



HAL
open science

Valorisation des sédiments de dragage dans des bétons autoplaçants : optimisation de la formulation et étude de la durabilité

Amine El Mahdi Safhi

► To cite this version:

Amine El Mahdi Safhi. Valorisation des sédiments de dragage dans des bétons autoplaçants : optimisation de la formulation et étude de la durabilité. Génie civil. Ecole nationale supérieure Mines-Télécom Lille Douai; Université de Sherbrooke (Québec, Canada), 2020. Français. NNT : 2020MTLD0005 . tel-03161520

HAL Id: tel-03161520

<https://theses.hal.science/tel-03161520>

Submitted on 7 Mar 2021

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 EN COTUTELLE FRANCO-CANADIENNE

Présentée en vue d'obtenir le grade de

PHILOSOPHIE DOCTOR (PH. D.)

DOCTORAT

**LA FACULTÉ DE GÉNIE DE
L'UNIVERSITÉ DE SHERBROOKE**

**L'UNIVERSITÉ DE LILLE
DÉLIVRÉ PAR L'IMT LILLE DOUAI**

Discipline :

Génie civil et environnemental

Présentée et soutenue publiquement par :

Amine el Mahdi SAFHI

Le : **06/03/2020**

Sujet de la thèse :

**VALORISATION DES SÉDIMENTS DE DRAGAGE DANS DES BÉTONS AUTOPLAÇANTS :
OPTIMISATION DE LA FORMULATION ET ÉTUDE DE LA DURABILITÉ**

*« Recycling of dredged sediments in self-consolidating concrete: mix design
optimization and durability study »*

Devant un jury composé de :

Président	Pr. Nor-Edine ABRIAK	IMT Lille Douai
Rapporteure	Pr. Michelle T'KINT	Université de Picardie Jules Verne
Rapporteure	HDR. Salima AGGOUN	Université de Cergy-Pontoise
Examinatrice	Pr. Josée DUCHESNE	Université de Laval
Directeur de thèse	Pr. Mahfoud BENZERZOUR	IMT Lille Douai
Directeur de thèse	Pr. Patrice RIVARD	Université de Sherbrooke
Invité	Pr. Yahia AMMAR	Université de Sherbrooke
Invitée	Dr. Nathalie GINEYS	EQIOM, Groupe CRH

Laboratoires d'accueil :

LGCgE, CERI Matériaux & Procédés, IMT Lille Douai, France
CRIB, Département de Génie civil & génie bâtiment, Faculté de Génie, UdeS, Canada

REMERCIEMENT

Louange à Dieu, Seigneur des Mondes, le Tout-Puissant, de m'avoir donné la résilience pour accomplir en temps et en heure ce projet, ainsi que l'audace pour dépasser toutes les difficultés rencontrées.

Tout d'abord, je tiens à adresser mes vifs et sincères remerciements à mes directeurs de thèse : Pr. Patrice Rivard et Pr. Mahfoud Benzerzour, non seulement pour leur soutien matériel et financier, mais aussi pour leurs orientations, conseils, et leurs consignes pertinentes tout au long de ce travail de recherche, tout en m'offrant une marge adéquate d'indépendance. Je les remercie infiniment pour leur confiance en moi, et l'opportunité qu'ils m'ont offerte.

Mes remerciements s'adressent aussi à l'ensemble des personnes qui m'ont fait l'honneur d'être membres de mon jury. Je remercie le Pr. Nor-Edine Abriak, pour avoir accepté de présider ce jury et de synthétiser les rapports. J'adresse également toute ma gratitude au Pr. Michelle T'kint et à Mme Salima Aggoun pour avoir examiné mon travail. Un grand merci aussi au Pr. Josée Duchesne pour les discussions fructueuses que nous avons eues. Je remercie enfin Pr. Yahia Ammar et Dr. Nathalie Gineys d'avoir accepté l'invitation pour assister à ma soutenance de thèse malgré leur calendrier chargé.

Mes remerciements se dirigent de la même façon aux membres du *Département de Génie civil et génie bâtiment* de l'*UdeS*, et au *LGCgE, CERI Matériaux & Procédés* de l'*IMT Lille Douai* pour avoir facilité la recherche et la logistique administrative; au Pr. Ammar Yahia pour sa coopération à travers ses ressources de recherche, au Pr. Kamal H. Khayat (*Missouri S&T*) pour sa collaboration et son indispensable soutien; à mes collègues avec qui j'ai coopéré dans certaines phases de mon étude (Abdelhadi Bouchikhi); aux assistants de recherche et aux techniciens : Danick, Ghislaine, Guillaume, Johanna, Josée, Michael, et Rajko pour leur assistance et leurs conseils tout au long de la phase expérimentale. Je remercie aussi les professionnels de recherche du *Centre de Caractérisation des Matériaux* à l'*UdeS*: Carl, Charles, Sonia, et Stéphane pour leur assistance ponctuelle dans les essais de caractérisation.

Ma reconnaissance s'adresse également à l'*ACI Section du Québec et l'Est et de l'Ontario* pour l'honneur qui m'a été fait en m'octroyant la bourse de « *Michel Piegon* » et en me permettant de présenter mes travaux aux professionnels de l'industrie, à la *Faculté de Génie* pour l'honneur qui m'a été donné par l'attribution de la bourse d'Eureka, au *Ministère de l'Éducation Nationale, de la Formation Professionnelle, de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique* pour le privilège qui m'a été fait en m'accordant la bourse de la coopération internationale. Ces bourses ont été pour moi un regain d'énergie pour mener à bien ces travaux.

Je remercie mes parents Amina et Mohamed, mes sœurs Sarah et Soukaina, mes frères Ahmed-Marouane et Hicham-Moad pour leur soutien manifesté à mon égard et leur amour inconditionnel. Merci aux amis qui m'ont aidé ou encouragé, et à toutes celles et tous ceux, qui ont contribué, d'une manière ou d'une autre, à l'aboutissement de ce projet, durant ces années de recherche.

SOMMAIRE

REMERCIEMENT	2
SOMMAIRE	3
LISTE DES FIGURES.....	8
LISTE DES TABLEAUX	10
INTRODUCTION GÉNÉRALE.....	11
A. Mise en contexte.....	11
B. Problématiques du projet.....	11
C. Cahier des charges et objectifs	12
D. Méthodologie de l'étude.....	13
1. CHAPITRE I : ÉTAT DES CONNAISSANCES.....	14
1.1. Problématique des sédiments dragués	14
1.1.1. Généralités sur les sédiments de dragage	14
1.1.2. Problématiques du dragage et de la gestion des sédiments	15
1.1.3. Contexte législatif et réglementaire relative aux sédiments	17
1.1.4. Gestion des sédiments de dragage	20
1.2. Généralités sur les bétons autoplaçants	22
1.2.1. Caractéristiques des BAP à l'état frais	23
1.2.2. La rhéologie des BAPs	26
1.2.3. Aperçu sur les formulations des BAPs.....	27
1.2.4. Valorisation des sous-produits dans les BAPs	31
1.3. Contexte normatif de la durabilité.....	31
1.3.1. Indicateur de durabilité et contexte normatif.....	32
1.3.2. La durabilité dans les normes canadiennes et françaises.....	35
1.3.3. Recommandations pour la durabilité.....	36
1.4. CONCLUSION DU CHAPITRE	37
2. CHAPITRE II : VALORISATION DES SÉDIMENTS MARINS DANS DES COULIS.....	39
2.1. Résumé général de l'article	39
2.1.1. Introduction	39
2.1.2. Matériaux.....	39
2.1.3. Protocole expérimental.....	40
2.1.4. Résultats et discussion	40

2.1.5. Conclusion.....	41
2.2. Abstract.....	42
2.3. Introduction	43
2.4. Materials and Methods	45
2.4.1. Test Equipment.....	45
2.4.2. Material properties.....	46
2.5. Experimental protocols.....	49
2.5.1. Packing density and water demand	49
2.5.2. Experimental design	50
2.5.3. Parametric study	52
2.5.4. Preparation of specimens and Test methods.....	53
2.6. Results and discussion.....	53
2.6.1. Workability.....	54
2.6.2. Flowability.....	55
2.6.3. Rheological properties.....	56
2.6.4. Cohesiveness	58
2.6.5. Paste strength.....	58
2.7. Mixture optimization and validation of the model	58
2.8. Conclusion.....	60
Acknowledgements.....	61
3. CHAPITRE III : DÉVELOPPEMENT DES MORTIERS AUTOPLAÇANTS À BASE DES SÉDIMENTS MARINS	62
3.1. Résumé général de l'article	62
3.1.1. Introduction	62
3.1.2. Matériaux.....	62
3.1.3. Protocole expérimental.....	62
3.1.4. Résultats et discussion.....	63
3.1.5. Conclusion.....	64
3.2. Abstract.....	65
3.3. Introduction	66
3.4. Materials characterization.....	67
3.4.1. Test equipment	67
3.4.2. Sediments sampling and treatment.....	68
3.4.3. Physical characterization	69

3.4.4. Chemical and mineral characterization	70
3.5. Experimental protocols.....	70
3.5.1. Specimen preparation and test procedure.....	70
3.5.2. Mixture design approach	70
3.6. Results and discussion.....	71
3.6.1. Model fitting and parametric study	71
3.6.2. Fresh properties of SCC pastes.....	72
3.6.3. Mechanical strength.....	73
3.6.4. Dynamic modulus of elasticity.....	76
3.7. Mixture optimization and validation of the model	77
3.8. Conclusion.....	78
Acknowledgements.....	79
4. CHAPITRE IV : INFLUENCE DES SÉDIMENTS SUR LES PROPRIÉTÉS DES BAPS.....	80
4.1. Résumé général de l'article	80
4.1.1. Introduction	80
4.1.2. Matériaux.....	80
4.1.3. Protocole expérimental.....	80
4.1.4. Résultats et discussion.....	81
4.1.5. Conclusion.....	82
4.2. Abstract.....	83
4.3. Introduction	84
4.4. Research significance	86
4.5. Materials and Experimental Program.....	86
4.5.1. Materials characterization.....	86
4.5.2. Packing density of aggregate.....	89
4.5.3. Mixtures proportioning.....	90
4.6. Results and discussion.....	91
4.6.1. Fresh properties	91
4.6.2. Physical properties.....	91
4.6.3. Hardened properties.....	93
4.6.4. Microstructure characterizatio.....	95
4.6.5. Leaching test.....	97
4.7. Conclusion.....	99

Acknowledgements.....	100
5. CHAPITRE V : DURABILITÉ DES BAPS A BASE DES SÉDIMENTS DE DRAGAGE.....	101
5.1. Résumé général de l'article	101
5.1.1. Introduction	101
5.1.2. Matériaux.....	101
5.1.3. Protocole expérimental.....	101
5.1.4. Résultats et discussion.....	101
5.1.5. Conclusion.....	103
5.2. Abstract.....	104
5.3. Introduction	104
5.4. Materials and Experimental Program.....	106
5.5. Results and discussion.....	106
5.5.1. Microstructure characterization.....	106
5.5.2. Durability indicators.....	107
5.5.3. Discussion.....	113
5.6. Conclusion.....	114
Acknowledgements.....	115
6. CHAPITRE VI : EFFET DE LA CALCINATION SUR LES MÉTAUX LOURDS DES SÉDIMENTS.....	116
6.1. Résumé général de l'article	116
6.1.1. Introduction	116
6.1.2. Caractérisations des matériaux.....	116
6.1.3. Effet des sédiments sur une matrice cimentaire	117
6.1.4. Conclusion.....	118
6.2. Abstract.....	119
6.3. Introduction	120
6.4. Materials and methods.....	121
6.4.1. Materials	121
6.4.2. Méthode.....	122
6.5. Results and discussions	123
6.5.1. Characterizations and treatment of sediments	123
6.5.2. Impact of sediments in cementitious matrix.....	129
6.5.3. Assessing sediments recycling	132

.6.6 Conclusion.....	134
Acknowledgements.....	134
7. CHAPITRE VII : ANALYSE PRÉLIMINAIRE EN VUE DE VALORISER LES SABLES DES IDM.....	135
7.1. Mise en contexte.....	135
7.2. Objectifs et méthodologie.....	136
7.3. Caractérisations des sables	136
7.4. Plan expérimental	138
7.4.1. Optimisation du mélange.....	138
7.4.2. Mélange optimal	144
7.4.3. Étude de durabilité.....	146
7.5. Conclusion.....	150
CONCLUSION GÉNÉRALE ET PERSPECTIVE	151
RÉFÉRENCES GÉNÉRALES.....	155
COMMUNICATIONS	169
PUBLICATIONS.....	169
RÉSUMÉ.....	170
ABSTRACT	170

LISTE DES FIGURES

Figure 1-1: Processus de transport des sédiments (Ruckelshaus and McClure, 2007)	14
Figure 1-2 : Vue schématique sur les formes de l'eau dans le sol (Marot, 1997)	15
Figure 1-3 : Évolution du volume de sédiments dragués en France 2006-2015	16
Figure 1-4 : Carte de la distribution globale de grands barrages et les sédiments piégés	17
Figure 1-5 : Les dimensions du V_{funnel} selon EN 12350-1	23
Figure 1-6 : L'essai de l'étalement au cône d'Abrams (CIMbéton, 2006).....	24
Figure 1-7 : L'essai de la boîte en L (toutes les dimensions en mm).....	24
Figure 1-8 : L'essai du J-Ring (Nuruddin et al., 2011)	25
Figure 1-9 : Essai de stabilité au tamis (CIMbéton, 2006).....	25
Figure 1-10 : Modèles rhéologiques les plus rencontrés (Aissoun, 2015)	26
Figure 1-11 : Effets des additifs sur la rhéologie (Wallevik and Wallevik, 2011).....	27
Figure 1-12 : Histogramme de la variation du rapport E/L	29
Figure 1-13 : Histogramme de l'étalement des mélanges étudiés	30
Figure 1-14 : les zones rhéologiques recommandées des BAPs	30
Figure 1-15 : Allocations des émissions liées aux procédés de fabrication de ciment.....	38
Figure 2-1: Graphical abstract	43
Figure 2-2: Anton Paar Modular Compact Rheometer MCR 102.....	46
Figure 2-3: Process of sediments's treatment.....	46
Figure 2-4: Particle size distribution of cement, raw and treated sediments	47
Figure 2-5: XRD analysis on raw and treated sediments	48
Figure 2-6: Morphology and energy Dispersive X-ray (EDX) analysis of treated sediments ..	48
Figure 2-7: TGA analysis on the raw sediments	49
Figure 2-8: Theoretical packing density of the mixtures using René-LCPC software.....	50
Figure 2-9: The counter plots for slump flow (mm): 2D and 3D plot.....	54
Figure 2-10: The counter plots for Marsh flow [s]: 2D and 3D plot.....	55
Figure 2-11: The data from the 2nd mix fitted perfectly the Bingham model	56
Figure 2-12: Variation of viscosity and shear stress corresponding to V_w/V_c variation	56
Figure 2-13: Variation's range of flowability and yield point corresponding to D_{flow}	57
Figure 2-14: Range of the properties of the pastes corresponding to V_w/V_c variation	57
Figure 2-15: The counter plots for compressive strength (MPa): 2D and 3D plot.....	58
Figure 2-16: Overlay plot optimization following the proposed criteria.....	59
Figure 3-1: SEM micrographs of the treated sediment.....	69
Figure 3-2: Effects of: W/B and S/C on the T_{flow} for a fixed binder dosage of 490 kg/m^3	73
Figure 3-3: Effects of: W/B and S/C on the D_{flow} for a fixed binder dosage of 490 kg/m^3	73
Figure 3-4: Effects of W/B and S/C variables on compressive and bending strength	74
Figure 3-5: Effects of different variables compressive strength at 90d.....	74
Figure 3-6: Effects of variables on bending strength at 90d.....	75
Figure 3-7: Correlation between compressive strength and the V_w/V_c ratio.....	75
Figure 3-8: Effects of W/B and S/C on EDyn at 90d for a binder dosage of 490 kg/m^3	76
Figure 3-9: Correlation between dynamic modulus of elasticity and the V_w/V_c ratio	76
Figure 3-10: Variation of overlay function for multi-objective optimization on W/B and S/C	77
Figure 4-1: TGA-DSC curves of raw sediments	87
Figure 4-2: Visual aspect from the left to right: raw dried, calcined, ground sediments	87
Figure 4-3: Particle size distributions of powders and aggregates	88
Figure 4-4: Ternary PD diagram, red point represents experimental points	89

