciment. La deuxième partie correspond à la caractérisation mécanique du BAMS ; l'eau apportée pour optimiser l'allègement du matériau impacte la résistance mécanique qui est jugée acceptable à partir de 0,5MPa. Celle-ci peut être améliorée en augmentant la quantité de ciment qui doit cependant rester faible pour rentabiliser la voie de valorisation. Il y a donc un compromis inévitable entre résistance mécanique et densité. Les combinaisons (densité ; résistance mécanique) possibles et les paramètres de formulations permettant de les atteindre ont été étudiés. Des essais non-destructifs sont effectués afin de contrôler la résistance mécanique in situ. L'étude du retrait linéaire indique une variation dimensionnelle importante du BAMS de l'ordre du cm/m qui peut être divisé par 100 avec une cure humide. La troisième partie correspond à la durabilité par l'étude des propriétés de transfert du BAMS dont les résultats mettent en avant une accessibilité partielle du réseau poreux crée par la mousse incorporée. Le relargage des polluants dans les sédiments est évalué par un essai de lixiviation effectué sur un sol modèle pollué artificiellement (cas non-immérgeable). Cet essai permet de valider l'efficacité de leur inertage par le traitement au ciment et l'utilisation du matériau sans impact environnemental selon le critère PH14.

Mots clés : Valorisation, Sédiments de dragage, Béton léger de mousse, Argile, Performance mécanique, Durabilité.

Title: Mix design method and physics characterization of lightweight air-foam concrete using clay - Valorization for dredged thin sediments

Abstract

A re-use of dredged sediments as raw material in the process of making of concrete directly on the site of the dredging is an interesting valorization as regards economy and environment. The present study aims at valuing the thin particles of sediments because they create a problem in the valorization of dredged sediments. Indeed, the layer structure of the clay makes it prone to react to humidity conditions and confers it an important capacity to retain polluting agents. To optimize the valued volumes, a total substitution of aggregates in the concrete by the thin particles of sediments is envisaged. The results from the literature tend to favor an application in embankment such as the filling between two sheet pile walls, a geotechnical embankment, a quarry embankment. An incorporation of an air-foam made of animal protein during the making of the concrete is used to reduce the density of the material (density between 1.1 and 1.3). This material is classified in the category of lightweight foam concrete called by the English abbreviation LWFC (LightWeight Foamed Concrete). In this study the material is named BAMS acronym for “Béton Allégé par l’incorporation d’une Mousse et à base de Sédiments”. The study was realized with a model soil composed of 80% of bentonite clay and 20% of calibrated sand (diameter 0.125mm). The mix design method is based on the liquidity limit of the soil considering its swelling. The characterization of the BAMS is split into three parts. The first part corresponds to the characterization of the fresh state of the BAMS. It highlights the optimization of the reduction of the density from a quantity of added water with regard to the liquidity limit of the soil. The incorporation of air foam modifies the characteristics of the fresh state of the material. It improves the workability and delays the setting of cement. The second part corresponds to the mechanical characterization of the BAMS. The added water which optimizes the reduction of the density impacts the mechanical resistance which has to be over 0.5MPa. There is thus an inevitable compromise between mechanical resistance and density. The possible combinations and the mix design to get them have been studied. Non-destructive tests are done to simply check the mechanical performances on construction site. The study of the linear shrinkage highlights an important variation of the dimension of the BAMS. This can be limited by a wet cure. The third part corresponds to the durability by the study of the transfer properties of the BAMS. The results highlight a limited accessibility of the porous network. The release of polluting agents in sediments is estimated by a lixiviation test realized on BAMS made with a model soil artificially polluted (non immersible case). From the results we can conclude on the efficiency of the inerting of polluting agents by the cement treatment and therefore the use of the material is allowed without having an impact on environment (PH14).

Key words: Valorization, dredged sediments, lightweight air-foam concrete, Clay, mechanical performance, Durability.

Remerciements

L'aboutissement de ce travail de thèse a été porté par de nombreuses personnes auxquelles j'aimerais témoigner ma reconnaissance.

Mes premiers remerciements vont à mes encadrants, Nadia Saiyouri et Zoubir-Mehdi Sbartai, pour m'avoir accordé leur confiance en me permettant de travailler sur ce sujet et pour m'avoir accompagné, guidé et encadré dans mes travaux. Je remercie également M. Duplaine, président de Balineau, pour l'investissement qu'il a consacré à porter ce projet.

Certains travaux expérimentaux ont fait l'objet de plusieurs collaborations avec des laboratoires de l'Université de Bordeaux que je tiens à remercier pour leurs aides et leurs expertises : L'Institut des Sciences Moléculaires avec Mathieu Pucheault, le laboratoire EPOC avec Alexandra Coynel et Emilie Dassié ainsi que la Plateforme Placamat rattaché au laboratoire I2M avec Jérôme Malvestio et Ronan Langevin.

La multidisciplinarité du laboratoire I2M m'a permis de réaliser certains essais au sein du département TREFLE où j'ai été chaleureusement accueilli. Je tiens à remercier particulièrement Didier Lasseux pour ses conseils et sa patience dans la mise en place des essais de mes travaux. Dans ses visites, j'ai eu la chance de côtoyer José (Luis Juarez) qui a été d'une grande aide et un soutien précieux. Merci également à Audrey Duphil, Yannick Anguy et Cécile Gaborieau pour leurs aides dans mes travaux.

En dernier mais pas des moindres, je remercie bien évidemment l'ensemble du département GCE (B18 et A11bis). Beaucoup des essais n'auraient pas vu le jour sans l'expertise de Sylvain Matéo. En plus de tout ce que tu as pu apporter dans mon travail sur le plan technique, merci pour ta bonne humeur et ta disponibilité dès que j'ai pu faire appel à toi. Au même titre, merci Bernard (Solbès) pour l'accompagnement que tu as pu m'apporter dans mes travaux mais également à travers ton écoute et tes conseils.

Il serait difficile de nommer toutes les personnes que j'ai côtoyées et qui ont pu de près ou de loin contribuer à l'aboutissement de ce travail ; brièvement merci à Bouchra, Seif, Jean-Luc, Alain, Stéphane, Emmanuel, Philippe T., Philippe G., Jacqueline, Isabelle, Olivier, Jean-Marc, Franck, Jean-Christophe, Myriam ... et surtout merci à tous les doctorants et stagiaires de passage avec qui j'ai pu partager à la fois des moments festifs et légers mais également des moments plus difficiles où j'ai reçu bienveillances et soutiens pour garder le moral et l'envie de continuer malgré les difficultés.

Cette thèse a été l'occasion de découvrir une nouvelle ville qui m'a fait rencontrer dès mon arrivée une personne qui a marqué cette aventure ; merci Juliette pour ton amitié.

J'ai une pensée pour mes amies de toujours (mes canailles ventabrenaises) qui malgré l'éloignement restent présentes dans ma vie.

Enfin, l'énergie et la motivation que j'ai pu mettre à l'épreuve dans l'aboutissement de ces années de travail, je les dois essentiellement à ma famille et particulièrement à mes parents qui m'ont toujours témoigné un soutien inconditionnel.

Table des matières

Remerciements	iv
Table des matières	vi
Liste des figures	xii
Liste des tableaux	xvii
Liste des abréviations et des notations	xviii
Introduction générale : Contexte et enjeux	1
Le dragage	1
Aspect règlementaire	1
La gestion à terre des sédiments	3
Problématique et axes de l'étude	4
Chapitre 1 : État de l'art	6
1.1. Valorisation des sédiments dragués	6
1.1.1. Les sédiments	6
1.1.1.1. Phase organique	6
1.1.1.2. Phase minérale	6
1.1.1.3. Les argiles.....	7
1.1.1.3.1. Structure des argiles	7
1.1.1.3.2. Activité des argiles.....	8
1.1.1.3.3. Flocculation	9
1.1.1.3.4. Rétractation	9
1.1.1.4. L'eau dans les sédiments	9
1.1.1.5. Les polluants dans les sédiments	10
1.1.2. Filières de valorisation.....	11
1.1.2.1. Les Traitements	11
1.1.2.2. Filière de valorisation en génie civil	13
1.1.2.2.1. Valorisation dans la briqueterie	14
1.1.2.2.2. Valorisation dans la fabrication du ciment	14
1.1.2.2.3. Valorisation en technique routière.....	14
1.1.2.2.4. Valorisation en travaux maritimes.....	15
1.1.2.2.5. Valorisation en matrice cimentaire.....	15
1.1.3. Synthèse et choix de la filière de valorisation dans le cadre de notre étude.....	16
1.2. Les bétons à base de sédiments	16
1.2.1. Mécanismes d'hydratation du ciment	17
1.2.1.1. Hydratation du ciment portland.....	17

1.2.1.2.	Interaction métaux lourds / matrice cimentaire.....	18
1.2.1.3.	Interaction matière organique / matrice cimentaire	19
1.2.1.4.	Influence salinité dans les mécanismes d'hydratation.....	19
1.2.2.	Propriétés d'un béton à base de sédiments.....	19
1.2.2.1.	Fabrication.....	19
1.2.2.2.	Propriétés mécaniques	20
1.2.2.3.	Retrait	23
1.2.2.3.1.	Généralité.....	23
1.2.2.3.2.	Retrait d'un béton à base de sédiments	24
1.2.2.4.	Propriétés de transferts.....	25
1.2.2.5.	Relargage des polluants	28
1.2.2.6.	Les bétons à base de sédiments dans le cadre de notre étude.....	29
1.3.	Les bétons légers à base de sédiments.....	30
1.3.1.	Généralité sur les bétons légers	30
1.3.1.1.	Les bétons de granulats légers.....	30
1.3.1.2.	Les bétons cellulaires.....	31
1.3.2.	Les bétons de mousse à base de sédiments.....	32
1.3.2.1.1.	Densité à l'état frais.....	33
1.3.2.1.2.	Malaxage.....	34
1.3.2.1.3.	Propriétés mécaniques	34
1.3.2.1.4.	Retrait	36
1.3.2.1.5.	Structure poreuse	36
1.4.	Synthèse et démarche de l'étude.....	38
Chapitre 2 :	Matériaux et méthodes	42
2.1.	Matériaux	42
2.1.1.	Choix des sédiments (caractérisation de prélèvements naturels).....	42
2.1.1.1.	Valeur au bleu de méthylène	42
2.1.1.2.	Essai d'équivalent sable.....	43
2.1.1.3.	Analyse granulométrique	43
2.1.1.4.	Limite de liquidité.....	44
2.1.2.	Sol modèle.....	45
2.1.3.	Sol modèle pollué en Zinc.....	46
2.1.4.	Ciment.....	46
2.1.5.	Eau	47
2.1.6.	Mousse.....	47
2.2.	Méthodes	48
2.2.1.	Formulation.....	48
2.2.1.1.	w/w _L : Quantité d'eau et de sol.....	48
2.2.1.2.	C : Quantité ciment	48

2.2.1.3.	M : Quantité mousse.....	49
2.2.1.4.	Synthèse de la méthode de formulation.....	49
2.2.2.	Campagne expérimentale	50
2.2.2.1.	Sol modèle 80/20.....	50
2.2.2.2.	D'un sol modèle vers la valorisation des sédiments issus du dragage	51
2.2.3.	Protocole de fabrication	52
2.2.4.	Protocole expérimental des essais.....	54
2.2.4.1.	Caractérisation à l'état frais	54
2.2.4.1.1.	Densité à l'état frais.....	54
2.2.4.1.2.	Etallement	55
2.2.4.1.3.	Durée pratique d'utilisation	55
2.2.4.2.	Caractérisation mécanique	55
2.2.4.2.1.	Essais en compression	55
2.2.4.2.2.	Essais non destructifs.....	56
2.2.4.2.2.1.	Scléromètre.....	56
2.2.4.2.2.2.	Vitesse des ultrasons	57
2.2.4.2.3.	Retrait	58
2.2.4.3.	Durabilité	59
2.2.4.3.1.	Propriétés de transferts.....	59
2.2.4.3.1.1.	Perméabilité à l'azote	59
2.2.4.3.1.2.	Porosimètre au mercure	61
2.2.4.3.1.3.	Porosité accessible à l'eau.....	62
2.2.4.3.2.	Images MEB	63
2.2.4.3.3.	Tomographie X	63
2.2.4.3.4.	Lixiviation	63
2.2.4.3.4.1.	Scénarii des essais	63
2.2.4.3.4.2.	Dispositif expérimental.....	65
2.2.4.3.4.3.	Étanchéité de la cellule de percolation	66
2.2.4.3.4.4.	Déroulement des essais.....	68
2.2.5.	Démarche globale des essais.....	69
2.3.	Conclusion matériaux et méthode	71
Chapitre 3 :	Caractérisation à l'état frais BAMS.....	72
3.1.	Densité à l'état frais	72
3.1.1.	Influence du rapport w/w_L	72
3.1.2.	Expansion de volume	76
3.1.3.	Modèle $d=f(w/w_L ; M)$	79
3.1.4.	Influence de la granulométrie du sol et de la limite de liquidité	81
3.1.5.	Impact de l'eau de gâchage saline.....	82
3.1.6.	Impact du Zinc.....	82

3.2. Ouvrabilité	83
3.2.1. Influence des paramètres de formulation.....	83
3.2.2. Variabilité.....	86
3.2.3. Relation entre densité, étalement et paramètres de formulation.....	86
3.3. Durée pratique d'utilisation	87
3.3.1. Evolution de l'ouvrabilité dans le temps.....	88
3.3.2. Essai de prise « Vicat ».....	89
3.3.2.1. Influence de la mousse.....	89
3.3.2.2. Impact du Zinc.....	90
3.4. Conclusion caractérisation à l'état frais	91
Chapitre 4 : Caractérisation mécanique du BAMS	92
4.1. Résistance à la compression	92
4.1.1. Comportement mécanique.....	93
4.1.2. Module d'élasticité statique.....	95
4.1.2.1. Influence des paramètres de formulation.....	95
4.1.3. Résistance mécanique.....	97
4.1.3.1. Influence des paramètres de formulation.....	97
4.1.3.2. Sélection des formulations.....	103
4.1.3.3. Relation entre résistance mécanique, densité et paramètres de formulation.....	104
4.1.3.4. Modèle $R_c=f(d ; C)$	105
4.1.3.5. Evolution dans le temps de la résistance mécanique.....	108
4.1.4. Impact de l'eau de gâchage saline.....	110
4.1.5. Impact du Zinc.....	110
4.2. Essais mécaniques non-destructifs	111
4.2.1. Vitesse ultrasonore.....	111
4.2.1.1. Variabilité.....	111
4.2.1.2. Vitesse ultrason vs résistance mécanique.....	112
4.2.1.3. Suivi du durcissement du béton par la vitesse des ultrasons.....	117
4.2.2. Scléromètre.....	118
4.2.2.1. Variabilité.....	118
4.2.2.2. Valeur Rebond vs résistance mécanique.....	118
4.3. Retrait	122
4.3.1. Variabilité.....	122
4.3.2. Retrait HR=90%.....	122
4.3.3. Retrait HR=50%.....	123
4.3.4. Impact de l'eau de gâchage saline.....	129
4.4. Conclusion caractérisation mécanique	129

Chapitre 5 : Durabilité du BAMS.....	131
5.1. Propriétés de transfert.....	131
5.1.1. Perméabilité intrinsèque.....	131
5.1.1.1. Généralité.....	131
5.1.1.2. Modèle de Darcy.....	136
5.1.1.2.1. Variabilité	136
5.1.1.2.2. Influence des paramètres de formulation.....	137
5.1.2. Porosité au mercure	138
5.1.2.1. Généralité.....	138
5.1.2.2. Porosité totale.....	140
5.1.2.3. Distribution de taille de pores	141
5.1.2.4. Effet « bouteille d'encre ».....	144
5.1.2.5. Discussion accessibilité et connectivité des pores.....	145
5.1.3. Porosité à l'eau	145
5.1.3.1. Résultats et discussion	146
5.2. Imagerie	149
5.2.1. Observation MEB	149
5.2.1.1. Principe	149
5.2.1.2. Images MEB	150
5.2.2. Tomographie rayon X	153
5.2.2.1. Principe	153
5.2.2.2. Observations images tomographiques	155
5.2.2.3. Distribution de taille de pore	156
5.2.2.3.1. Traitements des images.....	156
5.2.2.3.2. Résultats et discussion.....	159
5.3. Synthèse caractérisation réseau poreux	161
5.4. Essais de Lixiviation	162
5.4.1. Etanchéité de la cellule de percolation : Etude du débit.....	162
5.4.2. Essai de référence : Lixiviation BAMS avec une bentonite brute (Lix0).....	164
5.4.3. Adsorption et Désorption de « charge » par le BAMS	166
5.4.3.1. Evolution du pH	166
5.4.3.2. Evolution de la conductivité.....	168
5.4.3.3. Résultats et discussion de l'analyse au spectromètre de masse	169
5.4.3.3.1. Ad/De-NaCl.....	169
5.4.3.3.2. Ad/De-ZnCl	171
5.4.4. Relargage du Zinc par le BAMS.....	174
5.4.4.1. Evolution du pH	174
5.4.4.2. Evolution de la conductivité.....	175
5.4.4.3. Résultats et discussion de l'analyse au spectromètre de masse	175

5.4.5. Evaluation de la consolidation du matériau : Turbidité	178
5.5. Conclusion Durabilité	180
Conclusion générale et perspectives.....	183
Références bibliographiques	191
Annexe A : Niveaux seuils définis par le groupe GEODE	199
Annexe B : Techniques de dragage	200
Annexe C : Le dragage dans les 7 Grands Ports Maritimes	204
Annexe D : Valeurs limites pour l'admission de déchets	206
Annexe E : Fiche technique ciment	207
Annexe F : Fiche technique sable correcteur	208
Annexe G : Quantités constituants (kg/m³)	209
Annexe H : Courbes contrainte/déformation	211
Annexe I : Courbes retrait en fonction du nombre de jours	216
Annexe J : Les différents types d'écoulement	217
Annexe K : Calcul de la perméabilité intrinsèque.....	218
Annexe L : Courbes perméabilité intrinsèque (Darcy)	221

Liste des figures

Figure 1-1 : Schéma de la structure cristalline en feuillet d'une argile (bentonite)	7
Figure 1-2 : L'eau dans les sédiments.....	10
Figure 1-3 : Résistance à la compression en fonction du taux de substitution et des conditions de cures (Agostini F., 2006).....	20
Figure 1-4 : Résistance à la compression (gauche) et porosité accessible à l'eau (droite) des bétons (Azrar H., 2014).....	21
Figure 1-5 : Evolution de la résistance en compression (Azrar H., 2014)	22
Figure 1-6 : Courbe caractéristique de calorimétrie isotherme d'un ciment (Souchu, 2009)	23
Figure 1-7 : Evolution du retrait par dessiccation en fonction du temps pour des éprouvettes 4x4x16cm ³ (Agostini F., 2006).	25
Figure 1-8 : Evolution de la perméabilité apparente à l'argon en fonction du taux de substitution (Agostini F., 2006).....	26
Figure 1-9 : Porosité différentielle des bétons étudiés (Azrar H., 2014)	27
Figure 1-10 : Fuseau de valeurs de la résistance en compression et de la masse volumique pour un béton de laitier expansé (gauche) et pour un béton d'argile expansée(droite) (Techniques de l'ingénieur, 2005)	31
Figure 1-11 : Schéma (gauche) et photographie (droite) du système de fabrication et de mise en œuvre du béton de mousse sur le vaisseau Ryuling (Horpibulsuk, 2014)	32
Figure 1-12 : Etapes du dragage à la mise en place du matériau dans le port de Kumamoto (Sato T., 2001).....	33
Figure 1-13 : Densité à l'état frais en fonction du rapport w/w_L pour différents types de sols (bentonite, argile de Bangkok, Kaolinite) (Horpibulsuk, 2014)	34
Figure 1-14 : Résistance mécanique en fonction du pourcentage de mousse (gauche) et en fonction de la porosité (droite) (Lee H, 2014)	35
Figure 1-15 : Résistance mécanique en fonction de la densité pour différentes formulations testées (Mohammad F, 2017).....	35
Figure 1-16 : Photographie des différents faciès de rupture selon les formulations (fragile à gauche et ductile à droite) (Lee M, 2013)	36
Figure 1-17 : Absorption de l'eau en fonction de la densité pour un béton de mousse (Mohammad F, 2017).....	37
Figure 1-18 : Observation MEB (Agent moussant Sika) (Jacquemot, 2015).....	37
Figure 1-19 : Images MEB d'un béton de mousse à différents dosages en mousse (augmentation du dosage en mousse de l'image (a) à (d) (Lee H, 2014).....	38
Figure 2-1 : Site de prélèvement dans le Port du Rocher.....	42
Figure 2-2 : Courbes granulométriques par tamisage sédimentométrie des prélèvements n°1 et n°3 et de l'étude VALLEN.....	44
Figure 2-3 : Limite de liquidité du sol modèle (bentonite calcique + sable correcteur) en fonction du pourcentage de bentonite.....	45
Figure 2-4 : Schéma de la fabrication du béton de mousse.....	47
Figure 2-5 : Etapes de la méthode de fabrication	49
Figure 2-6 : Malaxeur à rotation planétaire utilisé dans le cadre de nos travaux.....	52
Figure 2-7 : Densité à l'état frais en fonction de la vitesse du bras racleur pour différents temps de malaxage	54
Figure 2-8 : Positionnement des 4 extensomètres en déformation longitudinale	56
Figure 2-9 : Scléromètre Schmidt OS-120 Proseq	57
Figure 2-10 : Points de mesure de la valeur rebond au scléromètre	57
Figure 2-11 : Photographie du système de mesure des ultrasons	57
Figure 2-12 : Quadrillage des points de mesure pour l'étude de l'homogénéité du matériau	58
Figure 2-13 : Photographie du dispositif de retrait linéaire(gauche) et du système d'acquisition complet (droite).....	59
Figure 2-14 : Schéma du dispositif de mesure et d'acquisition des données pour le calcul de la perméabilité intrinsèque.....	59
Figure 2-15 : Photographie du dispositif de perméabilité à l'azote	60

Figure 2-16 : Schéma (gauche) et photographie (droite) des dispositifs de lixiviation	65
Figure 2-17 : Photographie de la cellule d'infiltration après avoir coulé la résine epoxy entre l'éprouvette et le tube de plexiglass (gauche) et dessin 3D de la cellule d'infiltration du dispositif de lixiviation (droite)	66
Figure 2-18 : Photographie d'une éprouvette coupée en deux après un test au bleu de méthylène.....	67
Figure 3-1 : Densité à l'état frais en fonction du rapport w/w_L pour différents pourcentages de mousse pour $C=4\%$	73
Figure 3-2 : Densité à l'état frais en fonction du rapport w/w_L pour différents pourcentages de mousse pour $C=8\%$	74
Figure 3-3 : Densité à l'état frais en fonction du rapport w/w_L pour $C=12\%$ et $M=\{20\%;30\%;50\%\}$	74
Figure 3-4 : Densité à l'état frais en fonction du rapport w/w_L pour $C=15\%$ et $M=\{20\%;30\%;50\%\}$	75
Figure 3-5 : Densité à l'état frais en fonction du rapport w/w_L pour $C=18\%$ et $M=\{20\%;30\%;50\%\}$	75
Figure 3-6 : k_{seuil} en fonction du pourcentage de ciment C	76
Figure 3-7 : Expansion de volume en fonction du rapport w/w_L pour $C=12\%$ et $M=\{20\%;30\%;50\%\}$	77
Figure 3-8 : Expansion de volume en fonction du rapport w/w_L pour $C=15\%$ et $M=\{20\%;30\%;50\%\}$	78
Figure 3-9 : Expansion de volume en fonction du rapport w/w_L pour $C=18\%$ et $M=\{20\%;30\%;50\%\}$	78
Figure 3-10 : Expansion de volume en fonction de w/w_L pour $C=12\%$ et $C=18\%$ (pour $M=50\%$).....	79
Figure 3-11 : Courbes générées par les expressions analytiques modélisant d en fonction de w/w_L et M pour $C=12\%$	81
Figure 3-12 : Densité à l'état frais pour une eau de gâchage avec et sans NaCl ($C=18\%w/w_L=2 M=50\%$).....	82
Figure 3-13 : Densité à l'état frais du BAMS sol 80/20 brut et du BAMS sol 80/20 ζ_n ($C=18\% w/w_L=2 M=50\%$)	83
Figure 3-14 : Etalement en fonction du rapport w/w_L pour $C=8\%$	84
Figure 3-15 : Etalement en fonction du rapport w/w_L pour $C=12\%$	84
Figure 3-16 : Etalement en fonction du rapport w/w_L pour $C=15\%$	85
Figure 3-17 : Etalement en fonction du rapport w/w_L pour $C=18\%$	85
Figure 3-18 : Cercle de corrélation ACP pour l'étalement, la densité à l'état frais, C , w/w_L et M	87
Figure 3-19 : Etalement du BAMS en fonction du temps à partir de la fabrication	88
Figure 3-20 : Densité à l'état frais du BAMS en fonction du temps à partir de la fabrication.....	89
Figure 4-1 : Photographies d'une éprouvette après un essai en compression	92
Figure 4-2 : Courbes de la contrainte en fonction de la déformation pour les 4 extensomètres d'une éprouvette.....	93
Figure 4-3 : Courbes de la contrainte en fonction de la déformation moyennée des 4 courbes des extensomètres.....	94
Figure 4-4 : Module d'élasticité statique en fonction de w/w_L pour $C=12\%$ et $M=\{20\%;30\%;50\%\}$	95
Figure 4-5 : Module d'élasticité statique en fonction de w/w_L pour $C=15\%$ et $M=\{20\%;30\%;50\%\}$	96
Figure 4-6 : Module d'élasticité statique en fonction de w/w_L pour $C=18\%$ et $M=\{20\%;30\%;50\%\}$	96
Figure 4-7 : Module d'élasticité statique en fonction de C	97
Figure 4-8 : Résistance mécanique en compression à 28 jours en fonction du rapport w/w_L pour $C=12\%$ et $M=\{20\%;30\%;50\%\}$	98
Figure 4-9 : Résistance mécanique en compression à 28 jours en fonction du rapport w/w_L pour $C=15\%$ et $M=\{20\%;30\%;50\%\}$	98
Figure 4-10 : Résistance mécanique en compression à 28 jours en fonction du rapport w/w_L pour $C=18\%$ et $M=\{20\%;30\%;50\%\}$	99
Figure 4-11 : Résistance mécanique en compression à 28 jours en fonction de $M_{inc}(\%)$ pour $C=12\%$ pour chaque valeur de rapport $w/w_L=\{1,6; 1,8; 2\}$	100
Figure 4-12 : Résistance mécanique en compression à 28 jours en fonction de $M_{inc}(\%)$ pour $C=15\%$ pour chaque valeur de rapport $w/w_L=\{1,6; 1,8; 2\}$	100

Figure 4-13 : Résistance mécanique en compression à 28 jours en fonction de $M_{inc}(\%)$ pour $C=18\%$ pour chaque valeur de rapport $w/w_L=\{1,8 ; 2 ; 2,2\}$	101
Figure 4-14 : Résistance mécanique en compression à 28 jours en fonction de $M_{inc}(\%)$ pour $w/w_L=2$ pour chaque traitement au ciment testés $C=\{12\% ; 15\% ; 18\%\}$	101
Figure 4-15 : Résistance mécanique en compression à 28 jours en fonction de $M_{inc}(\%)$ pour $w/w_L=1,8$ pour chaque traitement au ciment testés $C=\{12\% ; 15\% ; 18\%\}$	102
Figure 4-16 : Résistance mécanique en compression à 28 jours en fonction de $M_{inc}(\%)$ pour $w/w_L=1,6$ pour chaque traitement au ciment testés $C=\{12\% ; 15\%\}$	102
Figure 4-17 : Cercle de corrélation ACP ($d ; R_c ; C ; w/w_L ; M$)	105
Figure 4-18 : Résistance mécanique en compression en fonction de la densité à 28 jours pour l'ensemble des éprouvettes testées.....	106
Figure 4-19 : Courbes du modèle $R_c=f(d ; C)$ pour les différents pourcentages massiques de ciment C	107
Figure 4-20 : Résistance mécanique mesurée expérimentalement et celle calculée par le modèle $R_c=(d ; C)$	107
Figure 4-21 : Etapes permettant de déterminer C et M pour la fabrication du BAMS avec ($R_c ; d$) visées à partir d'un sol de teneur en eau w et de limite de liquidité w_L données.....	108
Figure 4-22 : Evolution dans le temps de la résistance mécanique en compression	109
Figure 4-23 : Module d'élasticité statique (gauche) et résistance mécanique en compression (droite) dans les cas d'une eau de gâchage avec et sans NaCl ($C=18\%$ $w/w_L=2$ $M=50\%$).....	110
Figure 4-24 : Module d'élasticité statique (gauche) et résistance mécanique compression (droite) d'un BAMS sol 80/20 brut et d'un BAMS sol 80/20 ζ_n ($C=18\%$ $w/w_L=2$ $M=50\%$).....	111
Figure 4-25 : Résistance mécanique en compression en fonction de la vitesse des ultrasons (modèle exponentiel 1).....	113
Figure 4-26 : Résistance mécanique en compression en fonction de celle calculée par le modèle exp. 1.....	113
Figure 4-27 : Résistance mécanique en compression en fonction de la vitesse des ultrasons (modèle exponentiel 2).....	114
Figure 4-28 : Ecart (en valeur absolue) entre R_c mesurée expérimentalement et R_c calculée par le modèle exponentiel 2 en fonction de la vitesse des ultrasons	114
Figure 4-29 : Vitesse des ultrasons en fonction de $M_{inc}(\%)$	115
Figure 4-30 : Résistance mécanique en compression en fonction de $M_{inc}(\%)$	115
Figure 4-31 : Courbes générées par le modèle $R_c=f(VU ; C)$ pour les différents pourcentages massiques de ciment C testés	116
Figure 4-32 : Résistance mécanique mesurée expérimentalement et celle calculée par le modèle $R_c=f(VU ; C)$	117
Figure 4-33 : Résistance mécanique calculée par le modèle $R_c=f(VU ; C)$ et celle mesurée expérimentalement par les essais en compression en fonction du nombre de jours ($C=12\%$ $w/w_L=1,6$ $M=50\%$).....	117
Figure 4-34 : Résistance en compression en fonction de la valeur rebond pour l'ensemble des formulations testées (modèle exponentiel 1)	119
Figure 4-35 : Résistance mécanique en compression en fonction de la valeur rebond (modèle exponentiel 2).....	119
Figure 4-36 : Ecart (en valeur absolue) entre R_c mesurée expérimentalement et R_c calculée par le modèle 2 en fonction de la Valeur Rebond	120
Figure 4-37 : Valeur Rebond en fonction de M_{inc}	120
Figure 4-38 : Courbes générées par le modèle $R_c=f(VR ; C)$ pour les différents C testés	121
Figure 4-39 : Résistance mécanique mesurée expérimentalement en fonction de la résistance mécanique calculée par le modèle $R_c=f(VR ; C)$	121
Figure 4-40 : Retrait dans les conditions $HR=90\%$ et $T=20^\circ C$ en fonction du nombre de jours ($C=18\%$ $w/w_L=2$ $M=50\%$)	122

Figure 4-41 : Retrait en fonction du nombre de jours.....	123
Figure 4-42 : Retrait plastique (palier de la zone 2) pour $C=18\%$ $w/w_L=2$ et pour $C=12\%$ $w/w_L=1,6$ en fonction de $M_{inc}(\%)$	124
Figure 4-43 : Perte de masse en fonction du nombre de jours pour les formulations $C=12\%$ $w/w_L=1,6$ et $M=\{0\%;50\%\}$ (gauche) $C=18\%$ $w/w_L=2$ et $M=\{0\%;50\%\}$ (droite).....	125
Figure 4-44 : Retrait en fonction de la perte de masse de la phase 3.....	126
Figure 4-45 : Vitesse de retrait par rapport à la perte de masse en fonction de $M_{inc}(\%)$	126
Figure 4-46 : Schéma des phénomènes de capillarité dans le cas d'un BAMS sans mousse et avec mousse	127
Figure 4-47 : Retrait final pour $C=18\%$ $w/w_L=2$ et pour $C=12\%$ $w/w_L=1,6$ en fonction de $M_{inc}(\%)$	128
Figure 4-48 : Retrait final pour les cas d'une eau de gâchage avec et sans NaCl ($C=18\%$ $w/w_L=2$ $M=50\%$).....	129
Figure 5-1 : Schéma des conditions entre les bornes d'une éprouvette lors de l'essai de la perméabilité à l'azote	133
Figure 5-2 : Perméabilité intrinsèque en fonction de M_{inc} pour les formulations $C=18\%$ $w/w_L=2$ et $C=12\%$ $w/w_L=1,6$	137
Figure 5-3 : Schéma de l'entrée du mercure selon le modèle de pores cylindriques en cul de sac (Daian, 2007)(gauche) et définition de l'angle de mouillage (droite).....	138
Figure 5-4 : Schéma illustrant la différence entre le modèle et la taille réelle du pore (Effet bouteille).....	139
Figure 5-5 : Schéma illustrant le rayon enregistré dans le cas d'une intrusion du mercure dans un réseau constitué de deux pores connectés	140
Figure 5-6 : Volume incrémental de mercure en fonction de la taille de pore associée.....	142
Figure 5-7 : Volume introduit de mercure en fonction de la taille de pore associée.....	142
Figure 5-8 : Volume cumulé de mercure en fonction de la taille de pore associée.....	143
Figure 5-9 : Courbes d'intrusion et d'extraction du volume cumulé de mercure en fonction de la pression associée.....	145
Figure 5-10 : Porosité à l'eau en fonction du pourcentage de mousse incorporée à la matrice cimentaire.....	147
Figure 5-11 : Schéma illustrant les différents états d'une éprouvette lors de l'essai de la porosité à l'eau pour la formulation $C=12\%$ $w/w_L=1,6$	148
Figure 5-12 : Schéma illustrant les différents états d'une éprouvette lors de l'essai de la porosité à l'eau pour la formulation $C=18\%$ $w/w_L=2$	149
Figure 5-13 : Différentes radiations émises lors de l'interaction électrons/matière	150
Figure 5-14 : Image MEB (échelle:5mm) de la formulation $C=18\%$ $w/w_L=2$ $M=50\%$	151
Figure 5-15 : Images MEB à différentes échelles (a) : 1nm, (b) : 0,4nm, (c) : 0,2nm.....	151
Figure 5-16 : Image MEB illustrant les différentes phases du ciment (échelle : 20 μ m).....	152
Figure 5-17 : Schéma du fonctionnement de la tomographie par rayons X.....	153
Figure 5-18 : Principe général de la reconstruction.....	154
Figure 5-19 : Images tomographiques brutes de la formulation $C=12\%$ $w/w_L=1,6$ $M=0\%$ (a), $C=12\%$ $w/w_L=1,6$ $M=50\%$ (b), $C=18\%$ $w/w_L=2$ $M=0\%$ (c), $C=18\%$ $w/w_L=2$ $M=50\%$ (d).....	155
Figure 5-20 : Images tomographies en binaire formulation $C=12\%$ $w/w_L=1,6$ $M=50\%$ (gauche) et formulation $C=18\%$ $w/w_L=2$ $M=50\%$ (droite)	157
Figure 5-21 : Images tomographiques après traitement pour les formulations $C=12\%$ $w/w_L=1,6$ $M=0\%$ (a), $C=12\%$ $w/w_L=1,6$ $M=50\%$ (b), $C=18\%$ $w/w_L=2$ $M=0\%$ (c) et $C=18\%$ $w/w_L=2$ $M=50\%$ (d).....	158
Figure 5-22 : Proportion vide cumulée par rapport au volume de BAMS en fonction du rayon des pores (mm).....	159
Figure 5-23 : Débit en fonction du nombre de jours pour l'essai Ad/De-NaCl.....	162
Figure 5-24 : Débit en fonction du nombre de jours pour l'essai Ad/De- ζ nCl.....	163

Figure 5-25 : Débit en fonction du nombre de jours pour les essais de lixiviation Lix2 et Lix4.....	163
Figure 5-26 : Conductivité en fonction du volume de solvant pour l'essai Lix0	165
Figure 5-27 : Concentration des éléments Ca, Na et Zn en fonction du volume de solvant pour l'essai Lix0.....	165
Figure 5-28 : pH des lixiviats de la phase 1 (solvant de NaCl) et de la phase 2 (solvant eau osmosée) en fonction du volume de solvant (essai Ad/De-NaCl ; formulation C=18% w/w _L =2 M=50%)	166
Figure 5-29 : pH des lixiviats de la phase 1 (solvant de ZnCl) et de la phase 2 (solvant eau osmosée) en fonction du volume de solvant (essai Ad/De-ZnCl ; formulation C=18% w/w _L =2 M=50%).....	166
Figure 5-30 : Diagramme de prédominance des espèces du Zinc	167
Figure 5-31 : Conductivité des lixiviats de la phase 1 (solvant de NaCl) et de la phase 2 (solvant eau osmosée) en fonction du volume de solvant (essai Ad/De-NaCl ; formulation C=18% w/w _L =2 M=50%)	168
Figure 5-32 : Conductivité des lixiviats de la phase 1 (solvant de ZnCl) et de la phase 2 (solvant eau osmosée) en fonction du volume de solvant (essai Ad/De-ZnCl ; formulation C=18% w/w _L =2 M=50%).....	168
Figure 5-33 : Concentration en Ca et Na des prélèvements en fonction du volume de solvant (essai Ad/De-NaCl ; formulation C=18% w/w _L =2 M=50%)	170
Figure 5-34 : Concentration des éléments Ca et Zn des prélèvements en fonction du volume de solvant (essai Ad/De-ZnCl : formulation C=18% w/w _L =2 M=50%).....	171
Figure 5-35 : Adsorption du Zinc en fonction du volume de solvant pour la phase 1 (essai Ad/De-ZnCl ; C=18% w/w _L =2 M=50%)	172
Figure 5-36 : Désorption du Zinc en fonction du volume de solvant pour la phase 2 (essai Ad/De-ZnCl ; C=18% w/w _L =2 M=50%)	173
Figure 5-37 : pH en fonction du volume de solvant pour les essais de lixiviation Lix2 et Lix 4	174
Figure 5-38 : Conductivité en fonction du volume de solvant pour les essais de lixiviation Lix2 et Lix4.....	175
Figure 5-39 : Relargage du Zinc en fonction du volume de solvant pour les essais de lixiviation Lix1, Lix2, Lix3 et Lix4.....	176
Figure 5-40 : Débit en fonction du volume de solvant les prélèvements analysés au spectromètre de masse pour les 4 formulations testées	176
Figure 5-41 : Turbidité en fonction du volume de solvant pour l'essai Ad/De-NaCl.....	179
Figure 5-42 : Turbidité en fonction du volume de solvant pour l'essai Ad/De-ZnCl.....	179
Figure 5-43 : Turbidité en fonction du volume de solvant pour les essais de lixiviation Lix2 et Lix4.....	179
Figure B-1 : Photographie d'un dragage hydraulique.....	200
Figure B-2 : photographie d'un dragage mécanique par une pelle hydraulique mobile équipée pour des travaux maritimes (Marrec A., 2012).....	201
Figure B-3 : Photographie d'une dragage mécanique qui fait partie intégrante de l'infrastructure (Marrec A., 2012).....	202
Figure B-4 : Navire HAM 307.....	202
Figure B-5 : Rotodévaseur « Le Rochevilaine » utilisé dans l'estuaire de la Vilaine (Sigwald R., 2012).....	203
Figure C-1 : Utilisation des différentes techniques de dragage dans les Grands Ports maritimes en 2009 (Le Guyader, 2012)	204
Figure C-2 : Représentation de la destination des sédiments en France (hors grands ports maritimes) (Messenger M, 2013).....	205
Figure I-1 : Retrait (cm/m) en fonction du nombre de jours à partir de la mise en place de l'éprouvette sur le dispositif pour C=12% w/w _L =1,6 M={0% ;30% ;50%}	216
Figure I-2 : Retrait (cm/m) en fonction du nombre de jours à partir de la mise en place de l'éprouvette sur le dispositif pour C=12% w/w _L =1,6 M={0% ;30% ;50%}	216
Figure K-1 : Interprétation graphique de l'approche Klinkenberg.....	219

Liste des tableaux

Tableau 1-1 : Classification granulométrique des sédiments.....	7
Tableau 1-2 : Composition des formulations formées de sédiments du Port de Saint-Louis (Azrar H., 2014).....	22
Tableau 1-3 : Teneurs en éléments traces du sédiment brut et des bétons B10 et B20 (Azrar H., 2014).....	29
Tableau 2-1 : Valeur au bleu de méthylène prélèvement n°1.....	43
Tableau 2-2 : Limite de liquidité des différents prélèvements.....	45
Tableau 2-3 : Mode de séchage pour la porosité au mercure dans différentes études.....	62
Tableau 2-4 : Formulations effectuées pour chaque essai.....	69
Tableau 3-1 : Expressions analytiques de la densité en fonction de w/w_L et de M pour chaque pourcentage de ciment et selon les valeurs de w/w_L	80
Tableau 3-2 : Densité matrice cimentaire et expansion de volume pour un sol 80/20 et un sol 50/50 ($C=18\%$ $w/w_L=2$ $M=50\%$).....	81
Tableau 3-3 : Résultats de l'essai Vicat pour les différentes formulations testées.....	89
Tableau 3-4 : Résultats de l'essai Vicat pour les différentes formulations testées pour un BAMS 80/20 Zn et un BAMS 80/20 brut.....	90
Tableau 4-1 : Caractéristiques du BAMS des formulations sélectionnées du BAMS.....	104
Tableau 4-2 : Coefficient de corrélation ACP (d ; R_c ; C ; w/w_L ; M).....	105
Tableau 5-1 : Valeurs des perméabilités intrinsèques pour les formulations testées.....	136
Tableau 5-2 : Résultats de la porosité à l'eau.....	146
Tableau 5-3 : Caractéristiques du réseau poreux calculées par le plugin « Pore Size Distribution » à partir des données tomographiques.....	159
Tableau 5-4 : Récapitulatif des résultats de la caractérisation du réseau poreux issus des différentes méthodes utilisées.....	161
Tableau 5-5 : Débit théorique et débit obtenu expérimentalement pour chaque essai.....	164
Tableau 5-6 : Relargage du Zinc du BAMS et niveau seuil défini par la législation.....	178
Tableau A-1 : Niveaux seuils N1 et N2 définis par l'arrêté du 9 août 2006 relatifs aux sédiments marins.....	199
Tableau A-2 : Niveau seuil S1 défini par l'arrêté du 9 août 2006 relatifs aux sédiments extraits de cours d'eau ou canaux.....	199
Tableau C-1 : Volume de sédiments dragués dans les 7 Grands Ports Maritimes (Le Guyader, 2012).....	204
Tableau D-1 : Valeurs limites pour l'admission de déchets en décharges.....	206

Liste des abréviations et des notations

$N1$ et $N2$	Niveaux seuils d'autorisation d'immersion relatifs aux sédiments marins définis par GEODE
SI	Niveau seuil d'autorisation d'immersion relatif aux sédiments fluviaux défini par GEODE
$BAMS$	Béton Allégé par l'incorporation d'une Mousse et à base de Sédiments
M_{tot}	Masse totale de béton (kg)
w	Teneur en eau (%)
w_L	Limite de liquidité (%)
C	Pourcentage massique de ciment (%)
M	Pourcentage volumique de mousse (%)
Sol 80/20	Sol modèle constitué de 80% de bentonite calcique et de 20% de sable correcteur
Sol 80/20 Zn	Sol modèle 80/20 pollué artificiellement en Zinc c'est à dire constitué de bentonite sur laquelle du Zinc a été fixé au préalable (6,8g/kg de sol)
Sol 50/50	Sol modèle constitué de 50% de bentonite calcique et de 50% de sable correcteur
Sol 80/20 NaCl	Cas d'étude d'un sol modèle 80/20 avec une eau de gâchage saline (dosée en NaCl)
EV	Expansion de Volume
T_m	Taux d'incorporation de la mousse correspondant au volume de mousse incorporé par rapport au volume totale de BAMS (%)
M_{inc}	Volume de mousse incorporé par rapport au volume de mélange intermédiaire (%)
HR	Humidité Relative (%)
$CV(G)$	Coefficient de Variation d'une Gâchée à une autre
$CV(E)$	Coefficient de Variation entre les Eprouvettes d'une gâchée
d	Densité
Et	Etaiement au cône d'Abrams (cm)
ACP	Analyse en Composante Principale
VU	Vitesse des Ultrasons (km/s)
VR	Valeur Rebond
E_{stat}	Module d'élasticité statique (MPa)
R_c	Résistance en compression (MPa)
P_i	Pression (MPa)
P_{merc}	Porosité totale au mercure (%)
P_{tomo}	Porosité totale par traitement d'image à partir des données tomographiques (%)
P_{eau}	Porosité totale à l'eau (%)
K	Perméabilité intrinsèque (m^2)
Q_{exp}	Débit obtenu expérimentalement (mL/h)
Q_{th}	Débit calculé théoriquement à partir de la perméabilité intrinsèque (mL/h)
A_{Zn}	Adsorption du Zinc dans le BAMS pour la phase 1 des essais Ad/De- $ZnCl$
D_{Zn}	Désorption du Zinc dans le BAMS pour la phase 2 des essais Ad/De- $ZnCl$
R_{Zn}	Relargage du Zinc dans le BAMS pour les essais de lixiviation
L/S	Rapport volume de solvant passé (en L) et masse de matériau (en kg) pour les essais de lixiviation

Introduction générale : Contexte et enjeux

Le dragage

Le dragage consiste à enlever les fonds aquatiques dans les ports ou les cours d'eau navigables. En France, sur les dernières années, entre 40 et 50 millions de m³ de sédiments sont dragués annuellement. On distingue les sédiments marins (qui représentent 90% du dragage) et les sédiments fluviaux (AIPCN, 2006).

Le dragage peut être envisagé pour plusieurs raisons ;

- Opération d'extension : le développement du port et l'évolution de la taille des bateaux nécessitent l'agrandissement du port et des chenaux d'accès,
- Opération d'entretien : les sédiments sont facilement transportés d'un milieu à un autre par les courants et s'accumulent dans les ports ou les canaux fluviaux ce qui diminue la profondeur de l'eau. Afin d'assurer la navigation des bateaux, le dragage est nécessaire.

Le dragage est une activité essentielle au bon déroulement de l'ensemble du trafic maritime et fluvial dans une économie mondialisée qui repose sur les échanges internationaux. La fréquence des activités de dragage est propre à chaque port et dépend de nombreux facteurs. Dans le Bassin d'Arcachon, la vitesse d'accumulation des sédiments dans les ports de cette région est estimée à 4 centimètres de profondeur par an. Aujourd'hui une opération de dragage d'entretien a lieu en moyenne tous les 2 ans pour l'ensemble des 6 ports de Gujan-Mestras et La Teste afin d'enlever environ 25 000 m³ par opération.

Aspect réglementaire

Traditionnellement les sédiments dragués étaient rejetés en mer. Cependant depuis le début des années 1990, des nouveaux textes réglementaires sont apparus suite à une prise de conscience du risque environnemental que peuvent potentiellement avoir les sédiments extraits lors des opérations de dragage.

Au niveau international, les premières réglementations au niveau du dragage ont été décidées lors de la convention d'Oslo (5 février 1972). Elle interdit l'immersion des substances cancérigènes telles que l'Arsenic, le Plomb, le Cuivre, le Zinc, le Cyanure, le Fluorure, les pesticides, etc.

Aujourd'hui 3 principaux cadres juridiques internationaux dictent la réglementation des activités de dragage ;

- La convention d'OSPAR,
- Le protocole de Londres,
- Le protocole de Barcelone.

La convention OSPAR « convention pour la protection du milieu marin de l'Atlantique Nord-Est » unie la convention d'Oslo et la convention de Paris. Elle a été signée par 15 états en 1992 et est entrée en vigueur le 25 mars 2008. En 2009, la commission publie un guide donnant les directives de la gestion des sédiments dragués afin de limiter leur pollution (RECORD, 2017). Elle permet l'immersion de déchets en mer si celui-ci ne porte pas atteinte au milieu marin. Les zones d'immersion ne sont pas libres et sont définies par les autorités nationales. Ces zones sont fréquemment surveillées pour vérifier les impacts environnementaux dans les limites agréées (Préfecture maritime de l'atlantique, 2008).

Le protocole de Londres (1996) qui fait suite aux travaux menés dans le cadre de la convention de Londres (29 décembre 1972) donne l'obligation aux 50 Etats signataires de protéger les milieux marins de toutes les sources de pollution. Il donne les instructions pour la caractérisation des sédiments dragués afin d'évaluer leur impact écologique par rapport à l'immersion.

Le protocole de Barcelone reprend la convention d'OSPAR pour les zones de la Méditerranée.

Ces conventions internationales laissent la place à différentes interprétations nationales. Chaque pays a développé sa propre stratégie pour évaluer la dangerosité des sédiments de dragage (Dumay N., 2014).

En France, l'adaptation de la convention OSPAR à la législation française se traduit par la définition de deux niveaux d'acceptabilité de l'immersion en mer. Le groupe de travail GEODE a défini par l'arrêté du 9 août 2006 ces niveaux seuils de référence permettant de classer les sédiments et d'interdire ou non leur immersion en mer (Annexe A).

De nombreux groupes de travail (DCSMM, CETMEF, IFREMER ect.) ont mis en place des guides donnant des modalités techniques de l'organisation des opérations de dragage. Ces groupes de travail permettant également de faire évoluer la réglementation, de promouvoir les bonnes pratiques et de poursuivre l'acquisition de connaissances scientifiques et techniques (GEODE, 2012) (Duclay E., 2010).

Suite à ces restrictions réglementaires, les opérations de dragage ont dû être repensées. Celles-ci se décomposent actuellement en plusieurs étapes :

- Une évaluation environnementale,
- Une caractérisation des sédiments,
- Un choix de la filière de destination des sédiments dragués (rejet en mer ou à terre),
- Un choix de la technique de dragage et de la méthode de transport des sédiments suivant les critères techniques, financiers et environnementaux. Les différents types de dragages sont détaillés Annexe B.

Le choix de la filière de destination dépend de l'évaluation environnementale et de la caractérisation des sédiments à draguer. Les techniques de dragage utilisées, liées à la filière de destination, sont donc propres à chaque site (Annexe C). Dans le Bassin d'Arcachon, les techniques de dragage utilisées sont soit hydrauliques avec une drague stationnaire soit mécaniques avec une pelle à sec lors des marées basses ou sur un ponton flottant. La totalité des sédiments issus du dragage dans le Bassin d'Arcachon sont gérés à terre.

La gestion à terre des sédiments

En France, 5% des sédiments dragués sont rejetés à terre (IDRA, 2011) ce qui représente plus de 2 millions de m³ de sédiments chaque année.

Les sédiments enlevés de leur lieu de dragage et rejetés à terre sont considérés comme des déchets par le décret n°2002-540 du 18 avril 2002 (rubriques 17 05 05 et 17 05 06). Ces déchets peuvent suivre deux filières de destination :

- La filière d' « abandon »,
- La filière de valorisation.

La **filière d' « abandon »** correspond à une mise en dépôt des sédiments qui dépend de leur niveau de dangerosité (inerte, non dangereux, dangereux) défini par le décret n°2002-540 du 18 avril 2002 (Legifrance, 2002). Les types de mise en dépôt sont détaillés dans l'Annexe D. Pour réduire le tonnage des sédiments à acheminer vers les mises en dépôt, des prétraitements de déshydratation peuvent être envisagés. Les prétraitements permettent également d'optimiser le stockage des sédiments. Il est à noter que la caractérisation des déchets nécessaire pour envisager le type de mise en dépôt présente un coût important. La logistique d'acheminement vers des plateformes de prétraitement et vers des centres de stockage est également coûteuse.

Les **filières de valorisation** sont préférées et permettent également de répondre à une demande importante de matière première. Choisir une filière de destination des sédiments dragués revient à faire une évaluation de différents paramètres ; des quantités draguées, de l'état des sédiments, des traitements possibles en prenant en compte leur coût et leur impact écologique.

Problématique et axes de l'étude

C'est dans ce contexte d'enjeux écologique et économique que s'inscrit la présente étude avec un objectif de valoriser les sédiments issus du dragage. Le premier chapitre **État de l'art** présente les différentes études et projets mis en place pour valoriser les sédiments issus du dragage ainsi que leurs limites et leurs inconvénients notamment au niveau du coût et de la logistique de la gestion à terre. Ceux-ci peuvent être réduits par une réutilisation des sédiments en tant que matière première dans la fabrication d'un béton directement sur le site du dragage. La présente étude s'est orientée vers la valorisation de la partie fine des sédiments en substitution totale pour optimiser les volumes à valoriser. Un tel matériau est envisagé en tant que remblaiement pour diverses applications telles que le remplissage entre deux rideaux de palplanches ou le remblaiement de carrière. Pour alléger ce matériau, un procédé d'incorporation d'une mousse lors de la fabrication du béton est envisagé. Le matériau développé est désigné par le sigle BAMS signifiant Béton Allégé par l'incorporation d'une Mousse et à base de Sédiments. Développer une telle voie de valorisation soulève deux principales problématiques :

- L'efficacité du traitement au ciment dit de stabilisation /solidification d'un sol constitué de particules fines permettant d'obtenir des caractéristiques adaptées aux applications visées.
- L'efficacité de l'allègement du béton par l'incorporation de la mousse dans une matrice cimentaire à base d'un sol fin en maîtrisant les caractéristiques à l'état frais, mécaniques et les propriétés de transfert du matériau.

L'étude s'organise en trois principaux axes :

- Chapitre **Caractérisation à l'état frais** : l'étude de la densité à l'état frais, de l'ouvrabilité et de la durée pratique d'utilisation sont les trois parties de ce chapitre.

- Chapitre **Caractérisation mécanique** : l'influence des paramètres de formulation au niveau des performances mécaniques est étudiée. Ces résultats sont recoupés à ceux de la densité pour aider aux choix de la formulation par rapport aux paramètres visés (densité et résistance mécanique). Des essais non destructifs simples ont été envisagés pour vérifier les caractéristiques mécaniques sur un chantier.
- Chapitre **Durabilité** : Celle-ci est évaluée en étudiant les propriétés de transferts (porosité et perméabilité) du matériau et l'efficacité de l'inertage des polluants présents dans les sédiments.

Un chapitre préliminaire **Matériaux et Méthodes** à ces trois parties présente les conditions dans lesquelles ces travaux ont été effectuées. Elles ont été choisies pour répondre à la valorisation d'un sol particulièrement argileux.

Chapitre 1 : État de l'art

1.1. Valorisation des sédiments dragués

La valorisation des sédiments est complexe car ces derniers sont constitués de particules fines dont les caractéristiques sont différentes d'un sable et doivent être connues afin de mieux appréhender leur valorisation.

1.1.1. Les sédiments

Les sédiments sont issus de l'érosion des roches ou de la précipitation chimique. Ils sont constitués de particules dont la taille, la forme, la nature et l'origine sont diverses. Ils sont principalement constitués d'eau, d'une phase organique et d'une phase minérale. Ces éléments jouent un rôle important sur les caractéristiques physiques mécaniques et environnementales du sédiment.

1.1.1.1. Phase organique

La phase organique est en faible quantité par rapport à la phase minéralogique (10% à 30%) mais interagit très fortement avec cette dernière ce qui lui confère un rôle important dans les caractéristiques physiques des sédiments. Elle correspond à des débris de végétaux, des micro-organismes et des acides dits fulviques et humiques (issus de la décomposition de la matière organique). Les substances humiques colorent les sédiments en noire et peuvent interagir avec les ions métalliques de la phase minérale pour former des cations métalliques humates ou fulvates.

1.1.1.2. Phase minérale

La phase minérale est la phase prépondérante dans les sédiments. Il existe plusieurs origines des minéraux :

- Terrigène qui correspondent à l'érosion des sols,
- Endogène qui correspondent à des squelettes d'organisme.

La phase minérale présente une granulométrie variée qui permet de qualifier un sol. Le Tableau 1-1 présente les différentes classes granulométriques d'un sol. La partie fine correspond à une granulométrie inférieure à 0,063mm. L'argile correspond à une granulométrie inférieure à 0,002mm.

Tableau 1-1 : Classification granulométrique des sédiments

Nom	Sol à matrice fine						Sol à matrice grossière						Blocs
	Argile	Limon					Sable					Grave	
		Très fins	Fins	Moyens	Grossiers	Très grossiers	Très fins	Fins	Moyens	Grossiers	Très grossiers		
Dimension des particules (mm)	0,002	0,004	0,008	0,016	0,0315	0,063	0,125	0,25	0,5	1	2	10	

1.1.1.3. Les argiles

1.1.1.3.1. Structure des argiles

Les particules d'argile (granulométrie inférieure à $2\mu\text{m}$) correspondent à des phyllosilicates d'aluminium hydratés. Leur structure cristalline est constituée de couches d'octaèdres $\text{Al}(\text{OH})_6$ et de couches de tétraèdres SiO_4 reliées par les atomes O et OH mis en commun (Figure 1-1). L'enchainement des couches octaédriques et tétraédriques peut différer selon le type d'argile :

- Tétraédrique|Octaédrique (noté 1/1),
- Tétraédrique|Octaédrique|Tétraédrique (noté 2/1).

Un enchainement de couches constitue un feuillet. L'espace entre les feuillets est appelé espace interfoliaire. L'ensemble « feuillet + espace interfoliaire » est une unité structurale. Ces unités s'agencent entre elles pour former les particules argileuses. Les charges des feuillets diffèrent selon le type d'argile. Pour équilibrer ces charges, des cations s'insèrent dans l'espace interfoliaire. Selon le type d'argile cette capacité d'insertion des cations est plus ou moins importante. L'épaisseur de l'unité structurale varie entre 7 et 18Å selon le type d'argile.

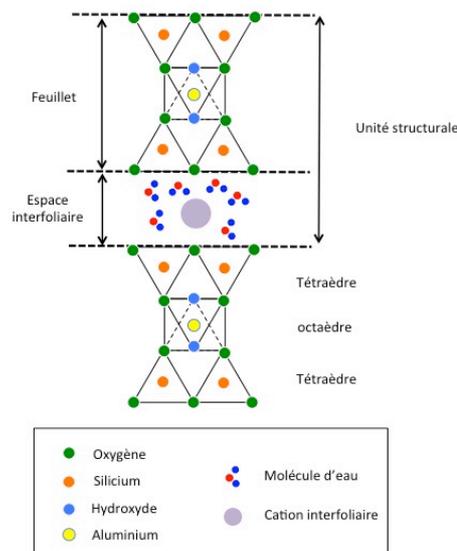


Figure 1-1 : Schéma de la structure cristalline en feuillet d'une argile (bentonite)

Trois principaux types d'argile sont distingués :

- **La kaolinite** de formule $\text{Al}_2\text{O}_3, 2\text{SiO}_2, 2\text{H}_2\text{O}$. Elle est composée d'une couche de silice et d'une couche d'alumine. Le feuillet est neutre.
- **La bentonite** aussi appelée smectite ou montmorillonite de formule $2\text{Al}_2\text{O}_3, 8\text{SiO}_2, 2\text{H}_2\text{O}, n\text{H}_2\text{O}$. Elle est composée de deux couches de silice et d'une couche d'alumine. Il existe plusieurs types de bentonite dite calcique ou sodique pour lesquels la charge du feuillet est différente (calcium ou sodium).
- **L'illite** de formule $\text{K Al}_2(\text{OH})_2, (\text{AlSi}_3(\text{O},\text{OH}_{10}))$. Elle est composée par deux couches de silice et d'une couche d'alumine. Les atomes de potassium s'insèrent dans l'espace interfoliaire.

1.1.1.3.2. Activité des argiles

Dans certains cas l'argile est dite active contrairement à un sable qui est neutre. Cette activité correspond à une capacité de gonflement de l'argile au contact de l'eau due à l'insertion des molécules d'eau et de cations dans les espaces interfoliaires. Plus la capacité de gonflement de l'argile est importante plus celle-ci est dite active. La capacité de gonflement est liée à la charge des feuillets. Elle est caractérisée par un paramètre noté λ et appelé « **épaisseur de la double couche** ». Il correspond à l'épaisseur de la couche d'anion qui entoure les feuillets. Selon la valeur de λ , deux situations se présentent :

- Lorsque λ est important les particules exercent une force répulsive entre elles ce qui permet aux molécules d'eau et des cations de s'insérer entre les particules conférant ainsi à l'argile un pouvoir de gonflement.

- Lorsque λ est moindre, les particules exercent une force attractive entre elles. Les particules se chevauchent limitant ainsi l'insertion des molécules d'eau.

λ est fonction de la concentration des charges de cation et de leur valence. La relation n'est pas linéaire. Lorsque la valence est deux fois plus importante, λ est divisé par 4.

Selon le type de cations dans l'espace interfoliaire des feuillets, on distingue deux types de bentonite :

- La bentonite **calcique** : Elle se caractérise par la présence de cation Ca^{2+} entre les feuillets et qui est celle que l'on trouve le plus souvent à l'état naturel.

- La bentonite **sodique** : Elle se caractérise par la présence de cation Na^+ entre les feuillets et qu'on trouve très rarement à l'état naturel. Celle qui est vendue par les fournisseurs correspond souvent à une bentonite qui était initialement calcique et qui a subi ce qu'on appelle une opération d'activation qui consiste à saturer l'argile en cation Na^+ pour la rendre

sodique. Le fait de remplacer des ions Ca^{2+} par des ions Na^+ diminue la valence et donc augmente la valeur de λ conférant ainsi à la bentonite sodique une capacité de gonflement plus importante que la bentonite calcique.

A noter que dans le cas des sédiments marins, l'eau de mer contient des cations Na^+ en quantité importante ce qui pourraient changer la bentonite calcique en une bentonite sodique qui a une capacité de gonflement importante.

La capacité de gonflement des argiles peut être caractérisée par des indicateurs appelés « **limites d'Atterberg** ». Ils correspondent à la limite de liquidité et à la limite de plasticité. Plus la capacité de gonflement d'un sol est importante plus sa limite de liquidité et sa limite de plasticité seront élevées. La limite de liquidité sera le paramètre retenu dans notre étude pour prendre en compte la capacité de gonflement de l'argile.

1.1.1.3.3. Flocculation

Dans le cas de la bentonite, les feuillets portent des charges négatives et des cations en solution vont potentiellement se lier aux feuillets et s'insérer dans les espaces interfoliaires comme cela a été évoqué précédemment. Un cation bivalent va lier deux feuillets entre eux. Un cation monovalent ne se liera qu'à un feuillet et neutralisera les charges en surface empêchant la formation de liaison avec d'autres particules d'argile. L'argile forme ainsi avec l'eau des solutions colloïdales complexes. On peut décrire pour un ensemble « argile + eau », un état dispersé ou un état floculé. La flocculation des particules d'argile va conférer au sol une hétérogénéité qui sera un point d'étude important à prendre en compte dans nos travaux.

1.1.1.3.4. Rétractation

Cette capacité de gonflement des argiles leur confère également des propriétés de rétractation importante. En effet lors d'un séchage, l'eau adsorbée entre les feuillets exerce une tension de succion qui va provoquer un phénomène de rétractation important de l'argile. Des phénomènes de fissuration dans un sol argileux peuvent être observés.

1.1.1.4. L'eau dans les sédiments

L'eau présente dans les sédiments peut être classée en quatre catégories (Figure 1-2) :

- L'**eau libre** qui n'est pas liée aux fines qui peut être appelée aussi **eau colloïdale** dans laquelle les particules sont en suspension.
- L'**eau capillaire** qui est liée aux fines par des forces de capillarité. Cette eau crée entre les grains des forces d'attraction.
- L'**eau adsorbée** ou **eau intercellulaire** qui est liée chimiquement aux particules.

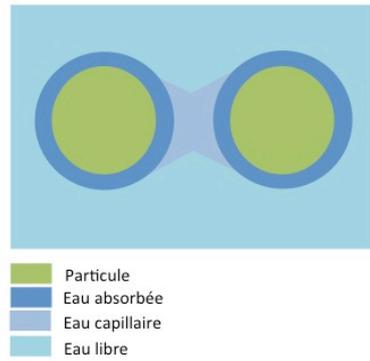


Figure 1-2 : L'eau dans les sédiments

Il est à noter que l'eau présente dans les sédiments fait intervenir deux mécanismes de sorption différents ; l'absorption et l'adsorption. L'absorption correspond à un processus physique et chimique dans lequel les atomes, les molécules ou les ions pénètrent dans une phase gazeuse, liquide ou solide alors que l'adsorption correspond à une rétention en surface. Dans le cadre de notre étude le terme absorption sera utilisé pour faire référence à la capacité de gonflement des argiles au contact de l'eau.

1.1.1.5. Les polluants dans les sédiments

La nature et la quantité des contaminants présents dans les sédiments sont deux paramètres importants dans l'appréhension d'une opération de dragage. Les polluants présents dans les sédiments peuvent être organiques ou inorganiques. La toxicité des polluants est évaluée par rapport à leur pouvoir de fixation qui dépend des conditions géochimiques et de la nature des solides.

Les **polluants inorganiques** correspondent à des sels inorganiques tels que les chlorures, les nitrates et les phosphates ou à des métaux lourds. Les principaux métaux lourds présents dans les sédiments issus du dragage sont l'arsenic, le cadmium, le chrome, le cuivre, le mercure, le nickel, le plomb et le Zinc. La contamination des sédiments dragués par les métaux lourds provient de l'activité industrielle tel que la métallurgie, l'industrie du textile, la production de teinture...etc. Les métaux lourds ont des propriétés toxiques qui peuvent être parfois cancérigènes et mutagènes. Les métaux lourds sont non biodégradables et peuvent s'associer avec les matières organiques ou inorganiques (In Vivo, 2002).

Les principaux **polluants organiques** présents dans les sédiments peuvent être classés en trois catégories :

- Les HAP,
- Les PCB et les TBT,

- Les détergents.

Ils sont toxiques mais se décomposent plus facilement. La contamination des sédiments par ces polluants organiques est due à l'activité humaine tels que l'incinération des ordures, l'utilisation de détergents de pesticides, les raffineries, etc. (In Vivo, 2002).

Les sédiments sont des réacteurs biochimiques capables d'adsorber et de transformer les polluants.

1.1.2. Filières de valorisation

Actuellement, différentes filières de valorisation ont été mises en place :

- Aménagement paysager,
- Remblaiement de carrière,
- Réhabilitation de sites naturels,
- Renforcement de berges,
- Valorisation agricole,
- Techniques routières,
- Produits de construction (béton, brique etc.).

Certaines filières de valorisation ne sont applicables que pour des sédiments inertes car les polluants présents dans les sédiments présente un risque de contamination des sols (Alzieu C., 1999). C'est le cas notamment de la valorisation agricole et des aménagements paysagers. Ces voies de valorisation ne peuvent pas être appliquées pour un sol constitué de fines. Les fines sont susceptibles d'être absorbées par les racines végétales et ainsi de les asphyxier (Ruban V., 2009).

1.1.2.1. Les Traitements

La valorisation des sédiments nécessite des opérations de traitement qui suivent souvent des prétraitements :

Les prétraitements ont pour but de réduire la teneur en eau des sédiments et de séparer les différentes couches dans les sédiments. La décantation peut être considérée comme un prétraitement naturel qui permet également de diminuer la teneur en sel.

Les traitements permettent de détruire, extraire ou immobiliser les polluants. Le traitement des sédiments nécessite des étapes particulières par rapport au traitement des sols car ils possèdent une capacité de rétention des polluants importante (Mulligan CN., 2001). Différents types de traitements sont employées selon l'état des sédiments et la filière de

valorisation choisie. Ces traitements peuvent être physiques, thermiques, biologiques ou chimiques :

Le **traitement physique** consiste à concentrer les polluants dans une fraction réduite et de la retirer (centrifugation, cyclonage, attrition, criblage, séparation magnétique ect.)

Le **traitement thermique** consiste à extraire les polluants par thermo-désorption. Ils existent différentes techniques comme la pyrolyse, l'incinération, la vitrification ou la calcination. Ces techniques sont souvent utilisées pour la valorisation en construction. Elles sont efficaces pour l'élimination des polluants organiques et l'immobilisation des métaux lourds mais elles sont souvent coûteuses et consomment beaucoup d'énergie. De plus la plupart des méthodes utilisées libèrent des vapeurs et des fumées qui nécessitent d'être traitées par la suite.

Le **traitement biologique** consiste à dégrader les polluants par l'action de micro-organismes. Ce procédé est très utile pour la dégradation des polluants organiques tel que le HAP. Il présente le désavantage de contaminer les sols et les nappes phréatiques et nécessite des temps de traitement long (sur plusieurs années).

Le **traitement chimique** consiste à extraire, stabiliser ou diminuer les polluants. L'extraction peut s'effectuer par lixiviation ou complexation avec l'utilisation d'un solvant. La diminution de la mobilité des métaux lourds peut s'effectuer par une phosphatation (Crannell B.S., 2000). La stabilisation des polluants peut s'effectuer par le procédé de solidification des sédiments avec l'utilisation de liants hydrauliques. Ce procédé est avantageux économiquement et écologiquement. Il est reconnu efficace pour l'inertage des polluants (Chen Q., 2009) (Malviya R., 2006) (Paria S., 2006). Il permet non seulement une fixation chimique des polluants mais également une solidification du sol en diminuant la perméabilité du matériau obtenu. Les liants hydrauliques ont la faculté de pouvoir agir sur la plasticité des argiles, leur gonflement et leurs rétractions face aux variations climatiques. Il existe plusieurs types de liant hydraulique (laitiers de haut fourneau, cendre volante, fumée de silice, chaux, ciment ect.) :

Les cendres volantes permettent de diminuer la plasticité des sols fins et améliorent la résistance en compression du sol (Bin-Shafique S., 2010).

La fumée de silice associée au ciment améliore également la résistance mécanique du matériau avec une valeur optimale de 10% de fumée de silice (Asavapisit S., 2001). Cependant il a été montré que l'utilisation de fumée de silice (en complément au ciment) diminue la résistance mécanique à long terme (Liang Y., 2012).

La chaux en association avec le ciment a été utilisée afin de traiter l'acide humique pour améliorer la prise du ciment (Dupain R., 2000). La chaux permet également de densifier le sol (Cai Y., 2006).

L'ajout d'autres additifs (sulfate de calcium, Triéthanolamine, chlorure de sodium) en complément du ciment a été étudié pour améliorer l'efficacité du traitement. Ces additifs ont pour but de diminuer la matière organique qui impacte les mécanismes d'hydratation du ciment (Chen H., 2006).

Certains procédés utilisent une combinaison de l'ensemble des traitements. C'est le cas du procédé Novosol qui correspond à une phosphatation suivit d'une calcination. La mise en place de ce procédé financé par l'entreprise SOLVAY a fait l'objet de nombreuses études depuis les années 1990 et a été breveté en 2002. Les sédiments traités par ce procédé ont principalement été valorisés en technique routière (Dia M., 2013) (Scordia P.Y., 2008) (Nguyen T.B., 2008) (Tribout C., 2010) mais également dans la fabrication de mortiers, de bétons (Agostini F., 2006) et de briques cuites (Lafhaj Z. S. M., 2008) (Samara M., 2007).

De nombreux projets de recherche et de développement sur la problématique de la gestion des sédiments rejetés à terre et leurs possibles valorisations se sont mis en place ces dernières années ; SEDIMARD, SEDIMATERIAUX, SEDIBET, SEDIGEST, SEDIVALD, SEDITOX, CEAMaS, SEDIGATE ect. Les filières de valorisations visées et les procédés utilisés sont multiples. De nombreux projets sont axés dans le domaine du génie civil tels que les techniques routières, la briqueterie, le béton et les travaux maritimes.

1.1.2.2. Filière de valorisation en génie civil

Aujourd'hui le génie civil consomme 423 millions de tonnes de granulats dont 330 millions sont produits en France dont 23,1% sont issus du recyclage (UNICEM, 2018). Les ressources des carrières diminuent et ne pourront bientôt plus répondre au besoin d'où l'enjeu aujourd'hui de trouver de nouvelles voies d'approvisionnement comme la valorisation des sédiments dragués. Les voies de valorisations sont multiples ; briqueterie, fabrication du ciment, technique routière, travaux maritimes (détaillés ci-dessous). Ces travaux font souvent appel à un traitement par liant hydraulique tel que le ciment et contribue à l'étude d'un nouveau matériau correspondant à une matrice cimentaire à base de sédiments. Certains travaux ont été consacrés à l'étude plus générale des matrices cimentaires où le sable ou le ciment sont substitués aux sédiments.

1.1.2.2.1. Valorisation dans la briqueterie

De nombreux travaux de recherche ont été consacrés à la valorisation dans la fabrication de briques cuites (Cappuyns V., 2015) (Hamer K., 2002) (Samara M., 2007) (Xu Y., 2014) (Benyerou D., 2017). Les briques sont traditionnellement fabriquées à partir de terres argileuses. Aujourd'hui 6 à 7 millions de tonnes d'argile par an sont utilisées en France dans la fabrication de brique cuite (Fédération Française des Tuiles et Briques). Le procédé correspond à sécher, broyer et cuire (à 900°C) l'argile. La valorisation dans la briqueterie des sédiments qui comportent une fraction d'argile représente une solution intéressante. La présence d'hématite (composée d'oxyde de fer) est un atout clés pour la fabrication de brique cuite. En effet le fer permet de faire baisser la température de fusion des autres minéraux. La granulométrie et la minéralogie du sédiment en substitution au sable et à l'argile améliorent la qualité de la brique (Samara M., 2007).

1.1.2.2.2. Valorisation dans la fabrication du ciment

La composition minéralogique des sédiments est un atout clés pour leur valorisation dans la fabrication du ciment. En effet le quartz, le carbonate de calcium et l'oxyde de fer constituent des éléments permettant la fabrication du clinker. Le procédé suivant est utilisé : les sédiments sont séchés, broyés et tamisés pour ensuite être mélangés avec des matières premières du clinker. Les mélanges sont cuits pour obtenir du clinker pour être ensuite ajoutés à du gypse pour former le ciment Portland. (Dalton J.L., 2004) a montré l'efficacité de substituer 12% des matières premières du clinker par les sédiments du port de New York et du port de New Jersey. Les travaux menés par (Aouad G., 2012) dans le cadre de la valorisation de sédiments issus d'un bassin industriel du Nord de la France ont mis en place la fabrication d'un ciment contenant 39% de sédiments tout aussi réactif que les ciments traditionnels.

1.1.2.2.3. Valorisation en technique routière

La filière des techniques routières est l'une des plus développées pour la valorisation des sédiments issus du dragage rejetés à terre car celle-ci doit répondre à une demande en granulats en grande quantité et à faible coût. Elle fait appel à de multiples techniques et une grande variété de matériaux. Une structure routière correspond à 5 couches ; terrassement, couches de forme, couche de fondation, couche de base et couche de roulement. Utiliser un matériau en technique routière nécessite de connaître ses propriétés physiques afin de lui attribuer une classe indiquée par le guide de terrassement routier (GTR, 1992). Les sédiments sont classés à partir de leur granulométrie, leur fraction argileuse, leur teneur en matière

organique et leur teneur en eau. Selon leur classification, le support (GTS, 2000) définit le type de traitement à appliquer pour leur utilisation (Ben Abdelghani F., 2014).

De nombreux travaux de recherche ont été effectués pour développer cette voie de valorisation des sédiments issus du dragage rejetés à terre (Colin C., 2003) (Dubois V., 2006) (Tran N.T., 2009) (Wang D., 2011) (Maherzi W., 2013) (Nguyen T.B., 2008) (Scordia P.Y., 2008) (Dia M., 2013). La plupart fait principalement appel au traitement chimique par liant hydraulique.

En 2012, la première route à partir de sédiments marins (structure de base) a été construite dans le cadre de la démarche SEDIMATERIAUX. Plus de 450m³ de sédiments ont été utilisés pour ce projet avec 1m³ de sédiments pour 10m² de voirie (Robin P., 2012).

1.1.2.2.4. Valorisation en travaux maritimes

Des travaux menés par (Maherzi W. S. N., 2018) étudient la valorisation des sédiments de dragage dans un béton autoplaçant dans la fabrication d'acropole pour la construction d'une digue. Les sédiments sont traités au préalable au ciment. Le béton est ensuite fabriqué en remplaçant partiellement (5%, 10%, 15% et 20%) les granulats par les sédiments traités. Des adjuvants sont utilisés pour améliorer l'ouvrabilité à l'état frais et pour accélérer le durcissement du ciment. Les bétons fabriqués atteignent les performances souhaitées avec une résistance mécanique supérieure à 40MPa. Ce type de procédé est intéressant mais la substitution de sédiments reste faible et la quantité de ciment utilisée est importante.

1.1.2.2.5. Valorisation en matrice cimentaire

Plusieurs recherches ont été consacrées à la faisabilité de valoriser des sédiments fluviaux ou marins dans différents matériaux cimentaires aux applications diverses (Dang T.A. K.-B. S., 2013) (Dang T.A., 2011) (Lafhaj Z. D. Z.-H.-A., 2012) (Limeira J., 2011) (Ez Zaki H., 2016) (Agostini F., 2006) (Ernesto, 2010) (Anger B., 2014) (Duan Z., 2013) (Bel-Hadj-Ali I., 2013) (Moukhchan F., 2011).

Dans les travaux de (Agostini F., 2006) les sédiments marins sont traités par le procédé Novosol. La substitution du sable à 33% avec les sédiments traités (5% fraction argileuse, 59% fraction limoneuse et 36% fraction sableuse) a permis d'augmenter la résistance mécanique de 42% par rapport à un mortier ordinaire. L'utilisation des sédiments améliore la qualité de l'adhérence entre la pâte et le granulat.

(Dang T.A., 2011) a étudié la valorisation des sédiments marins après un traitement correspondant à un lessivage suivi d'un traitement thermique (à 650°C et à 850°C) comme matériau de construction. Une formulation optimale de substitution de 33% du ciment avec

les sédiments traités a permis d'obtenir un matériau présentant des valeurs en résistance mécanique plus élevée que ceux du mortier ordinaire.

(Limeira J., 2011) a étudié la valorisation d'un béton substituant le sable avec les sédiments issus du Port de Barcelone. Les sédiments du Port de Barcelone s'avèrent peu pollués et faiblement argileux. Aucun traitement n'a donc été prévu. L'application visée correspond à des travaux maritimes.

1.1.3. Synthèse et choix de la filière de valorisation dans le cadre de notre étude

La plupart des traitements présentés ci-dessus ont montré leur efficacité cependant leur coût ainsi que l'impact écologique du traitement et de leur acheminement vers des plateformes équipées restent un inconvénient majeur. Une valorisation in situ des sédiments de dragage sur le site à draguer permettrait de s'affranchir de cette logistique et présente ainsi un avantage économique et écologique important par rapport à ces solutions déjà envisagées. Cependant la problématique de la présence des polluants dans les fines empêche une réutilisation sans traitement préalable. L'inertage par ajout d'un liant hydraulique tel que le ciment est une solution peu couteuse et applicable sur le site du dragage. Dans cette voie de valorisation, les sédiments issus du dragage constituent la matière première à la fabrication d'un béton. Ce béton a pour but d'être mise en œuvre sur le lieu du site de dragage pour des travaux de rénovation de quai. Développer une telle voie de valorisation permettrait de plus de s'affranchir de l'acheminement de la matière première nécessaire à la fabrication de ce béton réduisant ainsi le coût et l'impact environnemental de cette opération. La solution de stabilisation par liant hydraulique tel que le ciment sera envisagée dans le cadre de notre étude pour des sols argileux dont les voies de valorisation sont encore mal établies. Un sol argileux issu du dragage ne répond pas aux mêmes caractéristiques des granulats issus de carrière traditionnellement utilisés dans un béton classique (absence de squelette granulaire, gonflement, rétractation). Plusieurs aspects liés aux caractéristiques de l'argile sont donc à étudier pour envisager la fabrication et l'utilisation d'un tel matériau.

1.2. Les bétons à base de sédiments

La fabrication d'un béton à base de sédiments correspond à un traitement dit de stabilisation par solidification. La solidification est une transformation physique du déchet en un solide compact qui ne modifie pas le caractère polluant du déchet mais emprisonne ses polluants dans une matrice cimentaire. La question est donc de savoir si ce traitement est

efficace en évaluant le relargage des polluants des sédiments enfermés dans la matrice cimentaire. En même temps de répondre à un critère de rétention des polluants, le béton doit répondre aux critères concernant les propriétés mécaniques et la durabilité du matériau. Différentes études ont permis d'approfondir les connaissances sur les propriétés de ce type de matériau afin d'orienter nos travaux. Avant de présenter les spécificités du béton à base de sédiments, les mécanismes du ciment ont été détaillés afin de mieux comprendre les caractéristiques de la matrice cimentaire.

1.2.1. Mécanismes d'hydratation du ciment

1.2.1.1. Hydratation du ciment portland

Un ciment est initialement constitué de quatre phases minérales :

- L'alite : le silicate tricalcique C_3S ,
- La bélite : le silicate bicalcique C_2S ,
- La célite : l'aluminate tricalcique C_3A ,
- La ferrite : ferro-aluminate tétracalcique C_4AF .

Les mécanismes d'hydratation du ciment donnent de nouvelles phases pouvant se combiner entre elles ou avec les phases initiales. Ces réactions ont lieu dès le contact de l'eau avec le ciment et se poursuivent tout le temps de la vie du béton. On distingue principalement 5 étapes dans les mécanismes d'hydratation du ciment.

Etape 1 : Réactions initiales

Cette étape débute dès la mise au contact du ciment avec l'eau et dure quelques minutes. Elle conduit à un fort dégagement de chaleur et à une alcalinisation du pH de l'eau de gâchage. La réaction qui a lieu correspond à celle du silicate tricalcique et du silicate bicalcique avec l'eau pour former des silicates de calcium hydratés noté CSH et l'Ettringite. Le CSH correspond à un composé non cristallin qui a les caractéristiques d'un gel.

Etape 2 : Période dormante

Cette étape se caractérise par un ralentissement des réactions de l'eau avec les silicates de calcium. Ces réactions sont freinées par la formation du gel CSH autour des grains anhydres du ciment. Un faible dégagement de chaleur a lieu dans cette phase. La durée de cette étape est estimée à quelques heures.

Etape 3 : Période de prise

Le film du gel CSH est cassé provoquant ainsi la poursuite des réactions entre les silicates de calcium et l'eau. Lors de cette phase la Portlandite ($Ca(OH)_2$) se cristallise dans les pores du

CSH. La cristallisation de la Portlandite se traduit par la rigidification du matériau. Un fort dégagement de chaleur a lieu lors de cette période. La Portlandite se présente sous forme de fines plaquettes hexagonales empilées en amas compacts (Deschamps, 2009).

Etape 4 : Période de durcissement

La durée de cette période est estimée à plusieurs mois. La formation du gel CSH par les réactions de l'eau avec les silicates de calcium a toujours lieu. L'Ettringite précipite et se cristallise dans les pores du CSH sous forme d'aiguilles. En présence de sulfate, l'Ettringite secondaire peut se former qui est différenciée de l'Ettringite primaire qui se forme dès les premiers mécanismes d'hydratation (Benzaazoua, 1996).

Etape 5 : Période de ralentissement

A partir de 28 jours, les réactions d'hydratation de l'alite et de la célite sont fortement ralenties par la diminution de la diffusion des ions causée par l'espace occupé par les hydrates déjà formés. Un béton classique est supposé être chimiquement stable à partir de 6 mois.

1.2.1.2. Interaction métaux lourds / matrice cimentaire

Les métaux lourds présents dans les sédiments peuvent impacter les mécanismes d'hydratation du ciment. Le Plomb, le Cuivre et le Zinc ont un effet retardateur de prise du ciment en se précipitant sous forme d'hydroxyde autour des grains anhydres du ciment et sur les surfaces du gel CSH empêchant ainsi son développement (Murat M. S. F., 1996) (Deschamps, 2009).

Les hydroxydes métalliques tel que l'hydroxyde de Zinc se forme en milieu basique lors des premiers mécanismes d'hydratation du ciment. Les ions Zn^{2+} présents en milieu acide peuvent se substituer au calcium dans les hydrates (Poon C.S. P. C., 1985) et retarder la formation de la Portlandite (Kakali G., 1998) (Ortego J.D., 1989). Ces effets sont cependant souhaités car ils permettent de fixer les polluants dans la matrice cimentaire et ainsi d'éviter le relargage. Le Zinc et de manière générale les polluants métalliques peuvent également agir comme centre de nucléation et rester ainsi piégés dans les hydrates formés (Roy A., 1992) (Murat M. S. E., 1990).

La présence de Zinc diminue également la perméabilité de la matrice cimentaire en favorisant la formation d'Ettringite (Poon C.S. C. A., 1986) (Poon C.S. P. C., 1985). Ainsi bien que les mécanismes d'hydratation soient ralentis, les performances mécaniques peuvent être améliorées par la présence de Zinc.

1.2.1.3. Interaction matière organique / matrice cimentaire

La matière organique présent dans les sédiments joue aussi le rôle de retardateur de prise en empêchant la polymérisation du gel CSH pouvant impacter négativement les caractéristiques mécaniques finales du matériau (Loustau Cazalet, 2012).

1.2.1.4. Influence salinité dans les mécanismes d'hydratation

L'eau de mer contient différents types de sels dissous. Principalement composé de NaCl (30g/L), elle contient également du MgCl₂ (3,8g/L), du MgSO₄ (1,7g/L), du CaSO₄ (1,3g/L) et du Na₂SO₄ (0,9g/L). L'eau de mer est légèrement basique.

La présence de ces différents sels peut impacter les mécanismes d'hydratation à différents niveaux. Lors de l'évaporation de l'eau de mer, le chlorure de sodium forme des cristaux appelés halite qui provoquent une augmentation des contraintes dans le béton. Le chlorure de sodium et de magnésium se combinent avec la Portlandite Ca(OH)₂ en formant des chlorure de calcium. Ce composé est très soluble. La matrice cimentaire peut facilement être délavée et ainsi se fragiliser. Le chlorure de sodium peut également se combiner à l'aluminate tricalcique et former du monochloroaluminate de calcium hydraté. Ce composé se nomme sel de Friedel. Sa formation n'altère pas les propriétés de la matrice cimentaire mais sa combinaison avec une présence importante de sulfate peut conduire à un caractère expansif qui affecte la structure de la matrice cimentaire et altère ces caractéristiques mécaniques.

Le magnésium peut se combiner avec le gel CSH et former des silicates de magnésium hydratés MSH. Ce composé moins cohérent que le gel CSH va impacter la résistance mécanique du béton (Loustau Cazalet, 2012).

1.2.2. Propriétés d'un béton à base de sédiments

1.2.2.1. Fabrication

Dans le cas d'un traitement par le ciment des sédiments directement après avoir été dragués, l'eau issue du dragage constitue l'eau de gâchage utilisée par le ciment pour ses mécanismes d'hydratation. Le dosage du ciment doit donc être adapté à la teneur en eau des sédiments dragués.

De plus l'eau absorbée par les sédiments est d'autant plus importante si ceux-ci sont constitués d'argile et si celle-ci est active. La fabrication d'un tel matériau doit pouvoir s'adapter à la qualité plus ou moins argileuse des sédiments issus du dragage et donc à la limite de liquidité des sédiments.

1.2.2.2. Propriétés mécaniques

Une étude menée par (Agostini F., 2006) à l'école centrale de Lille s'est intéressée à la valorisation des sédiments issus du dragage dans les matériaux à matrice cimentaire en appliquant aux sédiments au préalable un traitement appelé Novosol correspondant à une phosphatation suivit d'une calcination. Les sédiments ont une granulométrie correspondant à 5% de la fraction argileuse, 59% de la fraction limoneuse et 36% de la fraction sableuse. Plusieurs pourcentages de substitutions du sable par les sédiments ont été testés. Les essais mécaniques ont été menés sur des éprouvettes cylindriques d'élanement 2 de diamètre 36mm. Les résultats des essais mécaniques en compression révèlent un optimum de la résistance mécanique pour 33% de substitution du sable par les sédiments issus du dragage (Figure 1-3). Cet optimum est attribué à une compacité du squelette granulométrique liée à la teneur en fine. Au-delà de 33%, l'augmentation du taux de substitution impacte la résistance mécanique. L'étude met également en évidence la forte diminution du module d'élasticité statique avec la substitution des sédiments. Les sédiments utilisés dans le cadre de cette étude sont composés d'une faible fraction argileuse laissant présager des performances mécaniques médiocres pour un béton réutilisant un sol particulièrement argileux (absence de squelette granulaire).