Figure 4-5: Evolution of heat hydration for the different SCC mixtures	92
Figure 4-6: XRD analysis of the different SCCs pastes	93
Figure 4-7: Mechanical strengths of the investigated SCC mixtures	94
Figure 4-8: Ultrasonic pulse velocity and E_{dyn} of the different SCCs	95
Figure 4-9: Pore structure of SCC fragments at 91 days	96
Figure 4-10: SEM-EDS analysis of SCC-R and SCC-1 at 91 days	98
Figure 4-11: SEM-EDS analysis of SCC-2 at 91 days	98
Figure 5-1: SEM observations of the three SCCs fragments at 91 days	107
Figure 5-2: Rate of capillarity absorption of the different SCCs	107
Figure 5-3: Electrical resistivity and chloride penetrability of the different SCCs	108
Figure 5-4: Drying shrinking of the different SCCs: length shrinkage and weight loss	109
Figure 5-5: Resistance to external sulfate attack: length expansion and weight gain	111
Figure 5-6: Resistance to alkali-silica reaction: length shrinkage and weight gain	111
Figure 5-7: Carbonation progress of all SCCs	112
Figure 5-8: Correlation between transport properties	114
Figure 6-1: Graphical abstract	120
Figure 6-2: Thermogravimetric and calorimetric analysis on raw sediments	124
Figure 6-3: The emitted gases during TG analysis on raw sediments	124
Figure 6-4: FT-IR spectra of raw and calcined sediments	125
Figure 6-5 : Mass loss and coloration changes as a function of thermal treatment	126
Figure 6-6: Particle distribution of sediments and cement	126
Figure 6-7 : Pore size distribution and SEM micrographs of sediments	127
Figure 6-8 : Crystalline phases of sediments by XRD analysis	128
Figure 6-9: Interaction effects of w/c and s/c on Compressive strength	130
Figure 6-10: MEB observations at 91 days	131
Figure 6-11: Feasibility of recycling sediments in a cementitious matrix	133
Figure 7-1 : Localisation de site d'échantillonnage des sables (Photo de Klaus Mueller)	135
Figure 7-2 : Méthodologie en vue de valoriser les sables des IDM	136
Figure 7-3 : L'analyse granulométrique des sables	137
Figure 7-4 : Analyse DRX sur les sables de Pointe-Basse	137
Figure 7-5 : Observations MEB des sables	138
Figure 7-6 : Évolution de la masse volumique pour les différents ratios E/C	139
Figure 7-7 : Évolution de la résistance à la compression pour les différents ratios E/C	140
Figure 7-8 : Évolution de la résistivité électrique pour les différents ratios E/C	141
Figure 7-9 : Corrélation entre les résultats de la résistance mécanique et la M_{VA}	142
Figure 7-10 : Corrélation entre la résistivité électrique et la M_{VA}	142
Figure 7-11 : Corrélation entre la résistance à la compression et la résistivité électrique	143
Figure 7-12 : Optimisation des mélanges selon les critères posés	143
Figure 7-13 : Évolution de la résistivité électrique et la résistance à la compression	144
Figure 7-14 : Corrélation entre les résultats	144
Figure 7-15 : Observations MEB sur une fraction de 7 jours	145
Figure 7-16 : Observations MEB sur une fraction de 91 jours	146
Figure 7-17 : Les échantillons de l'essai de l'écaillage au bout de 25e cycles	147
Figure 7-18 : Perte de masse due à l'écaillage	148
Figure 7-19 : Les poutres d'essais placés dans les bacs de gel-dégel après 60 cycles	149
Figure 7-20 : Perte de masse et variation du M_{dyn} dû au gel/dégel	149

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1-1 : Volume des matériaux dragués dans les ports au Québec	16
Tableau 1-2 : Synthèse des modes de gestion des sédiments de dragage (Rieussec, 2008).....	17
Tableau 1-3 : Seuils de pollution des contaminants minéraux (en mg/kg de MS).....	19
Tableau 1-4 : Contaminants minéraux et seuils de pollution (en mg/kg de MS)	19
Tableau 1-5 : Niveaux relatifs aux métaux lourds (en mg/kg de MS < 2 mm).....	19
Tableau 1-6 : Contamination minérale et seuils de pollution (mg/kg de MS)	20
Tableau 1-7 : Contaminants organiques et autres (mg/kg de MS)	20
Tableau 1-8 : Gamme de proportions de mélange des BAPs examinés	28
Tableau 1-9 : Gamme de variation des propriétés à l'état frais des BAPs examinés	29
Tableau 1-10 : Composition des BAP selon ENFARC (Group, 2005).....	30
Tableau 1-11 : Quelques essais de durabilité selon les normes européennes.....	32
Tableau 1-12 : Quelques essais de durabilité selon les normes françaises.....	33
Tableau 1-13 : Quelques essais de durabilité selon les normes américaines.....	34
Tableau 1-14 : Quelques essais de durabilité selon d'autres normes internationales.....	34
Tableau 1-15 : Les classes d'exposition dans les normes françaises et canadiennes	35
Tableau 1-16 : Limites des indicateurs de durabilité selon Baroghel-Bouny (2004).....	36
Tableau 2-1 : Physical properties of cement and sediments.....	47
Tableau 2-2 : Oxide composition of cement, raw and treated sediments using XRF (%)	47
Tableau 2-3 : Implicit constraints	51
Tableau 2-4 : Mix proportions and fresh properties of the mixtures.....	52
Tableau 2-5: Results of all the conducted tests	53
Tableau 2-6 : ANOVA analyses of results for the D_{flow}	54
Tableau 2-7 : ANOVA analyses of results for the T_{flow}	55
Tableau 2-8 : Characterization of the desirability function	59
Tableau 2-9 : Composition of the optimal pastes	59
Tableau 3-1 : Physical properties of the materials	69
Tableau 3-2 : The physico-mechanical properties of the cement used	69
Tableau 3-3 : Variables and range of variation	71
Tableau 3-4 : Mixture design and experimental results of SCC mixtures	71
Tableau 3-5: Results for full regression models	72
Tableau 3-6 : Optimization of each variable and response to maximizing S/C ratio.....	77
Tableau 3-7 : Optimum mixtures according to the given criterion	78
Tableau 3-8 : ARD of the predicted responses and the measured experiments	78
Tableau 4-1 : Main physio-chemical characteristics of powders	88
Tableau 4-2 : Mixture proportions of the investigated SCC mixtures	90
Tableau 4-3: Results of fresh properties of SCCs	91
Tableau 4-4 : Pore size distribution of the investigated mixtures	96
Tableau 4-5 : Mobility of heavy metal and ionic content (mg/kg) in the SCCs	99
Tableau 6-1 : Mixture design components and variables	123
Tableau 6-2: Physio-chemical properties of PC, raw and calcined sediments.....	125
Tableau 6-3: Environmental leaching test results	129
Tableau 6-4: Results for full regression models.....	130
Tableau 6-5: Mobility of trace elements coupled with the concentration limits (mg/kg)	132
Tableau 7-1 : Formulation pour 1 m ³ de béton.....	146
Tableau 7-2 : Propriétés du béton à l'état durci	147

INTRODUCTION GÉNÉRALE

A. Mise en contexte

La demande de ressources naturelles a grandement augmenté au cours du dernier siècle surtout dans le domaine du génie civil puisque tout projet de construction ou de réhabilitation requiert l'utilisation de matériaux granulaires. Près de 80 Mt sont produits annuellement au Québec, soit environ 10 tonnes métriques/habitant/an (Duchesne et al., 2014). Dans la même période, cette consommation a atteint 326 Mt en France et se compose ainsi de : roches massives (61 %), pierres meubles (31 %), autres sables (5,8 %), et granulats marins (2,2 %) dont 96 % sont d'origine naturelle (*Rapport et statistiques sur les granulats*, 2015). Une partie de ces matériaux granulaires sert à la fabrication de ciment, qui est une préoccupation majeure de la communauté industrielle et scientifique. À lui seul, le processus de production de 1 tonne de ciment libère près de 0,6 à 1,4 tonne de CO₂ selon le procédé employé dans chaque pays (Licht, 2017 ; Shen et al., 2017 ; Wei et al., 2018). Ces matières naturelles constituent également une ressource limitée et non renouvelable dont l'exploitation est souvent raccourcie à des aires restreintes, face à une industrie intensive. Ainsi, le remplacement d'une partie du ciment par des sous-produits recyclés aura un impact économique et environnemental marqué. Dans une vision de développement durable et pour réduire l'appauvrissement des ressources naturelles et diminuer les émissions de CO₂, l'adoption de l'économie circulaire comme modèle de consommation est devenue une nécessité. Les sédiments de dragage pourraient constituer une alternative en devenant une nouvelle source de matériaux de construction. Habituellement, les sédiments non pollués sont immergés en mer ou traités par gestion à terre, une pratique qui s'éloigne de la vision de développement durable et d'économie circulaire. La considération des sédiments comme une richesse minérale recyclable limite l'usage de matériaux granulaires issus de l'extraction. Suivant leur origine, les sédiments contiennent une plus ou moins grande teneur en matières organiques, parfois en contaminants métalliques, et surtout en minéraux qui peuvent avoir une activité pouzzolanique. De fait, une caractérisation poussée est indispensable pour envisager un potentiel recyclage. Cette valorisation peut être très avantageuse surtout dans des matrices cimentaires comme les bétons autoplaçants (BAPs) qui nécessitent un dosage élevé en éléments fins.

B. Problématiques du projet

Le dragage est une activité nécessaire pour contrôler l'accumulation naturelle des sédiments au fond des ports, chenaux de navigation, et des voies navigables pour le maintien des profondeurs d'eau permettant la navigation. Les quantités de sédiments dragués annuellement sont très importantes : plus d'un milliard de mètres cube à l'échelle mondiale, dont 300 Mm³ aux États-Unis (Jaglal et al., 2017), environ 400 Mm³ en Chine, et 400 Mm³ en Europe (Harrington et al., 2016 ; Benzerzour et al., 2017). Au Canada, les activités de dragage génèrent des déblais de 450 000 m³ dans la Baie-des-Chaleurs, et les Iles-de-la-Madeleine (IDM) (Rieussec, 2008), et aux alentours de 17,8 Mm³ de sédiments dragués dans les différents secteurs du Saint-Laurent (Boudreau, 1981). En France, 50 Mm³/an de sédiments sont dragués notamment dans les quatre grands ports d'estuaires : Nantes, Bordeaux, Saint-Nazaire, et Rouen, et dans les 5 grands ports maritimes (Boulogne, La Rochelle, le Havre, Calais, et Dunkerque). La destination principale de ces matériaux est le relargage en mer quand ils ne sont

pas pollués, ou le stockage par la gestion à terre comme c'est le cas dans la démarche *Sédimatériaux*, pilotée par la *Région des Hauts-de-France*, qui a été initiée en France en 2009, pour l'accompagnement des industriels et entreprises qui souhaitent opter pour la gestion à terre des sédiments de dragage. Dans cette vision, plusieurs règlements et lois ont été mis en place pour la gérance du dragage et des sédiments à l'échelle : canadienne, française, et internationale.

Plusieurs études qui visent la valorisation de ces matériaux dans le génie civil ont été menées. Il existe des projets notables et concrets de valorisation des sédiments tels que : le Port de Rotterdam (Pays-Bas), le pont du Grand Belt (Danemark), la barrière de la Tamise, le théâtre national de Londres ou le pont Tamar de Plymouth (Royaume-Uni). En dehors de l'Europe, des constructions remarquables à base de sédiments méritent également d'être citées comme : l'île artificielle de Chek Lap Kok, où se trouve l'aéroport de Hong Kong, et les îles Palm à Dubaï (Limeira et al., 2011). Au Canada, ces matériaux ont été utilisés surtout comme matériaux de remblai, ainsi que pour la réhabilitation des carrières et sablières (Gamsonré, 2014). Depuis 20 ans, la valorisation de sédiments surtout en provenance du Grand Port Maritime de Dunkerque (GPMD), un port qui génère 7 Mm³ annuellement, a été au cœur des travaux de recherches de l'IMT Lille Douai : que ce soit en technique routière, en granulats, en briqueterie, ou en béton comme addition minérale, ajout cimentaire, ou filler. Une des filières de valorisation qui n'a pas été étudiée est l'incorporation des sédiments dans des BAPs comme ajouts cimentaires.

Les BAPs sont une génération de bétons conçus pour faciliter la mise en place du béton sans vibration, afin d'accélérer le rythme de construction et améliorer la qualité des structures. Ces bétons s'adaptent à un certain nombre d'applications du génie civil. Leur emploi continue à croître dans la construction, la préfabrication, et la réparation des infrastructures. Cependant, concilier fluidité, homogénéité, et stabiliser le coût de la production est un défi. En fait, la formulation des BAPs est coûteuse par rapport au béton ordinaire en raison de leur demande élevée en liants et en additifs chimiques. L'une des stratégies pour surmonter l'impact environnemental des BAPs, sans perturber le développement économique et social, est l'utilisation des sous-produits soit en remplacement partiel du ciment ou comme addition fine.

C. Cahier des charges et objectifs

L'objectif général de cette recherche est la valorisation des sédiments de dragage dans des matrices cimentaires en tant qu'addition minérale. Afin d'atteindre ce but, une caractérisation approfondie des sédiments est exigée afin de connaître leurs propriétés physico-chimiques, minéralogiques et environnementales.

La première partie de ce travail de recherche consiste à valoriser les sédiments de GPMD comme ajouts cimentaires pour la production des BAPs. Cette incorporation est délicate étant données les spécifications de ces bétons à l'état frais. Ceci justifie le passage par une étape préliminaire permettant une valorisation efficace de ces sédiments. Un traitement par voie physique, mécanique, et par voie thermique était envisageable afin d'éliminer les matières organiques (M.O), activer les éléments chimiques, et obtenir une granulométrie des sédiments semblables à celle du ciment. Pour valoriser ces matériaux dans des matrices autoplaçantes, plusieurs paramètres doivent être considérés tels que l'influence des sédiments sur les propriétés du béton à l'état frais, les propriétés rhéologiques, mécaniques, les indicateurs de durabilité qui touchent les classes d'exposition essentielles, ainsi que l'impact de ces matériaux sur l'aspect environnemental des matrices cimentaires.

La deuxième partie de ce travail consiste à mener une investigation sur la mobilité et la stabilité des métaux lourds de sédiments moins propres dans une matrice cimentaire. Pour cela, des sédiments fluviaux de Château l'Abbaye (France) ont été utilisés comme ajouts cimentaires. Les travaux effectués sur ces deux sédiments vaseux permettent d'élargir les connaissances sur les ajouts cimentaires en général et sur les sédiments de dragage en particulier. Un traitement adéquat des sédiments et leur comportement dans une matrice cimentaire sont étudiés.

La troisième partie de ce travail consiste à étudier la solidification des sables marins des IDM au Québec par un liant hydraulique afin de produire des roches artificielles. L'archipel des IDM se dirige vers une pénurie de matériaux granulaires, en particulier le sable. Il est de fait nécessaire de recycler les ressources locales en matériaux de construction pour réduire la charge environnementale. Exploiter ces sables pour la fabrication des rochers synthétiques qui serviront comme récifs artificiels peut présenter une alternative avantageuse. Cette recherche fait partie d'une vision de valorisation visant à couvrir l'insuffisance en matière granulaire de l'archipel.

D. Méthodologie de l'étude

Pour répondre aux objectifs cités ci-dessus, une étude bibliographique a été réalisée (premier chapitre), divisée en trois sections. La première porte sur la problématique des sédiments de dragage : leur composition, structure, une revue sur les lois et règlements en lien avec les opérations de dragage, et les principales voies de valorisation possibles. La deuxième section présente une synthèse sur les BAPs, leurs propriétés rhéologiques à l'état frais, et les différentes formulations proposées dans la littérature. La troisième section expose les divers facteurs affectant la durabilité des matrices cimentaires dans un contexte normatif.

Le deuxième chapitre, sous format d'article, porte sur une étude de faisabilité sur l'utilisation de sédiments marins de GPMD dans des pâtes autoplaçantes en tant qu'ajouts cimentaires. Ce travail vise à déterminer l'effet des sédiments sur l'état frais, l'état durci, et le comportement rhéologique. Le troisième chapitre, sous format d'article, concerne le développement des mortiers autoplaçants à base des mêmes sédiments. Cette démarche a pour finalité de fixer le taux de sédiments incorporés et le rapport E/C tout en gardant comme objectif d'atteindre des mortiers équivalents. Le quatrième chapitre, sous format d'article, porte sur la valorisation des sédiments marins du GPMD à l'échelle des BAPs. C'est une analyse sur l'effet de ces sédiments sur les propriétés à l'état frais et durci, et sur les caractéristiques physiques et mécaniques des BAPs. Le cinquième chapitre, sous format d'article également, rapporte une enquête détaillée des indicateurs de durabilité et de la microstructure de ces BAPs. Une étude explicitée qui touche plusieurs classes d'exposition y est présentée.

Le sixième chapitre, sous format d'article, se focalise sur l'effet de la calcination sur la réactivité pouzzolanique et la mobilité des métaux lourds des sédiments fluviaux. L'étude vise la valorisation des sédiments fluviaux de Château-l'Abbaye en tant qu'ajout cimentaire. Les conclusions tirées sont résumées dans un guide pour la valorisation de ces matériaux dans des matrices cimentaires.

Le septième et dernier chapitre porte sur une étude préliminaire en vue de valorisation et solidification des sables de dragage marins des IDM comme roches artificielles.

Une discussion et conclusion générale synthétisant les principaux résultats trouvés y est exposée, et des recommandations et suggestions ont été présentées.

CHAPITRE I : ÉTAT DES CONNAISSANCES

1.1. Problématique des sédiments dragués

1.1.1. Généralités sur les sédiments de dragage

D'un point de vue géologique, les sédiments sont définis comme étant des matériaux fins, issus généralement de l'usure des roches, qui décantent sur le fond. Ces matériaux peuvent être caractérisés par leur : origine, nature minéralogique, constituants, et leur taille. Ils peuvent être d'origine naturelle ou anthropique (Figure 1-1) (Schneider, 2001) :

- **Origine naturelle** : les particules peuvent être de nature endogène ou exogène :
 - Les particules endogènes (autochtones) : principalement constituées de M.O, généralement des organismes aquatiques animaux ou végétaux
 - Les particules exogènes : des fragments minéraux venant de l'érosion éolienne ou hydrique des sols. Ils peuvent aussi être de caractère organique comme les abris et les feuilles d'arbres
- **Origine anthropique** : peuvent être de nature organique ou minérale, proviennent essentiellement de l'activité humaine (industrielle, urbaine, et agricole)

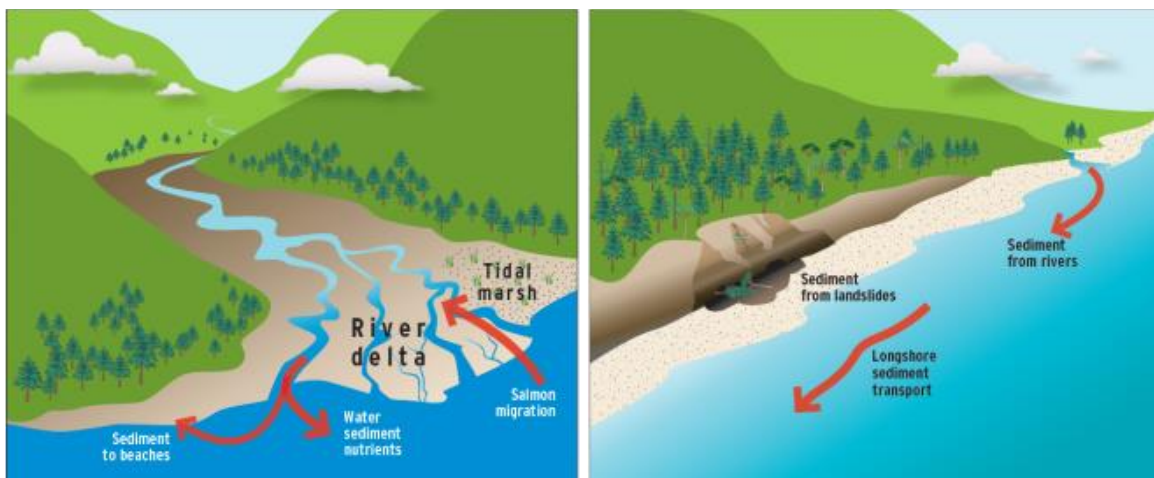


Figure 1-1: Processus de transport des sédiments (Ruckelshaus and McClure, 2007)

1.1.1.1. Composition générale des sédiments

Ces matériaux sont très hétérogènes et sont généralement constitués de :

- **Éléments** : 80 % des composantes chimiques principaux (Si, Al, K, Na, Mg), 20 % des éléments carbonatés (CaCO_3 , MgCO_3 , etc.), des éléments mobiles (Mn, Fe, S), aussi des métaux lourds (Hg, Cd, Pb, Zn, Cu, Ni, Ag, etc.) qui représentent moins de 0,1 % (Lesven, 2008). La problématique de ces derniers c'est qu'ils ne sont pas biodégradables et ils provoquent l'apparence de bioaccumulation le long des chaînes trophiques.
- **Eau interstitielle** : qui représente entre 20 à 90 % du volume des sédiments, c'est pourquoi leur teneur en eau initiale varie entre 150 et 300 %, tout dépend des méthodes de dragage (Dubois, 2006). Cette eau peut être répartie en 5 catégories (Figure 1-2) :
 - Capillaire : liée aux fines par capillarité, mais accessible à l'évaporation ;
 - Colloïdale : l'eau qui hydrate les colloïdes ;
 - Libre : se percole sous l'effet de pesanteur, elle remplit les pores macroscopiques ;

- Adsorbée : liée à la surface des grains par des forces intermoléculaires ;
- De constitution : qui fait partie de la conception chimique des masses minérales présentées dans la phase solide du sol ;

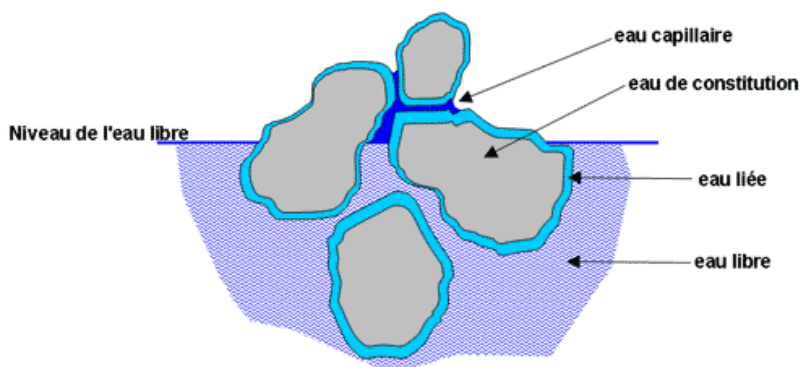


Figure 1-2 : Vue schématique sur les formes de l'eau dans le sol (Marot, 1997)

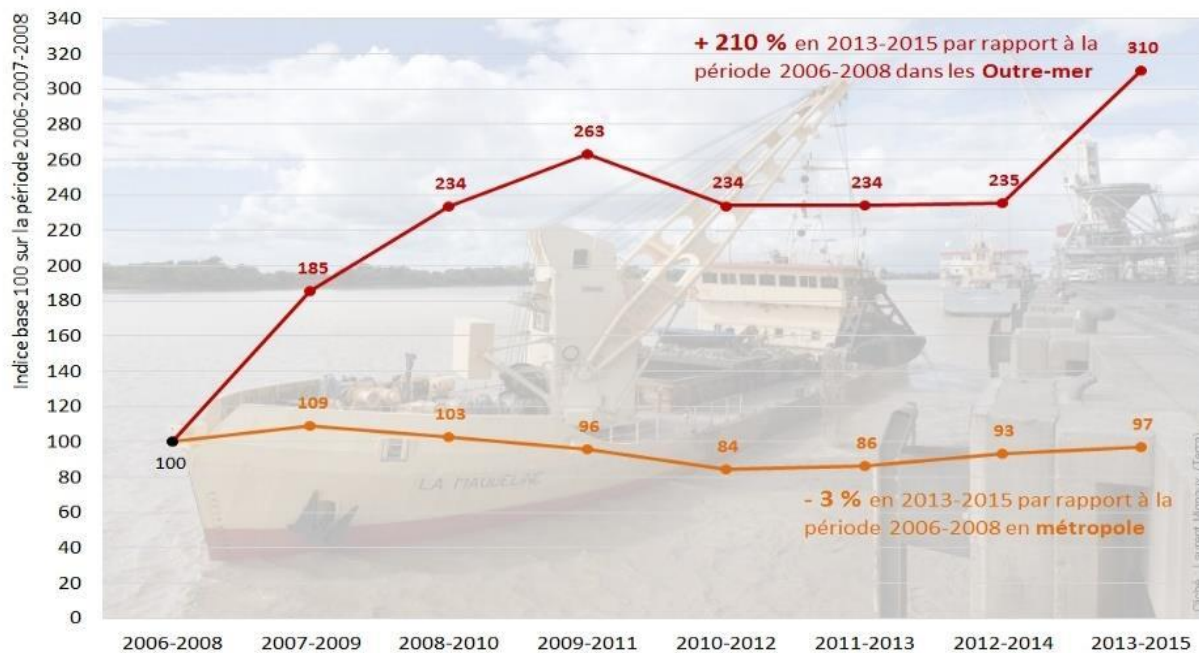
- **Matières inorganiques** : sont constituées des coquilles et de composés minéraux, ils influencent les caractérisations physiques et minéralogiques des sédiments. Ces matières peuvent être d'ascendance de : graviers, gravillons, cailloux, et sables issus de l'érosion des sols, ou bien des éléments fins, vases minéraux, et squelettes d'organismes ;
- **Matières organiques (M.O.)** : leur origine dans les sédiments est très variée, en général, cette M.O. peut se regrouper en 4 catégories : M.O. vivants (des biomasses actives), M. O. frais (les débris végétaux), matières composées en cours d'évolution, et matières humus qui représentent 60 % des M.O. dans les sédiments (Schneider, 2001) ;

1.1.1.2. Structure des sédiments

Comme la nature hétérogène diverse des sédiments, leur fraction granulométrique varie d'une région à l'autre. les différentes classes granulométriques (NF P18-560) sont : les cailloux (20 à 200 mm), les graviers (2 à 20 mm), les sables grossiers (0.2 à 2 mm), les sables fins (20 μm à 0,2 mm), les limons (2 à 20 μm), et les argiles (< 2 μm). Afin de classifier les types des sédiments, une étude a été faite par la *Commission Géologique* des États-Unis. En examinant une base de données de 27k échantillons des sédiments, l'analyse montre que leur granulométrie correspond généralement aux trois dernières fractions (< 0,2 mm).

1.1.2. Problématiques du dragage et de la gestion des sédiments

Le dragage est une opération qui consiste à prélever les sédiments du fond des cours d'eau. On distingue trois types de dragage: d'approfondissement, d'aménagement de nouvelles aires portuaires, et d'entretien. Du fait des volumes dragués importants, et de la présence potentielle de contaminants dans les sédiments, une gestion adaptée de ces matériaux doit être mise en place. La gestion de ces matériaux varie d'un site à l'autre, notamment à la nature du site, le niveau de contamination, les volumes, et les contraintes techniques et environnementales. Entre plusieurs types de gestion, le rejet en eau et la mise en dépôt terrestre sont les options les plus privilégiées. En France, les volumes des sédiments dragués sont estimés à 50 Mm³ par an (Benzerzour et al., 2017). Selon le *Centre d'Études et d'Expertise sur les Risques, l'Environnement, la Mobilité et l'Aménagement (CEREMA)*, ces volumes ont été augmentés de 210 % en 2013-2015 par rapport à la période 2006-2008 dans les outremer face à une diminution de 3 % en métropole (Figure 1-3).



ONB Visuel ONB, d'après :
 Observatoire National de la Biodiversité
 Origine des données : Cerema DTEC EMF
 Traitements : SOeS - ONML

Figure 1-3 : Évolution du volume de sédiments dragués en France 2006-2015

Des volumes importants dragués annuellement dans les grands ports de Québec : les ports de Québec, de Sorel, de Trois-Rivières et de Montréal. Une compilation des volumes de sédiments dragués dans chacun de ces ports au cours des 20 dernières années est présentée dans le Tableau 1-1.