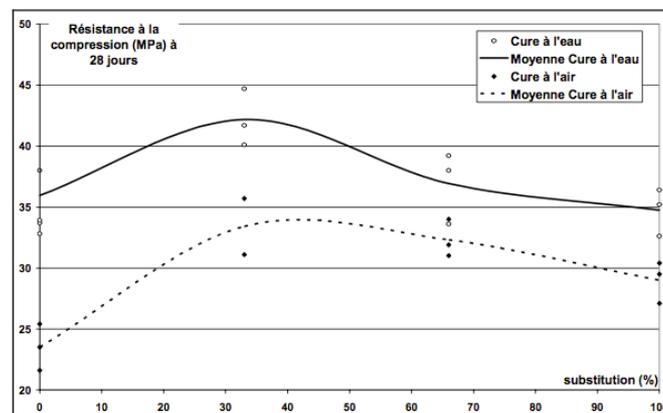


Figure 1-3 : Résistance à la compression en fonction du taux de substitution et des conditions de cures (Agostini F., 2006)

Dans les travaux menés par (Achour S., 2013) au laboratoire Génie Civil et Environnemental des Mines de Douai, un béton à base de 12,5% et de 20% de sédiments marins en substitution au sable (diamètre moyen de 2mm) présente respectivement une résistance mécanique en compression de 40MPa et de 31MPa (norme ASTM C 39-02). La diminution des performances mécaniques est expliquée par l'augmentation de la porosité, des microfissures internes et de l'hétérogénéité du matériau qui a été étudiée par les analyses

DRX et MEB. L'augmentation du taux de substitution dans la formulation du béton montre une diminution significative des performances mécaniques.

(Azrar H., 2014) a mené une campagne pour des bétons avec un dosage en ciment important correspondant à 350kg/m^3 avec des taux de substitution du sable par les sédiments de 5%, 10%, 20% et 40%. Les résultats des essais mécaniques en compression (Figure 1-4 gauche) présentent des résistances mécaniques intéressantes mais montrent cependant une chute de la résistance mécanique avec le taux de substitution des sédiments. Le module d'élasticité statique décroît également avec l'ajout de sédiments. Cette diminution des performances mécaniques est liée à l'augmentation de la porosité du matériau (Figure 1-4 droite).

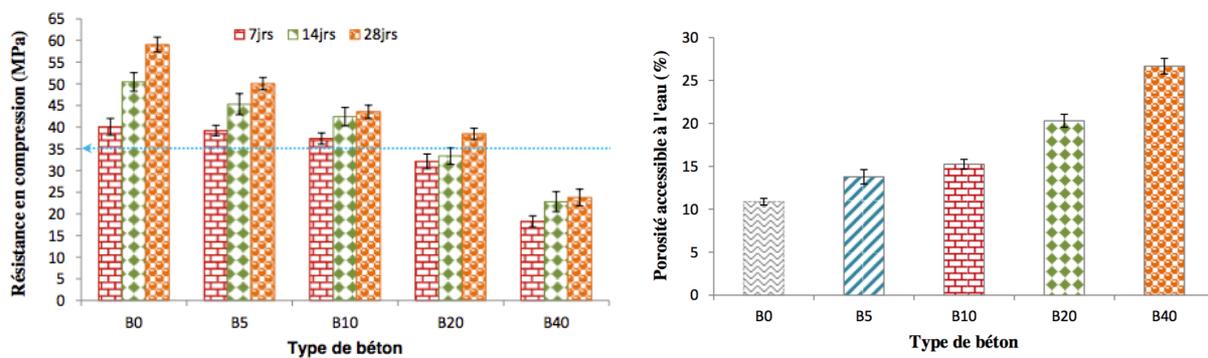


Figure 1-4 : Résistance à la compression (gauche) et porosité accessible à l'eau (droite) des bétons (Azrar H., 2014)

Cette augmentation de la porosité est attribuée à la présence de fines dont la structure en feuillet engendre la présence de vide dans le matériau.

(Moukhchan F., 2011) met également en évidence l'impact de la substitution du sable par les sédiments au niveau des performances mécaniques. La formulation du matériau correspond à un dosage important en ciment avec $2/3$ de ciment et $1/3$ de granulats. La résistance mécanique chute de $45,5\text{MPa}$ à $17,8\text{MPa}$ pour un matériau totalement substitué par des sédiments présentant $36,6\%$ de sable, $50,8\%$ de limon et $12,6\%$ d'argile par rapport à un mortier référence. Le dosage en ciment important permet d'obtenir des résistances mécaniques intéressantes mais celles-ci diminuent de manière considérable pour un dosage en ciment plus faible. Dans le cadre du projet SEDIMATERIAUX (Sannier, 2013), un traitement des sédiments par le ciment avec un dosage massique d'environ 15% de matière sèche présente une résistance en compression du matériau de 1MPa . L'étude (Azrar H., 2014) a effectué des formulations avec un dosage en ciment de 6% . Les sédiments utilisés sont constitués de $1,83\%$ de la fraction argileuse, de $6,22\%$ de la fraction limoneuse et de $73,18\%$

de la fraction sableuse. Différents taux de substitutions du sable par les sédiments ont été testés. Les différentes formulations testées sont présentées Tableau 1-2.

Tableau 1-2 : Composition des formulations formées de sédiments du Port de Saint-Louis (Azrar H., 2014)

Formulations	Sédiment PSL (% de MS)	Sable Someca (% de MS)	Ciment Cibecor (% de MS)
A1	94,00	0,00	6
C2	47,00	47,00	6
D2	28,20	65,80	6

Les essais mécaniques en compression ont été menés sur des éprouvettes cylindriques d'élanement 2 avec un diamètre de 5cm à 7jours et 28jours de cure. La formulation A1 (substituant à 100% le sable par les sédiments) présente une résistance mécanique à 28jours de 0,5MPa (Figure 1-5).

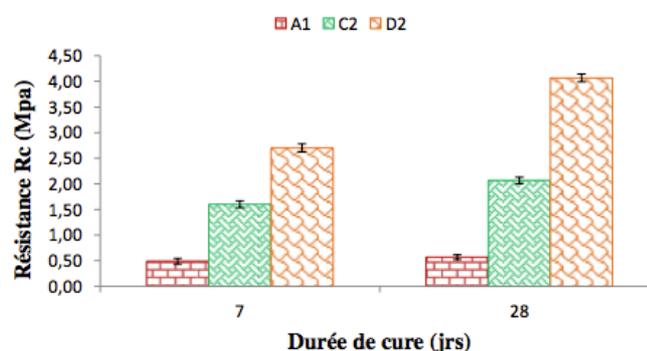


Figure 1-5 : Evolution de la résistance en compression (Azrar H., 2014)

Dans le cadre des travaux de valorisation des sédiments marins du port de Bessin (Ernesto, 2010), un traitement avec 2% de ciment, 3% de chaux a permis d'obtenir une résistance mécanique en compression à 28jours de 0,62MPa pour un matériau substituant à 100% les granulats traditionnellement utilisés par des sédiments issus du dragage. Ces sédiments sont constitués de 9% à 14% d'argile, de 75 à 79% de silteuse et de 11 à 13% de sable. Ces performances mécaniques tendent à privilégier une application en tant que matériau de remblai.

Toutes ces études montrent l'impact néfaste de la présence de fines dans le béton au niveau des performances mécaniques. Bien que certaines études présentent des résistances mécaniques intéressantes et comparables à un béton ordinaire, ces mêmes études ont utilisé un dosage en ciment important, se sont limitées à la substitution d'une certaine partie du sable par les sédiments issus du dragage ou bien utilisent des sédiments dont la fraction argileuse est faible. Pourtant aujourd'hui ce sont bien les fines qui posent problème dans la réutilisation des

sédiments. C'est essentiellement cette partie des sédiments que nous cherchons à valoriser. L'utilisation d'un tel matériau est orientée vers une application en remblai.

1.2.2.3. Retrait

Le retrait est un des paramètres clés pour caractériser un béton. Il permet d'évaluer les variations dimensionnelles du matériau après sa mise en place. Avant d'évaluer le retrait du béton à base de sédiments, les différents types de retrait dans un béton classique sont présentés.

1.2.2.3.1. Généralité

Le retrait est un phénomène complexe qui peut être provoqué par différents facteurs. Il existe en effet plusieurs types de retrait :

Retrait thermique. Il se manifeste à partir de quelques dizaines d'heures à quelques semaines. Les premiers mécanismes d'hydratation du ciment sont exothermiques et provoquent un dégagement de chaleur dont la calorimétrie est présentée Figure 1-6. Le matériau se dilate. Une fois que ces premières réactions ont eu lieu le matériau revient à la température ambiante. Le béton qui a déjà pris génère des contraintes de traction à l'intérieur du matériau. Si ces contraintes sont supérieures à la résistance en traction, le matériau se fissure.

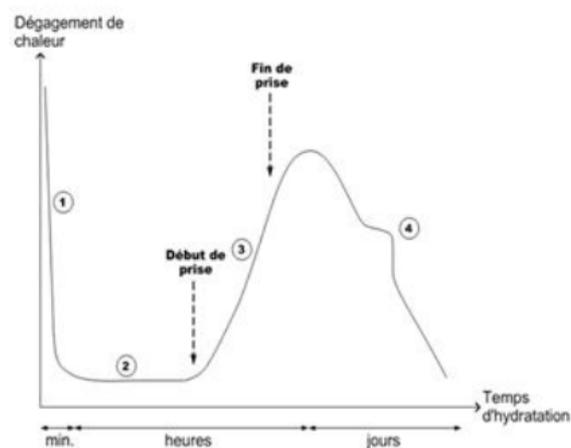


Figure 1-6 : Courbe caractéristique de calorimétrie isotherme d'un ciment (Souchu, 2009)

Retrait par dessiccation aussi appelé retrait exogène. La différence de taux d'humidité entre le milieu ambiant et le matériau génère une évaporation de l'eau de celui-ci. Cette évaporation d'eau provoque une réorganisation des particules et des pores dans le matériau et ainsi une diminution de son volume. L'intérieur de l'éprouvette est alors moins sujet à une réorganisation de la structure du matériau que la partie extérieure. Cette

différence génère des contraintes en traction ce qui peut entraîner des fissures lorsque la contrainte en traction dépasse la résistance du matériau. Pour ce retrait il faut différencier le type d' « eau » qui s'évapore ; l'eau liée ou l'eau libre. En premier lieu c'est l'eau libre qui s'évapore. Si le taux d'humidité en dessous de 90%, une partie de l'eau liée peut s'évaporer. Il est à noter que plus l'apport d'eau est important plus le retrait par dessiccation sera important. La capacité d'évaporation du matériau est liée à la taille des pores. En effet l'eau va remonter à la surface du matériau par capillarité. Plus la taille du pore sera faible, plus les contraintes exercées par la remontée de l'eau seront importantes et engendreront un retrait important.

Retrait Endogène aussi appelé retrait par auto-dessiccation ou retrait chimique. Le volume des hydrates formés est légèrement inférieur au volume du ciment anhydre et de l'eau. Cette perte en volume est appelée « contraction Chatelier » (Aïtcin P.C., 1998). La diminution du volume peut atteindre 10% du volume initial. Cette contraction augmente inversement avec le rapport E/C. Plus on rajoute de l'eau au béton moins le retrait endogène sera important. Le retrait endogène se manifeste entre 0 et 4 jours.

Retrait plastique Il est provoqué par une évaporation de l'eau en surface trop rapide par rapport au transfert d'eau dans le matériau. Il génère des fissurations en surface. Pour éviter ce genre de retrait, les conditions de cure doivent être adaptées.

Retrait de carbonatation. Il se manifeste après plusieurs jours lorsque le matériau est soumis à un fort taux de dioxyde de carbone.

Les différents types de retrait peuvent se cumuler et le retrait total correspond donc à la somme de ces retraits.

1.2.2.3.2. Retrait d'un béton à base de sédiments

Étant donné leur capacité de gonflement, les fines sont sensibles aux conditions hydrométriques auxquelles elles sont soumises. Elles sont sujettes à une forte rétractabilité. La présence de fines dans un béton à base de sédiments peut donc amplifier le retrait déjà observé dans un béton classique.

Plusieurs études axées sur la valorisation des sédiments dans le béton ont mis en évidence une augmentation du retrait final de dessiccation avec le taux de substitution en sédiments (Agostini F., 2006) (Eid J., 2016).

Un béton substitué par des sédiments à hauteur de 66% (MS66) et 100% (MS100) a un retrait final par dessiccation multiplié respectivement par 5 et par 8 par rapport au béton de référence avec 0% de substitution notée MR (Figure 1-7) (Agostini F., 2006).

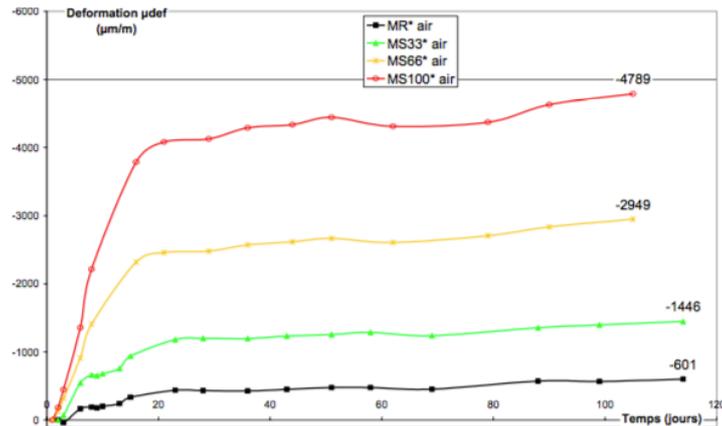


Figure 1-7 : Evolution du retrait par dessiccation en fonction du temps pour des éprouvettes 4x4x16cm³ (Agostini F., 2006).

Une étude axée sur l'élaboration d'un éco-géo-matériau à base de terre crue a également souligné l'augmentation du retrait due à la présence de fines qui favorisent une absorption importante d'eau (Eid J., 2016). Cette étude préconise d'éviter de sécher les échantillons au cours des premiers jours car un séchage rapide provoque une mauvaise hydratation de la pâte de ciment induisant un retrait important. Ce séchage rapide induit la formation de plusieurs agglomérats de particules autour des hydrates de ciment au lieu d'une pâte continue. Des endommagements locaux liés à la microfissuration due au retrait sont également observés.

(Dang T.A., 2011) a mis en évidence un retrait endogène avec l'ajout de sédiments. Ce retrait est attribué au manque d'eau pendant l'accélération de l'hydratation dû à la consommation de l'eau par les sédiments.

Il est à noter que en contradiction avec les études présentées ci-dessus certaines études ont pu montrer que la substitution du sable par les fines dans un béton diminue son retrait total. En effet la compacité de la microstructure et l'affinement des pores par la substitution du sable par les fines mènent à une baisse de la perméabilité. Ceci empêche la diffusivité de l'eau limitant sa succion dans le matériau et par conséquent diminuant le retrait par dessiccation (Bouhamou N.E., 2014). Dans le cas d'une substitution total du sable par les fines, l'absence de squelette granulaire ne permet pas cette compacité de la microstructure. Il semblerait donc qu'un béton utilisant un sol particulièrement argileux soit sujet à un retrait important.

1.2.2.4. Propriétés de transferts

Les propriétés de transferts permettent de décrire la capacité d'un matériau à être pénétré par des agents extérieurs ce qui peut altérer les performances du béton au cours de sa vie. Les applications portuaires visées soumettent le matériau à une exposition d'agents

agressifs tels que le sel mais aussi des polluants pouvant être présent dans l'eau de mer. Les propriétés de transferts sont liées au réseau poreux. Le réseau poreux peut être évalué par des mesures de perméabilité et de porosité.

Plusieurs études ont pu mettre en évidence la faible perméabilité des bétons à base de sédiments (de l'ordre de $10^{-17}m^2$). Il a été mis en évidence une sensibilité de la perméabilité au taux de substitution des granulats par les sédiments. Dans l'étude de (Agostini F., 2006), un optimum du taux de substitution des sédiments égal à 33% (MS33) est observé pour minimiser la perméabilité du matériau (Figure 1-8).

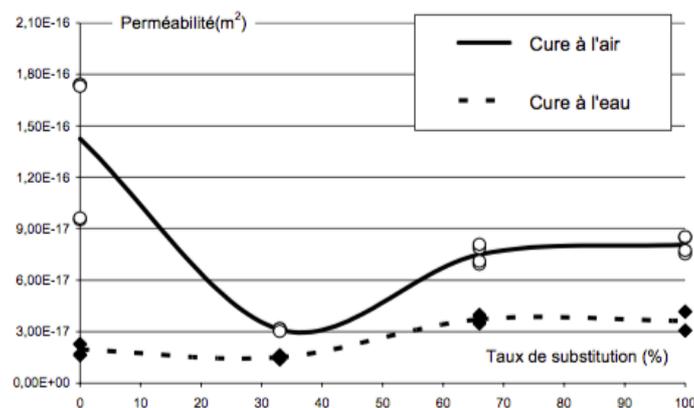


Figure 1-8 : Evolution de la perméabilité apparente à l'argon en fonction du taux de substitution (Agostini F., 2006)

Plusieurs facteurs intervenant dans la perméabilité du matériau sont présentés pour expliquer cette sensibilité de la perméabilité au taux de substitution des sédiments. Il a été soulevé que la présence de fines améliore l'interface pâtes/granulats. Parallèlement à cet effet, les microfissurations dues au retrait peuvent augmenter la perméabilité. Il a été établi également que l'eau absorbée par l'argile joue le rôle de réservoir d'eau permettant une poursuite des mécanismes d'hydratation ce qui permet aux hydrates de continuer à croître abaissant ainsi la perméabilité (Agostini F., 2006).

Dans les travaux de (Azrar H., 2014) des mesures de porosité au mercure ont été effectuées sur un béton avec trois taux de substitution différents. Les porosités totales des bétons avec un taux de substitution de 0%, 10% et 20% sont respectivement égales à 8,98%, 10,88% et 13,51%. L'augmentation de la porosité avec la substitution s'accompagne d'une diminution du diamètre moyen des pores. Les résultats de la porosité différentielle selon le diamètre de pores (Figure 1-9) permettent de voir que l'effet de l'ajout des sédiments est marqué pour des diamètres inférieurs à $1\mu m$.

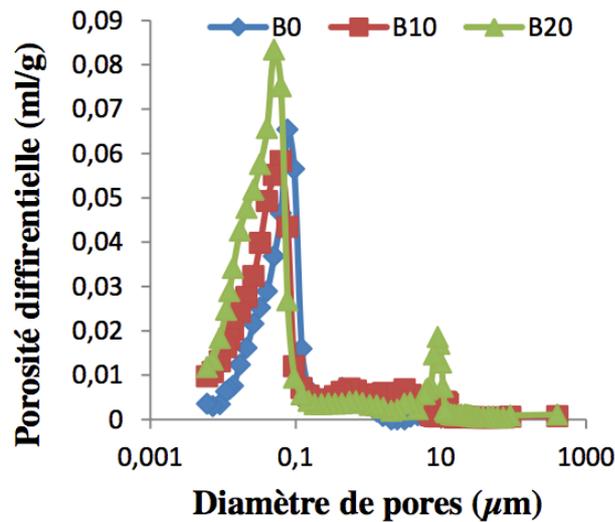


Figure 1-9 : Porosité différentielle des bétons étudiés (Azrar H., 2014)

(Ez Zaki H., 2016) a mis en évidence une augmentation de la porosité avec le taux de substitution des granulats mais qui s'accompagne d'une diminution de la perméabilité au gaz. Ce phénomène serait attribué à la présence des fines qui augmente la porosité du matériau mais qui participera à rendre les pores moins connectés. Ces travaux mettent aussi en évidence l'influence du dosage en ciment dont l'augmentation participe à la réduction de la perméabilité.

(Dang T.A., 2011) met également en évidence des valeurs de perméabilité inférieure à celle d'un mortier ordinaire. La diminution de la perméabilité avec l'utilisation de sédiments est expliquée par la présence de pores moins connectés bien que la porosité apparente est plus élevée. Des observations microscopiques montrent la formation d'une couche dense à l'interface des grains de sables et de la pâte de ciment. Il est cependant mis en avant que la perméabilité d'un béton à base de sédiments augmente avec le taux de substitution car l'apport en fine augmente la porosité du matériau.

Les résultats de ces études sont assez contrastés sur l'effet des sédiments sur les propriétés de transfert d'un béton à base de sédiments. Il semblerait que les sédiments apportent une certaine porosité au matériau mais leur contribution dans l'étendue du spectre granulométrique permet également de réduire la perméabilité. Dans le cadre de notre étude pour la valorisation d'un sol argileux dans la confection d'un béton, l'absence de squelette granulaire laisse penser que la présence des fines donnera lieu à un matériau particulièrement poreux dont la connectivité et l'ouverture reste à étudier.

1.2.2.5. Relargage des polluants

Les différents traitements étudiés dans les travaux (Ernesto, 2010) correspondent à l'utilisation de 2% et 5% de ciment avec l'ajout en différentes proportions de chaux, cendres volantes et fumées de silice. Tous ces traitements ont montré leur efficacité au niveau de l'inertage des polluants. Les sédiments bruts présentent une forte teneur en cuivre qui dépasse le niveau seuil N2 défini par GEODE (cas non-immmergeable). Les résultats des essais de lixiviation (critère PH14 de l'arrêté du 18 avril 2002) sur les sédiments traités aux liants hydrauliques indiquent une diminution significative du relargage du cuivre permettant ainsi l'utilisation d'un tel matériau sans impact environnemental selon le critère PH14.

L'étude menée par (Achour S., 2013) au laboratoire Génie Civil et Environnemental des Mines de Douai sur la caractérisation d'un béton de sable en partie substitué par des sédiments de dragage a évalué son impact environnemental. La capacité de relargage des polluants d'un tel béton a été évaluée à partir d'un essai de lixiviation et a été comparée aux sédiments bruts et à la législation pour une utilisation pour des infrastructures portuaires. Les résultats sur l'éluât récupéré après les essais de lixiviation sur des bétons dont le sable a été substitué à 12% et 20% avec des sédiments issus du dragage indiquent que la concentration des métaux lourds est très inférieure aux seuils définis par la réglementation. Le relargage des métaux lourds des deux bétons reste inférieur à celui du sédiment brut ; une diminution significative au niveau des chlorures et sulfates a été constatée. Le relargage des éléments organiques est faible par rapport au contenu total des sédiments bruts. Cela serait dû à la création de liaisons entre les composants du béton et à la formation d'une barrière des composés chimiques lors de la fabrication du béton à base de sédiments marins. Les transferts vers le milieu naturel sont donc fortement limités voire inexistant (Achour S., 2013).

Les travaux menés par (Azrar H., 2014) ont étudié le relargage des éléments traces d'un béton substitué à 10% et 20% par des sédiments de dragage avec un dosage en ciment correspondant à 350kg/m³. Ce matériau présente un relargage nettement inférieur aux sédiments brut pour les éléments Cu, Pb et Zn (Tableau 1-3) et inférieur aux valeurs seuil définies par la réglementation pour chaque élément.

Tableau 1-3 : Teneurs en éléments traces du sédiment brut et des bétons B10 et B20 (Azrar H., 2014)

Eléments	Concentration totale du matériau (mg/Kg de matière sèche)				
	B10	B20	SD	Niveau N1	Niveau N2
As	6,3	7,1	11,6	25,0	50
Cd	0,3	0,3	0,7	1,2	2,4
Cr	29,7	32,9	54,3	90,0	180
Cu	48,4	57,3	87,9	45,0	90
Ni	11,8	13,9	11,4	37,0	74
Pb	24,1	33,5	238,6	100,0	200
Zn	53,3	57,8	309,8	276,0	552

Les différents traitements appliqués dans ces études utilisant divers liants hydrauliques dans des proportions différentes ont montré leurs efficacités au niveau de l'inertage des polluants tels que les métaux lourds. Les bétons obtenus à partir de sédiments rejetés à terre ne présente pas d'effets négatifs sur l'environnement et une utilisation d'un tel matériau en aménagement portuaire est possible. Le dosage en ciment reste un paramètre influençant ce relargage qui impacte également la perméabilité du matériau. Dans le cas d'un sol particulièrement argileux l'augmentation de la perméabilité va jouer sur l'efficacité de l'inertage.

(Moudilou E., 2000) a mis en évidence des mécanismes de relargage différents selon les types de polluants. Les métaux lourds divalents comme le Zinc le Plomb, le Nickel et le Cuivre s'incorpore dans les CSH alors que le Chrome serait piégé dans l'Ettringite et le Vanadium reste soluble dans les eaux interstitielles. Les mécanismes de relargage n'étant pas les mêmes, le relargage des métaux lourds diffère selon leur nature.

1.2.2.6. Les bétons à base de sédiments dans le cadre de notre étude

Un béton à base de sédiments semble présenter un retrait plus important qu'un béton ordinaire de part la sensibilité hydrique de l'argile. Il a été prouvé que la perméabilité au gaz d'un béton à base de sédiments est réduite lorsque les fines viennent compléter le spectre granulométrique. Cependant l'augmentation du taux de substitution augmente la porosité du matériau à cause de la structure en feuillet des argiles ce qui fait augmenter la perméabilité du matériau. Cette augmentation de la perméabilité peut également impacter l'efficacité de l'inertage du traitement par liant hydraulique bien que celle-ci ait été prouvée dans plusieurs études.

Au vu des résultats au niveau de la résistance mécanique pour un béton réutilisant un sol fin, un tel matériau devra donc être envisagé comme matériau de remblai et non pas

comme un matériau de structure. Une des applications envisagées correspond au remblaiement entre deux rideaux de palplanches pour la rénovation d'un quai. La principale caractéristique d'un matériau de remblai est sa faible densité pour ne pas appuyer sur la structure de l'ouvrage. La voie de valorisation des sédiments issus du dragage développée dans cette étude correspond donc à la fabrication d'un béton léger.

1.3. Les bétons légers à base de sédiments

1.3.1. Généralité sur les bétons légers

La densité des bétons traditionnels varie entre 2,2 et 2,6. L'utilisation d'un béton de densité plus faible est bénéfique pour réduire le poids exercé sur les fondations et la structure qui l'entourent permettant une meilleure durabilité de l'ensemble de l'ouvrage. Un béton léger permet une plus grande souplesse dans la conception de l'ouvrage en construisant des bâtiments plus élancés. Il permet également un abaissement du coût global de l'ouvrage en diminuant les sections des éléments porteurs, les dimensions des fondations et en diminuant les coûts des transports et d'installation. Les bétons sont estimés légers lorsque leur densité à l'état sec est inférieure à 1,8. Un béton léger est un béton qui contient de l'air ; soit l'air est contenu dans la matrice cimentaire (« béton cellulaire »), soit l'air est contenu dans les granulats (« béton caverneux » ou « béton de granulats légers »). Dans la fabrication d'un béton léger, l'enjeu est de garder les performances mécaniques du béton traditionnellement utilisé. Les bétons légers ont par conséquent une qualité de la matrice cimentaire qui doit être augmentée pour compenser la présence d'air qui fragilise le matériau.

1.3.1.1. Les bétons de granulats légers

Pour la fabrication de béton caverneux, il existe plusieurs types de granulats légers. Les premiers granulats légers utilisés pour la réalisation de bétons correspondent à des granulats naturels issus de roche volcaniques comme la pierre ponce. Des granulats naturels ayant subi un traitement thermique ont ensuite été développés comme l'argile expansée, le schiste expansé, l'ardoise expansée. Des matériaux artificiels issus de déchets industriels sont également utilisés par la suite comme le laitier expansé, les cendres volantes, les sciures et copeaux de bois, le verre expansé ou bien les matières plastiques comme le polystyrène. L'expansion des matériaux est obtenue par un fort dégagement gazeux au sein de la matière plus ou moins visqueuse. Il est provoqué par une série de réactions chimiques dues à une augmentation importante de la température.

Les résistances à la compression obtenues pour les bétons de granulats légers sont identiques à celle d'un béton traditionnel. Ils présentent des plages de valeurs intéressantes au niveau des résistances mécaniques et de la densité (Figure 1-10). Ils sont particulièrement utilisés pour leurs propriétés d'isolants thermiques dans les habitations.

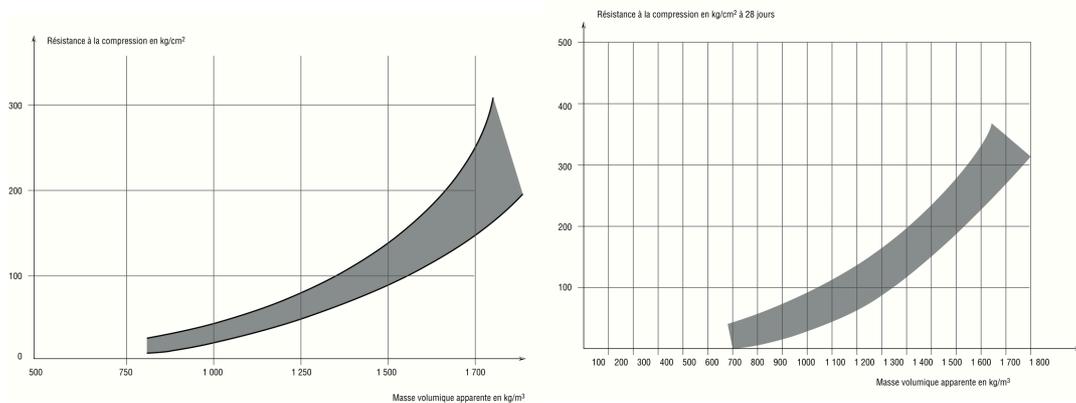


Figure 1-10 : Fuseau de valeurs de la résistance en compression et de la masse volumique pour un béton de laitier expansé (gauche) et pour un béton d'argile expansée (droite) (Techniques de l'ingénieur, 2005)

Dans le cadre de notre étude, l'utilisation des granulats expansés pour alléger le béton n'est pas pertinente car cela nécessite leurs acheminements sur le site du dragage. L'expansion de l'argile issue du dragage pour la fabrication de granulats légers aurait pu être envisagée cependant celle-ci est obtenue après un traitement thermique appliquant de fortes températures, procédé coûteux et énergivore qui ne peut être mis en œuvre sur le site du dragage directement.

1.3.1.2. Les bétons cellulaires

Les bétons cellulaires sont des matériaux très poreux qui contiennent de multiples cavités sphériques. Leur désignation provient de leur structure alvéolaire. Ils peuvent être classés en deux catégories selon leur mode de fabrication :

Le « **béton de gaz** » qui est obtenu par l'ajout d'un produit chimique générateur de gaz (alliage d'aluminium, alliage calcium-magnésium, Zinc). Les densités atteintes par ce mode de fabrication varient de 0,1 à 0,5. Ces densités sont nettement inférieures à celles visées dans le cadre de notre projet. Il nécessite souvent l'utilisation d'un malaxeur adapté entraînant suffisamment d'air dans la matrice cimentaire.

Le « **béton de mousse** » est obtenu par l'ajout d'une mousse fabriquée en amont et ensuite incorporée au mélange « ciment + eau + granulats ». Les densités atteintes varient de 0,4 à 1,8. Il est souvent utilisé comme matériau de remblai. A l'état frais, sa fluidité est assez importante permettant une bonne mise en œuvre. Cependant elle nécessite certaines

précautions pour ne pas casser la structure de la mousse et détruire les bulles d'aires. Durant la prise, le béton de mousse présente un retrait assez élevé. A l'état durci, les résistances en compression atteintes sont inférieures à 25MPa.

Trois types de mousses sont utilisés (à la fois dans le cadre de travaux de recherche en laboratoire ou à l'échelle d'un chantier) :

- La mousse à base de protéine animale,
- La mousse synthétique,
- La mousse végétale.

Une étude comparative entre les différents types de mousse a montré que le mortier de mousse à base de protéine animale a une meilleure résistance mécanique et un diamètre plus élevé que le mortier de mousse synthétique. Les mortiers de mousse animale présente un mode de rupture fragile et un mode de fissuration plus complexe que le mortier à base de mousse synthétique (Otani J, 2002).

Dans la plupart des travaux de recherche, la méthode retenue pour la fabrication d'un béton léger réutilisant les sédiments correspond à la fabrication en amont de la mousse ensuite incorporée au mortier à l'état frais. Ce mode de fabrication sera retenu dans le cadre de notre étude. Il peut être facilement mis en œuvre sur site et n'exige aucune logistique supplémentaire. La mousse utilisée est issue de protéines animales. Elle a été fournie par l'entreprise Propump Engineering située à Dartford au Royaume-Uni.

1.3.2. Les bétons de mousse à base de sédiments

Le béton de mousse incorporant des sédiments issus du dragage a été l'objet de plusieurs travaux de recherches principalement menés au Japon, en Thaïlande et en Corée du Sud. Il a été appliqué dans plus de 30 projets ce qui représente plus de 300 000 m³ de béton (Miki H, 2005).

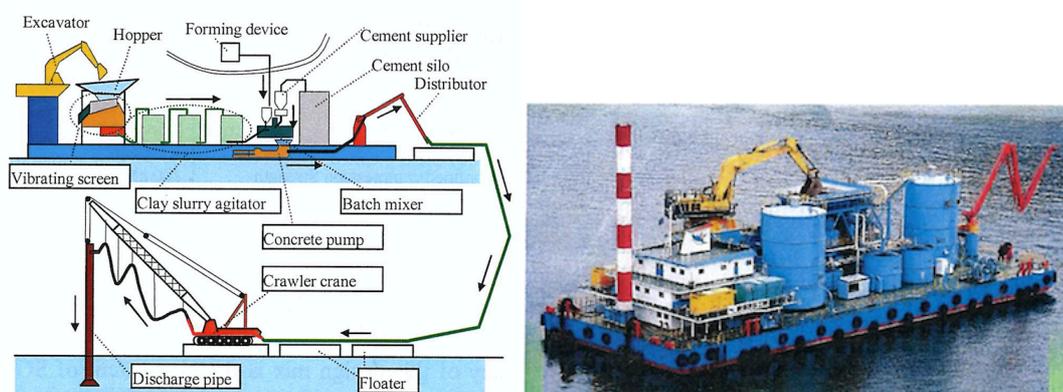


Figure 1-11 : Schéma (gauche) et photographie (droite) du système de fabrication et de mise en œuvre du béton de mousse sur le vaisseau Ryuling (Horpibulsuk, 2014)

Il a été utilisé pour construire le revêtement du tunnel de Yume-Shima qui relie l'île de Yume-Shima et Saki-Shima dans la baie d'Osaka (Tanaka Y, 2008) (Horpibulsuk, 2014). Dans ce projet l'utilisation d'un matériau allégé a pour but de réduire la charge appliquée sur le tunnel. Le béton est fabriqué et mis en œuvre de manière continue grâce au vaisseau RyuJin (Figure 1-11).

Le procédé de mise en œuvre coule directement le béton dans l'eau. Sa capacité de production est deux fois plus importante que pour un processus de fabrication à terre. Sa cadence est de 360m³/h. Le volume de béton produit pour ce projet est de 68 000m³ (Tanaka Y, 2008). Les sédiments utilisés présentent une limite de liquidité de 90,7% et sont constitués de 45% d'argile. La densité et la résistance mécanique visée correspondent respectivement à 1,12 et 0,6 MPa.

Le béton de mousse à base de sédiments marins a également été mis en application en tant que matériau de remplissage dans le port de Kumamoto au Japon (Satoh T., 2001). L'utilisation d'un tel matériau permet de réduire la poussée de la structure sur le sol ainsi que de recycler les sédiments dragués dans le port. Le processus de fabrication a lieu directement sur le site du dragage (Figure 1-12).

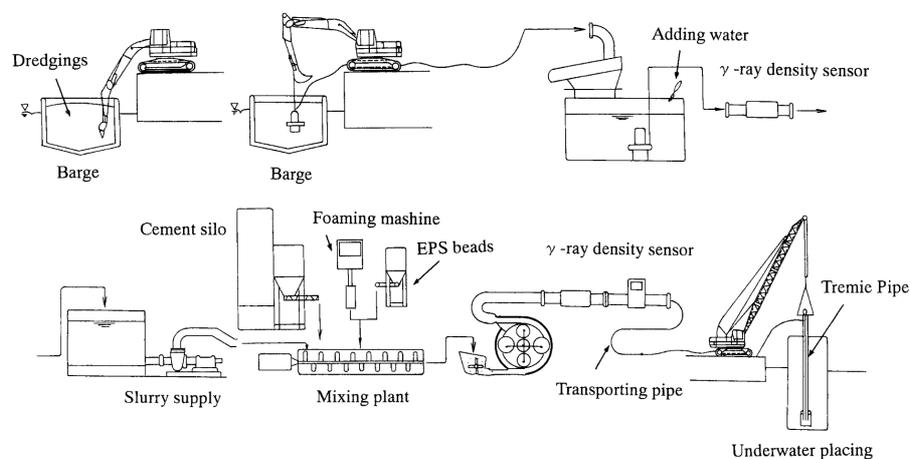


Figure 1-12 : Etapes du dragage à la mise en place du matériau dans le port de Kumamoto (Satoh T., 2001)

Les sédiments utilisés dans le cadre de ce projet présentent une limite de liquidité de 63,8%. La densité et la résistance mécanique visées correspondent respectivement à 1,1 et 0,2MPa.

1.3.2.1.1. Densité à l'état frais

Une étude menée en Thaïlande par (Horpibulsuk, 2014) a mis en place une méthode de formulation faisant intervenir la limite de liquidité du sol et sa teneur en eau. Une zone de transition a été observée lorsqu'on étudie la densité du béton à l'état frais en fonction du

rapport (teneur en eau des sédiments / limite de liquidité). Avant cette zone de transition, l'ajout de mousse ne fait quasiment pas varier la densité. L'augmentation du rapport w/w_L permet d'abaisser la densité par l'incorporation de la mousse. Il faut dépasser cette zone de transition pour pouvoir abaisser la densité de manière significative. Cette zone de transition est différente selon le type de prélèvement (Figure 1-13) mais l'étude conclue sur une valeur optimale du rapport w/w_L applicable à tous types de sol et égale à 1,9.

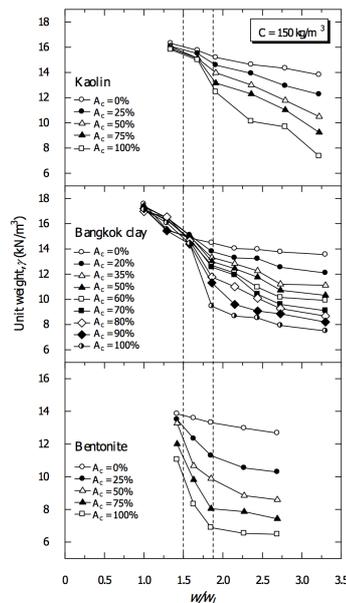


Figure 1-13 : Densité à l'état frais en fonction du rapport w/w_L pour différents types de sols (bentonite, argile de Bangkok, Kaolinite) (Horpibulsuk, 2014)

1.3.2.1.2. Malaxage

(Kawabe, 2008) indique que la densité augmente avec le temps de malaxage et atteint un palier au bout de 15min. Les densités atteintes sont différentes selon le type de prélèvement. Dans cette étude il a été montré que la pression de pompage joue également un rôle dans l'affaissement de mousse et que la densité augmente avec la pression de pompage. Pour deux prélèvements différents et à une même pression de pompage la densité du matériau sera différente. Les conditions de malaxage (temps, vitesse et type de malaxage) et la manipulation du matériau avant sa mise en œuvre influence le phénomène d'affaissement de la mousse et doivent être maîtrisée afin d'obtenir la densité visée.

1.3.2.1.3. Propriétés mécaniques

Des essais mécaniques en compression (sur des éprouvettes d'élanement 2 de dimension $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ à 28 jours de cure) menés dans le cadre des travaux de (Lee H, 2014) indiquent un abaissement de la résistance mécanique avec l'ajout de mousse (Figure 1-14 gauche). Cet abaissement est directement lié à l'augmentation de la porosité avec l'ajout de la

mousse. Il a été soulevé que quelques soient les paramètres de formulation de la matrice cimentaire, la résistance mécanique dépend uniquement de la porosité du matériau (Figure 1-14 droite).

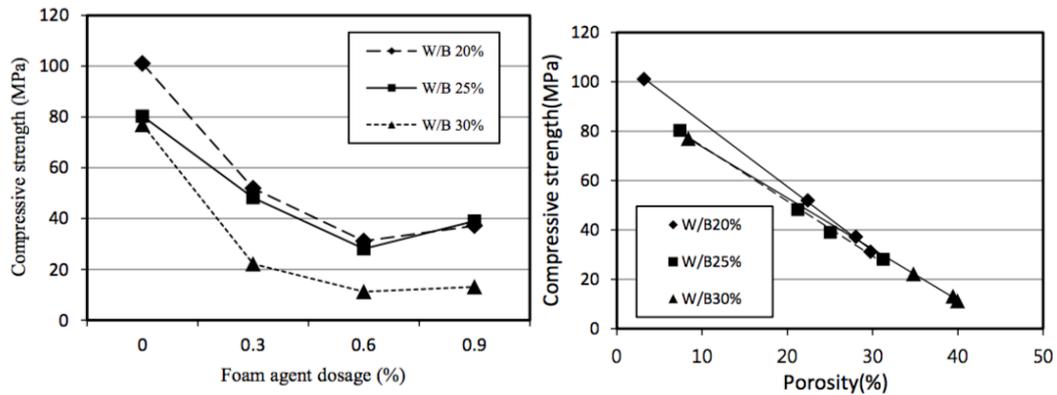


Figure 1-14 : Résistance mécanique en fonction du pourcentage de mousse (gauche) et en fonction de la porosité (droite) (Lee H, 2014)

Une étude menée par (Mohammad F, 2017) sur un béton de mousse utilisant un sable fin a également mis en évidence un abaissement significatif de la résistance mécanique avec la réduction de la densité par l'ajout de mousse à base de protéine animale (Figure 1-15).

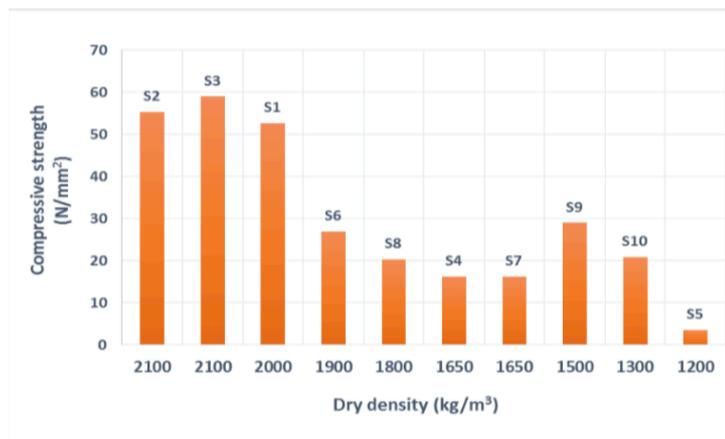


Figure 1-15 : Résistance mécanique en fonction de la densité pour différentes formulations testées (Mohammad F, 2017)

Une étude menée par (Lee M, 2013) a mis en évidence le fait que le béton de mousse à base de sédiments présente des comportements mécaniques ductiles ou fragiles selon les paramètres de formulations. Pour une quantité de ciment fixe, une quantité de sable fixe et en faisant varier la masse volumique par un ajout de mousse plus ou moins important, le comportement du matériau passe d'un comportement fragile à un comportement ductile (Figure 1-16).

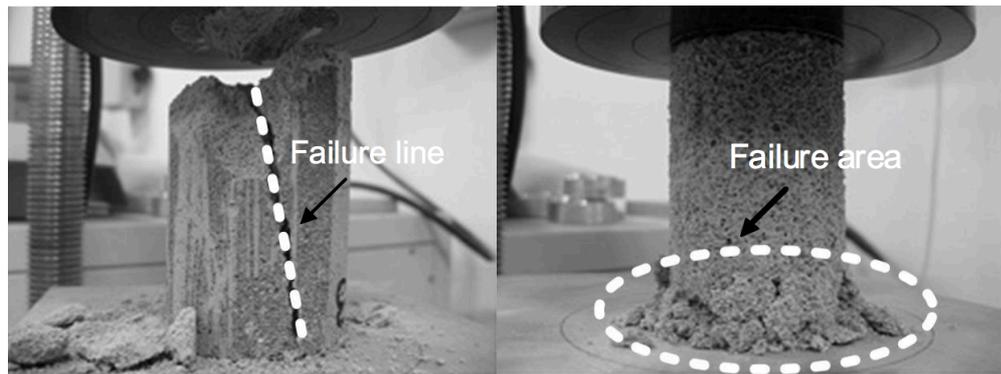


Figure 1-16 : Photographie des différents facies de rupture selon les formulations (fragile à gauche et ductile à droite) (Lee M, 2013)

Le matériau avec une quantité de mousse plus importante se comporte comme une éponge (rupture ductile). L'incorporation de la mousse a donc un impact sur les propriétés mécaniques du matériau.

Une étude menée par (Kataoka S, 2013) sur un béton de mousse réutilisant les sédiments issus du dragage a mis en évidence le fait que le pH de l'eau dans les sédiments joue un rôle important sur l'évolution de la résistance mécanique. Plus le milieu est acide est plus la variation de la résistance mécanique en fonction du temps est faible. Le pH ralentit le développement des réactions d'hydratation du ciment. La variabilité des propriétés des prélèvements a un impact sur l'évolution de la résistance mécanique en fonction du temps.

1.3.2.1.4. Retrait

Une étude menée par l'entreprise CERIB (Jacquemot, 2015) pour le développement d'une gamme de béton ultraléger a réalisé des essais de retrait sur des prismes de dimensions $7 \times 7 \times 28 \text{ cm}^3$ conservées dans les conditions $T=20^\circ\text{C}$ et $\text{HR}=50\%$. Le retrait est mesuré à 7 jours, 28 jours et 90 jours. Les retraits mesurés sont de l'ordre du mm/cm pour ces deux formulations. L'augmentation du retrait pour un béton de mousse est principalement expliquée par l'absence de granulats grossiers.

1.3.2.1.5. Structure poreuse

(Mohammad F, 2017) a évalué la perméabilité d'un béton de mousse en immergeant dans l'eau pendant 72 heures les éprouvettes issues des différentes formulations testées. Les résultats indiquent une augmentation de l'absorption d'eau avec la réduction de la densité (Figure 1-17).

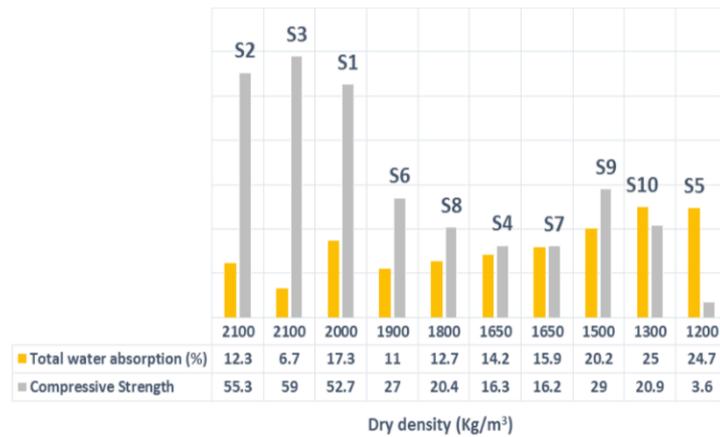


Figure 1-17 : Absorption de l'eau en fonction de la densité pour un béton de mousse (Mohammad F, 2017)

Une étude menée par CERIB (Jacquemot, 2015) pour le développement d'une gamme de béton ultraléger a étudié la connectivité du réseau poreux d'un béton de mousse par le biais d'une mesure de la porosité accessible à l'eau (NF P 18-459) et d'une mesure de perméabilité au gaz (XP P 18-463). Contrairement aux applications visées dans le cadre de notre étude, le matériau développé dans cette étude a pour but d'être utilisé comme un matériau structural. Sa fabrication nécessite l'ajout d'adjuvant à fort dosage pour obtenir une résistance mécanique élevée (de l'ordre de 35MPa). Les porosités accessibles à l'eau sont respectivement pour l'agent moussant Sika et l'agent moussant Hansanyl égales à 22,1% et 17,4%. Ces porosités accessibles à l'eau sont inférieures à l'estimation de la teneur en air totale ce qui permet de conclure que la porosité du matériau est faiblement connectée. Cette conclusion a été confirmée par des observations de la microstructure (Figure 1-18).

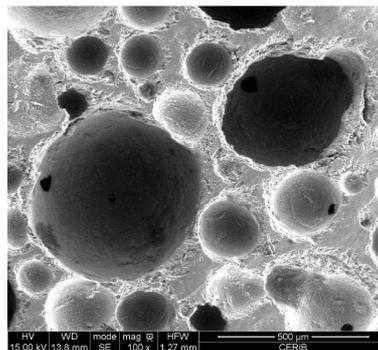


Figure 1-18 : Observation MEB (Agent moussant Sika) (Jacquemot, 2015)

Des observations MEB effectuées dans le cadre d'un béton de mousse par (Lee H, 2014) ont également permis de conclure sur la non-connectivité des pores issus de la mousse (Figure 1-19 (b),(c)). Cependant, l'augmentation du dosage en mousse tend vers l'apparition d'un réseau poreux connecté (Figure 1-19 (d)).

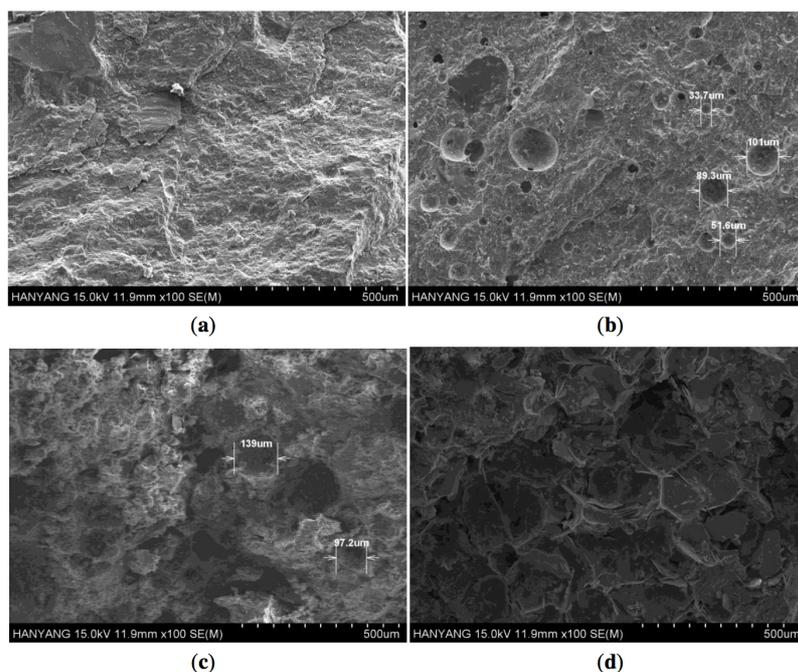


Figure 1-19 : Images MEB d'un béton de mousse à différents dosages en mousse (augmentation du dosage en mousse de l'image (a) à (d) (Lee H, 2014)

1.4. Synthèse et démarche de l'étude

Une réutilisation en tant que matière première des sédiments dans la fabrication d'un béton directement sur le site du dragage permettrait de simplifier la logistique de la gestion à terre et de réduire de manière considérable les coûts et l'impact environnemental. La présente étude a pour but de valoriser la partie fine des sédiments qui ne trouve pas de solutions de valorisation efficaces. Afin d'optimiser les volumes à valoriser, une substitution totale des granulats traditionnellement utilisés dans le béton par la fraction fine des sédiments est proposée. Les résultats apportés par la littérature tendent à privilégier une application en remblai. Un procédé d'incorporation d'une mousse à base de protéine animale lors de la fabrication du béton est retenu pour alléger le matériau. La présente étude propose une méthode de formulation et une caractérisation du matériau désigné par le signe BAMS selon trois axes.

Le chapitre **Matériaux et Méthodes** présente la méthode de formulation faisant intervenir la teneur en eau et la limite de liquidité du sol. Ce chapitre présente également la mise en place du protocole de fabrication qui a consisté à étudier et à fixer les conditions de fabrication de manière à minimiser l'affaissement de la mousse en s'assurant de l'homogénéité de son incorporation à la matrice cimentaire. Dans la campagne expérimentale la quantité de ciment est minimisée afin de réduire le coût du matériau pour que le bilan économique de la voie de valorisation soit avantageux

L'un des premiers points d'étude dans le chapitre **Caractérisation à l'état frais** correspond à la maîtrise de la densité à l'état frais. L'incorporation des bulles d'air de la mousse à la matrice cimentaire est partielle. Cette incorporation partielle induit un écart entre la densité visée et celle réellement obtenue. Il est donc primordial d'évaluer les différents facteurs pouvant impacter l'éclatement des bulles d'air de la mousse lors de son incorporation à la matrice cimentaire. Ces facteurs peuvent être de nature différentes :

- L'énergie d'incorporation qui dépend de plusieurs paramètres :
 - Vitesse de malaxage (fixée par le protocole de fabrication),
 - Fluidité du mélange intermédiaire qui peut être influencée par :
 - Les paramètres de formulation,
 - Le temps de prise du ciment,
- Des interactions chimiques avec les composés présents dans les sédiments issus du dragage ou bien l'eau de mer,
- La granulométrie du sol.

Par rapport à l'application envisagée (remplissage entre deux rideaux de palplanches), la densité à l'état frais doit être comprise entre 1,1 et 1,3 (supérieure à 1 pour que le matériau puisse être coulé en dessous du niveau de l'eau).

L'ouvrabilité est le second point important pour la caractérisation à l'état frais. Elle est étudiée afin de s'assurer de la faisabilité de mettre en place le matériau par pompage et sans procédé de vibration. Elle est évaluée en mesurant l'étalement au cône d'Abram, méthode simple, rapide et pratique qui est très souvent utilisée sur chantier. L'étalement doit être idéalement supérieur à 40cm. L'influence des paramètres de formulation sur l'étalement du matériau à l'état frais sera étudiée afin de comprendre comment l'optimiser.

La durée pratique d'utilisation est le troisième point abordé dans la caractérisation à l'état frais. Elle définit le temps avant lequel le matériau doit être coulé avant que la prise du ciment diminue la fluidité du matériau. Pour y pallier, l'ajout d'eau est à éviter car elle nuit aux performances mécaniques du matériau. Des adjuvants retardateurs de prise peuvent être utilisés mais dans le cadre de nos travaux l'utilisation de ces produits est à proscrire pour ne pas diminuer la rentabilité de la voie de valorisation. Par ailleurs, dans le cas d'un béton de mousse, manipuler le matériau alors que son ouvrabilité a diminué risque de casser les bulles d'air de la mousse et doit donc être maîtrisé. L'effet retardateur du Zinc soulevé dans la littérature est également étudié.

Le chapitre **Caractérisation mécanique** présente des essais en compression sur presse (à 28j) afin d'étudier la fragilité du BAMS due à l'incorporation des bulles d'air de la

mousse. Ces essais permettront d'étudier le comportement mécanique du matériau et de déterminer la résistance mécanique en compression et le module d'élasticité statique par rapport aux paramètres de formulation. La résistance mécanique en compression minimum exigée est de 0,5MPa pour une densité associée comprise entre 1,1 et 1,3. Cependant ces deux grandeurs (résistance mécanique en compression et densité) sont étudiées afin de permettre à un opérateur de choisir d'autres valeurs et ainsi élargir le champ des applications possibles. Le gain en résistance du BAMS est étudié par des essais mécaniques en compression effectués à différents jours de cure {7j ; 14j ; 28j ; 90j}.

Des essais non-destructifs, simples et économiques doivent permettre de contrôler la résistance mécanique du matériau afin de s'assurer de la mise en service de l'ouvrage. Avant chaque essai mécanique en compression, des essais non-destructifs sont réalisés (valeur rebond au scléromètre et vitesse des ultrasons) afin de mettre en place des modèles permettant d'évaluer la résistance mécanique du BAMS.

Un béton léger de mousse et à base de fines présente une variation dimensionnelle importante qui peut être attribuée par :

- L'absence de squelette granulaire,
- La forte rétractabilité des fines,
- L'ouverture du matériau vers l'extérieur par la création du réseau poreux due à l'incorporation des bulles d'air de la mousse.

Celle-ci sera étudiée par des essais de retrait linéaire effectué dans deux conditions d'humidité (HR=50% et HR=90%) afin de différencier les différents types de retrait (retrait par dessiccation par rapport aux retraits endogène et thermique).

L'incorporation de la mousse a pour but d'enfermer des bulles d'air dans le matériau pour lui conférer une structure poreuse. D'après la littérature, la connectivité des pores et leurs ouvertures vers l'extérieur semble limitées mais augmente avec le taux d'incorporation de la mousse. Cette connectivité et cette ouverture impactent les propriétés de transfert du matériau qui sont évaluées dans le chapitre **Durabilité** par des mesures de perméabilité à l'azote, une mesure au porosimètre au mercure et des mesures de porosité accessible à l'eau. Dans ce chapitre, le réseau poreux est également caractérisé par deux méthodes d'imagerie (microscope électronique à balayage et tomographe au rayon X). L'observation au microscope électronique à balayage qui permet de visualiser la topographie et les contrastes majeurs d'une surface a pour but d'identifier les différentes phases de la matrice cimentaire afin de mieux connaître la porosité de la matrice cimentaire. L'observation au tomographe permet la reconstruction en 3 dimensions d'un échantillon. Les images obtenues par

tomographie sont traitées (logiciel Fiji) dans le but de quantifier la proportion vide et afin d'obtenir une distribution granulométrique des pores.

Les études menées sur le béton à base de sédiments issus du dragage ont conclu sur l'efficacité du traitement au ciment à inerte les polluants. Cependant, la modification des propriétés de transferts du matériau par l'incorporation d'une mousse est susceptible d'impacter cette capacité de rétention. L'inertage des sédiments dans un béton de mousse n'est donc pas garanti et devra être vérifié par un essai de lixiviation dont le dispositif a été mis en place dans le cadre de ces travaux. Ce dispositif a pour but de reproduire une infiltration accélérée de l'eau dans notre matériau qui s'observerait naturellement sur le long terme. Il permet d'aborder trois problématiques à notre étude ;

- Evaluer la capacité de fixation du matériau traversé par un solvant chargé.
- S'assurer de l'efficacité de la stabilisation par le ciment des polluants présents dans le sol.
- Evaluer la consolidation du matériau en évaluant l'arrachement des particules lors d'un passage forcé de l'eau à travers celui-ci.

Chapitre 2 : Matériaux et méthodes

2.1. Matériaux

2.1.1. Choix des sédiments (caractérisation de prélèvements naturels)

La première démarche a été de définir et de fixer le type de sédiments utilisés dans le cadre de notre étude pour répondre au mieux à la problématique posée. Celle-ci repose sur la valorisation de la partie fine des sédiments issus du dragage car c'est elle qui pose problème au niveau de la présence des contaminants et de ses propriétés physiques pour la valorisation des sédiments.

Une des premières démarches a été de caractériser les sédiments du bassin d'Arcachon. Des prélèvements naturels ont été effectués dans le port du Rocher (La Teste-de-Buch) afin d'étudier sa granulométrie et son activité. L'emplacement des prélèvements est présenté Figure 2-1.



Figure 2-1 : Site de prélèvement dans le Port du Rocher

Les essais suivants ont été réalisés ;

- Valeur au bleu de méthylène,
- Indicateur équivalent en sable,
- Analyse granulométrique,
- Limite de liquidité.

2.1.1.1. Valeur au bleu de méthylène

L'essai au bleu de méthylène permet d'évaluer l'argilosité des sédiments et sa sensibilité à l'eau. La valeur au bleu de méthylène est mesurée avec la norme NFP 94-068 et est exprimée en grammes de colorant par kilogramme de sédiments. Elle a été mesurée sur 5 échantillons du prélèvement n°1.

Tableau 2-1 : Valeur au bleu de méthylène prélèvement n°1

Échantillon	VBS (mL/g)	Argilosité
E1	0,99	Sablo – Argileux
E2	1,49	Sablo – Argileux
E3	0,99	Sablo – Argileux
E4	1,49	Sablo – Argileux
E5	3,47	Limoneux

Les résultats présentés Tableau 2-1 indiquent des sols avec une sensibilité à l'eau différente. Le sol est majoritairement Sablo-Argileux. Il présente donc une certaine sensibilité à l'eau mais n'est pas représentatif d'un sol argileux. Un sol argileux correspond à une valeur au bleu de méthylène supérieure à 8.

2.1.1.2. Essai d'équivalent sable

L'essai d'équivalent sable permet également d'évaluer l'argilosité des sédiments. Il permet d'évaluer la proportion d'éléments argileux dans le sable afin d'anticiper sur la qualité un béton fabriqué à partir de ce sol.

Le sol est au préalable passé sur un tamis d'ouverture 5mm. 120g est incorporé dans une éprouvette normalisée et préalablement remplie de solution « lavante ». Le sol est laissé 20min dans le mélange pour permettre l'imbibition. L'éprouvette est ensuite agitée. Après 20min de décantation la hauteur du sable (h_2) et la hauteur sable plus flocculat (h_1) sont mesurées. L'équivalent sable, exprimé en pourcentage, est calculé par la formule suivante :

$$ES = \frac{h_2}{h_1} * 100$$

Cette mesure s'effectue également à l'aide d'un piston normalisé qui traverse la couche d'argile pour se poser sur le sable.

L'essai équivalent sable, réalisé sur le prélèvement n°1 avec les deux méthodes, présente une valeur d'équivalent de sable de 47%. Cette valeur correspond à un sable argileux qui indique un risque important de gonflement et de retrait du béton fabriqué à partir d'un tel sol.

2.1.1.3. Analyse granulométrique

La Figure 2-2 présente la courbe granulométrique par tamisage et par sédimentométrie du prélèvement n°1 selon la norme NF P 18-560. Cette courbe est comparée à celle tirée d'une étude menée sur des prélèvements du Port du Rocher par VALEEN (VAL ENERGIE & ENVIRONNEMENT) en 2012.

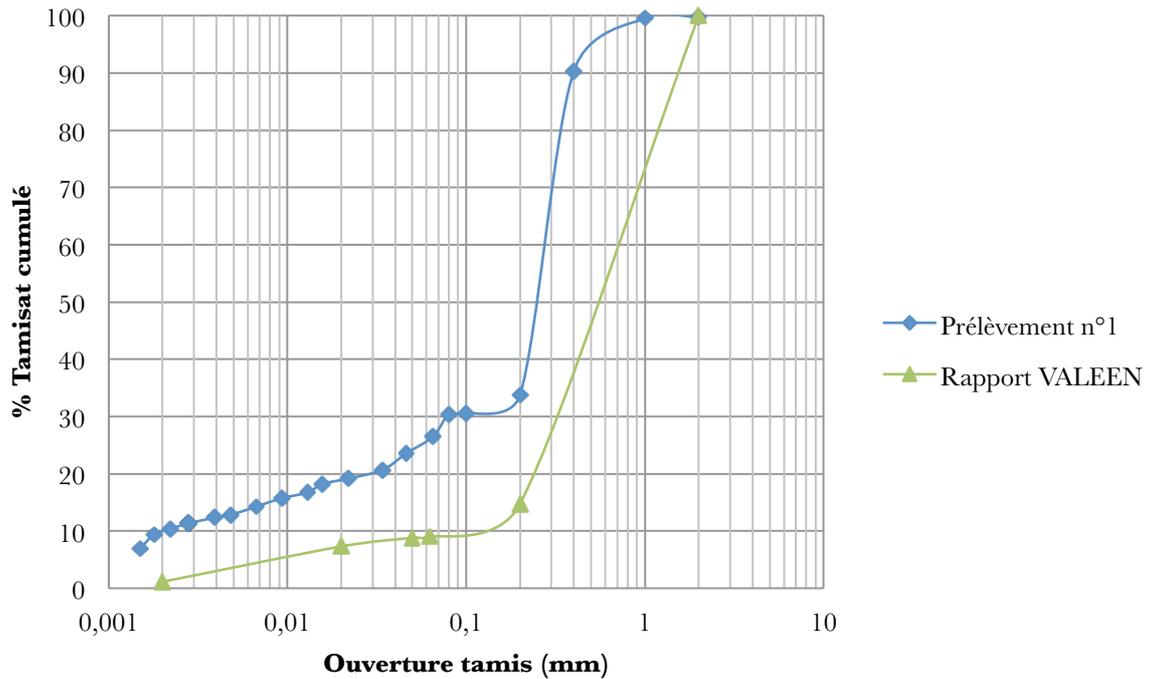


Figure 2-2 : Courbes granulométriques par tamisage sédimentométrie des prélèvements n°1 et n°3 et de l'étude VALEEN

Les sédiments issus du prélèvement n°1 sont composés de 26% de fines et de 10% d'argile. Les sédiments de l'étude VALEEN sont composés de 9% de fine et 1,13% d'argile. Ces résultats indiquent une proportion d'argile au maximum égale à 10%. Ces sédiments ne sont donc pas représentatifs d'un prélèvement particulièrement argileux.

2.1.1.4. Limite de liquidité

La limite de liquidité est un paramètre clé de notre étude car elle permet d'évaluer la capacité d'absorption de l'eau d'un sol. Elle caractérise le passage d'un sol de l'état liquide à l'état plastique. Elle est notée w_L et a pour valeur la teneur en eau du sol à cet état de transition. Cette mesure est effectuée selon la norme NF P 94-051.

Les résultats (Tableau 2-2) présentent une variabilité entre les prélèvements effectués importante. La limite de liquidité du prélèvement n°3 est caractéristique d'un sol particulièrement fin étant principalement constitué d'argile. Les limites de liquidité des prélèvements n° 1 et 2 sont caractéristiques d'un sol plus grossier.

La différence de limite de liquidité entre les prélèvements effectués et le fait que certains ne soient pas représentatifs d'un sol argileux permet difficilement d'envisager l'utilisation de prélèvements naturels dans le cadre de notre étude.

Tableau 2-2 : Limite de liquidité des différents prélèvements

Prélèvement	Echantillon	w _L	Moyenne w _L
1	E1	24%	24,0%
	E2	25%	
	E3	23%	
2	E1	25,5%	25,2%
	E2	25,6%	
	E3	25,4%	
	E4	25,1%	
	E5	24,4%	
3	E1	98,0%	98,8%
	E2	98,6%	
	E3	99,5%	
	E4	99,3%	

2.1.2. Sol modèle

Les prélèvements étudiés ci-dessus sont constitués à moins de 30% de fines. Un prélèvement naturel issu du Bassin d'Arcachon ne permet donc pas d'axer notre étude sur la valorisation des sédiments fins. De plus les prélèvements naturels présentent une variabilité qui pourrait fausser l'interprétation des résultats. D'autres caractéristiques des prélèvements naturels non maîtrisées pourraient également impacter les résultats et fausser leurs interprétations. Pour pallier ces problèmes, un sol modèle constitué d'argile et de sable correcteur de diamètre 0,125mm calibrée est utilisé (fiche technique Annexe F). L'argile utilisée est une bentonite calcique commandée chez le fournisseur Clarian. La bentonite calcique est une argile dite peu gonflante qui se caractérise par la présence de cation Ca²⁺ entre les feuillets et qui est celle que l'on trouve le plus souvent à l'état naturel.

Le sol modèle est constitué de 80% de bentonite calcique et de 20% de sable correcteur (noté sol 80/20). Les proportions de bentonite calcique et de sable correcteur sont fixées de manière à atteindre une limite de liquidité égale à 90% (Figure 2-3).

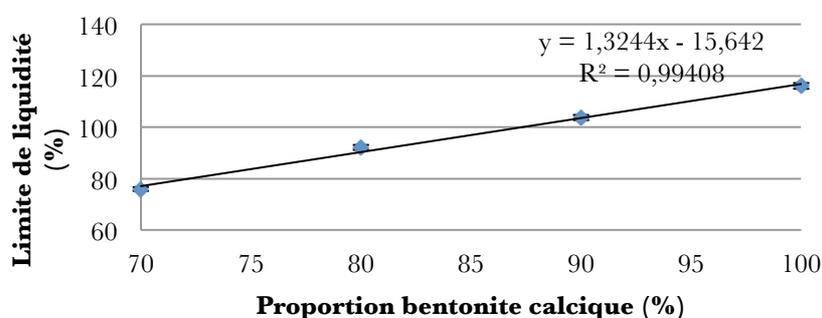


Figure 2-3 : Limite de liquidité du sol modèle (bentonite calcique + sable correcteur) en fonction du pourcentage de bentonite

2.1.3. Sol modèle pollué en Zinc

Pour simuler une pollution des sédiments issus du dragage, une bentonite sur laquelle du Zinc a été fixé est utilisée pour constituer le sol participant à la formulation du BAMS (noté sol 80/20 Zn). Cette fixation permet de simuler une pollution afin d'étudier l'impact de ces polluants sur les propriétés des bétons testés.

La fixation du Zinc sur la bentonite a été effectuée à l'Institut des Sciences Moléculaires (ISM) de l'Université de Bordeaux en collaboration avec Mathieu PUCHEAULT. Le protocole s'est effectué pour une quantité de 1kg de bentonite ;

Etape 1 : Fixation du Zinc sur la bentonite

- 68g de chlorure de Zinc sont dissous dans 2L de méthanol,
- 1kg de bentonite est ajouté au mélange « méthanol+ chlorure de Zinc »,
- Le mélange « bentonite+méthanol+chlorure de Zinc » est agité à l'aide d'un mélangeur pendant 10h sous sorbonne.

Etape 2 : Lavage de la bentonite

La bentonite est récupérée à l'aide d'un système filtration sous vide. Ce système est constitué d'un Büchner doté d'un papier filtre. Le Büchner est placé sur une fiole à vide.

Lors de cette étape, du méthanol est ajouté afin de laver la bentonite de l'excédent de chlorure de Zinc non fixée sur dans les feuillets.

Etape 3 : Séchage de l'argile polluée

Le refus est placé dans un ballon placé sur un système de chauffe pendant 10h pour éliminer le méthanol adsorbé par la bentonite.

Une analyse au spectromètre de masse a permis de doser la quantité de Zinc fixée sur la bentonite. Celle-ci correspond à 6800mg/kg de bentonite. Pour un sol constitué de 80% de bentonite et de 20% de sable correcteur en supposant que le sable correcteur n'est pas source de pollution, la teneur en Zinc correspond à 5440mg/kg de sol. Cette teneur est largement supérieure aux niveaux seuils définis par GEODE pour le Zinc (N1 : 276mg/kg, N2 :552mg/kg). Le sol modèle pollué artificiellement correspond à un sol non-immmergeable.

2.1.4. Ciment

Le ciment utilisé correspond à un ciment de type CEMI de référence CEM I 52,5 N CE PM CP2 NF. Il est constitué de 100% de clinker et est destiné aux bétons d'ouvrages soumis à un environnement agressif (sulfate, eau de mer etc.).

Il correspond à la classe de résistance 52,5 MPa indicateur de la résistance en compression obtenue à 28 jours sur un mortier normalisé. Sa désignation N indique une

résistance à court terme ordinaire avec une résistance en compression à 2 jours d'environ 20MPa. PM correspond à l'acronyme de « Prise Mer ». Il correspond à un ciment présentant des teneurs limitées en aluminat tricalcique ce qui permet de conférer au béton une résistance accrue à l'agression des ions sulfates en présence d'ions chlorure.

Dans le cadre de notre projet le ciment a été fourni par Calcia (fiche technique Annexe E) pour une utilisation après 6 mois la date de fabrication du ciment (date conseillée par le fournisseur).

2.1.5. Eau

Lors de la fabrication, le sol utilisé est sec. L'eau de gâchage apportée correspond à l'eau du robinet. Dans le cadre de notre étude cette quantité d'eau correspond à un paramètre de formulation qu'il est possible de faire varier. Cependant dans le cadre de l'application de ce matériau, l'eau de gâchage correspond à l'eau des sédiments issus du dragage. Cette teneur en eau sera un paramètre à prendre en compte dans la méthode de formulation pour adapter le dosage du ciment.

2.1.6. Mousse

Le système de fabrication de la mousse utilisé a été élaboré et fourni par l'entreprise Propump Engineering située à Dartford au Royaume-Uni. La mousse est fabriquée en amont et immédiatement incorporée au mélange « eau+sol+ciment » qui sera nommé mélange intermédiaire par la suite. Le système est constitué d'un générateur de mousse relié à un compresseur à air et alimenté par un produit liquide de protéines animales qui permet de former la mousse. (Figure 2-4).

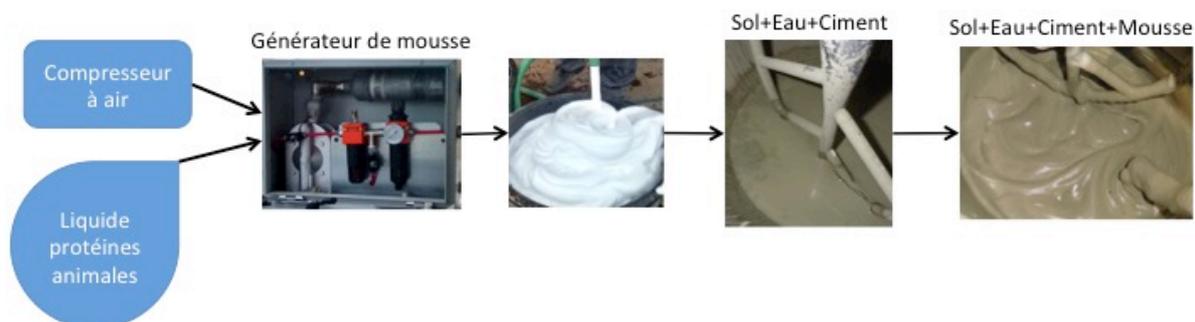


Figure 2-4 : Schéma de la fabrication du béton de mousse

Ce produit liquide est obtenu à partir de l'hydrolyse de kératine présente dans la corne ou les sabots des animaux. Ces agents sont reconnus comme étant respectueux de l'environnement. Leur degré de nocivité répond aux réglementations imposées (Tsuchida T, 2004). Dans le cadre de nos travaux, le produit liquide est fourni par l'entreprise Propump. Il

a été dilué avec un coefficient de dilution égale à 25. Le compresseur à air fournit un débit d'air de 400L/min avec une pression de 7 bars. Ces conditions permettent d'obtenir une mousse de densité égale à 0,05. La majorité des études présentes dans la littérature utilise une mousse de protéines animales mais peu d'entre elles indiquent les caractéristiques de sa fabrication. L'étude effectuée par (Lee M, 2013) indique l'utilisation d'une mousse de protéine animale de densité identique à celle obtenue dans le cadre de notre étude de 0,05.

2.2. Méthodes

2.2.1. Formulation

La formulation du BAMS met en jeu quatre constituants (le sol, l'eau, le ciment et la mousse). Les quantités sont fixées à l'aide de **3 paramètres de formulation** (w/w_L , C et M) qui ont été définis de manière à retranscrire deux aspects de la problématique :

1. Le traitement par liant hydraulique d'une masse de sol dragué ayant une certaine teneur en eau et une certaine capacité d'absorption.
2. L'incorporation d'une mousse par rapport à un volume de matrice cimentaire c'est à dire au volume « eau+sol+ciment » (mélange intermédiaire).

2.2.1.1. w/w_L : Quantité d'eau et de sol

Le mélange intermédiaire est considéré comme un sol avec une certaine teneur en eau auquel on ajoute du ciment. La quantité d'eau et la quantité de sol sont fixées comme un rapport de masse correspondant à la définition de la teneur en eau (notée w) par la formule suivante :

$$w(\%) = \frac{\text{masse d'eau}}{\text{masse sol sec}} * 100$$

La capacité d'absorption de l'eau du sol est prise en compte en divisant w par la limite de liquidité notée w_L . Le paramètre de formulation permettant de fixer la quantité de sol et d'eau est noté w/w_L . Dans le cadre de la valorisation des sédiments, ce paramètre est imposé à l'opérateur.

2.2.1.2. C : Quantité ciment

La quantité de ciment est fixée par un pourcentage massique (noté **C**) par rapport à la masse du mélange intermédiaire qui correspond à la masse totale du béton à fabriquer car la masse de la mousse est négligeable (par rapport à la masse de béton).

2.2.1.3. M : Quantité mousse

La quantité de mousse est fixée en définissant un pourcentage volumique de mousse par rapport au volume du mélange intermédiaire (noté **M**). Le volume du mélange intermédiaire est calculé à l'aide de sa densité mesurée expérimentalement lors de la fabrication.

2.2.1.4. Synthèse de la méthode de formulation

La méthode de formulation suit les étapes suivantes :

1. Fixer la masse de béton à fabriquer noté M_{tot} .
2. Fixer le paramètre C.
3. Calculer la masse de ciment à ajouter.
4. Calculer la masse du mélange « eau+sol ».
5. Fixer le rapport w/w_L .
6. Calculer la masse d'eau et de la masse de sol.
7. Mesurer expérimentalement la densité du mélange « eau+sol+ciment ».
8. Calculer le volume du mélange « eau+sol+ciment » à partir de la densité du mélange et de la masse de béton à fabriquer (qui correspond à la masse du mélange « eau+sol+ciment »).
9. Fixer le paramètre M.
10. Calculer le volume de mousse à ajouter à partir du volume « eau+sol+ciment ».
11. Calculer la masse de mousse à ajouter à partir de la densité de la mousse.

Les étapes de la méthode de formulations sont présentées sur la Figure 2-5.

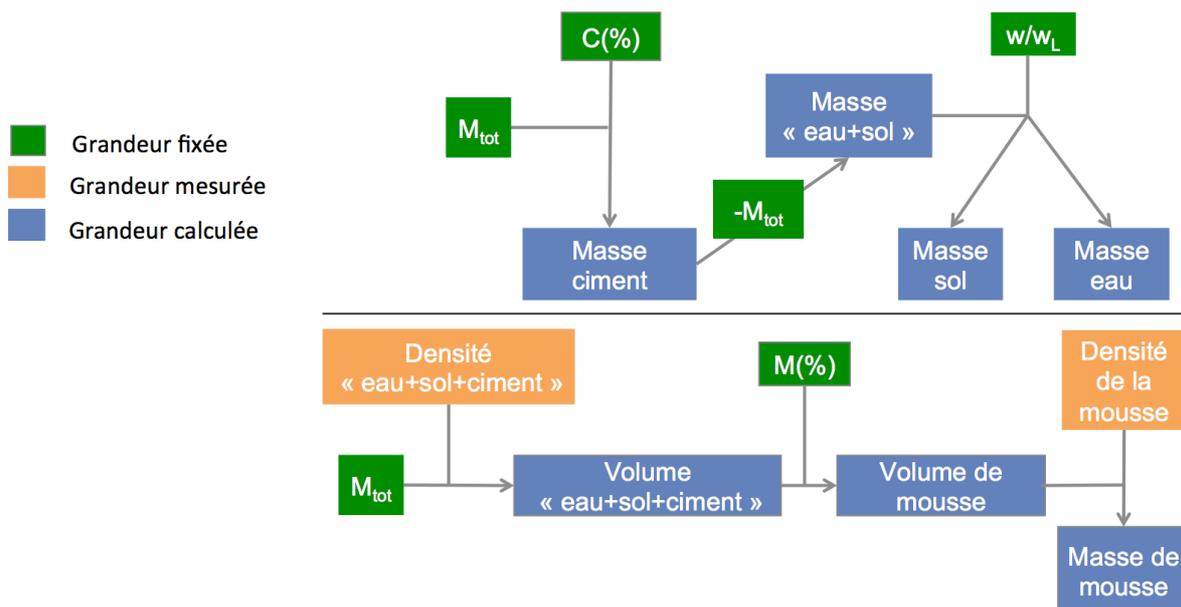


Figure 2-5 : Etapes de la méthode de fabrication

2.2.2. Campagne expérimentale

2.2.2.1. Sol modèle 80/20

Pour un pourcentage de ciment fixé, plusieurs valeurs de rapport w/w_L de la plage définie sont testées. Balayer une plage de valeurs pour le rapport w/w_L permet de retranscrire plusieurs cas de figure de sol ayant des teneurs en eau différentes ce qui permet de retranscrire différentes fluidités du mélange intermédiaire. Pour un pourcentage massique de ciment C et un rapport w/w_L fixés, différents pourcentages volumiques de mousse M sont testés afin d'étudier l'influence de l'ajout de mousse sur les caractéristiques du matériau.

Pour répondre à la minimisation du coût du matériau, le pourcentage massique de ciment C est fixé à **4%** pour commencer l'étude. Pour ce pourcentage de ciment, les valeurs de w/w_L testées correspondent à $\{1,25 ; 1,5 ; 1,75 ; 2\}$. Ces valeurs sont fixées par rapport aux travaux de (Horpibulsuk, 2014). L'étude a été affinée en testant les valeurs $\{1,4 ; 1,6\}$. Les pourcentages de mousse testées pour ce pourcentage de ciments sont $\{0\% ; 25\% ; 33,3\% ; 42,5\% ; 100\%\}$. La résistance mécanique estimée par des essais au pénétromètre (effectués sur des éprouvettes cubiques $10 \times 10 \times 10 \text{ cm}^3$ mises en cure à l'air libre pendant 28 jours) ne répond pas au cahier des charges (résistance minimum de $0,5 \text{ MPa}$). Le pourcentage de ciment $C=4\%$ n'a pas été retenu à ce stade de l'étude. De plus certaines formulations présentent une densité à l'état frais inférieure à 1. Les résultats de la densité à l'état frais seront tout de même présentés car ils permettent de comprendre l'influence des paramètres de formulation sur le comportement du matériau. Le pourcentage de ciment a ensuite été augmenté à **8%**. Les valeurs du rapport w/w_L testées correspondent à $\{1,6 ; 1,7 ; 1,8 ; 2\}$. Ces valeurs ont été choisies plus élevées de celles choisies pour $C=4\%$ car augmenter la quantité de ciment, augmente la quantité d'eau liée et diminue la fluidité du mélange. Les pourcentages de mousses testés pour le pourcentage de ciment $C=8\%$ correspondent à $\{0\% ; 25\% ; 33,3\% ; 30\% ; 42,8\% ; 50\%\}$.

La résistance mécanique en compression obtenue pour les formulations testées avec $C=8\%$ est inférieure à la résistance mécanique minimum exigée par le cahier des charges ($0,5 \text{ MPa}$). C a donc été augmenté et fixé à 12%, 15% et 18%. Pour chaque pourcentage de ciment, les valeurs w/w_L choisies sont les suivantes ;

- Pour **C=12%**, $w/w_L = \{1,6 ; 1,8 ; 2\}$,
- Pour **C=15%**, $w/w_L = \{1,6 ; 1,8 ; 2\}$,
- Pour **C=18%**, $w/w_L = \{1,6 ; 1,8 ; 2 ; 2,2\}$.

Les pourcentages volumiques de mousse testées pour chaque pourcentage de ciment et chaque valeur w/w_L correspondent à $M=\{20\% ; 30\% ; 50\%\}$.

Certains essais ont été effectués sur un nombre restreint de formulation. Pour chaque pourcentage de ciment $C=12\%$, $C=15\%$ et $C=18\%$, une valeur du rapport w/w_L a été retenue de manière à répondre au cahier des charges ($R_c > 0,5\text{MPa}$). Ces valeurs correspondent respectivement pour $C=12\%$, $C=15\%$ et $C=18\%$ à 1,6, 1,8 et 2. Les résultats des essais mécaniques croisés à ceux de la densité tendent à reconsidérer les pourcentages de ciment $C=4\%$ et $C=8\%$ en abaissant le rapport w/w_L afin de gagner en résistance mécanique. Les valeurs du rapport w/w_L choisies correspondent respectivement pour le pourcentage de ciment $C=4\%$ et $C=8\%$ à 1,2 et 1,4.

Les quantités de chaque constituant en m^3/kg de BAMS pour l'ensemble des formulations testées sont répertoriées dans l'Annexe G.

2.2.2.2. D'un sol modèle vers la valorisation des sédiments issus du dragage

L'étude du BAMS été approfondie en modifiant les caractéristiques du sol et de l'eau de gâchage choisi initialement afin de mieux prendre en compte les particularités d'un prélèvement naturel. La formulation choisie pour effectuer ces études correspond à $C=18\%$ avec $w/w_L=2$ et $M=50\%$. Les résultats de chaque essai sont comparés à ceux d'un sol modèle 80/20 (sol de référence pour l'étude du BAMS). Les différents cas testés sont les suivants :

Cas n°1 : Sol modèle constitué à 50% de bentonite et 50% de sable correcteur avec une limite de liquidité w_L égale à 50% (noté sol 50/50) :

Pour la densité à l'état frais, cet essai permettra de valider l'utilisation du paramètre w/w_L dans la méthode de formulation et d'étudier l'impact possible de la granulométrie dans l'incorporation de la mousse.

Cas n°2 : Sol modèle constitué à 80% de bentonite et 20% de sable correcteur avec une bentonite polluée en Zinc (noté sol 80/20 Zn) :

La densité est comparée à celle d'un sol modèle 80/20 brut. Cette étude permet d'évaluer l'interaction du Zinc avec la mousse qui pourrait amplifier l'éclatement de la mousse. L'impact du Zinc sur les performances mécanique du BAMS a été étudié pour vérifier les observations faites dans la littérature.

Cas n°3 : Sol modèle constitué à 80% de bentonite et 20% de sable correcteur avec une eau de gâchage saline :

L'eau de gâchage est dosée à 30g/L pour simuler une eau de mer. La densité est comparée à celle d'un BAMS avec une eau de gâchage sans NaCl afin d'évaluer les possibles interactions du NaCl avec la mousse. L'impact de la salinité de l'eau de gâchage sur les performances mécanique et le retrait a été étudié.

2.2.3. Protocole de fabrication

Avant de commencer l'étude des caractéristiques du BAMS, un protocole de fabrication a été mis en place. Ce protocole de fabrication a été fixé de manière à s'assurer :

- De l'homogénéité du mélange intermédiaire qui peut être impacté par les floccs formés par les argiles.
- De la minimisation de l'éclatement des bulles d'air lors de l'incorporation de la mousse.
- De l'incorporation homogène de la mousse dans l'ensemble du mélange.

L'homogénéité du mélange intermédiaire est vérifiée visuellement, ainsi que l'homogénéité d'incorporation de la mousse au mélange. La minimisation de l'éclatement des bulles d'air est évaluée par des mesures de densité à l'état frais du mélange. La répétabilité du protocole de fabrication est évaluée en effectuant les essais pour différentes gâchées de la même formulation.

Le malaxeur utilisé est un malaxeur de laboratoire à rotation planétaire à vitesse modifiable (Figure 2-6). Il est issu de la gamme de produit de Controlab de référence B0026/FV.



Figure 2-6 : Malaxeur à rotation planétaire utilisé dans le cadre de nos travaux

Il est composé :

- D'une cuve de capacité de fabrication de 40L et d'un volume total de 60L,
- D'un outil correspondant à une pale d'axe de rotation verticale,
- D'un bras racleur coudé arasant la cuve.

La vitesse indiquée correspondant à la vitesse de la pale qui s'étend de 96tr/min à 450tr/min. La vitesse du bras racleur correspondante s'étend de 30tr/min à 150 tr/min.

La mise en place du protocole de fabrication est scindée en deux parties :

- Malaxage du mélange intermédiaire.
- Malaxage correspondant à l'incorporation de la mousse dans le mélange intermédiaire.

Le malaxage du mélange intermédiaire est fixé de manière à :

- Minimiser le temps de fabrication.
- Optimiser l'homogénéisation du mélange.
- Optimiser la durée pratique d'utilisation.

La première étape correspond au mélange de l'eau et du sol afin de simuler le cas réel d'un sol avec une certaine teneur en eau. L'homogénéisation du mélange « eau+sol » n'est pas la même pour les différentes formulations. En effet plus le rapport w/w_L est important, plus l'argile va avoir tendance à présenter des floccs. Afin de répondre à un temps de fabrication assez court, le temps de malaxage du mélange « eau+sol » est limité à 30 minutes. Une fois l'étape de malaxage « eau+sol » terminée, le ciment est ajouté. Le temps de malaxage du ciment a été fixé à 10 minutes. Ce temps a été minimisé pour que la prise du ciment qui peut avoir une influence au moment de l'incorporation de la mousse soit repoussée. De manière identique à l'étape de malaxage de l'eau et du sol, la vitesse envisagée est limitée à 50 tr/min pour le bras racleur.

Le temps et la vitesse de malaxage de la mousse au mélange ont nécessité une étude préliminaire. En effet l'incorporation de la mousse au mélange présente le problème de l'éclatement des bulles d'air qui est influencé par l'énergie de malaxage. Dans le cadre de notre étude, cet effet a été minimisé tout en assurant un mélange homogène. Le couple (temps ; vitesse) doit être un compromis entre l'optimisant de l'homogénéisation du mélange qui nécessite un temps et une vitesse de malaxage importants et la minimisation de l'éclatement des bulles d'air qui au contraire nécessite un temps et une vitesse de malaxage minimaux. Pour évaluer le couple (temps ; vitesse) de malaxage optimal, 12 gâchées ont été effectuées correspondant à une combinaison de 4 vitesses de malaxage (30tr/min, 50tr/min, 90tr/min et 120tr/min pour le bras racleur) et de 3 temps de malaxage (1min, 2min et 5min). Trois mesures de la densité à l'état frais sont effectuées afin d'évaluer la variabilité de la mesure. La Figure 2-7 présente les densités à l'état frais du matériau en fonction de la vitesse de malaxage pour les différents temps de malaxage de la mousse avec le mélange. Plus la vitesse de malaxage augmente plus la densité à l'état frais augmente. Cette augmentation semble linéaire. Le temps de malaxage a également une influence sur la densité à l'état frais. Malgré une variabilité importante, les densités à l'état frais obtenues pour les temps de

malaxage correspondant à 5min sont supérieures à celles de 1min et 2min. L'homogénéisation du mélange est visuellement meilleure pour des temps de malaxage plus importants.