Tableau 1-1 : Volume des matériaux dragués dans les ports au Québec

Ports principaux	Périodes	Volume total (m ³)
Port de Québec	1969-1976	5 141 271
Port de Sorel	1970-1978	213 799
Port de Trois-Rivières	1967-1977	249 149
Port de Montréal	1956-1975	3 766 049

La sédimentation des matériaux est aussi une problématique pour les barrages. Dans le monde entier il y a approximativement 800 000 barrages en service, la Figure 1-4 montre leur distribution, et les sédiments piégés [Global Reservoir and Dam (GRanD) Database 2013]. Comme l'eau des rivières est toujours en mouvement, elle décélère et laisse tomber le gravier, le sable, et le limon qu'il transporterait. Les réservoirs des barrages conservant des quantités supplémentaires de sédiments causés par l'augmentation du taux d'érosion des paysages induits par l'exploitation minière, l'agriculture, la déforestation, et l'urbanisation (Lehner Bernhard et al., 2011).

La problématique des sédiments de dragage est assez complexe et nécessite une analyse multiéchelle : la conscience écologique, le respect de la réglementation, et le volet socio-économique (Grégoire, 2004). Le Tableau 1-2 présente une synthèse des options alternatives possibles pour la gestion des sédiments de dragage.

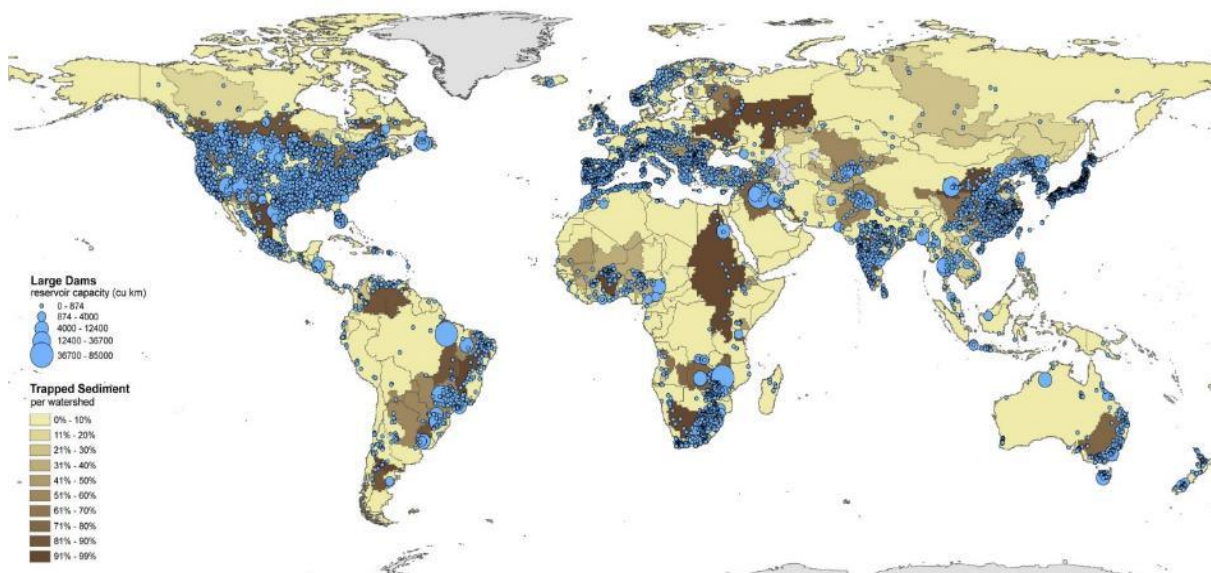


Figure 1-4 : Carte de la distribution globale de grands barrages et les sédiments piégés

Tableau 1-2 : Synthèse des modes de gestion des sédiments de dragage (Rieussec, 2008)

	<i>Valorisation</i>	<i>Confinement</i>
<i>Milieu aquatique</i>	<ul style="list-style-type: none"> • Création de cordons pré littoraux ou littoraux pour contrer l’action des agents hydrodynamiques • Comblement de dépression contre l’érosion • Création d’habitats aquatiques fauniques 	<ul style="list-style-type: none"> • Recouvrement <i>in situ</i> • Confinement en installation • Dépression naturelle • Dépression artificielle • Monticule • Digues
<i>En berge</i>	<ul style="list-style-type: none"> • Remblai contre l’érosion • Recharge de plage • Reprofilage d’estrans vaseux • Restauration d’habitats riverains • Aquaculture 	<ul style="list-style-type: none"> • Installation de confinement d’atténuation • Installation de confinement sécuritaire
<i>Milieu terrestre</i>	<ul style="list-style-type: none"> • Matériau de recouvrement, de remplacement, de remplissage, de construction, ou de compostage • Amendement de sols 	<ul style="list-style-type: none"> • Cellule de confinement • LESC, LESM • Site d’élimination de matières dangereuses

1.1.3. Contexte législatif et réglementaire relative aux sédiments

1.1.3.1. Au niveau international

La convention OPSAR (1992) : signée par 15 membres de l’Union européenne dans le but est la protection d’espaces maritimes dans l’Atlantique du Nord-Est. Née de la fusion de la convention d’Oslo (1972) et de la Convention de Paris (1974). OPSAR traite à la fois les rejets et la pollution marine. L’OSPAR a publié plusieurs guides et circulaires à propos des sédiments, la dernière publication est datée de 2016 sur les métaux dans les sédiments et le biote.

La convention et Protocole de Londres (1996) : s'appeler aussi « *Convention sur la prévention de la pollution des mers résultant de l'immersion de déchets* », entrer en vigueur en 1975. À ce jour, 87 États font partie contractante à la convention. En 1966, le Protocole de Londres a été adopté afin de moderniser davantage la convention, en vertu du protocole, toute immersion est interdite. Les objectifs de la Convention et du Protocole de Londres sont : promouvoir une surveillance effective de toutes sources de pollution des mers, et de contrôler et prévenir toutes les causes de la pollution des mers. Le protocole est plus restrictif, il s'intéresse à l'application d'une approche de précaution concernant la gestion des déchets.

La convention et Protocole de Barcelone (1995) : 22 Parties contractantes à la « *Convention pour la protection de la mer Méditerranée contre la pollution* » a été adopté le 16 février 1976 amendée le 10 juin 1995 est entrée en vigueur le 9 juillet 2004. Ses objectifs visent la préservation de l'écosystème marin de la Méditerranée par l'évaluation de la pollution, la conservation de la nature, et l'intégration de l'environnement comme une fondation de développement socio-économique.

1.1.3.2. Au niveau canadien

La gestion des sédiments de dragages au Canada est une priorité très haute surtout dans l'Ile-de-Montréal. *Le Ministère du Développement Durable, et de l'Environnement et de la Lutte Contre des Changements Climatiques* a mis en place un guide pour la caractérisation physico-chimique et toxicologique des sédiments (Bibliothèque numérique canadienne [Firme], 2016). Au Québec précisément, *Environnement Canada* a mis en place des critères pour le contrôle de la qualité des sédiments (Environnement Canada, 2008, 2013).

Les interventions en milieu hydrique doivent se conformer à la loi sur la qualité de l'environnement (1972), la loi sur les pêches (1985), la loi sur la protection des eaux navigables (1985), la loi sur les espèces menacées ou vulnérables (1989), la convention concernant les oiseaux migrateurs (1994), la loi sur la protection de l'environnement (1999), la loi sur la conservation et la mise en valeur de la faune (2008), la loi sur l'évaluation environnementale (2012), et à la politique sur la protection des rives, du littoral et des plaines inondables (2014) (Rieussec, 2008). Pour toute intervention en milieu terrestre, les opérations doivent se conformer au règlement sur l'assainissement de l'atmosphère (1979), critères provisoires de qualité environnementale pour les lieux contaminés (1991), la convention concernant les oiseaux migrateurs (1994), le guide d'implantation et de gestion des lieux d'enfouissement sécuritaire (1995), règlement sur l'enfouissement des sols contaminés (2001), règlement sur l'enfouissement et l'incinération de matières résiduelles (2001), et au règlement sur le stockage et les centres de transfert de sols contaminés (2017) (Rieussec, 2008).

Concernant les seuils de contamination, on se référera d'un côté aux *Critères intérimaires pour l'évaluation de la qualité des sédiments du Saint-Laurent* pour une gestion en milieu marin. D'un autre côté, on se référera à *La Politique de protection des sols et de réhabilitation des terrains contaminés* pour la gestion en milieu terrestre des sédiments. Ces guides définissent trois niveaux de gestion selon l'effet sur le milieu, le Tableau 1-3 représente les valeurs limites pour chaque seuil (Environnement Canada, 2008, 2013).

Au Québec, cinq critères seuils de concentration sont définis :

- Concentration d'effets fréquente (CEF) : le rejet en eau libre est interdit ;
- Concentration produisant un effet probable (CEP) : des effets défavorables observés ;
- Concentration d'effets rares (CER) : prévenir la pollution due à des rejets industriels ;

- Concentration d'effets occasionnels (CEO) : le rejet est interdit lorsqu'il y a un risque sur les espèces ;
- Concentration seuil produisant un effet (CSE) : effets défavorables rarement observés ;

Les valeurs seuils pour chaque concentration pour les sédiments sont présentées au Tableau 1-4.

Tableau 1-3 : Seuils de pollution des contaminants minéraux (en mg/kg de MS)

Les seuils	Hg	Cd	Pb	Cr	Cu	Zn	Ni
N_1 : seuil sans effet (SSE)	0,05	0,2	23,0	55,0	28	100	35
N_2 : seuil d'effets mineurs (SEM)	0,20	0,9	42,0	55,0	28	150	35
N_3 : effet d'effets néfaste (SEN)	1,00	3,0	170	100	86	540	61

Tableau 1-4 : Contaminants minéraux et seuils de pollution (en mg/kg de MS)

	Hg	Cd	Pb	Cr	Cu	Zn	Fluorine	Pyrène
CSE	0,005	0,32	18,0	30,0	11,0	70,0	0,01	0,04
CEP	0,13	0,67	30,0	52,0	19,0	120	0,02	0,15
CER	0,29	2,10	54,0	96,0	42,0	180	0,06	0,42
CEO	0,70	4,20	110	160	110	270	0,14	1,40
CEF	1,40	7,20	230	290	230	430	1,20	3,80

1.1.3.3. Au niveau français

La gestion des sédiments de dragages en France est aussi une priorité très haute, et chaque type d'intervention doit se conformer à la loi qui lui correspond, à savoir : la loi n° 76-599 du 07-07-1976 et le Décret n° 82-842 du 29-09-1982 relatifs à « la prévention et à la répression de la pollution marine par les opérations d'immersion effectuées par les navires et aéronefs, et à la lutte contre la pollution marine accidentelle » ; Le Circulaire n° 2000-62 du 14-06-2000 relative aux « conditions d'utilisation du référentiel de la qualité des sédiments marins ou estuariens présents en milieu naturel ou portuaire défini par l'arrêté interministériel » ; L'Arrêté du 9-08-2006 relatif aux « niveaux à prendre en compte lors d'une analyse de rejets dans les eaux de surface ou de sédiments marins, estuariens ou extraits de cours d'eau ou canaux » ; il définit les seuils N_1 et N_2 de référence pour huit métaux lourds et sept congénères de PCB (Polychlorobiphényles) et de tributylétain (Tableau 1-5), et qui a été complété par l'Arrêté ministériel du 23-12-2009 : fixant des seuils du TBT, et par l'Arrêté ministériel du 17-07-2014 : fixant les seuils de 16 types d'HAP (Hydrocarbures aromatiques polycycliques) ;

Tableau 1-5 : Niveaux relatifs aux métaux lourds (en mg/kg de MS < 2 mm)

Éléments traces	N_1	N_2	PCB	N_1	N_2
Arsenic	25	50	PCB totaux	0,500	1,00
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	0,050	0,10
Mercure	0,4	0,8	PCB 118	0,025	0,05
Nickel	37	74	PCB 138	0,050	0,10
Plomb	100	200	PCB 153	0,050	0,10
Zinc	276	552	PCB 153	0,025	0,05
-	-	-	TBT	0,100	0,40

Le stockage des sédiments doit conformer à l'Arrêté du 28-10-2010 relatif aux « installations de stockage de déchets inertes ». Cette Arrêté définit les seuils à respecter pour les paramètres physiques (pH, température, etc.), en contenu total (COT, BTEX, etc.) et sur les lixiviats (métaux, chlorures, indices phénols, etc.). Quelques articles de cet arrêté ont été abrogés ou consolidés par la suite par d'autres arrêtés (l'Arrêté du 27-06-2014 et l'Arrêté de 1^{er} janvier 2015). Le Tableau 1-6 et Tableau 1-7 représentent les seuils limites par cet arrêté.

Tableau 1-6 : Contamination minérale et seuils de pollution (mg/kg de MS)

Réglementation	AS	Ba	Cd	Cr	Cu	Hg	Mo	Ni	Pb	Sb	Se	Zn
Arr. 28.10.2010	0,5	20	0,04	0,50	2,0	0,01	0,5	0,4	0,50	0,06	0,1	4,00
Arrêté 9.08.2006	N ₁	25	-	1,20	90,0	45	0,40	-	37	100	-	276
	N ₂	50	-	2,40	180	90	0,80	-	74	200	-	552

Tableau 1-7 : Contaminants organiques et autres (mg/kg de MS)

Paramètres	Valeur limite	Paramètres	Valeur limite
Chlorure	800*	FS (fraction soluble)	4000*
Fluorure	10	COT (solide)	30 000
Mercure	0,01	BTEX	6
Sulfate	1000*	PCB	1
Indice phénols	1	Hydrocarbures (C10 à C40)	500
COT (éluât)	500*	HAP	50

Par ailleurs, Le Ministère de la Transition Écologique et Solidaire a ouvert, le 27/05/2019 la consultation publique sur un projet d'Arrêté fixant les critères de sortie du statut de déchet pour les terres excavées et sédiments ayant fait l'objet d'une préparation en vue d'une utilisation en génie civil ou en aménagement. Pour une valorisation dans le génie civil, selon *DREAL Nord-Pas-de-Calais*, les sédiments doivent être inertes ou non dangereux conformément à la norme EN 12920 + A17. Pour une valorisation en : aménagement paysager, remblaiement de carrière, couverture d'installation de stockage de déchets, travaux maritimes, ou comme produits de construction, les sédiments doivent se conformer à l'Arrêté du 28 octobre 2010 relatif aux installations de stockage de déchets inertes (annexe II). Ce qui concerne une valorisation en technique routière, les sédiments doivent se conformer aux : guide des terrassements routiers (SETRA), guide acceptabilité de matériaux alternatifs en techniques routières – évaluation environnementale (SETRA), et au guide technique CFTR : traitement des sols à la chaux et/ou liants, surtout pour des applications à la réalisation des assises de chaussées, des remblais, et couches de forme.