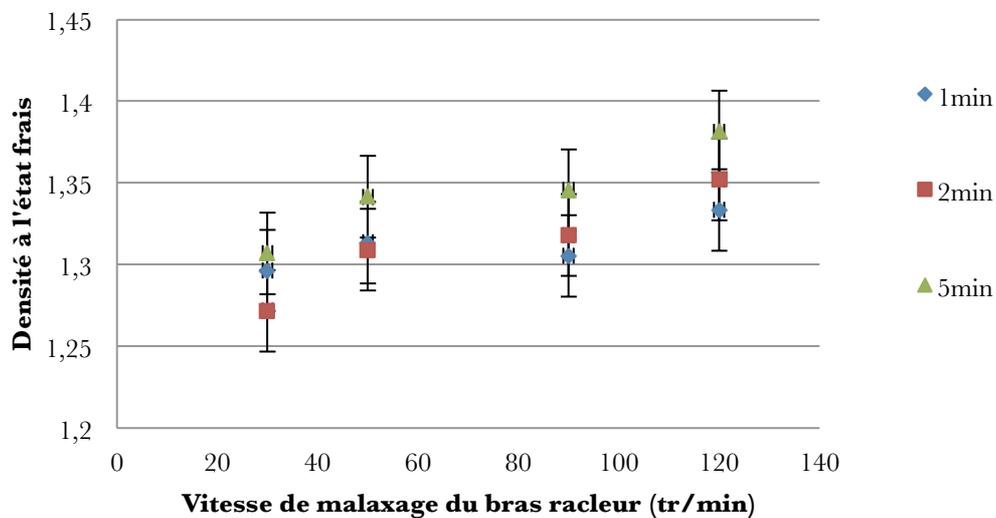


Figure 2-7 : Densité à l'état frais en fonction de la vitesse du bras racleur pour différents temps de malaxage

En conclusion de cette étude pour la mise en place du protocole de fabrication lors de l'incorporation de la mousse au mélange, le couple (temps ; vitesse) du premier malaxage est fixé à (1 minute ; 30 tr/min). En résumé, le protocole de fabrication suit les étapes suivantes ;

- Mélanger au malaxeur la bentonite et le sable à 50tr/min pendant 1 minute.
- Ajout de l'eau
- Malaxage du mélange « sol+eau » pendant 30minutes à 50tr/min
- Ajout du ciment
- Malaxage du mélange « eau+sol+ciment » pendant 10 minutes à 50tr/min
- Ajout de la mousse.
- Malaxage du mélange « eau+sol+ciment+mousse » pendant 1minute à 30tr/min.

2.2.4. Protocole expérimental des essais

2.2.4.1. Caractérisation à l'état frais

2.2.4.1.1. Densité à l'état frais

La densité à l'état frais est mesurée à l'aide d'une balance Baroïde. La mesure est effectuée juste après l'arrêt du malaxeur une fois la fabrication terminée. Celle-ci correspond à une prise d'environ 10 minutes du ciment. Trois mesures de la densité à l'état frais sont

effectuées pour toutes les gâchées. Pour une formulation plusieurs gâchées ont pu être effectuée afin d'évaluer la répétabilité du protocole de fabrication.

2.2.4.1.2. Étalement

Dans le cadre de notre étude, l'ouvrabilité du matériau est étudiée par une mesure d'étalement au cône d'Abrams selon la norme EN12350-8. La mesure de l'étalement est effectuée quelques minutes après l'arrêt du malaxeur ce qui correspond à une quinzaine de minutes après la mise en contact du ciment avec l'eau. Les mesures d'étalement ont été effectuées sur plusieurs gâchées d'une même formulation afin d'estimer la variabilité des résultats.

2.2.4.1.3. Durée pratique d'utilisation

La durée pratique d'utilisation a été effectuée sur un nombre plus restreint de formulation par deux essais :

1. Mesure de l'étalement et de la densité (toutes les 20minutes) les 120minutes depuis l'instant t_0 de la mise en contact du ciment avec l'eau. Cet essai a été effectué pour le pourcentage de ciment $C=15\%$ avec $w/w_L=1,8$ pour $M=\{0\% ; 20\% ; 30\% ; 50\%\}$.
2. Essai Vicat qui définit un temps de début de prise et un temps de fin de prise (NF EN 196-1). Cet essai est effectué pour les formulations suivantes ;
 - $C=12\%$ avec $w/w_L=1,6$ pour $M=\{0\% ; 50\%\}$,
 - $C=18\%$ avec $w/w_L=2$ pour $M=\{0\% ; 50\%\}$.

L'effet retardateur du Zinc est étudié en déterminant le temps de début de prise et de fin de prise de l'essai Vicat pour un BAMS utilisant un sol modèle 80/20 Zn pour la formulation $C=18\%$ $w/w_L=2$ $M=50\%$.

2.2.4.2. Caractérisation mécanique

2.2.4.2.1. Essais en compression

Les essais mécaniques en compression sont réalisés sur des éprouvettes cubiques $10*10*10\text{cm}^3$ mis en cure pendant 28jours dans une caisse maintenue à une humidité relative $HR=90\%$ et $T=20^\circ\text{C}$. Le matériau à l'état frais ayant une fluidité importante aucun procédé de mise en place par vibration n'a été utilisé. Cependant une fois le matériau coulé dans les moules, ceux-ci ont été tapés pour s'assurer de la bonne mise en place du béton. Les éprouvettes sont ensuite démoulées au bout de quelques jours. Le nombre de jours varie de 2 à 5 jours selon les formulations et la facilité de démoulage. En attendant le démoulage les

moules sont fermés hermétiquement. Les faces des éprouvettes sont notées par rapport à la direction de coulage. La direction 1 correspond à la direction de « coulage » et les directions 2 et 3 correspondent aux faces latérales. Les essais en compression sont effectués dans la direction 2 afin de pour s'assurer du parallélisme des faces. L'isotropie du matériau a été vérifiée préalablement.

L'essai en compression est uni-axial avec un appui rotulé. Il a été contrôlé par une vitesse de déplacement constante de la traverse de 0,6mm/min. La force appliquée sur l'éprouvette est enregistrée toutes les 0,04 secondes. Les éprouvettes sont pré-chargées à 100N soit 0,01MPa. L'essai est arrêté lorsque la force maximale a été atteinte. Quatre extensomètres ont été positionnés au centre de chaque face latérale de l'éprouvette pour mesurer la déformation longitudinale (Figure 2-8). Les extensomètres sont constitués de deux lames espacées de 15mm. Ces lames sont enfoncées dans le matériau à une profondeur de l'ordre de 0,1mm.



Figure 2-8 : Positionnement des 4 extensomètres en déformation longitudinale

2.2.4.2.2. Essais non destructifs

2.2.4.2.2.1. Scléromètre

Un essai au scléromètre consiste à projeter une masse sur la surface du matériau avec une vitesse similaire pour chaque mesure. Le scléromètre est composé d'une enclume montée sur ressort. Pour effectuer la mesure, le ressort est relâché et l'enclume percute le matériau en surface. Selon les propriétés mécaniques du matériau, une partie de l'énergie est absorbée, l'autre partie est redonnée à l'enclume et fait remonter celle-ci à une certaine hauteur. La hauteur plus ou moins importante indique une valeur appelée « valeur rebond ». La valeur rebond n'a pas d'unité. Sa valeur dépend de la masse appliquée qui peut diverger d'un modèle de scléromètre à un autre. Le scléromètre utilisé dans le cadre de notre étude a été fourni par l'entreprise Proseq. Le modèle utilisé correspond à des essais pour une faible plage de résistance à la compression de 0,5MPa à 5MPa (Référence : Schmidt OS-120).

Les mesures sont effectuées sur les éprouvettes de dimensions 10x10x10cm³ prévues pour les essais en compression avant celui-ci. Les mesures sont effectuées sur trois faces correspondant aux trois directions possibles. Quatre points de mesure sont effectués sur chaque face (Figure 2-10). L'utilisation du scléromètre nécessite deux points d'appuis espacés de plus de 10cm dont la seule configuration possible correspond à positionner le scléromètre le long de la diagonale d'une face. Ce quadrillage présente un problème car il est préconisé d'effectuer à plus de 3/4cm du bord pour éviter un effet de bord.



Figure 2-9 : Scléromètre Schmidt OS-120 Proseq

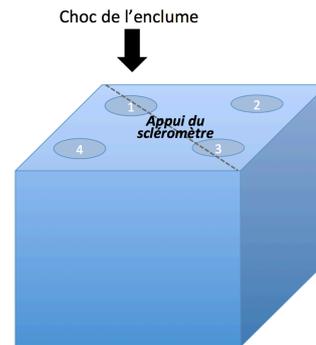


Figure 2-10 : Points de mesure de la valeur rebond au scléromètre

2.2.4.2.2.2. Vitesse des ultrasons

La vitesse des ultrasons a été mesurée de manière directe. Le système utilisé est constitué d'un générateur d'ondes ultrasonores relié à un capteur émetteur et un capteur récepteur d'une fréquence de 200 kHz (Figure 2-11).



Figure 2-11 : Photographie du système de mesure des ultrasons

De la vaseline est appliquée pour faire joint entre les deux surfaces. Les transducteurs sont appliqués sur les faces opposées de manière à être alignés. Les mesures sont effectuées dans les trois directions possibles. Pour chaque direction, une mesure est effectuée au milieu de la face de l'éprouvette. La variabilité entre les mesures de chaque direction permet d'évaluer l'isotropie du matériau. Pour évaluer l'homogénéité du matériau, quelques mesures sont effectuées sur un quadrillage de 9 points sur chaque face de l'éprouvette (Figure 2-12).

L'étude de la variabilité des mesures entre chaque éprouvette (6 éprouvettes en moyenne) d'une formulation permet d'évaluer l'homogénéité d'une gâchée. Des mesures pour différentes gâchées d'une formulation sont effectuées afin d'évaluer la répétabilité du protocole de fabrication.

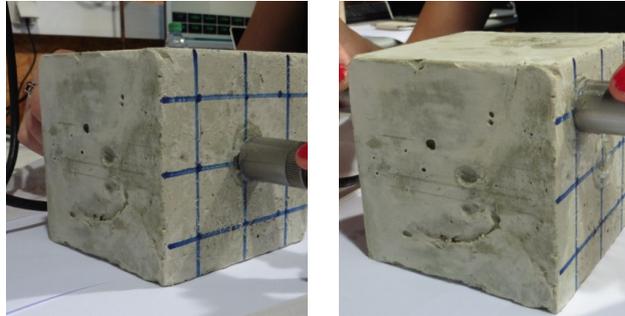


Figure 2-12 : Quadrillage des points de mesure pour l'étude de l'homogénéité du matériau

2.2.4.2.3. Retrait

Le retrait linéaire calculé correspond à la différence entre la longueur de l'éprouvette à l'instant t_0 où elle est placée sur le dispositif et sa longueur à l'instant t divisée par sa longueur initiale L_0 (16 cm). Le retrait est exprimé en cm/m.

$$\text{Retrait} = \frac{L_{t_0} - L_t}{L_0} * 100$$

Pour mesurer le retrait, les éprouvettes ($4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$) ont été coulées dans un moule permettant d'intégrer aux deux extrémités de la longueur de l'éprouvette deux inserts. Aucun procédé de vibration n'est appliqué. Les moules ont simplement été tapés afin de tasser le matériau et de s'assurer de sa bonne mise en place. Une fois démoulée, l'éprouvette est positionnée sur un dispositif appliquant une jauge reliée à un comparateur sur l'insert supérieur (Figure 2-13 gauche). L'insert inférieur repose sur une « boule » aligné selon la verticale avec la jauge. Le comparateur est relié à un système d'acquisition qui enregistre la position du comparateur (Figure 2-13 droite). Une mesure est prise lorsque le déplacement dépasse 0,002mm et toute les 30 secondes si le comparateur n'a pas dépassé cette valeur seuil. La précision du comparateur est de $1 \mu\text{m}$. Les essais sont menés dans une salle avec une humidité relative stable de l'ordre de 50%. Les mesures ont été effectuées jusqu'à stabilisation du retrait (environ 20 jours). Pour chaque formulation testée, le retrait a été mesuré sur une seule éprouvette afin de pouvoir respecter le nombre de formulation testé par rapport au nombre de dispositif. Le retrait a été mesuré sur deux éprouvettes d'une même gâchée pour la formulation $C=18\%$ avec $w/w_L=2$ $M=50\%$. Le retrait a également été mesuré sur des éprouvettes issues de trois gâchées différentes afin d'évaluer la répétabilité du protocole de fabrication.

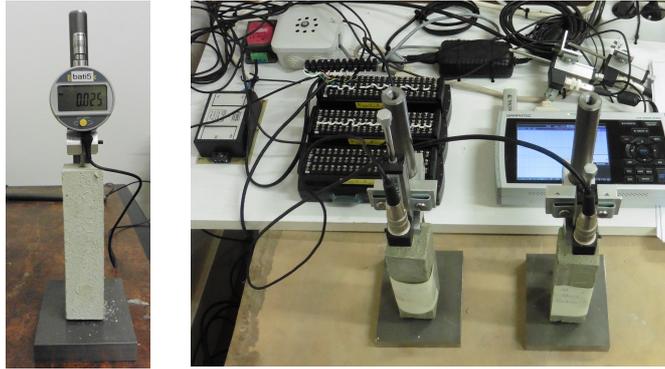


Figure 2-13 : Photographie du dispositif de retrait linéaire(gauche) et du système d'acquisition complet (droite)

2.2.4.3. Durabilité

2.2.4.3.1. Propriétés de transferts

2.2.4.3.1.1. Perméabilité à l'azote

Les mesures de perméabilité à l'azote permettent de calculer la perméabilité intrinsèque du matériau. Elle est notée K et se mesure en m^2 . Elle est propre au matériau et ne dépend pas du fluide qui est utilisé pour la mesure. Le gaz utilisé est l'azote. Ce gaz est compressible, non mouillant et présente une bonne percolation dans un milieu poreux. Les mesures ont été réalisées au département TREFLE du laboratoire I2M.

2.2.4.3.1.1.1. Dispositif expérimental

La mesure consiste à appliquer différents débits du fluide aux extrémités de l'éprouvette (cylindrique de dimensions 4cm de diamètre et 10cm de hauteur) et de mesurer la pression de retour du matériau (pression d'entrée P_1). L'autre extrémité de l'éprouvette est à la pression ambiante (pression de sortie P_2). Le débit est mesuré et contrôlé par un débitmètre et un régulateur de débit. Des paliers de pression en montée puis en descente sont appliqués. Le schéma du dispositif est présenté Figure 2-14.

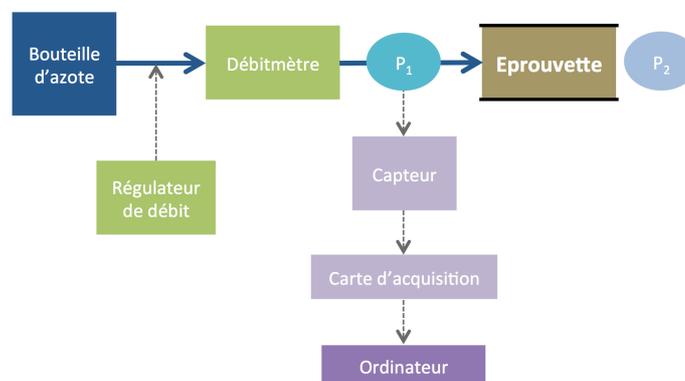


Figure 2-14 : Schéma du dispositif de mesure et d'acquisition des données pour le calcul de la perméabilité intrinsèque

Le débit en entrée Q_1 correspond en réalité à un débit selon les conditions normales de gaz qu'il faut ramener en conditions expérimentales (P_1 , $T_1=293K$). Q_1 se calcule en considérant la conservation du débit massique et la loi des gaz parfaits ;

$$Q_1 = \frac{T_1}{T_0} \frac{P_0}{P_1} * Q_0$$

Les conditions normales correspondent à :

- ✓ $T_0=273K$
- ✓ $P_0=1atm$

L'éprouvette est entourée d'une gaine qui est insérée dans une cellule (Figure 2-15) dans laquelle une pression d'environ 5 bars est appliquée (chambre de confinement) permettant de serrer la gaine autour de l'éprouvette. Ce système permet d'empêcher le passage du fluide sur le côté de l'éprouvette et de s'assurer ainsi que la totalité du fluide passe par l'éprouvette.



Figure 2-15 : Photographie du dispositif de perméabilité à l'azote

2.2.4.3.1.1.2. Séchage du matériau

Les éprouvettes cylindriques ont été mises en cure pendant 28 jours dans une caisse à humidité contrôlée correspondant à HR=90%. Les éprouvettes sont ensuite séchées afin de désobstruer les pores du matériau. La question du séchage de notre matériau pour les mesures de la perméabilité a été un point délicat. Certaines études sur le béton à base de sédiments ont choisi des températures de l'ordre de 105°C (Agostini F., 2006) ou bien un séchage à 80°C pendant 1 mois (Alaïwa A., 2007). Étant donné la forte capacité de rétractation de notre matériau, un séchage trop important peut aussi amener à des fissurations de l'éprouvette ce qui fausserait le calcul de la perméabilité intrinsèque. Des températures nettement inférieures à celles retenues par la littérature ont donc été envisagées. Pour commencer, un séchage à 40°C en étuve a été appliqué. Quelques formulations présentent des fissures importantes ne permettant pas de retenir ce mode de séchage. Par la suite les éprouvettes ont été séchées dans

une enceinte climatique avec $T=20^{\circ}\text{C}$ et $\text{HR}=50\%$ jusqu'à stabilisation de la masse. Les surfaces ne présentent pas de fissure ; ces conditions de séchage ont donc été retenues afin de désobstruer au maximum les pores.

2.2.4.3.1.2. Porosimètre au mercure

Les mesures ont été réalisées au département TREFLE du laboratoire I2M. La méthode consiste à forcer l'intrusion du mercure dans les pores de manière progressive en appliquant par palier des pressions de plus en plus importantes. Le mercure est utilisé car c'est un fluide non mouillant facilitant son intrusion dans les pores. Pour chaque pression appliquée le volume de mercure introduit est enregistré. Selon un modèle de pore cylindrique, une taille de pore est associée à chaque palier de pression appliqué. Les mesures ont été réalisées à l'aide de deux porosimètres dans une salle climatisée à 18°C . Le mercure est introduit dans le porosimètre n°1 dans une ampoule contenant notre échantillon dans laquelle le vide est fait avant injection du mercure. Le deuxième porosimètre n'introduit pas de mercure mais exerce une pression à l'aide d'une huile qui pousse sur le mercure déjà introduit. Ce porosimètre permet de monter dans une gamme de pression plus importante jusqu'à 200MPa pouvant décrire des pores jusqu'à $0,003\mu\text{m}$. Dans le cadre de notre étude, la montée en pression s'est effectuée de $0,01\text{bars}$ à 2bars dans le premier porosimètre. Dans le deuxième porosimètre la pression est montée jusqu'à 20bars . Les résultats présentent une plage de porosité allant de $0,7\mu\text{m}$ à $150\mu\text{m}$.

2.2.4.3.1.2.1. Séchage du matériau

L'échantillon correspond à un morceau de 5mm^3 prélevé sur une éprouvette mis en caisse d'humidité relative $\text{HR}=90\%$ pendant 28 jours. A 28 jours, l'éprouvette a été séchée afin de désobstruer les pores de l'eau libre pour avoir accès à la totalité des pores. Comme pour les mesures de perméabilité à l'azote, le séchage est un point délicat. La question a été de savoir jusqu'à quel point sécher le matériau afin de garder une structure représentative du matériau tout en ayant accès à l'ensemble de la structure poreuse du matériau. La norme propose un séchage pendant 24h à 105°C . Un tel séchage s'avère trop important pour le BAMS. Séchée l'eau absorbée par l'argile risquerait de fragiliser fortement le matériau et de casser la structure poreuse lors d'une montée en pression importante. De plus un séchage trop important peut modifier la structure poreuse du matériau en resserrant les pores (Boutouil M., 2000). Une étude a également mis en évidence le fait que le processus de séchage peut engendrer une variation de la porosité allant jusqu'à 30% de la porosité totale mesurée (Baroghel-Bouny, 1994). Il a été aussi mis en évidence qu'à la température 105°C , le matériau

subit des dommages internes. La bibliographie présente des modes de séchages qui ont été adaptés au matériau d'étude (Tableau 2-3). Le choix du séchage est d'autant plus complexe qu'un séchage insuffisant qui empêcherait l'accès à la microporosité, empêchera également l'accès à une certaine porosité plus grossière moins accessible mais pour laquelle la microporosité constitue les chemins d'accessibilité.

Tableau 2-3 : Mode de séchage pour la porosité au mercure dans différentes études

Référence bibliographique	Matériau	Conditions : Air / vide	Température de séchage	Temps de séchage
(Boutouil M., 2000)	Vase de dragage à base de ciment	Air	50°C	24h et 48h selon les teneurs en eau après solidification
(Baroghel-Bouny, 1994)	Pate de ciment	Vide primaire	40°C	-
(Eid J., 2016)	Mortier à base de terre crue	Air ambiant	-	-

Les éprouvettes ont été séchées à 40°C jusqu'à stabilisation de la masse. Bien qu'à cette température, les éprouvettes présentent des fissures, un échantillon de 5mm³ a été soigneusement sélectionné afin d'éviter la présence de ces fissures.

2.2.4.3.1.3. Porosité accessible à l'eau

Les mesures sont effectuées sur des éprouvettes cubiques 5x5x5mm³ mises en cure pendant 28jours en caisse d'humidité relative HR=90%. Le scénario choisit pour cet essai a été inversé par rapport à la méthode habituelle utilisée où les éprouvettes sont séchées avant d'effectuer l'essai sous le dessiccateur. Un tel séchage sur notre matériau induit des phénomènes de fissuration qui auraient faussés les résultats.

Chaque éprouvette est directement après la cure placée dans l'eau dans un dessiccateur pendant 48h dans un vide partiel sous une pression de 25mbars.

Pendant les premières 24 heures le dessiccateur est rempli à mi-hauteur des échantillons. Les 24 heures suivantes, le dessiccateur est rempli jusqu'à immersion totale des échantillons sous l'eau. Une fois cet essai réalisé, une pesée hydrostatique et une pesée à l'air des échantillons sont effectuées. Les échantillons sont ensuite séchés dans une étuve à 105°C jusqu'à obtenir un écart de la masse inférieur à 0,1% entre deux pesées de 24h. La porosité accessible à l'eau notée P_{eau} s'exprime en pourcentage et se calcul à l'aide de la formule suivante ;

$$P_{\text{eau}}(\%) = \frac{m_{\text{sat(air)}} - m_{\text{sec(HR=50\%)}}}{m_{\text{sat(air)}} - m_{\text{sat(eau)}}} * 100$$

Avec ;

- $m_{\text{sat}(\text{air})}$ la masse de l'éprouvette à l'état saturée en eau. La pesée est effectuée en sortant l'éprouvette de l'eau et en passant un léger tissu afin d'enlever l'eau superficielle.
- $m_{\text{sec}(\text{HR}=50\%)}$ la masse de l'éprouvette séchée à l'étuve à 105°C une fois avoir obtenue un écart de la masse entre deux pesées de 24h inférieure à 0,1%.
- $m_{\text{sat}(\text{eau})}$ la masse de l'éprouvette à l'état saturée en eau en pesée hydrostatique.

2.2.4.3.2. Images MEB

Les observations MEB ont été réalisées au département TREFLE du laboratoire I2M. Elles sont effectuées sur un échantillon d'une éprouvette mise en cure pendant 28 jours en caisse d'humidité relative HR=90%.

2.2.4.3.3. Tomographie X

Les mesures ont été effectuées par la plateforme PLACAMAT du laboratoire I2M par Jérôme MALVESTIO. Les échantillons observés à la tomographie ont été carottés dans des éprouvettes mises en cure pendant 28 jours en caisse d'humidité relative HR=90%. Elles correspondent à des cylindres de 14mm de diamètre et de environ 5mm de hauteur.

2.2.4.3.4. Lixiviation

2.2.4.3.4.1. Scénarii des essais

Différents scénarii sont envisagés pour répondre aux problématiques soulevées par la lixiviation :

Le scénario permettant de répondre à la problématique de **fixation** (adsorption) de charges par le matériau se déroule en deux phases;

- Phase n°1 : Phase d'adsorption d'une charge par le matériau en faisant passer un solvant chargé.
- Phase n°2 : Phase de désorption des charges adsorbée par le matériau lors de la phase n°1 en faisant passer un solvant neutre (eau osmosée).

Ce scénario est appliqué pour deux types de charges ;

- NaCl avec un dosage du solvant de 30g/L. Ce dosage est choisi pour simuler une eau de mer.
- Zinc avec un dosage du solvant de 4g/L. Ce dosage a été choisi en considérant la capacité de fixation maximale de l'argile.

La formulation testée pour ces deux cas de figure correspond à $C=18\%$ avec $w/w_L=2$ pour $M=50\%$. Une éprouvette pour chaque cas est testée.

Pour répondre à la problématique de **relargage des polluants** issus des sédiments par le matériau, un solvant correspondant à une eau osmosée est passé sur une éprouvette fabriquée à partir du sol 80/20 Zn. Ce sol présente une concentration de 5440mg/kg de sol, concentration largement supérieure aux niveaux seuils définis par GEODE (N1 :276mg/kg, N2 :552mg/kg) ce qui le classe dans la catégorie d'un sol non-immmergeable dans le cadre du dragage.

Ce scénario est effectué pour les formulations suivantes ;

- $C=18\%$ $w/w_L=2$ $M=0\%$ (Lix1),
- $C=18\%$ $w/w_L=2$ $M=50\%$ (Lix2),
- $C=12\%$ $w/w_L=1,6$ $M=0\%$ (Lix3),
- $C=12\%$ $w/w_L=1,6$ $M=50\%$ (Lix4).

Pour chaque formulation, une seule éprouvette a été testée.

Dans les deux problématiques abordées (fixation et lixiviation), le solvant qui traverse le matériau est ensuite récupéré pour être analysé au spectromètre de masse afin de détecter et de quantifier les éléments relargués ou fixés par le matériau. Les éléments analysés correspondent au Zinc, au Sodium et au Calcium. Pour les essais d'adsorption, les concentrations des éléments Zinc et Sodium des prélèvements sont comparées à la concentration du solvant qui est également dosée par spectrométrie de masse. Le Calcium a été dosé car la fixation des charges (Zinc et Sodium) par l'argile et par les composés du ciment peut faire intervenir le relargage de cet élément.

En parallèle de la détection des charges, les grandeurs physiques suivantes sont mesurées sur le lixiviat récupéré;

- La turbidité,
- Le pH,
- La conductivité.

La turbidité permet d'évaluer l'arrachement des particules désagrégées et emportées par le solvant lors de l'essai. Le pH et la conductivité sont des paramètres qui influencent les mécanismes de relargage. La mesure de ces deux grandeurs permet de comprendre et d'interpréter les résultats de l'analyse au spectromètre de masse du lixiviat.

Un essai de lixiviation de référence (noté Lix0) correspondant à faire passer un solvant eau osmosée sur une éprouvette fabriquée à partir d'une bentonite brute est effectué.

2.2.4.3.4.2. Dispositif expérimental

Le dispositif de lixiviation mis en place dans le cadre de nos travaux a pour but de reproduire une infiltration accélérée de l'eau dans notre matériau qui s'observerait naturellement sur le long terme. L'accélération de l'infiltration de l'eau est simulée par une mise en pression d'un volume d'eau au contact de notre matériau. Le système de mise en pression est composé d'un réservoir rempli partiellement d'eau dans lequel l'air contenu est mis sous pression à l'aide d'un compresseur à air. L'air est mis sous pression à 1,5bars. La sortie de l'éprouvette est à la pression ambiante de 1bar. Le gradient de pression est de 0,5bar soit 0,05MPa. Un gradient de 0,5bar correspond à une hauteur d'eau de 5m. Ce gradient de pression doit respecter les limites de résistance mécanique du matériau.

Le réservoir d'eau sous pression alimente une cellule d'infiltration dans laquelle l'éprouvette est mise en place (Figure 2-16).

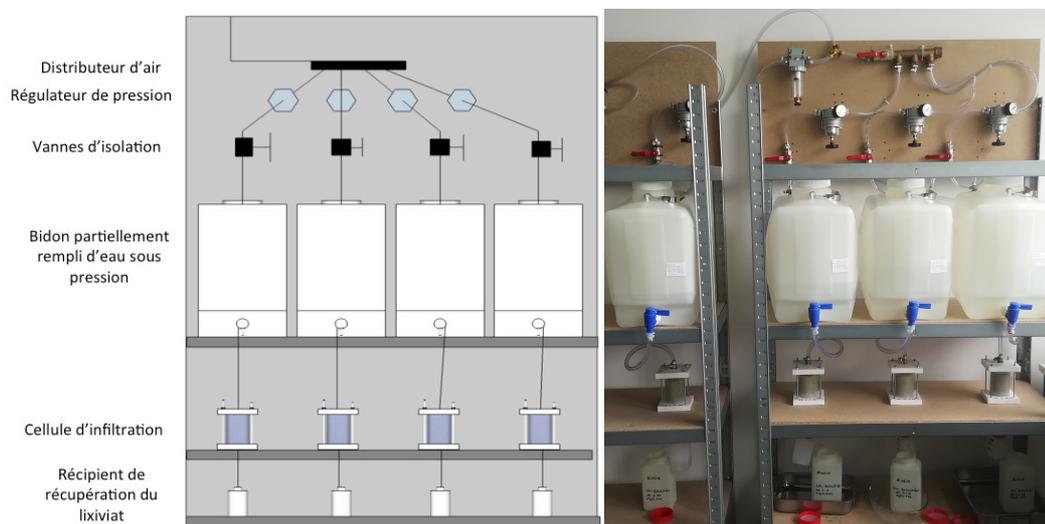


Figure 2-16 : Schéma (gauche) et photographie (droite) des dispositifs de lixiviation

L'éprouvette correspond à un cylindre de 4cm de diamètre et de 5cm de hauteur. L'éprouvette a été au préalable mise en cure pendant 28jours en caisse d'humidité relative HR=90%. La cellule d'infiltration se compose d'un tube en plexiglass dont les dimensions sont les suivantes ;

- Hauteur de 100mm,
- Diamètre intérieur de 54 mm,
- Diamètre extérieur de 60 mm.

Le tube de plexiglass est fixé à chaque extrémité sur une plaque en téflon percée pour permettre l'infiltration (plaque supérieure) et l'évacuation (plaque inférieure) du solvant dans le matériau. Pour monter la cellule d'infiltration, l'éprouvette est positionnée sur la plaque de téflon inférieure en appliquant une couche de silicone le long de sa base. Le tube de plexiglass

est ensuite fixé sur la plaque inférieure. Une résine epoxy transparente (Epoxacast 690) est ensuite coulée entre l'éprouvette et le tube de plexiglass jusqu'à la hauteur de l'éprouvette pour visuellement s'assurer de l'étanchéité de la cellule c'est à dire que l'eau s'infiltré bien dans le matériau et non entre la paroi latérale du matériau et le tube plexiglass (Figure 2-17 gauche). La plaque de téflon supérieure est ensuite fixée sur le tube de plexiglass. L'ensemble est consolidé par des tiges filetées permettant de maintenir les deux plaques de téflon serrées (Figure 2-17 droite).

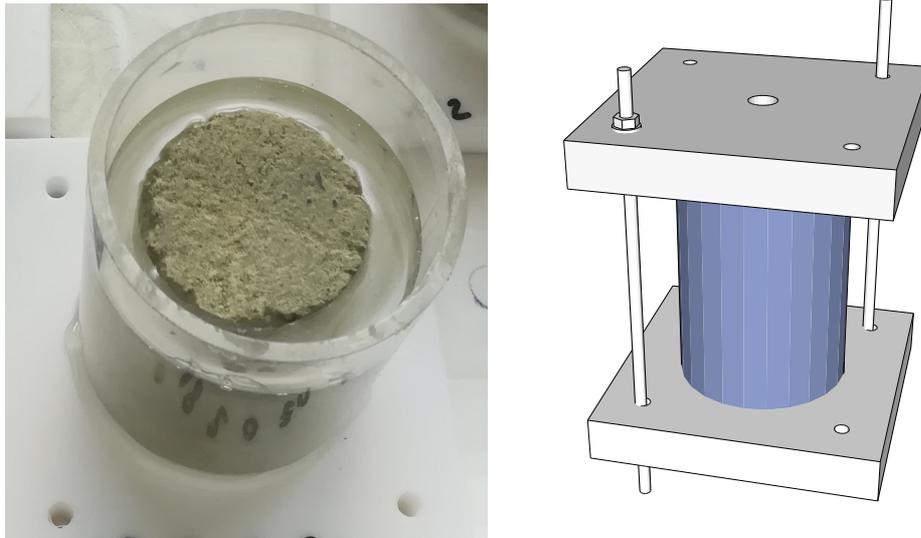


Figure 2-17 : Photographie de la cellule d'infiltration après avoir coulé la résine epoxy entre l'éprouvette et le tube de plexiglass (gauche) et dessin 3D de la cellule d'infiltration du dispositif de lixiviation (droite)

2.2.4.3.4.3. *Étanchéité de la cellule de percolation*

L'élaboration de la configuration de la cellule d'infiltration a nécessité en amont plusieurs tests pour s'assurer de l'étanchéité de la cellule c'est à dire que l'eau s'infiltré bien dans l'éprouvette et non entre ses parois et le tube de plexiglass. Pour valider l'efficacité de l'étanchéité de la cellule d'infiltration, deux méthodes sont utilisées :

1. Utilisation d'un solvant coloré

Un solvant coloré (bleu de méthylène) est passé dans le dispositif. Les possibles écoulements de l'eau le long des parois de l'éprouvette sont d'abord visuellement observés grâce à la transparence du tube en plexiglass. A la fin du test, l'éprouvette est sortie du dispositif et découpée pour s'assurer de la coloration à l'intérieur du matériau (Figure 2-18).

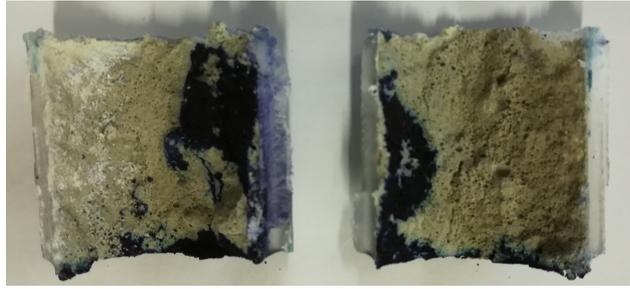


Figure 2-18 : Photographie d'une éprouvette coupée en deux après un test au bleu de méthylène

2. Comparaison débit théorique et débit réel

Le débit théorique est calculé et comparé au débit réellement obtenu. Le débit théorique est calculé à partir de la loi de Darcy selon la formule suivante :

$$Q = S * \frac{\Delta h}{L} * K_r$$

Avec

- Q le débit (m³/s)
- K_r la perméabilité relative au fluide (m/s)
- S la surface de la section d'entrée de l'eau dans l'éprouvette (m²)
- L la longueur de l'éprouvette (m)
- Δh la différence des hauteurs piézométriques (m) correspondant à 5m.

Pour les différentes configurations qui ont été essayées, les paramètres de la formule de Darcy peuvent changer. La perméabilité relative dépend du fluide utilisé. Dans le cadre de notre travail, le fluide utilisé correspond à l'eau. Elle se calcul à partir de la perméabilité intrinsèque et les caractéristiques du fluide avec la formule suivante :

$$K_r = \frac{K * \rho * g}{\eta}$$

Avec :

- K la perméabilité intrinsèque du matériau (m²)
- ρ la masse volumique de l'eau (kg/m³) ρ=1000kg/m³
- η la viscosité dynamique de l'eau (Pa.s) η=10⁻³Pa.s
- g la pesanteur (m/s²) avec g=9,81m/s²

Il est à noter que la longueur et la section de l'éprouvette sont valides dans la formule du calcul du débit théorique dans l'hypothèse que l'infiltration de l'eau s'effectue dans tout le volume de l'éprouvette. Or lors du test effectué avec le solvant coloré, les observations de

l'intérieur de l'éprouvette ont montré que l'eau s'infiltré par des chemins préférentiels et non la totalité du volume de l'éprouvette (Figure 2-18). Le débit expérimental sera à priori plus faible que le débit théorique. La comparaison des débits expérimentaux et théoriques est présentée dans le chapitre durabilité.

2.2.4.3.4.4. Déroulement des essais

Le débit est vérifié deux fois par jour. Le lixiviat est récupéré par volume de 60mL dans un flacon gardé dans un réfrigérateur. Les essais se sont déroulés sur une durée de plus d'un mois de manière à faire passer plus de 1 litre de solvant. A chaque récupération du lixiviat, les mesures de pH, conductivité et turbidité sont effectuées. A la fin de l'essai, quelques prélèvements sont sélectionnés pour être analysés au spectromètre de masse ICP-MS afin de détecter et de quantifier les éléments relargués ou fixés par le matériau. Ces analyses sont effectuées au laboratoire EPOC (Environnements et Paléoenvironnements Océaniques et Continentaux) de l'Université de Bordeaux avec l'aide de Alexandra COYNEL et Emilie DASSIE.

2.2.5. Démarche globale des essais

Les formulations testées pour le sol modèle 80/20 pour chaque essai sont présentées

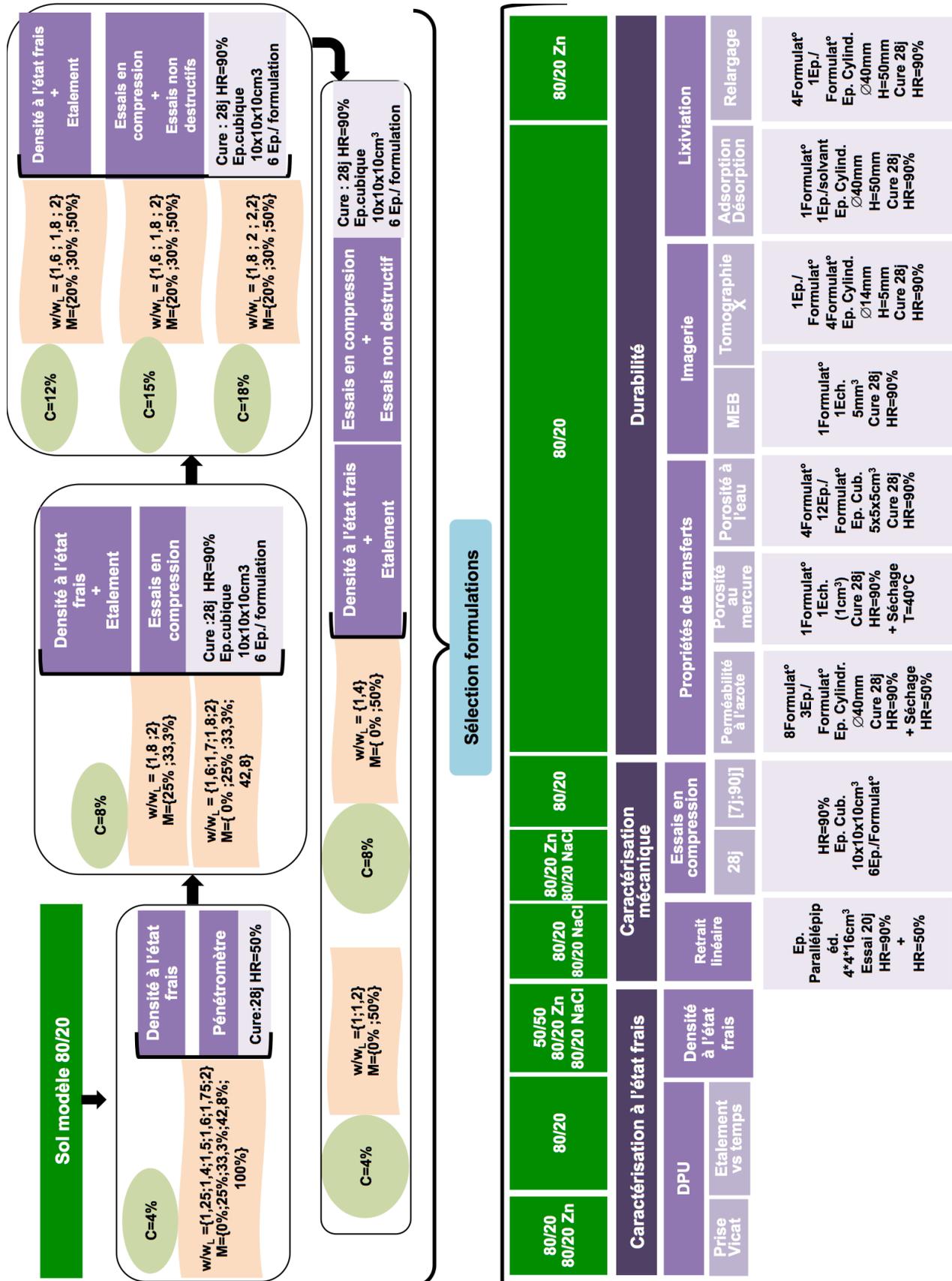
Tableau 2-4.

Tableau 2-4 : Formulations effectuées pour chaque essai

C(%)	4	8	12	15	18
Caractérisation à l'état frais					
Densité à l'état frais	w/w _L = {1,25 ; 1,4 ; 1,5 ; 1,6 ; 1,75 ; 2} M= {0; 25; 33,3; 42,5; 100}	w/w _L = {1,6 ; 1,7 ; 1,8 ; 2} M= {0;25;33,3;30; 42,8;50}	w/w _L = {1,6 ; 1,8 ; 2} M= {0;20;30;50}	w/w _L = {1,6 ; 1,8 ; 2} M= {0;20;30;50}	w/w _L = {1,6 ; 1,8 ; 2; 2,2} M= {0;20;30;50}
Ouvrabilité <i>Etalement cône d'Abrams</i>					
DPU	-	-	w/w _L =1,6 M={0;50}	w/w _L =1,6 M={0;50}	w/w _L =2 M={0;50}
Caractérisation mécanique					
Essais en compression <i>t=28j</i>	w/w _L =1,2 M={0;50}	w/w _L =1,4 M={0;50}	w/w _L = {1,6 ; 1,8 ; 2} M= {0;20;30;50}	w/w _L = {1,6 ; 1,8 ; 2} M= {0; 20 30 ; 50}	w/w _L = {1,8 ; 2; 2,2} M= {0; 20 30; 50}
Essais non destructifs					
Evolution Résistance mécanique <i>t={7j;14j;28j;90j}</i>	-	-	w/w _L =1,6 M={0;50}	-	w/w _L =2 M={0;50}
Variation dimensionnelle <i>Retrait linéaire</i>	-	-	w/w _L =1,6 M={0; 30; 50}	-	w/w _L =2 M={0; 30; 50}
Durabilité					
Propriétés de transfert					
Perméabilité à l'azote	-	-	w/w _L =1,6 M= {0;30;50}	-	w/w _L =2 M= {0;20;30;50}
Porosité au mercure	-	-	w/w _L =1,6 M=50	-	-
Porosité à l'eau	-	-	w/w _L =1,6 M={0;50}	-	w/w _L =2 M={0;50}
Imagerie					
MEB	-	-	-	-	w/w _L =2 M=50
Tomographie	-	-	w/w _L =1,6 M={0;50}	-	w/w _L =2 M={0;50}
Lixiviation					
Adsorption/Désorption	-	-	w/w _L =1,6 M={0;50}	-	w/w _L =2 M={0;50}
Relargage	-	-	-	-	w/w _L =2 M={0;50}

La démarche de l'ensemble de l'étude est résumée par l'organigramme présenté Figure 2-18.

Figure 2-18 : Organigramme de la démarche de la campagne expérimentale



2.3. Conclusion matériaux et méthode

Les caractéristiques des prélèvements naturels (variabilité, sol grossier) ne permettent pas de mettre en place l'étude de la valorisation des sédiments fins issus du dragage. Un sol modèle calibré constitué de 80% de bentonite calcique et de 20% de sable correcteur ($w_L=90\%$) est utilisé.

Le sol modèle est l'un des 4 constituants participant à la formulation du béton, avec l'eau le ciment et la mousse). Leurs quantités sont fixées à l'aide de 3 paramètres de formulation (w/w_L , C, M) qui ont été fixés de manière à retranscrire deux aspects de la problématique;

- Le traitement au ciment d'un sol ayant une certaine teneur en eau,
- L'aération d'une matrice cimentaire.

Pour un pourcentage massique de ciment C, différentes valeurs de w/w_L ont été balayées afin de retranscrire plusieurs cas de figure de sol ayant des teneurs en eau différentes. Pour chaque matrice cimentaire, différentes quantités de mousse ont été ajoutées afin d'étudier l'influence de ce paramètre. Le pourcentage massique de ciment a été ajusté pas à pas dans l'étude par rapport aux résultats obtenus notamment au niveau de la résistance mécanique. Dans la démarche de minimiser le coût du matériau celui-ci a été fixé à 4% au début de l'étude puis a été augmenté jusqu'à 18%.

La campagne expérimentale a consisté à caractériser le BAMS l'état frais et mécaniquement pour un large champ d'application. Pour l'étude de la durabilité, les essais ont été effectués sur une sélection de formulation afin de réduire le nombre d'essai.

Chapitre 3 : Caractérisation à l'état frais BAMS

Le premier point étudié correspond à l'étude de la **densité** en fonction des paramètres de formulation. Cette étude a permis d'évaluer la quantité de mousse incorporée par rapport à celle ajoutée en fonction des caractéristiques de la matrice cimentaire. Dans un second temps, l'étude de l'**ouvrabilité** (évaluée par des mesures d'étalement au cône d'Abrams) permet d'évaluer la facilité de mise en œuvre du BAMS et de comprendre comment l'optimiser par rapport aux paramètres de formulation. La **durée pratique d'utilisation** qui est le troisième point abordé dans la caractérisation à l'état frais permet d'évaluer le temps avant lequel le BAMS doit être mis en œuvre.

3.1. Densité à l'état frais

3.1.1. Influence du rapport w/w_L

L'éclatement des bulles d'air de la mousse lors de son incorporation au mélange dépend comme cela a pu être souligné précédemment de l'énergie de malaxage mais il dépend également de la consistance du mélange intermédiaire « eau+sol+ciment ». Pour faire varier cette consistance, différentes valeurs du rapport w/w_L sont testées pour un pourcentage de ciment fixe. Pour un rapport w/w_L fixe, différents pourcentages de mousse ont été ajoutés afin d'évaluer la proportion de mousse optimale et les densités qu'il est possible d'atteindre.

La Figure 3-1 présente pour $C=4\%$ la densité à l'état frais en fonction des différentes valeurs du rapport w/w_L pour chaque pourcentage de mousse. Les valeurs faibles du rapport w/w_L correspondent à une proportion de sol par rapport à l'eau plus importante et donc à une fluidité faible du mélange intermédiaire. Lorsque le rapport w/w_L augmente, la fluidité du mélange intermédiaire augmente.

Les courbes présentent une variation de la densité en fonction de w/w_L similaire qui est décrit en distinguant les trois zones indiquées sur la Figure 3-1 ;

- La **zone 1** correspond aux valeurs de w/w_L inférieures à 1,25. Les densités pour différents pourcentages de mousse sont très similaires. Le pourcentage de mousse est un paramètre qui n'influence pas la densité à l'état frais pour ces valeurs de w/w_L . Ce phénomène s'explique par la fluidité du matériau qui est très faible et provoque l'éclatement des bulles d'air de la mousse lors de leur incorporation.
- La **zone 2** correspond à la plage de valeurs entre 1,25 et 1,5. Les courbes pour différents pourcentages de mousse ont un comportement similaire mais avec des

valeurs de densités différentes. Les densités des formulations avec mousse chutent ce qui marque l'influence de l'ajout de mousse sur la densité. La chute de la densité est différente selon les pourcentages de mousse. La fluidité du matériau augmente et l'énergie nécessaire pour incorporer les bulles d'air dans le matériau est inférieure à l'énergie d'éclatement des bulles d'air. Le pourcentage de mousse devient un paramètre de plus en plus influent pour la densité à l'état frais.

- La **zone 3** correspond aux valeurs de w/w_L supérieures à 1,5. La chute des courbes s'adoucit. Les courbes entre les différents pourcentages de mousse sont différenciées et l'écart est constant. Les courbes ont une légère décroissance qui est similaire d'un pourcentage de mousse à un autre et surtout similaire à la courbe de pourcentage de mousse $M=0\%$. C'est l'ajout de l'eau (par rapport au sol) par l'augmentation du rapport w/w_L qui fait diminuer la densité et non plus le pourcentage de mousse.

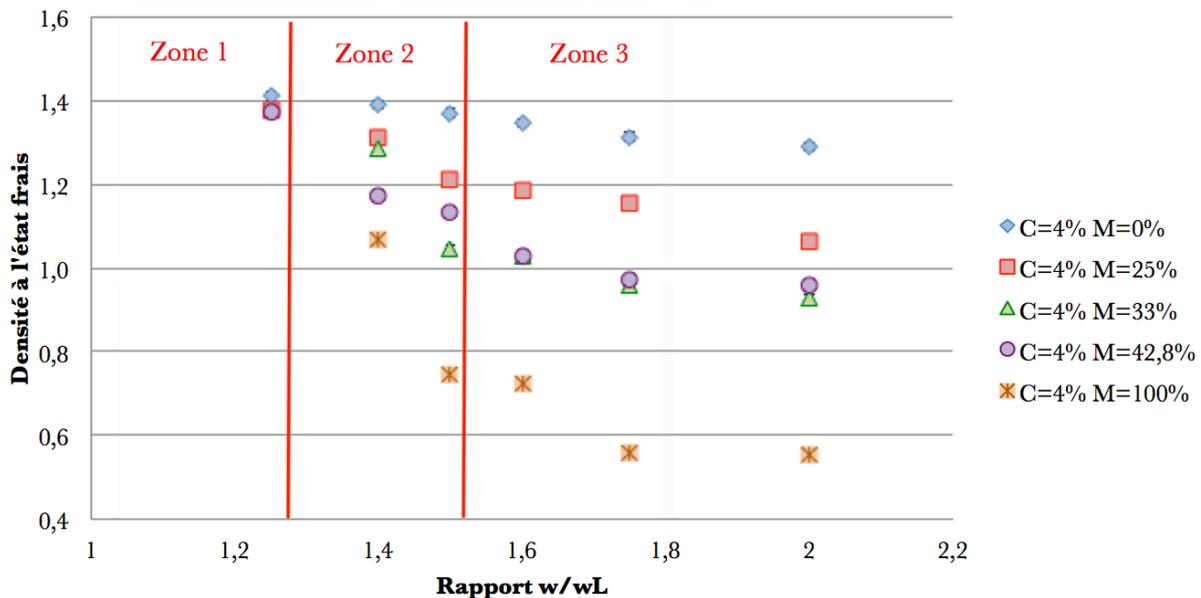
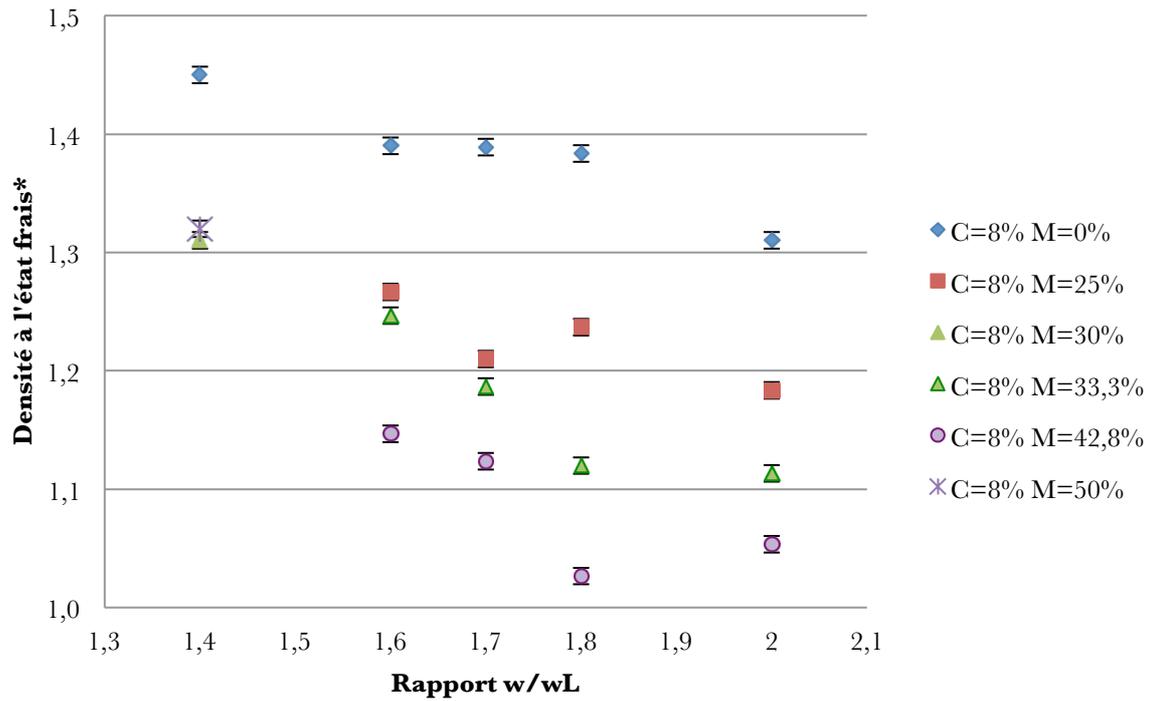


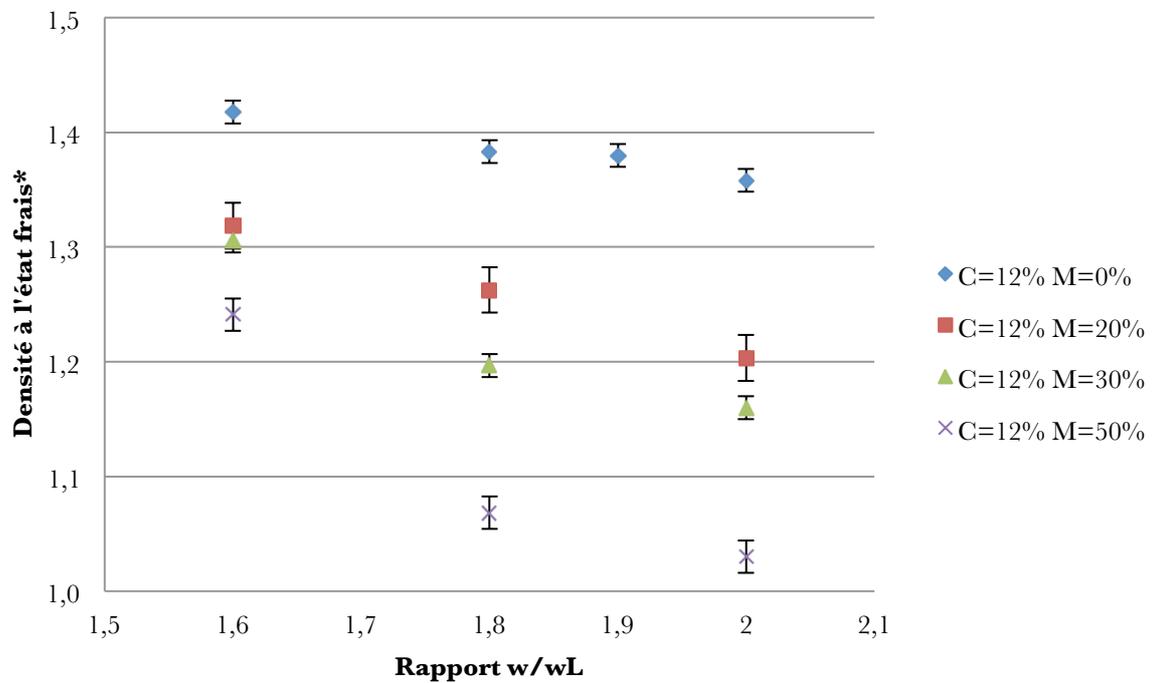
Figure 3-1 : Densité à l'état frais en fonction du rapport w/w_L pour différents pourcentages de mousse pour $C=4\%$

Pour le pourcentage de ciment $C=8\%$, 12% , 15% et 18% le même constat est fait (Figure 3-2 à Figure 3-5). Les ensembles de points décrivent les trois zones caractéristiques du phénomène d'éclatement des bulles d'air de la mousse en fonction du rapport w/w_L avec des zones décalées vers des rapports w/w_L plus élevés. Ce décalage est dû à la diminution de la fluidité du mélange avec l'augmentation du pourcentage massique de ciment pour une valeur fixe de w/w_L .



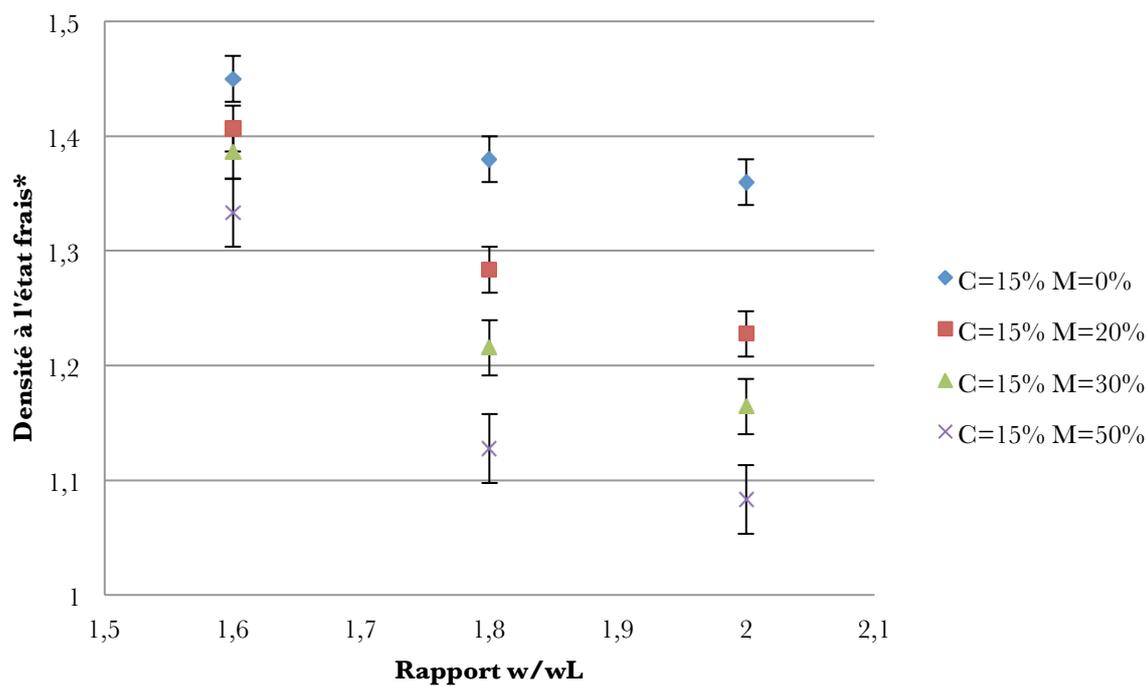
*Variabilité calculée sur les 3 mesures d'une gâchée

Figure 3-2 : Densité à l'état frais en fonction du rapport w/w_L pour différents pourcentages de mousse pour C=8%



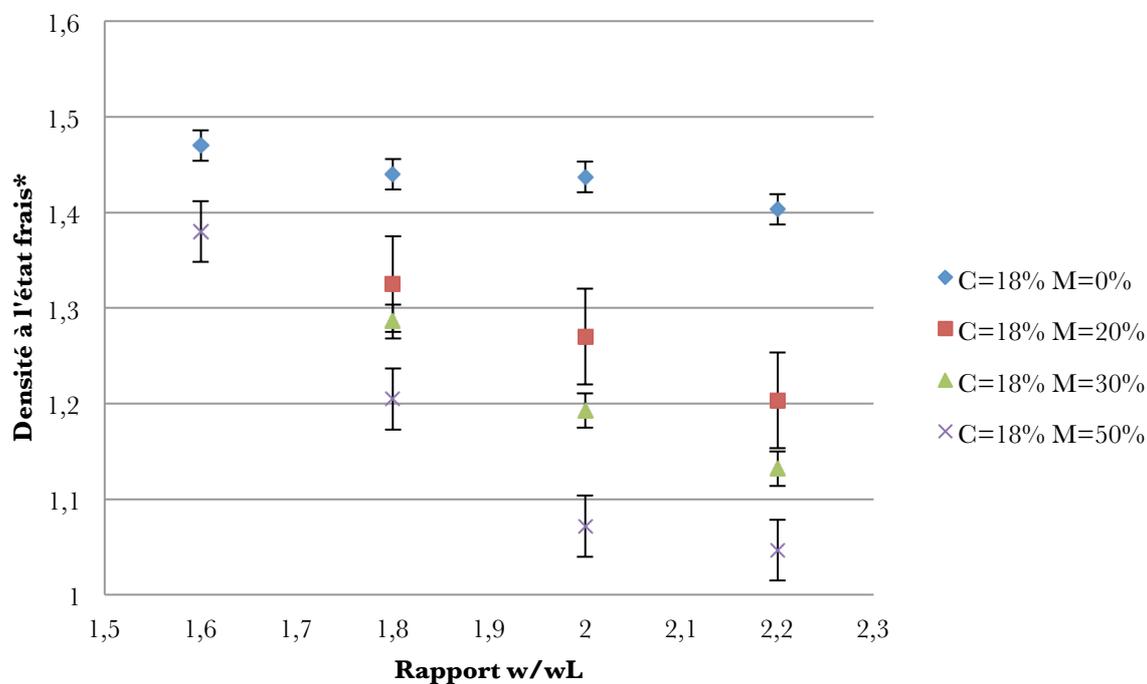
*Variabilité calculée sur plusieurs gâchées d'une même formulation

Figure 3-3 : Densité à l'état frais en fonction du rapport w/w_L pour C=12% et M={20% ;30% ;50%}



*Variabilité calculée sur plusieurs gâchées d'une même formulation

Figure 3-4 : Densité à l'état frais en fonction du rapport w/wL pour C=15% et M={20% ;30% ;50%}



*Variabilité calculée sur plusieurs gâchées d'une même formulation

Figure 3-5 : Densité à l'état frais en fonction du rapport w/wL pour C=18% et M={20% ;30% ;50%}

La fin de la zone 2 correspond à la minimisation de l'éclatement des bulles d'air de la mousse et à la minimisation de l'eau de gâchage qui peut impacter les caractéristiques mécaniques finales du matériau. Cette valeur ne correspond pas forcément à une formulation optimale. En effet le matériau ne répond pas forcément au cahier des charges au niveau des caractéristiques mécaniques et ne répond pas forcément également au critère de la densité qui nécessite une densité supérieure à 1. Cependant, cette valeur de w/w_L seuil (notée k_{seuil}) permet de comparer les formulations avec un pourcentage de ciment différent.

La Figure 3-6 présente la relation entre k_{seuil} et C. Malgré le nombre restreint de pourcentage de ciment testé, cette relation est quasi-linéaire avec un coefficient de corrélation égal à 0,93.

Le nombre restreint de valeurs w/w_L testées pour C=12% et C=15% ne permet pas de différencier k_{seuil} pour ces deux pourcentages de ciment.

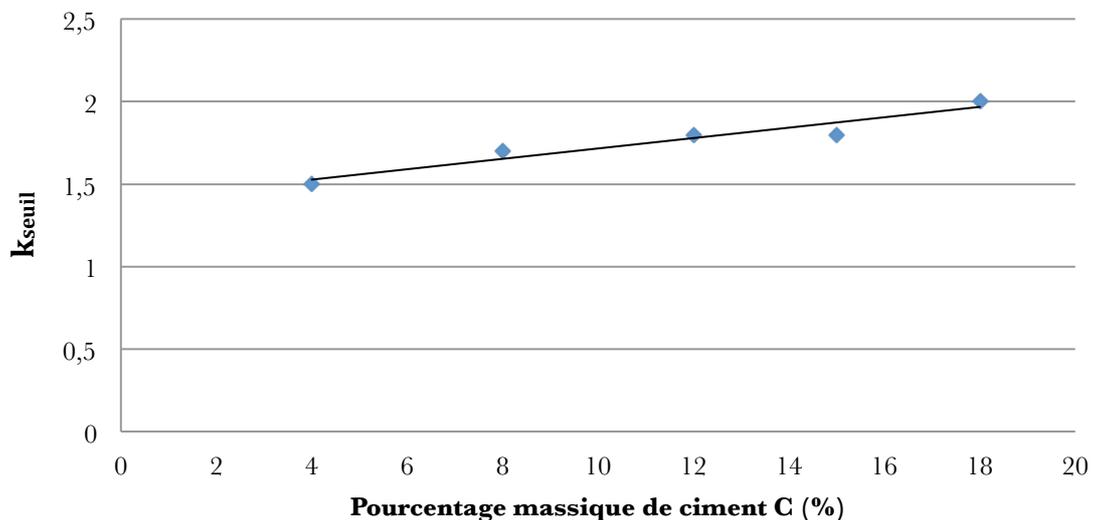


Figure 3-6 : k_{seuil} en fonction du pourcentage de ciment C

3.1.2. Expansion de volume

Pour étudier l'éclatement des bulles d'air de la mousse, l'expansion de volume par l'aération du mélange intermédiaire est calculée. Ce paramètre est noté EV et se définit par la relation suivante :

$$EV = \frac{d_{int}}{d_{exp}} = \frac{V_{exp}}{V_{int}}$$

Avec

- d_{int} la densité à l'état frais dite intermédiaire du mélange,
- d_{exp} la densité à l'état frais du BAMS,
- V_{int} le volume dit intermédiaire du mélange,

- V_{exp} le volume du BAMS.

Ce paramètre retranscrit l'incorporation de la mousse pour les différents types de mélange testés. Pour une expansion de volume et un pourcentage volumique de mousse identiques, les différents mélanges incorporent la mousse de manière similaire.

Le pourcentage de mousse incorporé par rapport au volume intermédiaire (noté M_{inc}) correspond à $M_{inc}(\%) = (EV-1) \cdot 100$. Le taux d'incorporation de la mousse (noté T_m) définit comme le pourcentage volumique de mousse par rapport au volume final correspond à $T_m(\%) = \frac{EV-1}{EV} \cdot 100$.

Les Figure 3-7, Figure 3-8 et Figure 3-9 présentent respectivement pour $C=12\%$, $C=15\%$ et $C=18\%$ l'expansion de volume en fonction du rapport w/w_L pour les pourcentages volumiques de mousse $M=\{20\% ; 30\% ; 50\%\}$.

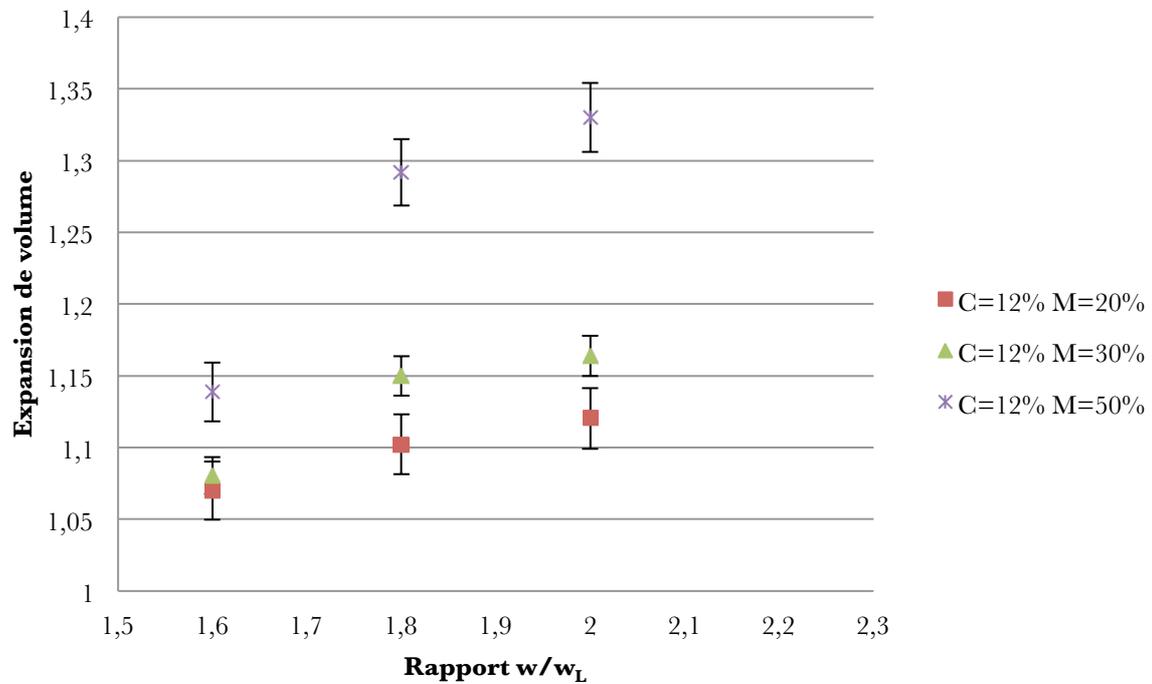


Figure 3-7 : Expansion de volume en fonction du rapport w/w_L pour $C=12\%$ et $M=\{20\% ; 30\% ; 50\%\}$

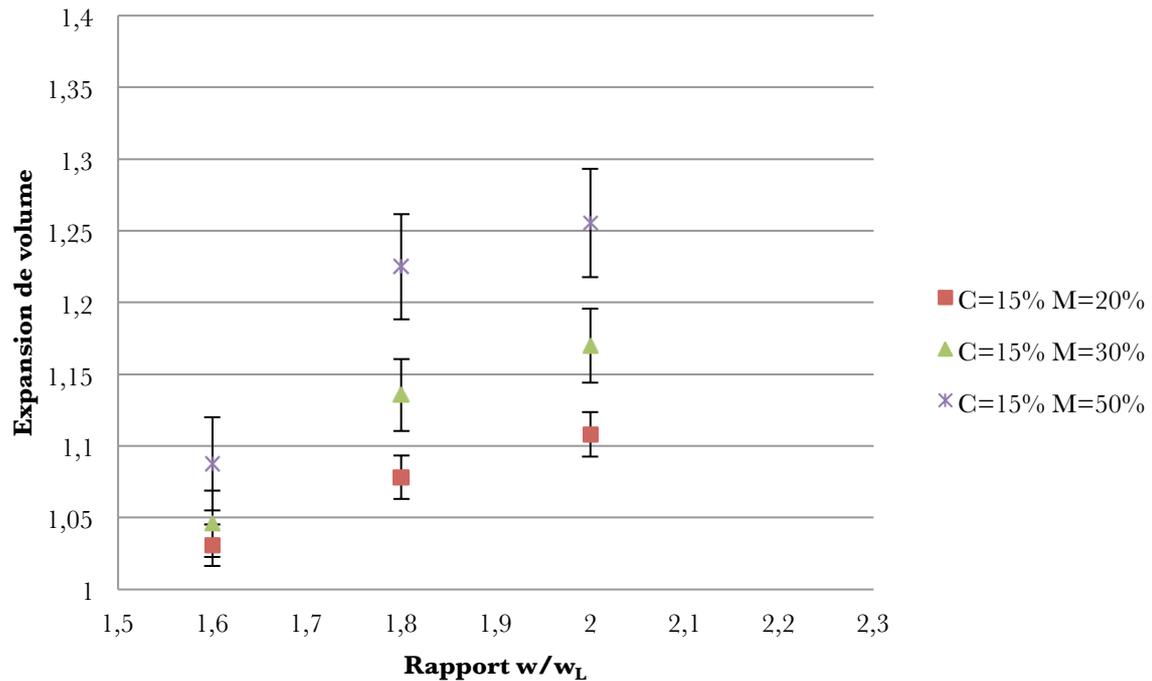


Figure 3-8 : Expansion de volume en fonction du rapport w/w_L pour $C=15\%$ et $M=\{20\% ;30\% ;50\%\}$

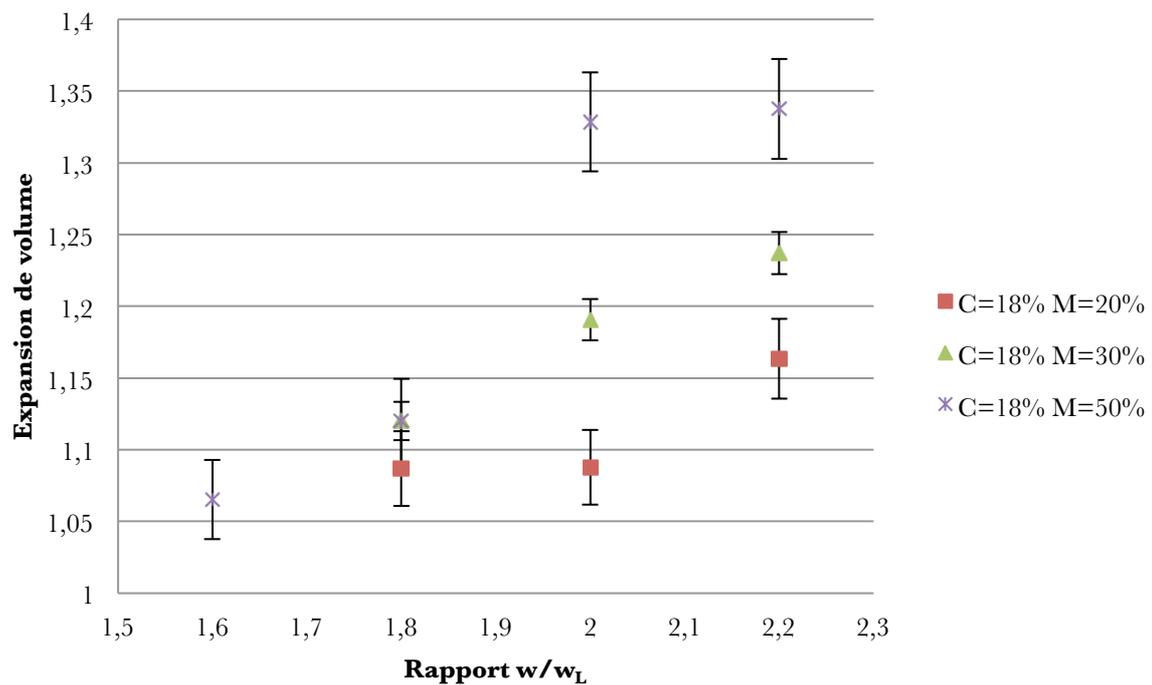


Figure 3-9 : Expansion de volume en fonction du rapport w/w_L pour $C=18\%$ et $M=\{20\% ;30\% ;50\%\}$

Pour chaque pourcentage de ciment, deux portions de courbes sont distinguées. Pour les valeurs de w/w_L faibles, EV est faible et très similaire entre les différents pourcentages volumiques de mousse. EV augmente avec w/w_L et se différencie selon le pourcentage de mousse pour ensuite se stabiliser à partir de k_{seuil} . Ce comportement reflète les observations

faites précédemment dans l'étude de la densité à l'état frais. Pour les valeurs w/w_L faibles, la faible fluidité du mélange provoque l'éclatement des bulles d'air de la mousse lors de son incorporation ce qui ne permet pas d'obtenir une expansion de volume élevée. L'augmentation du rapport w/w_L augmente la fluidité du mélange, facilite l'incorporation de la mousse et permet donc une expansion de volume plus importante et différente selon les pourcentages de mousse. La stabilisation de l'expansion de volume traduit une incorporation optimale de la mousse.

La Figure 3-10 présente l'expansion de volume en fonction du rapport w/w_L pour $M=50\%$ pour les pourcentages massiques de ciment $C=12\%$ et $C=18\%$. L'expansion de volume maximale atteinte pour les deux pourcentages de ciment est très similaire. La présence en plus grande proportion du ciment pour $C=18\%$ n'impacte pas l'expansion de volume optimale. Le ciment n'a donc pas d'impact sur l'éclatement des bulles d'air de la mousse.

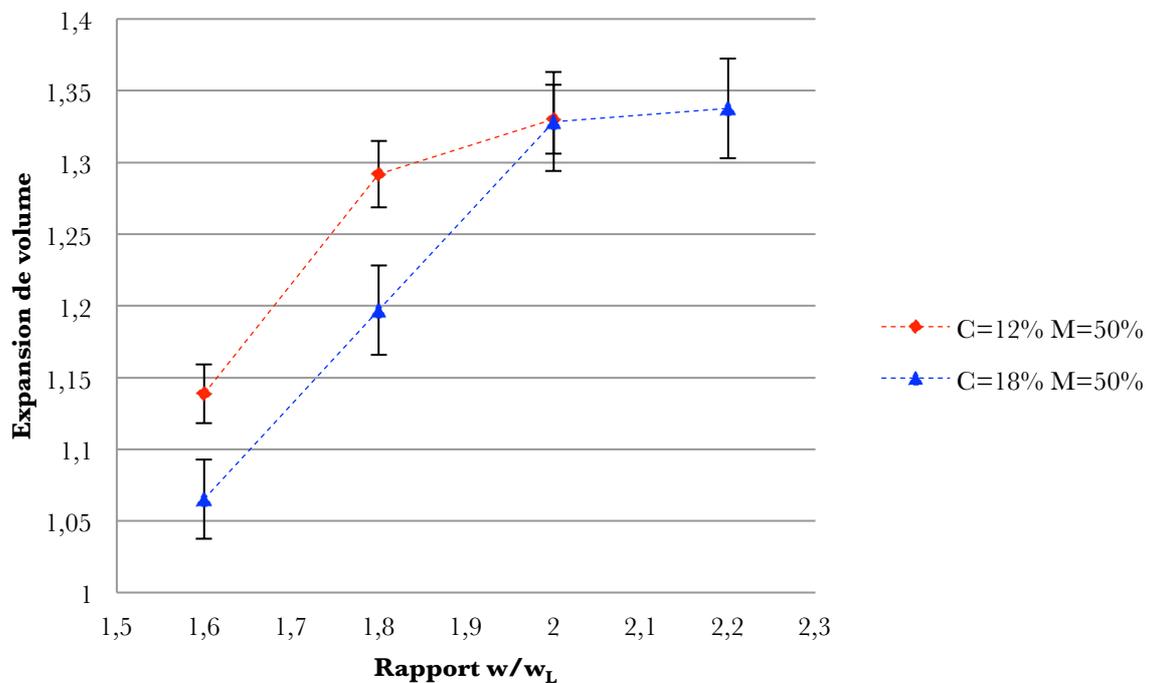


Figure 3-10 : Expansion de volume en fonction de w/w_L pour $C=12\%$ et $C=18\%$ (pour $M=50\%$)

3.1.3. Modèle $d=f(w/w_L ; M)$

Pour chaque pourcentage de ciment et selon les plages de valeurs de w/w_L , un modèle reliant la densité à w/w_L et à M est construit. Ces modèles permettent de déterminer la quantité de mousse à ajouter pour un pourcentage de ciment fixé, une densité visée et une teneur en eau du sol donnée (par rapport à sa limite de liquidité). Dans la démarche de la détermination des paramètres de formulation pour une résistance et une densité visées, cette étape succède à une première étape qui sera présentée dans le chapitre de la caractérisation

mécanique et qui fixe le pourcentage de ciment nécessaire pour atteindre la densité et la résistance mécanique visées.

Idéalement un modèle reliant la densité aux trois paramètres de formulation aurait du être construit permettant ainsi à partir de n'importe quel pourcentage de ciment fixé dans la première étape de déterminer la quantité de mousse pour une densité visée et un rapport w/w_L donné. Cependant les coefficients ajustés par la méthode des moindres carrés par une approche polynomiale n'ont pas permis d'obtenir des courbes fiables et reflétant les densités obtenues expérimentalement. Cette approche devra être approfondie afin d'obtenir un modèle $d=f(w/w_L ; M ; C)$.

Les modèles présentés ci-dessus ont été construits pour les pourcentages de ciment $C=12\%$, $C=15\%$ et $C=18\%$. Pour chaque portion de courbe selon w/w_L et pour chaque pourcentage de mousse, la densité est modélisé par une relation multi-linéaire du rapport w/w_L est linéarisée. Les coefficients directeurs et les abscisses à l'ordonnée des droites de chaque pourcentage de mousse sont reliés au pourcentage de mousse par une régression linéaire.

Le Tableau 3-1 présente pour chaque pourcentage de ciment les expressions analytiques associées selon les plages de valeurs de w/w_L . La Figure 3-11 présente pour $C=12\%$, les courbes générées par les expressions analytiques modélisant d en fonction de M et de w/w_L .

Tableau 3-1 : Expressions analytiques de la densité en fonction de w/w_L et de M pour chaque pourcentage de ciment et selon les valeurs de w/w_L

C(%)	w/w_L	Expression analytique
12	[1,6;1,8]	$d = (-1,65 * 10^{-2} * M - 1,07 * 10^{-1}) * \frac{w}{w_L} + (2,35 * 10^{-2} * M + 1,58)$
	[1,8;2]	$d = (-1,90 * 10^{-4} * M - 1,98 * 10^{-1}) * \frac{w}{w_L} + (5,79 * 10^{-3} * M + 1,74)$
15	[1,6;1,8]	$d = (-2,10 * 10^{-2} * M - 1,87 * 10^{-1}) * \frac{w}{w_L} + (3,20 * 10^{-2} * M + 1,72)$
	[1,8;2]	$d = (-1,69 * 10^{-3} * M - 1,13 * 10^{-1}) * \frac{w}{w_L} + (8,80 * 10^{-3} * M + 1,59)$
18	[1,6;1,8]	$d = (-1,55 * 10^{-2} * M - 1,02 * 10^{-1}) * \frac{w}{w_L} + (2,30 * 10^{-2} * M + 1,63)$
	[1,8;2]	$d = (-8,57 * 10^{-3} * M - 2,07 * 10^{-1}) * \frac{w}{w_L} + (9,60 * 10^{-3} * M + 1,85)$
	[2;2,2]	$d = (3,01 * 10^{-3} * M - 3,30 * 10^{-1}) * \frac{w}{w_L} + (1,36 * 10^{-2} * M + 2,09)$

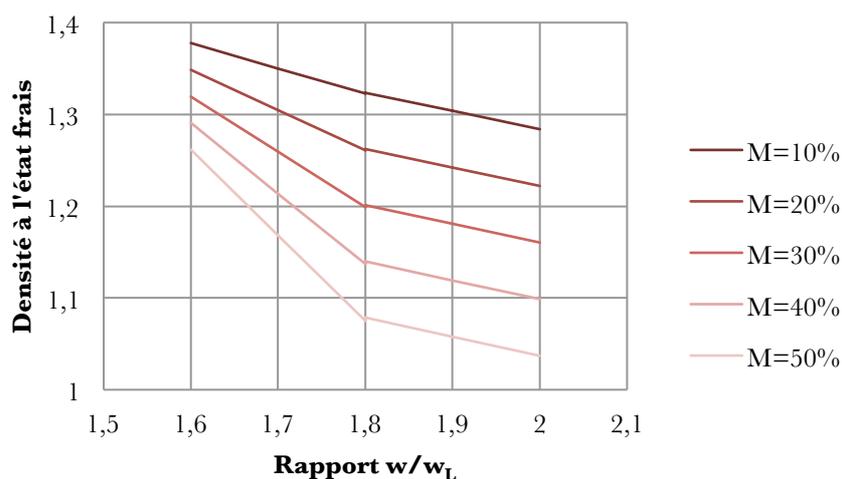


Figure 3-11 : Courbes générées par les expressions analytiques modélisant d en fonction de w/w_L et M pour $C=12\%$

3.1.4. Influence de la granulométrie du sol et de la limite de liquidité

Les résultats de la densité à l'état frais présentés précédemment correspondent au cas d'un sol constitué de 80% de bentonite et de 20% de sable (noté sol 80/20) et dont la limite de liquidité est égale à 90%. Un sol constitué à 50% de bentonite et 50% de sable correcteur (noté sol 50/50) correspondant à une limite de liquidité de 50% est utilisé afin d'évaluer l'influence de la granulométrie sur l'incorporation de la mousse et de valider la prise en compte par la méthode de formulation du changement de limite de liquidité. Le Tableau 3-2 présente les densités à l'état frais du mélange intermédiaire, celles du BAMS et l'expansion de volume pour un sol 80/20 et un sol 50/50.

Tableau 3-2 : Densité matrice cimentaire et expansion de volume pour un sol 80/20 et un sol 50/50 ($C=18\%$ $w/w_L=2$ $M=50\%$)

Sol : Bentonite/Sable	Densité à l'état frais du mélange intermédiaire	Densité à l'état frais du BAMS	EV	Coefficient de variation
80/20	1,42	1,07	1,33	1,65%
50/50	1,67	1,27	1,31	-

La densité du mélange intermédiaire du sol 50/50 est supérieure à celle du sol 80/20. Cette différence correspond à la différence de proportion de sable et de bentonite. La différence d'expansion de volume entre les deux sols est comprise dans la variabilité des résultats du BAMS sol 80/20. L'expansion de volume est donc considérée similaire à celle du BAMS sol 80/20. Ce résultat permet d'établir que d'une part la granulométrie n'a pas d'influence sur l'éclatement des bulles d'air lors du malaxage et d'autre part que la méthode de formulation

prenant en compte la limite de liquidité permet de reproduire la même fluidité du mélange pour une même valeur de w/w_L .

3.1.5. Impact de l'eau de gâchage saline

L'eau de gâchage utilisée ne retranscrit pas la salinité d'une eau de mer dans le cas de sédiments marins. Le NaCl peut potentiellement interagir avec la mousse et accentuer l'éclatement des bulles d'air lors de leur incorporation. La Figure 3-12 présente les densités à l'état frais obtenues pour le BAMS pour une eau de gâchage avec NaCl (30g/L) et sans NaCl. Les différences de densités obtenues entre le cas avec et sans NaCl sont comprises dans la variabilité de la mesure de la densité. Dans les deux cas, les densités sont donc considérées similaires. Le NaCl n'impacte donc pas le phénomène d'éclatement des bulles d'air de la mousse.

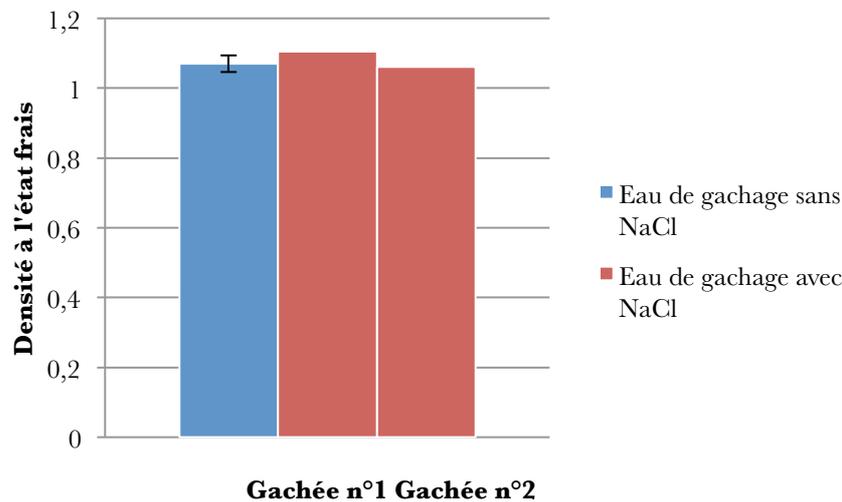


Figure 3-12 : Densité à l'état frais pour une eau de gâchage avec et sans NaCl ($C=18\%w/w_L=2$ $M=50\%$)

3.1.6. Impact du Zinc

Le sol modèle 80/20 brut utilisé ne retranscrit pas la pollution pouvant être présente dans un prélèvement naturel. Ces polluants peuvent interagir avec la mousse et accentuer l'éclatement des bulles d'air lors de leur incorporation. La Figure 3-13 présente les densités à l'état frais du BAMS utilisant un sol 80/20 brut (BAMS sol 80/20 brut) et d'un BAMS utilisant un sol 80/20 constitué de bentonite polluée (BAMS sol 80/20 Zn). Les densités obtenues pour un BAMS sol 80/20 Zn sont comprises dans la variabilité de la densité et sont donc considérées similaires à celles d'un BAMS sol 80/20 brut. Le Zinc n'impacte donc pas l'éclatement des bulles d'air de la mousse.