1.1.4. Gestion des sédiments de dragage

1.1.4.1. Prétraitement et traitement des sédiments

Que ce soit dans la technique routière ou dans autre domaine du génie civil, la présence de la M.O. ou de polluants n'est pas souhaitée. Systématiquement, un prétraitement ou un traitement est nécessaire pour éliminer ou réduire la M.O. ou bien une contamination, il existe certains traitements différents comme (Julien, 2015) :

- **Le prétraitement par déshydratation** : en utilisant les techniques de : pressoir, le bassin de décantation, la centrifugation, l'évaporation, ou les filtres, bande et filtres-presses ;

- **La séparation physique** : par nettoyage des débris et la récupération des fractions valorisables. Les méthodes les plus utilisées sont : le criblage ou tamisage, les bassins de séparation, les séparations magnétiques, électrostatique ou électrodynamique ;
- **Le traitement physique** : consiste à concentrer les polluants dans une portion réduite à travers l'exploitation des caractérisations physiques des constituants du sédiment, pour objectif de retirer la fraction majoritaire la moins polluée possible (Ruban, 2009) ;
- **Le traitement thermique** : très efficace pour diminuer les contaminants, détruire la M.O, et améliorer les propriétés physiques (Benzerzour et al., 2017) ;
- **Le traitement biologique** : favorisent la dégradation des polluants par l'action des micro-organismes, principalement les hydrocarbures, composés organostanniques, ou HAP (Juhasz and Naidu, 2000; Johnsen et al., 2005) ;
- **Le traitement chimique** : a pour objet d'extraire ou de stabiliser les polluants soit par l'utilisation des adjuvants qui provoquant un changement d'état des contaminants, ou par lixiviation, par complexation, par solvant, ou par échange cationique (Mulligan et al., 2001) ;
- **Combinaison des traitements** : comme le procédé *Novosol*[®] qui combine un traitement chimique (phosphatation) et un traitement thermique (calcination).

1.1.4.2. Voies de valorisation des sédiments

Plusieurs études ont été faites sur la valorisation des sédiments de dragage dans plusieurs sous-domaines de génie civil tels qu'en : technique routière (Maherzi and Abdelghani, 2014; Kasmi et al., 2017), briqueterie et céramique (Wei et al., 2014; Xu et al., 2014), granulats légers (Hwang et al., 2012; Liu et al., 2018), et comme additions minérales (Amar et al., 2017, 2018a). Ces études-là ont montré la faisabilité de valorisation des sédiments dans ce domaine. Par ailleurs, des projets aussi ont été réalisés carrément à la base de ces matériaux, comme :

La route de Freycinet 12 : une route de 600 m de longueur qui remplace une chaussée dégradée. Les couches de base de cette chaussée consistent entièrement à des sédiments non immersibles du GPMD. Le projet réalisé en 2013 est d'un budget de 275 k€. Cette route confirme et vérifie la validité économique et technique des sédiments.

Blocs béton maritimes : un projet terminé en 2013 d'une enveloppe de 150 k€, et qui consiste à valoriser les sédiments non immersibles en blocs qui servent à stabiliser la jetée du Clipon à l'Avant-Port Ouest pour maîtriser l'agitation des plans d'eau.

Aménagement paysager : un projet au sein du GPMD d'un budget de 3,71 M€ (terminé en 2013) qui sert à valoriser les sédiments en un éco-modèle paysager. Ce projet consiste en réalisation des modelages éco-paysages constitués de sédiments d'une hauteur de 5 à 7 m est recouverts de 0,25 m de terre végétale pour assurer la stabilité de l'ouvrage.

Ainsi que plusieurs projets et chaires de valorisation :

- **PRISMA** (2007-2013) : *Promoting Integrated Sediment Management*, est un projet cofinancé par le programme INTERREG IVA 2 Mers Seas Zeeen. L'objectif de ce projet était de réduire le volume et les effets préjudiciables à l'environnement des sédiments ;
- **SMOCS** (2007-2013) : *Sustainable Management of Contaminated Sediments*, mené dans le cadre de la stratégie de la mer Baltique pour trouver des solutions durables de la gestion des sédiments contaminés en respectant des plusieurs critères ;

- **DredgDikes** (2007-2013) : c'est projet européen de coopération transfrontalière dans le sud de la Baltique, qui porte sur la valorisation des sédiments dans les digues ;
- **SETRAMS** (2010-2013) : *Sustainable Environmental Treatment and Resue of Marine Sediments*, c'est un projet européen de douze partenaires qui vise à trouver des procédés à la gestion des sédiments à long terme ;
- **CEAMaS** (2012-2015) : *Civil Engineering Application for Marine Sediments*, d'un budget de 4,14 M€, est un projet transnational européen financé par l'UE visant à trouver de nouvelles mesures de réutilisation des sédiments marins ;
- **USAR** (2014 -2020) : *Use Sédiments As a Ressource* est un projet d'un budget de 4,82 M€, qui adopte une approche alternative d'utiliser les sédiments comme ressource. Ce projet fait partie du programme européen *Interreg 2 Mers*.
- **SEDIBRIC** (2015-2020) : Ce projet de « Valorisation de SEDiments en BRIques et tuiles » d'un montant de 972 k€, a été déposé dans le cadre de l'Appel à Manifestation d'Intérêt « Transition énergétique et valorisation économique » du Contrat de Plan Interrégional État-Régions Vallée de la Seine ;
- **VALSE** (2016-19) : d'un montant de 4,17 M€, Interreg, qui vise la validation de filières transfrontalières de valorisation de matières. Le projet participe à la démonstration de la faisabilité de la réutilisation de matières et des bénéfices de l'économie circulaire ;
- **SEDIMATERIAUX** : un projet pour but de proposer une alternative de gestion à terre définitive des sédiments non dangereux, non inertes et de développer des applications innovantes créatrices d'emploi pour la région Hauts-de-France.
- **ECOSÉD** : une chaire portée par l'école des Mines de Douai associe des industriels, des gestionnaires de sédiments et des équipes de recherche en vue de développer des voies de valorisation pertinentes dans des applications routières ou des produits en béton.
- **SEDIFLUV** : est un projet de recherche dont l'objectif principal est d'identifier les solutions technico-économiques et environnementales optimales pour une valorisation en béton et produits de terre cuite.
- **VALSSINOV (FUI)** : ce projet vise à mettre au point une méthode innovante et alternative de gestion à terre des sédiments non inertes, grâce au développement, des fonctions de dépollution, de filtration, de drainage et de renforcement.

La gestion des sédiments dragués représente donc un enjeu majeur d'un point de vue environnemental et économique. Afin de valoriser ces matériaux, il sera nécessaire de prendre en considération plusieurs paramètres tels que : leurs caractérisations, le choix des méthodes de traitement adapté. Les sédiments dragués pourraient constituer une addition minérale et une nouvelle ressource. Ces sédiments ont été considérés comme des déchets depuis longtemps. Cependant, après traitement, ils ont démontré des propriétés pouzzolaniques peuvent permettre une utilisation avec du ciment Portland comme additif minéral ou filler dans les matrices cimentaires (Amar et al., 2017, 2018a).

1.2. Généralités sur les bétons autoplaçants

Les BAPs (SCCs en anglais : Self-Compacting or Consolidating Concrete) représentent un axe de recherche avec un potentiel de développement économique et technique très fort et intéressant. Ils ont été utilisés au Japon pour la première fois dans les années 1980. Par définition, ils sont des bétons très fluides, stables et homogènes, ce qui caractérise leur rapidité de la mise en place sous leur poids propre sans vibration, et leur capacité à conserver leur homogénéité. Parmi les avantages des BAPs (Skarendahl, 1999) : la bonne qualité des

parements avec moins de matériels, l'élimination de vibreur et nuisances sonores, la facilité de la mise en œuvre et la réduction de temps de travail. Le BAP doit avoir des propriétés rhéologiques permettant de remplir correctement les espaces avec une ségrégation minimale. Une ouvrabilité élevée et une bonne stabilité sont particulièrement requises pour les BAPs.

1.2.1. Caractéristiques des BAP à l'état frais

Les BAPs sont principalement caractérisés par leurs propriétés à l'état frais ce qui rend leur caractérisation plus complexe par rapport aux bétons ordinaires. Les BAPs nécessitent des quantités énormes des additions dues au volume de pâte qui garantit leur ouvrabilité et fluidité. En pratique, il existe plusieurs variétés d'essais pour qualifier les BAPs tels que :

❖ Essai d'écoulement : V-funnel

La capacité de l'écoulement est un paramètre important qui reflète la mobilité du BAP en milieu confiné comme celui de l'entonnoir en forme de V. les dimensions de cet entonnoir varient tout dépend des normes utilisées (Figure 1-5) (conformément à EN 12350-9). L'essai de l'écoulement est toujours lié à l'essai de l'étalement, et au seuil de cisaillement du matériau. Le temps d'écoulement V_{funnel} dépend du type d'application visée, qui est regroupé selon 2 classes :

- Classe VS1 / VF1 : $T_{500} \leq 2$ s et $V_{\text{funnel}} \leq 10$ s
- Classe VS2 / VF2 : $T_{500} > 2$ s et V_{funnel} de 7 à 27 s

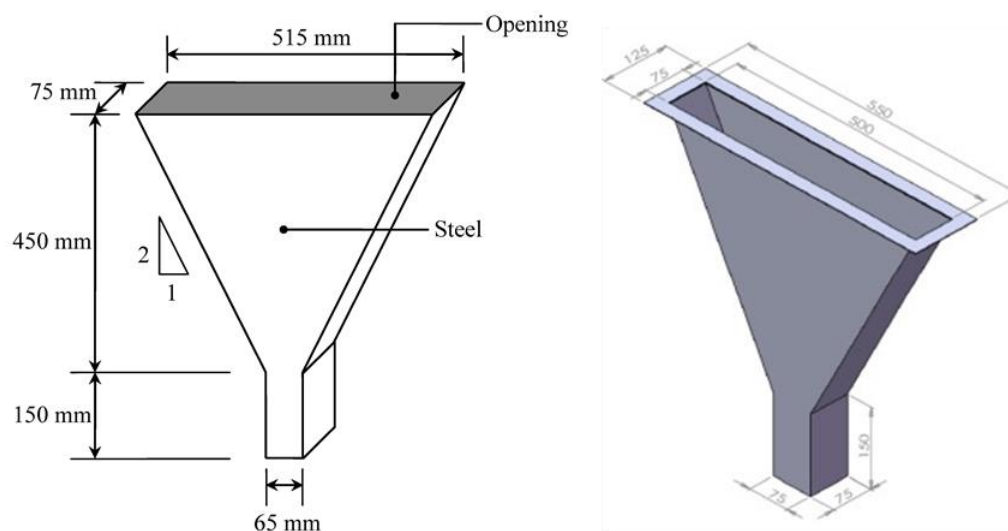


Figure 1-5 : Les dimensions du V_{funnel} selon EN 12350-1

❖ Essai de fluidité : l'étalement

L'essai de l'étalement et le T_{500} , (ASTM C1611 conformément à EN 12350-8), permettent d'évaluer la fluidité et le débit du BAP en l'absence d'obstructions. Le test est basé sur l'essai d'affaissement par le cône d'Abrams (EN 12350-2). Il consiste à mesurer le diamètre d'étalement d'une galette de béton sur deux côtés perpendiculaires (Figure 1-6), ce qui donne une indication sur la capacité de remplissage. Le temps T_{500} est une mesure de la vitesse d'écoulement (et donc de la viscosité), il correspond au temps pour que la galette atteigne le diamètre de 50 cm. Les valeurs d'étalement d'un bon BAP sont entre 600 et 750 mm selon les recommandations du guide EFNARC : « *European Federation of National Associations Representing Producers and Applicators of Specialist Building Products for Concrete* ».

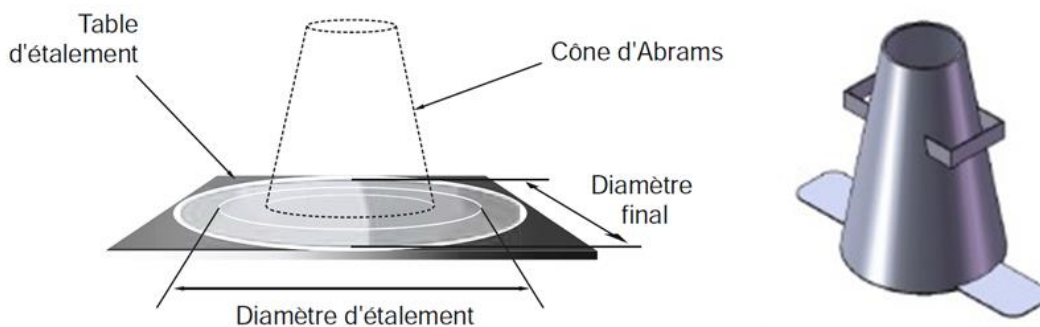


Figure 1-6 : L'essai de l'étalement au cône d'Abrams (CIMbéton, 2006)

❖ Capacité de dépassement : la boîte en L

L'essai de la boîte en L (Figure 1-7) évalue la capacité de passage des BAP à travers des ouvertures serrées, y compris des espaces entre les barres d'armature et d'autres obstructions sans ségrégation ou blocage. Il y a deux variantes, le test à deux et à trois barres. Le test à trois-barres simule un renforcement plus congestionné (EN 12350-10). Le principe de l'essai consiste à remplir de béton en seule fois la partie verticale de la boîte, et après l'ouverture de la trappe, le béton s'écoule à travers le ferrailage jusqu'à stabilité. Le résultat tiré de l'essai est de mesurer la différence de hauteur de béton dans les extrémités de la boîte. Pour valider la formulation du BAP, le taux de remplissage ($\Delta H = H_2/H_1$) doit être supérieur à 0,8 (Group, 2005).

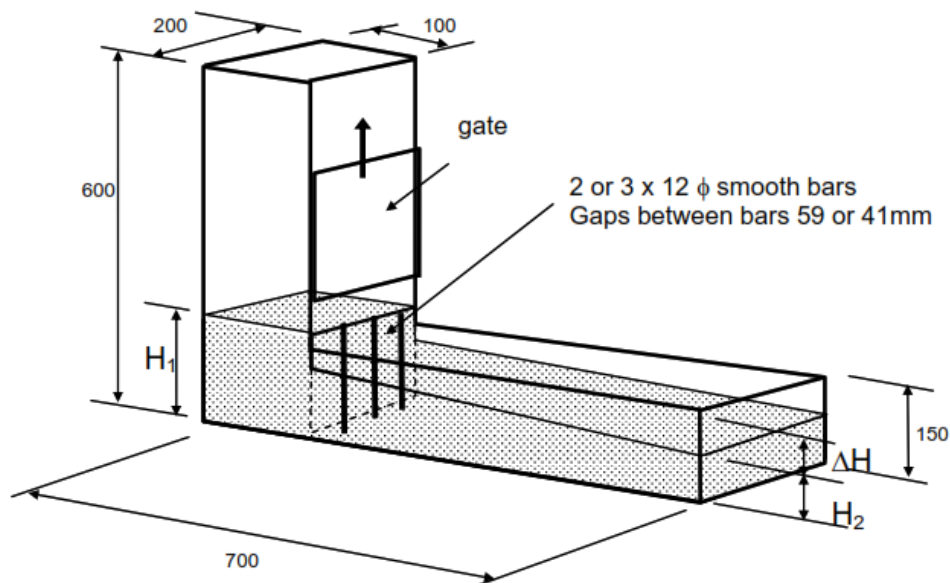


Figure 1-7 : L'essai de la boîte en L (toutes les dimensions en mm)

❖ Capacité de dépassement : J-Ring

L'essai du J-Ring (Figure 1-8), selon la ASTM C1621 (conformément à EN 12350-12), est un essai qui consiste à faire écouler le béton à travers des barres. Le but est de simuler l'évolution du béton face au blocage. La répartition du BAP doit être homogène. Le résultat de cet essai est comparatif avec l'essai de l'étalement, pour une bonne capacité de passage à travers les armatures cet écart ne doit pas dépasser 25-50 mm.

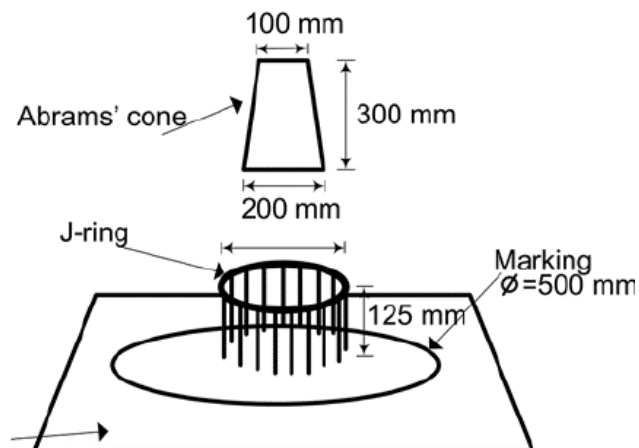


Figure 1-8 : L'essai du J-Ring (Nuruddin et al., 2011)

❖ Résistance à la ségrégation : stabilité au tamis

Cet essai consiste à évaluer les BAPs face au risque de ségrégation en quantifiant le pourcentage en masse de laitance (P_{LAITANCE}) d'un échantillon de BAP ($4,8 \pm 0,2$ kg) qui passe à travers un tamis de 5 mm, comme illustré à la Figure 1-9 (conformément à EN 12350-11). Les critères acceptables d'une formulation d'un BAP sont comme suite :

- $0 < P_{\text{LAITANCE}} < 15$ % : stabilité satisfaisante ;
- $15 < P_{\text{LAITANCE}} < 30$ % : stabilité critique ;
- $P_{\text{LAITANCE}} > 30$ % : stabilité très mauvaise ;

Selon ENFARC 2005, la P_{LAITANCE} pour un BAP acceptable doit être inférieure à 23 %.

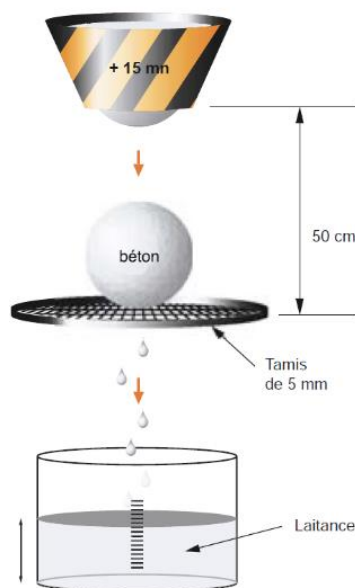


Figure 1-9 : Essai de stabilité au tamis (CIMbéton, 2006)

❖ L'air occlus et masse volumique

Le volume de l'air et la masse volumique du béton frais peuvent être déterminés en utilisant un aréomètre conformément à la ASTM C231 (conformément à EN 12350-7).

1.2.2. La rhéologie des BAPs

La rhéologie c'est la science qui s'intéresse à l'étude l'écoulement des matériaux. Cette science est composée par deux grandeurs principales : la contrainte de cisaillement τ (*shear stress*) et la déformation de cisaillement γ (*shear strain*) ou sa dérivée le taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ (*shear strain*). Ces deux caractères décrivent le mouvement du matériau au cours du temps. Ces deux grandeurs sont liées par une équation d'état rhéologique, cette équation dépend des propriétés physiques et mécaniques du matériau. La Figure1-10 représente les modèles rhéologiques les plus utilisés pour le béton. Les modèles rhéologiques sont des outils mathématiques utilisés pour caractériser le comportement d'un matériau pendant son écoulement. Le choix d'un modèle est justifié par le type de matériau, ainsi que le taux de déformation auquel le matériau est soumis.

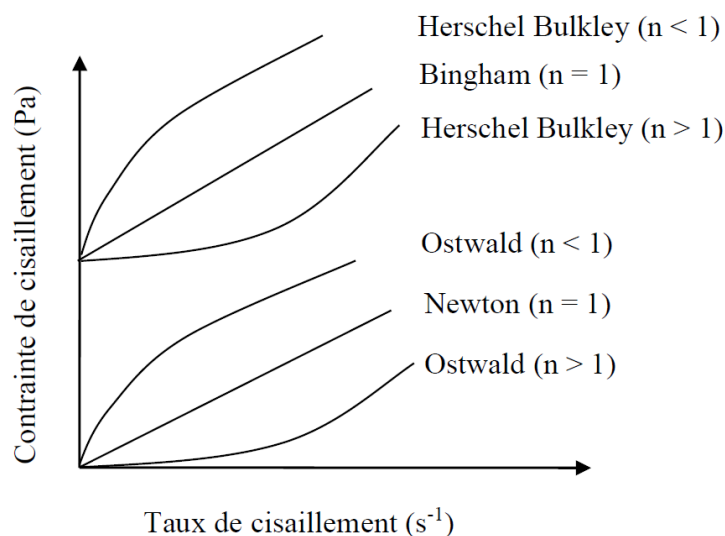


Figure1-10 : Modèles rhéologiques les plus rencontrés (Aissoun, 2015)

1.2.2.1. La rhéologie des BAPs

De nombreux modèles rhéologiques ont été proposés pour les bétons depuis le début de l'étude de rhéologie (Atzeni et al., 1985; Nehdi and Rahman, 2004). Plusieurs études ont rapporté un lien entre certains modèles rhéologiques existants et les matériaux cimentaires (Bui et al., 2002). Le comportement de BAP peut être décrit généralement par le modèle de Bingham ou Herschel-Bulkley (Li et al., 2017).

De multiples études ont été basées principalement sur le modèle rhéologique des pâtes ou des mortiers en faisant varier le rapport eau/poudre et le dosage en S_p (Li et al., 2017). Récemment, les études se sont concentrées sur la compréhension rhéologique des BAPs (Wallevik and Nielsson, 2003; Lachemi et al., 2007; Wu and An, 2014). Ils ont été rapportés que le contrôle des propriétés rhéologiques est fondamental pour optimiser les BAP (Chidiac and Mahmoodzadeh, 2009; Tregger et al., 2012; Wu and An, 2014).

Pour les BAPs, les modèles de Bingham et de Hershel-Bulckley sont les plus adéquats. Ils impliquent trois paramètres intrinsèques (τ_0 , k , η) qui décrivent le flux permanent du matériau s'il reste homogène (pas de ségrégation des particules). La contrainte de cisaillement τ (Pa) est alors liée au taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ (s⁻¹) par l'Equation 1-1 :

$$\text{Equation 1-1 : } \begin{cases} \text{Bingham : } & \tau = \tau_0 + \eta \cdot \dot{\gamma} \\ \text{Herschel Bulkley : } & \tau = \tau_0 + K \cdot \dot{\gamma}^\eta \end{cases}$$

Où τ_0 est le seuil de cisaillement du matériau et η est la viscosité (Pa.s). Le volume de la pâte dans les BAP est beaucoup plus élevé par rapport au béton ordinaire, ce qui conduit à utiliser plus d'additifs et d'adjuvants. La composition de la pâte alors est le paramètre le plus responsable des propriétés d'autocompatibilité (Mebrouki et al., 2009). La rhéologie des matériaux peut être étudiée par plusieurs méthodes, la plus célèbre c'est d'utiliser un rhéomètre.

1.2.2.2. Les éléments qui influencent les rhéogrammes

La Figure 1-11 illustre les effets de ces différents additifs sur une référence donnée.

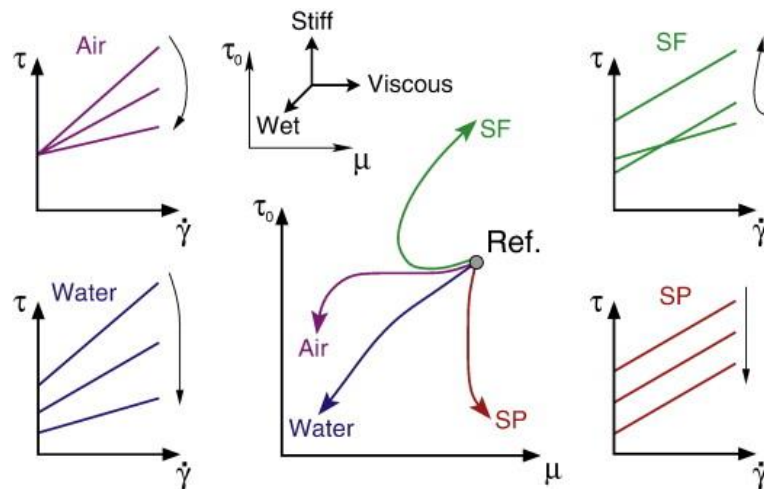


Figure 1-11 : Effets des additifs sur la rhéologie (Wallevik and Wallevik, 2011)

Plusieurs additifs peuvent contrôler la rhéologie des matériaux comme : les différents types de superplastifiants, les agents de viscosité, le fumé de silice, la quantité d'eau et de l'air. Des études (Wallevik and Wallevik, 2011; Aissoun, 2015) ont montré que :

- L'augmentation de l'air occlus génère une diminution au niveau de la viscosité ;
- L'augmentation de l'eau diminue la viscosité et le seuil de cisaillement ;
- L'ajout du S_P n'a pas d'effet sur la viscosité, mais il diminue le seuil de cisaillement ;
- L'agent de viscosité joue un rôle de rhéofluidifiant, c'est-à-dire il augmente la viscosité, mais aussi il diminue cette viscosité lorsque la vitesse de cisaillement augmente ;
- Les propriétés physiques des granulats ont un effet direct sur la viscosité, une compacité élevée est associée avec viscosité minimale ;

1.2.3. Aperçu sur les formulations des BAPs

Les BAPs doivent se mettre en place sans vibration, résister à la ségrégation dynamique et statique tout en gardant un parement lisse sans ressuage ou tassement. Afin de répondre à ces exigences, l'étude de la rhéologie des BAPs est importante. Différentes approches et conceptions pour formuler les BAPs ont été proposées (Shi et al., 2015).

Des travaux de recherche antérieurs ont tenté de résumer les propriétés à l'état frais et durci des BAPs existant dans la littérature. Domone, (2007) a publié en 2007 une récapitulation des caractéristiques mécaniques des BAPs extraites de plus de 70 recherches. L'étude a analysé et corrélié les propriétés des BAPs avec celles d'un béton conventionnel. Cependant, cette étude

reposait sur un ensemble très limité de données et n'incluait pas les caractéristiques de l'état frais. Craeye et al., (2014) ont procédé à une étude statistique plus détaillée sur la composition des BAPs. Ils ont développé une base de données beaucoup plus étendue à partir de plus de 250 articles de revues et de conférences publiés entre 1990 et 2011. Vakhshouri and Nejadi (2016) a mené une étude compilant les formulations des BAPs à base de granulats légers de 21 articles publiés entre 2001 et 2013. Cette étude bibliographique reprend le développement d'une nouvelle base issue de 56 journaux examinés par des pairs publiés de 2014 à 2019.

Plus de 1000 proportions du mélange ont été extraites : les paramètres clés de la conception du mélange et les propriétés à l'état frais des BAPs ont été collectés. La composition des mélanges et les facteurs clés tels que le volume de la pâte, le rapport eau sur ciment, le rapport eau sur liant, le rapport eau sur poudre, le rapport sable sur agrégats, la taille minimale et maximale du gain ont été relevés. Les propriétés à l'état frais telles que l'ouvrabilité, l'écoulement, l'aptitude au passage et la résistance à la ségrégation ont été quantifiées afin d'évaluer les mélanges des BAPs. Le Tableau 1-8 récapitule les informations collectées et met en évidence les données extraites pour chaque paramètre.

Tableau 1-8 : Gamme de proportions de mélange des BAPs examinés

<i>Propriétés</i>	<i>Données extraites</i>	<i>Min</i>	<i>1^{er} Quar tile</i>	<i>Moye nne</i>	<i>3^{eme} Qu artile</i>	<i>Max</i>	<i>E_{type}</i>
<i>Ciment (kg/m³)</i>	1046	108	323	392	450	680	99,0
<i>2^e liant (kg/m³)</i>	812	0,90	15,0	97,9	146	565	106
<i>Poudre (kg/m³)</i>	157	1,00	22,0	121	172	536	139
<i>Sable (kg/m³)</i>	1046	344	775	848	936	1167	120
<i>Graviers (kg/m³)</i>	1046	87,5	635	719	833	1182	157
<i>Volume de la pâte (m³)</i>	1046	58,2	140	164	191	329	44,1
<i>E/C ratio</i>	1046	0,24	0,40	0,51	0,57	1,74	0,18
<i>E/L ratio</i>	1046	0,18	0,35	0,42	0,45	1,14	0,12
<i>E/P ratio</i>	1046	0,18	0,33	0,40	0,45	1,14	0,12
<i>V_E/V_P ratio</i>	1046	0,49	0,95	1,20	1,31	3,23	0,38
<i>V_E/V_C ratio</i>	1046	0,75	1,26	1,58	1,78	5,47	0,54
<i>Sable/granulats (%)</i>	1046	30,5	50,0	54,4	58,7	90,9	7,13
<i>Ø Minimum (mm)</i>	893	1,00	3,80	4,68	4,80	10,0	2,16
<i>Ø Maximum (mm)</i>	1025	9,5	13,0	15,7	19,0	20,0	3,14

Les valeurs minimales et maximales, la moyenne, les 1^{ers} et 3^e quartiles, et l'écart type ont également été fournis. Les 1^{ers} et 3^e quartiles donnent une réelle visibilité, car la plage de variation est très large. Par exemple, la plage de variation du rapport E/L varie de 0,18, ce qui est très faible, à 0,83, ce qui est trop élevé, avec une valeur moyenne de 0,38. La majorité des mélanges présentent un rapport E/L entre 0,32 et 0,41 (1^{er} et 3^e quartile), comme illustré à la Figure 1-12.

L'état frais des BAPs est le paramètre principal qui le distingue du béton conventionnel. Le Tableau 1-9 représente la plage de propriétés extraites. Bien que certaines valeurs reflètent la non-faisabilité des mélanges, la majorité des valeurs entre le premier et le troisième quartile se situe dans la plage acceptable des exigences de l'EFNARC en matière d'autocompatibilité. Dans certaines études, l'étalement était la seule propriété à l'état frais étudiée.