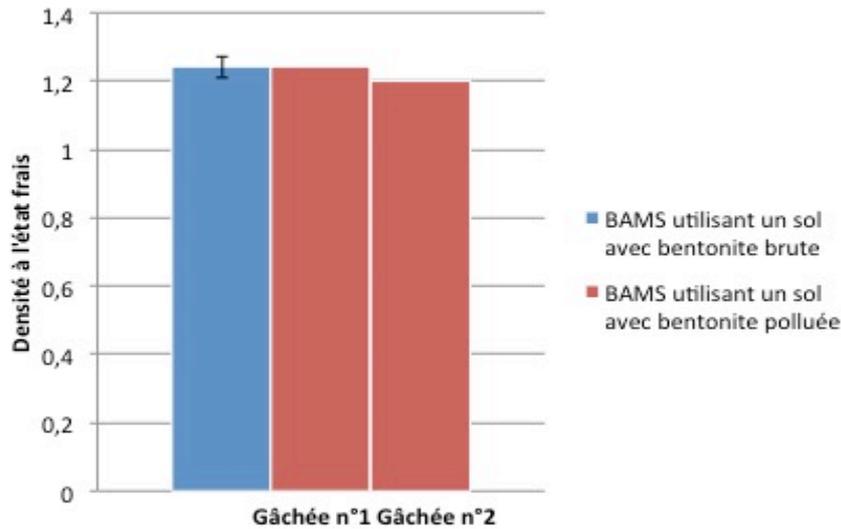


Figure 3-13 : Densité à l'état frais du BAMS sol 80/20 brut et du BAMS sol 80/20 Zn (C=18% w/w_L=2 M=50%)

3.2. Ouvrabilité

L'ouvrabilité est le second point important pour la caractérisation à l'état frais d'un béton. Elle permet de connaître sa capacité à être pompé et sa facilité de mise en œuvre. Elle peut être évaluée en mesurant l'étalement au cône d'Abrams. L'influence des paramètres de formulation sur l'étalement du matériau à l'état frais est étudiée afin d'essayer de l'optimiser.

3.2.1. Influence des paramètres de formulation

La Figure 3-14 présente pour le **pourcentage massique de ciment C=8%**, l'étalement en fonction du rapport w/w_L pour les pourcentages de mousse M={25% ; 33,3% ; 42,8%}. Lorsque le rapport w/w_L augmente, l'étalement augmente avec une relation quasi-linéaire avec une pente différente pour chaque pourcentage de mousse. Pour un rapport w/w_L inférieur à 1,7 les valeurs d'étalement pour les différents pourcentages de mousse sont très proches. Elles se différencient à partir de 1,8. Cette observation est en adéquation avec la valeur k_{seuil} défini précédemment pour les courbes de la densité à l'état frais en fonction de w/w_L. Pour w/w_L > 1,7, l'éclatement des bulles d'air de la mousse est suffisamment minimisé pour que l'ajout d'une quantité plus ou moins importante de mousse modifie la consistance du matériau et donc l'étalement. L'ajout de mousse augmente l'étalement du matériau. La présence des bulles d'air dans la matrice cimentaire semble faciliter les glissements de la matière.

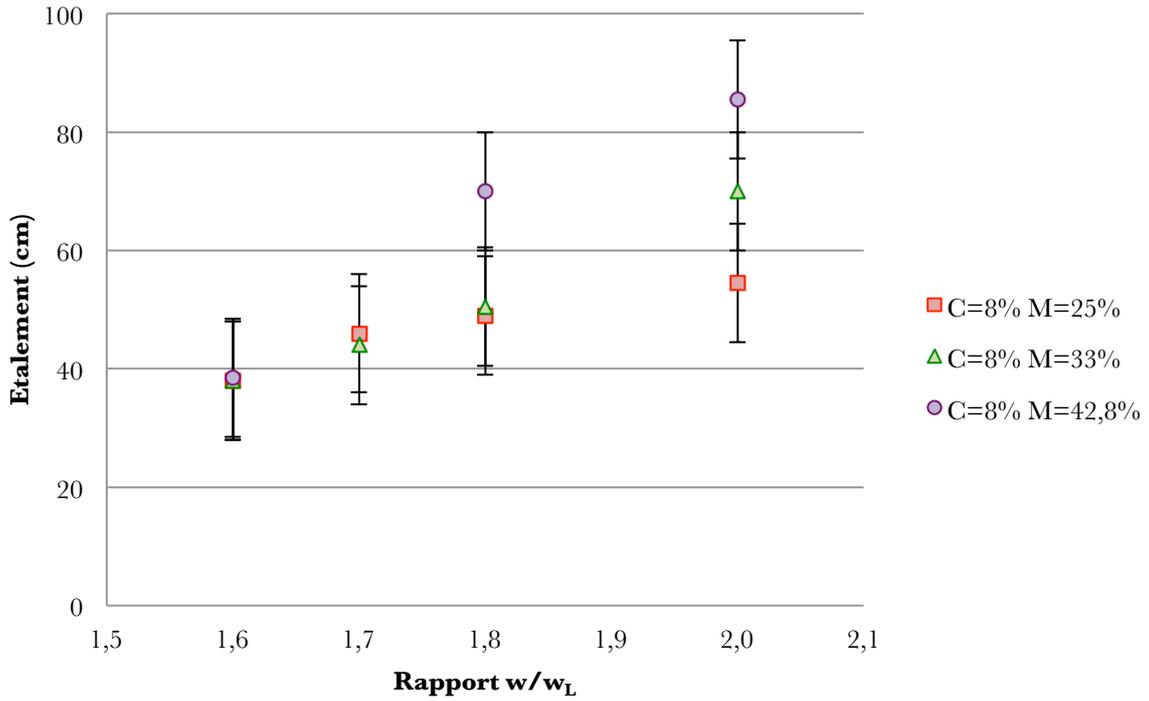


Figure 3-14 : Etalement en fonction du rapport w/w_L pour C=8%

La Figure 3-15, la Figure 3-16 et la Figure 3-17 présentent respectivement pour le **pourcentage massique de ciment C=12%, C=15% et C=18%**, l'étalement en fonction du rapport w/w_L pour les pourcentages de mousse M={20% ; 30% ; 50%}.

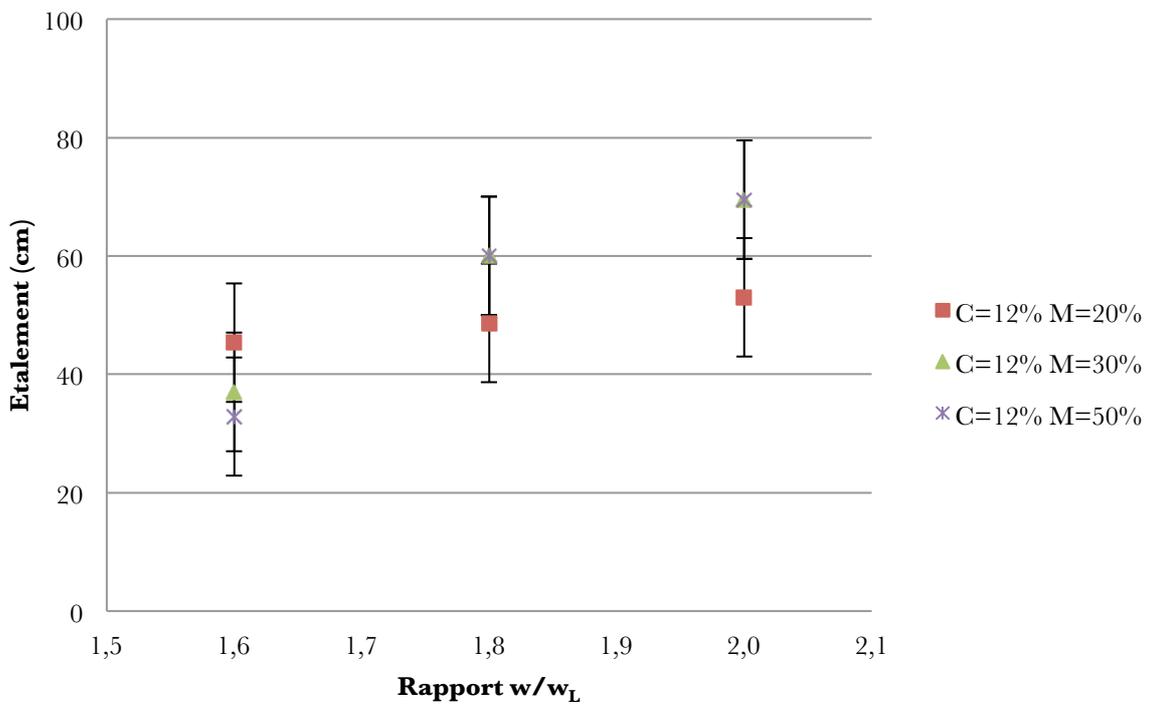


Figure 3-15 : Etalement en fonction du rapport w/w_L pour C=12%

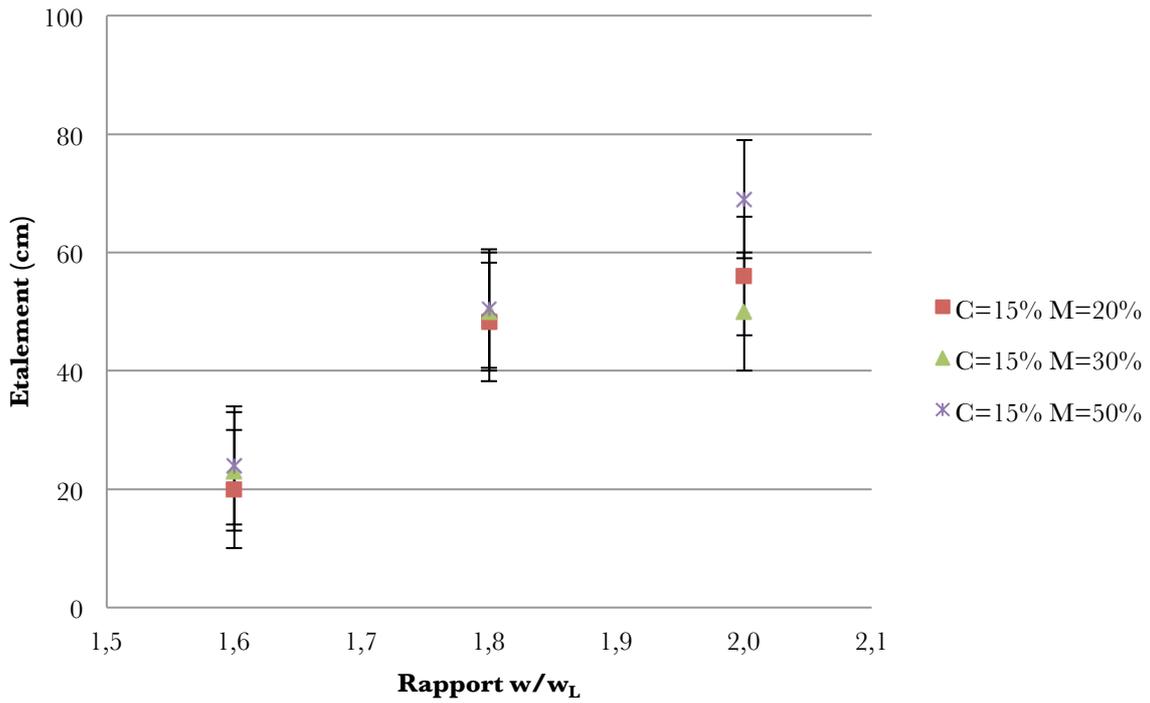


Figure 3-16 : Etalement en fonction du rapport w/w_L pour $C=15\%$

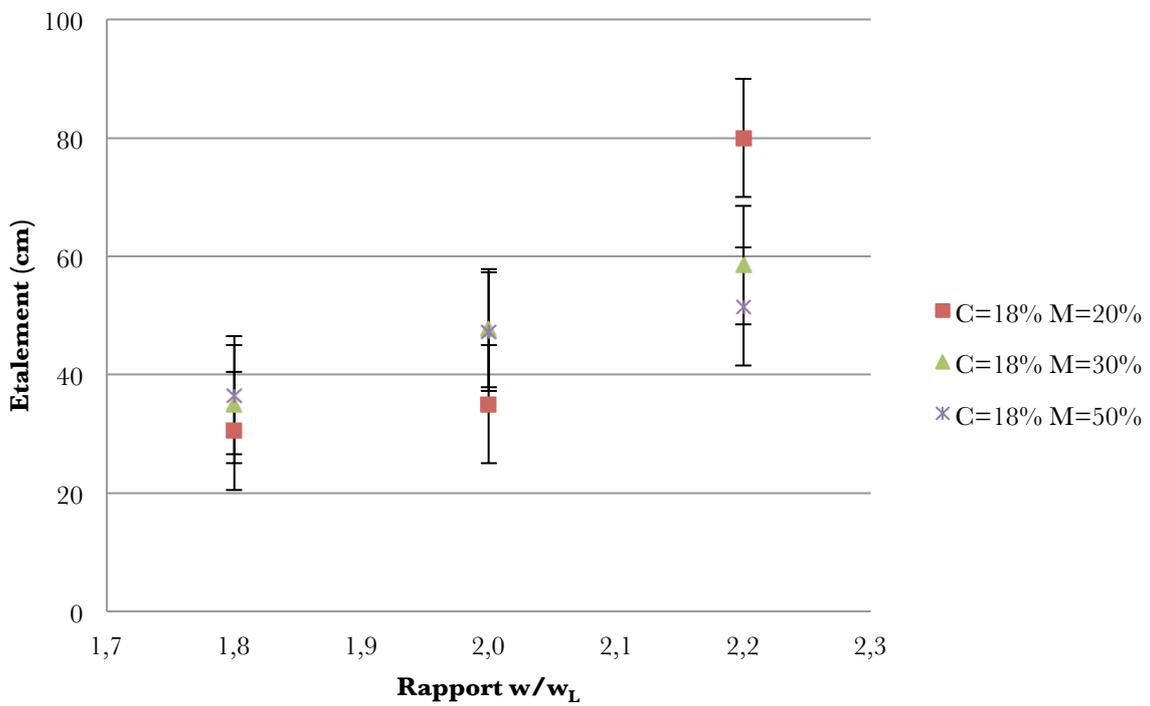


Figure 3-17 : Etalement en fonction du rapport w/w_L pour $C=18\%$

Les mêmes tendances que celles établies pour $C=8\%$ sont observées ;

- L'étalement augmente avec le rapport w/w_L ,

- L'étalement entre les différents pourcentages de mousse semble se différencier de manière plus significative pour les valeurs w/w_L supérieures à k_{seuil} .

Il est donc possible d'augmenter l'ouvrabilité du matériau avec l'ajout de mousse mais cet effet ne se fait ressentir qu'à partir la valeur k_{seuil} défini lors de l'étude de la densité à l'état frais en fonction du rapport w/w_L . Comme pour la densité, le rapport w/w_L est un paramètre qui modifie l'impact de l'ajout de mousse sur l'étalement.

3.2.2. Variabilité

Les mesures d'étalement sont effectuées sur plusieurs gâchées d'une même formulation afin d'évaluer la variabilité des résultats. Le coefficient de variation est en moyenne égal à 17% avec un maximum de 36% (coefficients de variation calculés pour chaque formulation sur 2 à 3 gâchées de la formulation considérée). La mesure de l'étalement présente donc une incertitude importante.

3.2.3. Relation entre densité, étalement et paramètres de formulation

Pour comprendre la prépondérance de l'influence des différents paramètres sur l'étalement et la densité, une ACP est effectuée. La population étudiée correspond à l'ensemble des formulations sur lesquelles les mesures d'étalement ont été effectuées. Les paramètres de l'ACP sont les suivants ;

- La densité à l'état frais,
- L'étalement,
- Le pourcentage massique de ciment C,
- Le pourcentage volumique de mousse M,
- Le rapport w/w_L .

Les coefficients de corrélation des paramètres d'étude dans le plan des nouvelles variables sont représentés sur le cercle de corrélation (Figure 3-18).

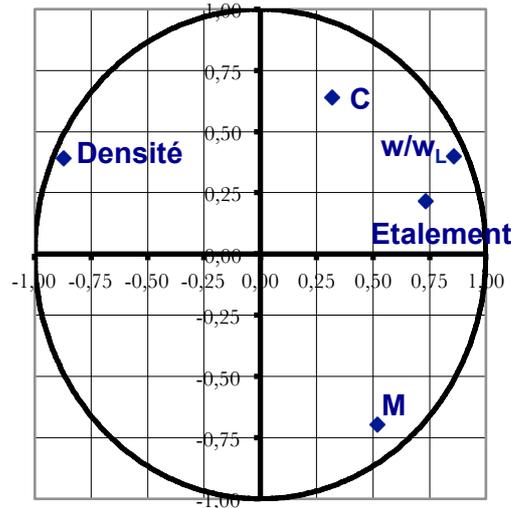


Figure 3-18 : Cercle de corrélation ACP pour l'étalement, la densité à l'état frais, C, w/w_L et M

Il indique une corrélation importante entre l'étalement et le rapport w/w_L avec un coefficient positif de 0,65. L'étalement est très faiblement corrélé avec C et M avec un coefficient de 0,03. La faible corrélation entre l'étalement et M s'explique par le fait que pour les valeurs de w/w_L inférieures à k_{seuil} , l'ajout de mousse n'est pas forcément synonyme d'expansion de volume et n'impacte donc pas la fluidité du matériau. La densité et M sont fortement corrélés avec un coefficient négatif de -0,66. L'ajout de mousse impacte donc de manière plus significative la densité que l'étalement. L'ajout de mousse dans le but d'augmenter la fluidité aura un impact plus important au niveau de la densité.

3.3. Durée pratique d'utilisation

La durée pratique d'utilisation définit le temps avant lequel le matériau doit être mis en œuvre. La durée pratique d'utilisation d'un béton classique est de quelques heures. La mise en œuvre du béton à l'état frais est facilitée par sa fluidité. Précédemment l'augmentation de la fluidité par l'ajout de mousse a été mise en exergue. Cependant cette fluidité diminue avec le temps du fait de la prise du ciment. Il est donc impératif de mettre en place le BAMS avant que son ouvrabilité ne diminue de manière considérable. De plus mettre en œuvre un béton qui a déjà fait prise casse les aiguilles d'Ettringite primaire que forment les mécanismes d'hydratation du ciment ce qui altère les performances mécaniques finales. Deux essais permettront d'évaluer la durée pratique d'utilisation et d'étudier la possible influence de la présence des bulles d'air dans la prise du ciment;

- Mesure de l'étalement au cône d'Abrams à différents temps après la fabrication du matériau,

- Essai Vicat pour mesurer le temps de début de prise et le temps de fin de prise.

3.3.1. Evolution de l'ouvrabilité dans le temps

La Figure 3-19 présente l'étalement en fonction du temps pour un BAMS sans mousse et avec mousse ($M=\{0\%;50\%\}$). Les courbes présentent une diminution de l'étalement dans le temps dès la $\frac{1}{2}$ heure après la fabrication qui s'explique par la prise du ciment.

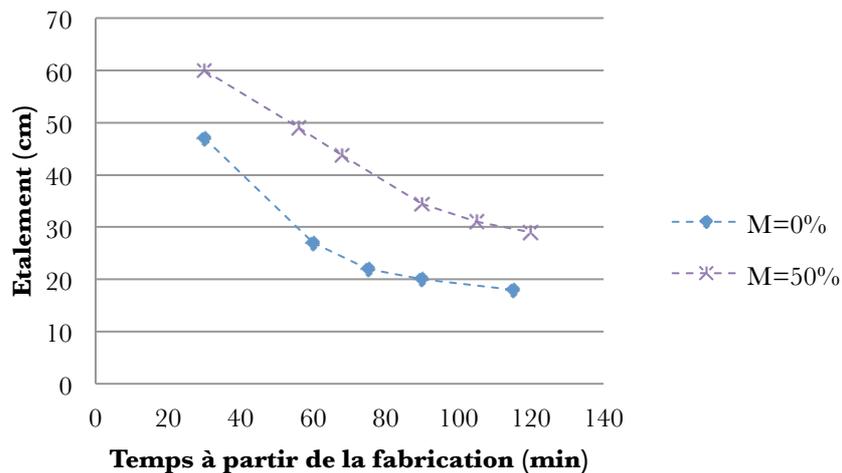


Figure 3-19 : Etalement du BAMS en fonction du temps à partir de la fabrication

La densité est également mesurée lors de cet essai. Les résultats présentés sur la Figure 3-20 permettent de voir que la densité du matériau avec $M=50\%$ augmente pendant l'essai. Cette augmentation est probablement due à la manipulation répétée du matériau alors que sa fluidité diminue ce qui provoque l'éclatement des bulles d'air. La diminution de l'étalement pour $M=50\%$ serait alors accentuée par l'éclatement des bulles d'air et serait plus faible par rapport à la formulation avec $M=0\%$ pour une densité stable. La différence de chute de l'étalement entre $M=0\%$ et $M=50\%$ (pour une densité stable) peut être attribuée à un effet retardateur de prise de la mousse au niveau des mécanismes d'hydratation du ciment.

Il est à noter que pour conserver la densité obtenue à l'état frais, la manipulation du matériau est à éviter.

En conclusion, une diminution significative de l'étalement due à la prise du ciment dans le temps dès les 30 premières minutes est observée. La diminution de l'étalement par la prise du ciment pourrait être retardée par l'ajout de mousse.

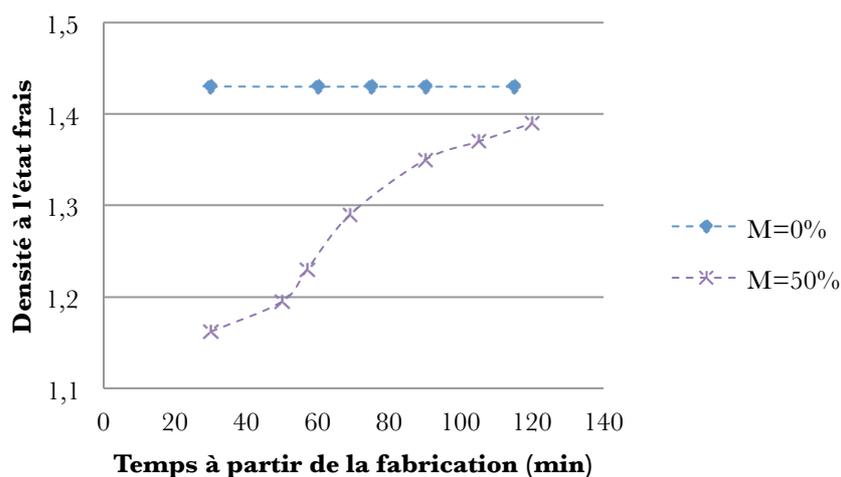


Figure 3-20 : Densité à l'état frais du BAMS en fonction du temps à partir de la fabrication

3.3.2. Essai de prise « Vicat »

3.3.2.1. Influence de la mousse

Le Tableau 3-3 présente les résultats de l'essai Vicat pour les formulations testées en indiquant le temps de début de prise et le temps de fin de prise avec les temps d'écart entre les formulations sans mousse et avec mousse (M=50%).

Tableau 3-3 : Résultats de l'essai Vicat pour les différentes formulations testées

C(%)	w/w _L	M(%)	Temps de début de prise (h)	Effet retardateur de la mousse sur le temps de début de prise (h)	Temps de fin de prise (h)	Effet retardateur de la mousse sur le temps de fin de prise (h)
12	1,6	0	8	+1	17	+13
		50	9		30	
18	2	0	14	+2	24	+9
		50	16		35	

Les résultats indiquent que la présence des bulles d'air augmente le temps de début de prise et de fin de prise. La présence des bulles d'air a un impact plus important sur le temps de fin de prise que sur le temps de début de prise. C'est à partir de ce résultat que l'on peut admettre que la mousse semble avoir un effet retardateur au niveau de l'avancement des mécanismes d'hydratation. En effet les mécanismes d'hydratation reposent sur des phénomènes de diffusion d'ions. Si la présence des bulles d'air ralentit cette diffusion, ce phénomène se fait d'autant plus ressentir dans le temps et explique que la mousse ait un impacte plus important au niveau du temps de fin de prise que sur le temps de début de prise.

Notons que les temps de début et de fin de prise de la matrice cimentaire sont plus importants pour les formulations avec C=18% que pour C=12%. Ce résultat s'explique par la valeur du rapport w/wL par rapport à k_{seuil} pour chaque pourcentage de ciment (cf Sélection des formulations page 103). L'apport d'eau plus important pour C=18% impacte la consistance et donc la mesure des temps de prise par l'essai Vicat.

3.3.2.2. Impact du Zinc

Pour évaluer l'impact du Zinc sur la prise du ciment, les mesures de l'essai Vicat sont effectuées sur un BAMS utilisant un sol 80/20 Zn. Le Tableau 3-4 présente les résultats de l'essai de ce cas en comparaison à ceux obtenus pour un BAMS utilisant un sol 80/20 brut. L'écart entre les deux cas pour le temps de début de prise et du temps de fin de prise est calculé. Le BAMS 80/20 Zn présente des temps de prise plus élevés que le BAMS sol brut. La présence de Zinc ralentit donc les mécanismes d'hydratation du ciment. Ce ralentissement a déjà été mis en exergue dans la littérature et a été attribué à la combinaison des cations métalliques avec les anions hydroxydes OH^- formant ainsi des hydroxydes métalliques. Ces hydroxydes métalliques peuvent se former autour des grains anhydres du ciment empêchant leurs hydratations. Ils peuvent également se former sur les surfaces du CSH empêchant celui-ci de se développer pour faire durcir le matériau (Murat M. S. F., 1996) (Deschamps, 2009). Ce phénomène peut potentiellement impacter la résistance mécanique du BAMS à l'état durcit. Cet effet sera étudié dans le chapitre Caractérisation mécanique.

Tableau 3-4 : Résultats de l'essai Vicat pour les différentes formulations testées pour un BAMS 80/20 Zn et un BAMS 80/20 brut

C(%)	w/wL	M(%)	Bentonite	Temps de début de prise (h)	Effet retardateur du Zinc sur le temps de début de prise	Temps de fin de prise (h)	Effet retardateur du Zinc sur le temps de fin de prise
12	1,6	0	Brute	8	+10	17	+33
			Polluée	18		50	
		50	Brute	9	+11	30	+49
			Polluée	20		79	
18	2	0	Brute	14	+11	24	+25
			Polluée	25		49	
		50	Brute	16	+12	35	+7
			Polluée	28		42	

3.4. Conclusion caractérisation à l'état frais

L'étude de la densité à l'état frais a permis de mettre en évidence l'existence d'une valeur seuil de w/w_L à partir de laquelle la densité à l'état frais est minimisée tout en minimisant l'eau de gâchage qui pourrait impacter la résistance mécanique du matériau. Cette valeur seuil est propre à chaque pourcentage de ciment mais varie peu (multipliée par 1,2 lorsque que C est doublé). A ce stade de l'étude, cette valeur ne définit pas la formulation optimale pour chaque pourcentage de ciment car les résultats de la densité doivent être confrontés à ceux de la résistance mécanique.

L'étude d'un BAMS utilisant un sol de granulométrie différente et donc de limite de liquidité différente a permis de valider la méthode de formulation prenant en compte les différences d'absorption d'eau par l'utilisation du paramètre w/w_L . Ainsi pour un même rapport w/w_L , deux sols de limite de liquidité différente présentent la même fluidité du mélange intermédiaire permettant ainsi d'obtenir la même expansion de volume. Il est également établi que la granulométrie du sol n'impact pas l'abaissement de la densité.

L'étude d'un BAMS utilisant un sol pollué (Zinc) et d'un BAMS utilisant une eau saline a permis de voir que ces deux paramètres n'impactent pas l'abaissement de la densité.

L'étude de l'ouvrabilité a mis en exergue une augmentation de la fluidité du matériau par la présence des bulles d'air de la mousse. L'influence de la mousse sur l'ouvrabilité met également en évidence l'existence de la valeur k_{seuil} retranscrivant l'incorporation de la mousse.

Une diminution significative de l'étalement due à la prise du ciment dans le temps est observée dès les 30 premières minutes après la fabrication. La diminution de l'étalement par la prise du ciment pourrait être retardée par l'ajout de mousse. Cet effet est attribué à un ralentissement des mécanismes d'hydratation du ciment dû à l'atténuation des phénomènes de diffusion des ions dans la matrice cimentaire. Cet effet se fait également ressentir dans les temps de prise de l'essai Vicat.

L'étude du BAMS fabriqué à partir d'une bentonite polluée artificiellement par le Zinc a permis de mettre en évidence l'effet retardateur de prise du Zinc bien que la densité ne soit pas impactée. Cet effet peut être attribué à la formation de l'hydroxyde de Zinc.

Chapitre 4 : Caractérisation mécanique du BAMS

Dans un premier temps, ce chapitre présente des **essais en compression sur presse** (à 28j) afin d'étudier la fragilité du BAMS due à l'incorporation des bulles d'air de la mousse. Ces essais permettent d'étudier le comportement mécanique du matériau et de déterminer la résistance mécanique en compression et le module d'élasticité statique par rapport à et des paramètres de formulation. La résistance mécanique en compression minimum exigée est de 0,5MPa (pour une densité associée comprise entre 1,1 et 1,3). Ces deux grandeurs ont cependant été étudiées afin de mettre en place des modèles permettant à un opérateur de choisir d'autres valeurs et ainsi élargir le champ des applications possibles. Le gain en résistance du matériau est étudié en effectuant des essais mécaniques en compression à différents jours de cure {7j ; 14j ; 28j ; 90j}.

Dans un deuxième temps, les grandeurs mesurées par des **essais non-destructifs** (valeur rebond au scléromètre et vitesse des ultrasons) sont reliés à la résistance mécanique en compression afin de mettre en place des modèles permettant de l'évaluer.

La **variation dimensionnelle** du BAMS est étudiée par des essais de retrait linéaire effectués dans deux conditions d'humidité (HR=50% et HR=90%) afin de différencier le retrait par dessiccation et le retrait endogène.

4.1. Résistance à la compression

Les essais mécaniques en compression sont réalisés sur des éprouvettes cubiques ($10*10*10\text{cm}^3$) mises en cure pendant 28jours dans une caisse maintenue à une humidité relative HR=90%.

La Figure 4-1 présente les photographies d'une éprouvette après un essai en compression.



Figure 4-1 : Photographies d'une éprouvette après un essai en compression

Les faces se désolidarisent du cube suivant des plans proches de ceux de la diagonale du cube. Une éprouvette fissurée présente ainsi une symétrie selon le plan perpendiculaire à l'axe de chargement. Cette forme de rupture est obtenue également pour des bétons classiques. Elle forme ce qu'on appelle « un cône de frettage » dans les deux extrémités de l'éprouvette.

4.1.1. Comportement mécanique

Le fichier obtenu après un essai répertorie la force avec une précision 0,01 Newton et le déplacement des 4 extensomètres avec une précision de 0,01 μ m. Pour une éprouvette, les courbes de la contrainte en fonction de la déformation longitudinale pour chaque extensomètre sont tracées et superposées sur un même graphe (Figure 4-2) afin d'évaluer la variabilité des résultats entre les différents extensomètres. Un comportement similaire pour l'ensemble des extensomètres est observé.

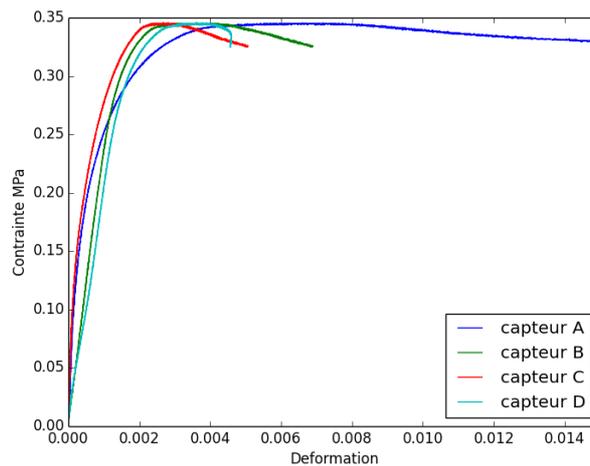


Figure 4-2 : Courbes de la contrainte en fonction de la déformation pour les 4 extensomètres d'une éprouvette

La courbe moyennant les 4 extensomètres est ensuite tracée et superposée à l'ensemble des éprouvettes de la même gâchée afin de visualiser le comportement mécanique associée à une formulation (Figure 4-3). Cette méthode permet également de visualiser la variabilité des résultats entre les éprouvettes d'une gâchée et ainsi évaluer l'homogénéité de la gâchée. Les courbes obtenues pour l'ensemble des formulations sont répertoriées Annexe H.

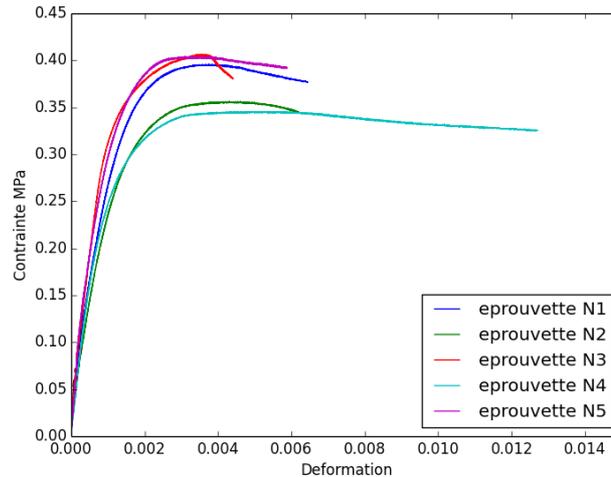


Figure 4-3 : Courbes de la contrainte en fonction de la déformation moyennée des 4 courbes des extensomètres

Ces courbes peuvent être décrites en distinguant 3 zones :

- **Zone 1 :** La contrainte en fonction de la déformation suit une relation linéaire. La réversibilité des déformations engendrées dans cette zone n'a pas été étudiée car aucun cycle n'a été appliqué afin d'observer un retour de déformation à zéro. Cependant afin d'étudier le comportement du matériau dans cette zone, le module d'élasticité statique correspondant à la pente de la courbe entre 10% et 30% de la contrainte maximale atteinte lors de l'essai a été choisi.
- **Zone 2 :** La pente s'adoucit. Des microfissures de plus en plus importantes commencent à se former.
- **Zone 3 :** La contrainte maximale est atteinte. Elle correspond à la résistance mécanique en compression du matériau (noté R_c). Les microfissures se propagent provoquant la diminution des contraintes résistantes du matériau. Par la suite le matériau continu à se déformer ce qui montre un comportement ductile.

Pour les premiers essais de la campagne expérimentale, une zone préliminaire au domaine linéaire a pu être observée. Elle présente un début de courbe concave. Celle-ci correspond au compactage du matériau. C'est un comportement spécifique des bétons poreux et de faible résistance. Les essais ont été mis en place avec un pré-chargement de 100N (soit 0,01MPa) qui permet d'avoir une courbe qui débute directement avec la zone linéaire. Par rapport à ce début de courbe concave, la pertinence du choix du module d'élasticité statique afin d'étudier le comportement du matériau est remise en question. Avec un pré-chargement, le matériau est déjà déformé. Cette pré-déformation caractéristique du matériau n'est pas prise en compte dans notre étude.

Concernant la variabilité des essais, les comportements mécaniques de l'ensemble des éprouvettes sont assez similaires.

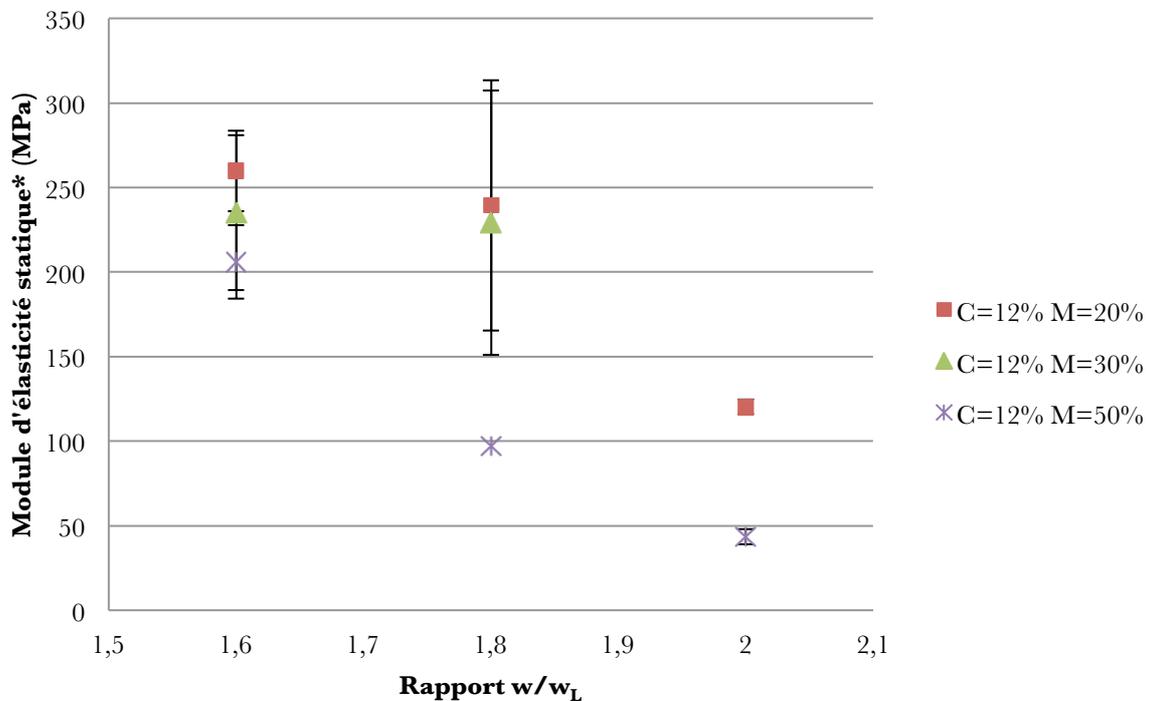
Pour chaque formulation, le module d'élasticité statique et la résistance mécanique moyenne pour l'ensemble des éprouvettes d'une formulation est calculée. Le coefficient de variation entre les éprouvettes d'une formulation est en moyenne égal respectivement pour le module d'élasticité statique et la résistance mécanique à 15% et 7% (moyenne sur l'ensemble des formulations).

Pour une formulation, plusieurs gâchées ont pu être effectuées. Le coefficient de variation d'une gâchée à une autre pour une formulation est égal respectivement pour le module d'élasticité statique et la résistance mécanique à 33% et à 27%. Les différences dans le processus de fabrication d'une gâchée à une autre peuvent donc augmenter la variabilité des résultats.

4.1.2. Module d'élasticité statique

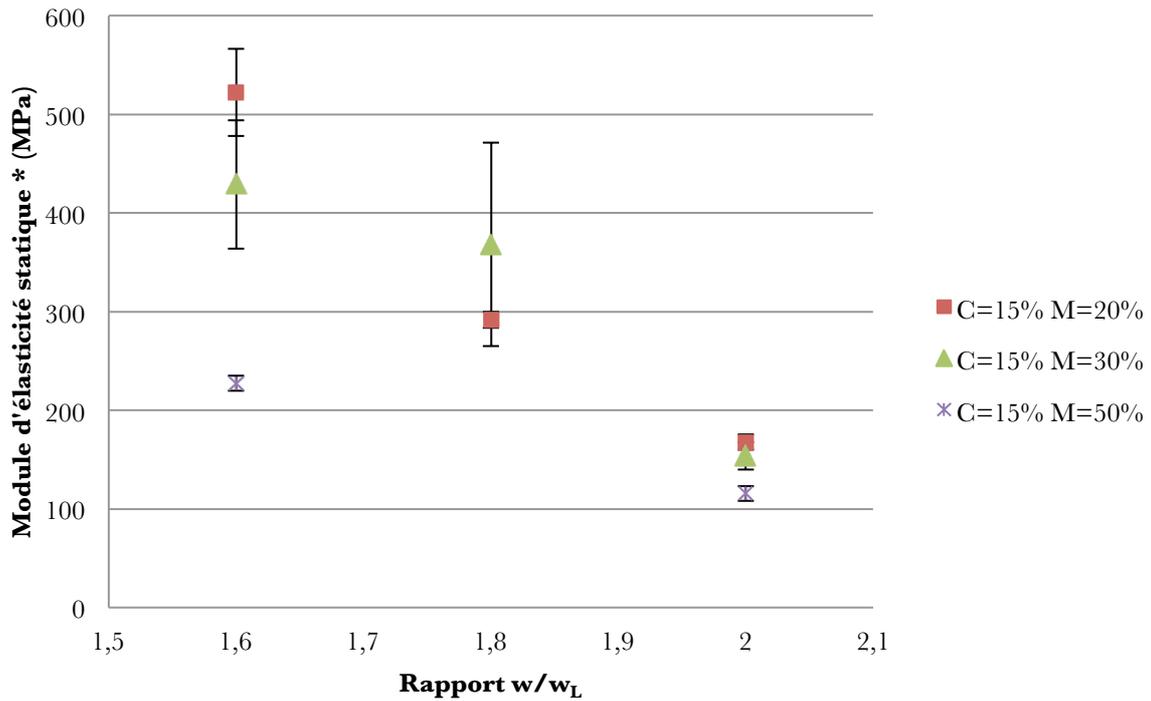
4.1.2.1. Influence des paramètres de formulation

La Figure 4-4, la Figure 4-5 et la Figure 4-6 présentent respectivement pour C=12%, C=15% et C=18% les modules d'élasticité statique en compression à 28 jours en fonction du rapport w/w_L pour chaque pourcentage volumique de mousse $M=\{20\% ; 30\% ; 50\%\}$.



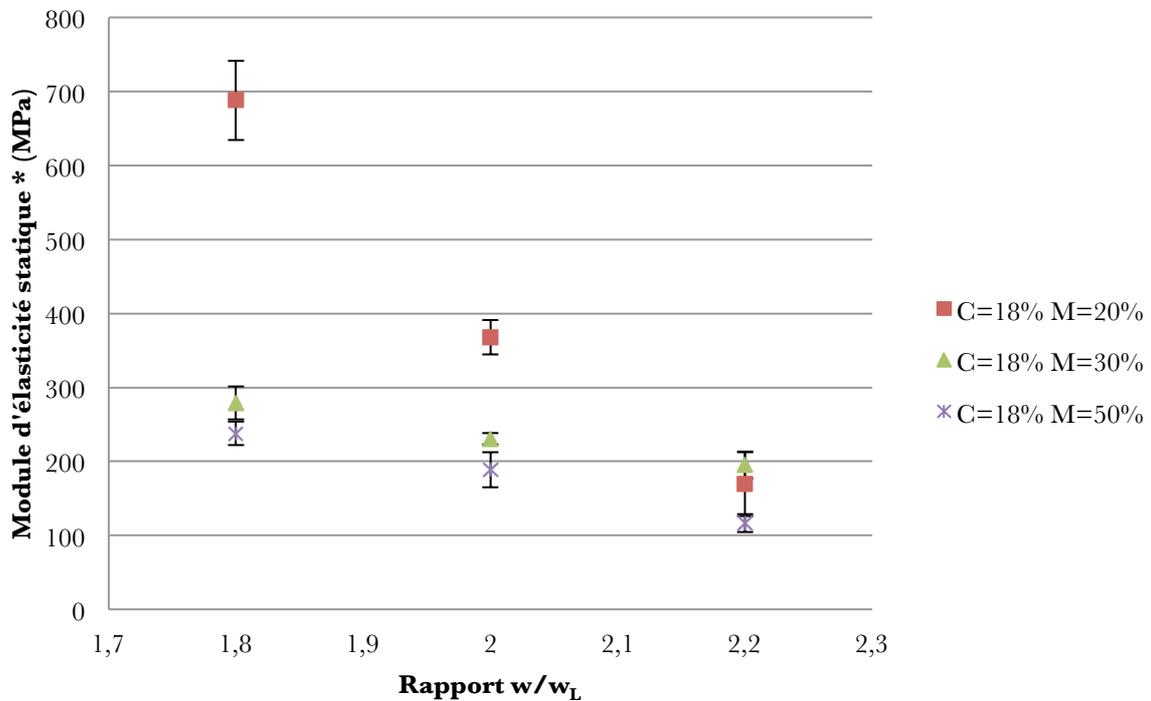
* Variabilité calculée entre les éprouvettes d'une même gâchée

Figure 4-4 : Module d'élasticité statique en fonction de w/w_L pour C=12% et $M=\{20\% ; 30\% ; 50\%\}$.



* Variabilité calculée entre les éprouvettes d'une même gâchée

Figure 4-5 : Module d'élasticité statique en fonction de w/w_L pour $C=15\%$ et $M=\{20\% ; 30\% ; 50\%\}$.

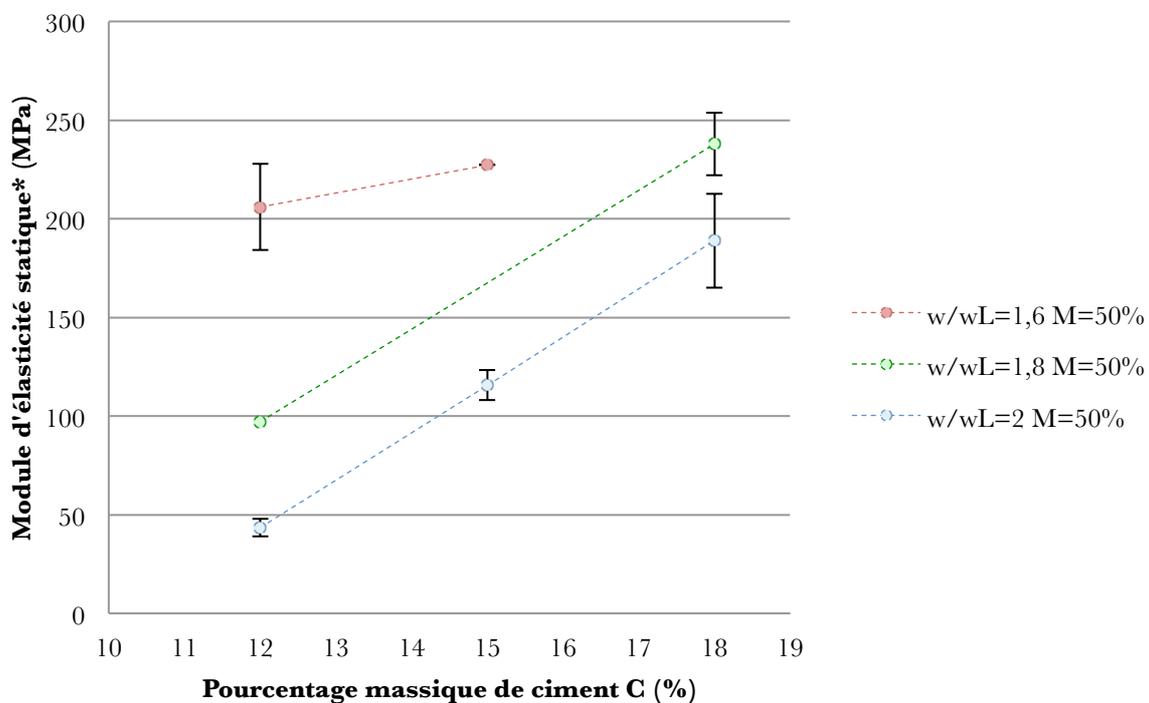


*Variabilité calculée entre les éprouvettes d'une même gâchée

Figure 4-6 : Module d'élasticité statique en fonction de w/w_L pour $C=18\%$ et $M=\{20\% ; 30\% ; 50\%\}$.

Pour les formulations avec $C=15\%$ et $C=18\%$, selon les valeurs de w/w_L , le pourcentage volumique de mousse M a plus ou moins d'influence sur le module d'élasticité statique. En effet pour des rapports w/w_L faibles, les modules d'élasticité statique pour les différents pourcentages de mousse M testés présentent une différence notable alors que pour des rapports w/w_L élevés, ils sont assez proches. L'influence du pourcentage volumique de mousse M sur le module d'élasticité statique dépend des valeurs du rapport w/w_L . A partir d'une certaine valeur du rapport w/w_L , l'eau joue un rôle prépondérant sur le module d'élasticité statique par rapport à la mousse.

Le pourcentage de ciment C reste un paramètre qui influence le module d'élasticité statique et permet de l'augmenter quel que soit le rapport w/w_L (Figure 4-7).



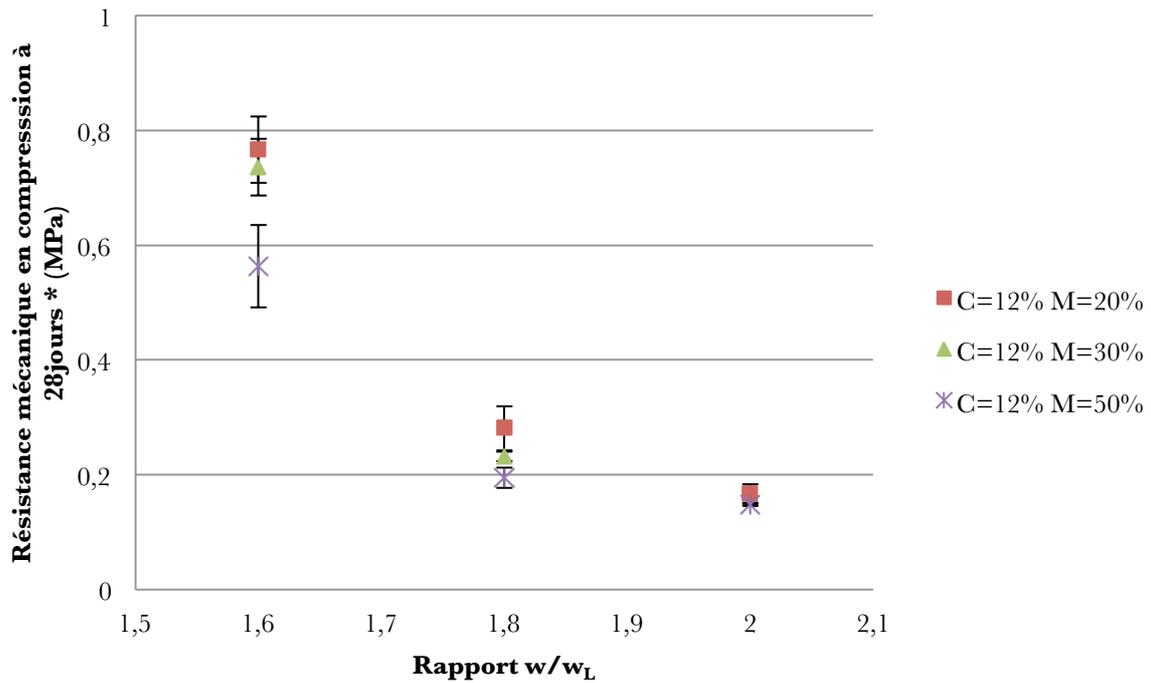
*Variabilité calculée entre les éprouvettes d'une même gâchée

Figure 4-7 : Module d'élasticité statique en fonction de C

4.1.3. Résistance mécanique

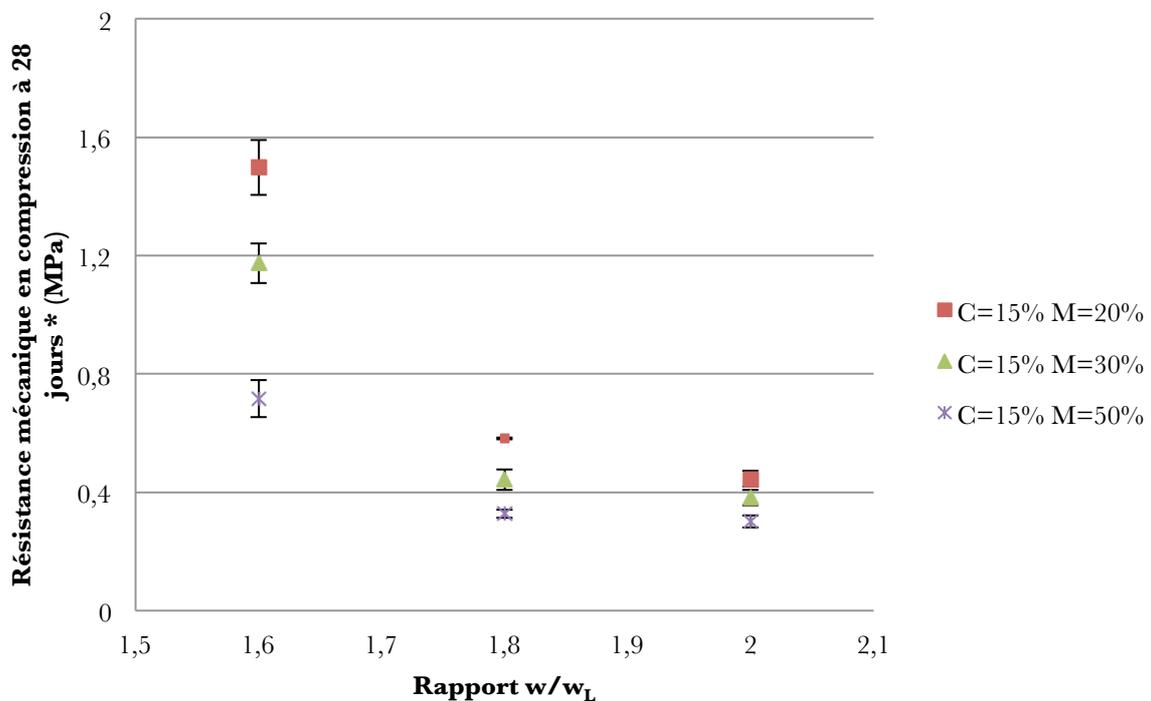
4.1.3.1. Influence des paramètres de formulation

La Figure 4-8, la Figure 4-9 et la Figure 4-10 présentent respectivement pour $C=12\%$, $C=15\%$ et $C=18\%$, les résistances mécaniques en compression à 28 jours en fonction du rapport w/w_L pour chaque pourcentage volumique de mousse $M=\{20\% ; 30\% ; 50\%\}$.



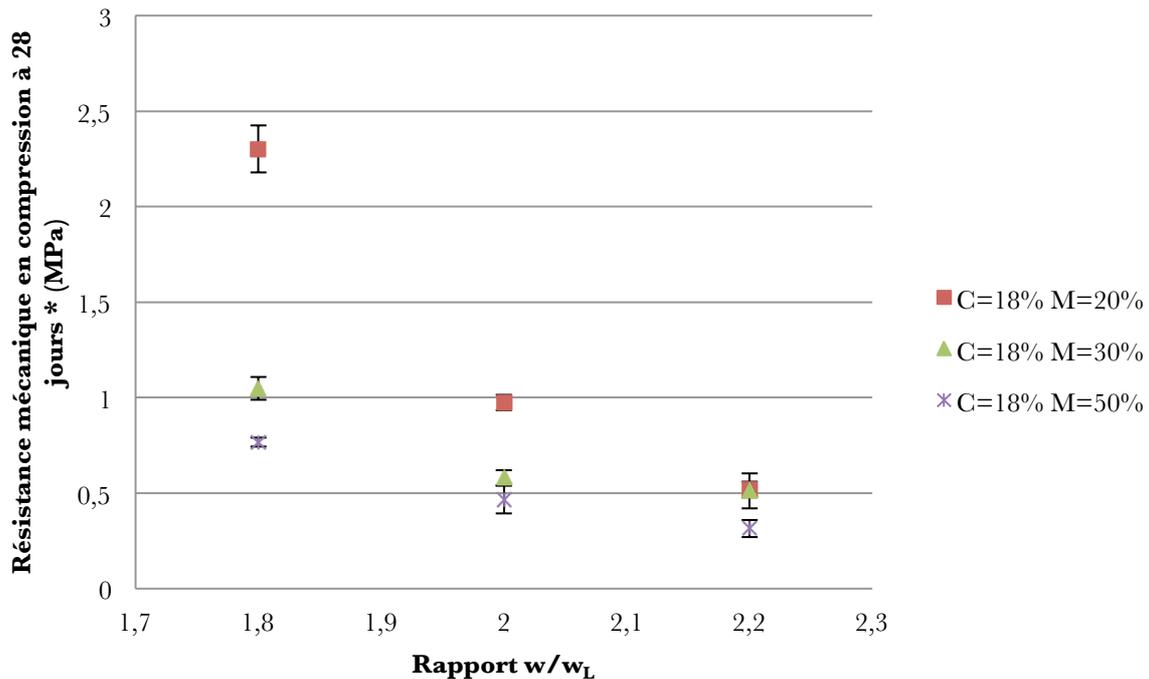
*Variabilité calculée pour les éprouvettes d'une même gâchée

Figure 4-8 : Résistance mécanique en compression à 28 jours en fonction du rapport w/w_L pour C=12% et M={20% ;30% ;50%}.



*Variabilité calculée pour les éprouvettes d'une même gâchée

Figure 4-9 : Résistance mécanique en compression à 28 jours en fonction du rapport w/w_L pour C=15% et M={20% ;30% ;50%}.

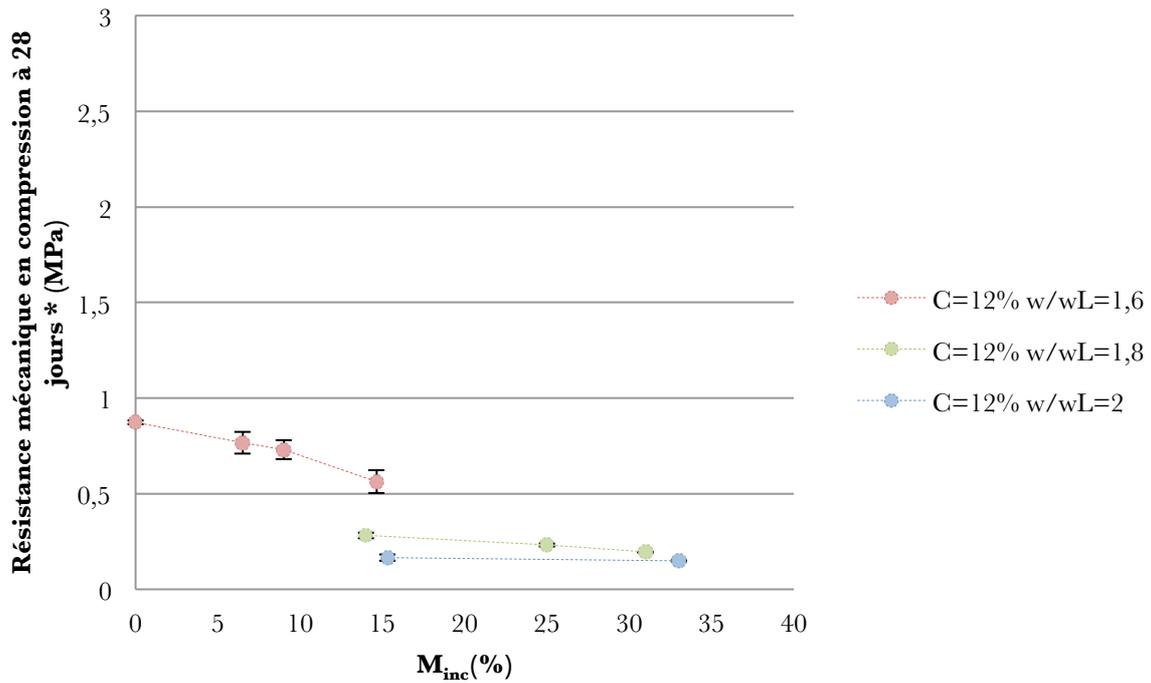


*Variabilité calculée pour les éprouvettes d'une même gâchée

Figure 4-10 : Résistance mécanique en compression à 28 jours en fonction du rapport w/w_L pour C=18% et M={20% ;30% ;50%}.

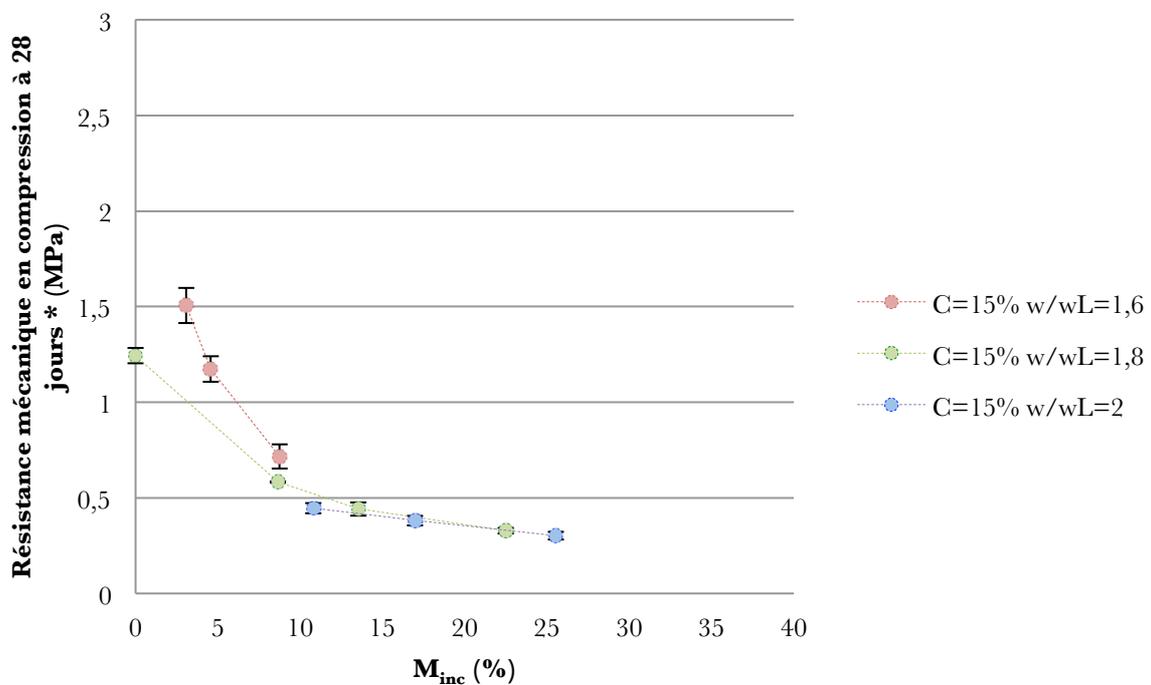
L'ensemble des figures montre que la résistance mécanique diminue lorsque le rapport w/w_L augmente.

L'influence de M selon les valeurs de w/w_L rejoint les résultats du module d'élasticité statique. Pour des rapports w/w_L faibles, les résistances mécaniques pour les différents pourcentages de mousse testés présentent une différence notable alors que pour des rapports w/w_L élevés, les résistances mécaniques pour différents pourcentages de mousse sont assez proches. Ces résultats sont assez surprenants puisque ceux de la densité indiquent qu'un volume de bulles d'air de la mousse moindre est incorporé pour des valeurs de w/w_L faibles. La Figure 4-11, la Figure 4-12 et la Figure 4-13 présentent la résistance mécanique en compression en fonction du paramètre M_{inc} c'est à dire le volume réel de bulles d'air incorporé à la matrice cimentaire (par rapport au volume de la matrice cimentaire) pour chaque valeur du rapport w/w_L testée.



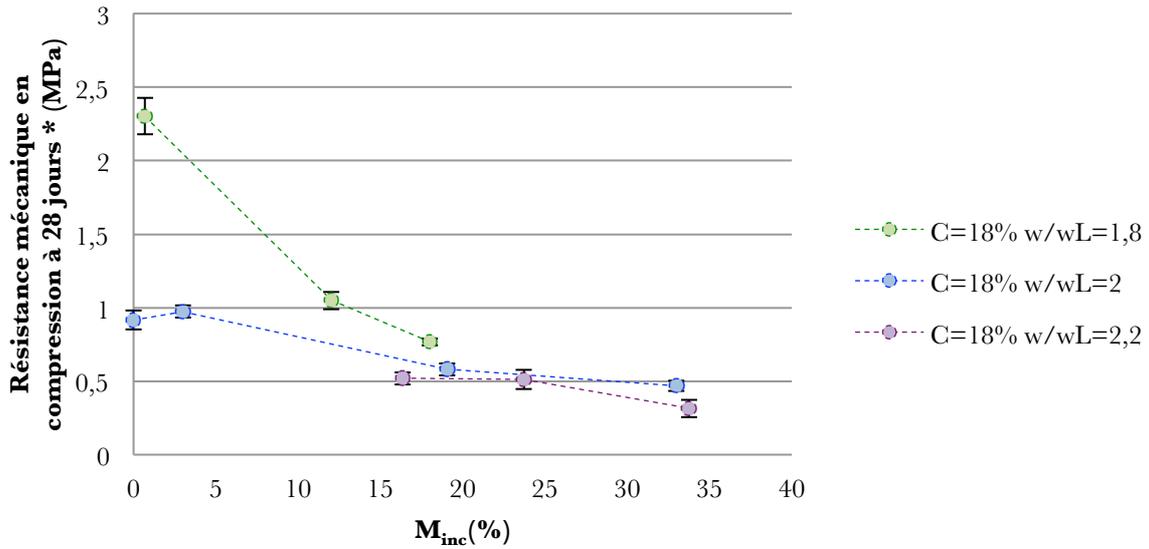
*Variabilité calculée pour les éprouvettes d'une même gâchée

Figure 4-11 : Résistance mécanique en compression à 28 jours en fonction de M_{inc} (%) pour C=12% pour chaque valeur de rapport w/w_L ={1,6 ; 1,8 ; 2}.



*Variabilité calculée pour les éprouvettes d'une même gâchée

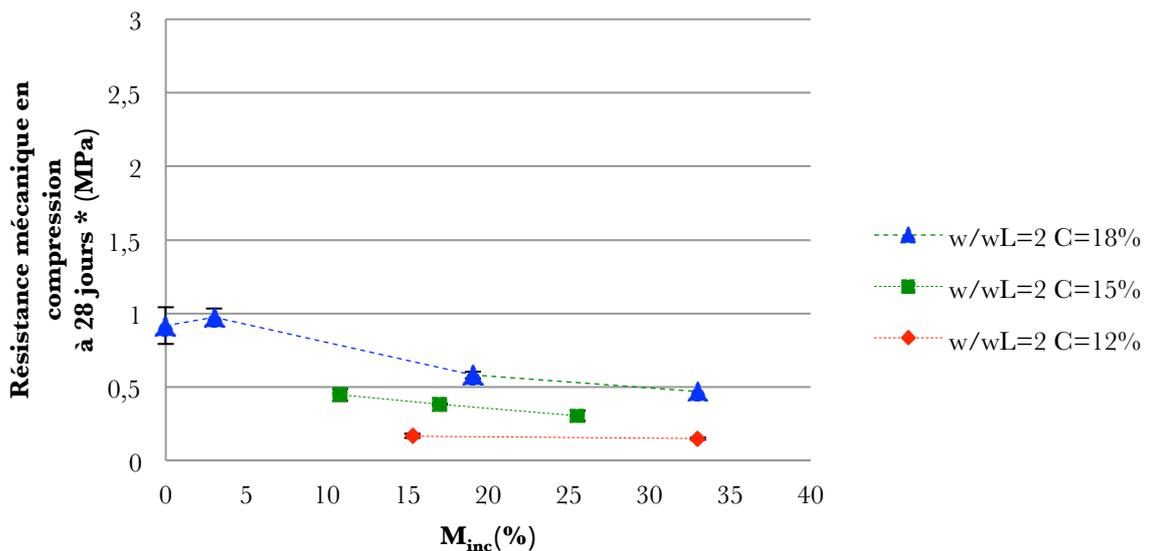
Figure 4-12 : Résistance mécanique en compression à 28 jours en fonction de M_{inc} (%) pour C=15% pour chaque valeur de rapport w/w_L ={1,6 ; 1,8 ; 2}.



*Variabilité calculée pour les éprouvettes d'une même gâchée

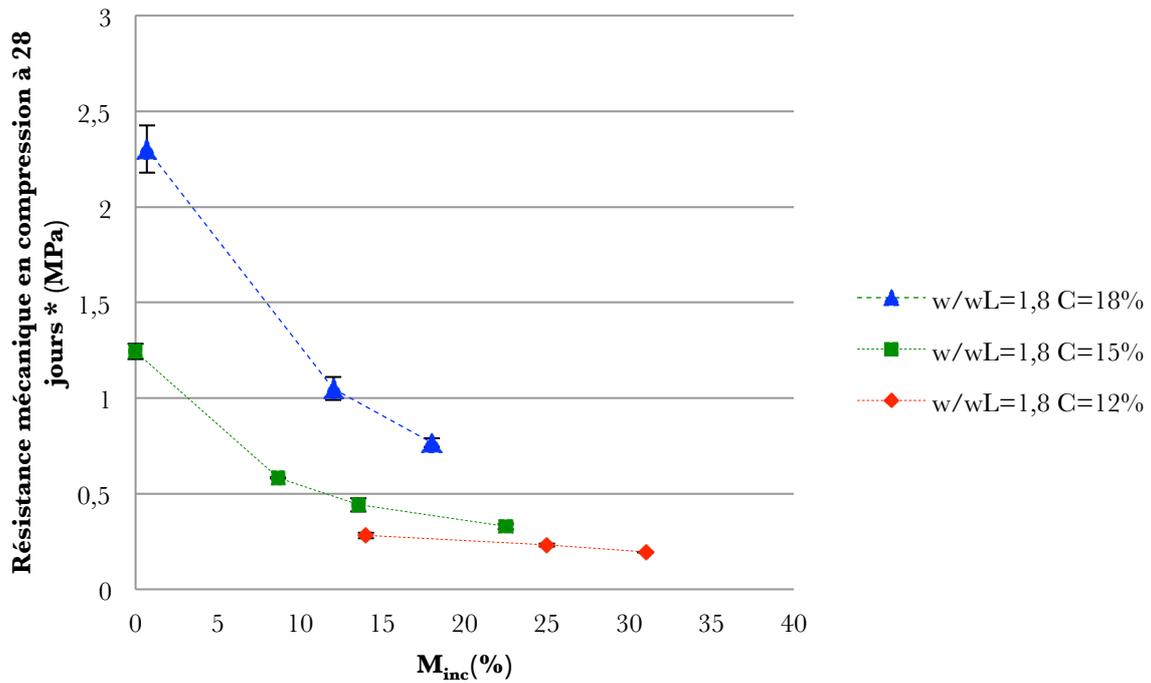
Figure 4-13 : Résistance mécanique en compression à 28 jours en fonction de $M_{inc}(\%)$ pour C=18% pour chaque valeur de rapport $w/w_L=\{1,8 ; 2 ; 2,2\}$.

La diminution de la résistance mécanique en compression en fonction de M_{inc} est d'autant plus importante pour des rapports w/w_L faibles. Ces résultats sont également mis en exergue en visualisant pour un rapport w/w_L fixé, la résistance mécanique en compression en fonction de M_{inc} pour chaque pourcentage de ciment (Figure 4-15, Figure 4-15 et Figure 4-16).



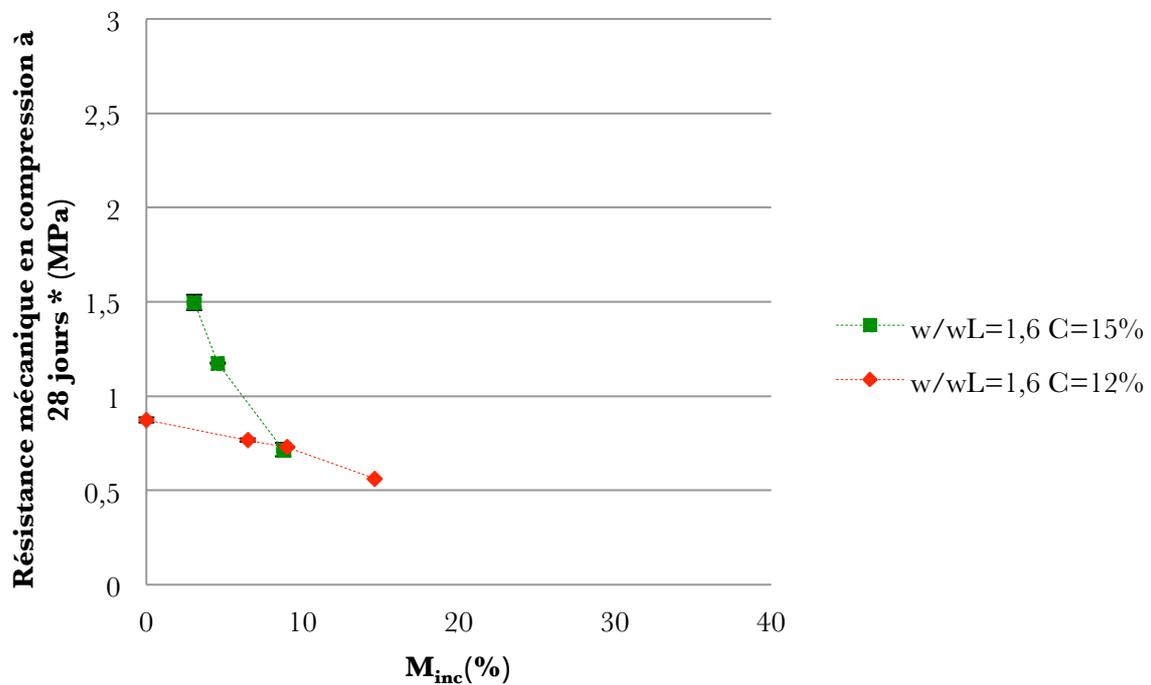
*Variabilité calculée pour les éprouvettes d'une même gâchée

Figure 4-14 : Résistance mécanique en compression à 28 jours en fonction de $M_{inc}(\%)$ pour $w/w_L=2$ pour chaque traitement au ciment testés C={12% ; 15% ; 18%}.



*Variabilité calculée pour les éprouvettes d'une même gâchée

Figure 4-15 : Résistance mécanique en compression à 28 jours en fonction de $M_{inc}(\%)$ pour $w/wL=1,8$ pour chaque traitement au ciment testés $C=\{12\% ; 15\% ; 18\%\}$.



*Variabilité calculée pour les éprouvettes d'une même gâchée

Figure 4-16 : Résistance mécanique en compression à 28 jours en fonction de $M_{inc}(\%)$ pour $w/wL=1,6$ pour chaque traitement au ciment testés $C=\{12\% ; 15\%\}$.

L'impact de l'ajout de mousse est d'autant plus important que le traitement au ciment est important. Ainsi ajouter de la mousse à une matrice cimentaire résistante induit une perte de la résistance mécanique plus importante que pour une matrice cimentaire de faible résistance.

Le pourcentage de ciment C reste un paramètre qui permet d'augmenter la résistance mécanique quel que soit la valeur du rapport w/w_L

La différence d'influence de M selon les valeurs du rapport w/w_L entre la résistance mécanique en compression et la densité à l'état frais signifie que pour un pourcentage de ciment fixé, si la résistance mécanique pour $w/w_L > k_{\text{seuil}}$ ne répond pas au cahier des charges, la densité ne pourra pas être minimisée. Il est donc nécessaire dans ce cas de monter en densité pour gagner en résistance. Pour un pourcentage de ciment, il y a donc un compromis à faire entre la densité et la résistance mécanique et les combinaisons possibles sont limitées. Le fait d'augmenter C permet d'élargir le champ des combinaisons possibles. Cependant, dans le cadre de notre étude, la quantité de ciment doit être minimisée pour réduire le coût du matériau afin que la voie de valorisation soit rentable.

Parmi les formulations testées, seuls les pourcentages massiques de ciment $C=18\%$ et $C=15\%$ permettent d'obtenir la résistance mécanique répondant au cahier des charges ($R_c > 0,5\text{MPa}$) avec une valeur de $w/w_L \geq k_{\text{seuil}}$ permettant d'optimiser l'abaissement de la densité à l'état frais.

4.1.3.2. Sélection des formulations

Pour chaque pourcentage massique de ciment $C=12\%$, $C=15\%$ et $C=18\%$, une valeur du rapport w/w_L est retenue pour répondre au cahier des charges qui exige une résistance mécanique minimum de $0,5\text{MPa}$ et une densité minimisée. Ces valeurs correspondent respectivement pour $C=12\%$, $C=15\%$ et $C=18\%$ à 1,6, 1,8 et 2. Pour $C=15\%$ et $C=18\%$, les valeurs de w/w_L correspondent à k_{seuil} . Pour $C=12\%$, la valeur retenue pour w/w_L est inférieure à k_{seuil} et égale à 1,6. Ces formulations ne sont pas comparables au niveau de l'incorporation de la mousse. L'expansion de volume pour $M=50\%$ correspond respectivement pour $C=12\%$, $C=15\%$ et $C=18\%$ à 1,14, 1,22 et 1,33.

Dans la logique de minimiser le coût du matériau et aux vues des résultats de la résistance mécanique en fonction de la densité, les formulations avec $C=4\%$ et $C=8\%$ sont ré-envisagée en utilisant un rapport w/w_L beaucoup plus faible afin de gagner en résistance et répondre à la résistance minimum de $0,5\text{MPa}$. Les rapports w/w_L ont été fixés respectivement pour $C=4\%$ et $C=8\%$ à 1,2 et 1,4.

Le Tableau 4-1 présente les caractéristiques des formulations sélectionnées du BAMS avec M=0% (matrice cimentaire) et M=50%.

Tableau 4-1 : Caractéristiques du BAMS des formulations sélectionnées du BAMS

C(%)	w/wL	M(%)	Ciment kg/m ³ matrice cimentaire	Sol kg/m ³ matrice cimentaire	Eau de gâchage kg/m ³ matrice cimentaire	d	CV(G)*	Diminution d	Et (cm)	CV(G)*	R _c (MPa)	CV(E)**	Diminution R _c
4	1,2	0	56	651	693	1,39	-	1,4%	20	-	0,55	8%	1,4%
		50				1,37	-		22,5	-	0,42	-	
8	1,4	0	116	590	723	1,45	-	9%	24	-	0,78	8%	9%
		50				1,32	-		23,5	-	0,60	-	
12	1,6	0	169	509	737	1,42	1%	11,3%	33	0,22	0,87	1%	37%
		50				1,26	2%		33	0,25	0,55	10%	
15	1,8	0	207	448	746	1,43	2%	18,9%	46	-	1,24	3%	73%
		50				1,16	3%		69	-	0,33	4%	
18	2	0	257	419	749	1,44	1%	25%	48	0,27	0,92	7%	49%
		50				1,08	2%		50	0,11	0,47	7%	

*CV(G) Coefficient de variation d'une gâchée à une autre

**CV(E) Coefficient de variation entre les éprouvettes d'une même gâchée

4.1.3.3. Relation entre résistance mécanique, densité et paramètres de formulation

Pour avoir une vision plus globale de l'influence des paramètres de formulation sur la densité et la résistance mécanique, une Analyse en Composante Principale est effectuée. La population étudiée correspond à l'ensemble des formulations sur lesquelles les mesures de densité et les essais de compression ont été effectués. L'ACP est effectuée sur les paramètres suivants :

- La densité à l'état frais d,
- La résistance mécanique R_c,
- Le pourcentage massique de ciment C,
- Le pourcentage volumique de mousse M,
- Le rapport w/wL.

Les paramètres d'études initiaux sont projetés dans le plan des nouvelles variables (F₁;F₂) (Figure 4-17). Les coefficients de corrélations entre les paramètres sont présentés Tableau 4-2.

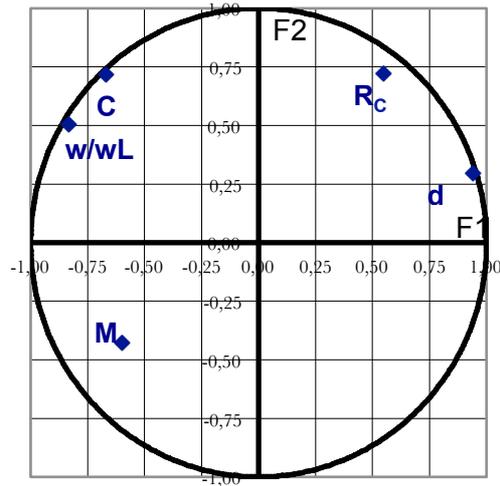


Figure 4-17 : Cercle de corrélation ACP (d ; R_c ; C ; w/w_L ; M)

Tableau 4-2 : Coefficient de corrélation ACP (d ; R_c ; C ; w/w_L ; M)

Coefficient de corrélation	C	w/w_L	M	d
d	-0,37	-0,59	-0,58	-
R_c	0,21	-0,16	-0,36	0,70

La résistance mécanique et la densité sont les deux paramètres les plus corrélés avec un coefficient de corrélation positif de 0,70. Parmi les trois paramètres de formulation, la résistance mécanique est le plus fortement corrélée avec M avec un coefficient de corrélation positif de 0,36. M présente avec la densité un coefficient de corrélation de 0,58. M a donc globalement un impact plus important sur la densité que sur la résistance mécanique. Il est donc possible d'abaisser la densité de manière plus significative en augmentant M en limitant la diminution de la résistance mécanique.

4.1.3.4. Modèle $R_c=f(d ; C)$

La Figure 4-18 présente les résistances mécaniques et les densités à 28 jours associées à chaque éprouvette pour l'ensemble des formulations testées.

L'ensemble des points est décrit en distinguant deux portions de courbe pour lesquelles l'influence des paramètres de formulation diffère ;

Pour les formulations à faible densité, les résistances mécaniques varient peu. Ces formulations correspondent à la plage de valeur de w/w_L supérieure à k_{seuil} lorsque la densité est minimisée. Les densités varient dans une large gamme de valeurs du fait de l'influence de M alors que la résistance mécanique présente un palier des valeurs dû à l'apport important d'eau. Pour cette portion de courbe, l'ensemble des points correspond visuellement

à une bande horizontale dont l'épaisseur est due à la variation de C qui est un paramètre permettant d'augmenter la résistance mécanique malgré l'impact de l'eau.

Pour les formulations à densité élevée, une montée rapide en résistance s'observe. Ces formulations correspondent à des valeurs du rapport w/w_L inférieures à k_{seuil} où la densité n'est pas minimisée. M n'influence plus la densité qui varie dans une gamme de valeur limitée. Le traitement au ciment par un pourcentage massique permet de gagner rapidement en résistance lorsqu'on diminue l'apport d'eau.

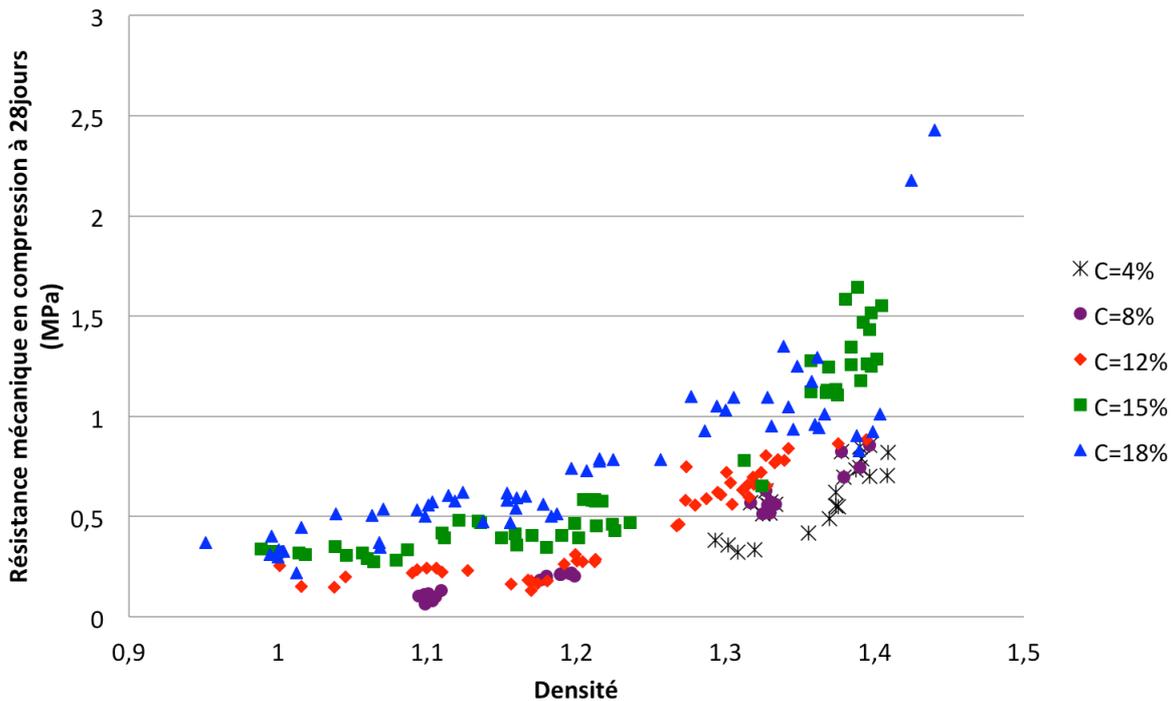


Figure 4-18 : Résistance mécanique en compression en fonction de la densité à 28 jours pour l'ensemble des éprouvettes testées

Chaque pourcentage de ciment semble relier la résistance mécanique uniquement à la densité indépendamment de M et de w/w_L. Cela signifie que pour un pourcentage de ciment, l'influence de w/w_L et de M sur la résistance mécanique peut être synthétisé par l'influence de la densité. La résistance mécanique ne dépendrait donc a priori que de deux variables ; le pourcentage de ciment et la densité. Un modèle bi-variable est utilisé pour relier la résistance mécanique, la densité et le pourcentage de ciment. Ce modèle correspond à l'équation suivante :

$$R_c = a_0 * e^{a_1 * d} * e^{a_2 * C}$$

Avec ;

a ₀	1,05*10 ⁻³
a ₁	4,41
a ₂	6,01*10 ⁻²

Ces coefficients ajustés par la méthode des moindres carrés reflètent l'influence de chacun des paramètres sur la résistance mécanique et rejoint les résultats de l'Analyse en Composante Principale. La densité est le paramètre le plus influent sur la résistance mécanique avec un coefficient (a_1) 100 fois plus fort que celui attribué à C (a_2).

La Figure 4-19 correspond à la génération de ces courbes pour les pourcentages massiques de ciment testés lors de l'étude. Ces courbes ont été superposées aux points expérimentaux afin d'évaluer la fiabilité du modèle.

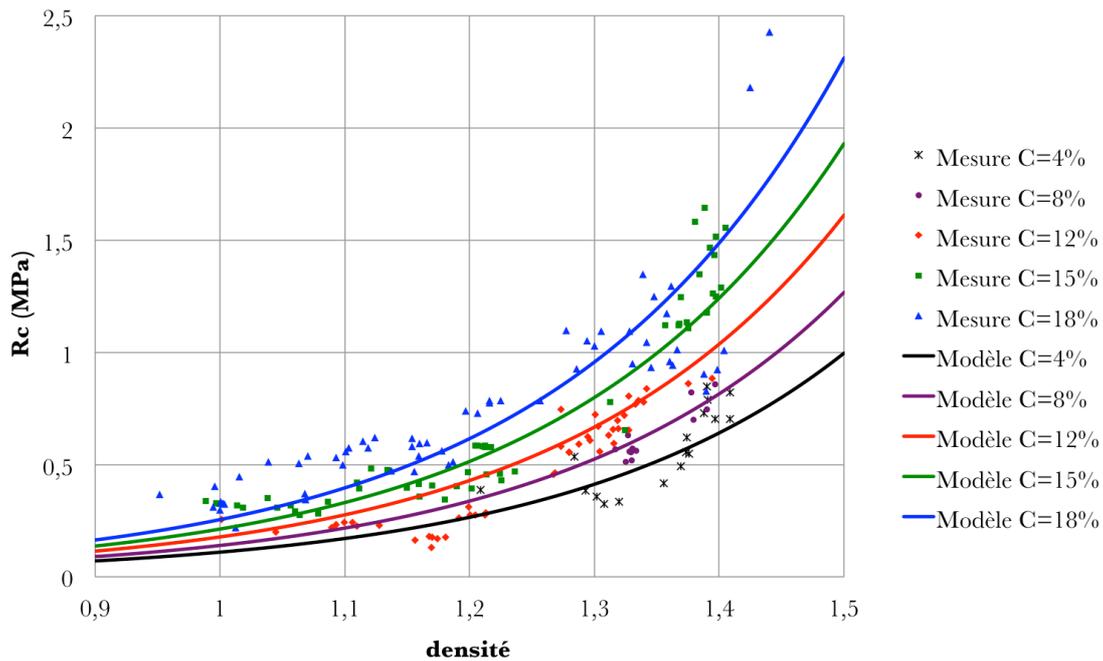


Figure 4-19 : Courbes du modèle $R_c=f(d ; C)$ pour les différents pourcentages massiques de ciment C

La Figure 4-20 présente la corrélation entre la résistance mécanique calculée par le modèle et la résistance mécanique obtenue expérimentalement. Le coefficient de corrélation de la régression linéaire égal à 0,81 indique une bonne fiabilité du modèle.