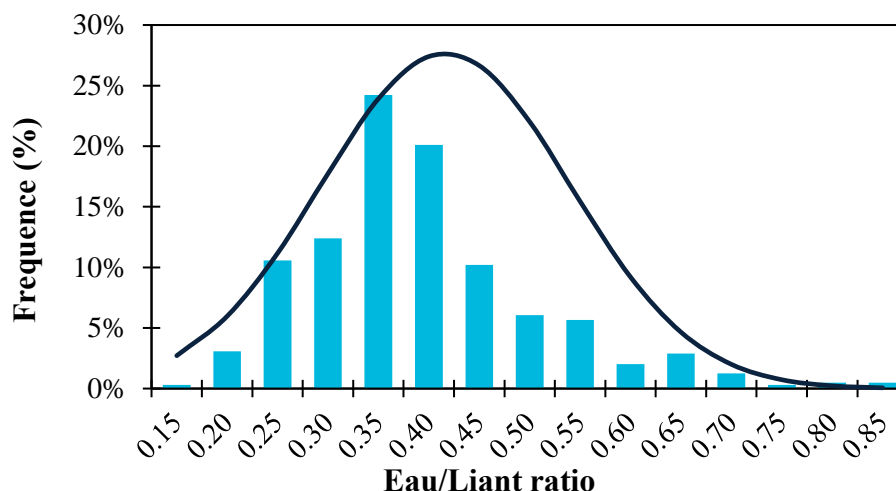


Figure 1-12 : Histogramme de la variation du rapport E/L

Tableau1-9 : Gamme de variation des propriétés à l'état frais des BAPs examinés

Propriétés	Données extraites	Min	1 ^{er} Quart ile	Moyenne	3 ^e Quartile	Max	E _{type}
Étalement (mm)	930	350	650	684	720	940	65,4
L-box H ₁ /H ₂ ratio	472	0,11	0,78	0,83	0,92	1,80	0,19
U-box (mm)	143	5,00	283	257	324	337	117
V _{funnel} temps (s)	662	1,41	6,50	9,97	11,8	60,0	6,50
V _{funnel} temps 5 min (s)	103	3,00	10,0	18,3	19,9	89,0	14,9
J _{Ring} (mm)	244	310	610	665	720	850	93,3
T ₅₀ (s)	625	0,50	2,36	3,51	4,50	16,4	1,84
Stabilité au tamis (%)	213	0,10	3,00	7,33	11,0	37,0	6,65
Taux de cisaillement (Pa)	58	0,00	15,7	28,8	39,0	139	20,4
Viscosité (Pa. s)	67	6,30	18,4	60,2	81,0	342	55,6
Air (%)	180	0,60	1,50	2,51	4,20	7,50	1,60

La Figure 1-13 démontre que la majorité des mélanges avaient un étalement compris entre 550 et 850 mm, ce qui correspond à la classe de la norme EN 206-9. Une forte corrélation a été rapportée entre l'étalement et celle de J_{Ring} ($R^2 = 0,83$ pour 243 mélanges). Parmi les études rapportent les propriétés rhéologiques (environ 40 mélanges), une forte corrélation a été trouvée entre le temps d'écoulement V_{funnel} et la viscosité plastique ($R^2 = 0,98$), et entre l'étalement et le seuil de cisaillement ($R^2 = 0,86$). Une très forte corrélation ($R^2 = 0,96$) a été rapportée entre la teneur en air et la viscosité du plastique, mais l'étude se basait sur peu de mélanges (19).

Dans la majorité de ces mélanges, un deuxième liant a été utilisé, par exemple : laitier de haut fourneau broyé, cendres de riz, cendres volantes, fumée de silice, Métakaolin, poudre de verre, laitier de canne à sucre, fibre de basalte, boues d'alun traitées, poudre de carbonate de calcium, fibre de verre, pouzzolane naturelle, poudre de ponce, alumine recyclée, nano SiO₂ colloïdal, cendre de combustible pulvérisé, fumée de silice condensée, poussière de dérivation de ciment blanc, cendre volante à faible teneur en chaux, calcite micronisée, et le calcaire fin. De la poudre fine a également été utilisée pour améliorer la compacité comme : le calcaire, les déchets de poudre de céramique, les résidus de poudre de maçonnerie et la poudre de marbre.

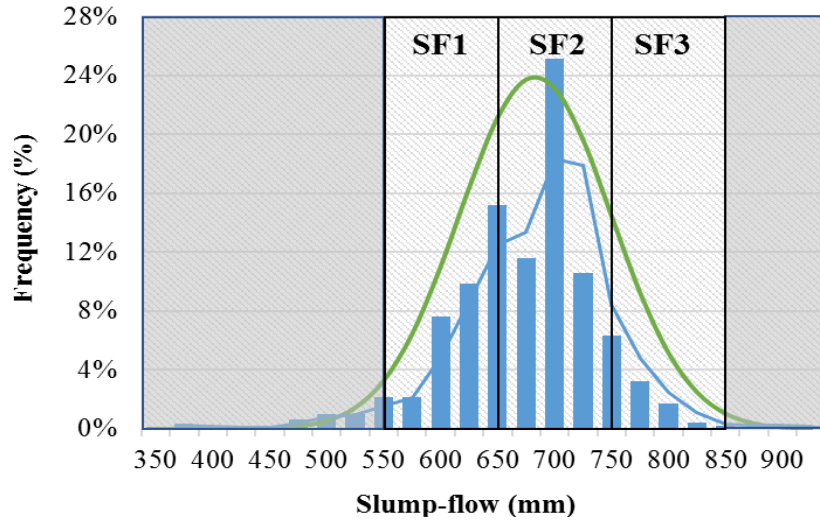


Figure 1-13 : Histogramme de l'étalement des mélanges étudiés

Malgré les différentes approches pour la formulation des BAPs, et afin de garantir la qualité des BAPs, l'ENFARC a donné des recommandations pour les masses et volumes des composants comme illustrés dans le Tableau 1-10. Le centre CIM béton (2006) a proposé des recommandations proches de celle de l'ENFARC.

Tableau 1-10 : Composition des BAP selon ENFARC (Group, 2005)

Constituants	Variation en masse (kg/m ³)	Variation en volume (l/m ³)
La poudre	380 — 600	-
La pâte	-	300 — 380
L'eau	150 — 210	150 — 210
Les graviers	750 — 1000	270 — 360
Le sable et gravier fin	Typiquement 48 – 55 % de la masse totale des graviers	
Eau/poudre par volume	-	0,85 – 1,10

En ce qui concerne l'état frais, la zone verte, représentée dans la rhéogramme de la Figure 1-14 (Wallevik and Wallevik, 2011), est recommandée pour les BAPs (présentée lors d'une conférence sur les BAPs à Kochi, Japon, 1998). La figure montre également le flux d'affaissement nécessaire pour obtenir le BAP en fonction de la viscosité plastique.

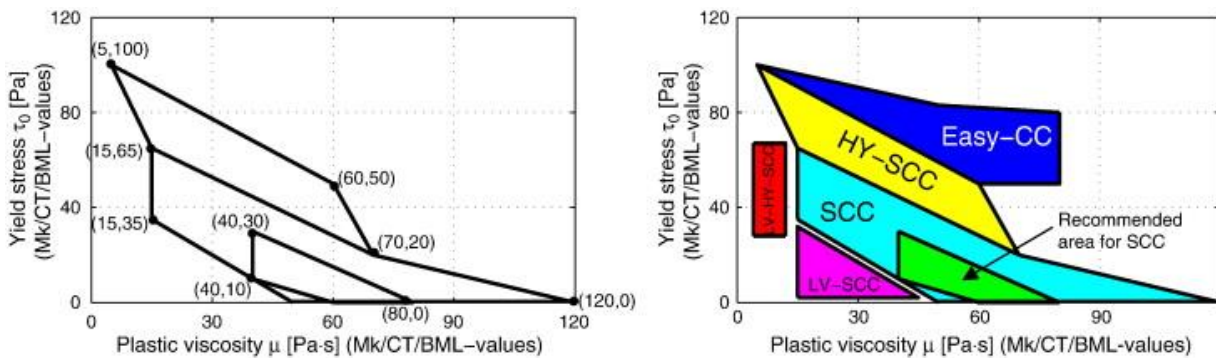


Figure 1-14 : les zones rhéologiques recommandées des BAPs

1.2.4. Valorisation des sous-produits dans les BAPs

Les additions les plus couramment utilisées sont les sous-produits industriels tels que les laitiers de haut fourneau, les cendres volantes (Dhiyaneshwaran et al., 2013), et les fumées de silice. Ils peuvent être incorporés dans les bétons prêts à l'emploi ou mélangés avec du clinker pour produire des ciments composés. L'utilisation de sous-produits comme ajout cimentaire a fait l'objet de nombreuses études : poudre de marbre (Alyamac et al., 2017), granulats légers recyclés (Omrane et al., 2017), poudre de verre (Nunes et al., 2013), poudre de granit, calcaire, argile et pouzzolanes, cendres d'huile de palme (Alsubari et al., 2015), granules de caoutchouc (Aslani et al., 2018), et sédiments (Rozière et al., 2015a), etc.

1.3. Contexte normatif de la durabilité

Le béton est le matériau le plus utilisé dans le monde. Plusieurs solutions sont considérées afin de réduire son impact environnemental : récupération de matériaux issus de la déconstruction (recyclage des bétons), emploi de coproduits de l'industrie et l'utilisation des additions minérales. Avant d'envisager d'utiliser ces nouveaux matériaux à grande échelle, il convient de s'assurer que leurs propriétés sont adaptées à leur fonction dans les structures des bâtiments et ouvrages d'art.

Selon divers facteurs, y compris l'âge et les conditions d'exposition, les structures en béton sont soumises à diverses causes de détérioration qui peuvent affecter leur comportement structural, leur durabilité et leurs aspects esthétiques (Basheer et al., 2001 ; Yu et al., 2017). Afin d'améliorer leur durée de vie, le béton doit répondre à des exigences de performance très strictes. Le type de ciment, la présence d'additifs, le rapport E/C, les différents types d'adjuvants, les dosages, la nature et la taille des granulats sont des facteurs qui déterminent la qualité finale du béton. Cependant, une composition appropriée n'est pas suffisante pour obtenir les propriétés attendues puisque la dégradation du béton est liée à plusieurs facteurs. Le mécanisme de détérioration est fondé sur la lixiviation. Il s'agit d'un phénomène de diffusion-réaction qui se produit lorsque le béton est en contact avec des eaux acides ou faiblement minéralisées. Il se manifeste par une dissolution et une détérioration des produits d'hydratation du ciment, à l'origine d'une augmentation de porosité et des propriétés de transport du béton. La lixiviation peut ainsi être couplée à la pénétration d'autres substances agressives telles que les ions chlorures, sulfates, magnésium, et les acides organiques.

La durabilité des ouvrages exposés à ce mécanisme de dégradation reste encore majoritairement traitée selon une démarche normative. Les normes préconisent des valeurs limites du rapport eau/ciment, une teneur minimale en ciment, une résistance mécanique minimale, et donnent dans certains cas des prescriptions supplémentaires sur la nature du liant. Cependant, les problématiques techniques, économiques et environnementales démontrent l'intérêt de l'approche performancielle de la durabilité. Cette approche autorise de qualifier des bétons innovants qui ne sont pas conformes aux spécifications prescriptives. La durée de vie estimée pour les ouvrages en BA est de 10 à 100 ans tout dépend des catégories de fonction (Eurocode 0). Mais la durée de vie réelle est beaucoup plus faible. Pour la garantie de ces durées-là, le constructeur doit disposer d'un règlement de dimensionnement en connaissant les modes de dégradations et les modèles prédictifs des dégradations afin d'apporter des solutions permettant aux ouvrages de mieux résister aux agressions extérieures. La norme EN 206, comme la norme canadienne CSA.A23.1, a défini des classes d'exposition qui correspondent aux risques auxquels les ouvrages en béton peuvent être exposés.

1.3.1. Indicateur de durabilité et contexte normatif

Les indicateurs de durabilité peuvent être répertoriés selon la nature des essais : destructifs, non destructifs, microscopiques ou de performances. Dans la littérature à l'échelle internationale, il existe une multitude d'essais qui évaluent la durabilité de béton, des essais qui sont normalisés (*AFNOR, ASTM, RILEM*, etc.), d'autres avec des protocoles expérimentaux, ou des projets de norme. D'après les travaux de Baroghel-Bouny (2008) et de Rozière (2007), ces indicateurs peuvent être classés comme suite :

- **Indicateurs généraux** : qui ne correspondent pas à un mécanisme de dégradation particulier comme : la diffusion des ions Chlorures, la teneur en portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$, la porosité accessible à l'eau, la perméabilité aux gaz, et la porosité au mercure ;
- **Les indicateurs spécifiques** : correspondant à une dégradation liée à un environnement spécial tel que la résistance aux : attaques sulfatiques, gel-dégel, et à la carbonatation ;
- **Les indicateurs de substitution** : comme l'absorption capillaire, l'absorption d'eau, et la résistivité électrique ;

1.3.1.1. Les normes européennes

Le *Comité Européen de Normalisation (CEN)* regroupe plus que 33 États membres en Europe et ailleurs. La durabilité des matériaux présente une préoccupation majeure dans ce comité. Le Tableau 1-11 représente quelques normes de durabilité des bétons selon ce comité.

Tableau 1-11 : Quelques essais de durabilité selon les normes européennes

<i>Exposition</i>	<i>Intitulé de la norme</i>	<i>Référence</i>	<i>Année</i>
<i>Indicateurs généraux</i>	Règles communes pour les produits préfabriqués en béton — Mesure de l'absorption d'eau par capillarité	EN 13 369	Nov. 2013
	Partie 7 : masse volumique du béton durci	EN 12390-7	Avril 2012
		Partie 8 : profondeur de pénétration d'eau sous pression	EN 12390-8
<i>Essais mécaniques</i>	Essais pour béton durci	Partie 3 : résistance à la compression des éprouvettes	EN 12390-3 Avril 2012
		Partie 5 : résistance à la flexion sur éprouvettes	EN 12390-5 Avril 2012
		Partie 6 : résistance en traction par fendage d'éprouvettes	EN 12390-6 Avril 2012
<i>Chlorures</i>	Partie 11 : résistance du béton à la pénétration des chlorures, diffusion unidirectionnelle	EN 12 390 -11	Oct. 2015
<i>Carbonatation</i>	Partie 10 : résistance à la carbonatation du béton à des niveaux atmosphériques de CO_2	PR EN 12390-10	Juin 2017
	Produits et systèmes pour la protection et la réparation des structures en béton — Détermination de la résistance à la carbonatation	EN 13 295	Oct. 2004
<i>Autres</i>	Essais pour béton dans les structures — Partie 2 : Essais non destructifs — Détermination de l'indice de rebondissement	EN 12504-2	2012

1.3.1.2. Les normes françaises

L'Association Française de Normalisation ou (AFNOR) est l'organisation représentant la France auprès de l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO) et du comité CEN. Le Tableau 1-12 représente quelques normes de durabilité des bétons élaborées par l'AFNOR.