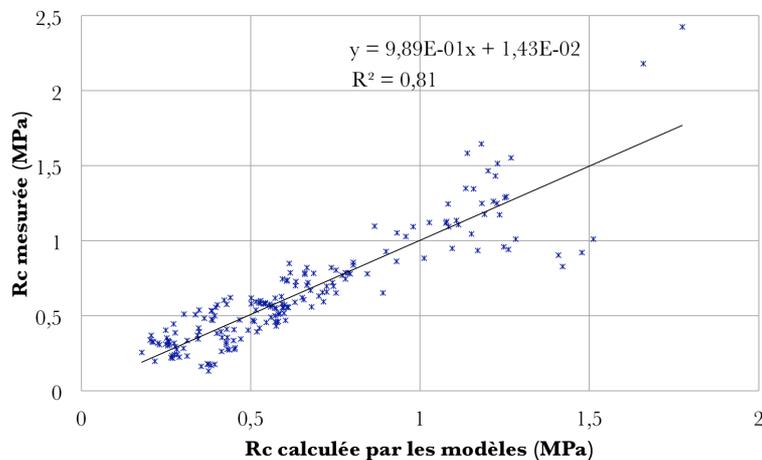


Figure 4-20 : Résistance mécanique mesurée expérimentalement et celle calculée par le modèle $R_c=(d ; C)$

A partir de ce modèle en fixant une densité et une résistance mécanique, C peut être déterminé. Par la suite, pour une teneur en eau donnée (imposée par le sol traité), M est fixé en utilisant les modèles $d=f(w/w_L;M)$ présentés dans le chapitre Caractérisation à l'état frais. Les deux étapes sont schématisées Figure 4-21.

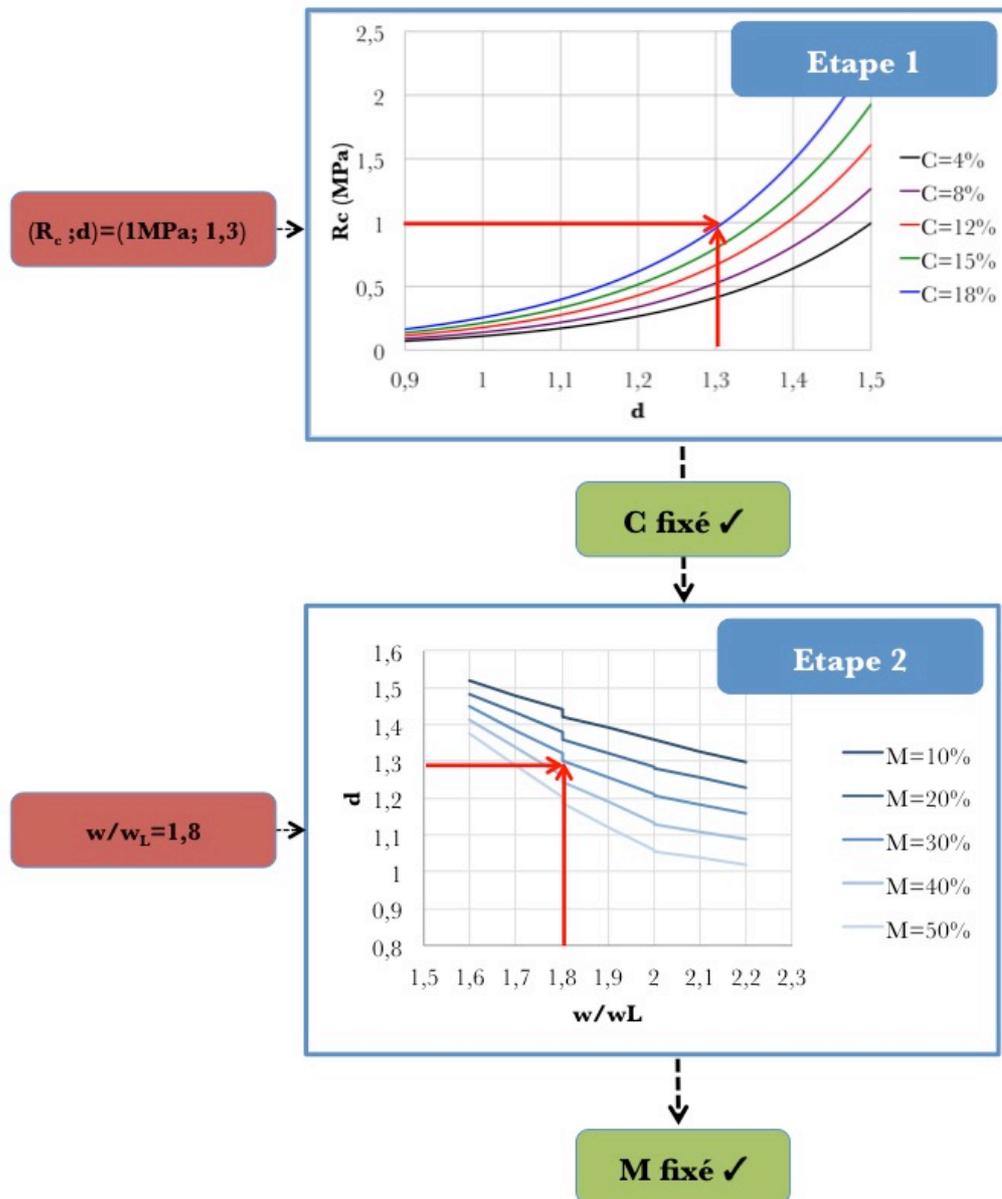
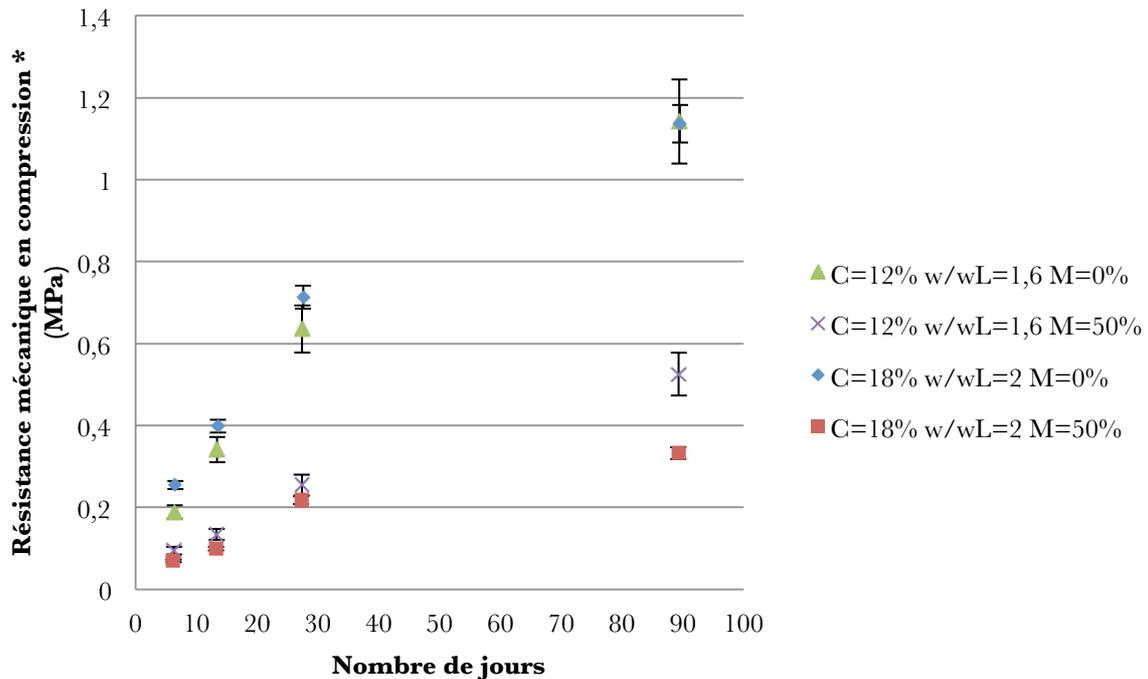


Figure 4-21 : Etapes permettant de déterminer C et M pour la fabrication du BAMS avec $(R_c ; d)$ visées à partir d'un sol de teneur en eau w et de limite de liquidité w_L données

4.1.3.5. Evolution dans le temps de la résistance mécanique

Les essais mécaniques sont effectués à différents échéances de cure afin d'évaluer l'évolution de la résistances mécaniques à la compression du BAMS dans le temps. Les essais ont été effectués à 7jours, 14jours, 28jours et 90jours. Les résistances mécaniques en fonction du nombre de jours pour les formulations testées sont présentées sur la Figure 4-22.



* Variabilité entre les éprouvettes d'une même gâchée

Figure 4-22 : Evolution dans le temps de la résistance mécanique en compression

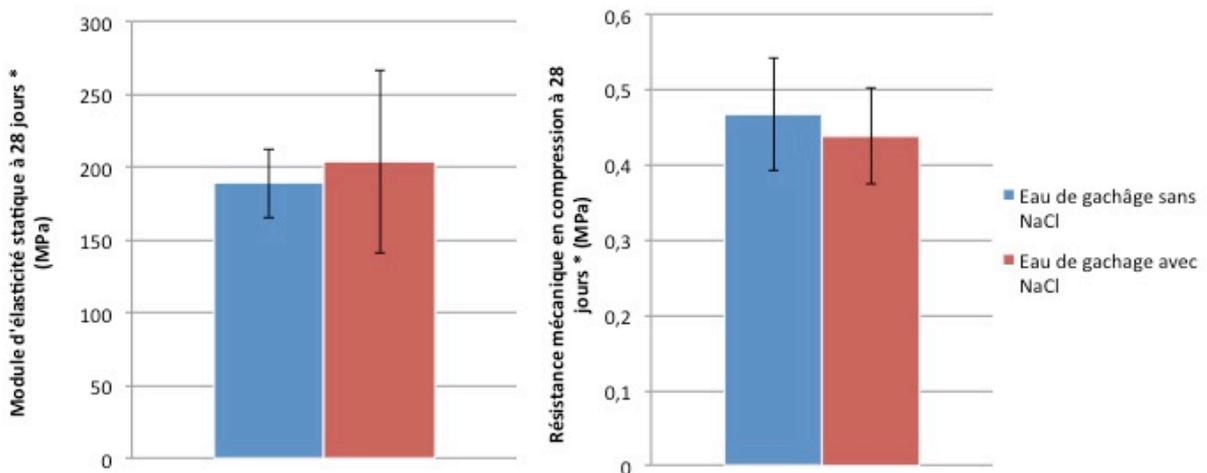
Entre 7 jours et 28 jours, l'augmentation de la résistance mécanique est quasi linéaire pour les 4 formulations. Pour les deux formulations avec $M=0\%$, cette augmentation est similaire. Pour les formulations avec $M=50\%$, cette augmentation est également similaire mais plus faible que celle avec $M=0\%$ de part l'incorporation des bulles qui induit une différence de proportion de matrice cimentaire. Cette différence du gain en résistance entre $M=0\%$ et $M=50\%$ pourrait être accentuée par un ralentissement des mécanismes d'hydratation due à la présence des bulles d'air de la mousse. Ce résultat, établi par l'essai de « Vicat » pour les premières étapes (dès les premières heures) des mécanismes d'hydratation du ciment est attribué à un ralentissement de la diffusion des ions en solution. Le gain en résistance sur les premiers jours et les premières semaines est également relié à la diffusion des ions dans la matrice cimentaire et serait donc également impacté par la présence des bulles d'air.

Entre 28 jours et 90 jours, l'augmentation de la résistance mécanique, en moyenne égale à 75% pour les 4 formulations testées, est nettement supérieure à celle d'un béton classique qui est de l'ordre de 25%. Cette augmentation peut être attribuée au prolongement des mécanismes d'hydratation grâce à l'eau absorbée par l'argile qui joue le rôle de réservoir d'eau et permet aux réactions d'hydratation de se poursuivre (Agostini F., 2006).

4.1.4. Impact de l'eau de gâchage saline

La salinité d'une eau de gâchage du béton peut impacter les performances mécaniques d'un béton. Le chlorure de sodium forme des cristaux appelés « halite » qui provoque une augmentation des contraintes dans le béton. Le chlorure de sodium se combine également avec la Portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$ en formant des chlorure de calcium qui est un composé très soluble. La matrice cimentaire peut ainsi facilement être délavée et ainsi se fragiliser.

La Figure 4-23 présentent le module d'élasticité statique (gauche) et la résistance mécanique (droite) avec une eau de gâchage avec NaCl en comparaison avec celle sans NaCl. La gâchée effectuée avec NaCl présente un module d'élasticité et une résistance mécanique moyenne comprise dans la variabilité de la résistance mécanique pour la gâchée sans NaCl. Aucun impact de l'eau de gâchage saline sur les performances mécaniques du BAMS n'est observé.



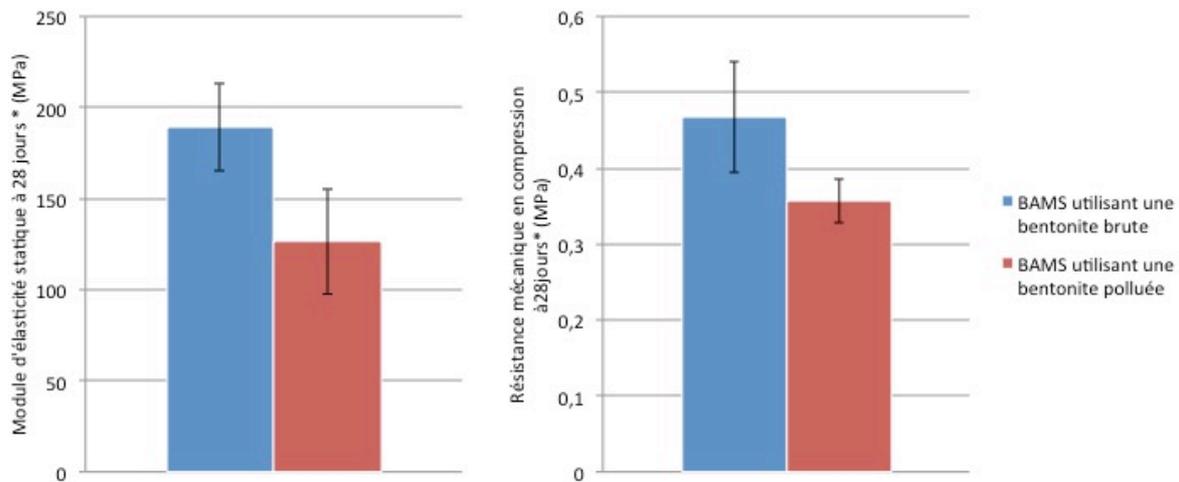
*Variabilité entre les éprouvettes d'une gâchée

Figure 4-23 : Module d'élasticité statique (gauche) et résistance mécanique en compression (droite) dans les cas d'une eau de gâchage avec et sans NaCl (C=18% w/w_L=2 M=50%)

4.1.5. Impact du Zinc

Comme cela a pu être établi dans le chapitre de la caractérisation à l'état frais avec les essais Vicat, le Zinc est un retardateur de prise dans les mécanismes d'hydratation du ciment. Cependant malgré ce retardement de prise au début de l'hydratation, certaines études ont pu mettre en évidence une augmentation des performances mécaniques en présence de Zinc car il favorise la formation d'Ettringite (Poon C.S. P. C., 1985) (Poon C.S. C. A., 1986). A l'inverse d'autres études indiquent que le Zinc retarde la formation de la Portlandite (Kakali G., 1998) (Ortego J.D., 1989) impactant ainsi son durcissement et ces performances mécaniques à 28 jours.

La Figure 4-24 présente le module d'élasticité statique (gauche) et la résistance mécanique en compression (droite) à 28 jours d'un BAMS utilisant un sol 80/20 brut et d'un BAMS utilisant un sol 80/20 Zn. Le BAMS 80/20 Zn présente un module d'élasticité statique et une résistance mécanique plus faibles que le BAMS un sol brut. Bien que les différences soient faibles, les résultats ne sont pas compris dans la variabilité des résultats ce qui montre donc un effet significatif. La perte des performances mécaniques dans le cas du BAMS 80/20 Zn peut s'expliquer par le retard de la formation de la Portlandite.



*Variabilité entre les éprouvettes d'une gâchée

Figure 4-24 : Module d'élasticité statique (gauche) et résistance mécanique compression (droite) d'un BAMS sol 80/20 brut et d'un BAMS sol 80/20 Zn (C=18% w/w_L=2 M=50%)

4.2. Essais mécaniques non-destructifs

Les essais non destructifs permettent par des moyens simples et économiques utilisés sur chantier de s'assurer de la qualité du béton. Ces mesures peuvent être appliquées sur une même zone d'un ouvrage à différents moments de la cure afin de suivre l'évolution des propriétés mécaniques du matériau. Cependant ces mesures estiment les caractéristiques du matériau avec une certaine incertitude qui sera évaluée dans le cadre de cette étude. Les essais non-destructifs correspondent à la mesure de la vitesse de propagation des ultrasons et à la valeur du rebond au scléromètre.

4.2.1. Vitesse ultrasonore

4.2.1.1. Variabilité

Pour évaluer l'incertitude de la mesure, 10 mesures sur un même point sont effectuées pour quelques points. Le coefficient de variation des mesures d'un point est égal à 1%.

Pour évaluer l'homogénéité du matériau à l'échelle d'une éprouvette, les mesures ont été effectuées sur un quadrillage de 9 points sur chaque face des trois directions pour quelques éprouvettes. Le coefficient de variation entre les mesures des 9 points d'une face est en moyenne égal à 1% et permet de conclure sur l'homogénéité du matériau à l'échelle d'une éprouvette.

Pour l'ensemble des éprouvettes, une mesure est effectuée au centre de chaque face dans les trois directions de l'éprouvette. Le coefficient de variation entre les mesures de chaque direction d'une éprouvette est en moyenne égal à 2%.

L'étude de la variabilité de la vitesse ultrasonore entre chaque éprouvette d'une gâchée (6 éprouvettes en moyenne) permet d'évaluer l'homogénéité du matériau à l'échelle d'une gâchée. Le coefficient de variation entre les éprouvettes d'une gâchée est en moyenne égal à 3%.

4.2.1.2. Vitesse ultrason vs résistance mécanique

Dans la littérature plusieurs modèles reliant la vitesse de propagation des ultrasons et la résistance mécanique en compression ont été établis pour estimer la résistance mécanique d'un matériau. Ces modèles sont propres au matériau et sont affectés par plusieurs facteurs ; la taille des éprouvettes, la quantité des granulats, le type de dosage en ciment, le rapport E/C et la teneur en humidité (Gregor T., 2008).

La plupart des lois issues de la littérature sont de type exponentiel, polynomial ou puissance indiquant ainsi une augmentation de la résistance mécanique pour les fortes vitesses ultrasonores plus importante que pour les faibles vitesses.

La Figure 4-25 présente l'ensemble des valeurs de chaque éprouvette de la résistance mécanique en compression à 28 jours et de la vitesse des ultrasons associée. Le modèle le plus corrélé pour relier les deux grandeurs correspond à une loi exponentielle (noté « modèle exponentiel 1 (R_c ;VU) à 28 jours ») avec un coefficient de corrélation égal à 0,62 et d'équation :

$$R_c[\text{MPa}] = 1,09 * 10^{-1} * e^{1,49*VU[\text{km/s}]}$$

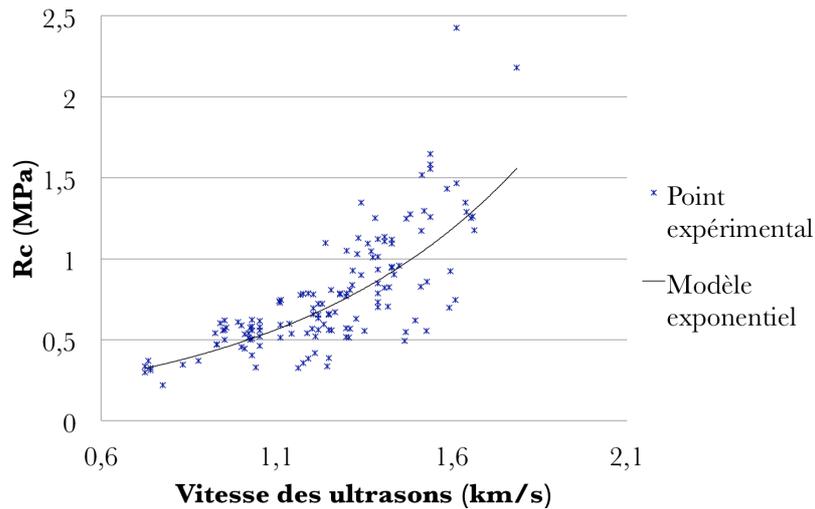


Figure 4-25 : Résistance mécanique en compression en fonction de la vitesse des ultrasons (modèle exponentiel 1)

La Figure 4-26 présente la résistance mécanique en compression en fonction de celle calculée par le modèle exponentiel 1. La régression linéaire entre les deux paramètres présente un coefficient de corrélation de 0,60 avec l'équation suivante :

$$y = 1,17 * x - 8,49 * 10^{-2}$$

La droite de la régression linéaire coupe la droite $y=x$ au point (0,5;0,5) avec un coefficient directeur supérieur à l'unité et une abscisse à l'ordonnée légèrement négative. Ces caractéristiques retranscrivent une sous-estimation statistique de la résistance mécanique pour $R_c > 0,5 \text{ MPa}$ et une surestimation statistique de la résistance mécanique pour $R_c < 0,5 \text{ MPa}$. De manière générale l'estimation de la résistance mécanique par ce modèle exponentiel est peu précise.

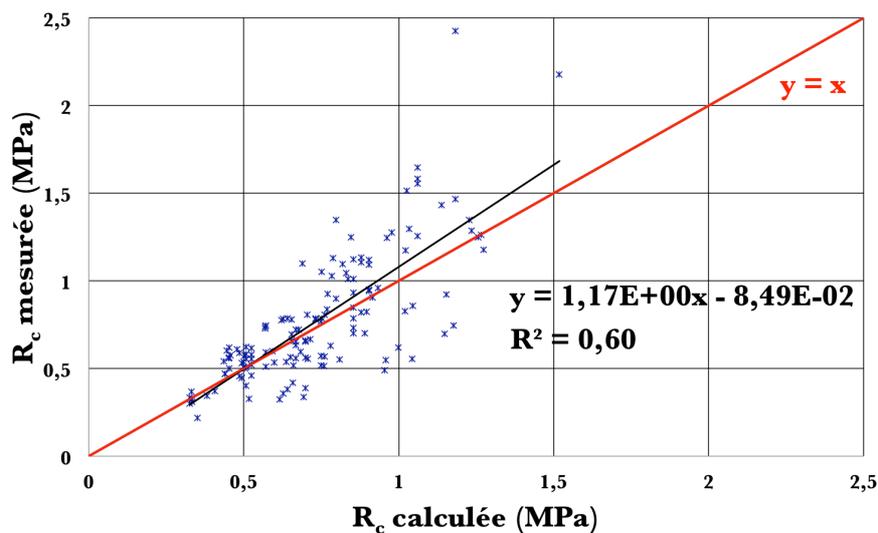


Figure 4-26 : Résistance mécanique en compression en fonction de celle calculée par le modèle exp. 1

Pour obtenir un modèle plus fiable, les valeurs moyennes (moyenne de la résistance mécanique en compression et moyenne de la vitesse ultrasonore) de chaque formulation ont été utilisées pour établir un nouveau modèle exponentiel (Figure 4-27). Ce modèle (noté « modèle exponentiel 2 (R_c;VU) à 28 jours ») présente un coefficient de corrélation égal à 0,65 et correspond à l'équation suivante :

$$R_c[\text{MPa}] = 9,22 * 10^{-2} * e^{1,61 * VU[\text{km/s}]}$$

Le coefficient de corrélation a pu être légèrement amélioré mais le modèle reste peu fiable. L'écart (en valeur absolue) entre le modèle 2 et l'expérimentale est d'autant plus important que la vitesse des ultrasons est élevée (Figure 4-28).

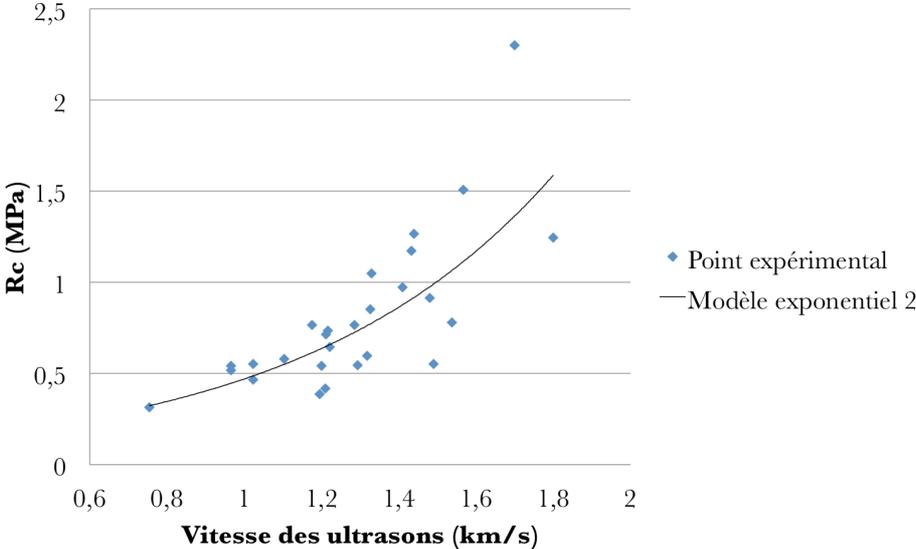


Figure 4-27 : Résistance mécanique en compression en fonction de la vitesse des ultrasons (modèle exponentiel 2)

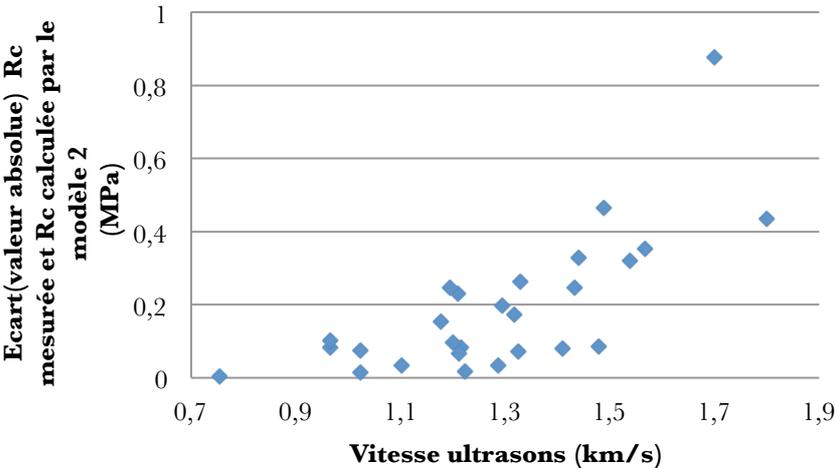
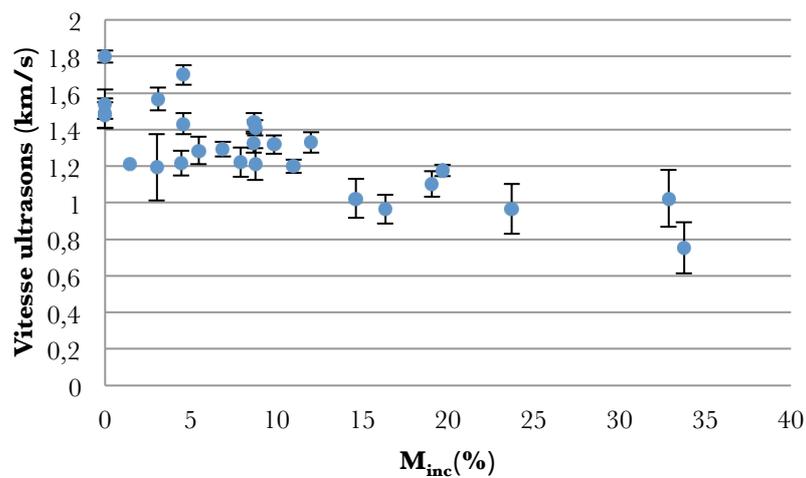


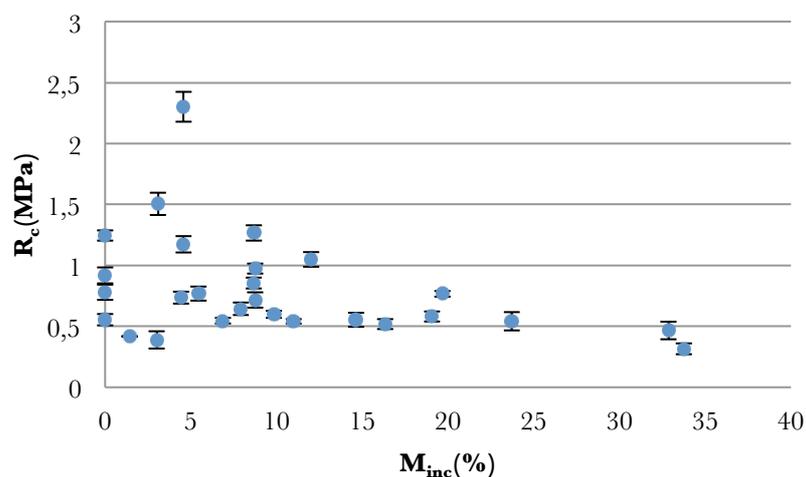
Figure 4-28 : Ecart (en valeur absolue) entre R_c mesurée expérimentalement et R_c calculée par le modèle exponentiel 2 en fonction de la vitesse des ultrasons

Cette augmentation de l'écart entre le modèle et l'expérimental en fonction de la vitesse des ultrasons s'explique par l'influence des paramètres de formulation sur la résistance mécanique par rapport à celle sur la vitesse des ultrasons. La Figure 4-29 et la Figure 4-30 présentent respectivement la vitesse ultrasonore et la résistance en compression en fonction de la quantité de mousse incorporée (expansion de volume). La vitesse ultrasonore est fortement corrélée à M_{inc} c'est à dire à la présence de pores créés par la mousse quel que soient les valeurs de C et du rapport w/w_L tandis que la résistance mécanique en compression est impactée par l'ensemble des paramètres de formulations.



**Variabilité entre les éprouvettes d'une gâchée*

Figure 4-29 : Vitesse des ultrasons en fonction de M_{inc} (%)



**Variabilité entre les éprouvettes d'une gâchée*

Figure 4-30 : Résistance mécanique en compression en fonction de M_{inc} (%)

Par conséquent comme cela a été effectué précédemment pour relier la résistance mécanique à la densité, un modèle bi-variable reliant la résistance mécanique, la vitesse des

ultrasons et le pourcentage de ciment C est proposé pour l'estimation de la résistance mécanique. Ce modèle (noté $R_c=f(VU ;C)$) correspond à l'équation suivante :

$$R_c = b_0 * e^{b_1 * VU} * e^{b_2 * C}$$

Avec les coefficients suivants (ajustés par la méthode des moindres carrés) :

b_0	$3,40 * 10^{-2}$
b_1	1,75
b_2	$5,13 * 10^{-2}$

La Figure 4-31 correspond à la génération de ces courbes pour les différents pourcentages massiques de ciment testés. Ces courbes ont été superposées aux points expérimentaux afin d'évaluer la fiabilité du modèle.

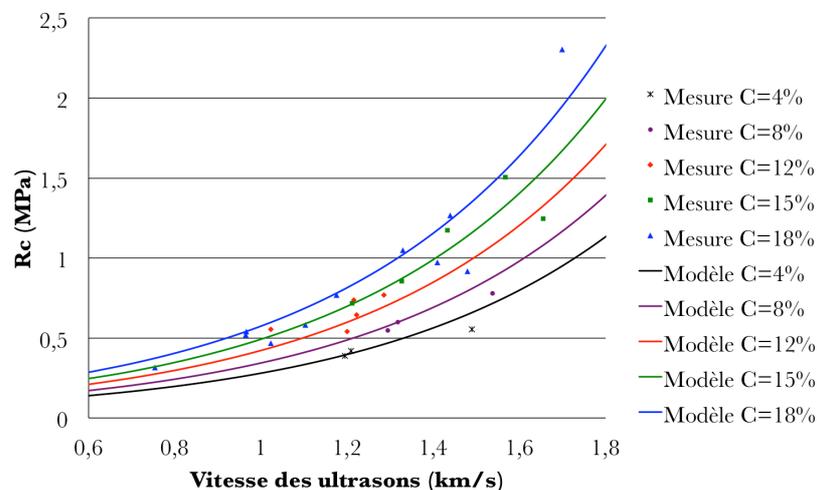


Figure 4-31 : Courbes générées par le modèle $R_c=f(VU;C)$ pour les différents pourcentages massiques de ciment C testés

La Figure 4-32 présente la corrélation entre la résistance mécanique calculée par le modèle et la résistance mécanique mesurée expérimentalement. Le coefficient de corrélation de la régression linéaire égal à 0,88 indique une bonne fiabilité du modèle. Il faut cependant être prudent dans l'utilisation de ce modèle dans le but d'améliorer le coefficient de corrélation du modèle. En effet le nombre de formulation est réduit et les tendances déduites peuvent ne pas prendre en compte les réelles tendances du matériau. Ces modèles seront appliqués à l'estimation de la résistance mécanique à différents jours de cure afin de conclure sur leurs pertinences.

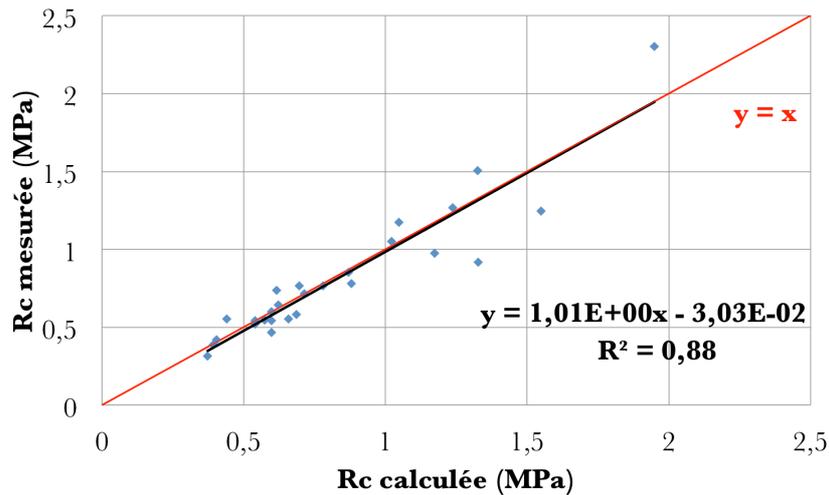
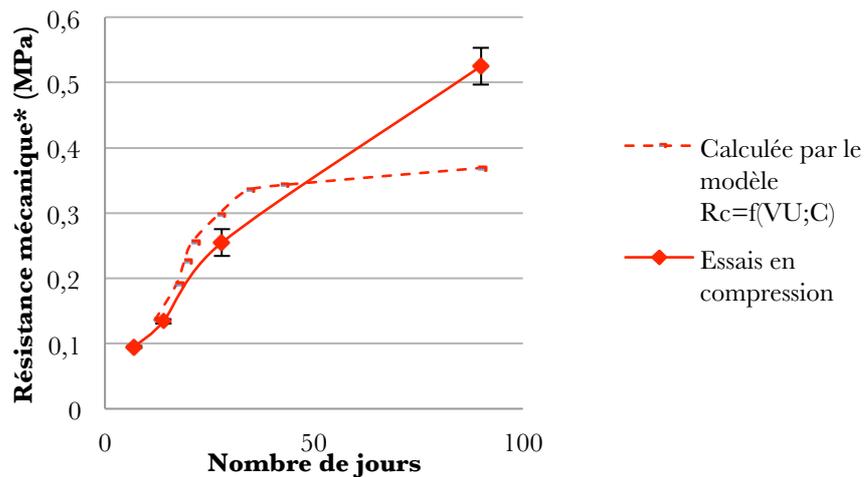


Figure 4-32 : Résistance mécanique mesurée expérimentalement et celle calculée par le modèle $R_c=f(VU ; C)$

4.2.1.3. Suivi du durcissement du béton par la vitesse des ultrasons

Le durcissement du matériau améliore la propagation des ondes ultrasonores. Celui-ci est évalué par des mesures de vitesses des ultrasons effectuées tous les 3 jours jusqu'au 28^{ème} jour puis de manière espacée jusqu'au 90^{ème} jour. En dessous de 0,4km/s l'appareil ne permet pas la mesure de la vitesse des ultrasons. Pour la formulations C=12% w/w_L=1,6 M=50% les premières mesures n'ont pu être effectuées respectivement qu'à partir du 12^{ème} jour. La Figure 4-33 présente la résistance mécanique calculée par le modèle $R_c=f(VU;C)$ pour les vitesses ultrasonores mesurées en fonction du nombre de jours pour C=12% w/w_L=1,6 M=50%. Les résultats sont superposés à ceux des essais en compression.



* Variabilité entre 3 éprouvettes de la gâchée

Figure 4-33 : Résistance mécanique calculée par le modèle $R_c=f(VU;C)$ et celle mesurée expérimentalement par les essais en compression en fonction du nombre de jours (C=12% w/w_L=1,6 M=50%)

L'évolution de la résistance mécanique calculée par le modèle n'indique pas de gain en résistance entre 28 jours et 90 jours comme cela a été observé pour les essais en compression. La stabilisation de la vitesse des ultrasons malgré un gain en résistance du matériau est attribuée à la perte d'eau progressive du matériau ce qui le rend plus poreux et impacte la propagation des ondes ultrasonores. Pour les jeunes âges, l'estimation de la résistance mécanique semble être fiable.

4.2.2. Scléromètre

La même démarche que celle réalisée pour la vitesse des ultrasons correspondant à la mise en place d'un modèle permettant d'estimer la résistance mécanique du matériau est effectuée.

4.2.2.1. Variabilité

Le coefficient de variation des quatre points de mesure d'une face est égal à 15%. Cette valeur correspond à la moyenne des coefficients de variation entre les 4 points de mesure de chaque face pour l'ensemble des éprouvettes testées.

Le coefficient de variation entre les faces d'une éprouvette est égal de 5%. Cette valeur correspond à la moyenne des coefficients de variation entre les faces dans les 3 directions d'une éprouvette pour l'ensemble des éprouvettes testées. Ce coefficient de variation est plus faible que celui des 4 points de mesures ce qui permet de valider l'isotropie du matériau.

Le coefficient de variation entre les éprouvettes d'une même formulation est égal à 7%. Cette valeur correspond à la moyenne des coefficients de variation entre les éprouvettes d'une formulation pour l'ensemble des formulations testées.

4.2.2.2. Valeur Rebond vs résistance mécanique

La Figure 4-34 présente la résistance mécanique en compression et la valeur rebond (noté VR) associée pour l'ensemble des éprouvettes des formulations testées. La relation des deux grandeurs est modélisée par une loi exponentielle (noté « modèle exponentiel 1 (R_c ; VR) 28 jours ») de coefficient de corrélation égal à 0,71 et d'équation :

$$R_c[\text{MPa}] = 1,18 * 10^{-1} e^{4,82 * 10^{-2} VR}$$

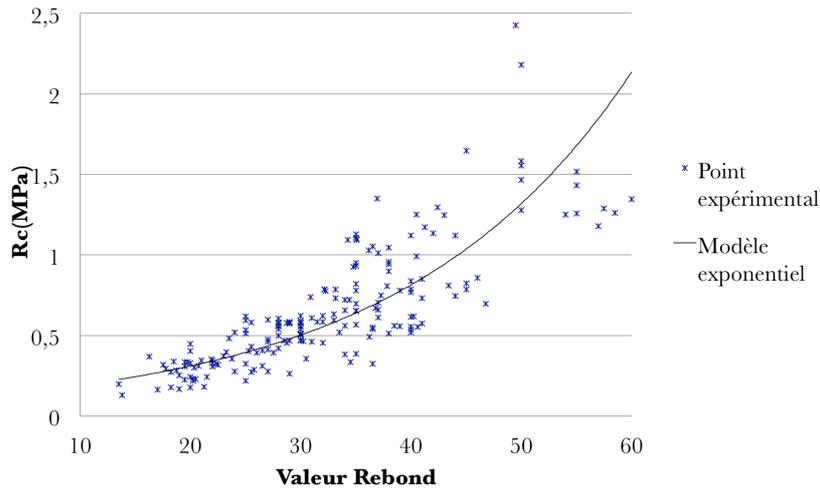


Figure 4-34 : Résistance en compression en fonction de la valeur rebond pour l'ensemble des formulations testées (modèle exponentiel 1)

Notons que comme pour la vitesse des ultrasons le modèle le plus fiable correspond à une loi exponentielle. Le coefficient de corrélation est cependant faible et ne permet pas d'utiliser ce modèle de manière fiable.

Pour améliorer ce coefficient de corrélation, les valeurs moyennes d'une formulation ont été utilisées. La Figure 4-35 présente ce nouveau modèle (noté modèle exponentiel 2 (R_c ; VR) à 28journs). Le coefficient de corrélation de 0,77 a été légèrement amélioré mais est assez faible pour obtenir un modèle fiable. Le modèle correspond à l'expression analytique suivante ;

$$R_c[\text{MPa}] = 1,06 * 10^{-1} e^{5,2 * 10^{-2} * \text{VR}}$$

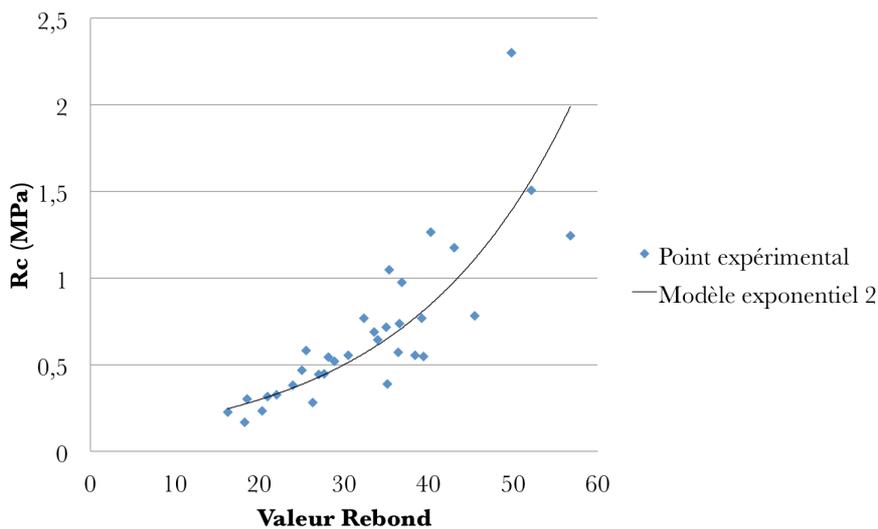


Figure 4-35 : Résistance mécanique en compression en fonction de la valeur rebond (modèle exponentiel 2)

Comme cela a pu être soulevé dans la partie de la vitesse des ultrasons, l'estimation de la résistance mécanique est moins précise pour les Valeurs Rebond élevées (Figure 4-36).

Cette augmentation de l'écart entre l'expérimental et le modèle est également dû à la différence entre l'influence des paramètres de formulation sur la résistance mécanique en compression par rapport à celle sur la valeur rebond (Figure 4-37). Comme la vitesse des ultrasons, la valeur Rebond est fortement corrélée à la quantité de mousse incorporée (expansion de volume) quel que soient les paramètres de formulation.

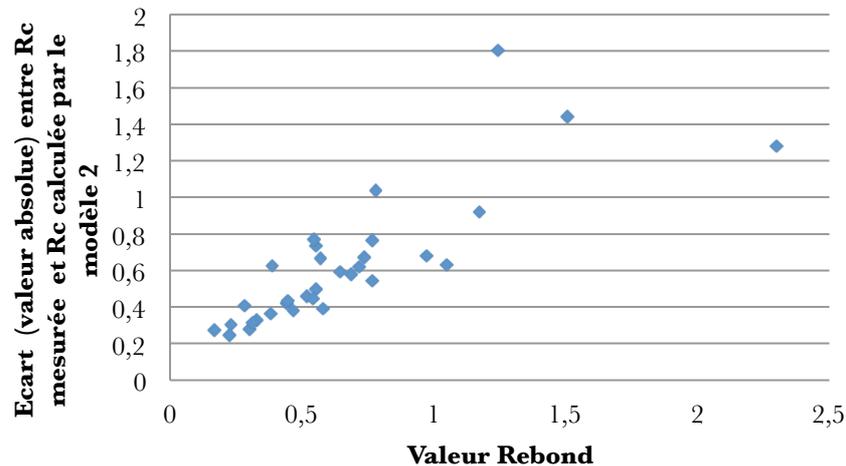


Figure 4-36 : Ecart (en valeur absolue) entre R_c mesurée expérimentalement et R_c calculée par le modèle 2 en fonction de la Valeur Rebond

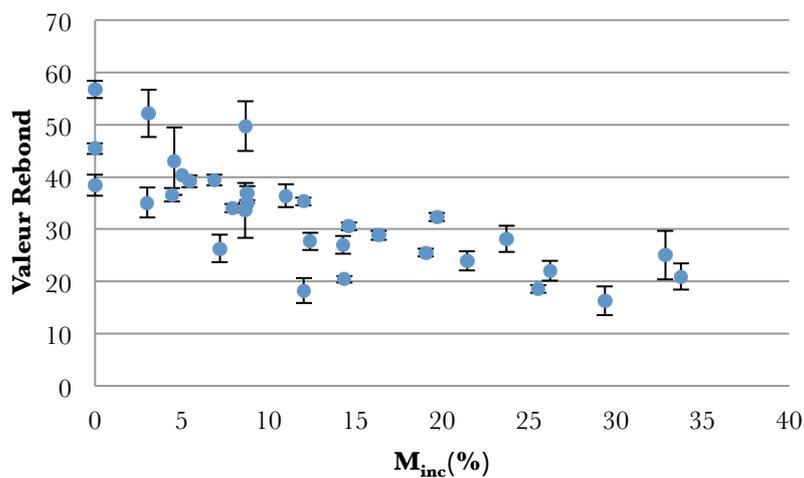


Figure 4-37 : Valeur Rebond en fonction de M_{inc}

Comme pour le cas de la méthode des ultrasons, un modèle bi-variable reliant la résistance mécanique à la valeur rebond et au pourcentage de ciment C est proposé. Ce modèle (noté $R_c=f(VR ;C)$) correspond à l'équation suivante :

$$R_c = c_0 * e^{c_1 * VR} * e^{c_2 * C}$$

Avec les coefficients suivants (ajustés par la méthode des moindres carrés) :

c_0	$4,01 \cdot 10^{-2}$
c_1	$5,34 \cdot 10^{-2}$
c_2	$6,81 \cdot 10^{-2}$

La Figure 4-38 correspond à la génération de ces courbes pour les différents pourcentages massiques de ciment testés. Ces courbes ont été superposées aux points expérimentaux afin d'évaluer la fiabilité du modèle.

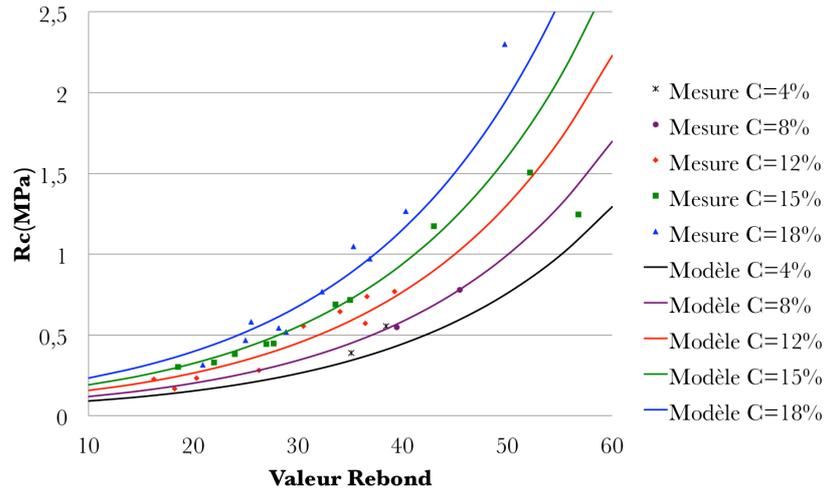


Figure 4-38 : Courbes générées par le modèle $R_c=f(VR;C)$ pour les différents C testés

La Figure 4-39 présente la corrélation entre la résistance mécanique calculée par le modèle $R_c=f(VR ;C)$ et la résistance mécanique mesurée expérimentalement. Le coefficient de corrélation de la régression linéaire égal à 0,81 indique une bonne fiabilité du modèle. Il faut cependant être prudent dans l'utilisation de ce modèle car le nombre de formulation est réduit et les tendances déduites peuvent ne pas prendre en compte les réelles tendances du matériau.

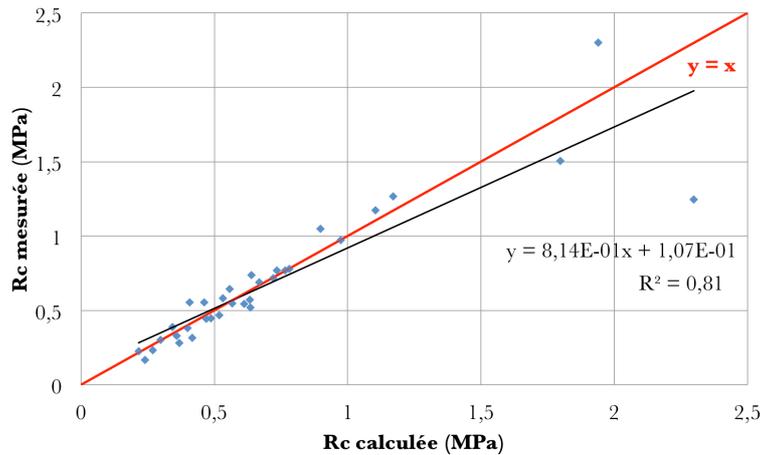


Figure 4-39 : Résistance mécanique mesurée expérimentalement en fonction de la résistance mécanique calculée par le modèle $R_c=f(VR ;C)$

4.3. Retrait

4.3.1. Variabilité

Afin de mesurer la variabilité des résultats, le retrait a été mesuré pour deux éprouvettes d'une même gâchée pour la formulation $C=18\%$ $w/w_L=2$ $M=50\%$. Le coefficient de variation est égal à 6%.

La variabilité a également été calculée entre trois éprouvettes issues de trois gâchées différentes (notée G1, G2, G3) pour la formulation $C=18\%$ $w/w_L=2$ $M=50\%$. Le coefficient de variation est égal à 23%.

Pour l'interprétation des résultats, le coefficient de variation de deux éprouvettes d'une gâchée sera appliqué à l'ensemble des résultats mais il est plus important de noter que les différences de conditions de fabrication augmentent la variabilité des résultats.

4.3.2. Retrait HR=90%

L'étude du retrait dans les conditions $HR=90\%$ $T=20^\circ C$ a pour but d'évaluer le **retrait endogène** provoqué par la formation des hydrates de volume inférieur à celui des anhydres et de l'eau. D'après la littérature, le retrait endogène augmente inversement avec le rapport E/C (Gribniak V., 2008). Les bétons avec un rapport E/C supérieur à 0,5 présente un retrait endogène négligeable. Dans le cadre de notre étude le rapport E/C varie de 3 à 13 selon les formulations. Ce rapport E/C n'est pas comparable à celui d'un béton classique de par la forte capacité de gonflement de l'argile prise en compte dans l'eau de gâchage. Cependant les formulations de notre étude se situent dans un cas où l'apport en ciment est faible par rapport à l'apport d'eau. Le retrait endogène serait donc négligeable. Cette hypothèse a tout de même été vérifiée. La Figure 4-40 présente les résultats de cette étude.

La littérature indique que ce retrait se manifeste dès les premiers jours sur une durée de 4 jours. Dans le cadre de nos travaux le retrait a été mesuré à partir du deuxième jour après la fabrication pendant une vingtaine de jours.

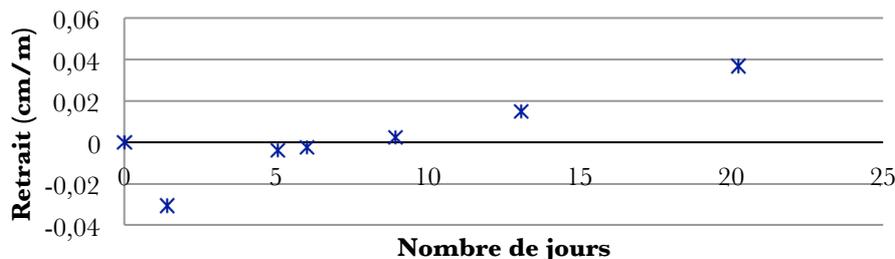


Figure 4-40 : Retrait dans les conditions $HR=90\%$ et $T=20^\circ C$ en fonction du nombre de jours ($C=18\%$ $w/w_L=2$ $M=50\%$)

Un retrait négatif (correspondant à une augmentation de la longueur de l'éprouvette) est observé dès les premiers jours jusqu'à une dizaine de jours. Ce retrait négatif est provoqué par la dilation du matériau sous l'effet du dégagement de chaleur dès les premiers mécanismes d'hydratation du ciment. Le retour à la température ambiante du matériau provoque un retrait est appelé « **retrait thermique** ». Il se manifeste à partir de quelques dizaines d'heures à quelques semaines (Figure 1-6). Ce retrait s'ajoute au retrait endogène. L'addition de ces deux types de retrait atteint jusqu'à atteindre 0,04cm/m au bout de 20 jours ce qui est négligeable par rapport au retrait observé dans les conditions HR=50% qui est de l'ordre du cm/m. Le retrait endogène et le retrait thermique d'un BAMS ne sont pas significatifs.

4.3.3. Retrait HR=50%

Dans les conditions HR=50% et T=20°C, l'allure des courbes du retrait en fonction du temps pour l'ensemble des formulations sont décrites en distinguant quatre phases indiquées sur la Figure 4-41. L'ensemble des courbes obtenues est répertorié Annexe I.

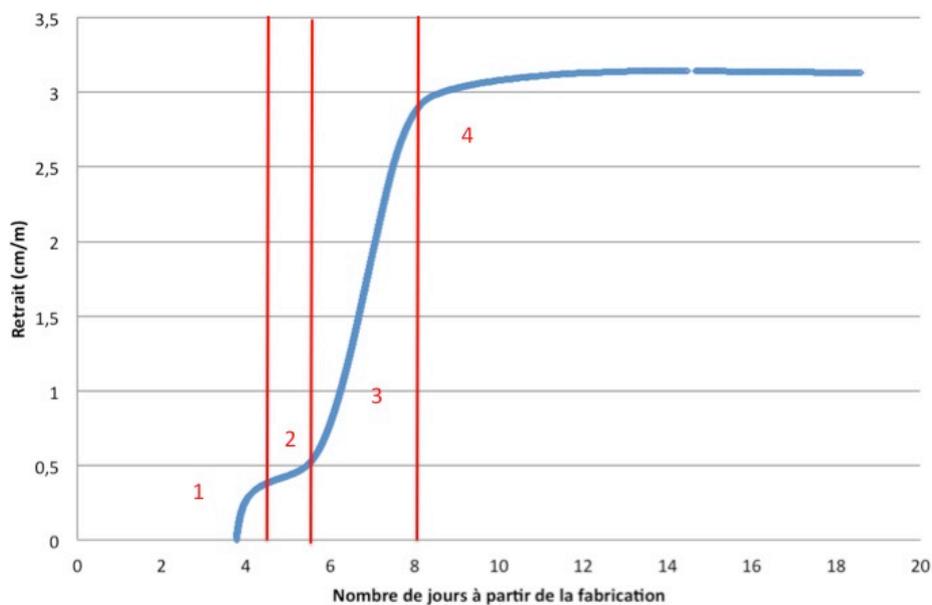
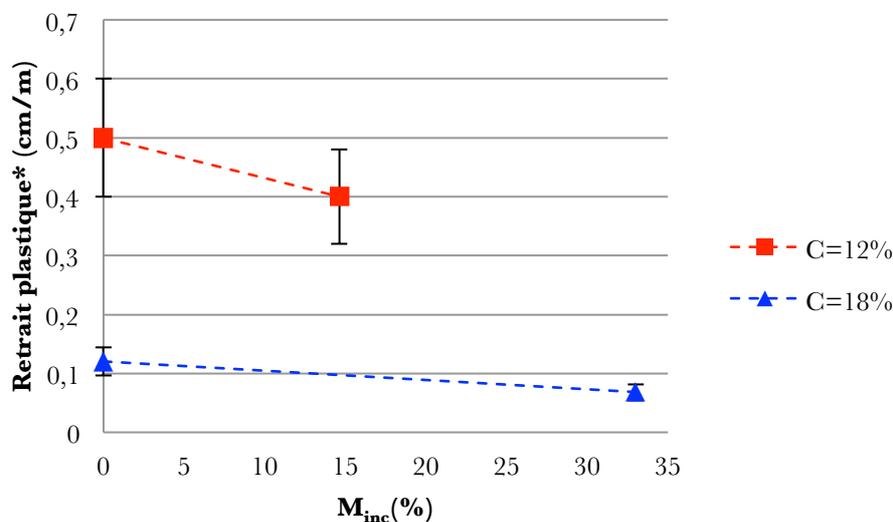


Figure 4-41 : Retrait en fonction du nombre de jours

Le retrait observé correspond à l'enchaînement de deux types de retraits ; un premier **retrait plastique** suivi d'un **retrait par dessiccation**. Les phénomènes qui opèrent lors de chaque phase présentée dans la Figure 4-41 et les différences observées entre les formulations sont détaillés ci-après :

Phase 1 : La phase 1 correspond à un retrait rapide qui s'observe dès la mise en place de l'éprouvette et qui se manifeste pendant quelques heures. Ce premier retrait est un retrait plastique.

Phase 2 : Pendant la phase 2, le retrait plastique s'atténue progressivement jusqu'à se stabiliser présentant un palier. L'évaporation de l'eau qui provoque le retrait a bien lieu pendant cette phase mais la stabilisation est due à la diminution de la déformabilité du matériau et à l'augmentation de la résistance provoquées par le durcissement du matériau. Selon les formulations, le palier de stabilisation est plus ou moins marqué. Le retrait plastique atteint à la fin de la phase 2 selon les formulations est présenté Figure 4-42. Il est d'autant plus important pour les formulations avec un faible pourcentage de ciment ce qui s'explique par la forte capacité du matériau à se déformer. De plus, les formulations avec un faible pourcentage de ciment sont constituées de plus d'argile dont la capacité d'absorption de l'eau accentue le retrait.



*Variabilité entre deux éprouvettes d'une même gâchée

Figure 4-42 : Retrait plastique (palier de la zone 2) pour $C=18\%$ $w/w_L=2$ et pour $C=12\%$ $w/w_L=1,6$ en fonction de $M_{inc}(\%)$

Le retrait plastique diminue en fonction du volume de bulle d'air incorporé. Pourtant l'incorporation des bulles d'air de la mousse provoque une perte des performances mécaniques (augmentation de la déformabilité et diminution de la résistance mécanique) par rapport à $M=0\%$ (Tableau 4-1). Cette observation peut s'expliquer par le fait que les pores issus de la mousse créent des zones tampons où l'eau ne circule plus dans la matrice mais dans les pores de taille importante atténuant ainsi la réduction du volume.

Phase 3 : La phase 3 correspond à un retrait par dessiccation. Il est provoqué par des contraintes capillaires générées par la succion de l'eau à l'intérieur des pores vers la surface de l'échantillon. Soumis à ces contraintes, les pores et les particules se réorganisent ce qui génère une réduction du volume de l'éprouvette. Le phénomène de capillarité repose sur la loi de Laplace qui fait intervenir le rayon des pores ;

$$\Delta P = - \frac{4 \sigma \cos (\theta)}{R}$$

- ΔP la dépression capillaire (Pa)
- σ la tension superficielle air-eau (N/m)
- R le rayon du pore (m)
- θ l'angle de contact entre l'eau et le matériau.

Selon les performances mécaniques du matériau celui-ci se déforme pour une certaine contrainte capillaire et donc pour une certaine taille de pore. Le retrait par dessiccation est donc à la fois lié aux performances mécaniques, au réseau poreux et à l'évaporation de l'eau du matériau.

La Figure 4-43 présente pour C=12% (gauche) et C=18% (droite) la perte de masse en fonction du nombre de jours. Celle-ci ne semble pas être influencé par M ce qui laisse penser que l'ajout de mousse n'augmente pas la surface d'évaporation du matériau et que le réseau poreux crée par la mousse est fermé.

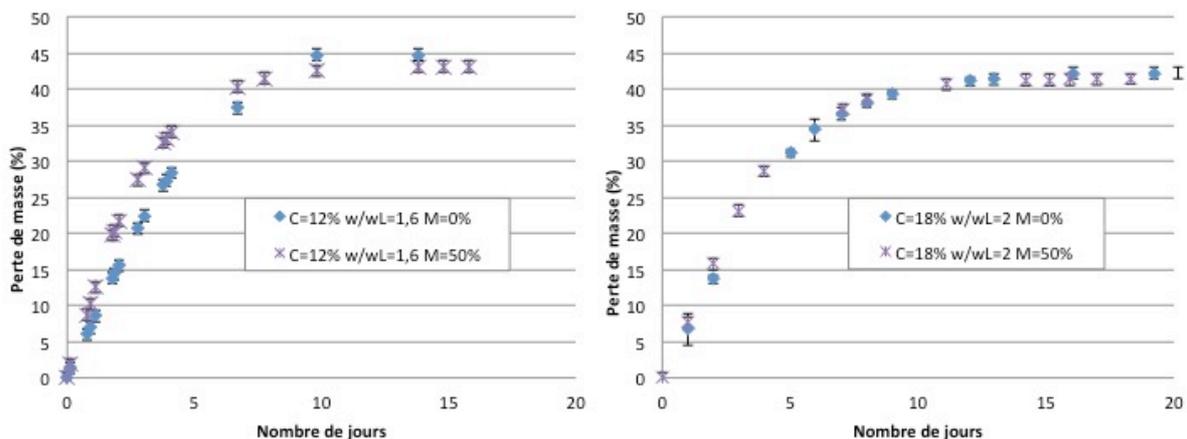


Figure 4-43 : Perte de masse en fonction du nombre de jours pour les formulations C=12% w/wL=1,6 et M={0%;50%} (gauche) C=18% w/wL=2 et M={0%;50%} (droite)

La Figure 4-44 présente pour différentes formulations le retrait en fonction de la perte de masse pour les mesures de la phase 3.

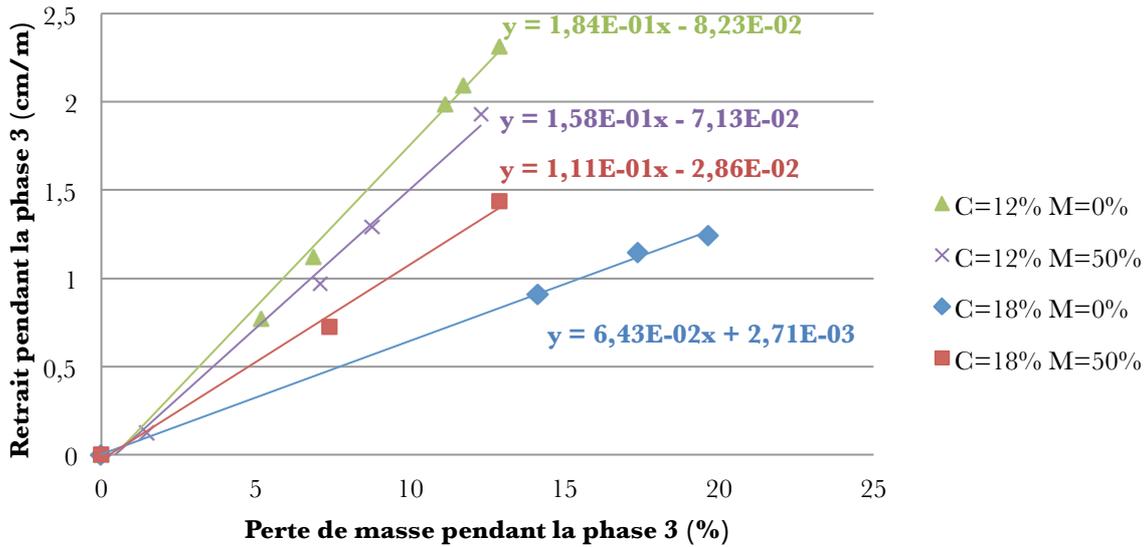


Figure 4-44 : Retrait en fonction de la perte de masse de la phase 3

Pendant cette phase, le retrait augmente linéairement avec la perte de masse. Les pentes du retrait en fonction de la perte de masse sont plus importantes pour C=12% que pour C=18%. La diminution de C engendre en effet une augmentation de la déformabilité du matériau pour une même perte de masse. La Figure 4-45 présente la vitesse de retrait par rapport à la perte de masse en fonction de M_{inc} , le volume de bulles d'air incorporé par rapport au volume de la matrice cimentaire.

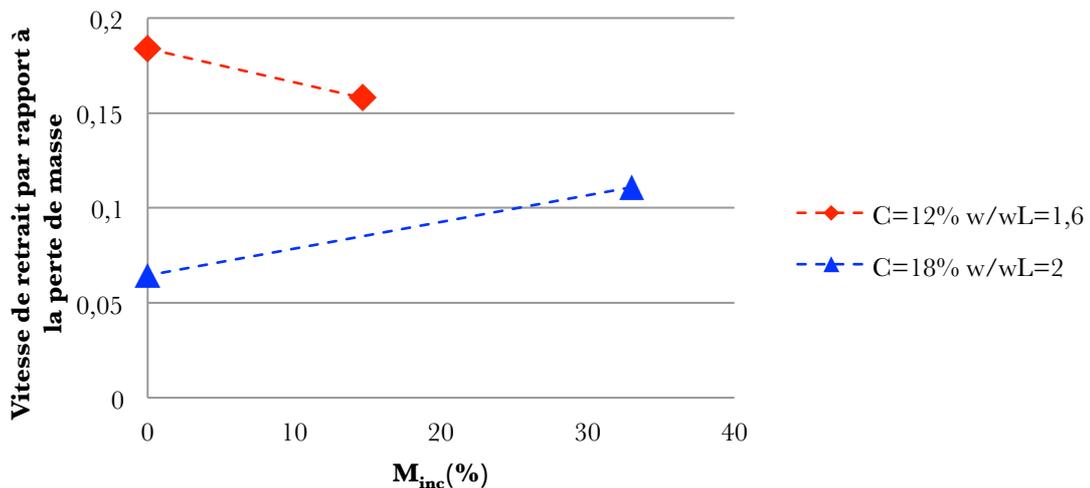


Figure 4-45 : Vitesse de retrait par rapport à la perte de masse en fonction de M_{inc} (%)

Pour C=12%, la vitesse de retrait diminue avec l'incorporation des bulles d'air de la mousse alors que celle-ci provoque une perte des performances mécaniques. Les différences de caractéristiques mécaniques semblent être contrebalancées par les différences au niveau du réseau poreux. La dépression capillaire étant inversement proportionnelle à la taille des pores

du matériau, est d'autant plus faible que les pores sont de taille importante. Pour les pores de taille importante correspondant à ceux de la mousse, le phénomène de capillarité peut être considéré comme inexistant. L'eau s'évapore dans les pores jusqu'à le saturer en eau. L'eau remonte par le biais du réseau poreux jusqu'à la surface du matériau. Les chemins capillaires empruntés par l'eau dans la matrice cimentaire sont plus courts ce qui diminue les contraintes exercées dans le matériau (Figure 4-46).

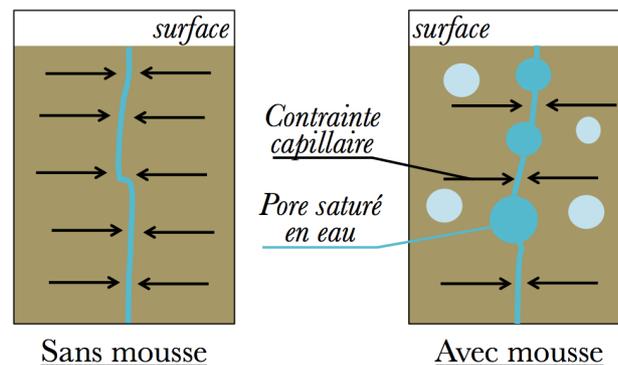


Figure 4-46 : Schéma des phénomènes de capillarité dans le cas d'un BAMS sans mousse et avec mousse

Pour $C=18\%$, la formulation avec $M=50\%$ présente une pente plus importante que pour $M=0\%$. Les différences de caractéristiques mécaniques entre $M=0\%$ et $M=50\%$ sont d'autant plus importantes que celles pour $C=12\%$ à cause de la différence d'incorporation de la mousse. La formulation $C=12\%$ $w/w_L=1,6$ indique une diminution avec $M=50\%$ de 37% de la résistance mécanique tandis que la formulation $C=18\%$ $w/w_L=2$ indique une diminution de 49% (Tableau 4-1). La perte des performances mécanique a un effet prépondérant vis à vis du réseau poreux créé par la mousse qui permet d'atténuer les contraintes engendrées par la dessiccation du matériau.

Phase 4 : La phase 4 (présentée Figure 4-41) correspond à la stabilisation du retrait. Le palier de stabilisation est atteint au bout de 10 jours pour l'ensemble des formulations. La perte d'eau pour l'ensemble des formulations se stabilise également au bout de 10 jours (Figure 4-43) ce qui conforte l'idée que le retrait observé durant la phase 3 est un retrait par dessiccation. Le retrait atteint lors de la phase 4 est considéré comme le retrait final du BAMS même si celui-ci peut évoluer par la suite.

Le retrait final du BAMS de l'ordre du cm/m est important par rapport à un béton classique qui est de l'ordre du mm/m. Ce retrait important du BAMS peut s'expliquer par deux principaux facteurs :

- L'utilisation de fines qui ont une capacité d'absorption de l'eau importante. Par conséquent le matériau présente une perte d'eau importante de l'ordre de 40%. Cette

évaporation de l'eau qui a été absorbée par les fines provoque une réorganisation des particules qui réduit le volume de l'éprouvette.

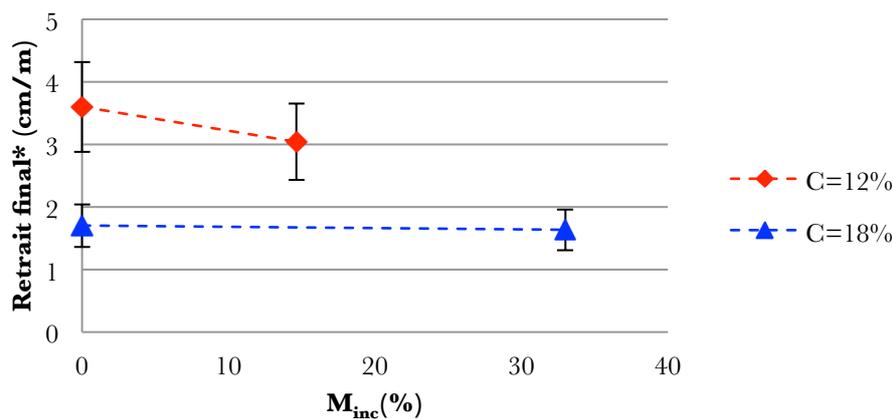
- Une déformabilité importante du BAMS. En effet les caractéristiques mécaniques du matériau influencent la capacité du matériau à résister aux tractions internes provoquées par l'évaporation de l'eau. Le module d'élasticité statique qui varie de 100 à 1000 MPa pour l'ensemble de nos formulations le rend plus facilement déformable sous l'effet des tractions internes.

Pour pallier une telle variation dimensionnelle, un mode de cure adapté est recommandé pour l'utilisation du BAMS. L'étude du retrait dans les conditions HR=90% a permis de voir que le retrait est divisé par 100 par rapport à HR=50%. Garder le matériau dans des conditions d'humidité importante est donc un moyen de diminuer cette variation dimensionnelle.

La Figure 4-47 présente le retrait final en fonction de M_{inc} C=18% w/w_L=2 et pour C=12% w/w_L=1,6. Le retrait augmente lorsque C diminue.

Pour C=12%, le retrait final diminue avec l'incorporation des bulles d'air de la mousse. En effet, bien que l'incorporation de la mousse diminue la résistance mécanique ce qui aurait tendance à augmenter le retrait, l'incorporation des bulles d'air de la mousse contrebalance cet effet en diminuant les tractions internes.

Pour C=18%, la diminution de la résistance mécanique par l'incorporation des bulles d'air de la mousse (plus importante que pour C=12%), s'équilibre avec la diminution des tractions internes.

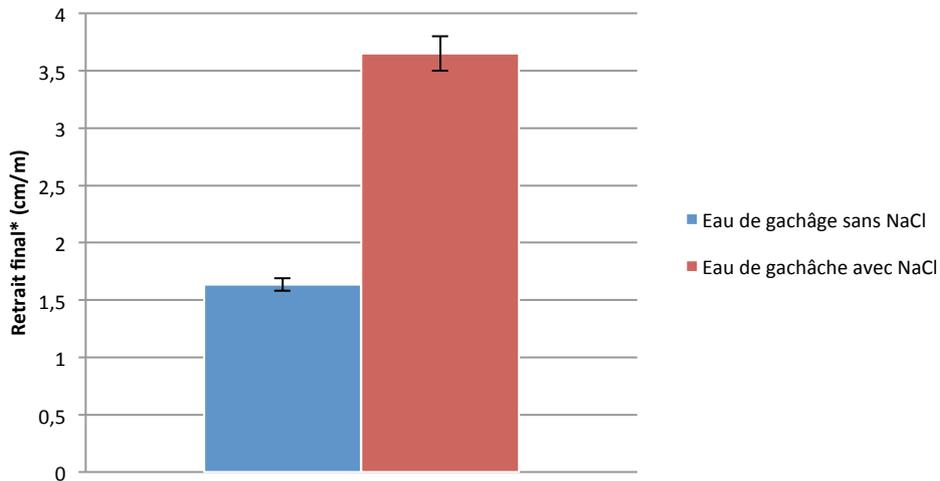


*Variabilité entre deux éprouvettes d'une même gâchée

Figure 4-47: Retrait final pour C=18% w/w_L=2 et pour C=12% w/w_L=1,6 en fonction de M_{inc} (%)

4.3.4. Impact de l'eau de gâchage saline

Le retrait final dans le cas d'une eau de gâchage saline est comparé à celui d'une eau de gâchage sans NaCl afin d'évaluer l'impact de la salinité dans les phénomènes de succion et de contraintes capillaires (Figure 4-48).



**Variabilité entre plusieurs éprouvettes d'une gâchée*

Figure 4-48 : Retrait final pour les cas d'une eau de gâchage avec et sans NaCl (C=18% w/w_L=2 M=50%)

Le retrait obtenu pour la formulation avec l'eau de gâchage saline est plus élevé que celle sans NaCl avec une différence qui dépasse la variabilité de la mesure. Pourtant la quantité de mousse incorporée et la résistance mécanique sont identiques à celles de l'eau de gâchage sans NaCl. Cette différence de retrait ne peut donc pas être due à une différence d'incorporation de mousse et de performance mécanique. L'eau saline applique une tension superficielle plus élevée que pour une eau douce. Cette différence de retrait peut être attribuée à une augmentation des contraintes capillaires provoquée par l'augmentation de la tension superficielle.

4.4. Conclusion caractérisation mécanique

Les deux grandeurs mécaniques (résistance à la compression et module d'élasticité) semblent présenter les mêmes tendances ; elles diminuent lorsque M et w/w_L augmentent et l'influence de M est plus importante pour les valeurs w/w_L faibles. L'abaissement de la résistance mécanique avec l'ajout de mousse est d'autant plus important que les valeurs de w/w_L sont faibles et que le pourcentage de ciment est élevé. Il y a un compromis entre résistance et densité et cela pour l'ensemble des formulations testées. Augmenter le pourcentage de ciment permet cependant de limiter ce compromis. Pour chaque pourcentage

massique de ciment C, une valeur de w/w_L est retenue correspondant à minimiser la densité tout en obtenant une résistance mécanique répondant au cahier des charges (0,5MPa).

La résistance mécanique est reliée par un modèle bi-variable à la densité et au pourcentage de ciment C. Ce modèle permet de fixer le traitement de ciment à appliquer pour une combinaison (R_c ;d) visée. Le pourcentage de mousse est ensuite fixé par les courbes de la densité en fonction du rapport w/w_L et du pourcentage de mousse.

Les essais mécaniques effectués sur un BAMS fabriqué à partir d'une bentonite polluée mettent en évidence une perte des performances mécaniques. Cet effet est attribué à la formation des hydroxydes de Zinc qui empêche le gel CSH de se développer. L'eau de gâchage saline n'impacte pas les performances mécaniques du BAMS.

Le BAMS présente un gain en résistance plus important qu'un béton classique entre 28jours et 90jours. Cette évolution est due à un effet réservoir d'eau de l'argile qui permet une poursuite des mécanismes d'hydratation.

La résistance mécanique en compression est reliée à la vitesse des ultrasons et à la valeur rebond au scléromètre dans le but d'estimer la résistance mécanique par un **contrôle non-destructif**. Les modèles mis en place en prenant en compte l'ensemble des formulations présentent une faible fiabilité. En effet la vitesse des ultrasons et le scléromètre sont très sensibles à l'incorporation de la mousse indépendamment du rapport w/w_L et de C contrairement à la résistance mécanique en compression. Des modèles bi-variables prenant en compte l'influence de C sur R_c ont permis d'améliorer la fiabilité de l'estimation de la résistance mécanique. Ces modèles semblent ne pas retranscrire le gain en résistance du matériau entre 28jours et 90jours.

Le retrait étudié dans les conditions HR=90% a permis d'observer une dilatation du matériau. Cette étude a permis également d'affirmer que le retrait endogène est négligeable. Le retrait étudié dans les conditions HR=50% correspond à l'enchaînement d'un retrait pastique et d'un retrait par dessiccation. Le retrait pastique diminue lorsque C et M augmentent. En effet les pores de la mousse participent à la remontée de l'eau vers la surface en atténuant la réduction de volume du matériau. Le retrait par dessiccation diminue également lorsque C et M augmentent. Les pores de la mousse diminuent les tractions internes dues au phénomène de capillarité.

Chapitre 5 : Durabilité du BAMS

La durabilité caractérise la capacité du matériau à conserver ses fonctions d'usage pour s'assurer de sa fiabilité et afin de réduire les frais de maintenance. La prise en compte de cette durabilité permet de valider la rentabilité de l'investissement et de la voie de valorisation des sédiments dragués mis en place.

Le premier point abordé dans l'étude de la durabilité correspond à la **caractérisation du réseau poreux** par l'étude des **propriétés de transfert** et par l'observation du matériau par deux méthodes d'**imagerie** (MEB et tomographie X).

Dans un deuxième volet, une partie est consacrée à l'étude de la capacité du matériau à relarguer ou fixer des éléments. En effet l'utilisation du BAMS au contact de l'eau de mer ou sous des conditions de pluie peut le « laver » en provoquant des phénomènes de **lixiviation** où les polluants présents dans les sédiments sont relargués. La voie de valorisation développée dans l'étude ne pourra être validée que si le BAMS a un impact environnemental négligeable. De manière inverse, l'exposition du matériau à une eau chargée en polluant peut dégrader le matériau et également le transformer en source de pollution. La capacité du matériau à **adsorber** et **désorber** les éléments d'une eau chargée est également étudiée.

5.1. Propriétés de transfert

5.1.1. Perméabilité intrinsèque

5.1.1.1. Généralité

La perméabilité intrinsèque du matériau est calculée à partir de la perméabilité relative à l'azote. Différents modèles existent pour calculer la perméabilité intrinsèque. Chacun de ces modèles est basé sur la loi de Darcy et la modifie selon les types d'écoulement du fluide. La traversée d'un gaz dans un milieu poreux peut mettre en jeu différents types d'écoulement (décrits Annexe J). L'écoulement qui définit la perméabilité intrinsèque correspond à l'écoulement visqueux. Ce type d'écoulement peut être turbulent ou laminaire selon les conditions expérimentales et la structure poreuse du matériau. Dans le cas d'un écoulement turbulent la loi de Darcy est corrigée ; c'est le modèle de Darcy-Forchheimer. Si d'autres écoulements ont lieu (écoulement de glissement, écoulement moléculaire), la loi doit être corrigée afin de ne prendre en compte que l'écoulement visqueux dans le calcul de la perméabilité intrinsèque. Ces écoulements peuvent être estimés par le calcul du libre parcours

moyen. Celui-ci est largement inférieur au diamètre des pores. Les écoulements de glissement et moléculaire sont donc négligeables.

La forme de la **loi de Darcy** en 3 dimensions pour un milieu isotrope poreux en régime d'écoulement stationnaire et laminaire s'écrit sous forme différentielle de la manière suivante :

$$\underline{V} = -\frac{K}{\mu} \cdot \underline{\nabla}(p - \rho g z)$$

Avec ;

- \underline{V} la vitesse de filtration (m/s)
- K la perméabilité intrinsèque (m²)
- μ la viscosité du fluide (Pa.s)
- g l'accélération de la pesanteur (m/s²)
- p la pression (Pa)

Dans le cas d'un fluide **incompressible**, l'équation de Darcy est combinée en prenant en compte la conservation de la masse qui se traduit par l'équation suivante :

$$\underline{\nabla}(\underline{V}) = 0$$

L'expression de la loi de Darcy peut alors s'exprimer pour un écoulement en 1D avec la relation suivante ;

$$V = \frac{Q_V}{S} = \frac{K}{\mu} * \frac{\Delta P}{L}$$

Avec ;

- V la vitesse de filtration (m/s)
- Q_V le débit volumique du fluide (m³/s),
- S la section d'écoulement (m²)
- K la perméabilité intrinsèque (m²)
- μ la viscosité du fluide (Pa.s)
- ΔP le gradient de pression (Pa)
- L la longueur de la traversée du matériau (m)

Cette loi prend en compte uniquement l'écoulement visqueux du fluide. Pour que l'écoulement réponde à cette loi, plusieurs hypothèses doivent être vérifiées :

- L'écoulement est stationnaire et laminaire
- L'énergie cinétique du fluide est négligée

Dans le cas d'un fluide **compressible**, la conservation de la masse s'écrit :

$$\underline{\nabla}(\rho \underline{V}) = 0$$

Il faut ajouter une équation donnant des indications sur le comportement du fluide. Le gaz étant considéré comme un gaz parfait :

$$\frac{P}{\rho} = \frac{RT}{M}$$

Avec :

- R la constante des gaz parfaits (R=8,314 J/mol.K)
- T la température (K)
- P la pression (Pa)
- M la masse molaire du gaz (kg/mol)
- ρ la masse volumique (kg/m³)

Lors de son écoulement le débit massique reste constant, le raisonnement utilise donc le débit massique :

$$Q_V = \frac{Q_m}{\rho}$$

L'équation de Darcy en 1D à l'échelle microscopique s'écrit de la manière suivante :

$$\rho * \frac{dp}{dx} = - \frac{\mu}{K} * \frac{Q_m}{S}$$

En combinant la loi de Darcy et l'équation du gaz parfait, l'équation suivante est obtenue:

$$\frac{M}{RT} p dp = - \frac{\mu}{K} * \frac{Q_m}{S} dx$$

En intégrant cette relation entre les bornes de l'éprouvette selon les conditions de la Figure 5-1 et ensuite en repassant en débit volumique, l'équation suivante est obtenue:

$$\frac{P_1^2 - P_2^2}{2P_1} = \frac{\mu}{K} * \frac{Q_1}{S} * L$$

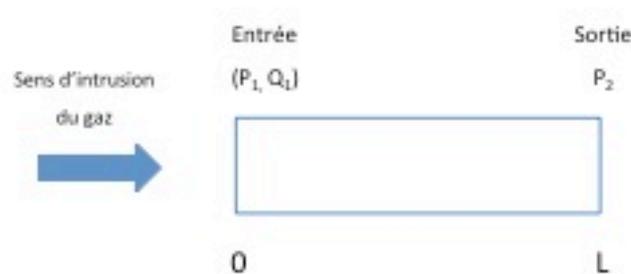


Figure 5-1 : Schéma des conditions entre les bornes d'une éprouvette lors de l'essai de la perméabilité à l'azote

Avec

- Q_1 le débit volumique en entrée de l'échantillon
- P_1 la pression en entrée
- P_2 la pression en sortie
- L la longueur de l'échantillon

Le modèle est appliqué en effectuant une régression linéaire sur les points suivants qui sont calculés à partir des données de l'expérience :

$$Y = \frac{P_1^2 - P_2^2}{2P_1}$$

$$X = \mu * \frac{Q_1}{S} * L$$

La perméabilité intrinsèque correspond à l'inverse du coefficient directeur. Le coefficient de corrélation de la régression permet vérifier que le modèle de Darcy est applicable.

Cette loi est utilisée dans l'hypothèse où les effets inertiels sont négligés. C'est à dire dans le cas d'un écoulement stationnaire et laminaire où l'énergie cinétique de l'écoulement est négligée. On peut qualifier cet écoulement de rampant. Les effets inertiels correspondent aux effets de l'écoulement du fluide du à la complexité de la structure poreuse du matériau. Ils ont lieu dans un matériau particulièrement poreux.

Pour savoir si les effets inertiels peuvent être négligés, le nombre de Reynolds est calculé. Il prend en compte les caractéristiques du milieu poreux tels que la porosité, la surface spécifique d'un grain, la vitesse d'écoulement du fluide etc.

$$Re = \frac{\rho V d_g}{\mu}$$

Avec ;

- ρ la masse volumique de l'azote ($\rho=1,25\text{kg/m}^3$)
- μ la viscosité de l'azote $\mu=1,78*10^{-5}\text{ Pa.s}$ sous les conditions de 20°C et 1atm ($\approx 1,01325\text{bar}$)
- V la vitesse inertielle de l'azote dans le matériau (m/s)

V est estimée à partir de la loi de Darcy

$$V = \frac{K * \Delta P}{\mu * L}$$

- ✓ L la longueur de l'éprouvette (m)
- ✓ ΔP le maximum de différence de pression (Pa)
- d_g le diamètre de grain (m)
 d_g est estimé avec la formule de Kozeny-Carman ;

$$d_g = \left(\frac{180 (1 - \varepsilon^2)}{\varepsilon^3} * K \right)^{1/2}$$

Avec ε la porosité du matériau et K la perméabilité intrinsèque du matériau

Si le nombre de Reynolds est non négligeable, l'écoulement est alors turbulent. Le modèle de Darcy n'est plus valide et doit être modifié ; c'est le modèle de Darcy-Forchheimer (Annexe K).

Le détail du calcul est présenté ci-dessous :

Estimation de la perméabilité intrinsèque :

La perméabilité intrinsèque a été estimée en utilisant les mesures de l'essai de la perméabilité à l'azote en appliquant le modèle de Darcy dans le cas d'un fluide compressible pour l'ensemble des formulations testées. Celle-ci est de l'ordre de 10^{-14} à 10^{-13} m² selon les formulations.

Estimation de la vitesse du fluide dans le matériau :

- $K = [10^{-14}; 10^{-13}]$ m² selon les formulations
- $L = 10^{-1}$ m
- $\Delta P \approx [3; 5]$ bar selon les formulations

$$V \approx 1,7 * 10^{-3} \text{ m/s}$$

$$V \approx 2,8 * 10^{-2} \text{ m/s}$$

Estimation de la taille de grain d_g par la relation de Kozeny-Carman :

La porosité totale a été calculée par un porosimètre à mercure. Cette mesure a été effectuée pour la formulation C=12% w/w_L=1,6 M=50%. La porosité totale est égale à $\varepsilon=0,35$.

$$d_g \approx 6 * 10^{-6} \text{ m}$$

$$d_g \approx 1,9 * 10^{-5} \text{ m}$$

Calcul du nombre de Reynolds :

$$R_e \approx 0,0007$$

$$R_e \approx 0,04$$

L'estimation du nombre de Reynolds est approximative mais permet de conclure sur le fait que les effets inertiels sont négligeables. La loi de Darcy dans le cas d'un gaz compressible est applicable.

Les débits sont appliqués par palier en montée puis en descente. Une régression linéaire pour la partie montée et pour la partie descente est appliquée. Pour une formulation, entre deux et trois éprouvettes sont testées.

5.1.1.2. Modèle de Darcy

5.1.1.2.1. Variabilité

Le Tableau 5-1 présente les résultats du calcul de la perméabilité intrinsèque selon le modèle de Darcy pour la partie montée (K_m) et pour la partie descente (K_d). Les courbes du modèle de Darcy pour chaque montée et descente en pression de l'ensemble des éprouvettes sont présentées Annexe L. Les coefficients de corrélation de la régression linéaire pour la partie montée et la partie descente sont fiables pour valider l'utilisation du modèle de Darcy. Les valeurs obtenues pour la partie montée et la partie descente pour chaque éprouvette sont assez similaires et présentent un écart proche de celui entre les éprouvettes d'une même formulation. Deux valeurs de perméabilité intrinsèque par éprouvette est calculées. Le coefficient de variation de l'ensemble de ces valeurs pour une formulation est en moyenne égal à 8%. Celui-ci assez faible permet d'attribuer à chaque formulation une valeur de la perméabilité intrinsèque avec une faible variabilité.

Tableau 5-1 : Valeurs des perméabilités intrinsèques pour les formulations testées

C(%)	w/w _L	M(%)	Ep. N°	K_m (10 ⁻¹³ m ²)	K_d (10 ⁻¹³ m ²)	Moyenne (10 ⁻¹³ m ²)	Coefficient de variation		
12	1,6	0	1	1,10	1,12	1,09	2%		
			2	1,07	1,08				
		30	1	0,081	0,082	0,08		3%	
			2	0,077	0,078				
		50	1	1	0,43	0,38		0,45	18%
				2	0,38	0,4			
3	0,58			0,55					
18	2	0	1	0,54	0,47	0,47	12%		
			2	0,40	0,40				
			3	0,54	0,46				
		20	1	1	1,49	1,54	1,44	6%	
				2	1,32	1,40			
		30	1	1	1,72	1,85	1,82	4%	
				2	1,77	1,93			
		50	1	1	3,66	3,21	4,06	16%	
				2	4,62	4,76			

La formulation C=12% w/w_L=1,6 M=0% présente une perméabilité intrinsèque plus élevée que celle avec M=30% et M=50%. Pour cette formulation, une seule éprouvette a été testée car suite au séchage les éprouvettes présentaient des fissures apparentes qui n'ont pas permis de les retenir pour les mesures. La valeur élevée de la perméabilité intrinsèque par rapport aux formulations avec M=30% et M=50% pourrait être due à la présence de fissures

internes à l'intérieur du matériau. Le retrait est en effet plus élevé pour les formulations avec $M=0\%$ et $M=20\%$. L'incorporation des bulles d'air de la mousse dans la matrice cimentaire plus importante pour $M=30\%$ et $M=50\%$ a permis de diminuer la présence de fissures. La formulation $C=12\%$ $w/w_L=1,6$ $M=0\%$ n'est pas retenue pour étudier l'influence des paramètres de formulation sur la perméabilité.

De manière générale, le BAMS est 10 fois plus perméable qu'un béton jugé perméable (perméabilité intrinsèque de l'ordre de 10^{-14} m^2) et 100 fois moins perméable qu'un sol jugé perméable à base d'argile (perméabilité intrinsèque de l'ordre de 10^{-11} m^2).

5.1.1.2.2. Influence des paramètres de formulation

La Figure 5-2 présente la perméabilité intrinsèque en fonction de M_{inc} , le volume réel de bulle d'air incorporée par rapport au volume de la matrice cimentaire. Les perméabilités intrinsèques augmentent avec M_{inc} pour les deux types de matrice cimentaire ce qui met en exergue une ouverture et une connectivité des pores des bulles d'air de la mousse puisqu'ils participent à l'augmentation de la perméabilité.

Pour un même volume de bulle d'air incorporé, la perméabilité intrinsèque du matériau n'est pas la même selon la formulation $C=18\%$ $w/w_L=2$ et $C=12\%$ $w/w_L=1,6$. L'ouverture et la connectivité des pores de la mousse sont liées à la perméabilité de la matrice cimentaire.

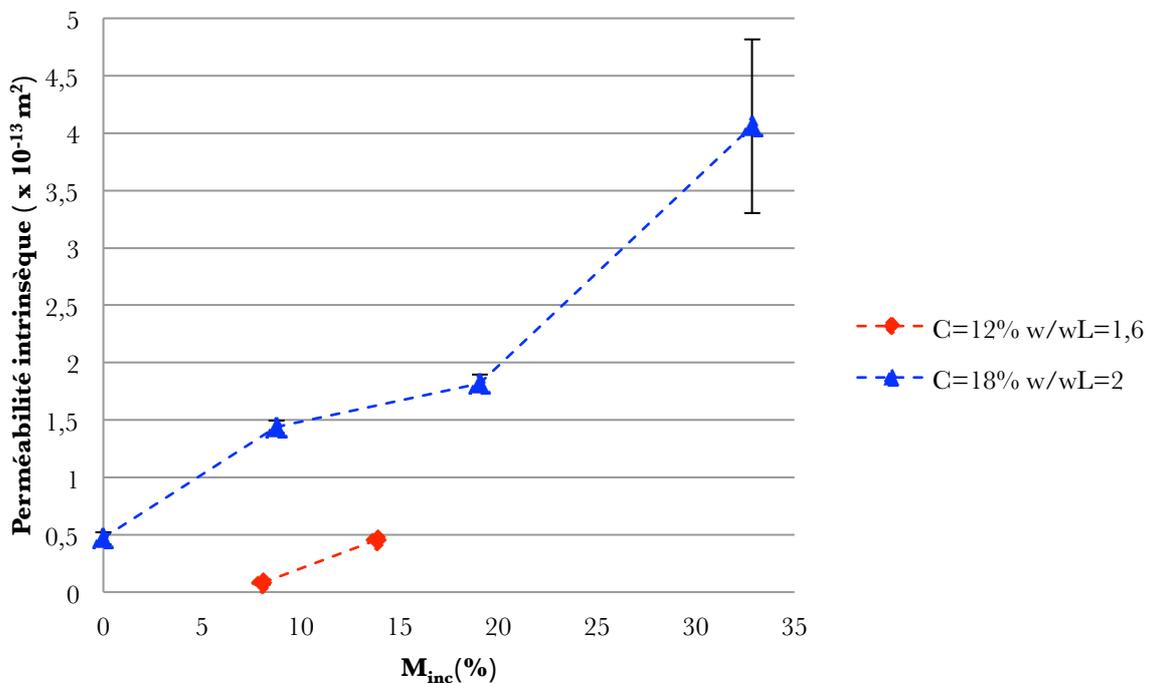


Figure 5-2 : Perméabilité intrinsèque en fonction de M_{inc} pour les formulations $C=18\%$ $w/w_L=2$ et $C=12\%$ $w/w_L=1,6$

Les caractéristiques de la matrice cimentaire et plus particulièrement la valeur de w/w_L par rapport au k_{seuil} associé au traitement au ciment impactent la perméabilité globale du matériau et rend ainsi le matériau plus perméable lorsque l'incorporation des bulles d'air de la mousse augmente.

5.1.2. Porosité au mercure

5.1.2.1. Généralité

La porosité au mercure permet une caractérisation de la structure poreuse. La méthode consiste à forcer l'intrusion du mercure dans les pores de manière progressive en appliquant par palier des pressions de plus en plus importantes. Pour chaque pression appliquée le volume de mercure introduit est enregistré. Selon un modèle hypothétique de pores cylindriques en cul de sac, une taille de pore est associée à chaque palier de pression. A l'entrée d'un pore, l'interface mercure-vide forme un ménisque qui sous l'effet de la pression prend une forme sphérique convexe. A une certaine pression et une certaine taille de pore, l'angle du ménisque est tel que le mercure peut progresser et s'introduire dans le pore (Figure 5-3 gauche). Cet angle correspond à l'angle de mouillage. Il se définit comme l'angle formé par une goutte posée sur la surface du matériau (Figure 5-3 droite).

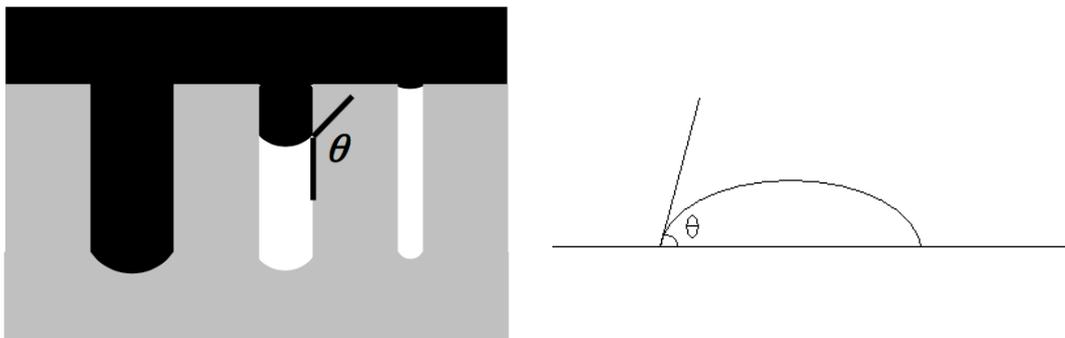


Figure 5-3 : Schéma de l'entrée du mercure selon le modèle de pores cylindriques en cul de sac (Daian, 2007)(gauche) et définition de l'angle de mouillage (droite)

La taille de pore associée à la pression exercée est calculée par l'équation de Laplace ;

$$P = - \frac{4 \sigma \cos (\theta)}{R}$$

- P la pression d'entrée du mercure (Pa)
- σ est la tension superficielle vide-mercure (=0,485N/m)
- R rayon du cylindre représentant le pore (m)
- θ est l'angle de contact entre le mercure et le matériau.*

**Dans le cadre de notre étude l'angle de contact correspond à 140°. La pertinence du choix de cette valeur peut être remise en question puisque l'angle de contact de notre matériau n'est pas connu. L'angle de mouillage varie de 117° à*

145° selon la nature du solide (Boutouil M., 2000). Des études menées sur un matériau cimentaire à base de terre cuite (Alaïwa A., 2007) et de vase de dragage (Boutouil M., 2000) ont choisie l'angle 130°. A une pression P , la différence de rayon est telle que $r(140^\circ) = 0,83 * r(130^\circ)$. Cette différence est jugée négligeable pour l'interprétation de nos résultats.

Le modèle de pores cylindriques présente l'inconvénient de mesurer la taille d'entrée du pore et non la taille réelle du pore. La géométrie du pore n'est pas également retranscrite. Cette différence entre la taille d'entrée et la taille réelle de pore induit un effet que 'on appelle « bouteille d'encre ». Ainsi une intrusion importante de mercure pour une pression appliquée pourrait être interprétée comme la présence importante de pores de cette taille alors que en réalité cette montée importante de mercure injectée correspond à un pore de grande dimension mais avec une entrée de pore de cette taille (Figure 5-4).

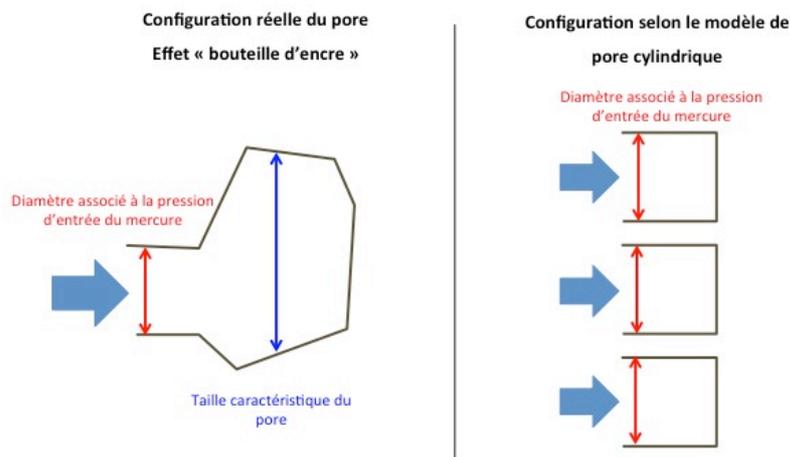


Figure 5-4 : Schéma illustrant la différence entre le modèle et la taille réelle du pore (Effet bouteille)

Dans le cas de notre étude, selon l'accessibilité et la connectivité des pores, la différence entre la taille réelle et l'entrée du pore peut être notable. Dans le cas d'un pore fermé (entouré par la matrice cimentaire), celui-ci est envahi par le mercure lorsque ce dernier pourra passer par la porosité de la matrice cimentaire qui nécessite une pression plus élevée. La matrice cimentaire peut présenter plusieurs classes de pore:

- Une macroporosité de l'ordre de $1\mu\text{m}$. Cette porosité peut être causée par :
 - Les espaces entre les agrégats,
 - Une fissuration possible qui aurait pu avoir lieu à l'intérieur de notre matériau provoquée par les phénomènes de retrait,
 - Des pores créés par le dégagement gazeux des réactions d'hydratation,
 - Des bulles d'air dues à la mise en place du béton.
- Une microporosité de l'ordre de $0,1\mu\text{m}$. Cette porosité peut être causée par :

- L'espace entre les hydrates,
- Une porosité intra-granulaire des fines.

La notion de connectivité entre les pores est également à prendre en compte. Un pore connecté à un autre par une entrée supérieure au chemin d'accessibilité du premier sera répertorié pour à la taille d'entrée du premier pore (Figure 5-5).

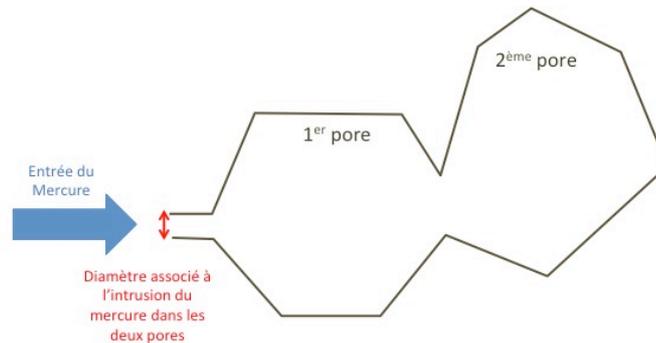


Figure 5-5 : Schéma illustrant le rayon enregistré dans le cas d'une intrusion du mercure dans un réseau constitué de deux pores connectés

La pénétration du mercure est donc un phénomène coopératif qui met en jeu plusieurs paramètres de la structure poreuse du matériau. La littérature (Diamond S., 2000) présente le porosimètre au mercure comme une méthode qui fournit essentiellement des diamètres de pores seuils et des volumes de pores accessibles au mercure plutôt que des mesures de distribution de taille de pores.

5.1.2.2. Porosité totale

Les résultats de l'essai au porosimètre au mercure indiquent une porosité totale de 34,71%. La littérature (Boutouil M., 2000) pour un béton à base de vase de dragage présente une porosité totale d'environ 50% et allant jusqu'à 75% pour une porosité de 79% pour la vase brute. La porosité totale élevée pour ces matériaux s'explique par la présence de fines et leur capacité d'absorption de l'eau. Le rapport E/C et le dosage en ciment sont des paramètres influençant la porosité du matériau et à considérer pour comparer les porosités totales obtenues. Un dosage en ciment élevé et un rapport E/C faible vont faire diminuer la porosité. Pour l'étude de (Boutouil M., 2000) les rapports E/C varient de 1 à 12 avec des pourcentages de ciment allant de 8% à 60%. Dans le cadre de notre étude, la formulation testée (C=12% w/w_L=1,6 M=50%), le rapport E/C est égal à 4. Le BAMS devrait donc présenter une porosité totale proche de 75% pour la matrice cimentaire. L'ajout de mousse dans le cas de notre matériau est un paramètre qui devrait augmenter davantage la porosité.

La porosité totale obtenue au porosimètre de 34,71% semble donc ne pas retranscrire la porosité réelle du matériau. Plusieurs raisons peuvent expliquer ce résultat :

- La différence de séchage du matériau. En effet pour l'étude (Boutouil M., 2000), le matériau a été séché de deux manières:
 - A l'air libre puis séché à 70°C,
 - Conditionné dans des moules puis séché à 70°C.Dans le cadre de notre étude le matériau a été mis en cure en caisse humide pendant 28 jours puis séché dans un four à 40°C jusqu'à stabilisation de la masse. Le séchage plus modéré dans le cas de notre étude peut expliquer en partie l'obtention d'une porosité plus faible.
- Elle ne prend pas en compte la porosité de la mousse non accessible. La pression maximum appliquée étant faible (2MPa) pour avoir accès à la porosité la plus fine ($<0,7\mu\text{m}$), de nombreux pores fermés et seulement accessibles par les chemins de tailles inférieures à $0,7\mu\text{m}$ n'ont pas été envahi par le mercure. Cette sous-estimation de la porosité totale permet donc déjà d'établir une non-connectivité et une accessibilité limitée d'une partie des pores créés par la mousse.

5.1.2.3. Distribution de taille de pores

L'essai au porosimètre à mercure permet d'établir la distribution des pores. Il est à noter qu'une partie des pores de la mousse n'est pas répertoriée dans cette étude car ils sont envahis par le mercure avant la montée en pression dès l'injection du mercure dans l'ampoule. Il existe plusieurs types de représentation permettant d'exploiter les résultats :

- **La représentation $dV/d\log(R)$ du volume incrémentale** (en mm^3/g d'échantillon) en fonction de la taille du pore associée. Cette représentation permet de visualiser des pics correspondant à une augmentation rapide du volume de mercure introduit pour une certaine taille de pore. Elle permet donc de distinguer les tailles de pores caractéristiques du matériau,
- **La représentation volume introduit** (mm^3/g) en fonction de la taille de pore associée qui est utilisée pour appuyer la lecture de la représentation $dV/d\log(R)$ pour connaître le volume de mercure introduit pour un pic associée à une taille de pore,
- **La représentation du volume poreux cumulé** (en mm^3/g) en fonction de la taille de pore associée qui permet de visualiser l'introduction progressive du mercure dans le matériau pour avoir une vision plus globale de l'accessibilité des pores.

Les représentations du volume de mercure **incrémental**, **introduit** et **cumulé** en fonction de la taille des pores sont présentées respectivement sur la Figure 5-6, la Figure 5-7 et la Figure 5-8. Pour interpréter les résultats une lecture combinée de ces représentations est utilisée.

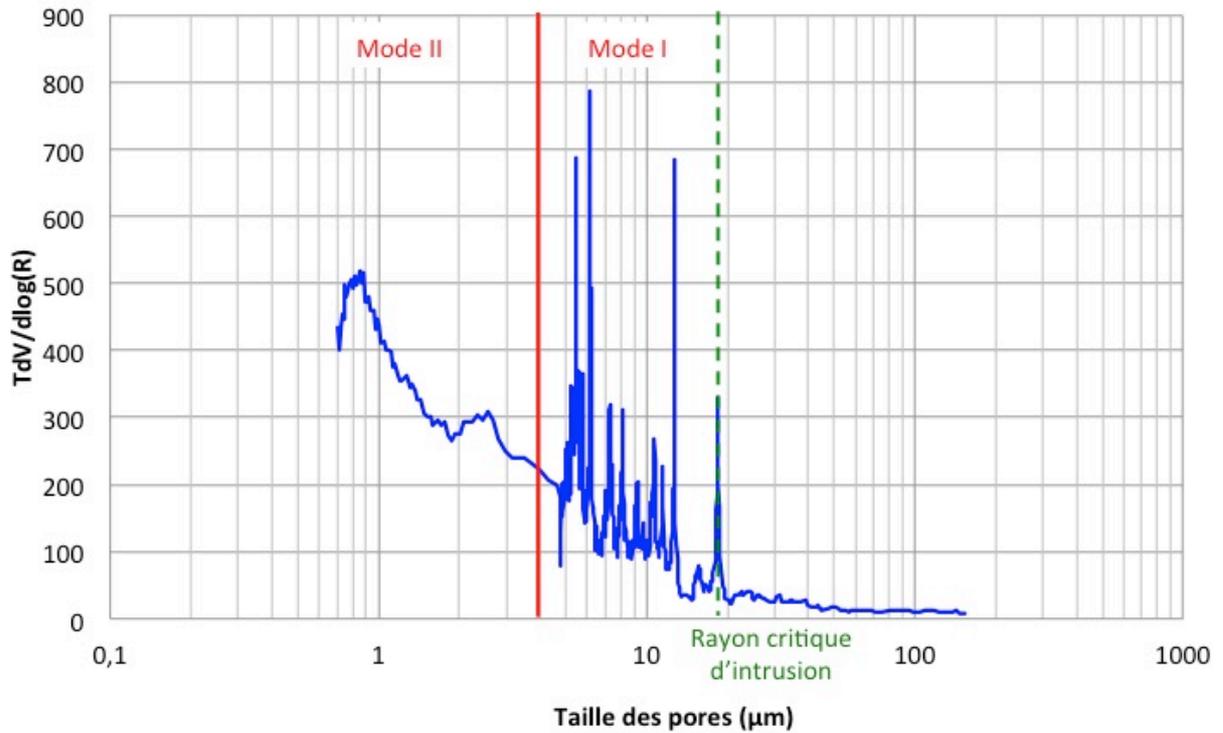


Figure 5-6 : Volume incrémental de mercure en fonction de la taille de pore associée

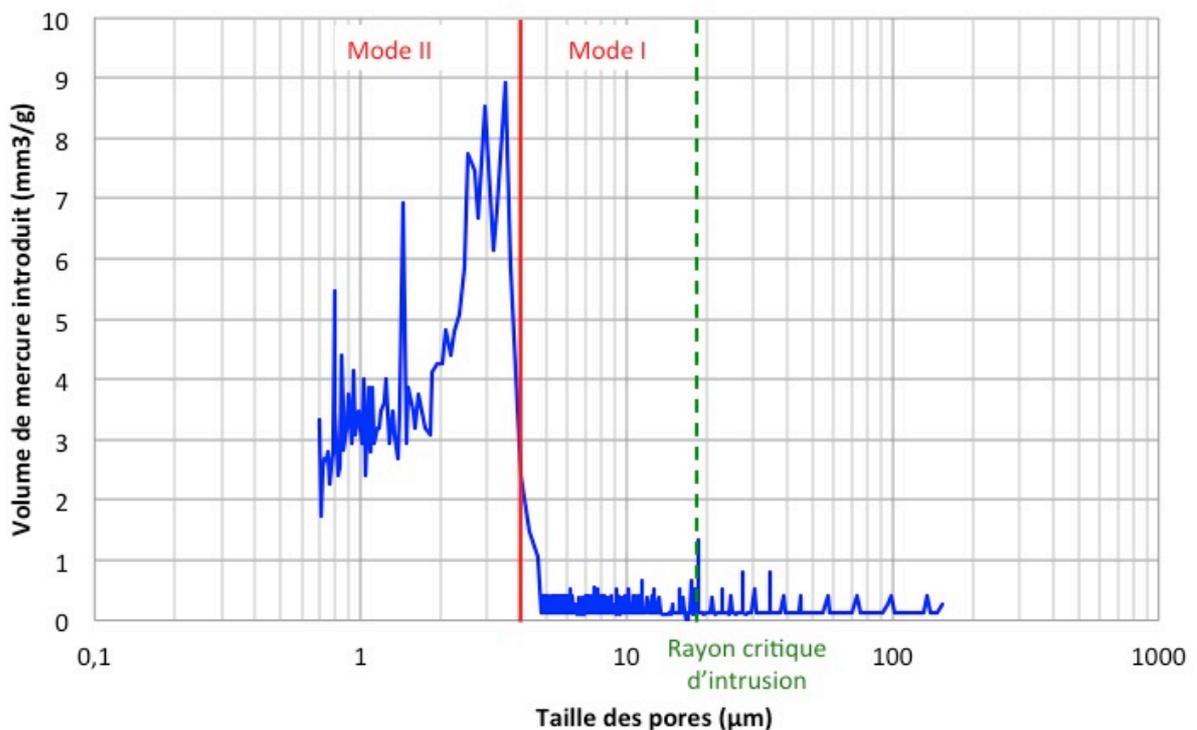


Figure 5-7 : Volume introduit de mercure en fonction de la taille de pore associée

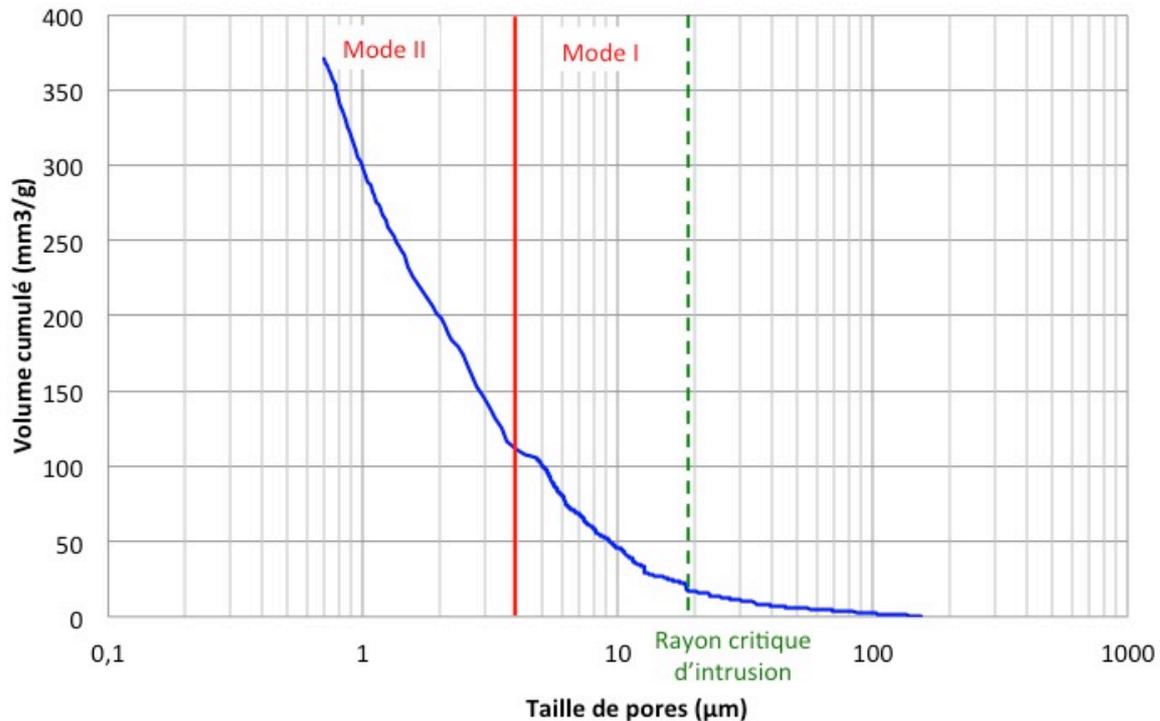


Figure 5-8 : Volume cumulé de mercure en fonction de la taille de pore associée

Une lecture des courbes de la droite vers la gauche c'est à dire une lecture en montée en pression est effectuée. Sur la Figure 5-8 deux montées en volume de mercure peuvent être distinguées. Entre ces deux montées en mercure un palier est observé. Ce palier est suivi d'une injection d'un volume important de mercure comme le présente la Figure 5-7. Cette évolution de l'intrusion du mercure indique l'existence de deux classes de pores d'accessibilité différente. Ces deux classes indiquent une distribution poreuse bimodale. Cette bi modalité est caractéristique des matériaux cimentaires. Le premier mode correspond à la porosité capillaire. Le deuxième mode correspond à la porosité due à la structure des hydrates.

Mode I (Tailles supérieures à 5µm)

Ces pores attribués à la porosité capillaires ont des origines diverses ;

- Bulles d'air de la mousse,
- Dégagements gazeux des mécanismes d'hydratation du ciment,
- Bulle d'airs de la mise en place du BAMS,
- Microfissurations,
- Micro-agrégats (de ciment ou d'argile).

La contamination de l'échantillon par le mercure est progressive. Les premiers pores envahis correspondent à ceux proches de la surface et au fur à mesure que la pression augmente, le mercure va pénétrer dans l'échantillon jusqu'au cœur. Un seuil d'intrusion du

mercure est défini (ou rayon critique d'intrusion) où l'on considère que le mercure a atteint le cœur de l'échantillon. Il correspond à la plus grande taille de pores à partir de laquelle le volume de mercure introduit augmente rapidement. Il est indiqué sur la Figure 5-6 à $18,7\mu\text{m}$. Les pores qui participent à la contamination sont assez nombreux pour s'interconnecter et former des chemins continus.

La Figure 5-6 présente pour le mode I plusieurs pics distincts de hauteurs différentes $\{12,7\mu\text{m} ; 8,1\mu\text{m} ; 7,4\mu\text{m} ; 6,2\mu\text{m} ; 5,5\mu\text{m}\}$. Les pores de cette taille ne sont pas prépondérants au regard de la Figure 5-7 qui indique des volumes de mercure introduits assez faibles. La faiblesse du volume de mercure injecté ne signifie pas que le matériau ne contient pas de pores de ces tailles mais seuls certains d'entre eux sont accessibles pour être envahis par le mercure. Les autres pores de ces tailles sont répertoriés à des tailles inférieures correspondant à la pression nécessaire pour entrer dans le chemin d'accessibilité (effet « bouteille d'encre »).

Mode II (Tailles inférieures à $4\mu\text{m}$)

Ce mode caractéristiques de la porosité due à la structure des hydrates répertorie également des pores de plus grandes tailles mais dont l'accessibilité correspond à des tailles inférieures à $4\mu\text{m}$ (effet « bouteille d'encre »).

D'autres classes de pores correspondant à la porosité des hydrates seraient observables en dessous de $0,4\mu\text{m}$ (Alaïwa A., 2007) (Boutouil M., 2000). La montée en pression atteinte ne permet pas de fournir ces informations. L'accessibilité de cette microporosité aurait pu également permettre d'atteindre une porosité fermée de taille plus importante due à la mousse.

5.1.2.4. Effet « bouteille d'encre »

La comparaison des courbes d'injection et d'extraction du volume de mercure en fonction de la pression présentées Figure 5-9 est un indice qualitatif de l'importance de l'effet « bouteille d'encre » décrit précédemment. En effet le mercure qui envahit des pores de grandes tailles par des entrées de plus petites tailles ne pourra plus en sortir à la même pression d'intrusion.

Une fois la montée en pression effectuée, la descente en pression présente immédiatement une différence de diminution de volume de mercure par rapport à la courbe d'injection. La courbe d'extraction présente un palier ; la pression diminue mais le volume de mercure extrait est faible. Cette différence entre les deux courbes est significative jusqu'à 1MPa. En dessous de 1MPa la courbe d'extraction semble suivre la même diminution de

volume de mercure. Cet effet « bouteille d'encre » a donc surtout lieu pour des tailles d'entrée de pores en dessous de $1,44\mu\text{m}$ (1MPa). Pour ces pores, le volume de mercure restera définitivement piégé comme l'indique le volume de mercure à la fin de l'essai.

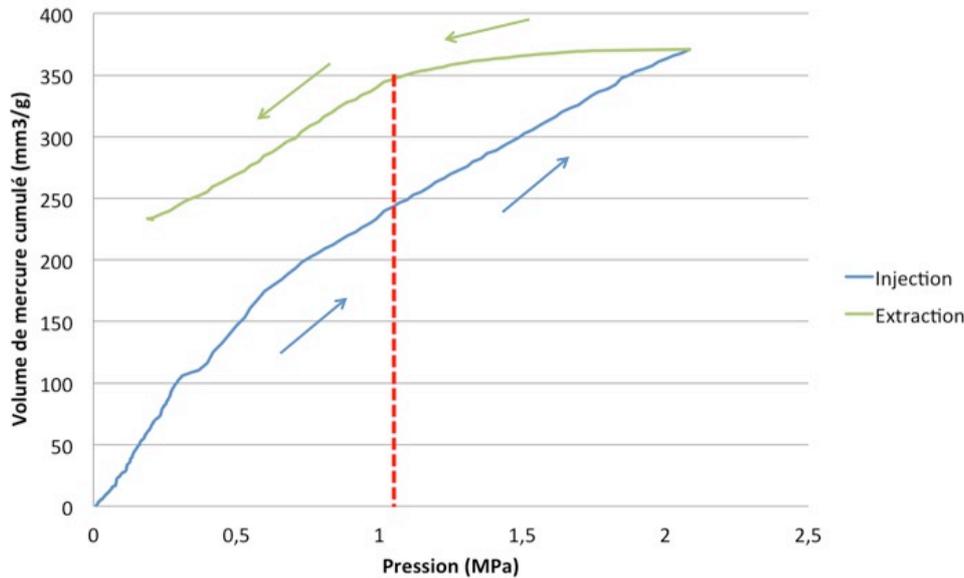


Figure 5-9 : Courbes d'intrusion et d'extraction du volume cumulé de mercure en fonction de la pression associée

5.1.2.5. Discussion accessibilité et connectivité des pores

Les résultats établis ci-dessus décrivent l'accessibilité et la connectivité des pores à différentes échelles ;

- Définition d'un seuil d'intrusion à $18,7\mu\text{m}$,
- Existence de deux montées en mercure séparées par un palier (de $5\mu\text{m}$ à $4\mu\text{m}$),
- Effet bouteille d'encre pour les pores inférieurs à $1,44\mu\text{m}$.

Les pores de taille supérieure à $18,7\mu\text{m}$ sont isolés et accessibles. La taille $18,7\mu\text{m}$ définit les premiers pores connectés. Les tailles comprises entre $18,7\mu\text{m}$ et $5\mu\text{m}$ correspondent à plusieurs groupes de pores connectés et d'accessibilité différente. A partir de $4\mu\text{m}$, correspond une catégorie de pores fermés et non accessibles. En dessous de $1,44\mu\text{m}$ correspond les pores de la mousse les moins accessibles.

5.1.3. Porosité à l'eau

La porosité accessible à l'eau notée P_{eau} s'exprime en pourcentage et se calcule à l'aide de la formule suivante ;

$$P_{\text{eau}}(\%) = \frac{m_{\text{sat(air)}} - m_{\text{sec(HR=50\%)}}}{m_{\text{sat(air)}} - m_{\text{sat(eau)}}} * 100$$

Avec ;

- $m_{\text{sat(air)}}$ la masse de l'éprouvette à l'état saturée en eau. La pesée est effectuée en sortant l'éprouvette de l'eau et en passant un léger tissu afin d'enlever l'eau superficielle.
- $m_{\text{sec(HR=50\%)}}$ la masse de l'éprouvette séchée à l'étuve à 105°C une fois avoir obtenu un écart de la masse entre deux pesées de 24h inférieur à 0,1%.
- $m_{\text{sat(eau)}}$ la masse de l'éprouvette à l'état saturée en eau en pesée hydrostatique. Cette pesée s'effectue à l'aide d'une balance à laquelle est accrochée par le bas un support pour positionner l'éprouvette qui est plongée dans une baignoire d'eau.

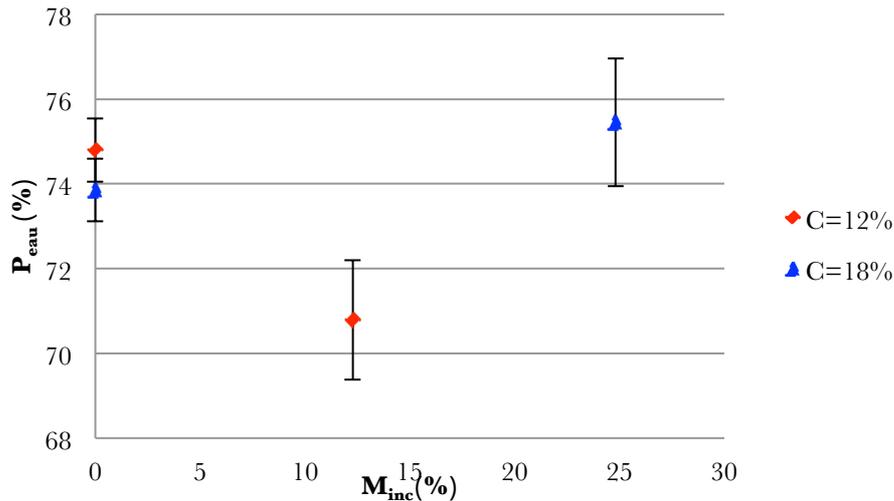
Le scénario (détaillé p62) choisit pour cet essai a été inversé par rapport à la méthode habituelle où les éprouvettes sont séchées avant d'effectuer l'essai sous le dessiccateur. Un tel séchage sur notre matériau induit des phénomènes de fissuration qui auraient faussé les résultats.

5.1.3.1. Résultats et discussion

Les résultats sont présentés Tableau 5-2. Les coefficients de variation entre les éprouvettes d'une formulation sont assez faibles pour permettre d'interpréter l'influence des paramètres de formulation. Notons que les coefficients de variation pour les formulations avec mousse plus importants retranscrivent une certaine hétérogénéité de l'incorporation de la mousse à l'échelle d'une gâchée. Ce tableau indique également la quantité d'eau dans le BAMS avant l'essai au dessiccateur, l'eau absorbée après l'étape du dessiccateur et la quantité d'eau « perdue » après l'étape de l'étuve. Ces quantités sont indiquées en pourcentage volumique c'est à dire en volume d'eau (dans le BAMS, absorbée ou « perdue ») par rapport au volume de BAMS. La Figure 5-10 présente la porosité à l'eau en fonction du pourcentage de mousse incorporée à la matrice cimentaire.

Tableau 5-2 : Résultats de la porosité à l'eau

C(%)	w/w _L	M(%)	d	M _{inc} (%)	P _{eau} (%)	Coefficient de variation (%)	Etapas de l'essai		
							Fabrication	Dessiccateur	Etuve
							Eau de gâchage (%)	Eau absorbée (%)	Perte d'eau (%)
12	1,6	0	1,42	0	74,80	<1	75,6	1,2	69,4
		50	1,26	14,6	70,79	2	64,5	4,7	65,8
18	2	0	1,44	0	73,85	1	74,9	1,5	68,3
		50	1,08	33,0	75,45	3	56,5	21,5	67,6



*Variabilité entre les éprouvettes d'une gâchée

Figure 5-10 : Porosité à l'eau en fonction du pourcentage de mousse incorporée à la matrice cimentaire

Pour la formulation $C=12\%$ $w/w_L=1,6$, la porosité à l'eau avec $M=0\%$ est supérieure à celle avec $M=50\%$. Ce résultat assez surprenant peut être expliqué par la quantité d'eau de gâchage de la formulation avec $M=0\%$ supérieure à celle avec $M=50\%$ étant donnée l'incorporation de la mousse. Le détail des différents états du matériau (Figure 5-11) indique que 1,2% d'eau est absorbé lors de l'essai sous dessiccateur pour la formulation avec $M=0\%$ alors que la formulation avec $M=50\%$ en absorbe 4,7%. Il y a bien une accentuation de l'absorption d'eau dans le matériau qui est provoqué par la création d'un réseau poreux par l'incorporation de la mousse. Cependant lors du séchage la perte d'eau pour la formulation avec $M=0\%$ est supérieure à celle avec $M=50\%$ ce qui induit un résultat de porosité à l'eau plus élevée pour la formulation avec $M=0\%$. La perte d'eau étant plus importante pour $M=0\%$ cela signifie que l'ensemble des pores issus de la mousse pour la formulation avec $M=50\%$ n'est pas accessible par l'eau car si tel était le cas la perte d'eau serait supérieure à celle de la formulation avec $M=0\%$. En résumé, il y a donc bien un effet de la mousse dans la création d'un réseau poreux ouvert vers l'extérieur (accessible à l'eau) mais une partie des pores de la mousse n'est pas accessible par l'eau lors de l'essai.

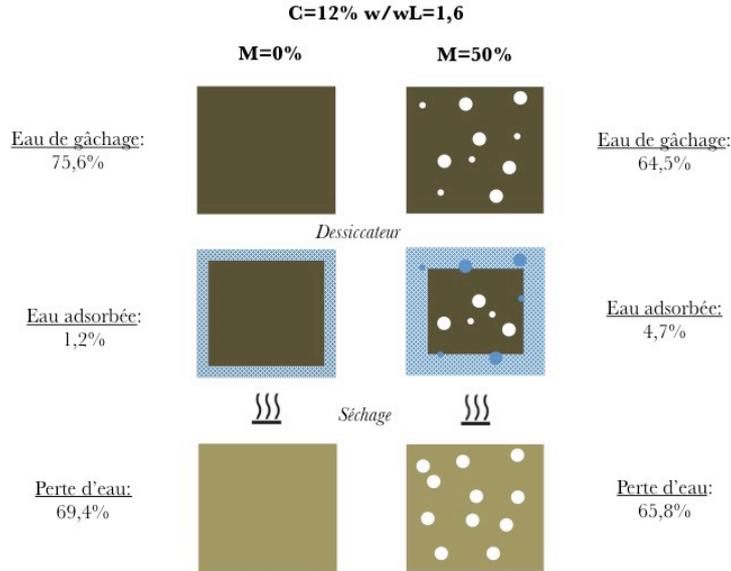


Figure 5-11 : Schéma illustrant les différents états d'une éprouvette lors de l'essai de la porosité à l'eau pour la formulation C=12% w/w_L=1,6

Face aux résultats d'une porosité accessible à l'eau plus importante pour la formulation avec M=0% par rapport à celle avec M=50% en inadéquation avec la réalité physique de l'essai nous pouvons nous interroger sur la pertinence d'utiliser un tel paramètre pour étudier l'accessibilité à l'eau du matériau.

Pour la formulation C=18% w/w_L=2, la porosité à l'eau pour la formulation avec M=0% est supérieure à celle avec M=50%. La différence de porosité à l'eau entre les deux formulations est faible mais les coefficients de variation de chaque essai permet bien d'établir une différence entre les deux formulations. En regardant le détail des différents états d'une éprouvette (Figure 5-12), la différence de volume d'eau absorbée est notable avec 1,5% pour M=0% et 21,5% pour M=50%. La perte d'eau est plus importante pour M=0% que pour M=50% du fait du volume d'eau de gâchage qui est plus important à volume d'éprouvette fixe. L'absorption d'eau plus importante pour la formulation M=50% atténue cette différence de perte d'eau et permet bien d'obtenir une porosité à l'eau plus importante pour la formulation avec M=50%. Cet effet se fait donc moins ressentir pour C=12% car l'incorporation de la mousse lors de la fabrication y est plus faible et le choix du rapport w/w_L peut impacter l'accessibilité de ces pores. La présence des pores de la mousse plus importante pour la formulation C=18% et le choix du rapport w/w_L ont donc un impact sur l'accessibilité à l'eau du matériau et donc de manière plus globale à son exposition à des agents extérieurs. Le réseau poreux du à l'incorporation de la mousse est partiellement

connecté et ouvert vers l'extérieur selon l'incorporation de la mousse et le rapport w/w_L . Ce résultat est en adéquation avec ceux de la perméabilité intrinsèque.

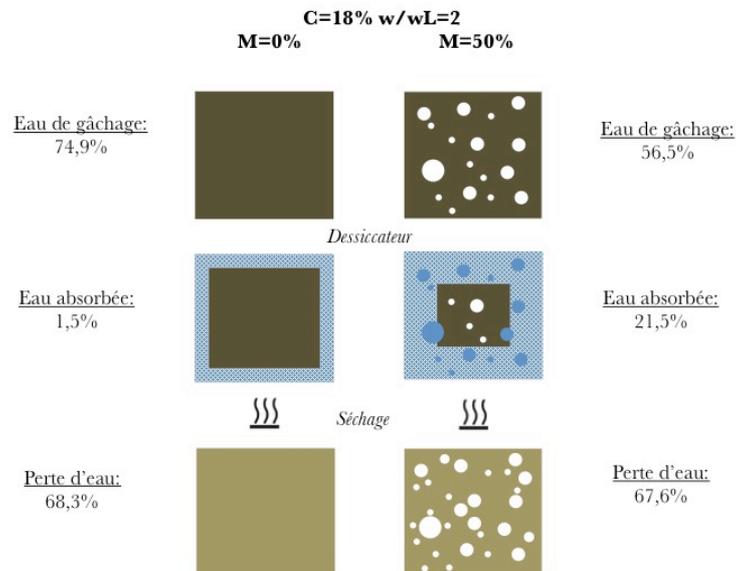


Figure 5-12 : Schéma illustrant les différents états d'une éprouvette lors de l'essai de la porosité à l'eau pour la formulation $C=18\% w/w_L=2$

Les deux formulations avec $M=0\%$ présentent une porosité accessible à l'eau importante. Elle est essentiellement due à l'évaporation de l'eau de gâchage absorbée par l'argile. Il y a cependant un certain volume d'eau qui est absorbé pendant l'essai au dessiccateur. Le volume d'eau absorbée et la perte d'eau entre les deux formulations sont relativement similaires.

5.2. Imagerie

5.2.1. Observation MEB

5.2.1.1. Principe

Le microscope électronique à balayage est basé sur l'émission d'électrons générés par une cathode qui vont irradier la surface de l'échantillon et interagir de différentes façons avec la matière. Les électrons n'interagissent pas seulement à la surface de l'échantillon mais pénètrent la matière et affecte un volume appelé « poire d'interaction ». La collision des électrons avec les atomes de la matière va engendrer l'émission de différentes radiations illustrée Figure 5-13.

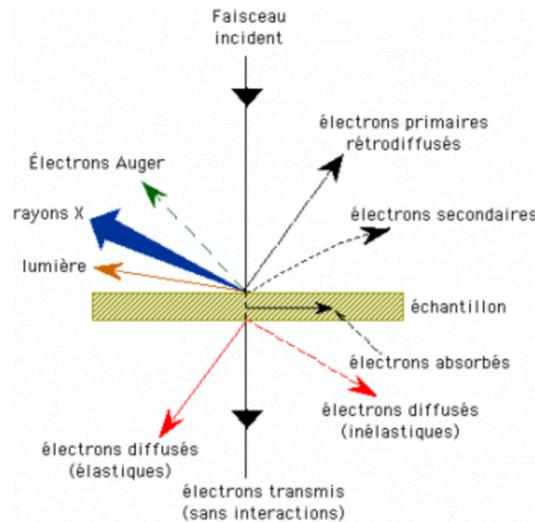


Figure 5-13 : Différentes radiations émises lors de l'interaction électrons/matière

Les électrons primaires rétrodiffusés (ERD) sont issus d'une interaction élastique de la matière avec le faisceau incident d'électron. L'intensité des ERD dépend du numéro atomique Z . Plus la zone cible est constituée d'éléments avec un numéro atomique important plus l'image sera claire.

Les électrons secondaires correspondent à une interaction inélastique entre la matière et le faisceau incident d'électron. Cette interaction conduit à l'ionisation de l'atome cible qui en se désexcitant émet des rayons X.

Le microscope électronique à balayage possède 3 détecteurs ; un détecteur d'électrons rétro-diffusés, un détecteur d'électrons secondaires et un détecteur de rayons X. Le faisceau d'électrons se déplace point par point à la surface de l'échantillon. L'image est reconstruite en combinant les informations issues des différents détecteurs.

5.2.1.2. Images MEB

Les images au MEB sont présentées de la plus large échelle à la plus fine. La Figure 5-14 permet dans un premier temps de visualiser la dispersion de taille des pores issus de la mousse observables à cette échelle. Celles-ci varient de 1,4mm à 0,08mm. La dispersion de taille de pores issus de la mousse s'explique par l'éclatement de plusieurs bulles d'air entre elles lors de la fabrication. La structure poreuse devient figée après le début de la prise du ciment. Sur la figure, certains pores apparaissent juxtaposés sans avoir éclatés en une bulle d'air.

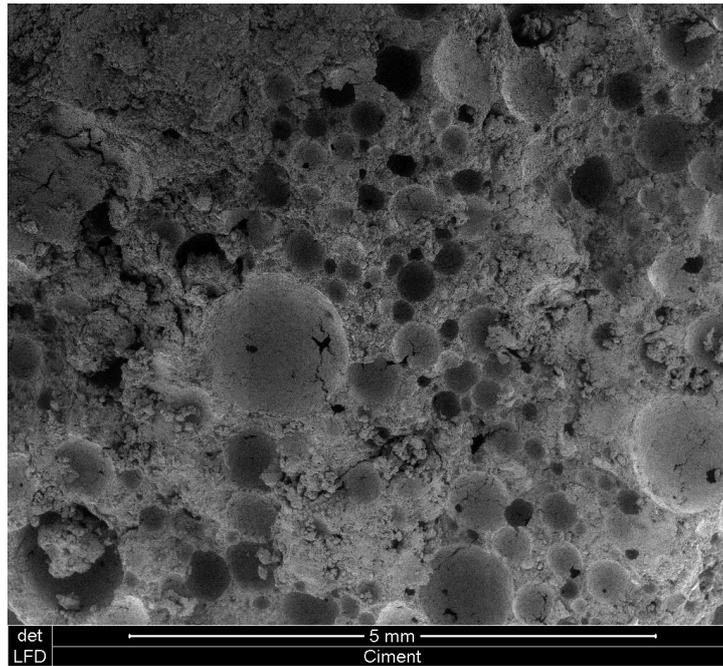


Figure 5-14 : Image MEB (échelle:5mm) de la formulation C=18% w/wL=2 M=50%

Les images MEB présentées Figure 5-15 permettent de voir qu'à une fine échelle ces pores sont entourés par la matrice cimentaire et sont connectés par une porosité plus fine correspondant à celle de la matrice cimentaire.

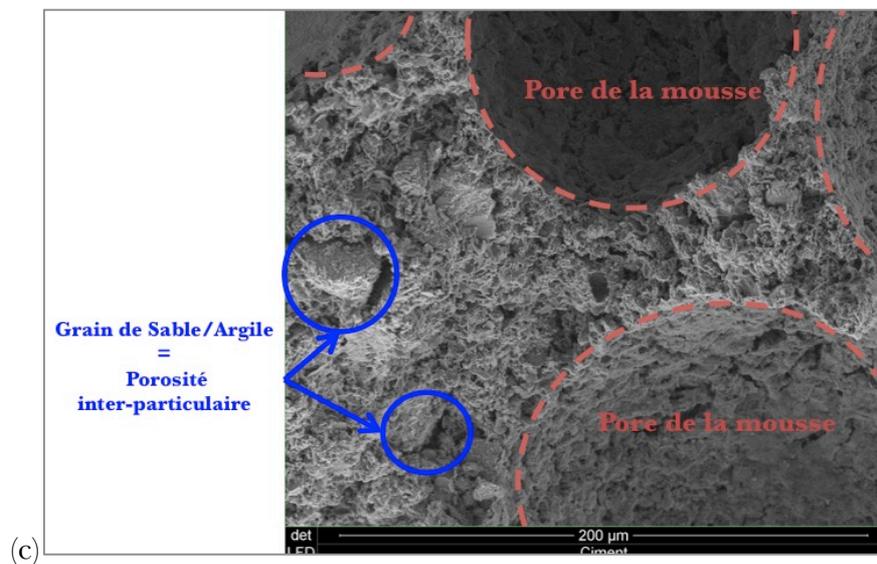
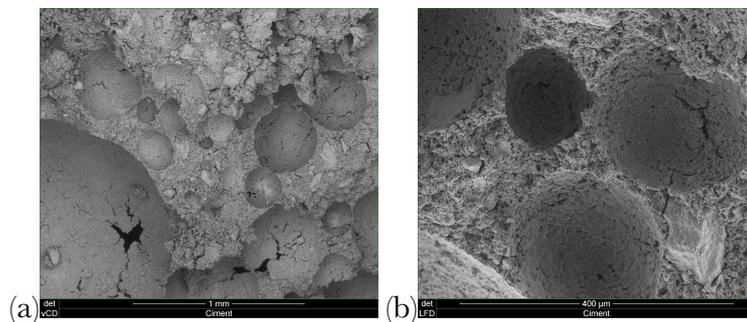


Figure 5-15 : Images MEB à différentes échelles (a) : 1mm, (b) : 0,4mm, (c) : 0,2mm

La séparation des pores de la mousse par la matrice cimentaire ne garantit pas une non-connectivité. La matrice cimentaire présente en effet une certaine porosité qui rend les pores de la mousse connectés. L'image (c) de la Figure 5-15 présente une première porosité due à la rétractation entre les floccs d'argile et les grains de sable avec la matrice cimentaire de sable qui induit une porosité inter-particulaire de l'ordre de $10\mu\text{m}$.

L'étude des phases qui constituent la matrice cimentaire (Figure 5-16) permet d'évaluer cette porosité ainsi que l'inertage de l'argile par le ciment. Différentes phases issues de l'hydratation du ciment peuvent être observées;

1. L'**Ettringite** qui se présente sous forme d'aiguille.
2. La **Portlandite** qui se présente sous forme de feuillet.
3. Le **Gel CSH** (silicates de calcium hydraté) qui est peu cristallisé et est identifiable par son aspect mate.

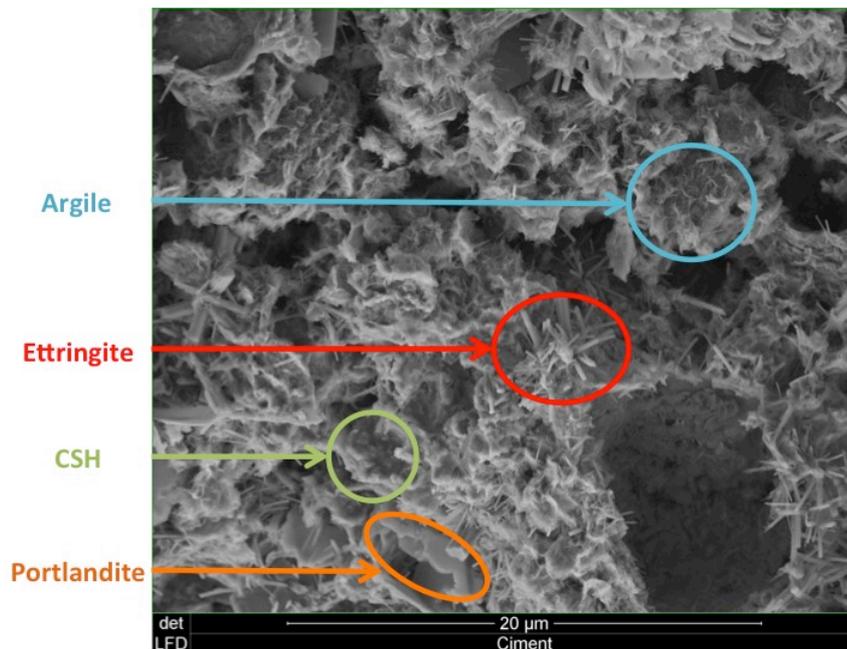


Figure 5-16 : Image MEB illustrant les différentes phases du ciment (échelle : $20\mu\text{m}$)

Dans certaines zones, l'empilement des feuillets de l'**argile** est observable. Les feuillets devraient avoir une orientation identique mais des mouvements de rotation et de translations les uns par rapport aux autres induisent une porosité intra-particulaire de $1\mu\text{m}$.

La matrice cimentaire présente donc une certaine porosité (à différente échelle : inter-particulaire, intra-particulaire) qui est responsable de la connectivité et de l'accessibilité des pores (à différente échelle) déjà établies par la bi-modalité de la porosité au mercure.

5.2.2. Tomographie rayon X

5.2.2.1. Principe

L'observation au **tomographe** est une technique d'imagerie non destructive qui permet la reconstruction en 3 dimensions d'un échantillon. Cette technique se décompose en 3 étapes ;

- Etape 1 : Acquisition des données,
- Etape 2 : Reconstruction de images,
- Etape 3 : Traitement des images via un logiciel.

Etape 1 : Acquisition des données

L'acquisition des données repose sur le phénomène d'absorption des rayons X. Le tomographe enregistre par couche d'échantillon l'atténuation du faisceau qui a traversé le matériau dans différentes positions angulaires par le biais d'un écran détecteur de photons (Figure 5-17).

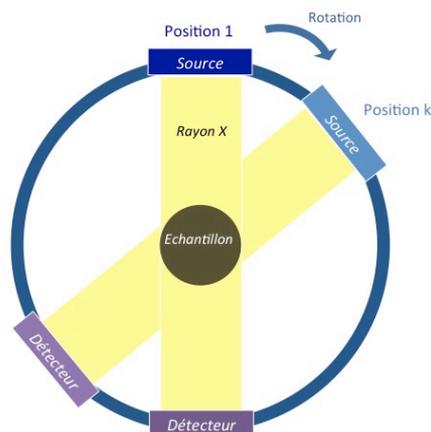


Figure 5-17 : Schéma du fonctionnement de la tomographie par rayons X

Le rayonnement transmis après avoir traversé l'éprouvette va varier en fonction de la nature des éléments (numéro atomique Z) avec lesquels il aura interagit. Pour un faisceau de rayons X d'intensité I traversant une très fine couche de matériau d'épaisseur dx , l'intensité du faisceau émergent décroît d'une quantité dI tel que :

$$dI = I * \mu * dx$$

Avec μ est le coefficient d'absorption linéaire qui dépend du numéro atomique. Si Z est élevé, le coefficient d'atténuation est élevé. La zone caractérisée par un coefficient d'atténuation élevé apparaît en clair après reconstruction des images. Ainsi un pore (qui correspond à du vide) a un coefficient d'atténuation faible et donc apparaît en noire.

L'intégration de cette forme différentielle permet d'obtenir la loi Beer donnant l'intensité du rayonnement transmis par un matériau d'épaisseur x (Thierry, 2013).

$$I_x = I_0 * e^{-\mu * x}$$

Le coefficient d'absorption correspond à une combinaison linéaire de la densité atomique de chaque élément i qui constitue la couche étudiée. A chaque élément i est associé un coefficient massique d'absorption $\frac{\mu}{\rho}$ et défini par la formule suivante ;

$$\frac{\mu}{\rho} = N_A \sum_{i=1}^n w_i * \frac{\sigma_i}{A_i}$$

Avec ;

- N_A le nombre d'Avogadro,
- A_i la masse atomique de l'élément i ,
- w_i la concentration pondérale de l'élément i dans le matériau,
- σ_i la section efficace de l'élément i .

Etape 2 : Reconstruction des images 2D

La reconstruction s'effectue par couche de l'échantillon. Celle-ci est divisée en cubes infinitésimaux appelés "voxels". A chaque voxel est associée une teinte de gris codée en 16bit. Les valeurs de gris possibles varient de 0 à 65535. Elle est fixée par rapport à la densité volumique du voxel $\rho_{i,j}$. Plus la densité volumique est élevée plus la valeur du voxel est élevée. L'échelle des valeurs peut être inversée lors de l'étape 3 pour correspondre à l'objet d'étude. Pour retrouver la densité volumique $\rho_{i,j}$ de chaque voxel, les intensités $I_{i,j}$ détectées suivant les différentes positions angulaires dans un plan sont recoupées (Figure 5-18).

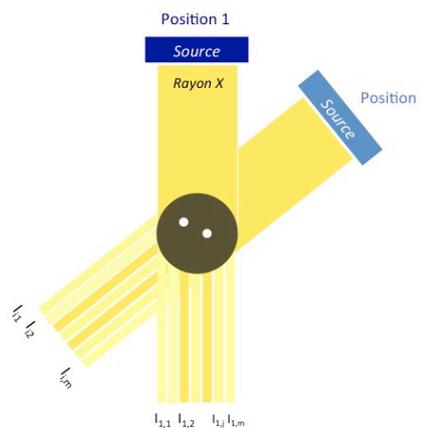


Figure 5-18 : Principe général de la reconstruction

Un système d'équation linéaire d'inconnue $\rho_{i,j}$ ($i=1\dots n$ et $j=1\dots m$) est à résoudre. Pour résoudre ce système, n positions angulaires doivent être effectuées avec un réseau de m détecteurs.

5.2.2.2. Observations images tomographiques

La Figure 5-19 présente pour les formulations ;

- C=12% w/w_L=1,6 M=0% (a),
- C=12% w/w_L=1,6 M=50% (b),
- C=18% w/w_L=2 M=0% (c),
- C=18% w/w_L=2 M=50% (d),

les images tomographiques brutes (8bit).

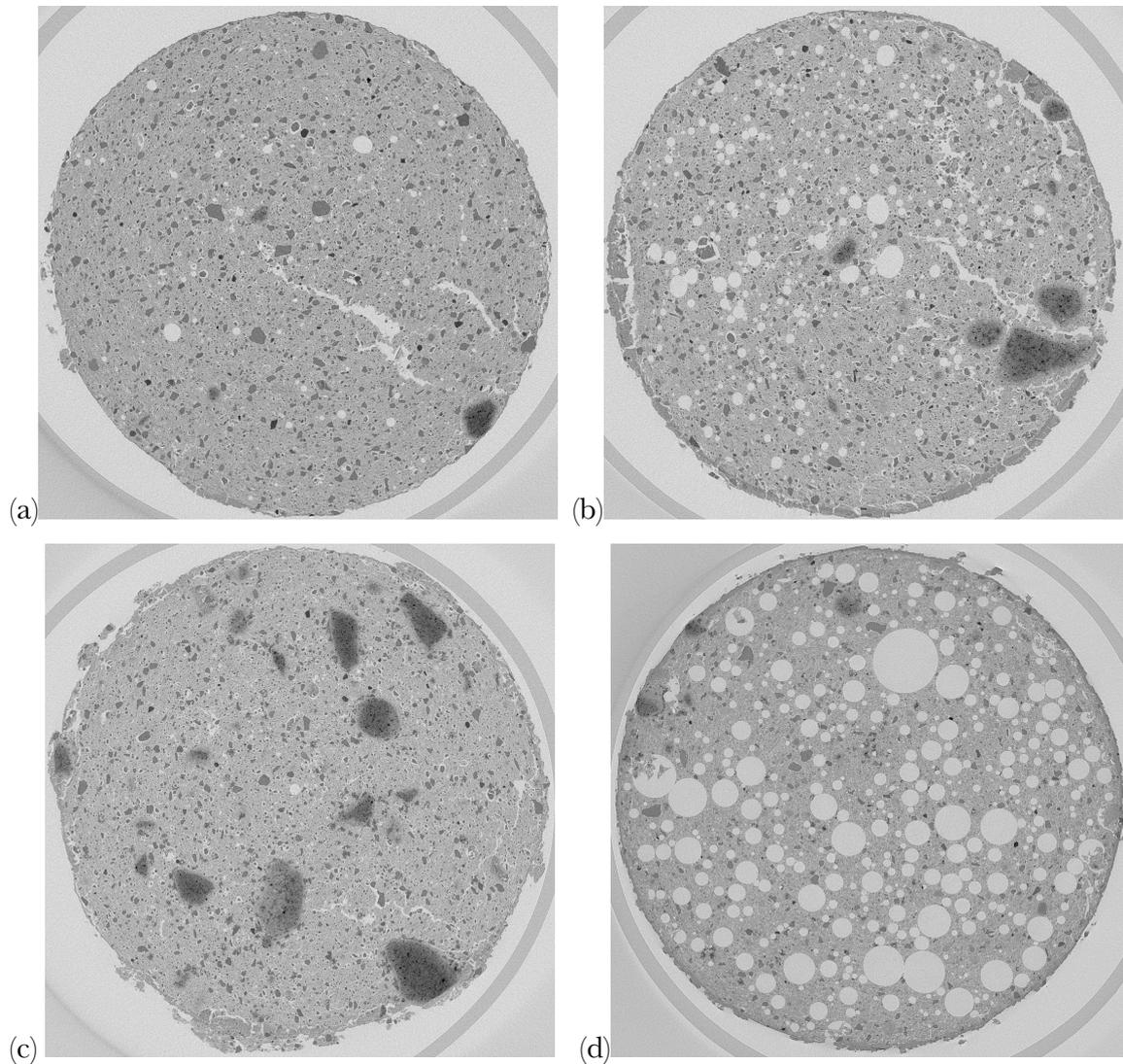


Figure 5-19 : Images tomographiques brutes de la formulation C=12% w/w_L=1,6 M=0% (a), C=12% w/w_L=1,6 M=50% (b), C=18% w/w_L=2 M=0% (c), C=18% w/w_L=2 M=50% (d)

Les formulations avec M=0% présentent des fissures internes plus importantes que les formulations avec M=50%. La présence de mousse permet en effet de diminuer les tractions internes exercées par le phénomène de rétraction de l'argile. Elles sont également d'autant plus importantes pour C=12% que pour C=18%. Les images des formulations avec M=0% présentent des pores grossiers sphériques qui sont issus des dégagements gazeux des mécanismes d'hydratation du ciment.

Les formulations avec M=50% présentent des pores sphériques ce qui permet ainsi de confirmer l'isotropie du matériau qui a déjà été établie par les essais mécaniques. Les pores semblent isolés. La répartition des pores est aléatoire et homogène dans tout le matériau. Les granulats de sable sont répartis également de façon homogène dans le matériau.

Une porosité entre les grains de sable correcteur et la matrice cimentaire est également observable. Cette porosité est due à la rétraction de l'argile. Elle est d'autant plus importante pour C=12%.

La différence d'incorporation des bulles d'air de la mousse entre les formulation C=18% w/w_L=2 M=50% et C=12% w/w_L=1,6 M=50% est confirmée visuellement.

5.2.2.3. Distribution de taille de pore

5.2.2.3.1. Traitements des images

Les images 2D (correspondant à une couche d'échantillon) sont traitées avec le logiciel Fiji dans le but de quantifier la proportion de pores et d'effectuer une distribution granulométrique de la taille des pores. Les pores étudiés correspondent principalement à la porosité amenée par mousse. Cependant une porosité propre à la matrice cimentaire due aux dégagements gazeux des mécanismes d'hydratation et à la rétraction de l'argile est prise en compte car elle correspond au même ordre de grandeur que certains pores de la mousse et peut difficilement être distinguée et enlevée par les traitements.

Les différentes étapes de traitement appliquées pour obtenir ces informations sont détaillées ci-dessous ;

Image Binaire

Afin de considérer les pores comme des objets et de les distinguer de la matrice cimentaire, les images sont converties en binaire en définissant un niveau seuil de gris entre 0 et 255. Pour les voxels dont la valeur de teinte de gris est en dessous du niveau seuil, la valeur 0 est attribuée. Pour les voxels dont la valeur de gris est au dessus du niveau seuil, la valeur 255 est attribuée (Figure 5-20).

Les niveaux de gris ont été choisis pour chaque formulation de manière à visuellement sélectionner les pores issus des bulles d'air de la mousse. Ils correspondent à ;

- 51 pour $C=12\%$ $w/w_L=1,6$ $M=0\%$,
- 51 pour $C=12\%$ $w/w_L=1,6$ $M=50\%$,
- 50 pour $C=18\%$ $w/w_L=2$ $M=0\%$,
- 62 pour $C=18\%$ $w/w_L=2$ $M=50\%$.

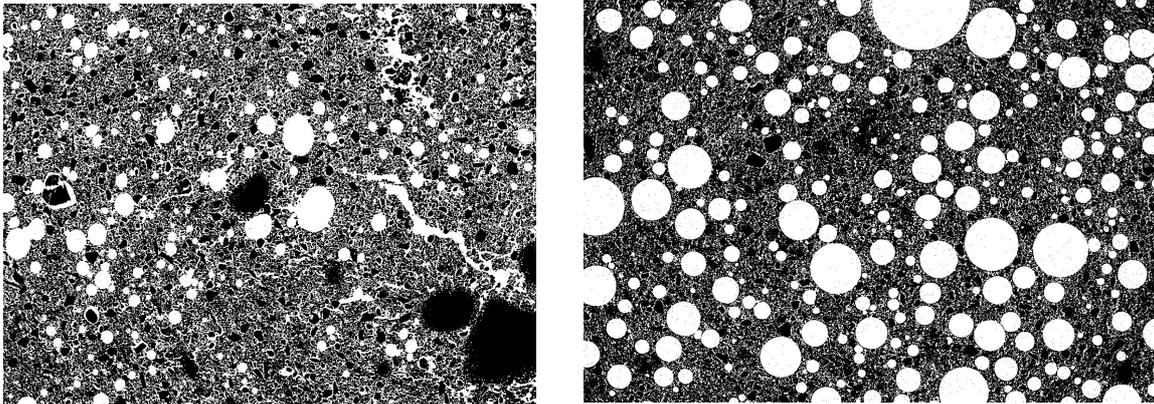


Figure 5-20 : Images tomographiques en binaire formulation $C=12\%$ $w/w_L=1,6$ $M=50\%$ (gauche) et formulation $C=18\%$ $w/w_L=2$ $M=50\%$ (droite)

Process

Le passage en binaire nécessite quelques ajustements afin de bien délimiter les pores de la matrice cimentaire. En effet pour certains voxels situés dans une zone correspondant à un pore (pore=vide=0), la valeur 255 a pu leur être attribuée. Vis versa pour la partie matrice cimentaire pour des voxels ne correspondant pas à des pores. Pour corriger ces valeurs des « process » en 2D sont appliquées à l'ensemble de l'éprouvette. Ces « process » sont les suivants ;

- Le process « open » élimine les objets (=255) de petite taille sans modifier ceux de taille plus importante. Le contour des objets de taille importante est lissé.
- Le process « close » élimine les vides (=0) de petite taille sans modifier ceux de taille plus importante. Le contour des vides de taille importante est lissé,
- Le process « erode » réduit la taille d'un objet (=255),
- Le process « dilate » augmente la taille d'un objet (=255).

Un enchainement de « process » identique pour les 4 formulations étudiées a été appliqué ;

Dilate → Dilate → Dilate → Erode → Erode → Erode → Open → Close

La Figure 5-21 présente les images tomographiques après le traitement pour les formulations testées ((a) : C=12% w/w_L=1,6 M=0%, (b) : C=12% w/w_L=1,6 M=50%, (c) : C=18% w/w_L=2 M=0%, (d) : C=18% w/w_L=2 M=50%).

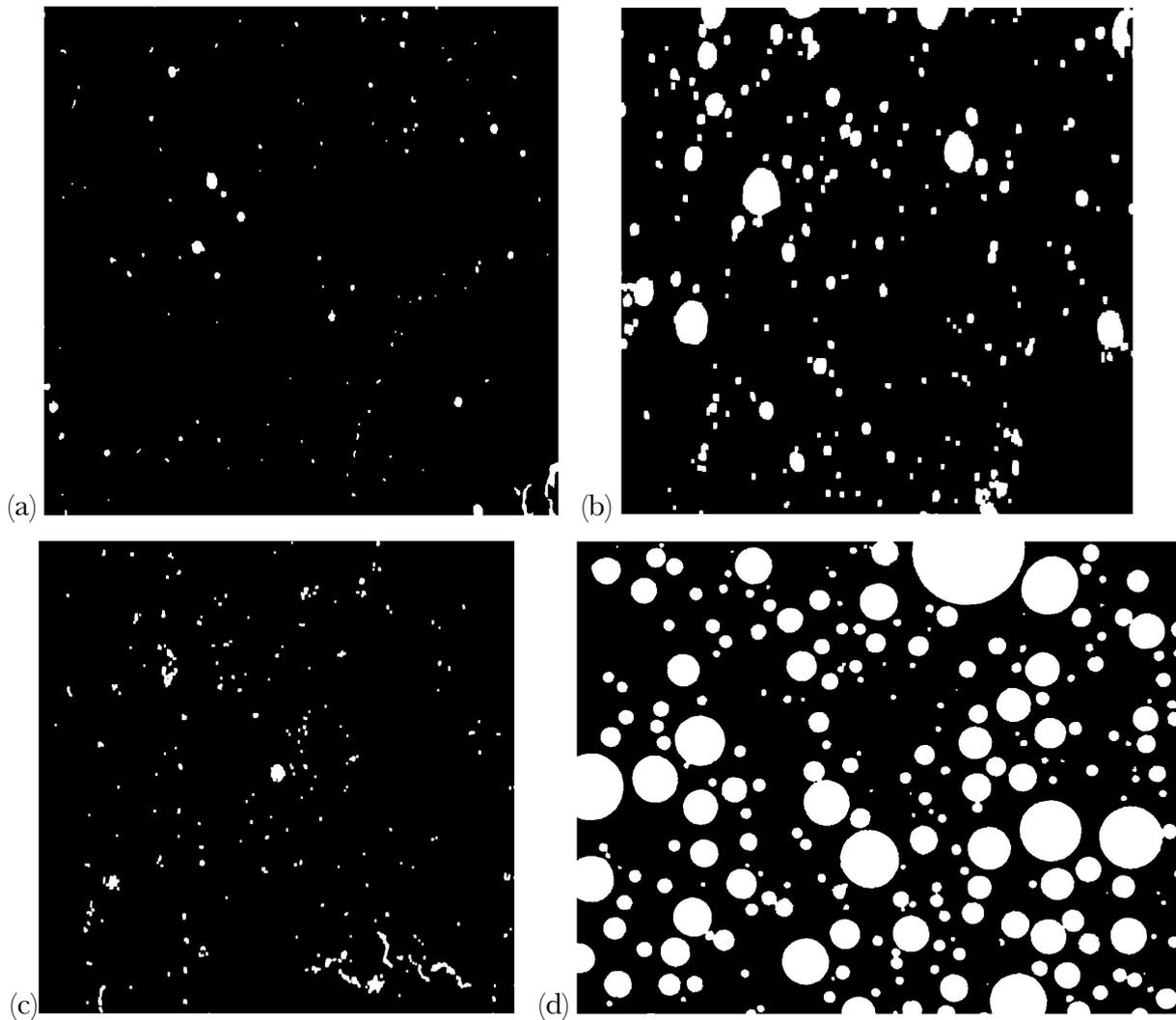


Figure 5-21 : Images tomographiques après traitement pour les formulations C=12% w/w_L=1,6 M=0% (a), C=12% w/w_L=1,6 M=50% (b), C=18% w/w_L=2 M=0% (c) et C=18% w/w_L=2 M=50% (d).

Séparation des objets

Pour que chaque pore soit considéré comme un seul objet, la fonction « watershed » est utilisée afin de séparer les pores qui sont reliés c'est à dire dont les surfaces sont continues.

Plugin PSD (Pore Size Distribution)

Le plugin « PSD Pore Size Distribution » identifie chaque pore (valeur correspondant à 0) en 3D pour en calculer le rayon et leur volume. Ce plugin permet d'obtenir une distribution de taille de pore.

5.2.2.3.2. Résultats et discussion

La Figure 5-22 présente la proportion vide cumulée par rapport au volume de BAMS en fonction du rayon des pores pour les 4 formulations étudiées.

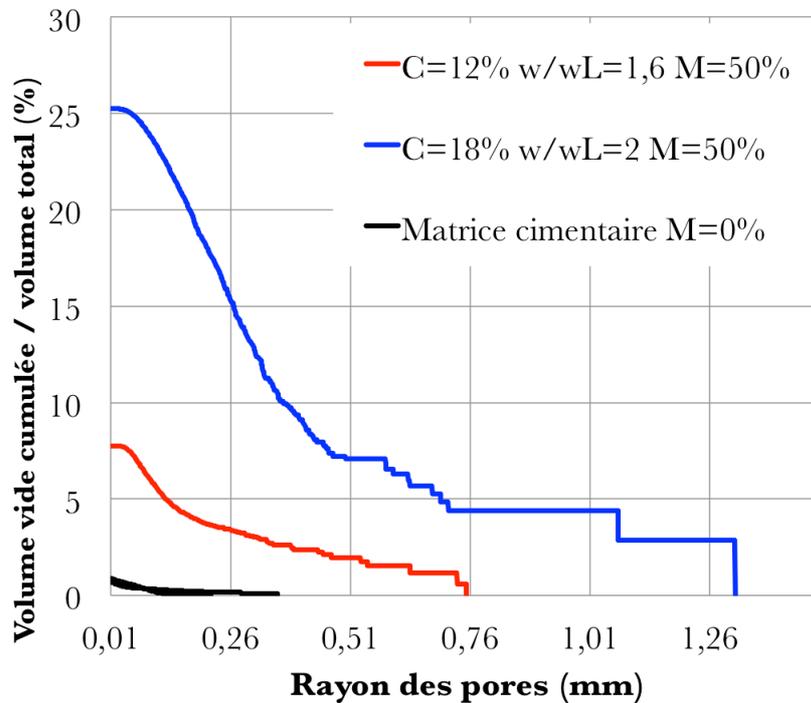


Figure 5-22 : Proportion vide cumulée par rapport au volume de BAMS en fonction du rayon des pores (mm)

Le Tableau 5-3 présente la porosité totale (P_{tomo}), le rayon maximal (R_{max}) et le rayon moyen (R_{moy}) calculée par le plugin « Pore Size Distribution » à partir des données tomographiques de chaque formulation.

Tableau 5-3 : Caractéristiques du réseau poreux calculées par le plugin « Pore Size Distribution » à partir des données tomographiques

C(%)	w/wL	M(%)	T_m (%)	P_{tomo} (%)	R_{max} (mm)	R_{moy} (mm)	Ecart type (mm)
12	1,6	0	0	0,9	0,22	0,15	-
		50	12,3	7,8	0,75	0,46	0,040
18	2	0	0	0,6	0,36	0,22	-
		50	24,8	25,3	1,31	0,29	0,047

La porosité totale est comparée à T_m puisque celle-ci représente le volume de pores issus de la mousse par rapport au volume total de BAMS. Celles-ci sont assez similaires pour la formulation C=18% w/wL=2 M=50%. La différence entre T_m et P_{tomo} pour la formulation C=12% w/wL=1,6 M=50% s'explique par l'hétérogénéité du BAMS à l'échelle d'une gâchée. La différence de porosité totale entre C=18% w/wL=2 M=50% et C=12% w/wL=1,6

M=50% est due à la facilité d'incorporation de la mousse lors de la fabrication grâce au choix du rapport w/w_L . La porosité totale de la formulation C=12% $w/w_L=1,6$ M=0% est plus élevée que celle de la formulation C=18% $w/w_L=2$ M=0%. Cette différence est due la rétraction de l'argile plus importante pour la formulation C=12% du fait d'un pourcentage de ciment plus faible et également à la proportion plus importante d'argile dont la porosité est plus élevée que celle des hydrates du ciment. Les bulles d'air lors mise en place du matériau une faible fluidité du matériau à l'état frais peut également expliquer cette différence de porosité.

Les distributions de taille de pore des formulations C=12% $w/w_L=1,6$ M=50% et C=18% $w/w_L=2$ M=50% sont différentes. La formulation C=18% $w/w_L=2$ M=50% présentent un rayon de pore maximal de 1,31mm tandis que celui de la formulation C=12% $w/w_L=1,6$ M=50 est égal à 0,75mm. Cependant le rayon moyen de la formulation C=12% $w/w_L=1,6$ M=50% de 0,46mm est plus important que celui de la formulation C=18% $w/w_L=2$ M=50% de 0,29mm. Il semblerait que les pores propres à la matrice cimentaire tel que la rétraction de l'argile et les dégagements gazeux ne soient pas responsables de cette différence de part leur faible proportion par rapport à la porosité totale. Il y a donc une différence de distribution de taille pour les pores issus de la mousse avec une proportion de pores de petite taille plus faible pour la formulation C=12% $w/w_L=1,6$ M=50%. Cette différence est attribuée à la faible fluidité du mélange intermédiaire de cette formulation qui provoque l'éclatement des petites bulles d'air lors de leur incorporation.

5.3. Synthèse caractérisation réseau poreux

Les résultats obtenus par les différentes méthodes effectuées pour caractériser le réseau poreux du BAMS sont résumés dans le Tableau 5-4. Ce tableau indique le type d'information obtenue sur la structure poreuse (pores de la mousse, de la matrice cimentaire), l'utilité et les inconvénients des différentes méthodes.

Tableau 5-4 : Récapitulatif des résultats de la caractérisation du réseau poreux issus des différentes méthodes utilisées

Résultats						
Formulation			Perméabilité à l'azote	Porosimétrie au mercure	Porosité à l'eau	Tomographe
C(%)	w/w _L	M(%)	K(m ²)	P _{merc} (%)	P _{eau} (%)	P _{tomo} (%)
12	1,6	0	<0,08	X	74,80	0,90
		50	0,45	34,71	70,79	7,76
18	2	0	0,47	X	73,85	0,65
		50	4,06	X	75,45	25,27
Remarques						
Caractérisation de la structure poreuse : Quels types de pores ?			Accessibilité partielle des pores de la mousse + Porosité de la matrice cimentaire	Porosité de la matrice cimentaire	Accessibilité partielle des pores de la mousse + Porosité de la matrice cimentaire	Réseau poreux de la mousse
Utilité de la méthode Résultats mis en exergue			Les différences d'accessibilité des pores de la mousse selon le choix de w/w _L	Précision de la taille des différentes classes de pores + Accessibilité et connectivité des pores de la mousse	Accessibilité partielle des pores de la mousse	Visualisation de la structure poreuse + Exploitation de TOUS les pores de la mousse
Inconvénients de la méthode			Présence de microfissures qui peuvent fausser les résultats (appliquer un séchage adapté)	Ne permet pas de caractériser les tailles réelles de pores, ni de quantifier les pores de la mousse Porosité totale largement sous évaluée (à 2MPa)	Résultats à décortiquer pour évaluer l'impact de la mousse Ne retranscrit pas les différences des matrices cimentaires selon les paramètres de formulation	Pas d'information sur la microporosité, sur l'accessibilité des pores et leurs connectivité par rapport à la matrice cimentaire

5.4. Essais de Lixiviation

L'essai de **lixiviation** permet d'aborder trois problématiques;

1. Evaluer la capacité de fixation du matériau traversé par un solvant chargé,
2. S'assurer de l'efficacité de l'inertage par le ciment des polluants présents dans le sol,
3. Evaluer la consolidation du matériau en évaluant l'arrachement des particules lors du passage forcé de l'eau à travers celui-ci.

5.4.1. Etanchéité de la cellule de percolation : Etude du débit

L'étanchéité de la cellule de percolation a été mise au point par des essais préalables utilisant un solvant coloré permettant de visualiser l'infiltration de l'eau dans le matériau. L'étude de l'évolution du débit obtenu expérimentalement permet de vérifier cette infiltration du solvant à travers le matériau et de s'assurer qu'aucun écoulement entre le tube de plexiglass et le matériau n'a lieu. La Figure 5-23, la Figure 5-24 et la Figure 5-25 présentent respectivement pour les essais ;

- Ad/De-NaCl,
- Ad/De-ZnCl,
- Lix1, Lix2 et Lix4,

le débit (mL/h) en fonction du nombre de jours de l'essai.

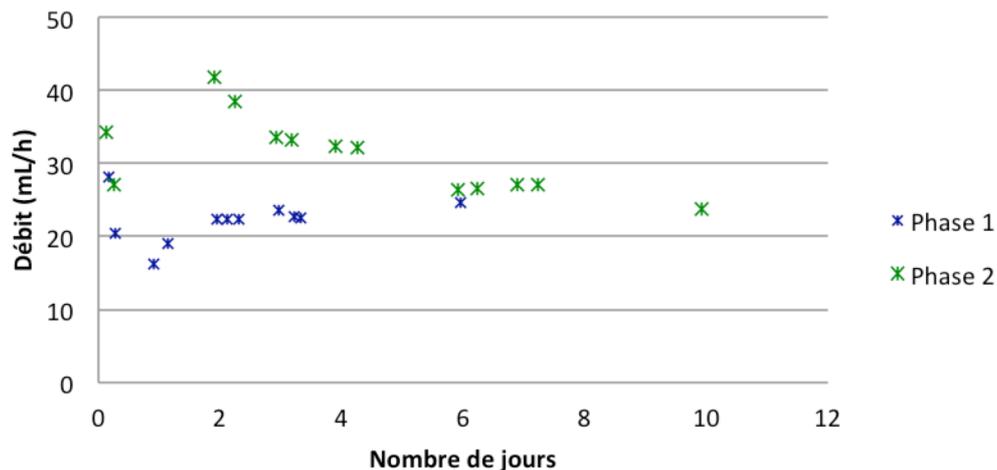


Figure 5-23 : Débit en fonction du nombre de jours pour l'essai Ad/De-NaCl

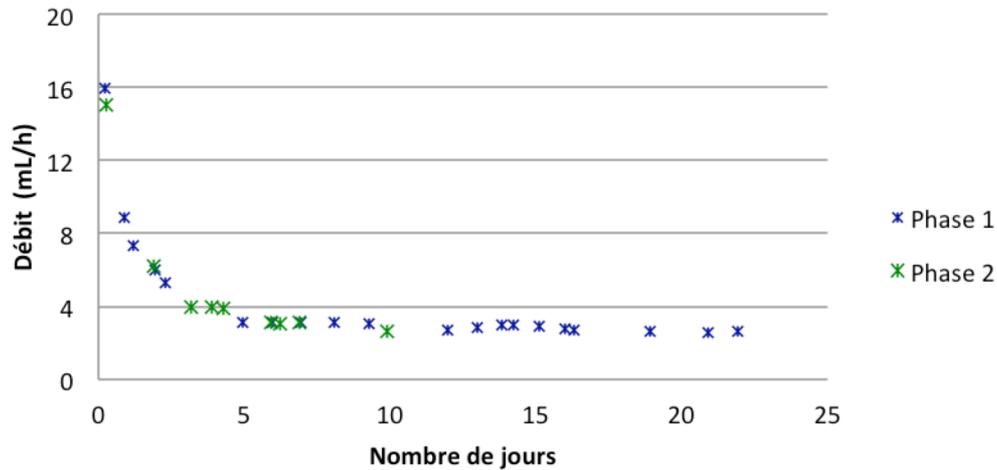


Figure 5-24 : Débit en fonction du nombre de jours pour l'essai Ad/De-ZnCl

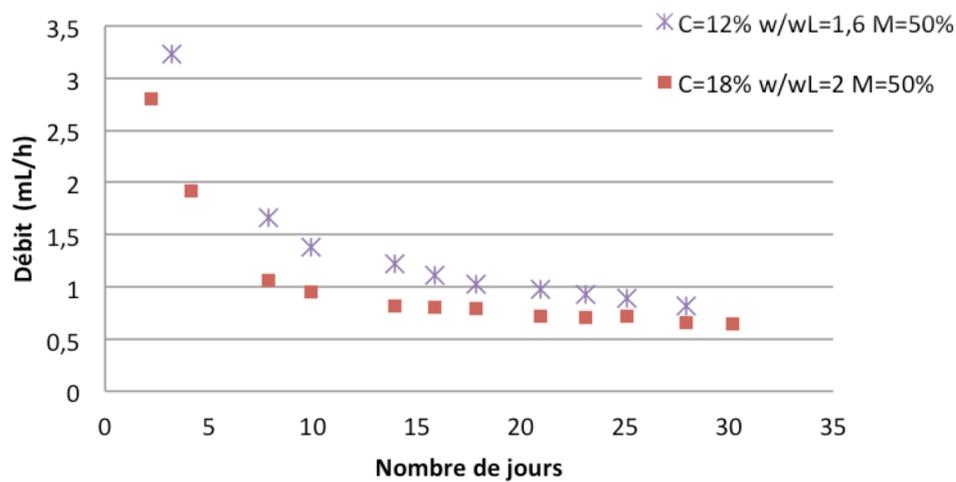


Figure 5-25 : Débit en fonction du nombre de jours pour les essais de lixiviation Lix2 et Lix4

Pour l'ensemble des essais, l'évolution du débit est assez similaire. Le débit élevé dès les premiers jours de l'essai diminue rapidement pour ensuite se stabiliser. Cette évolution s'explique par le gonflement de l'argile. Les éprouvettes subissent un séchage partiel de 48h pendant lequel la résine Epoxy nécessaire pour l'élaboration de la cellule de percolation durcit. Pendant ce temps de séchage, l'argile s'est rétractée provoquant ainsi des fissurations. L'eau circule en premier lieu dans les fissures internes ce qui explique le débit important dès les premières heures. Lors du passage du solvant, l'argile gonfle refermant ainsi ces fissures ce qui explique la diminution du débit lors des premiers prélèvements.

Le Tableau 5-5 présente le débit théorique (Q_{th}) et le débit obtenu expérimentalement (moyenne des débits après stabilisation) (Q_{exp}) pour chaque essai. Pour une même formulation

les débits théoriques peuvent se différencier d'un essai à l'autre car les dimensions des éprouvettes peuvent être différentes.

Tableau 5-5 : Débit théorique et débit obtenu expérimentalement pour chaque essai

Essais	Q_{th} (mL/h)	Q_{exp} (mL/h)
Ad/De-NaCl (C=18% w/w _L =2 M=50%)	125	24,3
Ad/De-ZnCl (C=18% w/w _L =2 M=50%)	120	3,05
Lix2 (C=12%w/w _L =1,6 M=50%)	14,0	0,82
Lix4 (C=18% w/w _L =2 M=50%)	115	0,65

Les débits obtenus sont largement inférieurs à ceux calculés théoriquement. Cette différence s'explique par l'écoulement du solvant par des chemins préférentiels et non à travers tout le volume de l'éprouvette.

La différence de débit (théorique/expérimental) dans le cas des essais Lix2 et Lix4 peut également s'expliquer d'après la littérature par la fixation préalable du Zinc sur la bentonite dont la présence lors des mécanismes d'hydratation aurait tendance à diminuer la perméabilité du matériau en favorisant la formation d'Ettringite (Poon C.S. C. A., 1986). Cependant cette explication est en contradiction avec les résultats des essais mécaniques qui mettent en exergue une perte de performances mécaniques pour un BAMS fabriqué à partir d'une bentonite polluée.

Les deux points soulevés dans cette partie correspondant à ;

1. L'évolution du débit (similaire pour l'ensemble des formulation) reflétant le gonflement de l'argile au contact de l'eau après avoir subi un séchage partiel,
 2. La comparaison pour chaque formulation du débit théorique et expérimental avec un débit expérimental inférieure au débit théorique (écoulement par les chemins préférentiels),
- valident l'étanchéité de la cellule de percolation.

5.4.2. Essai de référence : Lixiviation BAMS avec une bentonite brute (Lix0)

L'essai Lix0 correspond au passage d'une eau osmosée sur un BAMS (C=18% w/w_L=2 M=50%) fabriqué à partir d'une bentonite brute. Les lixiviats obtenus présentent un pH basique (pH=12) alors que celui du solvant est neutre voir acide (pH=5). L'alcalinisation du pH est due aux composés alcalins issus de l'hydratation du ciment. La Portlandite (Ca(OH)₂) est le composé principalement responsable de cette augmentation du pH (Codina

M., 2007). La conductivité des lixiviats diminue en fonction du volume de solvant passé (Figure 5-26). Celle-ci égale à 4,7mS/cm dès les premiers volumes de solvant correspond au relargage des ions de l'argile et des composés issus de l'hydratation du ciment.

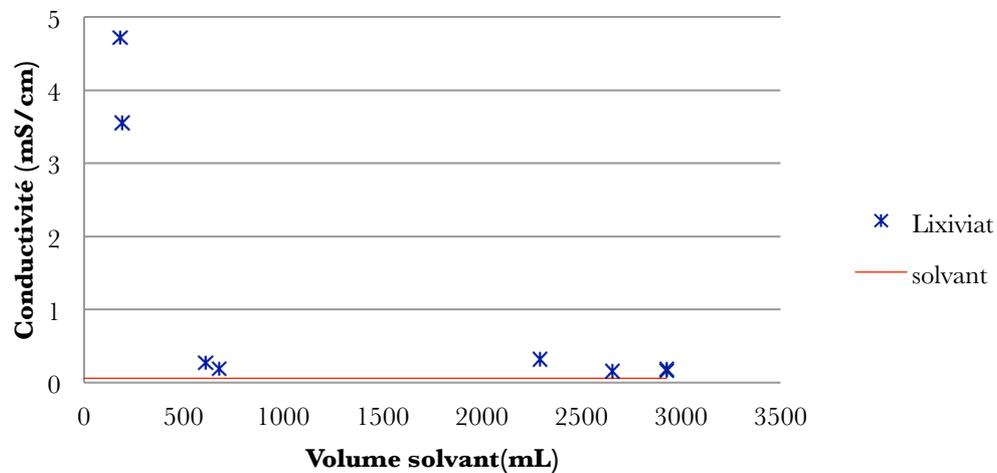


Figure 5-26 : Conductivité en fonction du volume de solvant pour l'essai Lix0

La Figure 5-27 présente la concentration de l'élément Calcium de quelques prélèvements en fonction du volume de solvant passé.

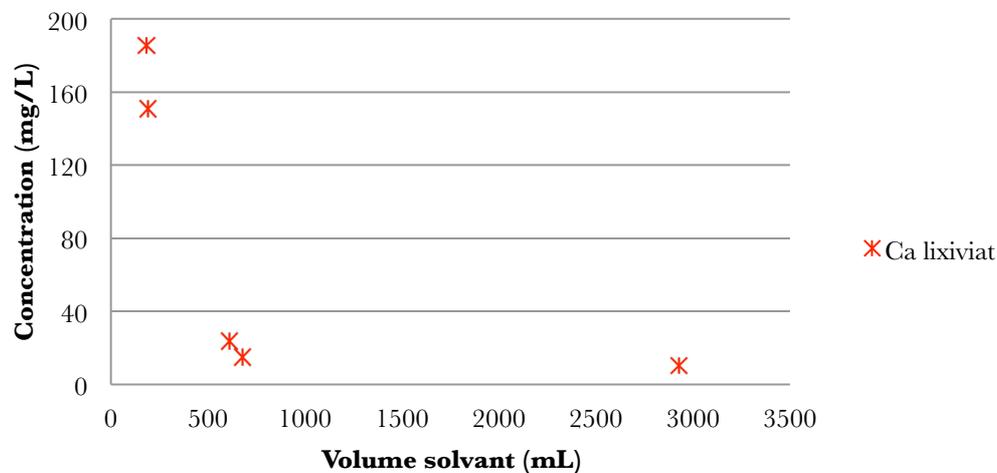


Figure 5-27 : Concentration des éléments Ca, Na et Zn en fonction du volume de solvant pour l'essai Lix0

Le BAMS présente un relargage élevé dès les premiers volumes de solvant qui diminue rapidement. Le relargage du Calcium des matrices cimentaires provient principalement de la Portlandite (Adenot F., 1992; Agostini F., 2006; Agostini F., 2006).

5.4.3. Adsorption et Désorption de « charge » par le BAMS

5.4.3.1. Evolution du pH

La Figure 5-28 et la Figure 5-29 présentent respectivement pour l'essai Ad/De-NaCl et Ad/De-ZnCl, l'évolution du pH des lixiviats en fonction du volume de solvant passé. L'évolution du pH est différente selon le type de solvant (soit dosé au NaCl, soit dosé au ZnCl).

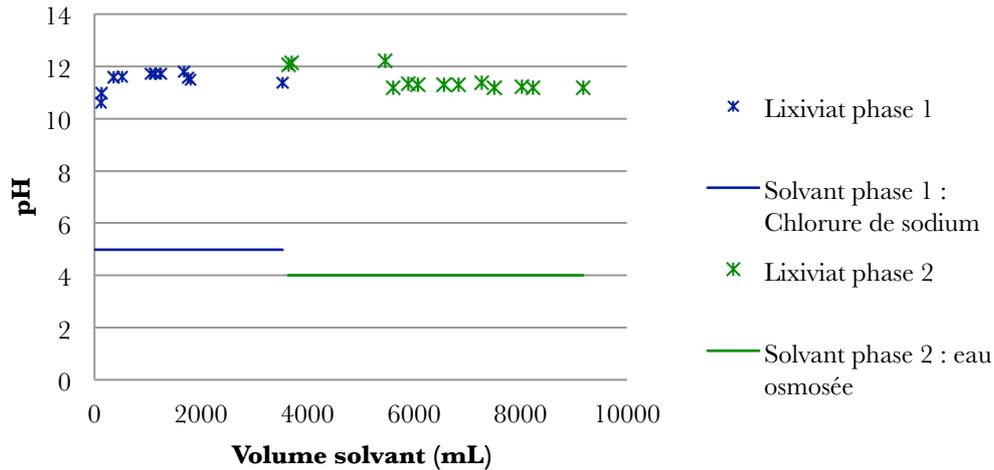


Figure 5-28 : pH des lixiviats de la phase 1 (solvant de NaCl) et de la phase 2 (solvant eau osmosée) en fonction du volume de solvant (essai Ad/De-NaCl ; formulation C=18% w/w_L=2 M=50%)

Dans le cas de l'essai Ad/De-NaCl, lors de la phase 1, le solvant (acide) est alcalinisé lors de son passage à travers le BAMS. L'alcalinisation du solvant déjà observé pour l'essai Lix0 est due aux composés alcalins issus des réactions d'hydratation du ciment. Cette alcalinisation se poursuit lors de la phase 2 de désorption.

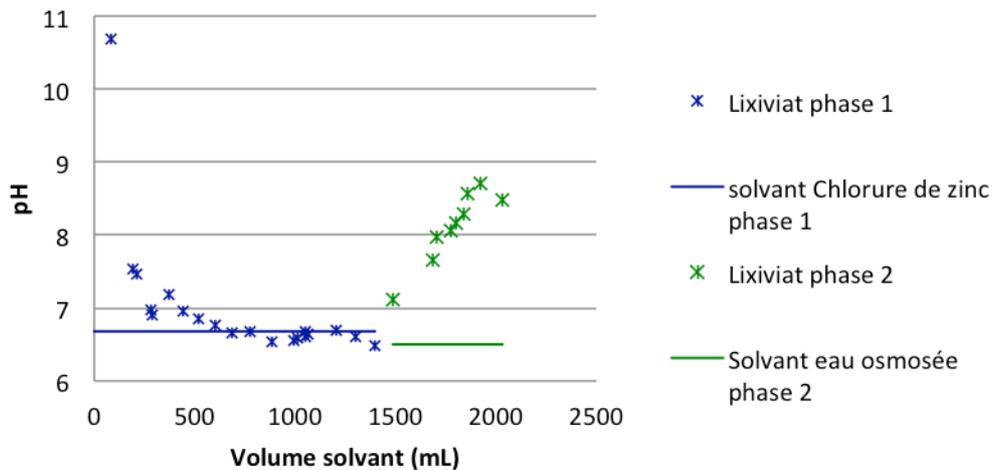


Figure 5-29 : pH des lixiviats de la phase 1 (solvant de ZnCl) et de la phase 2 (solvant eau osmosée) en fonction du volume de solvant (essai Ad/De-ZnCl ; formulation C=18% w/w_L=2 M=50%)

Dans le cas de l'essai Ad/De-ZnCl, lors de la phase 1, le pH basique dès le premier prélèvement diminue et se stabilise au pH du solvant qui est neutre voir acide. Cette acidification du pH provient de la migration des ions H^+ de la matrice cimentaire vers la solution lors de l'adsorption du Zinc (Larakeb M. Youcef L., 2014). Lors de la phase 2 (désorption), le pH au début neutre devient progressivement basique. Lors de cette phase, la désorption du Zinc permet progressivement l'alcalinisation du pH.

Le pH du milieu influence la nature de l'adsorption du Zinc par le matériau car selon ce paramètre, le Zinc se retrouve sous différentes formes (Figure 5-30).

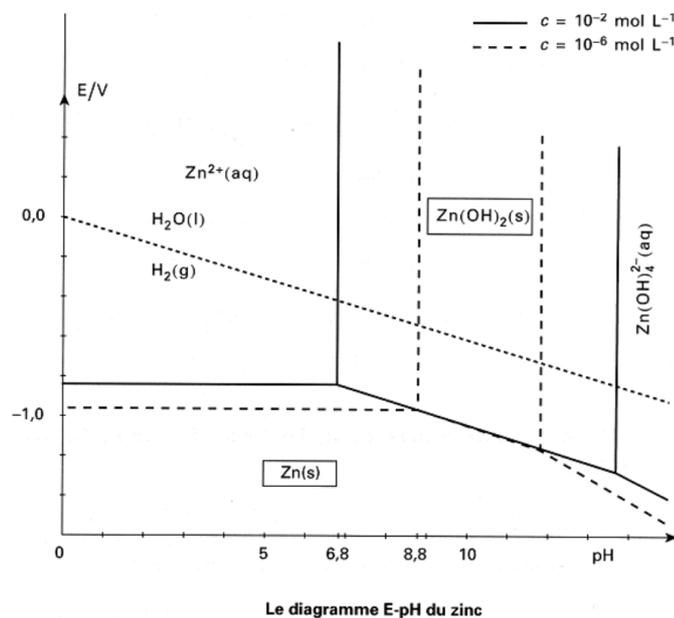


Figure 5-30 : Diagramme de prédominance des espèces du Zinc

A pH < 2, les ions H^+ et Zn^{2+} sont en compétition par rapport aux sites d'adsorption. En augmentant le pH, le nombre de sites à charges négatives augmente ce qui facilite l'adsorption par échange cationique des ions Zn^{2+} .

A pH > 7, le Zinc précipite sous la forme $Zn(OH)_2$.

A pH très basique, le Zinc est sous forme complexe. Sous cette forme le Zinc ne peut pas être adsorbé par le gel CSH (Cocke D.L., 1992).

Dans le cas de l'argile, plusieurs études ont mis en exergue une augmentation de l'adsorption du Zinc avec l'augmentation du pH (Achour S. Y. L., 2003) (Larakeb M. Youcef L., 2014) (Serpaud B.) (Zhang H., 2011).

5.4.3.2. Evolution de la conductivité

La mesure de la conductivité permet d'évaluer la force ionique du milieu. Une force ionique élevée (qui traduit une augmentation de la concentration des ions en solution) favorise l'échange ionique qui va jouer un rôle dans les différents processus d'adsorption et de désorption.

La Figure 5-31 et la Figure 5-32 présentent respectivement pour les essais Ad/De-NaCl et Ad/De-ZnCl la conductivité en fonction du solvant passé pour les deux phases de chaque essai.

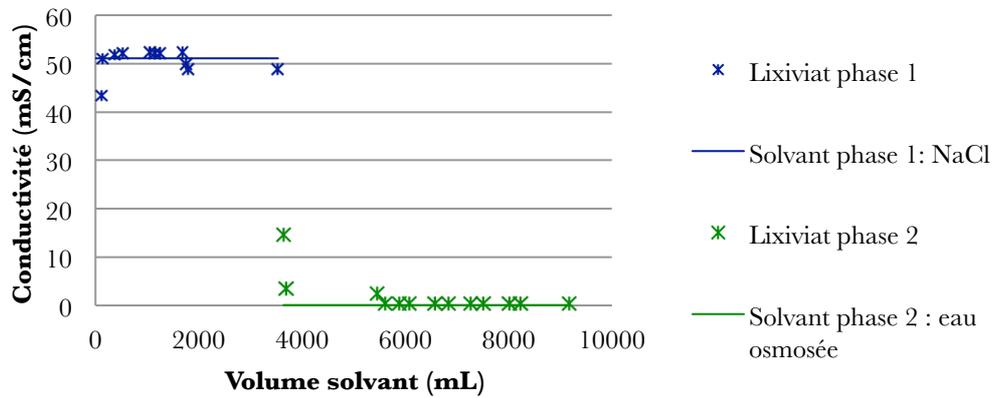


Figure 5-31 : Conductivité des lixiviats de la phase 1 (solvant de NaCl) et de la phase 2 (solvant eau osmosée) en fonction du volume de solvant (essai Ad/De-NaCl ; formulation C=18% w/w_L=2 M=50%)

Dans le cas de l'essai Ad/De-NaCl :

Lors de la phase 1, la conductivité correspond en moyenne à celle du solvant.

Lors de la phase 2, la conductivité relativement élevée dès les premiers volumes de solvant passés correspond au relargage des ions provenant du résidu du solvant de chlorure de sodium de la phase 1.

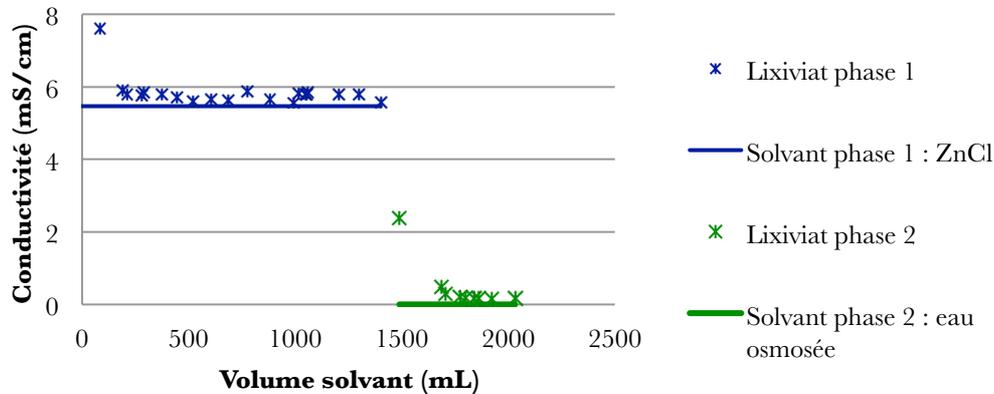


Figure 5-32 : Conductivité des lixiviats de la phase 1 (solvant de ZnCl) et de la phase 2 (solvant eau osmosée) en fonction du volume de solvant (essai Ad/De-ZnCl ; formulation C=18% w/w_L=2 M=50%)

Dans le cas de l'essai Ad/De-ZnCl :

Lors de la phase 1, la conductivité diminue jusqu'à se stabiliser à la conductivité du solvant (à $5,8\text{mS}\cdot\text{cm}^{-1}$). La conductivité élevée des premiers prélèvements de la phase 1 provient d'un premier relargage des composés ioniques présents dans le matériau également observé pour l'essai Lix0 (Figure 5-26).

Lors de la phase 2, la conductivité relativement élevée dès les premiers volumes de solvant passés correspond au relargage des ions provenant du résidu du solvant de chlorure de Zinc de la phase 1 et également du relargage du Zinc adsorbé par le BAMS lors de la phase 1. La conductivité se stabilise rapidement à la conductivité du solvant.

La force ionique est un des facteurs influençant la capacité d'adsorption et de désorption des métaux lourds par une matrice cimentaire. Plus la force ionique du milieu est importante plus la mobilité des métaux lourds augmente. La mobilisation des métaux lourds présents dans un sol par un milieu à force ionique élevée tel qu'une solution saline a été mise en évidence dans plusieurs études (Bauske B., 1993) (Plassard F., 1998) (Norrstrom A. C., 1998) (Amrhein C., 1992). Dans le cas des sédiments, (Sigg L., 2000) indique qu'une force ionique élevée freine l'adsorption des métaux lourds notamment en favorisant leur complexation et en entraînant la floculation des colloïdes. Par conséquent une force ionique faible aura tendance à freiner la désorption du Zinc et à favoriser son adsorption. Ainsi, la faible conductivité pour les phases 1 et 2 de l'essai Ad/De-ZnCl favorise l'adsorption du Zinc lors de la phase 1 mais freine la désorption du Zinc lors de la phase 2.

5.4.3.3. Résultats et discussion de l'analyse au spectromètre de masse

5.4.3.3.1. Ad/De-NaCl

La Figure 5-33 présente l'évolution de la concentration du Sodium et du Calcium en fonction du volume de lixiviat pour les deux phases de l'essai Ad/De-NaCl.

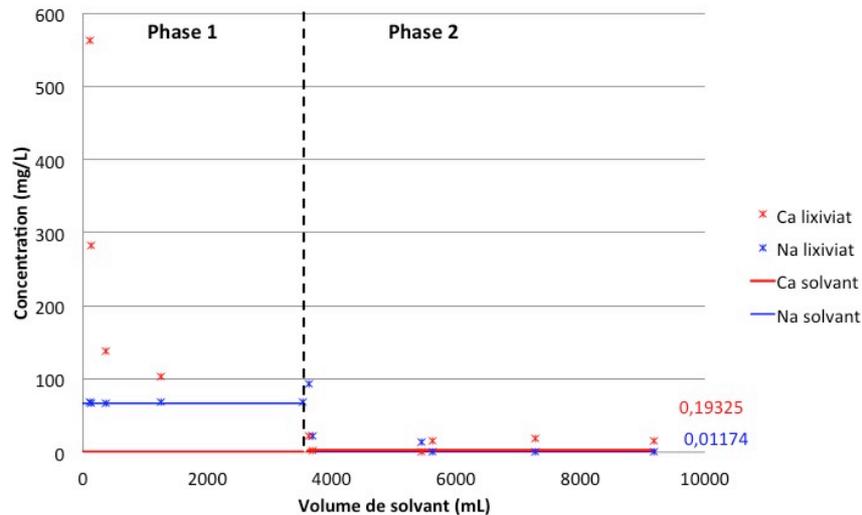


Figure 5-33 : Concentration en Ca et Na des prélèvements en fonction du volume de solvant (essai Ad/De-NaCl ; formulation C=18% w/w_L=2 M=50%)

Sodium

Lors de la phase 1 (solvant dosé en NaCl), la concentration en Sodium des lixiviats est stable et identique à celle du solvant. Les résultats au spectromètre de masse ne permettent pas d'observer une adsorption du Sodium par le BAMS.

Lors de la phase 2 (solvant correspondant à l'eau osmosée), les premiers prélèvements présentent une concentration en Sodium qui décroît en fonction du volume de solvant passé. Cette concentration en Sodium des premiers lixiviats résulte du résidu dans l'éprouvette du solvant de NaCl passé pendant la phase 1 et non à une désorption du Sodium par le BAMS lors de phase 1.

Calcium

Lors de la phase 1 (solvant dosé en NaCl), la concentration en Calcium diminue rapidement dès les premiers volumes de solvant passés. Le relargage du Calcium également observés lors de l'essai Lix0, est plus important pour un solvant dosé en NaCl. Cette différence est attribuée à la force ionique qui est plus importante pour le solvant dosé en NaCl.

Lors de la phase 2 (solvant correspondant à l'eau osmosée), le relargage du Calcium fait suite au relargage observé lors de la phase 1. Celui-ci semble tout de même plus faible. Deux facteurs peuvent expliquer ce résultat ;

- Le débit présenté Figure 5-23 indique un passage plus rapide du solvant dès le début de la phase 2 du fait de la présence de microfissure dans le matériau du au séchage partiel nécessaire pour le montage de la cellule de percolation. Le passage rapide du solvant à travers le matériau impact la quantité de Zinc relargué dans le lixiviat.

- La force ionique du solvant plus faible lors de la phase 2 pourrait expliquer la différence de relargage du calcium.

5.4.3.3.2. Ad/De-ZnCl

La Figure 5-34 présente la concentration (en mg/L) des éléments Calcium et Zinc en fonction du volume de solvant passé pour la phase 1 et la phase 2 de l'essai.

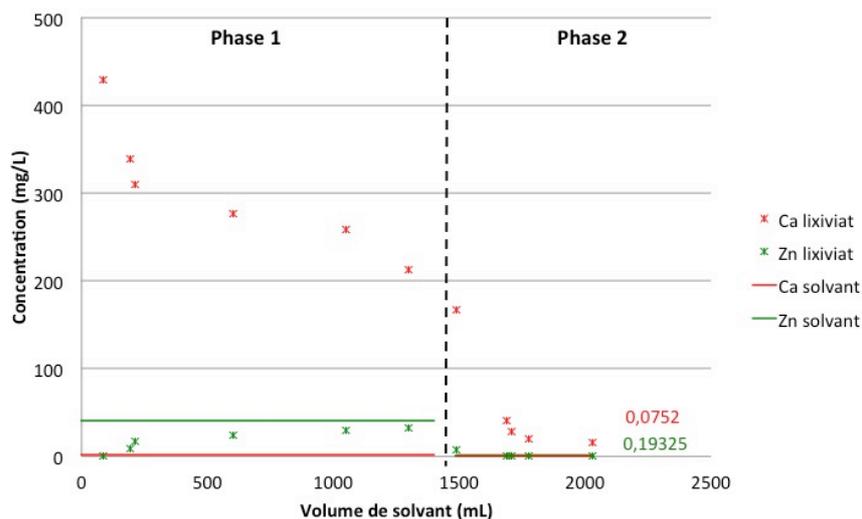


Figure 5-34 : Concentration des éléments Ca et Zn des prélèvements en fonction du volume de solvant (essai Ad/De-ZnCl : formulation C=18% w/w_L=2 M=50%)

Zinc

Lors de la phase 1, la concentration en Zinc des lixiviats augmente progressivement en fonction du volume de solvant passé jusqu'à se stabiliser à la concentration du solvant. Cette évolution retranscrit une élimination du Zinc dans le solvant due à son adsorption par le BAMS. Les sites d'adsorption sont progressivement occupés. Le BAMS adsorbe de moins en moins de Zinc jusqu'à être saturé et ne plus en adsorber. La concentration en Zinc du lixiviat correspond alors à la concentration en Zinc du solvant.

L'adsorption du Zinc sur le BAMS correspond à des sites soit de l'argile, soit des composés issus de l'hydratation du ciment tel que le gel CSH qui possède une capacité d'adsorption importante (Cocke D.L., 1992). La nature de l'adsorption dans les deux cas correspond à des échanges cationiques et/ou à la formation de composés hydroxydes. Le pH de la solution influence la nature de l'adsorption du Zinc sur le matériau car selon ce paramètre, le Zinc se retrouve sous différentes formes (Figure 5-30). Le pH lors de la phase 1 basique dès le premier prélèvement diminue et se stabilise à un pH neutre voir acide (Figure 5-29). L'acidification du pH favorise l'adsorption du Zinc par échange cationique sous la forme Zn^{2+} .

L'adsorption en Zinc du BAMS notée A_{Zn} est calculée en pourcentage par la formule suivante;

$$A_{Zn}(\%) = \frac{C_{sol}(Zn) - C_i(Zn)}{C_{sol}(Zn)} * 100$$

Avec;

- $C_{sol}(Zn)$ la concentration en Zinc du solvant,
- $C_i(Zn)$ la concentration en Zinc du lixiviat n°i.

La Figure 5-35 présente l'évolution de l'adsorption du BAMS pour chaque prélèvement en fonction du volume de solvant passé.

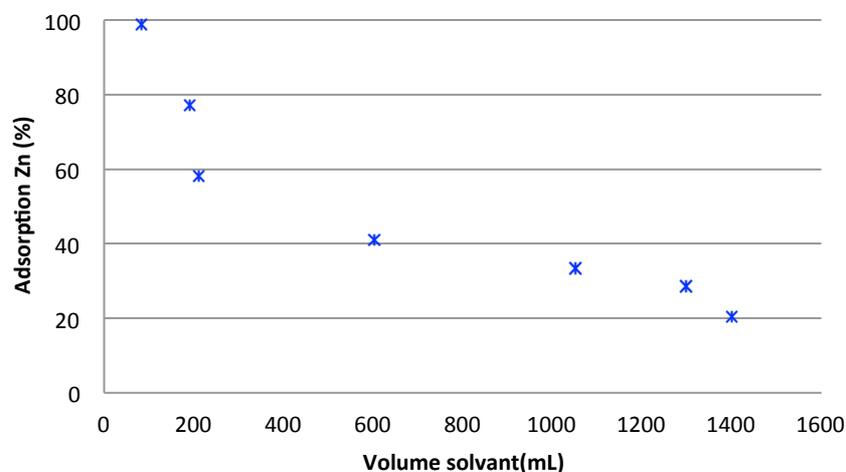


Figure 5-35 : Adsorption du Zinc en fonction du volume de solvant pour la phase 1 (essai Ad/De-ZnCl ; C=18% w/w_L=2 M=50%)

Le prélèvement n°1 présente une adsorption par le BAMS en Zinc de 98,90%. Dans la littérature, (Larakeb M. Youcef L., 2014) présente une adsorption de 98,24% pour une bentonite sodique avec un dosage en Zinc de 5mg/L pour 1g de bentonite. Le rapport du dosage en Zinc de la solution avec la quantité de matière est un paramètre influençant l'adsorption. Celui-ci est similaire à celui de notre étude en considérant la quantité de BAMS et pas seulement la quantité d'argile (Solvant dosé en Zinc à 811mg/L pour 96g de matériau BAMS dont 21g de bentonite calcique). L'adsorption ne correspondrait donc pas uniquement aux sites de l'argile mais également par ceux des composés issus de l'hydratation du ciment.

La Figure 5-35 présente une diminution de l'adsorption du Zinc par le BAMS en fonction du volume de solvant passé car les sites d'adsorption sont progressivement « occupés ». L'essai n'est pas arrivé à saturation puisque le dernier prélèvement correspond à une adsorption non nulle de l'ordre de 20%. La masse de Zinc totale fixée par le BAMS à la

fin de la phase 1 est estimée à 23mg (pour une éprouvette de BAMS de 96g dont 21g de bentonite).

Lors de la phase 2, la désorption du Zinc notée D_{Zn} est calculée en pourcentage par la formule suivante;

$$D_{Zn}(\%) = \frac{m_i(Zn)}{m_{tot}(Zn)} * 100$$

Avec ;

- $m_i(Zn)$ la masse de Zinc relarguée par le BAMS à l'instant $t=i$,
- $m_{tot}(Zn)$ la masse totale de Zinc adsorbée par le BAMS pendant la phase 1.

La désorption diminue rapidement dès les premiers volumes de solvant passés (Figure 5-36). La désorption du Zinc pour le premier prélèvement serait a priori surestimée car une partie du Zinc mesurée dans le lixiviat provient des résidus de solvant de la phase 1 et pourrait ne pas avoir été fixée par le matériau.

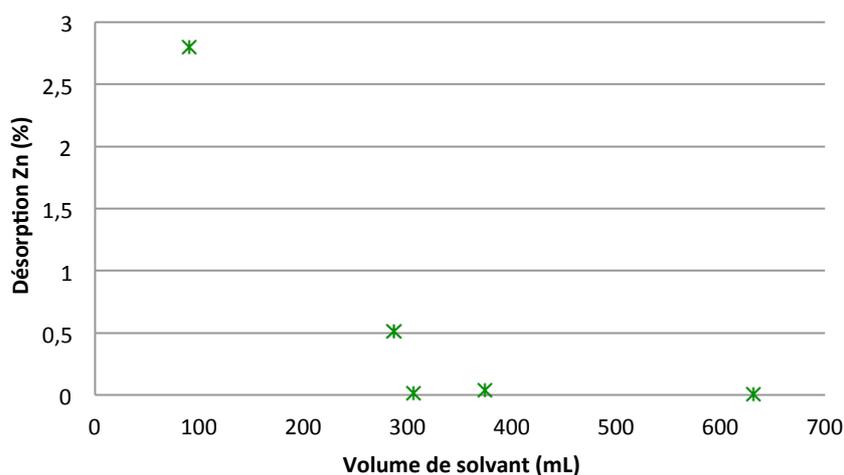


Figure 5-36 : Désorption du Zinc en fonction du volume de solvant pour la phase 2 (essai Ad/De-ZnCl ; C=18% w/w_L=2 M=50%)

La quantité de Zinc désorbée lors de la phase 2 (estimée à 0,8mg) correspond à 3,5% de celle adsorbée lors de la phase 1 (estimée à 23mg). Les mécanismes d'adsorption ne sont donc pas réversibles. L'alcalinisation du solvant et la faible conductivité observées lors de la phase 2 (conditions qui ont tendance à freiner la désorption des cations) expliquent ce résultat.

Calcium

Lors de la phase 1, la concentration en Calcium élevée dès le premier lixiviat diminue en fonction du volume de solvant passé (Figure 5-34). Ce relargage observé également pour l'essai de lixiviation Lix0 est en proportion plus importante dans le cas d'un solvant de

Chlorure de Zinc. Comme pour le solvant NaCl, la différence de conductivité peut expliquer cette différence de quantité de Calcium relargué. Elle peut également être due à l'adsorption du Zinc en substitution au Calcium. Certaines études ont pu montrer que le Zinc adsorbé par le gel CSH ne se substitue pas au Calcium mais est incorporé (Ziegler F., 2001). Le relargage important du Calcium par rapport à l'essai de référence Lix0 provient serait donc attribué à la substitution du Zinc aux cations de Calcium interfoliaires de la bentonite et non à ceux du gel CSH.

Lors de la phase 2, la concentration en Calcium des lixiviats diminue en fonction du volume de solvant de manière significative par rapport à la fin de la phase 1. Il semblerait que le relargage du Calcium par le matériau lors de cette phase soit freiné par la désorption du Zinc ou plutôt que celui-ci ne soit plus favorisé par l'adsorption du Zinc. La force ionique plus faible dans la phase 2 que dans la phase 1 participe également à freiner ce relargage.

5.4.4. Relargage du Zinc par le BAMS

5.4.4.1. Evolution du pH

La Figure 5-37 présente le pH du lixiviat en fonction du solvant passé.

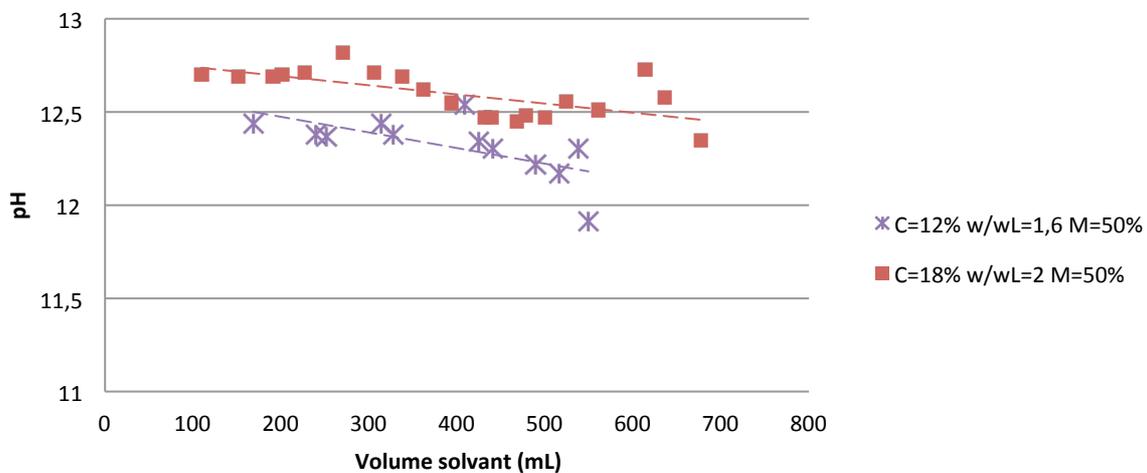


Figure 5-37 : pH en fonction du volume de solvant pour les essais de lixiviation Lix2 et Lix 4

Le pH du lixiviat varie peu en fonction du solvant passé. Il est basique alors que le pH du solvant est acide (pH=4). Le solvant est alcalinisé par les composés alcalins issus de l'hydratation du ciment comme cela a pu être observé dans les essais précédents.

A volume de solvant passé fixe, le pH est d'autant plus important que le pourcentage de ciment est élevé. La différence de pH entre les formulations peut impacter le relargage du Zinc. L'augmentation du pH favorise la précipitation du Zinc sous la forme $Zn(OH)_2$ et

diminue le relargage sous la forme Zn^{2+} . Cependant la formation du complexe $Zn(OH)_4^{2-}$ à pH très basique peut participer au relargage du Zinc.

5.4.4.2. Evolution de la conductivité

La Figure 5-38 présente la conductivité du lixiviat en fonction du solvant passé.

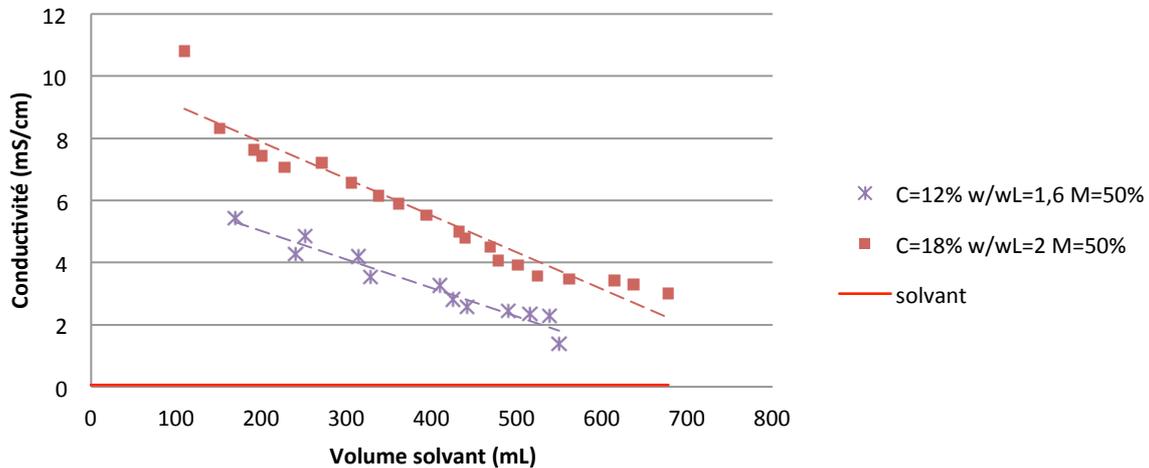


Figure 5-38 : Conductivité en fonction du volume de solvant pour les essais de lixiviation Lix2 et Lix4

La conductivité diminue linéairement en fonction du volume de solvant passé. Pour un volume de solvant passé fixe, la conductivité est d'autant plus importante que le pourcentage de ciment est élevé. Une conductivité élevée favorise la mobilité du Zinc. La différence de conductivité entre les formulations peut impacter le relargage du Zinc.

5.4.4.3. Résultats et discussion de l'analyse au spectromètre de masse

Le relargage du Zinc par le BAMS noté R_{Zn} est calculé en pourcentage à partir de la formule suivante;

$$R_{Zn}(\%) = \frac{m_i(Zn)}{m_{\text{ép.}, t=i}(Zn)} * 100$$

Avec

- $m_{\text{ép.}, t=i}(Zn)$, la masse de Zinc dans une éprouvette du BAMS à l'instant $t=i$,
- $m_i(Zn)$, la masse de Zinc dans le volume de lixiviat récupéré à l'instant $t=i$.

La Figure 5-39 présente le relargage du Zinc en fonction du volume de solvant pour les différentes formulations. Les débits des formulations avec $M=0\%$ n'ont permis d'effectuer qu'un seul prélèvement. Les résultats permettent cependant de comparer les formulations et d'établir des conclusions sur le relargage du BAMS. Il est à noter que les débits des

formulations sont différents (Figure 5-40) ce qui va impacter le relargage du Zinc. Celui-ci est à considérer en prenant en compte ;

- L'évolution du débit ; Si le débit n'est pas stabilisé comme cela est le cas dès les premiers prélèvements, le passage du solvant correspond à une infiltration par les fissures du matériau et est donc faiblement soumis au relargage.
- La perméabilité du matériau ; Un matériau présentant une perméabilité élevée augmente ses surfaces lavées par le solvant qui sera d'autant plus soumis au relargage.
- Le temps de passage du solvant ; Un débit faible correspond en effet à un matériau dont les surfaces du matériau sont faiblement lavées mais plus le solvant « stagne » dans l'éprouvette plus celui-ci est soumis au relargage.

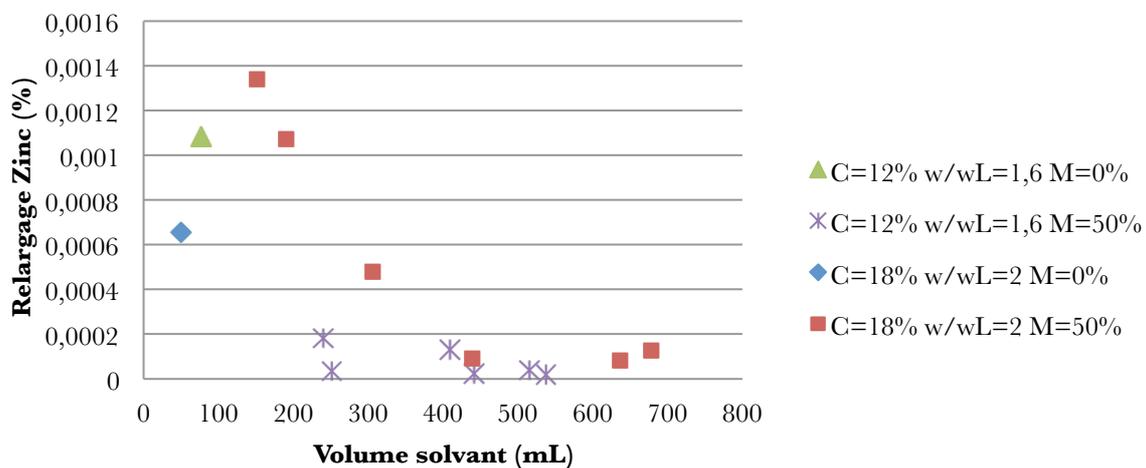


Figure 5-39 : Relargage du Zinc en fonction du volume de solvant pour les essais de lixiviation Lix1, Lix2, Lix3 et Lix4

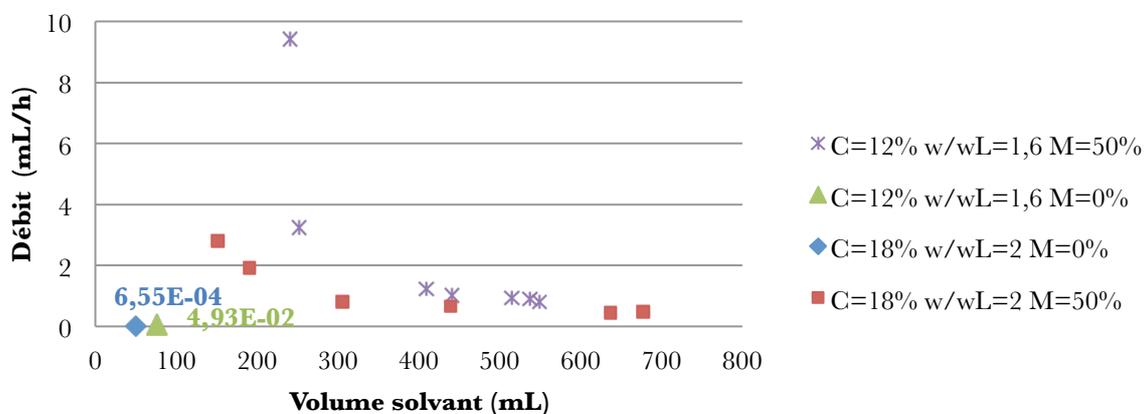


Figure 5-40 : Débit en fonction du volume de solvant les prélèvements analysés au spectromètre de masse pour les 4 formulations testées

Pour la formulation C=12% w/w_L=1,6 M=0%, le relargage du prélèvement n°1 est plus important que celui de la formulation C=12% w/w_L=1,6 M=50%. Le faible débit de la formulation C=12% w/w_L=1,6 M=0% est dû à une faible perméabilité mais le temps de passage a soumis le solvant à un relargage important alors que pour la formulation C=12% w/w_L=1,6 M=50%, la diminution du débit indique que pour le 1^{er} prélèvement le solvant s'est écoulé à travers les fissures du BAMS. Par conséquent le matériau n'a pas été réellement « lavé » par le solvant. Celui-ci a donc été faiblement soumis au relargage.

La formulation C=18% w/w_L=2 M=50% présente un relargage plus élevé que la formulation C=18% w/w_L=2 M=0%. Bien que le faible débit de la formulation C=18% w/w_L=2 M=0% soumet le matériau à un relargage plus important de part une infiltration plus lente, les surfaces lavées pour la formulation C=18% w/w_L=2 M=50% sont plus importantes et le matériau est soumis à un relargage plus important que la formulation C=18% w/w_L=2 M=0%. Cette différence de relargage est due à l'augmentation de la perméabilité du matériau par l'ajout de mousse.

La formulation C=18% w/w_L=2 M=50% présente une diminution progressive du relargage du Zinc avec le volume de solvant passé alors que la formulation C=12% w/w_L=1,6 M=50% semble stable. Le 1^{er} prélèvement de la formulation C=12% w/w_L=1,6 M=50% correspond à une infiltration du solvant à travers les fissures du BAMS. Progressivement les fissures se sont refermées et l'infiltration du solvant participe d'avantage à « laver » les surfaces du matériau. Cependant la quantité de Zinc relarguée diminue progressivement en fonction du volume de solvant passé ce qui explique l'évolution presque stable du relargage pour la formulation C=12% w/w_L=1,6 M=50%.

Le relargage total est estimé respectivement pour la formulations C=18% w/w_L=2 M=50% et pour la formulation C=12% w/w_L=1,6 M=50% à 0,0064% et 0,00065%. Cette différence de relargage s'explique par la différence de la structure poreuse et des propriétés de transfert. La porosité accessible à l'eau et la perméabilité plus importante pour la formulation C=18% w/w_L=2 M=50% que pour la formulation C=12% w/w_L=1,6 M=50% expose le BAMS à un relargage du Zinc plus important. Il est à noter que l'augmentation du pourcentage de ciment ne permet pas de diminuer le relargage. Celui-ci est donc fortement corrélé à la porosité et à la perméabilité du BAMS.

Le Zinc initialement lié aux sites interfoliaires de la bentonite peut également être lié aux composés issus des mécanismes d'hydratation. En effet lors des mécanismes d'hydratation, le Zinc peut être un centre de nucléation pour la formation des hydrates (Murat M. S. E., 1990) (Roy A., 1992) et il peut également s'incorporer dans les CSH (Moudilou E., 2000). Les

mécanismes de relargage du Zinc concernent donc les propriétés de l'ensemble de la matrice cimentaire.

Le pH plus élevé pour la formulation C=18% w/w_L=2 M=50% favorise la précipitation de Zn(OH)₂ et diminue le relargage sous la forme Zn²⁺. Cependant la formation du complexe Zn(OH)₄²⁻ à pH très basique peut participer au relargage du Zinc plus important pour la formulation C=18% w/w_L=2 M=50%. La conductivité plus importante pour C=18% w/w_L=2 M=50% (ce qui favorise la mobilité du Zinc) participe également au relargage du Zinc.

La quantité de Zinc relarguée par le BAMS de la formulation C=18% w/w_L=2 M=50% est comparée au niveau seuil défini par la législation permettant d'évaluer l'impact environnemental du matériau. Le niveau seuil est établi pour un volume de solvant passé (en Litre) par rapport à une quantité de matière du matériau (en kg) égal à 10. Dans le cadre de nos travaux, l'essai a été effectué jusqu'à un rapport de 7. Bien que celui-ci soit inférieur à celui référencé par la législation, le relargage obtenu pour le dernier lixiviat a été extrapolé jusqu'au passage d'un volume d'eau correspond au rapport L/S=10. La quantité de Zinc relarguée (par rapport à la quantité de matériau sec) par le BAMS est largement inférieure à celle définie par la législation ce qui permet de valider l'utilisation du BAMS sans impact environnemental (Tableau 5-6).

Tableau 5-6 : Relargage du Zinc du BAMS et niveau seuil défini par la législation

Concentration en Zinc totale en mg/kg de matériau sec	
BAMS Formulation C=18% w/w _L =2 M=50%	Niveau seuil
0,0937	4

5.4.5. Evaluation de la consolidation du matériau : Turbidité

La turbidité permet d'évaluer la consolidation du matériau et l'arrachement des particules lors du passage forcé du solvant. C'est une méthode simple qui permet une évaluation qualitative de la consolidation du matériau.

La Figure 5-41 et la Figure 5-42 présentent respectivement pour les essais Ad/De-NaCl et Ad/De-ZnCl, les turbidités en fonction du volume de solvant. La Figure 5-43 présente la turbidité pour les essais de lixiviation Lix1, Lix2 et Lix4 en fonction du volume de solvant passé. Les mesures de la turbidité sont dispersées. Cette dispersion est attribuée à la limite de détection de l'appareil de mesure.

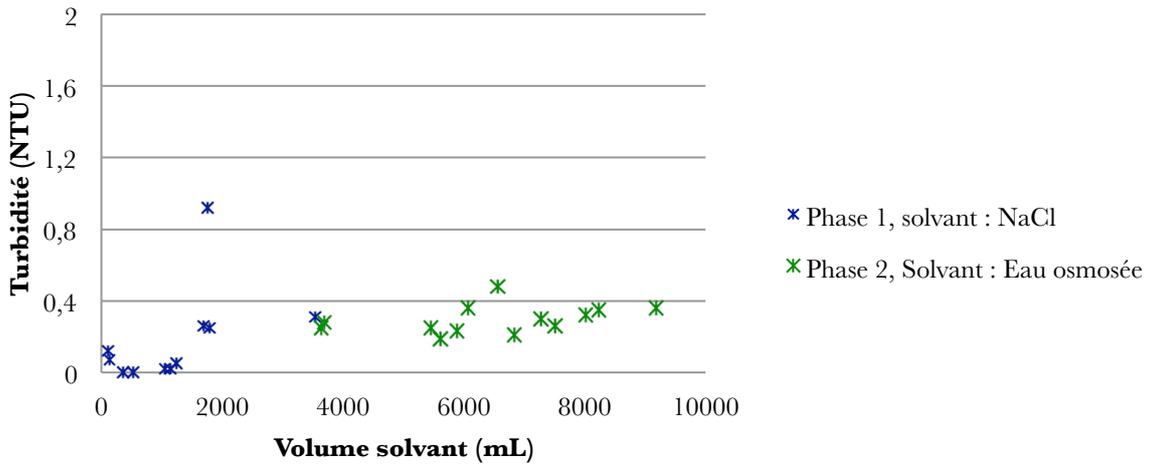


Figure 5-41 : Turbidité en fonction du volume de solvant pour l'essai Ad/De-NaCl

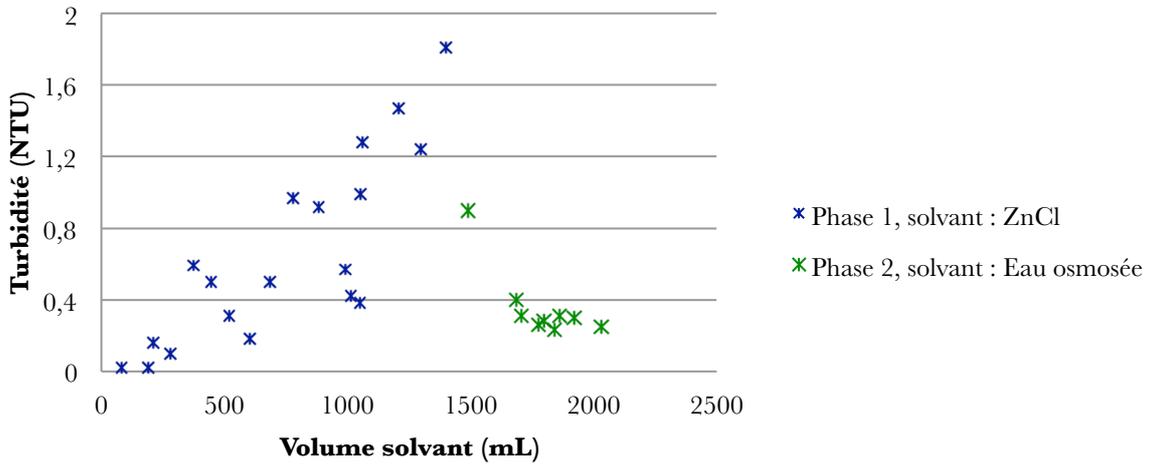


Figure 5-42 : Turbidité en fonction du volume de solvant pour l'essai Ad/De-ZnCl

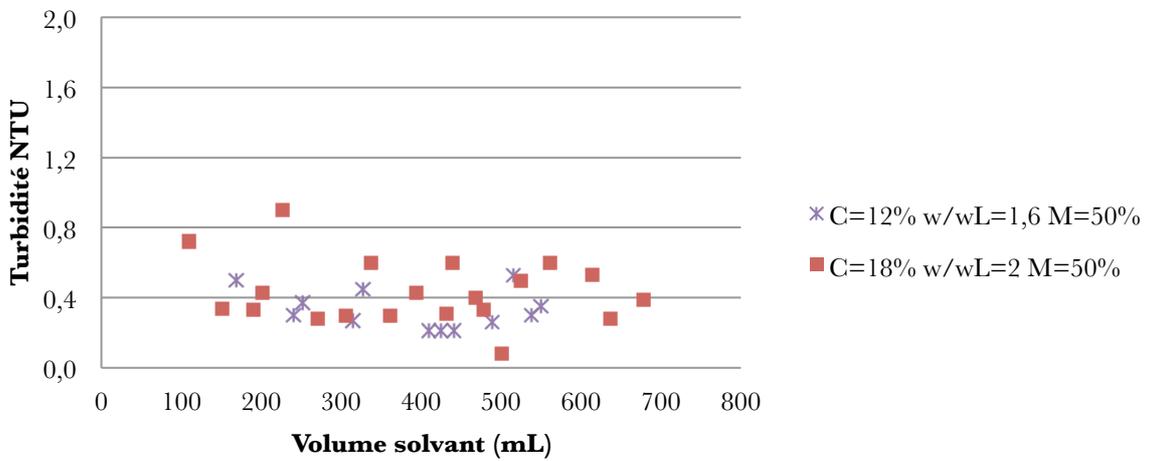


Figure 5-43 : Turbidité en fonction du volume de solvant pour les essais de lixiviation Lix2 et Lix4

Pour les essais Ad/De-NaCl et Ad/De-ZnCl :

Lors de la phase 1 la turbidité augmente en fonction du volume de solvant passé. Le phénomène d'arrachement des particules du matériau s'accroît donc par le passage du solvant. Cet effet est plus marqué pour le solvant dosé en Zinc alors que le volume passé est plus faible. Pour un volume passé identique (1500mL), la turbidité moyenne de l'essai Ad/De-NaCl est en moyenne égale à 0,07NTU alors que celle de l'essai Ad/De-ZnCl est égale à 0,65NTU. La différence de pH de la phase 1 entre les deux essais explique cette différence d'arrachement des particules. En pH acide, l'arrachement des particules est plus important.

Lors de la phase 2, correspondant au passage de l'eau osmosée, les deux essais présentent une turbidité similaire et relativement constante en fonction du volume de lixiviat passé. Elle est en moyenne égale à 0,3NTU. Lors de cette phase pour les deux essais, le pH des lixiviats est similaire et basique ce qui conforte l'idée que le pH est un paramètre influençant l'arrachement des particules.

Pour les essais Lix1, Lix2 et Lix4 :

La turbidité est stable comme cela a été observé pour la phase 2 des essais Ad/De-NaCl et Ad/De-ZnCl. Il semble donc que l'arrachement des particules a particulièrement lieu pour un milieu acide. Selon les formulations testées la turbidité est similaire et ne dépend donc pas de l'incorporation de la mousse ou du pourcentage de ciment bien que les propriétés de transfert et les caractéristiques de la structure poreuse diffèrent selon les paramètres de formulation (perméabilité, distribution de pore).

De manière générale, la turbidité mesurée pour l'ensemble de ces essais est faible et permet donc de conclure sur l'efficacité du ciment à consolider le sol (les sédiments) traité(s).

5.5. Conclusion Durabilité

La perméabilité intrinsèque du matériau augmente avec l'incorporation de la mousse ce qui permet de voir que le réseau poreux créé par la mousse est ouvert. Cette ouverture dépend des caractéristiques de la matrice cimentaire liées au choix du pourcentage de ciment par rapport à la valeur de w/w_L . La perméabilité intrinsèque de la matrice cimentaire égale pour la formulation $C=18\%$ $w/w_L=2$ $M=0\%$ à $0,47 \cdot 10^{-13} m^2$ est multipliée par 10 par l'ajout de mousse pour une expansion de volume de 1,33 (soit un pourcentage de mousse incorporée égal à 33%).

Les images MEB et tomographiques révèlent un réseau poreux constitué de pores sphériques, isolés entre eux et isolés de la surface de l'échantillon par la matrice cimentaire.

La porosité de la matrice cimentaire observée par les images MEB est due à une porosité intra-particulaire (structure en feuillet de l'argile et structure des hydrates) et une porosité inter-particulaire. Une porosité plus grossière de la matrice cimentaire est également observée par les données de la tomographie X. Cette porosité est constituée de bulles d'air créées lors des dégagements gazeux des mécanismes d'hydratation et de microfissures dues à la rétractation de l'argile.

Les essais de la porosité à l'eau et de la porosité au mercure ont mis en évidence une accessibilité partielle et limitée des pores de la mousse du BAMS. Les résultats de la porosimétrie au mercure présentent une porosité bimodale. Un rayon critique d'intrusion est estimé à 18,7 μ m. La porosité à l'eau met en évidence la non-accessibilité de certains pores de la mousse par une perte d'eau après immersion plus importante pour les formulations sans mousse (M=0%) par rapport à celle avec mousse (M=50%).

Les pores de la mousse qui ont plus ou moins fusionnés lors de leur incorporation à la matrice cimentaire présente une certaine distribution de taille qui a pu être étudiée par l'exploitation des données tomographiques. Le rayon moyen pour les formulations C=12% w/w_L=1,6 M=50% et pour C=18% w/w_L=2 M=50% est respectivement égal à 0,46mm et de 0,29mm. La fluidité élevée du mélange intermédiaire de la formulation C=18% w/w_L=2 (permettant de minimiser l'éclatement des bulles d'air de la mousse) génère un réseau poreux constitué de taille de pore en moyenne plus petite.

Les différents essais de lixiviation menés ont permis d'étudier l'adsorption du BAMS de charges et l'inertage des polluants par le traitement au ciment. Les résultats suivants ont été établis:

- Pour l'essai Ad/De-ZnCl, dans les conditions de pH acide, le Zinc est fortement adsorbée par le BAMS par un échange cationique sous la forme Zn²⁺. Les sites d'adsorption correspondent à la fois aux sites interfoliaires de la bentonite et à ceux des composés issus de l'hydratation du ciment tel que le gel CSH. L'adsorption du Zinc n'est pas totalement réversible. Cette irréversibilité est due à l'alcalinisation du pH et à la diminution de la force ionique lors du passage d'une eau osmosée qui défavorisent la désorption des cations.
- Lors des essais Ad/De-NaCl et Ad/De-ZnCl, le BAMS relargue une certaine quantité de Calcium. Ce relargage également observé lors du passage d'une eau osmosée est d'autant plus important pour un solvant dosé en NaCl et en ZnCl de part l'influence de la force ionique du milieu.

- Les essais de lixiviation effectués avec un BAMS pollué en Zinc pour différentes formulations ont permis de mettre en évidence l'augmentation de la quantité de Zinc relarguée par le BAMS avec l'augmentation de la perméabilité du matériau. Le relargage total qui est estimé respectivement pour la formulations C=18% w/w_L=2 M=50% et pour la formulation C=12% w/w_L=1,6 M=50% à 0,0064% et 0,00065% est faible. La quantité de Zinc relarguée est largement inférieure au seuil défini par la législation pour la mise en décharge des déchets (utilisé afin d'évaluer l'impact environnemental d'un matériau). L'inertage du ciment pour des sédiments saturés en Zinc est jugé efficace et l'utilisation d'un tel matériau en aménagement portuaire peut donc être envisagée sans impact environnemental.

L'arrachement des particules lors du passage forcé d'un solvant évalué par la turbidité des lixiviats dépend de la nature du milieu et plus particulièrement de son acidité. Pour un solvant correspondant à une eau osmosée et à une eau saline, la turbidité relativement faible est stable en fonction du volume de solvant passé. Dans le cas d'un solvant dosé en ZnCl pour lequel le milieu est acide, la turbidité plus importante augmente avec le volume de solvant passé. La turbidité semble ne pas dépendre du taux d'incorporation de la mousse ainsi que du pourcentage de ciment. Les faibles valeurs mesurées pour l'ensemble des formulations testées permettent de conclure sur l'efficacité du ciment à consolider le sol (les sédiments) traité(s).

Conclusion générale et perspectives

Les travaux menés dans cette étude s'inscrivent dans la problématique de valoriser les sédiments en présentant un bilan économique et écologique avantageux. De nombreux projets ont permis de mettre en place et de valider l'utilisation des sédiments dans diverses filières de valorisation. Cependant leurs utilisations nécessitent souvent des traitements coûteux et avec un fort impact environnemental. Une réutilisation en tant que matière première des sédiments dans la fabrication d'un béton directement sur le site du dragage permettrait de simplifier la logistique de la gestion à terre et de réduire de manière considérable les coûts et l'impact environnemental tout en appliquant un traitement pour inérer les polluants présents dans les sédiments. Ce matériau est envisagé pour des travaux de rénovation de quai tel que le remplissage entre deux rideaux de palplanches. Les densités visées pour une telle application sont de l'ordre de 1,2. Un procédé d'incorporation d'une mousse (à base de protéines animales) lors de la fabrication du béton pour alléger le matériau a été retenu.

L'étude s'est particulièrement attachée à valoriser un sol argileux car c'est cette partie des sédiments qui restent encore difficilement valorisable. En effet l'argile possède des caractéristiques particulières dues à sa structure en feuillet (capacité de rétention des polluants élevée, capacité de gonflement au contact de l'eau qui la rend sensible aux conditions hydriques). Un prélèvement naturel ne permet pas d'axer notre étude sur un sol fin et présente une certaine variabilité pouvant fausser l'interprétation des résultats. Pour pallier ces problèmes, un sol modèle constitué de bentonite calcique et de sable calibré est utilisé. Les proportions sont fixées respectivement pour la bentonite et le sable correcteur à 80% et 20% de manière à atteindre une limite de liquidité égale à 90%.

Les objectifs de l'étude sont :

- Mettre en place une méthode de formulation adaptée pour le traitement au ciment d'un sol fin prenant en compte la teneur en eau et la limite de liquidité du sol.
- Maîtriser les caractéristiques à l'état frais du matériau tels que la densité, l'ouvrabilité et le temps de prise.
- Evaluer les caractéristiques mécaniques du matériau et l'influence des paramètres de formulation sur celles-ci.
- Relier la résistance mécanique et la densité en fonction des paramètres de formulation afin d'aider au choix de la formulation.

- Via des essais non-destructifs (vitesse des ultrasons, scléromètre) mettre en place des modèles permettant de vérifier les caractéristiques mécaniques du matériau sur chantier.
- Evaluer la variation dimensionnelle après la mise en place du matériau selon les conditions hydriques.
- Caractériser le réseau poreux pour juger de l'exposition du matériau aux agents extérieurs.
- Evaluer l'efficacité de l'inertage par le traitement au ciment des polluants fixés par le sol.

L'étude de la **densité à l'état frais** a permis de mettre en évidence l'existence d'une valeur seuil de w/w_L (noté k_{seuil}) à partir de laquelle la fluidité du mélange intermédiaire permet d'optimiser l'abaissement de la densité. Cette valeur seuil est propre à chaque pourcentage de ciment. L'évolution de l'ouvrabilité en fonction des paramètres de formulation reflète également l'existence de cette valeur seuil avec une augmentation de la fluidité du matériau avec l'allègement du matériau c'est à dire avec l'incorporation de la mousse.

La présence des bulles d'air de la mousse retarde la diminution de la fluidité du BAMS causée par la prise du ciment et augmente les temps de prise du ciment évalués par l'essai Vicat (temps de début et de fin de prise). Ces effets sont attribués à un ralentissement des mécanismes d'hydratation du ciment du à l'atténuation des phénomènes de diffusion des ions dans la matrice cimentaire.

Pour $w/w_L > k_{\text{seuil}}$ la densité et l'ouvrabilité sont optimisées cependant **les caractéristiques mécaniques** du BAMS sont fortement impactées par l'apport important d'eau nécessaire pour obtenir cette fluidité élevée permettant l'optimisation de l'abaissement de la densité. L'abaissement de la résistance mécanique avec l'ajout de mousse est d'autant plus important que les valeurs de w/w_L sont faibles ($w/w_L < k_{\text{seuil}}$) et que le pourcentage de ciment est élevé. Cependant pour un pourcentage de mousse fixé, l'augmentation de C permet d'améliorer les caractéristiques mécaniques quel que soit les valeurs de w/w_L . Par conséquent, pour une valeur de w/w_L fixée, pour optimiser la résistance il faut soit augmenter le pourcentage de ciment ce qui augmente k_{seuil} et nuit à l'abaissement de la densité, soit limiter l'ajout de mousse (ce qui ne permet pas d'abaisser la densité). Il y a donc un compromis entre résistance et densité. Augmenter le pourcentage de ciment permet cependant de limiter ce compromis. Celui-ci peut être évalué par un modèle bi-variable reliant la résistance mécanique, la densité et le pourcentage de ciment. Ce modèle permet de fixer le traitement de ciment à appliquer pour une combinaison $(R_c; d)$ visée. Le pourcentage de mousse est ensuite fixé par les courbes de la densité en fonction du rapport w/w_L et du pourcentage de mousse.

Le BAMS présente un gain en résistance plus important qu'un béton classique entre 28jours et 90jours. Cette évolution est due à un effet réservoir d'eau de l'argile qui permet une poursuite des mécanismes d'hydratation.

La résistance mécanique en compression est reliée à la vitesse des ultrasons et à la valeur rebond au scléromètre dans le but d'estimer la résistance mécanique par un **contrôle non-destructif**. Les modèles mis en place en prenant en compte l'ensemble des formulations présentent une faible fiabilité. En effet la vitesse des ultrasons et le scléromètre sont très sensibles à l'incorporation de la mousse indépendamment du rapport w/w_L et de C contrairement à la résistance mécanique en compression. Des modèles bi-variables prenant en compte l'influence de C sur R_c ont permis d'améliorer la fiabilité de l'estimation de la résistance mécanique. Dans le cas de la vitesse des ultrason, le modèle ne retranscrit pas le gain en résistance du matériau entre 28jours et 90jours à cause de la perte d'eau du matériau qui génère une porosité qui impacte fortement l'évolution de la vitesse des ultrason. Le modèle peut être amélioré en intégrant la sensibilité aux conditions hydriques du matériau de la vitesse des ultrasons.

La **variation dimensionnelle** du BAMS étudiée par des essais de retrait linéaire dans les conditions d'humidité HR=90% a permis d'observer une dilatation du matériau. Dans ces conditions, le retrait endogène est négligeable. Le retrait étudié dans les conditions HR=50% correspond à l'enchaînement d'un retrait pastique et d'un retrait par dessiccation. Ces deux types de retrait diminuent lorsque le pourcentage massique de ciment et le taux d'incorporation de la mousse augmentent. Avant le durcissement (retrait plastique), les pores de la mousse atténuent la réduction de volume du matériau provoquée par l'évaporation rapide de l'eau en surface. A l'état durcit (retrait par dessiccation), les pores de la mousse diminuent les tractions internes dues au phénomène de capillarité. L'aération du matériau par la mousse permet de réduire la variation dimensionnelle du matériau.

La **perméabilité intrinsèque** du matériau augmente avec le taux d'incorporation de la mousse. Selon le choix du pourcentage de ciment par rapport au rapport w/w_L , pour un taux d'incorporation des bulles d'air de la mousse identique, la perméabilité intrinsèque n'est pas similaire. La perméabilité de la matrice cimentaire impacte la perméabilité totale du matériau pour un même taux d'incorporation de la mousse. Ce résultat met en évidence une accessibilité partielle du réseau poreux. La **porosité au mercure** met également en exergue cette accessibilité partielle avec une répartition bimodale de la porosité. Un rayon critique d'intrusion définissant la taille à partir de laquelle les chemins d'accessibilité sont continus est estimé à $18,7\mu\text{m}$. Un effet « bouteille d'encre » important est observé retranscrivant une

différence importante d'entrée de pore et de taille réelle de pore ce qui met en évidence un réseau poreux correspondant à un ensemble de pores (pores issus de la mousse) connectés par une porosité plus fine (porosité de la matrice cimentaire).

Le réseau poreux est visualisées par les **images MEB et tomographiques** qui permettent d'observées des pores sphériques, isolés entres eux et isolés de la surface de l'échantillon par la matrice cimentaire. Cette porosité observée par les images MEB est due à une porosité intra-particulaire (structure en feuillet de l'argile et structure des hydrates) et une porosité inter-particulaire. Une porosité plus grossière est également observée par les données de la tomographie X. Cette porosité est constituée de bulles d'air créées lors des dégagements gazeux des mécanismes d'hydratation et de microfissures dues à la rétractation de l'argile. Le rayon moyen de ces pores plus grossiers est de l'ordre de 10 μ m. La porosité de ces pores grossiers est de l'ordre de 1% par rapport au volume total de BAMS.

La fissuration du BAMS a nécessité de repenser l'essai de la **porosité à l'eau**. Le scénario adopté s'avère peu révélateur du réseau poreux pour comparer les différentes formulations cependant il révèle l'accessibilité partielle du réseau poreux par une absorption de l'eau peu significative par rapport à la perte d'eau du matériau sans mousse.

L'évaluation du réseau poreux permet d'anticiper l'évaluation de l'efficacité de l'inertage des polluants par le ciment ou l'absorption d'autres polluants. En effet diminuer la perméabilité permet de diminuer les surfaces contaminées ou lavées lors du passage d'un solvant. L'étude du réseau poreux a mis en évidence une l'ouverture et la connectivité d'une partie des pores laissant présager un relargage non-négligeable des polluants. Cependant les surfaces atteintes sont limitées car les pores d'entrée du réseau poreux continu sont estimés à 4 μ m (mode II).

Les différents **essais de lixiviation** menés ont permis d'évaluer l'adsorption et la désorption de charges ainsi que l'inertage des polluants par le ciment. Les résultats suivants ont été établis ;

Le BAMS a une capacité d'adsorption du Zinc importante (>2,4% de sa masse). Cette adsorption s'effectue par les sites de la bentonite mais également par les composés issus de l'hydratation du ciment tels que les CSH. Le Zinc adsorbée pendant cette phase de l'essai est faiblement désorbée (3,5%) lors de la deuxième phase. L'irréversibilité des mécanismes est due à la différence de pH et de force ionique du milieu entre les deux phases de l'essai.

Le BAMS est « lavé » de son Calcium. Ce relargage observé lors du passage d'un solvant neutre (eau osmosée) est d'autant plus important pour un solvant dosé en NaCl et en ZnCl de part l'influence de la force ionique du milieu.

Les essais de lixiviation montrent un certain relargage du Zinc fixé préalablement sur la bentonite. Plusieurs facteurs qui sont directement liés à l'augmentation de la perméabilité favorisent ce relargage ;

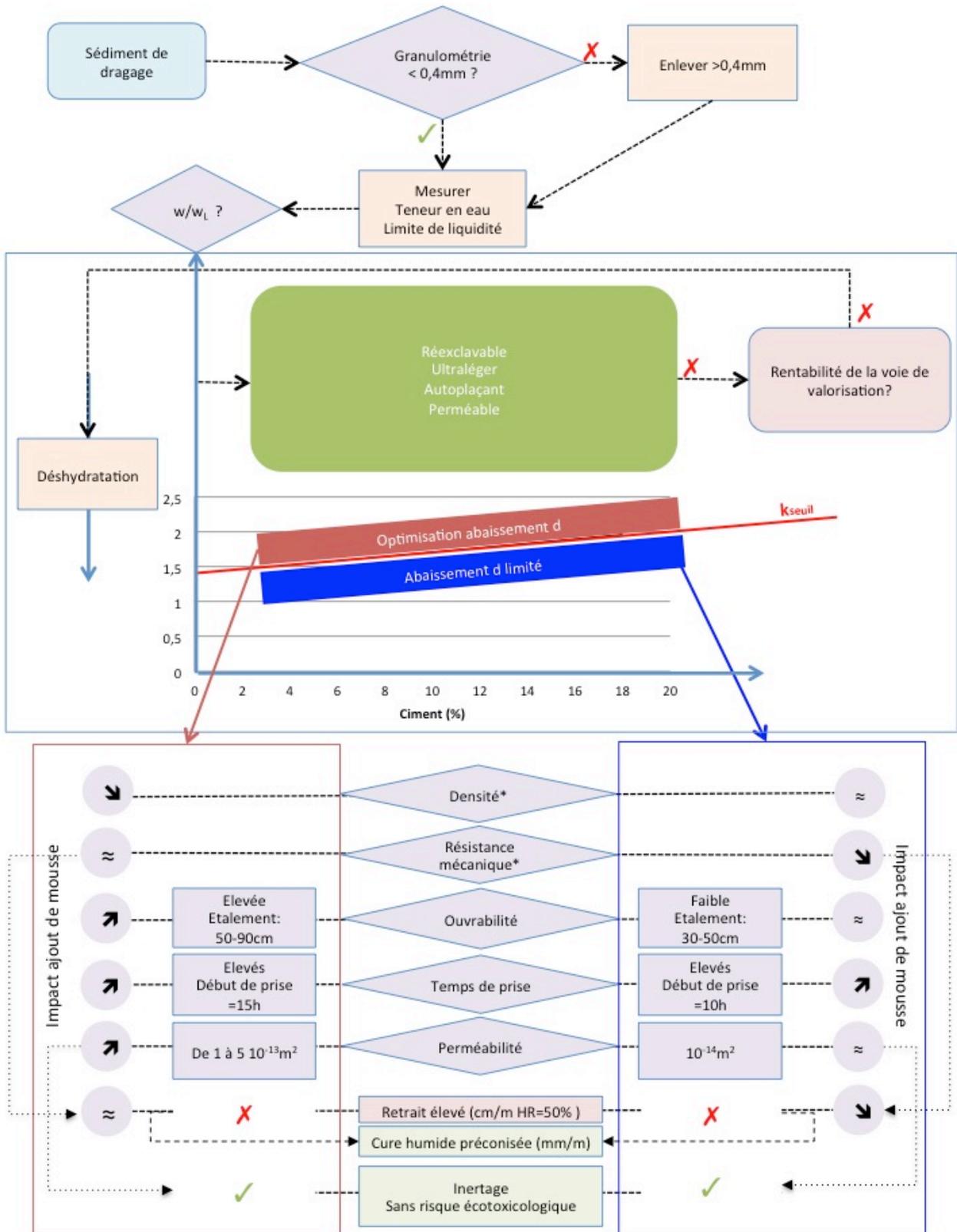
- Le taux d'incorporation des bulles d'air de la mousse,
- Le choix d'un rapport w/w_L supérieur à k_{seuil} .

Par conséquent, le choix d'un traitement au ciment $C=18\%$ pour $w/w_L=k_{seuil}$ qui permettrait pourtant de répondre au cahier des charges à la fois au niveau de la densité et de la résistance mécanique favorise l'exposition du matériau et le relargage des polluants. En effet la matrice cimentaire présente une perméabilité supérieure à celle d'une formulation correspondant à un traitement plus faible mais avec $w/w_L < k_{seuil}$. Cependant le relargage total (estimé respectivement pour la formulations $C=18\%$ $w/w_L=2$ $M=50\%$ et pour la formulation $C=12\%$ $w/w_L=1,6$ $M=50\%$ à $0,0064\%$ et $0,00065\%$) est faible. La quantité de Zinc relarguée est largement inférieure au seuil défini par la législation pour la mise en décharge des déchets (seuil évaluant l'impact environnemental d'un matériau). L'utilisation d'un tel matériau peut donc être envisagée sans impact environnemental.

Malgré les différences au niveau des propriétés de transfert et de relargage des polluants, l'arrachement des particules du BAMS lors du passage forcé d'un solvant est similaire pour les formulations testées. Celui-ci relativement faible permet de conclure sur l'efficacité du ciment à consolider le sol traité. Il est par contre d'autant plus important que le milieu est acide.

Il est à noter que ces essais ont été réalisés en considérant une pollution en Zinc alors que les mécanismes de relargage diffèrent selon le type de polluant (Moudilou E., 2000). L'étude du relargage du BAMS nécessiterait d'être effectuée pour une plus large gamme de polluants afin d'en évaluer l'impact environnemental.

L'ensemble des caractéristiques du BAMS présentées dans cette étude doit aider au choix des applications possibles dans le cadre d'un projet de valorisation des sédiments issus du dragage tout en prenant en compte les différentes contraintes et objectifs liés à un tel projet. La figure ci-dessous présente une démarche permettant d'aider à ce choix.



*Valeurs au choix de l'opérateur selon le choix de C sur le graphe $R_c=f(d;C)$

Perspectives : Approfondir les connaissances d'un BAMS (sol modèle)

La mise en place d'un modèle reliant la densité aux trois paramètres de formulation est nécessaire pour compléter la démarche de la détermination des paramètres de formulation pour une résistance mécanique et une densité visées.

La maîtrise de l'influence des paramètres de formulation sur la résistance nécessite d'être approfondie. Bien que des modèles fiables ont permis de relier la résistance mécanique à la densité et le pourcentage de ciment, la bi-variabilité de la résistance (avec la densité et le pourcentage de ciment) doit être vérifiée.

Bien que les essais de lixiviation aient pu montrer que le BAMS ne présente pas d'impact environnemental et que celui-ci le relargage est fortement corrélé à la perméabilité du matériau, l'influence des paramètres de formulation sur l'inertage devra être connue.

Perspectives : D'un sol modèle vers la valorisation des sédiments issus du dragage

L'étude est basée sur un sol modèle pour une granulométrie et une limite de liquidité fixées et ne prend pas en compte la complexité d'un prélèvement naturel. Des essais de caractérisation ont été menés sur un BAMS fabriqué à partir d'un sol modèle dont les paramètres (granulométrie, limite de liquidité, salinité, pollution) ont été modifiés afin de mieux maîtriser l'influence de certains paramètres dans le cas d'un prélèvement naturel. Les résultats suivants ont été établis ;

- L'étude d'un BAMS utilisant un sol modèle de granulométrie différente et donc de limite de liquidité différente a permis de valider la méthode de formulation qui permet de prendre en compte la capacité d'adsorption de l'eau d'un sol. Ainsi pour un même rapport w/w_L , deux sols de limite de liquidité différente présentent la même fluidité du mélange intermédiaire permettant ainsi d'obtenir la même expansion de volume (pourcentage de mousse incorporé identique). La différence de granulométrie de ces deux sols n'a pas d'impact sur l'éclatement des bulles d'air de la mousse.
- L'étude d'un BAMS utilisant un sol polluée de Zinc et d'un BAMS utilisant une eau saline a permis de voir que ces deux paramètres n'impactent pas la densité.
- Les essais mécaniques en compression effectués sur un BAMS fabriqué à partir d'une bentonite polluée mettent en évidence une perte des performances mécaniques. Cet effet est attribué à la formation des hydroxydes de Zinc qui empêche le gel CSH de se développer. L'eau de gâchage saline n'impacte pas les performances mécaniques du BAMS.

L'étude de ces sols modèles a permis d'amorcer l'évaluation de l'applicabilité des résultats obtenus pour le cas d'un sol modèle 80/20 à un cas de sédiments issus du dragage. Cependant des études supplémentaires sont nécessaires pour totalement anticiper les caractéristiques d'un BAMS à partir de sédiments issus du dragage.

Par rapport à la méthode de formulation, celle-ci étant basée sur la teneur en eau et la limite de liquidité des sédiments, il est primordiale de vérifier ces paramètres au cours de l'opération de dragage et de prendre en compte dans la formulation et le processus de fabrication une possible modification.

Perspectives : L'application du BAMS

La présente étude propose une vision large des principales caractéristiques du matériau. La connaissance d'autres caractéristiques plus spécifiques à certaines applications peut être nécessaire.

L'utilisation du BAMS à l'échelle d'un chantier nécessite de définir des coefficients de sécurité. Les conditions de fabrication pourront ensuite être adaptées de façon à respecter le fractile de 5% de la résistance caractéristique fixée pour l'application.

L'utilisation du BAMS dans le cadre d'un ouvrage expérimental ou dans le cadre d'essais en laboratoire à plus grande échelle permettrait de faire suite à cette étude afin de valider les résultats établis.

Références bibliographiques

- Achour S. (2013). *Valorisation et caractérisation de la durabilité d'un matériau routier et d'un béton de sédiments de dragage*. Thèse de doctorat Faculté de Génie de l'université de Sherbooke et université des sciences et technologie de Lille.
- Achour S., Y. L. (2003). Elimination du calcium par adsorption sur bentonite sodique et calcique. *Larhyss Journal*, 2, pp. 69-81.
- Adenot F. (1992). *Durabilité du béton:Caractérisatiob et modélisation des processus physiques et chimiques de dégradation du ciment"*. Thèse de doctorat Université d'Orléans.
- Agostini F. (2006). *Inertage et valorisation des sédiments de dragage marins*. Thèse de doctorat Université des Sciences et Techniques de Lille.
- AIPCN. (2006). *La gestion des sédiments pollués en rivière*. Récupéré sur www.cetmef.equipement.gouv.fr/aipcn/fichiers/sediments.doc
- Alaïwa A. (2007). *Etudes des propriétés de transfert et de la propagation de coulis de ciment dans les milieux granulaires*. Thèse de doctorat Ecole Centrale de Nantes et Université de Nantes.
- Alzieu C., A. A.-F.-L.-F.-L.-M. (1999). *Dragage et environnement : Etat des connaissances*. IFREMER.
- Amrhein C., S. J. (1992). Effect of deicing salts on metal and organic matter mobilisation in roadside soils. *Environmental Science Technology*, 26, 703-709.
- Anger B. (2014). *Caractérisation de sédiments fins de retenues hydroélectrique en vue d'une orientation vers des filières de valorisation matière*. Thèse de doctorat Université de Caen Basse Normandie.
- Aïtcin P.C., N. A. (1998). *Les différents types de retrait du béton*. Bulletin des laboratoires des Ponts et Chaussée - 215.
- Aouad G., L. A. (2012). Dredged sediments used as novel supply of raw material to produce Portland cement clinker. *Cement and concrete composites*, 34, 788-793.
- Asavapisit S., N. W. (2001). Influence of condensed silica fume on the properties of cement based solidified wastes. *Cement and concrete Research*, 31, 1147-1152.
- Azrar H. (2014). *Contribution à la valorisation des sédiments de dragage portuaire : technique routière, béton et granulats artificiels*. Thèse de doctorat Mines de Douai et Université Lille.
- Baroghel-Bouny. (1994). *Caractérisation microstructurale et hydrique des pâtes de ciment et des bétons ordinaires et à très hautes performances mécaniques*. Thèse de doctorat Ecole Nationale des Ponts et Chaussées.
- Bauske B., G. D. (1993). Effect of deicing salts on heavy metal mobility. *Acta hydrochim. hydrobiol.*, 21, 38-42.

- Bel-Hadj-Ali I. (2013). *Contribution à l'étude des sédiments marins tunisiens : Cas des Ports de Radès et de Gabès*. Thèse de doctorat cotutelle Ecole centrale de Lille Ecole nationale d'ingénieurs de Tunis.
- Ben Abdelghani F., M. W. (2014). Caractérisation géotechnique des sédiments de dragage marins en vue de leur valorisation en technique routière. *Déchets sciences et techniques* , 66.
- Benyerou D. (2017). *Caractérisation et valorisation des sédiments marins dans la fabrication des briques*. Thèse de doctorat Université des sciences et de la Technologie d'Oran.
- Benzaazoua. (1996). *Caractérisation physico-chimique et minéralogique de produits miniers sulfurés en vue de la réduction de leur toxicité et de valorisation*. Thèse de doctorat Institut national polytechnique de Lorraine.
- Bin-Shafique S., R. K. (2010). The long-term performance of two fly-ash stabilized fine-grained soil subbases. *Conservation and Recycling* , 54, 666-672.
- Bouhamou N.E., M. F. (2014). Etude du comportement d'un béton autoplaçant à base de vase de dragage vis à vis du retrait. *Colloque Ecomateriau*. Montpellier.
- Boukhelkhal D, K. S. (2015). Détermination non destructive de la résistance du béton sur site. *Rencontre Universitaire de Génie Civil*. Bayonne.
- Boutouil M., L. D. (2000). Etude expérimentale de la solidification d'une vase de dragage à base de ciments: Evaluation de la porosité et de la structure poreuse après solidification. *Materials and structure* , 186-192.
- Cai Y., S. B. (2006). Effect of propylene fibre and lime admixture on engineering properties of clayey soil. *Engineering geology* , 87, 230-240.
- Cappuyns V., D. V. (2015). Dredged sediments as a resource for brick production : Possibilities and barriers from a consumers' perspective. *Waste Management* , 38, 372-380.
- Chapdelaine F. (2007). *Etude fondamentale et pratique sur le pompage du béton*. Thèse de doctorat Faculté des Sciences et de Génie Civil, Université de Laval.
- Chen H., W. Q. (2006). The behaviour of organic matter in the process of soft soil stabilization using cement. *Bull Eng Geol Env* , 65, 445-448.
- Chen Q., T. M. (2009). Immobilisation of heavy metal in cement-based solidification/stabilisation. *Waste Management* , 29, 390-403.
- Cocke D.L., M. M. (1992). *The chemistry and microstructure of solidified waste forms*. R. D. Spence.
- Codina M. (2007). *Les bétons bas pH - Formulations - Caractérisation et étude à long terme*. Thèse de doctorat INSA de Toulouse.
- Colin C. (2003). *Valorisation de sédiments fins de dragage en technique routière*. Thèse de doctorat Université de Caen.

- Cornell. (1951). Report on soil solidification research. Ithaca.
- Crannell B.S., E. T. (2000). Heavy metal stabilization in municipal solid waste combustion bottom ash using soluble phosphate. *Waste Management*, 20, 135-148.
- Daian. (2007). *Porosimétrie au mercure : Le modèle XDQ*.
- Dalton J.L., G. K. (2004). Properties of Portland cement made from contaminated sediments. *Conservations and Recycling*, 41, 227-241.
- Dang T.A. (2011). *Valorisation durable des sédiments marins Bretons comme matériaux de construction*. Thèse de doctorat INSA Rennes.
- Dang T.A., K.-B. S. (2013). Design of new blended cement based on marine dredged sediment. *Construction and building Materials*, 41, 602-611.
- Delmas-Gradas C. (2000). *Influence des conditions physico-chimiques sur la mobilité du Plomb et du Zinc dans un sol et un sédiment en domaine routier*. Thèse de doctorat de l'Université de Pau et des Pays de l'Adour Laboratoire des Ponts et Chaussées.
- Deschamps. (2009). *Etude du comportement physique et hydrogéochimique d'un dépôt de résidus miniers en pâte dans des conditions de surface*. Thèse de doctorat Université du Québec Abitibi Témiscamingue.
- Dia M. (2013). *Traitement et valorisation de sédiments de dragage phosphatés en technique routière*. Thèse de doctorat de l'Université d'Artois.
- Diamond S. (2000). Mercury porosimetry: An inappropriate method for the measurement of pore size distributions in cement - based materials. *Cement and Concrete Research*, 30, 1517-1525.
- Djamila, B. (2015, Juin 24). Détermination non destructive de la résistance du béton sur site (Scléromètre & Ultrason). Bayonne.
- Duan Z., L. Z.-H.-A. (2013). Valorisation des sédiments fluviaux traités en vue d'une utilisation en génie civil. *Paralia*, 6, 5.1-5.12.
- Dubois V. (2006). *Etude du comportement physico-mécanique et caractérisation environnementale des sédiments marins - valorisation en technique routière*. Thèse de doctorat Mines de Douai.
- Duclay E. (2010). *Sédiments de dragage*. Groupe de travail n°11- Rapport final.
- Dumay N. (2014). Projet européen SETARMS : comparaison des réglementations sur la gestion des sédiments marins de dragage en Europe.
- Dupain R., L. R.-A.-C. (2000). *Granulats, Sol, Ciments et Bétons*.
- Eid J. (2016). *Elaboration d'un éco-géo-matériau à base de terre crue*. Thèse de doctorat de l'Université de Normandie.
- Ernesto, S. (2010). *Valorisation des sédiments marins contaminés par solidification/stabilisation à base de liants hydrauliques et de fumée de silice*. Thèse de doctorat Université de Caen.

- Evangelista A. C., S. L. (s.d.). Parameters that influence the results of non-destructive test methods for concrete strength. *Non-Destructive testing in civil engineering* , 7.
- Ez Zaki H. (2016). *Valorisation de sous produits marins dans l'élobaration de mortiers composites à base de sédiments et poudre de coquillage*. Thèse de doctorat de l'Université de Rabat.
- François, D. J. (2007). *Porosimétrie au mercure : Le modèle XDQ 2007*.
- GEODE. (2012). *Suivis environnementaux des opérations de dragage et d'immersion*. Guide méthodologique.
- Ghayaza M. (2012). *Réactivité argiles polluants métalliques : simulation des barrières argileuse des sites de stockage des déchets*. Thèse de doctorat de l'Université d'Orléans.
- Gregor T., F. K. (2008). Predictions of concrete strength using ultrasonic pulse velocity and artificial neural networks. *Ultrasonics* , 8.
- Gribniak V., G. K. (2008). Shrinkage in reinforced concrete structures : a computational aspect. *Journal of civil engineering nd management* , 14, 49-60.
- GTR. (1992). *Guide technique pour la réalisation des remblais et des couches de forme*. LCPC.
- GTS. (2000). *Guide du traitement des sols à la chaux et aux liants hydrauliques*. SETRA LCPC.
- Guettouche A. (2016). Identification et classification des sols.
- Hamer K., K. V. (2002). Brick production with dredged harbour sediments - An industrial-scale experiment. *Waste Management* , 22, 521-530.
- Hannachi S., G. M. (2011, Décembre). Le controle non destructif des ouvrage en béton "évaluation de la résistance du béton à la compression sur site : application de la méthode combinée. *Sciences&Technologie B n°34* , pp. 9-14.
- Hobbs B., K. M. (2007). Non-destructive testing techniques for the forensic engineering investigation of reinforced concrete buildings. Dans *Forensic Science International* (Vol. 167, pp. 167-172).
- Horpibulsuk, S. (2014). Factors influencing unit weight and strength of lightweight cemented clay. *Quaterly Journal of Engineering Geology and Hydrogeology* .
- IDRA. (2011). Journée Nationales sur la gestion terrestre des sédiments de dragage portuaire et fluviaux. Lille.
- In Vivo, A. d. (2002). *Inventaire détaillé des techniques de curage, transport, traitement et usages des sédiments*. Porjet européen LIFE.
- Jacquemot. (2015). *Développement d'une gamme de béton ultra léger : Thermolitys*. CERIB.
- Kakali G., T. S. (1998). Hydratation of ordinary Portland cements made from raw mix containing transition elements oxides. *Cement and concrete research* , 28, pp. 335-340.

- Kataoka S, H. T. (2013). Effect of dredged soil on the strength development of air-foam treated lightweight soil. *Proceeding of the 18th International conference on soil mechanics and geotechnical engineering*. Paris.
- Kawabe. (2008). A new practical solution for effective use of dredged sand - Mixture of dredged sand and lightweight materials. *18th World Dredging Congress Florida*. Florida.
- Kheder. (1999). A two stage procedure for assessment of in situ concrete strength using combined non-destructive testing. *Materials and Structures* , 32, pp. 410-417.
- Lafhaj Z., D. Z.-H.-A. (2012). Valorization of treated river sediments in self compacting materials. *Waste and biomass valorization* , 3, 239-247.
- Lafhaj Z., S. M. (2008). Polluted river sediments from the north region of France : treatment with Novosol process and valorization in clay bricks. *Construction and Building Materials* , 22, 755-762.
- Larakeb M. Youcef L., A. S. (2014, Septembre). Etude comparative de l'élimination du Zinc par adsorption sur la goethite et sur la bentonite de Maghnia. *Larhyss Journal* , 19, pp. 87-100.
- Le Guyader, C. (2012). *Enquête 'dragage 2009' synthèse de donnée*.
- Lee H, I. M. (2014). Fundamental study on the development of structural lightweight concrete by using normal coarse aggregate and foaming agent. *Materials* .
- Lee M, K. T. (2013). Mechanical strength characteristics of new lightweight soil.
- Legifrance. (2002). Décret n°2002-540 du 18 avril 2002 relatif à la classification des déchets.
- Liang Y. (2012). *Co-valorisation de sédiments et de sols fins par apport de liants et de fibres*. (U. d. Thèse, Éd.)
- Limeira J., E. M. (2011). Mechanical and Durability properties of concrete made with dredged marine sand. *Construction and Building Materials* , 25, 4165-4174.
- Lions J. (2004). *Etude hydrogéochimique de la mobilité de polluants inorganiques dans des sédiments de curage mis en dépôt : expérimentations, études in situ et modélisation*. Thèse de doctorat Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- Loustau Cazalet, M. (2012). *Caractérisation physico-chimique d'un sédiment marin traité aux liants hydrauliques : Evaluation de la mobilité potentielle des polluants inorganiques*. Thèse de doctorat de l'INSA Lyon Laboratoire de Génie Civil et Ingénierie environnementale.
- Maherzi W. (2013). *Valorisation des sédiments de dragage marins traités aux liants hydrauliques en techniques routière*. Thèse de doctorat de l'Université de Caen.
- Maherzi W., S. N. (2018). Valorisation des sédiments de dragage marins dans la formulation de bétons autoplaçants "BAP" pour des applications en Travaux Maritimes. *15ème JNGCGC* .

- Malviya R., C. R. (2006). Factors affecting hazardous waste solidification/stabilization. *Journal of hazardous materials* , 137, 267-276.
- Marrec A., P. N. (2012). *Mise au gabarit européen de l'Oise : études préliminaires - Dragage et gestion des sédiments extraits*. ISL - Ingérop.
- Messenger M, B. T. (2013). *Enquête nationale sur le dragage des ports maritimes*. Cerema.
- Miki H, I. J. (2005). New technologies for soft ground improvement in Japan - Low improvement ratio cement column method and lightweight banking method new soil treatment methods in Japan. *TREMTI*. Paris.
- Mohammad F, .. S. (2017). Mechanical properties of a developed foamed concrete.
- Moudilou E. (2000). *Cinétiques et mécanismes de relargage des métaux lourds présents en traces dans les matrices cimentaires*. Thèse de doctorat de l'Université Orléans.
- Moukhchan F., A. M.-A. (2011). Caractérisation physico-chimique des sédiments marins du littoral de Tanger et perspective de valorisation. *Déchets Sciences Techniques* , 59.
- Mulligan CN., Y. R. (2001). An evaluation of technologies for the heavy metal remediation of dredged sediments. *Journal of Hazardous Materials* , 85, 145-163.
- Murat M., S. E. (1990). Role of foreign cations in solution on the hydration kinetics of high alumina cement. *Cement aluminate* , pp. 155-166.
- Murat M., S. F. (1996). Effect of large additions of Cd, Pb, Cr, Zn to cement raw metal on the composition and the properties of the clinker and the cement. *Cement and concrete Research* , 26, 377-385.
- Nguyen T.B. (2008). *Valorisation des sédiments de dragage traités par le procédé NOVOSOL dans des matériaux d'assises de chaussée - comportement mécanique et environnemental*. Thèse de doctorat de l'Université de Toulouse Paul Sabatier.
- Norrstrom A. C., J. G. (1998). Concentration and fractionation of heavy metals in roadside soils receiving de-icing salts. *The Science of the Total Environment* , 218, 161-174.
- Ortego J.D., J. S. (1989). Solidification of hazardous substances- a TGA and FTIR study of Portland cement containing metal nitrates. *Journal of environmental science and health* , A24, pp. 589-602.
- Otani J, M. T. (2002). Visualization for engineering property of in-situ lightweight soils with air foams. *Soils and Foundations* , 42, 93-105.
- Paria S., Y. P. (2006). Solidification-stabilization of organic and inorganic contaminants using portland cement. *Environmental Reviews* , 14, 217-255.
- Perraton D. (1992). *La perméabilité aux gaz des bétons hydrauliques*. Thèse de doctorat de l'INSA Toulouse.

- Plassard F., W. T. (1998). Rétention et spéciation de trois métaux lourds dans le sol d'un bassin d'infiltration d'eaux pluviales : Comparaison entre les modes d'études statique et dynamique. *Proceeding Novatech*, 2, pp. 457-464. Lyon.
- Poon C.S., C. A. (1986). Perméability study on the cement based solidification process for the disposal of hazardous wastes. *Cement and concrete composites*, 16, pp. 161-172.
- Poon C.S., P. C. (1985). Mechanisms of metal stabilization by cement based fixation processes. *Science of the total environment*, 41, 55-71.
- Pourbaix. (1963). *Atlas des équilibres électrochimiques à 25°C*. France: Gauthier Villars et Cie.
- Préfecture maritime de l'atlantique. (2008). *Schéma de Référence des Dragages en Finistère*.
- Qasrawi. (2000). Concrete strength by combined nondestructive methods simply and reliably predicted. Dans *Cement and concrete research* (Vol. 30, pp. 739-746).
- Ravindraiah R.S., L. Y. (1988). Strength evaluation of recycled-aggregate concrete by in- situ tests. *Materials and Structures*, 21, 289-295.
- RECORD. (2017). *Impacts écologiques de sédiments pollués extrait et déposés en milieux terrestres : Etat de connaissances et évaluation des risques pour les écosystèmes*.
- Robin P. (2012). Valorisation des sédiments marins Port Autonome de Dunkerque. Colas.
- Roy A., E. H. (1992). Solidification/Stabilization of hazardous waste: evidence of physical encapsulation. 26, pp. 1349-1353.
- Ruban V. (2009). *Les sédiments de l'assainissement pluvial routier et urbain : caractérisation, risques pour l'environnement, traitement et valorisation*. Rapport Laboratoire Centrale des Ponts et Chaussées. IFSTTAR.
- Samara M. (2007). *Valorisation des sédiments fluviaux pollués après inertage dans la brique cuite*. Thèse de doctorat de l'Ecole Centrale de Lille.
- Sannier, T. M. (2013). *GR SEDIMARD 83, Travaux de Recherches et Développement sur la gestion terrestre des sédiments marins non immergeables*.
- Satoh T., T. T. (2001). Field placing test of lightweight treated soil under seaxater in Kumamoto port. *Soils and Foundations*, 41, 145-154.
- Sbartai Z. M., B. D. (2012). Evaluation non destructive des bétons par combinaison des techniques de CND - apport des propabilités conditionnelles. *XXème Rencontres Universitaires de Génie Civil*. Chambéry.
- Scordia P.Y. (2008). *Caractérisation et valorisation de sédiments fluviaux pollués et traités dans les matériaux routiers*. Thèse de doctorat de l'Ecole Centrale de Lille.

- Serpaud B., A.-S. R. Adsorption des métaux lourds (Cu, Zn, Cd et Pb) par des sédiments superficiels d'un cours d'eau: rôle du pH, de la température et de la composition du sédiment. (U. d. Environnement, Éd.) *Revue des Sciences de l'eau* , 7 (4), 343-365.
- Sigg L., B. P. (2000). *Chimie des milieux aquatiques : Chimie des eaux naturels et des interfaces dans l'environnement*. DUNOD.
- Sigwald R., L. S. (2012). *Guide méthodologique sur le dragage par injection d'eau*. GEODE.
- Soshiroda T., V. K. (2006). Early-stage inspection of concrete quality in structures by combined non-destructive method. Dans M. a. structures.
- Souchu. (2009, Juin 25). *Hydratation du ciment portland*. Récupéré sur le site institutionnel du Lerm: <http://doc.lerm.fr/lhydratation-du-ciment-portland/>
- Tanaka Y, T. H. (2008). *Application of foam mixed lightweight stabilized geo-material for Port and Airport constructions*. Technology Research&Development Center, TOA Corporation, Yokohama, Japan.
- Techniques de l'ingénieur. (2005). *Construction et Travaux publics, Techniques du bâtiment : l'enveloppe du bâtiment*.
- Thiery. (2013, 12 10). Tomographie à rayon X. *Techniques de l'ingénieur* , 950.
- Tran N.T. (2009). *Valorisation des sédiments marins et fluviaux en technique routières*. Thèse de doctorat des Mines de Douai.
- Tribout C. (2010). *Valorisation de sédiments traités en techniques routières: Contribution à la mise en place d'un protocole d'acceptabilité*. Thèse de doctorat de l'Université de Toulouse Paul Sabatier.
- Tsuchida T, E. K. (2004). *The lightweight treated soil method*. New geomaterials for soft ground engineering in coastal areas.
- UNICEM, U. (2018). *L'industrie Française des granulats 2017/2018 Données 2016*.
- VALEEN. (2012). *Prélèvements et analyses de sédiments marins - Port du Rocher à la Teste*. Conseil Général de la Gironde, Mérignac.
- Wang D. (2011). *Solidification et valorisation de sédiments de Dunkerque en travaux routiers*. Thèse de doctorat de l'Université de Lille Mines de Douai.
- Xu Y., Y. C. (2014). The use of urban river sediments as a primary raw material in the production of highly insulating brick. *Ceramics International* , 40, 8833-8840.
- Zhang H., T. Z. (2011). Removal characteristics of Zn(II) from aqueous solution by alkaline Ca-Bentonite. *Desalination* , 276, pp. 103-108.
- Ziegler F., G. R. (2001). Sorption mechanisms of zinc to calcium silicate hydrate: Sorption and microscopic investigations. *Environmental science and technology* , 35, 4556-4561.

Annexe A : Niveaux seuils définis par le groupe GEODE

Pour les sédiments marins, le niveau seuil N1 définit les valeurs au-dessous desquelles l'immersion est autorisée sans études complémentaires. Le niveau N2 définit les valeurs au-dessus desquelles l'immersion est interdite à l'exception que celle-ci soit la solution qui ait le plus faible impact environnemental. Les sédiments dont les valeurs sont situées entre les deux niveaux doivent suivre une étude plus approfondie pour décider de l'acceptabilité de l'immersion en mer.

Tableau A-1 : Niveaux seuils N1 et N2 définis par l'arrêté du 9 août 2006 relatifs aux sédiments marins

Niveaux relatifs aux métaux lourds (mg/kg de sédiments sec analysé sur la fraction 2mm)			Niveaux relatifs aux composés PCB (en mg/kg de sédiments sec analysé sur la fraction inférieure à 2 mm)		
Eléments	Niveau N1	Niveau N2	Composés PCB	Niveau N1	Niveau N2
Arsenic	25	50	PCB totaux	0,5	1
Cadmium	1,2	2,4	PCB 28	0,025	0,05
Chrome	90	180	PCB 52	0,025	0,05
Cuivre	45	90	PCB 101	0,05	0,1
Mercure	0,4	0,8	PCB 118	0,025	0,05
Nickel	37	74	PCB 138	0,05	0,1
Plomb	100	200	PCB 153	0,05	0,1
Zinc	276	552	PCB 180	0,025	0,05

Tableau A-2 : Niveau seuil S1 défini par l'arrêté du 9 août 2006 relatifs aux sédiments extraits de cours d'eau ou canaux

Niveaux relatifs aux éléments et composés traces (en mg/kg de sédiment sec analysé sur la fraction inférieure à 2mm)	
Paramètres	Niveau S1
Arsenic	30
Cadmium	2
Chrome	150
Cuivre	100
Mercure	1
Nickel	50
Plomb	100
Zinc	300
PCB Totaux	0,68
HAP totaux	22,8

Les sédiments ne faisant pas partie des cas de figure où l'immersion en mer est autorisée sont rejetés à terre et sont soumis eux aussi à une réglementation pour la gestion à terre.

Annexe B : Techniques de dragage

Les méthodes de dragage se scindent en 3 catégories :

- Dragage hydraulique,
- Dragage mécanique,
- Dragage en eau.

Le dragage hydraulique

Le dragage hydraulique qui est le dragage le plus courant, utilise des pompes de centrifuges aspirant un mélange eau-sédiment (Figure B-1). Le rendement est assez important et peut aller jusqu'à 7000m³/h. Son coût est de l'ordre de 20€/m³ de sédiments. Le produit obtenu est sous forme de boue liquide dont la teneur en eau est assez importante (de 85% à 300% selon la méthode utilisée) (In Vivo, 2002).



Figure B-1 : Photographie d'un dragage hydraulique

Les boues de dragage sont ensuite déversées dans un puits, dans un chaland ou dans des conduites allant vers une zone de dépôt. Une telle technique de dragage est utilisée lorsque la gestion à terre est envisagée. La forte teneur en eau des sédiments récupérés est souvent problématique pour les voies de valorisation envisagées.

Le dragage mécanique

Le dragage mécanique extrait les sédiments par action mécanique. Cette méthode est limitée par la profondeur de dragage. La teneur en eau des sédiments issus d'un dragage mécanique est faible de l'ordre de 30%. Il existe plusieurs techniques de dragues mécaniques :

- drague à godets,
- drague à ratisseuse niveleuse,
- drague retrocaveuse / pelleteuse.

Dragage à godet

La drague à godet, qui est le modèle le plus traditionnellement utilisé, se compose d'un puits central où descend une chaîne à godets. La chaîne tourne, le godet le plus bas attaque le fond, se charge, remonte puis va déverser son contenu sur un tapis roulant qui l'emporte vers une barge de transport. Elle a un rendement de 50 à 1500m³/h. Le coût est de 15 €/m³. Cette technique de dragage conduit à une gestion à terre des sédiments (In Vivo, 2002).

Dragage par ratisseuse niveleuse

La drague ratisseuse niveleuse est un navire qui tire un râteau en métal plongé au fond. Les sédiments sont remis en suspension. Cette technique est peu précise. Sa capacité d'extraction est de 400m³. Elle présente l'avantage d'être peu coûteuse de l'ordre de 10€/m³. Elle est utilisée pour des dragages d'entretien principalement dans les bassins des Ports. La profondeur de dragage est de 20m. Cette technique de dragage ne nécessite pas de gestion des sédiments (In Vivo, 2002).

Dragage retrocaveuse / pelleuse

Le rendement est inférieur à 500m³/h. Cette méthode est limitée par la profondeur de dragage qui va de 1 à 3m³. Son coût est de l'ordre de 15€/m³ de sédiments. Ces unités sont constituées d'un ponton de forme rectangulaire sur lequel est montée l'unité excavatrice qui peut :

- Soit faire partie intégrante de l'infrastructure (Figure B-3);
- Soit être constituée par une pelle hydraulique mobile équipée pour des travaux maritimes (Figure B-2).

Le ponton est incapable de se déplacer de manière autonome. Il est donc déplacé à l'aide d'un remorqueur annexe. Cette embarcation supplémentaire assure en général le déplacement des sédiments de leur zone de dragage vers leur zone de reprise pour une gestion à terre. Les sédiments peuvent être déposés directement sur la rives ou dans des camions.



Figure B-2 : photographie d'un dragage mécanique par une pelle hydraulique mobile équipée pour des travaux maritimes (Marrec A., 2012)



Figure B-3 : Photographie d'une dragage mécanique qui fait partie intégrante de l'infrastructure (Marrec A., 2012)

Le dragage en eau

Il existe différentes méthodes de dragage en eau tels que le dragage à injection d'eau (Figure B-4). Pour cette méthode, un jet d'eau sous basse pression est envoyé dans la couche sédimentaire pour créer un courant de densité. Les sédiments sont alors pris dans ce courant et sont emportés vers un point plus « bas » situé en aval de l'écoulement. Cette méthode permet de draguer pour une profondeur maximum de 30m pour un rendement de 1000m³/h et un cout de 25€/m³ (In Vivo, 2002). Son usage commence à se développer en France, notamment dans l'estuaire de la Loire où le Grand Port Maritime de Nantes Saint-Nazaire a mis en service un engin de ce type depuis juin 2011 (Sigwald R., 2012).



Figure B-4 : Navire HAM 307

Le dragage par rotodévasage est une autre technique de dragage en eau (Figure B-5). Elle utilise une fraise montée sur une rampe à l'avant d'un navire. La rotation de la fraise permet de remettre les sédiments en suspension, qui sont ensuite dispersés par les courants locaux (Sigwald R., 2012).



Figure B-5 : Rotodévaseur « Le Rochevilaine » utilisé dans l'estuaire de la Vilaine (Sigwald R., 2012)

Cette technique est notamment utilisée sur l'estuaire de la Vilaine et en Charente-Maritime dans les chenaux ostréicoles peu profonds (Sigwald R., 2012). Le dragage en eau repose sur un principe de remise en mobilité. Il n'y a pas de gestion des sédiments par la suite.

Annexe C : Le dragage dans les 7 Grands Ports Maritimes

Les sept Grands Ports Maritimes (Le Havre, Bordeaux, Rouen, Nantes, Marseille, Dunkerque et La Rochelle) correspondent à 90% des sédiments dragués. La répartition de ces volumes parmi ces sept grands ports maritimes est présentée dans le tableau ci-dessous.

Tableau C-1 : Volume de sédiments dragués dans les 7 Grands Ports Maritimes (Le Guyader, 2012)

Localisation	Volume en Mm ³
France	49, 205
7 Grands Ports Maritimes	36, 391
Le Havre	6, 536
Bordeaux	7, 286
Rouen	6, 331
Nantes	8, 334
Marseille	4, 180
Dunkerque	3, 387
La Rochelle	0, 337

Le dragage hydraulique est la technique dominante utilisée dans les Grands ports maritimes dans une proportion de 77,5% 2009 (Figure C-1). Certaines opérations ont nécessité l'utilisation d'une technique de dragage dite mixte, associant dragues mécaniques et hydrauliques, dans une proportion de 17,6%. Le dragage par injection d'eau ou dragage Jetsed représente 4,9% du total dragué. Cette technique n'est utilisée que par le Grand port maritime de Nantes-Saint-Nazaire. Aucune opération de dragage mécanique seule n'a été utilisée dans les Grands ports maritimes en 2009 (Le Guyader, 2012).



Figure C-1 : Utilisation des différentes techniques de dragage dans les Grands Ports maritimes en 2009 (Le Guyader, 2012)

Dans les autres ports, 78,1% des sédiments sont enlevés par dragage hydraulique. Le dragage mécanique est utilisé à hauteur de 18,4% dans ces ports tandis que le dragage mixte hydraulique et mécanique ne représente que 1,6%. Le rotodévasage qui ne nécessite pas de

filère de destination est utilisé dans le département de Charente-Maritime, pour des petites opérations de dragage, et représente 1,7% du total (Le Guyader, 2012).

Aucun des Grands ports Maritimes (Dunkerques, Le Havre, Rouen, Nantes Saint-Nazaire, Bordeaux et Marseille) n'utilisent le rejet à terre à l'exception du port de Rouen qui rejette à terre 0,01% de ces sédiments issus du dragage. Dans les autres ports de France, le rejet à terre est utilisé sur les trois façades maritimes. C'est la façade Manche-Mer-du-Nord qui concentre la majorité du dépôt à terre avec 33 456 tonnes. La façade Atlantique et la Méditerranée comptabilisent respectivement 30 055 et 1 396 tonnes. Soit pour l'ensemble des façades un total de 64 908 tonnes déposées à terre (Messenger M, 2013).

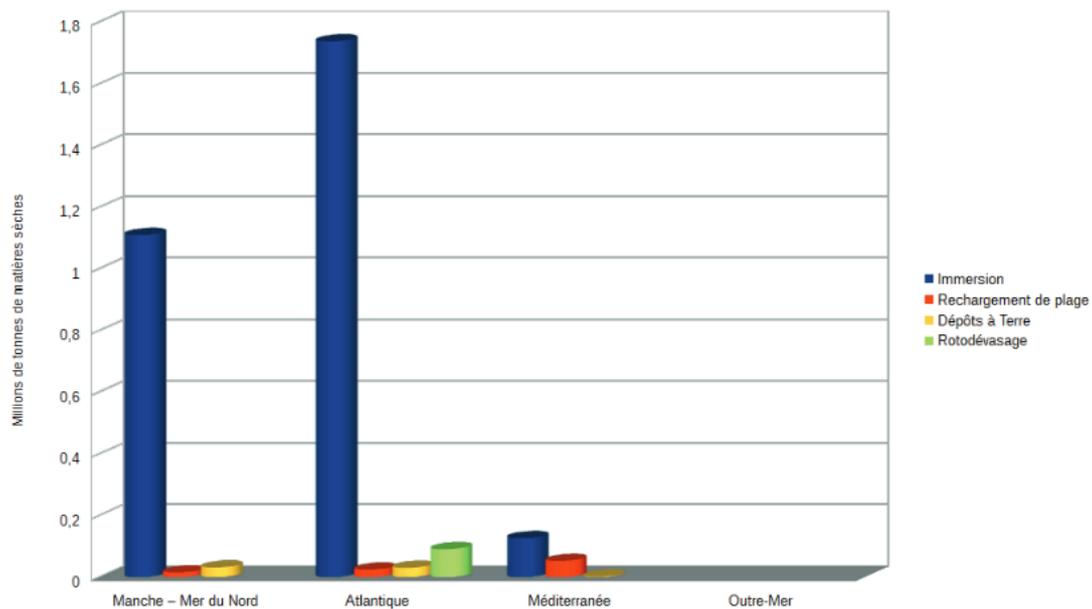


Figure C-2 : Représentation de la destination des sédiments en France (hors grands ports maritimes)
(Messenger M, 2013)

Annexe D : Valeurs limites pour l'admission de déchets

Les types de mise en dépôt dépendent de la dangerosité du déchet (sédiments). Celle-ci est évaluée par 15 critères (PH15) définis par le décret 2002-540 du 18 avril 2002. Les critères PH1 à PH13 sont liés à la santé humaine. Le critère PH14 permet d'évaluer la dangerosité du déchet. Ce critère correspond à un test de lixiviation (norme EN 12457-2) sur la base d'un ratio Liquide/Solide de 10 (L/kg) dont les résultats sont comparés aux niveaux seuils présentés dans le tableau suivant.

Tableau D-1 : Valeurs limites pour l'admission de déchets en décharges

Composant (matière sèche en mg/kg)	Valeurs limites pour mise en décharge pour déchets inertes	Valeurs limites pour mise en décharge pour déchets non dangereux	Valeurs limites pour mise en décharge pour déchets dangereux
As	0,5	2	25
Ba	20	100	300
Cd	0,04	1	5
Cr (total)	0,5	10	70
Cu	2	50	100
Hg	0,01	0,2	2
Mo	0,5	10	30
Ni	0,4	10	40
Pb	0,5	10	50
Sb	0,06	0,7	5
Se	0,1	0,5	7
Zn	4	50	200
Chlorures	800	15000	25000
Fluorures	10	150	500
Sulfates	1000	20000	50000
Indice Phénols	1	-	-
COT	500	800	1000
Fraction soluble	4000	60000	100000

Par rapport à la dangerosité des déchets, les types de mise en dépôt sont les suivants :

- un stockage en chambre de dépôt avec des degrés de confinement divers selon la dangerosité des sédiments.
- un envoi en Centre de Stockage pour les sédiments dangereux.
- un stockage réglementé par l'article L541-30-1° du code de l'environnement dont l'application est confiée à la direction départementale des territoires et de la mer (DDTM) pour les sédiments inertes.

Annexe E : Fiche technique ciment



Ciments Calcia
Italcementi Group

Direction Industrielle
et Technique
Les Technodes
B.P. 01
78931 Guerville cedex

Direction Commerciale
Assistance
et Prescription Clients
Tél. : 01 34 77 78 81
Fax : 01 30 98 73 50

Version du : 24/02/2016

N° certificat CE : 0333-CPR-7502

Fiche produit de	Bussac CEM I 52,5 N CE PM-CP2 NF
-------------------------	---

Caractéristiques physiques et mécaniques									
Compression en MPa				Eau pâte pure en %	Début de prise en mn à 20 °C	Chaleur en J/g à 41h	Masse volumique en g/cm ³	Surface Blaine en cm ² /g	Stabilité en mm
1j	2j	7j	28j						
23	36	55	67	31.0	145	376	3.17	4250	1

Composition élémentaire (%)	Constituants (%)	Caractéristiques des constituants																																											
Perte au feu	1.5	Principaux Clinker (K) de <i>Bussac</i> 100.0 Laitier (S) Cendres (V) Calcaire (L ou LL) Fumées de silice (D) Secondaires Calcaire (L ou LL) Fines de cuisson (F) Total 100.0 Sulfate de calcium Gypse 6.3 Anhydrite Additifs Agent de mouture 0.035 Agent réducteur Sulfate d'étain poudre 0.005	<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th>Nature</th> <th colspan="2">Caractéristiques</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td rowspan="7">Clinker (K) <i>Bussac</i></td> <td>CaO/SiO₂</td> <td>3.1</td> </tr> <tr> <td>C3S+C2S</td> <td>78</td> </tr> <tr> <td>MgO (%)</td> <td>1.0</td> </tr> <tr> <td>Al₂O₃ (%)</td> <td>5.1</td> </tr> <tr> <td>C3S (%)</td> <td>68</td> </tr> <tr> <td>C2S (%)</td> <td>11</td> </tr> <tr> <td>C3A (%)</td> <td>6</td> </tr> <tr> <td>C4AF (%)</td> <td>13</td> </tr> <tr> <td rowspan="3">Laitier (S)</td> <td colspan="2">Laitier vitreux (%) (CaO+MgO)/SiO₂ CaO+MgO+SiO₂ (%)</td> </tr> <tr> <td colspan="2">PF (%) CaO réactive (%) SiO₂ réactive (%)</td> </tr> <tr> <td colspan="2">CaCO₃ (%) Adsorption bleu méthylène (g/100g) TOC (%)</td> </tr> <tr> <td rowspan="2">Cendres (V)</td> <td colspan="2">SiO₂ amorphe (%) PF (%) Aire massique BET (m²/kg)</td> </tr> <tr> <td colspan="2"></td> </tr> <tr> <td rowspan="2">Calcaire (L ou LL)</td> <td colspan="2"></td> </tr> <tr> <td colspan="2"></td> </tr> <tr> <td rowspan="2">Fumées de silice (D)</td> <td colspan="2"></td> </tr> <tr> <td colspan="2"></td> </tr> </tbody> </table>	Nature	Caractéristiques		Clinker (K) <i>Bussac</i>	CaO/SiO ₂	3.1	C3S+C2S	78	MgO (%)	1.0	Al ₂ O ₃ (%)	5.1	C3S (%)	68	C2S (%)	11	C3A (%)	6	C4AF (%)	13	Laitier (S)	Laitier vitreux (%) (CaO+MgO)/SiO ₂ CaO+MgO+SiO ₂ (%)		PF (%) CaO réactive (%) SiO ₂ réactive (%)		CaCO ₃ (%) Adsorption bleu méthylène (g/100g) TOC (%)		Cendres (V)	SiO ₂ amorphe (%) PF (%) Aire massique BET (m ² /kg)				Calcaire (L ou LL)					Fumées de silice (D)				
Nature	Caractéristiques																																												
Clinker (K) <i>Bussac</i>	CaO/SiO ₂			3.1																																									
	C3S+C2S			78																																									
	MgO (%)			1.0																																									
	Al ₂ O ₃ (%)			5.1																																									
	C3S (%)			68																																									
	C2S (%)			11																																									
	C3A (%)			6																																									
C4AF (%)	13																																												
Laitier (S)	Laitier vitreux (%) (CaO+MgO)/SiO ₂ CaO+MgO+SiO ₂ (%)																																												
	PF (%) CaO réactive (%) SiO ₂ réactive (%)																																												
	CaCO ₃ (%) Adsorption bleu méthylène (g/100g) TOC (%)																																												
Cendres (V)	SiO ₂ amorphe (%) PF (%) Aire massique BET (m ² /kg)																																												
Calcaire (L ou LL)																																													
Fumées de silice (D)																																													
C3A	6.6																																												
C3A+0.27*C3S NF	21.0																																												
Insoluble CEN	0.6																																												
Na ₂ O éq. actif	0.25																																												
Colorimétrie (L*)	56																																												

Mouture	
Broyeur(s)	2 et 1

Stockage	
Silo(s)	cf plan de silotage

Etablissement	Vrac	Ensachage
Usine de Bussac	Oui	Oui*

* Produit éventuellement disponible en sacs dans les dépôts et ou usines

Ces valeurs ne sont données qu'à titre indicatif. Les résultats d'auto-contrôle sont disponibles sur demande à la Direction Commerciale Assistance et Prescription Clients



Siège social :
Rue des Technodes
78930 Guerville
Tél. : 01 34 77 78 00
Fax : 01 34 77 79 06

SAS au capital de 593 836 525 €
Siren 654 800 689 RCS Versailles

Annexe F : Fiche technique sable correcteur



LTG - Carrière Le Bois d'Auvilliers
Le Bois d'Auvilliers
28130 HANCHES

Analyse Granulats

Pag

Sable 0/1 blanc

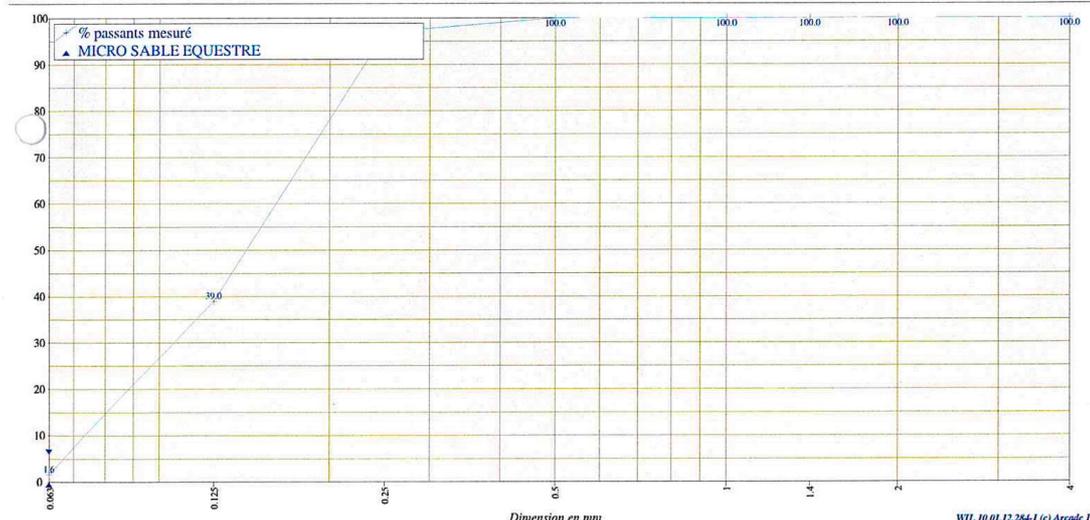
Producteur : LTG - Carrière Le Bois d'Auvilliers
Métrographie : Sable siliceux
Préparation : Naturel
Couleur : Blanc

Laboratoire : LABORATOIRE CBTP - Laboratoire du Mans
Le Perray Route d'Isaac
72000 LE MANS
Tel:0243769462 Fax:0243769583

Laboratoire	Laboratoire du Mans (LABORATOIRE CBTP) Le Perray Route d'Isaac 72000 LE MANS
Échantillon n° B2248027	04/09/2012 (Réalisé le 06/09/2012)
Classe granulaire	0/1 mm
Origine	Carrière
Mode	Production hebdomadaire
Conformité	conforme
Échantillon fait par	G.MASTELLARO
Référence	MICRO SABLE EQUESTRE
Observations internes	

Condition de l'essai	Minimum	Maximum	U	Norme
Module de finesse (FM)		0.64	0.15	EN 12620 anB, EN 13139 a
Alcalinité des fines - Essai au bleu de méthylène (0/2) (MB)		0.4 g/kg	0.5	EN 933-9
Imprégnation en eau par séchage en étuve ventilée (W)		4.9 %		EN 1097-5

Analyse granulométrique (NF EN 933-1)				
Tamis (mm)	Minimum	%tamisat	Maximum	Incertitude
4.000		100.0		
2.000		100.0		
1.400		100.0		
1.000		100.0		
0.500		100.0		
0.250		97.0		
0.125		39.0		
0.063		1.6	6.0	



Technicien chargé des essais	Responsable Secteur Le Mans PYMeyer	Directeur du laboratoire S.Maurier

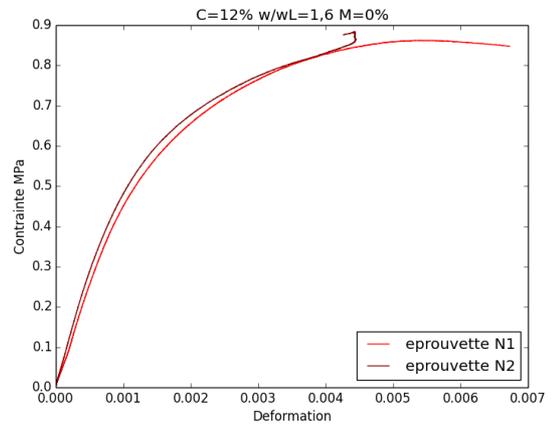
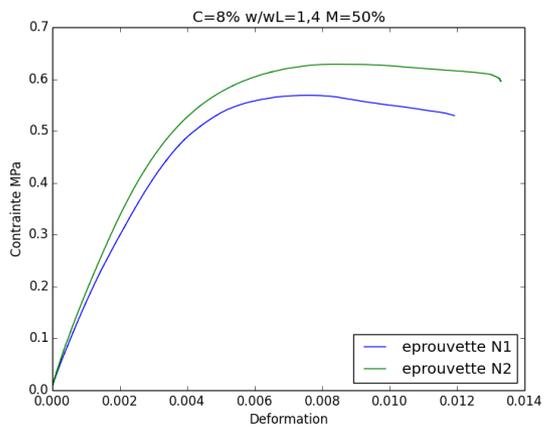
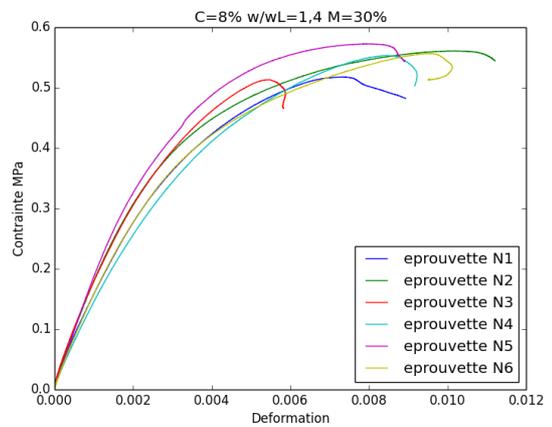
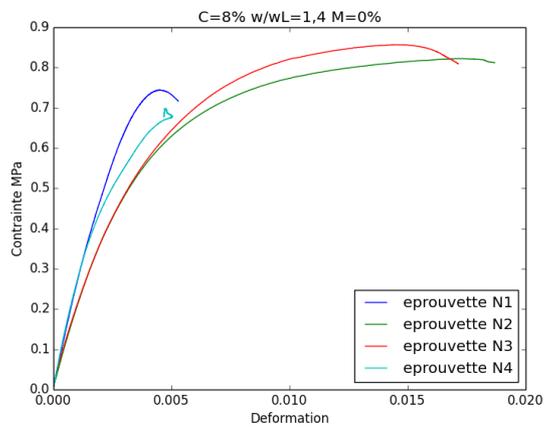
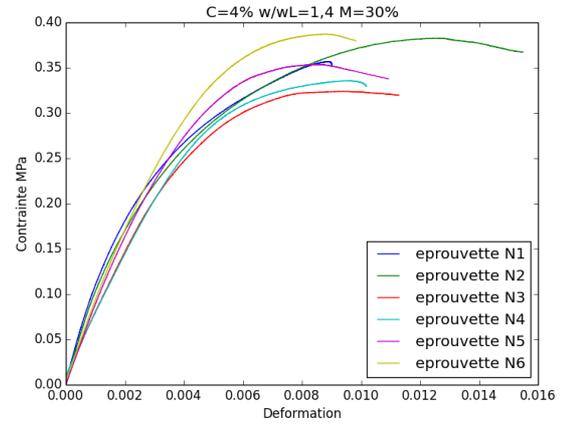
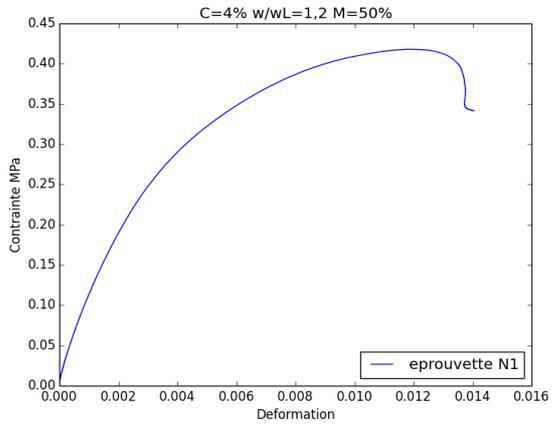
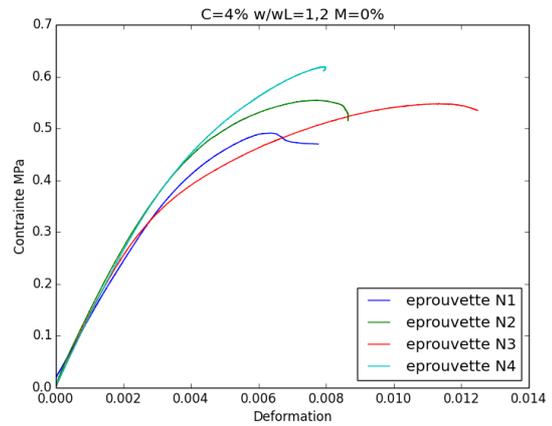
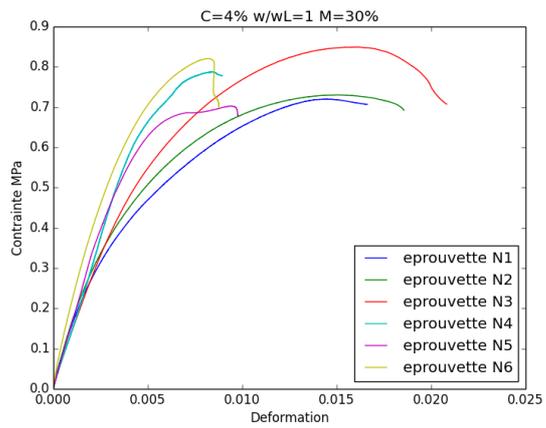
La reproduction de ce rapport d'essai n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il comporte 1 page(s).
Les résultats présentés ne concernent que les échantillons soumis aux essais.

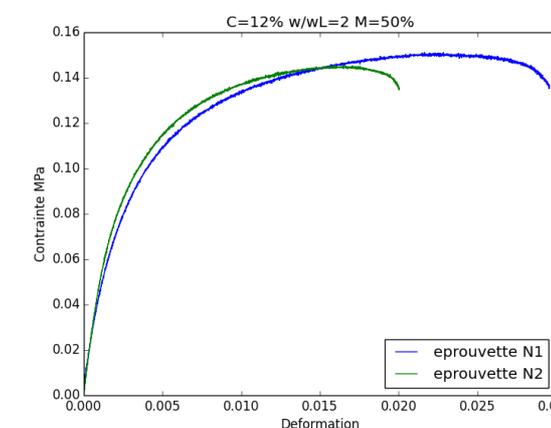
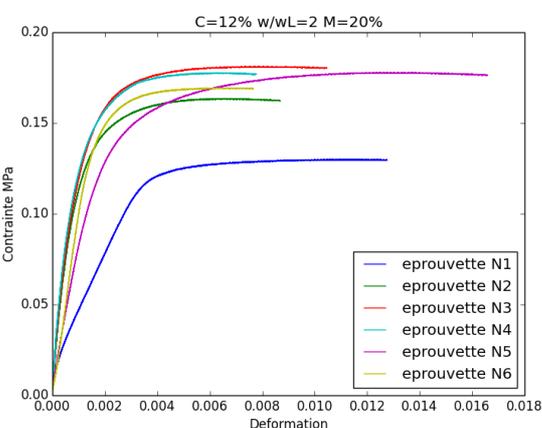
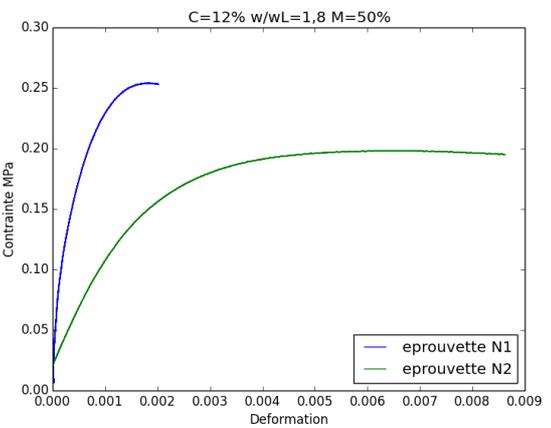
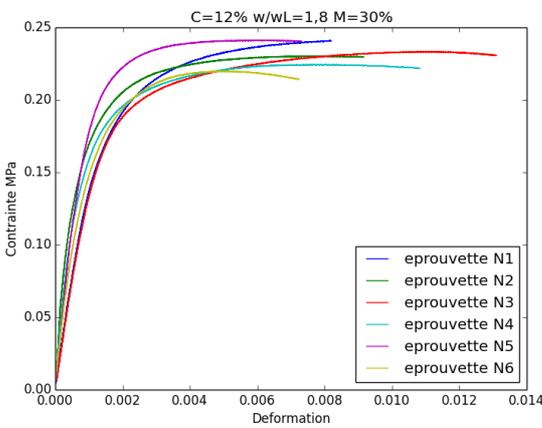
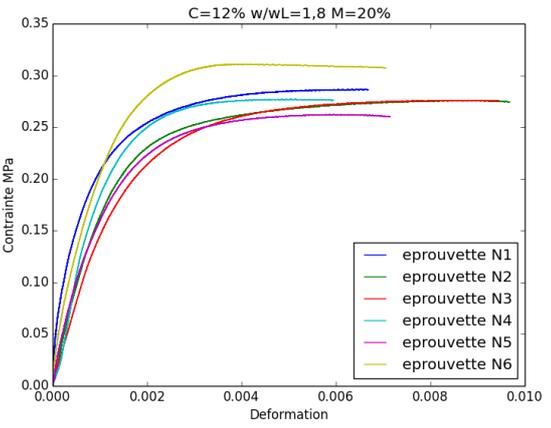
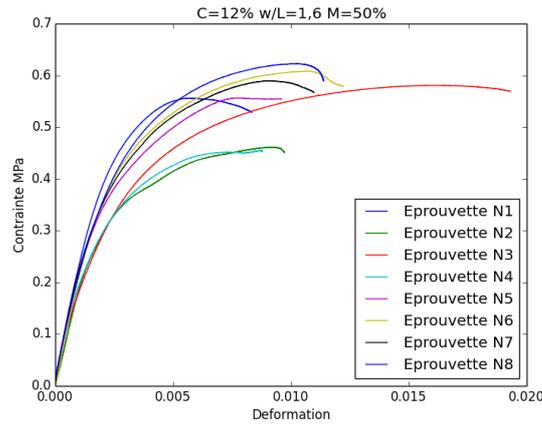
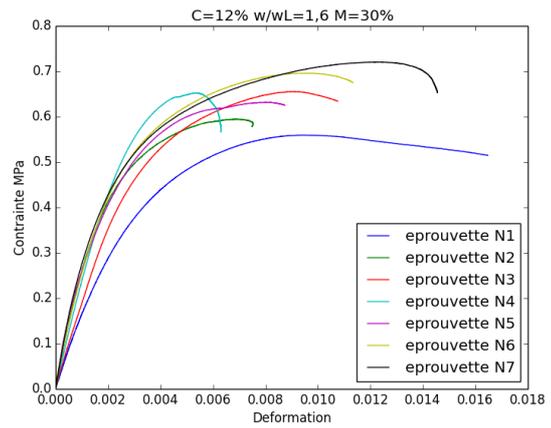
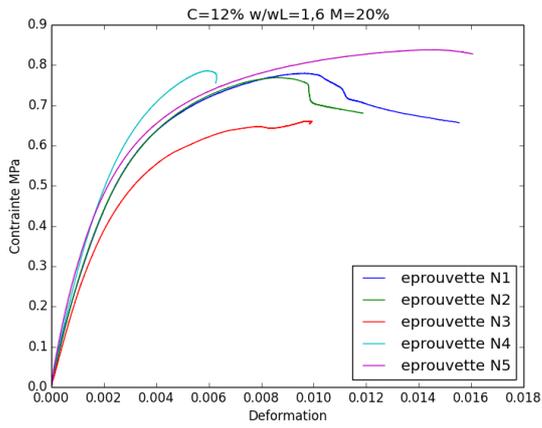
Annexe G : Quantités constituants (kg/m³)

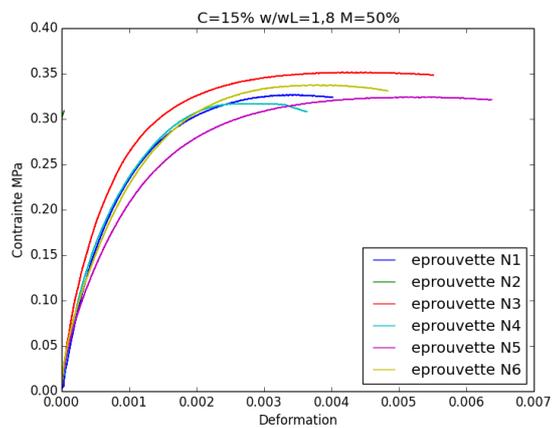
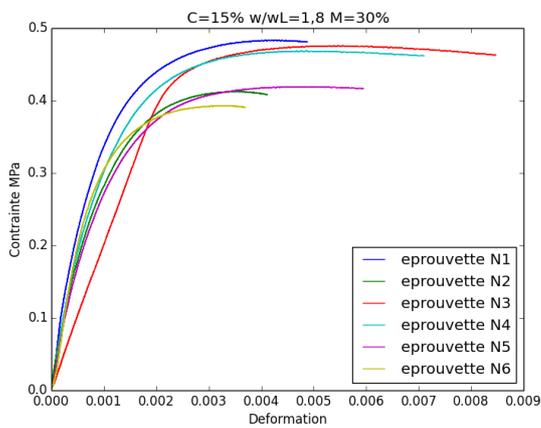
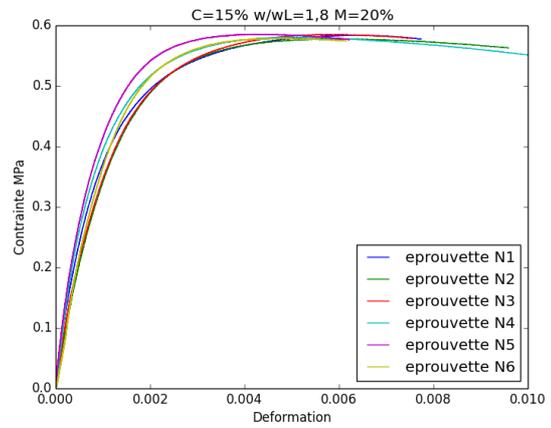
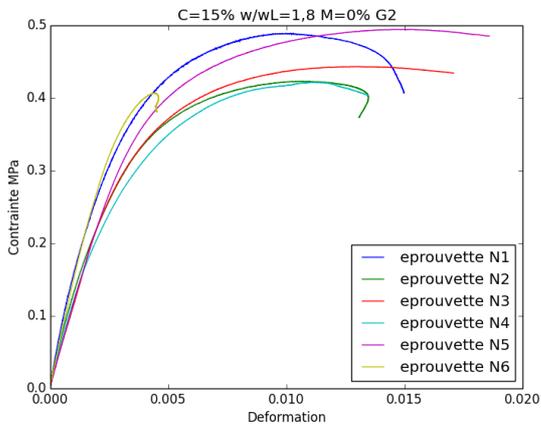
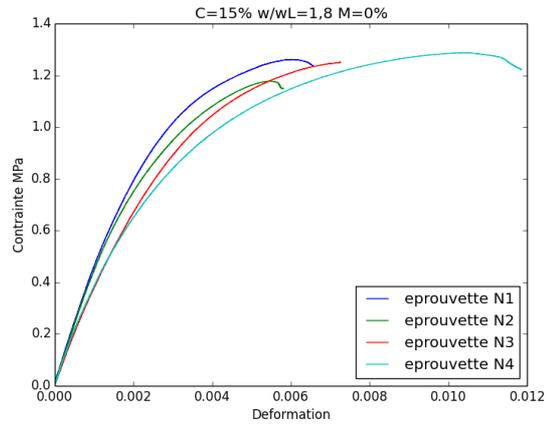
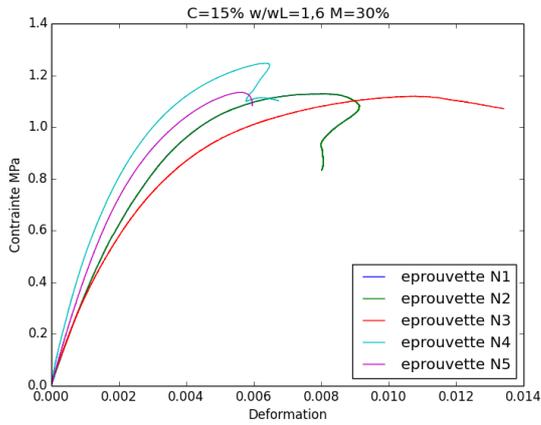
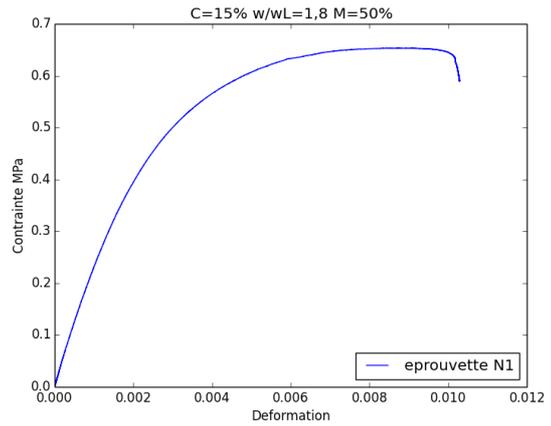
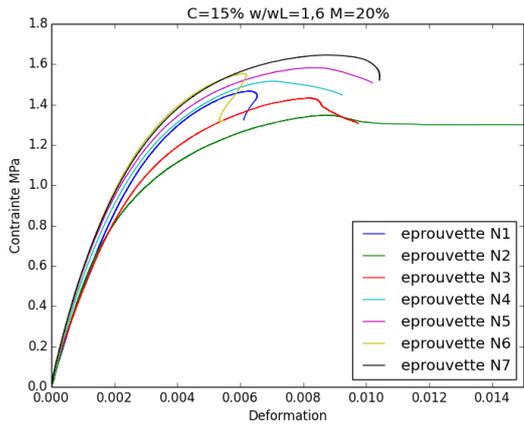
Formulation			Quantité kg/m ³ de BAMS			E/C	
C(%)	w/w _L	M(%)	Ciment	Eau	Sol		
18	1,6	0	265	711	494	2,7	
		50	248	668	464		
	1,8	0	259	730	451	2,8	
		20	239	672	415		
		30	231	652	402		
		50	217	611	377		
	2	0	256	749	416	2,9	
		20	229	669	372		
		30	215	629	349		
		50	193	565	314		
	2,2	0	252	763	385	3,0	
		20	217	656	331		
		30	204	617	311		
		50	188	570	288		
	15	1,6	0	218	727	505	3,3
			20	211	706	490	
30			208	696	483		
50			200	669	464		
1,8		0	215	752	464	3,5	
		20	193	674	416		
		30	182	639	394		
		50	169	593	366		
2		0	204	743	413	3,6	
		20	184	671	373		
		30	175	636	353		
		50	163	592	329		
12	1,6	0	175	756	524	4,5	
		20	158	685	380		
		30	157	678	471		
		50	149	645	448		
	1,8	0	166	751	464	4,6	
		20	152	687	424		
		30	144	651	402		
		50	128	581	359		
	2	0	164	775	431	4,7	
		20	144	681	378		
		30	139	656	365		
		50	124	584	324		
8	1,4	0	116	744	590	6,4	
		30	105	672	533		
		50	106	677	537		
	1,6	0	113	766	532	6,8	
		25	102	690	479		
		33	99	675	469		
		42,8	91	619	430		

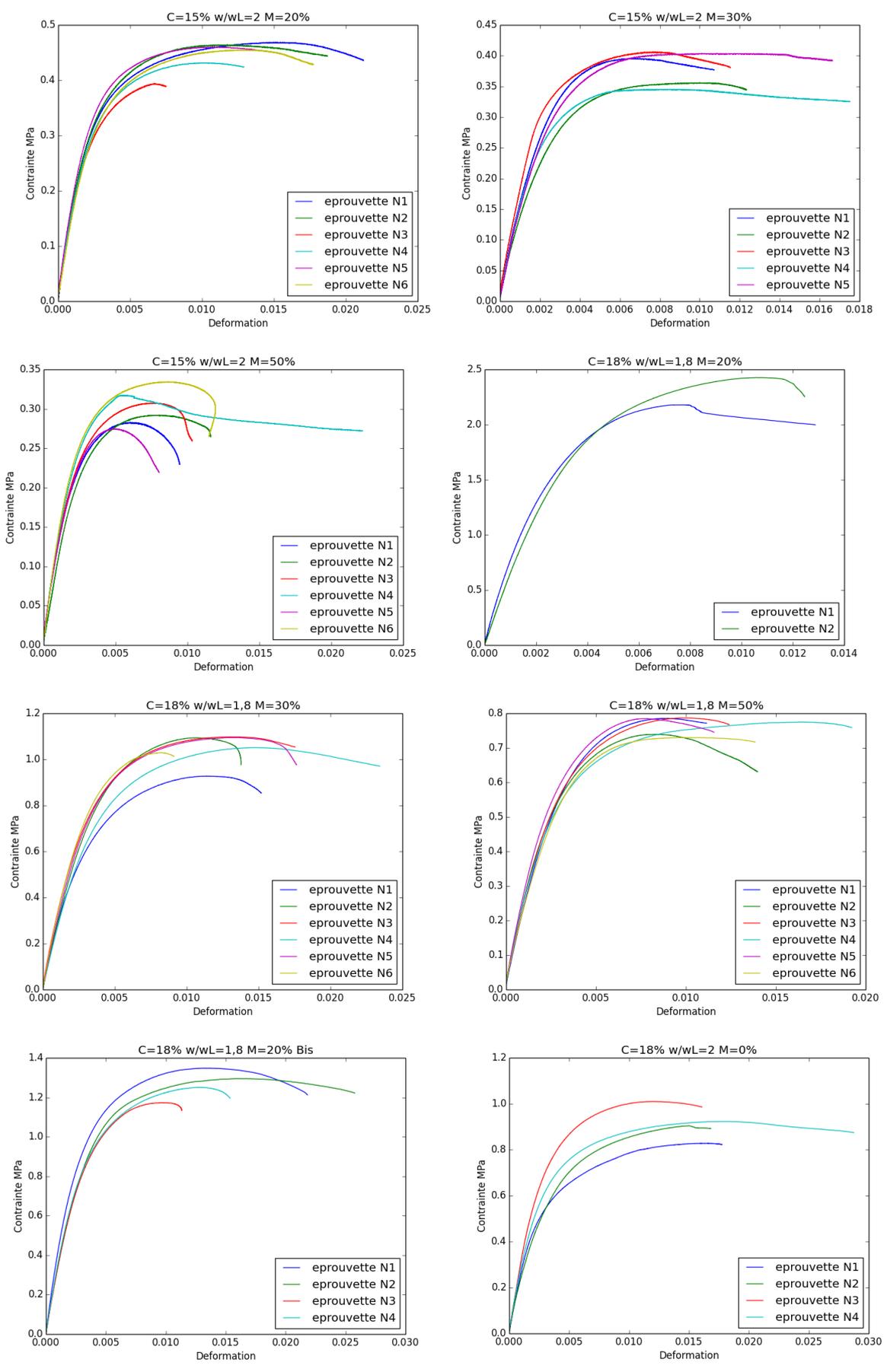
	1,7	0	111	773	505	7,0
		25	97	673	440	
		33	93	647	423	
		42,8	90	629	411	
	1,8	0	110	785	485	7,1
		25	101	717	442	
		33	88	627	387	
		42,8	82	580	358	
	2	0	108	797	443	7,4
		25	94,4	698	388	
		33	89	658	366	
		42,8	83	615	342	
4	1	0	58,0	659	586	11,4
		30	58,0	659	586	
	1,2	0	56,4	703	651	12,5
		50	55,6	693	642	
	1,25	0	56,4	717	637	12,7
		25	55,2	701	623	
		42,8	54,8	697	619	
	1,4	0	55,7	744	590	13,4
		25	52,5	702	557	
		33	51,6	691	549	
		42,8	47,1	630	500	
		100	43,0	575	457	
	1,5	0	54,8	756	560	13,8
		25	48,3	667	494	
		33	41,8	576	428	
		42,8	45,3	624	463	
		100	29,9	413	306	
	1,6	0	53,9	763	530	14,2
		25	47,5	673	467	
		33	41,3	585	407	
		42,8	39,2	555	386	
		100	29,1	413	287	
	1,75	0	53,2	781	496	14,7
		25	46,3	679	431	
		33	38,4	564	359	
		42,8	38,9	570	362	
		100	22,3	327	208	
	2	0	60,0	925	514	15,4
25		42,5	656	364		
33		37,1	572	318		
42,8		38,4	593	329		
100		22,1	341	190		

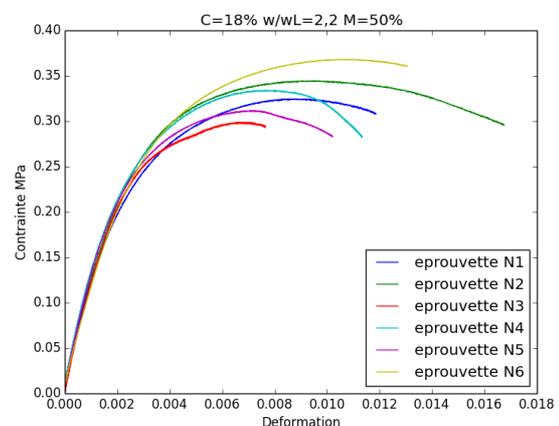
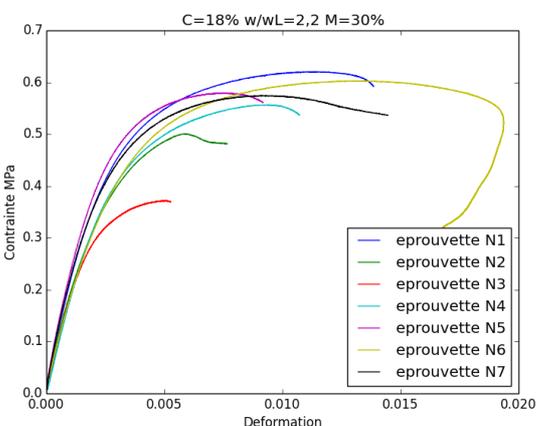
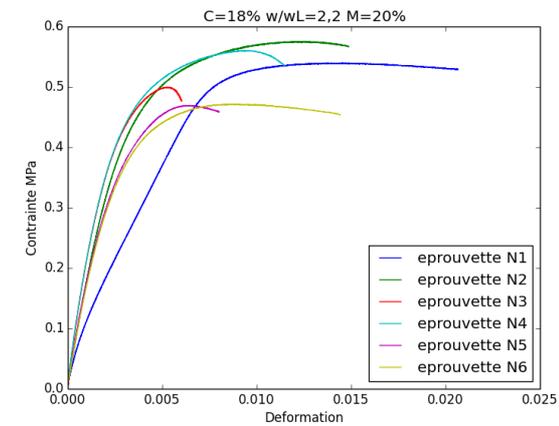
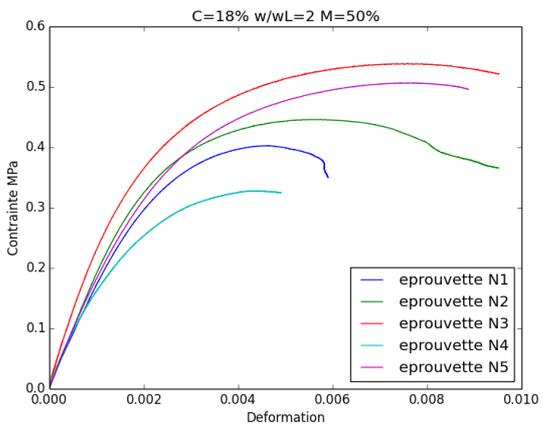
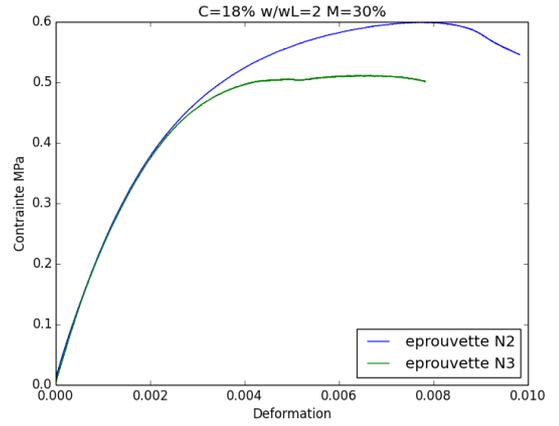
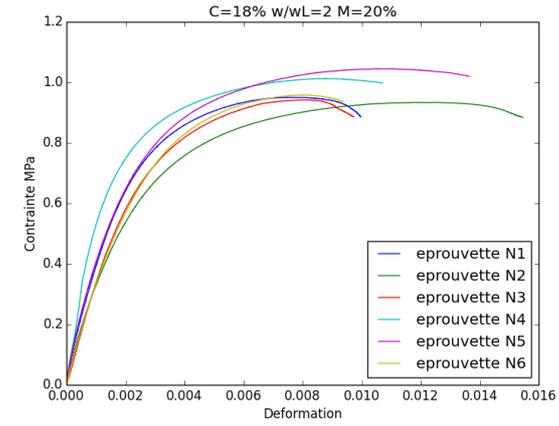
Annexe H : Courbes contrainte/déformation











Annexe I : Courbes retrait en fonction du nombre de jours

La Figure I-1 et la Figure I-2 présentent respectivement pour le pourcentage massique de ciment $C=12\%$ ($w/w_L=1,6$) et $C=18\%$ ($w/w_L=2$) les courbes de retrait en fonction du nombre de jours pour les pourcentages volumiques de mousse $M=\{0\% ; 30\% ; 50\%\}$.

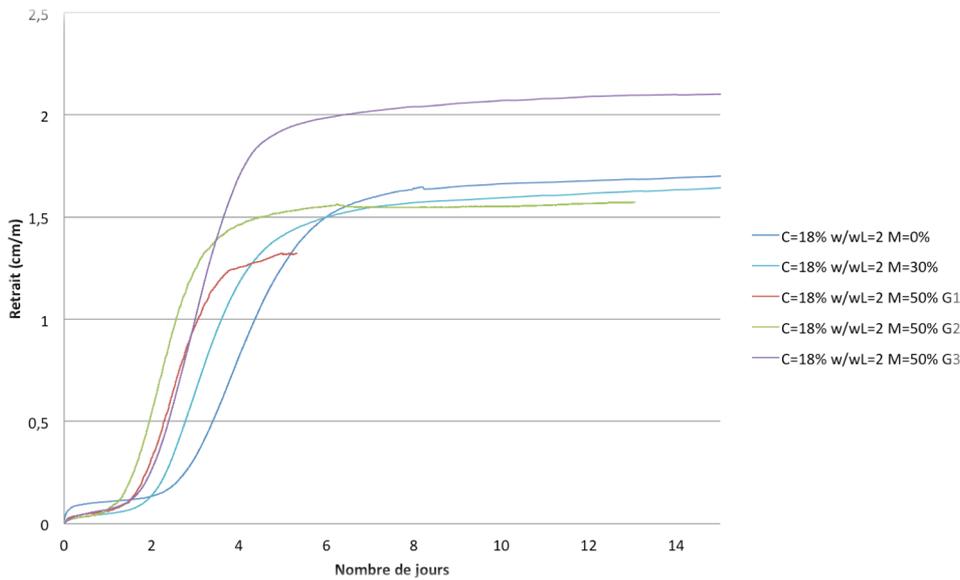


Figure I-1 : Retrait (cm/m) en fonction du nombre de jours à partir de la mise en place de l'éprouvette sur le dispositif pour $C=12\%$ $w/w_L=1,6$ $M=\{0\% ; 30\% ; 50\%\}$

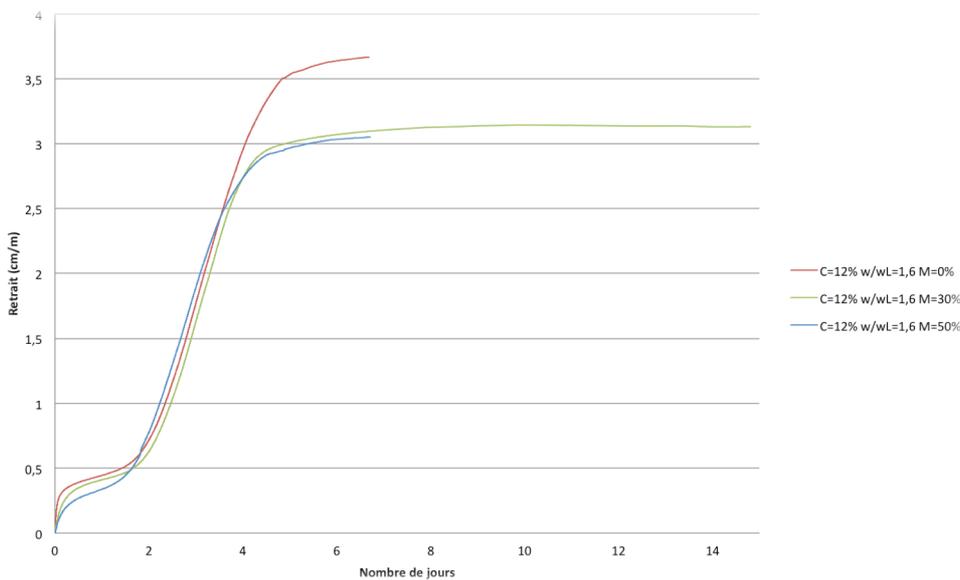


Figure I-2 : Retrait (cm/m) en fonction du nombre de jours à partir de la mise en place de l'éprouvette sur le dispositif pour $C=12\%$ $w/w_L=1,6$ $M=\{0\% ; 30\% ; 50\%\}$

Annexe J : Les différents types d'écoulement

La traversée d'un gaz dans un milieu poreux met en jeu différents types d'écoulement.

- Ecoulement visqueux
Cet écoulement est caractérisé par la viscosité du fluide. Il définit la perméabilité intrinsèque. Le modèle de Darcy prend en compte uniquement cet écoulement pour décrire la traversée du fluide dans le matériau. Si d'autres écoulements ont lieu, la loi doit être corrigée afin de ne prendre en compte que l'écoulement visqueux dans le calcul de la perméabilité intrinsèque. Ce type d'écoulement peut être turbulent ou laminaire selon les conditions expérimentales et la structure poreuse du matériau. Dans le cas d'un écoulement turbulent la loi de Darcy est corrigée ; c'est le modèle de Darcy-Forchheimer.
- Ecoulement de glissement
Ce mode d'écoulement est créé par les chocs des molécules sur les parois des pores dans le matériau. Il a lieu lorsque le libre parcours moyen correspond à la dimension des pores du matériau. Le libre parcours moyen se définit avec la relation suivante :

$$\lambda = \frac{kT}{D^2 P \pi \sqrt{2}}$$

Avec :

- ✓ k la constante de Boltzmann ($1,38066 \cdot 10^{-23} \text{ J.K}^{-1}$)
 - ✓ D diamètre du pore
 - ✓ P Pression (en Pa)
 - ✓ T température (en K)
- Ecoulement moléculaire
Ce type d'écoulement a lieu lorsque le libre parcours moyen des molécules de gaz est largement supérieur au diamètre des pores du matériau. L'écoulement du gaz se fait par diffusion. Les molécules de gaz sont en écoulement libre. Le nombre de chocs entre molécules est négligeable par rapport au nombre de chocs contre la paroi.
 - Ecoulement de diffusion de surface
Cet écoulement est créé par un gradient de concentration des molécules gazeuses à la surface des pores du à l'absorption des molécules de gaz par les pores. Cet écoulement est pris en compte dans le modèle de Carman mais il est souvent négligé dans le cas des gaz utilisés pour le calcul de la perméabilité intrinsèque.

Annexe K : Calcul de la perméabilité intrinsèque

Modèle de Darcy-Forchheimer

Le **modèle de Darcy-Forchheimer** est basé sur la loi de Darcy. Il introduit β le facteur de résistance inertielle (en m^{-1}). L'équation de Darcy-Forchheimer est la suivante :

$$\frac{P_1^2 - P_2^2}{2\mu P_1 \frac{Q_1}{S} L} = \frac{1}{K} + \beta * P_1 * \frac{1}{\mu} \frac{M}{RT} \frac{Q_1}{S}$$

Le modèle est appliqué en effectuant une régression linéaire sur les points suivants :

$$Y = \frac{P_1^2 - P_2^2}{2\mu P_1 \frac{Q_1}{S} L}$$

$$X = P_1 * \frac{1}{\mu} \frac{M}{RT} \frac{Q_1}{S}$$

La perméabilité intrinsèque est l'inverse de l'ordonnée à l'origine de la régression linéaire. Le coefficient de corrélation de la régression linéaire permet de vérifier que le modèle est valide.

Le modèle de Darcy et le modèle de Darcy Forchheimer sont utilisés dans l'hypothèse où l'écoulement est uniquement visqueux. D'autres modèles (approche Klinkenberg et approche Carman présentés ci-dessous ont été développés pour prendre en compte le fait que l'écoulement peut ne pas être purement visqueux et que des écoulements de natures différentes peuvent s'additionner.

Approche Klinkenberg

L'approche **Klinkenberg** prend en compte un écoulement par glissement en plus de l'écoulement visqueux. Cet effet Klinkenberg est d'autant plus significatif que la perméabilité du milieu est faible. Il se manifeste lorsque le libre parcours moyen des molécules de gaz est du même ordre de grandeur que la taille des pores. Les molécules de gaz ne s'écoulent plus seulement par rapport à la viscosité du fluide, elles « glissent » également sur la paroi du matériau. La perméabilité mesurée par Darcy est alors surestimée. La perméabilité correspondante est nommée perméabilité apparente et est notée K_a .

Le modèle de Darcy-Klinkenberg propose l'équation suivante pour relier la perméabilité apparente K_a et la perméabilité intrinsèque notée K :

$$K_a = K \left(1 + \frac{\beta}{P_m} \right)$$

Avec ;

- ✓ β le coefficient de Klinkenberg (Pa)
- ✓ P_m la pression moyenne entre l'entrée et la sortie du matériau

$$P_m = \frac{(P_1 + P_2)}{2}$$

La perméabilité apparente correspond à la perméabilité intrinsèque lorsque la pression moyenne tend vers l'infini ce qui se traduit par une phase condensée du gaz où l'écoulement par glissement peut être négligé (Figure K-1).

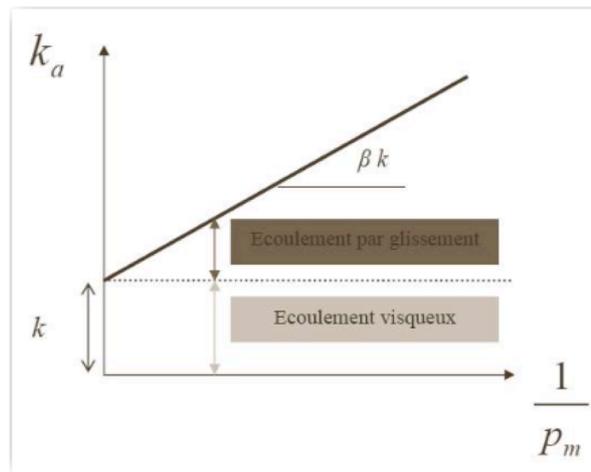


Figure K-1 : Interprétation graphique de l'approche Klinkenberg

La perméabilité apparente K_a se calcule d'après la formule suivante :

$$K_a = \frac{2\mu P_1 \frac{Q_1 L}{S}}{P_1^2 - P_2^2}$$

Approche Carman

L'approche **Carman** prend en compte trois types d'écoulement ;

- ✓ l'écoulement de diffusion,
- ✓ l'écoulement visqueux,
- ✓ l'écoulement moléculaire.

Un coefficient de perméabilité pour chaque type d'écoulement est défini et est respectivement noté K_{ad} , K et K_0 pour le coefficient de perméabilité relatif à l'écoulement de diffusion de surface, à l'écoulement visqueux et à l'écoulement moléculaire. L'approche Carman propose de prendre en compte ces trois contributions d'écoulement avec l'équation suivante ;

$$\frac{v_1 * P_1 * L}{\Delta P} = K_{ad} + \frac{K}{\mu} * P_m + \frac{4}{3} K_0 * \bar{v}$$

Avec :

- P_m la pression moyenne entre l'entrée et la sortie de l'éprouvette (Pa),
- \bar{v} la vitesse moyenne moléculaire définie comme suit :

$$\bar{v} = \sqrt{\frac{8RT}{\pi * M}}$$

Avec ;

- ✓ M est la masse molaire du fluide (g/mol),
 - ✓ T la température (K),
 - ✓ R la constante des gaz parfaits.
- v_1 la vitesse de Darcy définit avec la relation suivante ;

$$v_1 = \frac{Q_1}{S}$$

Avec ;

- ✓ Q_1 le débit volumique en entrée (m³/s)
- ✓ S la section d'entrée de l'éprouvette (m²)

En négligeant l'écoulement de diffusion de surface et en prenant en compte l'équation des gaz parfait, la relation peut alors s'écrire de la manière suivante :

$$\frac{\rho * Q_1 * L}{S * \Delta P} = K * \frac{MP_m}{\mu RT} + \frac{4}{3} K_0 \bar{v} \frac{M}{RT}$$

La régression linéaire est effectuée sur les points de mesures suivants :

$$X = \frac{P_m * M}{\mu RT}$$

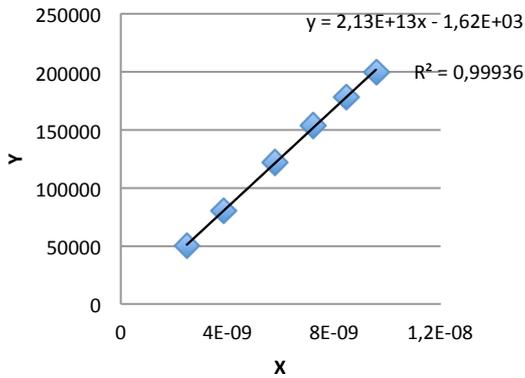
$$Y = \frac{Q_1 * \rho * L}{S * \Delta P}$$

La perméabilité intrinsèque correspond au coefficient directeur de la régression linéaire.

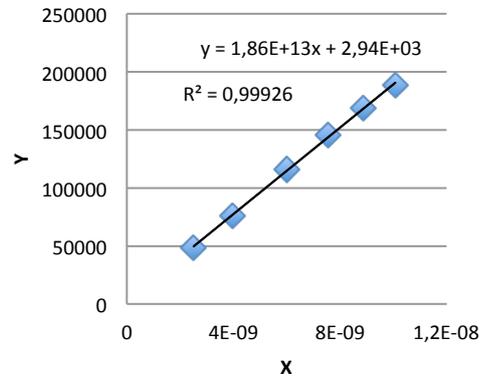
Dans la littérature, ce modèle a été utilisé avec succès dans le cadre de mortiers de ciment (Perraton D., 1992). Il a également été utilisé dans le cadre de l'étude d'un matériau granulaire consolidé par injection de coulis de ciment (Alaïwa A., 2007).

Annexe L : Courbes perméabilité intrinsèque (Darcy)

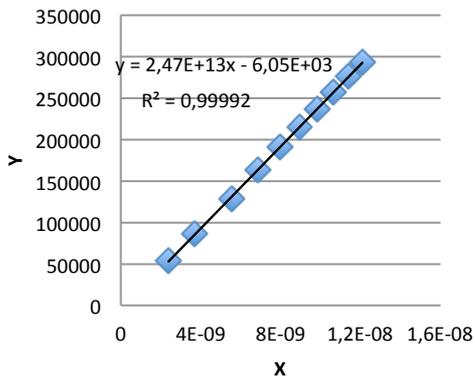
C=18% w/wL=2 M=0% 1
Montée



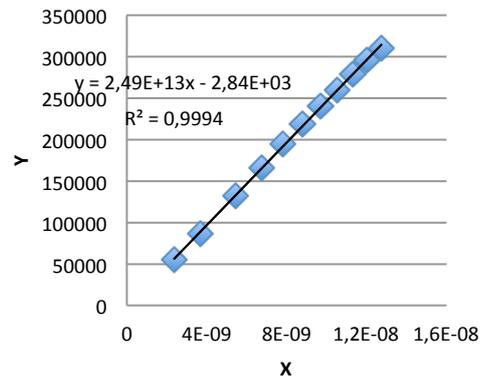
C=18% w/wL=2 M=0% 1
Descente



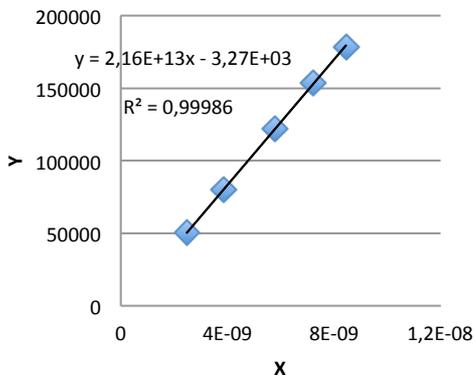
C=18% w/wL=2 M=0% 2
Montée



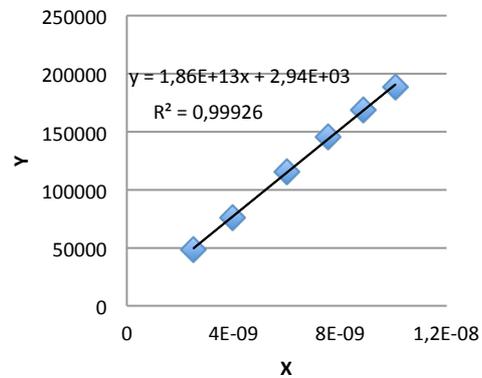
C=18% w/wL=2 M=0% 2
Descente



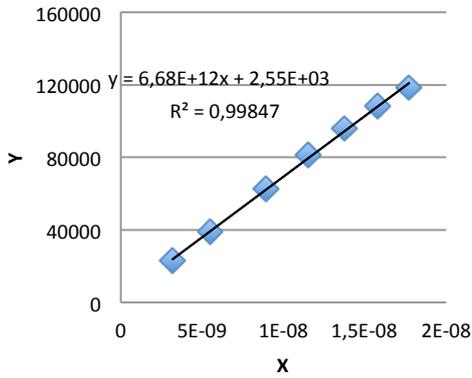
C=18% w/wL=2 M=0% 3
Montée



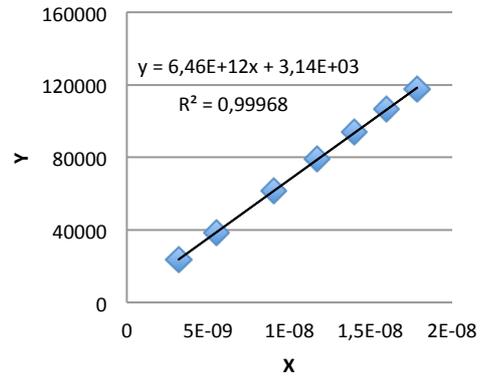
C=18% w/wL=2 M=0% 3
Descente



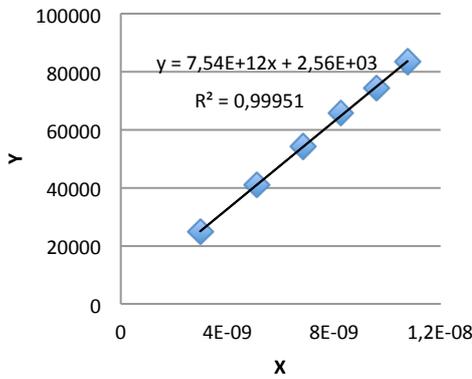
C=18% w/wL=2 M=20% 1
Montée



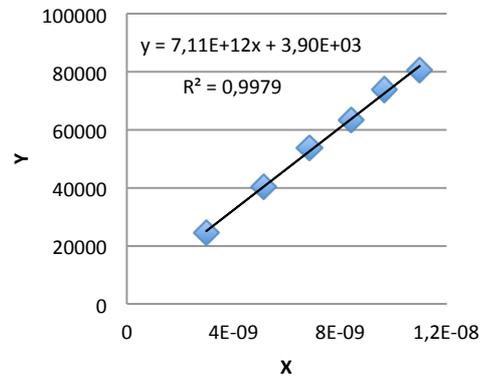
C=18% w/wL=2 M=20% 1
Descente



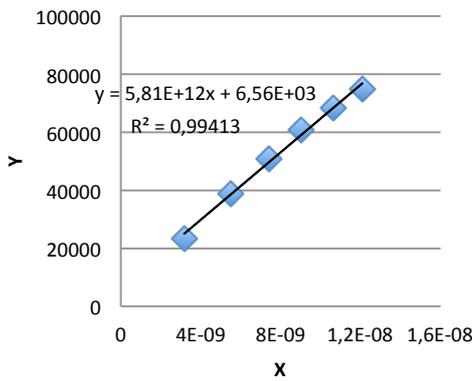
C=18% w/wL=2 M=20% 2
Montée



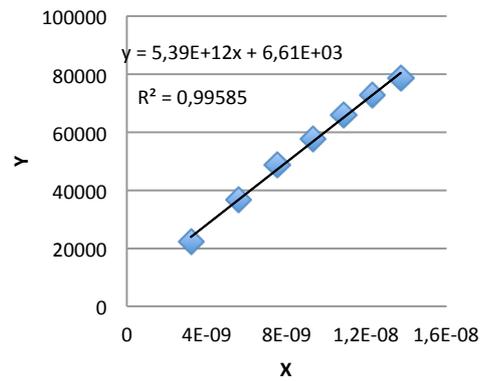
C=18% w/wL=2 M=20% 2
Descente



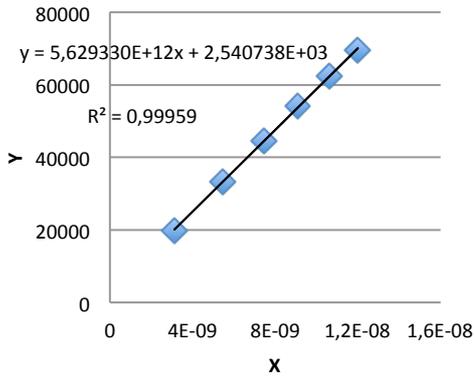
C=18% w/wL=2 M=30% 1
Montée



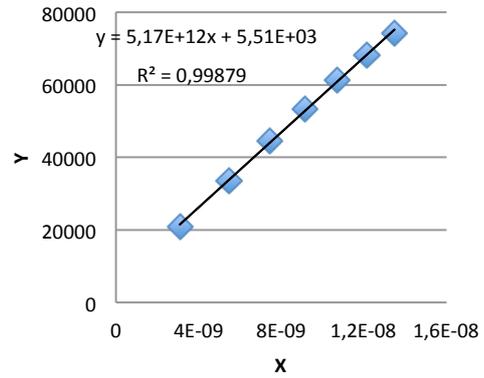
C=18% w/wL=2 M=30% 1
Descente



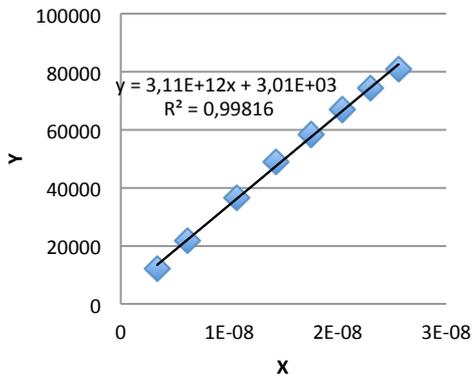
C=18% w/wL=2 M=30% 2
Montée



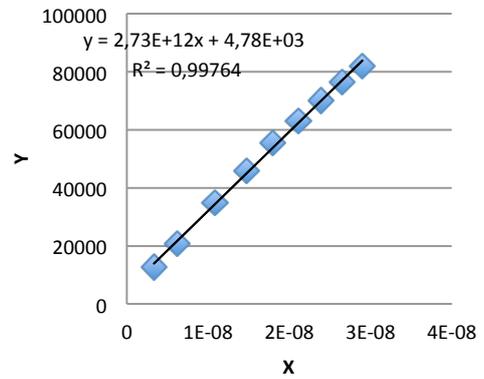
C=18% w/wL=2 M=30% 2
Descente



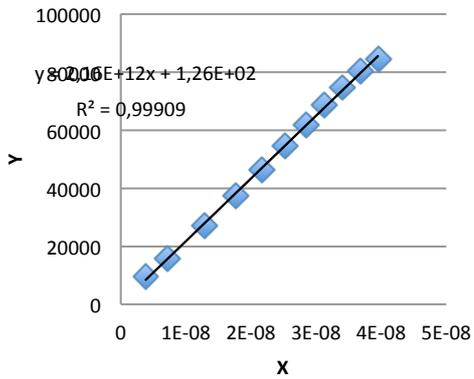
C=18% w/wL=2 M=50% 1
Montée



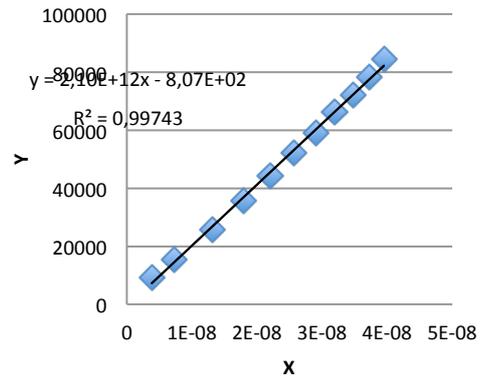
C=18% w/wL=2 M=50% 1
Descente



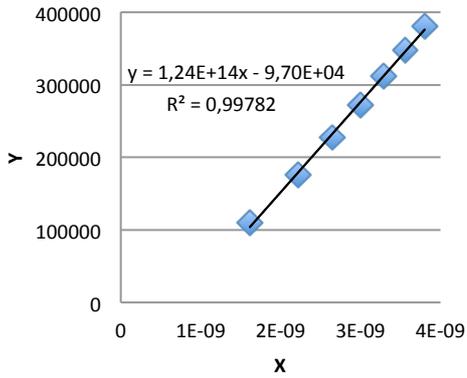
C=18% w/wL=2 M=50% 2
Montée



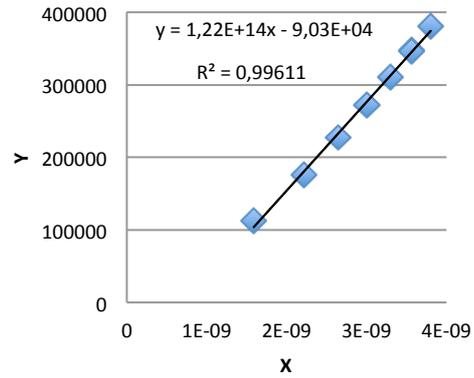
C=18% w/wL=2 M=50% 2
Descente



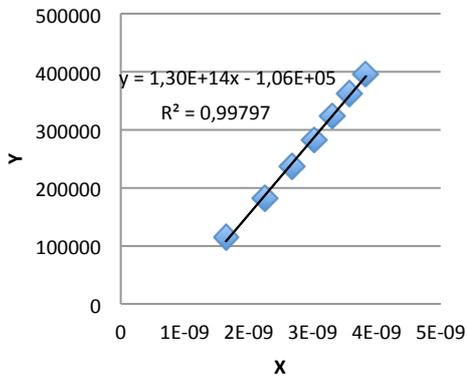
C=12% w/wL=1,6 M=30% 1
Montée



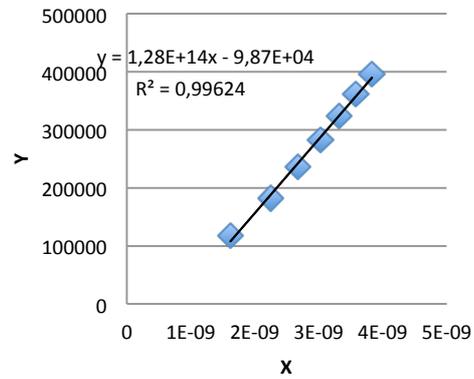
C=12% w/wL=1,6 M=30% 1
Descente



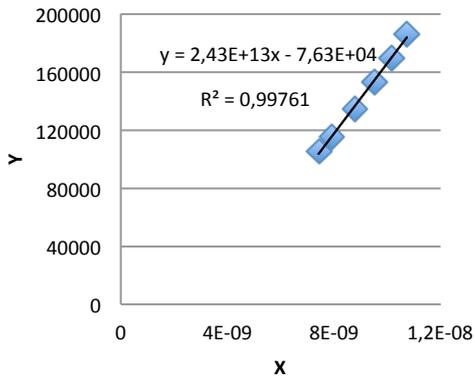
C=12% w/wL=1,6 M=30% 2
Montée



C=12% w/wL=1,6 M=30% 2
Descente



C=12% w/wL=1,6 M=50% 1
Montée



C=12% w/wL=1,6 M=50% 1
Descente