Tableau 1-12 : Quelques essais de durabilité selon les normes françaises

<i>Exposition</i>	<i>Intitulé de la norme</i>		<i>Référence</i>	<i>Année</i>	
<i>Attaque Sulfatique</i>	Produits de calage et/ou scellement à base de liants hydrauliques, Essai de tenue à l'eau de mer et/ou à l'eau à haute teneur en sulfates		NF P 18-837	Avr. 1993	
	Réactivité d'un béton vis-à-vis d'une réaction sulfatique interne — Essai de performance		LCPC — Méthode n° 66	Sep. 2007	
	Réaction sulfatique interne au béton — Essai d'expansion résiduelle sur carotte de béton extraite de l'ouvrage		LCPC n° 67	Mar. 2009	
<i>Indicateurs généraux</i>	Béton — Essai pour béton durci — Essai de porosité et de masse volumique		NF P18-459	Ma. 2010	
	Bétons — Essai de perméabilité aux gaz sur béton durci		XP P18-463	Nov. 2011	
	Roches — Essais pour déterminer les propriétés physiques des roches - Partie 3 : détermination de la porosité		NF P 94-410-3	Mai 2001	
<i>Carbonatation</i>	Essai pour béton durci	Essai de carbonatation accélérée — Mesure de l'épaisseur de béton carbonaté	XP P 18-458	Nov. 2008	
<i>Chlorures</i>		Essai accéléré de migration des ions chlorure	En régime stationnaire — Détermination du coefficient de diffusion effectif des ions chlorure	XP P18-461	Juin 2012
			En régime non stationnaire — Détermination du coefficient de diffusion apparent des ions chlorure	XP P18-462	Juin 2012
<i>Gel dégel</i>	Béton — Essai d'écaillage des surfaces de béton durci exposées au gel en présence d'une solution saline		XP P 18-420	Mai 2012	
	Bétons — Essai de gel sur béton durci	Gel dans l'eau — Dégel dans l'eau	NF P 18 — 424	Mai 2008	
		Gel dans l'air — Dégel dans l'eau	NF P 18 — 425	Mai 2008	
<i>Autres</i>	Évaluation de la teneur en alcalins équivalents actifs dans les ciments : Teneur au portlandite		LCPC n° 48	1997	
	Béton — Réactivité d'une formule de béton vis-à-vis de l'alcali-réaction - Essai de performance		NF P 18-454	Déc. 2004	

1.3.1.3. Les normes américaines

Le Tableau 1-13 représente quelques essais de durabilité selon l'organisation de normalisation américaine *ASTM International*.

Tableau 1-13 : Quelques essais de durabilité selon les normes américaines

<i>Exposition</i>	<i>Intitulé de la norme : Standard Test Method</i>	<i>Référence</i>	<i>Année</i>
<i>Essais mécaniques</i>	Compressive Strength of Cylindrical Concrete Specimens	ASTM C39	2018
	Flexural Strength of Concrete (Using Simple Beam with Third-Point Loading)	ASTM C78	2018
	Splitting Tensile Strength of Cylindrical Concrete Specimens	ASTM C496	2017
<i>Attaque Sulfatique</i>	Length change of hydraulic-cement mortars exposed to a sulfate solution	ASTM C1012	2018
	Potential expansion of Portland-cement mortars exposed to sulfates	ASTM C452	2015
<i>Indicateurs généraux</i>	Density, Absorption, and Voids in Hardened Concrete	ASTM C642	2013
	Admixtures to Inhibit Chloride-Induced Corrosion of Reinforcing Steel in Concrete	ASTM C1582	2017
<i>Chlorures</i>	Electrical indication of concrete's ability to resist chloride ion penetration	ASTM C1202	2017
	Determining the Apparent Chloride Diffusion Coefficient of Cementitious Mixtures by Bulk Diffusion	ASTM C1556	2016
	Bulk Electrical Conductivity of Hardened Concrete	ASTM C1760	2012
<i>Gel dégel</i>	Resistance of Concrete to Rapid Freezing and Thawing	ASTM C666	2015
	Microscopical Determination of Parameters of the Air-Void System in Hardened Concrete	ASTM C457	2016
	Scaling Resistance of Concrete Surfaces Exposed to Deicing Chemicals	ASTM C672	2012
<i>Réaction Alcalis-Silice</i>	Potential Alkali Reactivity of Aggregates (Mortar-Bar Method)	ASTM C1260	2014
	Determination of Length Change of Concrete Due to Alkali-Silica Reaction	ASTM C1293	2018

1.3.1.4. D'autres normes internationales

Le Tableau 1-14 représente quelques essais internationaux de durabilité selon le *Bureau de Normalisation en Belgique (NBN)*, l'*Organisation Internationale de Normalisation (ISO)*, l'*Institut Allemand de Normalisation (DIN)*, l'*Union Internationale des Laboratoires et Experts en Matériaux de Construction, Systèmes et Structures (RILEM)*, et l'organisation *NORDTEST*.

Tableau 1-14 : Quelques essais de durabilité selon d'autres normes internationales

<i>Exposition</i>	<i>Intitulé de la norme</i>	<i>Référence</i>	<i>Année</i>	<i>Pays</i>
<i>Indicateurs généraux</i>	Essais des bétons — Absorption d'eau par immersion	NBN B 15-215	Jan. 1989	Belgique
	Concrete Testing — Capillary Absorption Test	NBN B 15-217	1984	Belgique
<i>Essais mécaniques</i>	Essais du béton — Partie 4 : Résistance du béton durci	ISO 1920-4	2005	Autre
	Essais des bétons renforcés de fibres — Essai de flexion sur éprouvettes prismatiques	NBN B 15-238	Jan. 1992	Belgique
<i>Carbonatation</i>	Testing hardened concrete—Part 12: Determination of the potential carbonation resistance of concrete: Accelerated carbonation method	ONR CEN/TS 12 390-12	Déc. 2010	Allemagne
	Measurement of hardened concrete carbonation depth, 1988	RILEM CPC 18	1994	Allemagne
<i>Chlorures</i>	Concrete, hardened: Accelerated chloride penetration	NT BUILD 443	Nov. 1995	Pays nordique
	Concrete, mortar and cement-based repair materials: Chloride migration coefficient from non-steady-state migration experiments	NT BUILD 492	Nov. 1999	Pays nordique
<i>Gel dégel</i>	Essais sur béton durci — Partie 9 : Résistance au gel/dégel - dégel en présence de sels de déverglaçage	DIN CEN/TS 12 390-9	Mai 2017	Allemagne
	Concrete testing — Resistance to freezing	NBN B 15-231	1980	Belgique

1.3.2. La durabilité dans les normes canadiennes et françaises

La norme canadienne CSA.A23.1 définit 4 classes d'exposition par l'origine du risque. Semblablement à cette norme, la norme européenne EN 206-1 définit 6 classes qui regroupent 18 sous-classes d'exposition comme illustrée dans le Tableau1-15.

Tableau1-15 : Les classes d'exposition dans les normes françaises et canadiennes

<i>Conditions</i>	<i>EN 206-1</i>	<i>Risque de corrosion</i>	<i>CSA.A23.1</i>
<i>Normale</i>	X0	Pas de risque d'attaque ni de corrosion	N
<i>Risque de corrosion</i>	XC	Carbonatation provoquant la corrosion du béton	-
	XD	Corrosion provoquée par les chlorures d'une autre provenance que marine	C
	XS	Corrosion provoquée par les chlorures de l'eau de mer	
<i>Attaques</i>	XF	Exposition au gel/dégel avec ou sans agent de déverglaçage	F
	XA	Attaques chimiques	S

1.3.3. Recommandations pour la durabilité

Baroghel-Bouny (2008) a proposé dans un guide de l'Association Française de Génie Civil (AFGC) des classes pour les indicateurs jugés pertinents pour évaluer la durabilité des bétons comme montrés dans le Tableau 1-16.

Tableau 1-16 : Limites des indicateurs de durabilité selon Baroghel-Bouny (2004)

Indicateurs de durabilité sélectionnés et valeurs limites proposées sur la base des tableaux 9 et 10 en fonction du type d'environnement (cf. tableau 11) et de la durée de vie exigée, dans le cas où l'enrobage satisfait aux valeurs réglementaires (26), (27). P_{eau} est donnée en %, $D_{app(mig)}$ est donné en $10^{-12} m^2 \cdot s^{-1}$, K_{gaz} (à $S=0$ et à $P_{entrée}=0,2 MPa$) est donnée en $10^{-18} m^2$ et K_{liq} est donnée en $10^{-18} m^2$.*

Type d'environnement	Durée de vie exigée (année)		< 30	30 à 50	50 à 100	100 à 120	> 120	
	Catégorie d'ouvrage		-	Bâtiment	Bâtiment/ouvrages	Grands ouvrages	Ouvrages exceptionnels	
	Niveau d'exigence		N 1	N 2	N 3	N 4	N 5	
Corrosion induite par carbonatation	1	Sec et très sec (HR < 65%) ou humide en permanence		$P_{eau} < 16$	$P_{eau} < 16$	$P_{eau} < 14^{(6)}$	$P_{eau} < 12$ $K_{gaz} < 100$	$P_{eau} < 9$ $K_{gaz} < 10$
	2	Humide (HR > 80%)		$P_{eau} < 16$	$P_{eau} < 16$	$P_{eau} < 14^{(6)}$	$P_{eau} < 12$ $K_{gaz} < 100$	$P_{eau} < 9$ $K_{liq} < 0,01$
	3	Modérément humide (65 < HR < 80%)		$P_{eau} < 15$	$P_{eau} < 14^{(5)}$	$P_{eau} < 12^{(7)}$ $K_{gaz} < 100^{(8)}$	$P_{eau} < 9$ $K_{gaz} < 10^{(4)}$	$P_{eau} < 9$ $K_{gaz} < 10$ $K_{liq} < 0,01$
	4	Cycles fréquents d'humidification séchage		$P_{eau} < 16$	$P_{eau} < 14^{(6)}$	$P_{eau} < 12^{(7)}$ $K_{liq} < 0,1^{(9)}$	$P_{eau} < 9$ $K_{gaz} < 10$ $K_{liq} < 0,01$	$P_{eau} < 9$ $D_{app(mig)} < 1$ $K_{gaz} < 10$ $K_{liq} < 0,01$
Corrosion induite par les chlorures (e = 50 mm)	5	Exposition aux sels marins ou de déverglaçage	5,1 [Cl ⁻] faible ⁽¹⁾	$P_{eau} < 16$	$P_{eau} < 15$	$P_{eau} < 14$	$P_{eau} < 12$ $D_{app(mig)} < 20$ $K_{liq} < 0,1^{(3)}$	$P_{eau} < 9$ $D_{app(mig)} < 10$ $K_{gaz} < 10$ $K_{liq} < 0,01$
			5,2 [Cl ⁻] forte ⁽²⁾	$P_{eau} < 14$	$P_{eau} < 11$	$P_{eau} < 11$ $D_{app(mig)} < 2$ $K_{liq} < 0,1^{(3)}$	$P_{eau} < 9$ $D_{app(mig)} < 1$ $K_{gaz} < 10$ $K_{liq} < 0,01$	$P_{eau} < 9$ $D_{app(mig)} < 1$ $K_{gaz} < 10$ $K_{liq} < 0,01$
	6	Immersion dans l'eau contenant des chlorures		$P_{eau} < 15$	$P_{eau} < 13$	$P_{eau} < 13$ $D_{app(mig)} < 7$	$P_{eau} < 12$ $D_{app(mig)} < 5$	$P_{eau} < 9$ $D_{app(mig)} < 1$
	7	Zone de marnage		$P_{eau} < 14$	$P_{eau} < 11$	$P_{eau} < 11$ $D_{app(mig)} < 3$ $K_{liq} < 0,1^{(3)}$	$P_{eau} < 10$ $D_{app(mig)} < 2$ $K_{gaz} < 100$ $K_{liq} < 0,05$	$P_{eau} < 9$ $D_{app(mig)} < 1$ $K_{gaz} < 10$ $K_{liq} < 0,01$
			Durabilité potentielle faible			Durabilité potentielle moyenne		
			Durabilité potentielle élevée			Durabilité potentielle très élevée		

* Ces valeurs peuvent être adoptées pour tenir compte des spécificités de l'opération de construction dans le cadre d'une approche globale. Elles sont également susceptibles d'évoluer en fonction du retour d'expérience et du développement de méthodes/modèles plus précis.

(1) : concentration en chlorures libres à la surface $c_s \leq 10 \text{ g. l}^{-1}$

(2) : concentration en chlorures libres à la surface $c_s \geq 100 \text{ g. l}^{-1}$

[c_s ou c_{seq} ou $c_{s, \Delta x}$ (cf. § 5.1.2 et annexe 13)]

(3) : alternative : $K_{gaz} < 100. 10^{-18} \text{ m}^2$

(4) : alternative: $k_{liq} < 0.01. 10^{-18} \text{ m}$

(5) : alternative: $P < 15 \%$ et $[Ca(OH)_2] \geq 25 \%$

(6) : alternative: $P < 16 \%$ et $[Ca(OH)_2] \geq 25 \%$

(7) : alternative: $P < 14 \%$ et $[Ca(OH)_2] \geq 25 \%$

(8) : alternative: $K_{gaz} < 300. 10^{-18} \text{ m}^2$ et $[Ca(OH)_2] \geq 25 \%$

(9) : alternatives : 1) $K_{gaz} < 100. 10^{-18} \text{ m}^2$

2) $K_{gaz} < 300. 10^{-18} \text{ m}^2$ et $[Ca(OH)_2] \geq 25 \%$

Le contexte normatif et technique est très varié et complexe, car il y a plusieurs normes et protocoles pour les mêmes grandeurs à mesurer. L'objectif de ce travail de recherche est de faire des essais qui touchent toutes les classes d'exposition. Principalement, les agressions chimiques sur le béton affectant premièrement la pâte du ciment, ce qui peut être un point de faiblesse des BAPs. Les études de la littérature montrent que la microstructure des BAPs a une forte liaison avec les autres indicateurs de durabilité. La microstructure est directement influencée par les propriétés de transport : la porosité, la perméabilité, et la diffusion. La réduction des volumes de pores peut être bénéfique pour le béton d'où l'optimisation du squelette granulaire est nécessaire pour atteindre une bonne durabilité. De plus, il a été démontré dans la littérature que l'utilisation des ajouts cimentaires améliore la microstructure des bétons.

1.4. CONCLUSION DU CHAPITRE

La sédimentation dans les ports, fleuves, ou barrages, est une problématique de gestion maritime majeure. Le dragage est une solution efficace, toutefois il engendre des quantités énormes de matériaux à stocker ou à évacuer. De nombreuses transformations interviennent une fois les sédiments sortis de l'eau : celles-ci peuvent altérer les phases minérales et organiques, ainsi que la répartition des contaminants inorganiques. Ainsi, la gestion d'un sédiment de dragage nécessite de prendre en compte ces multiples paramètres pour assurer le choix d'une filière adaptée. En l'occurrence, le traitement thermique semble offrir la garantie de l'efficacité concernant l'immobilisation des contaminants inorganiques. Ce traitement accorde en outre d'envisager une valorisation dans un domaine tel que le génie civil comme dans les techniques routières ou des bétons. Cet objectif de valorisation est aujourd'hui au cœur des problématiques de développement durable, car il permet la réduction du volume des déchets stockés et l'économie de matières premières. En outre, le bénéfice de la réutilisation vient amortir le coût économique de gestion depuis le dragage jusqu'à l'usage final.

Après certains traitements des sédiments, leurs réactions pouzzolaniques peuvent servir pour une utilisation en tant qu'ajouts cimentaires ou filler. Ceci représente une voie privilégiée de leur valorisation surtout dans les BAPs qui nécessite un volume élevé de pâte. Le domaine de

recherche en termes des ajouts cimentaires s'est particulièrement développé vu l'énergie élevée de cuisson du clinker et ses dégagements des gaz. La Figure 1-15 représente les émissions mondiales liées aux procédés de fabrication de ciment du 1930-2013 (Xi et al., 2016).

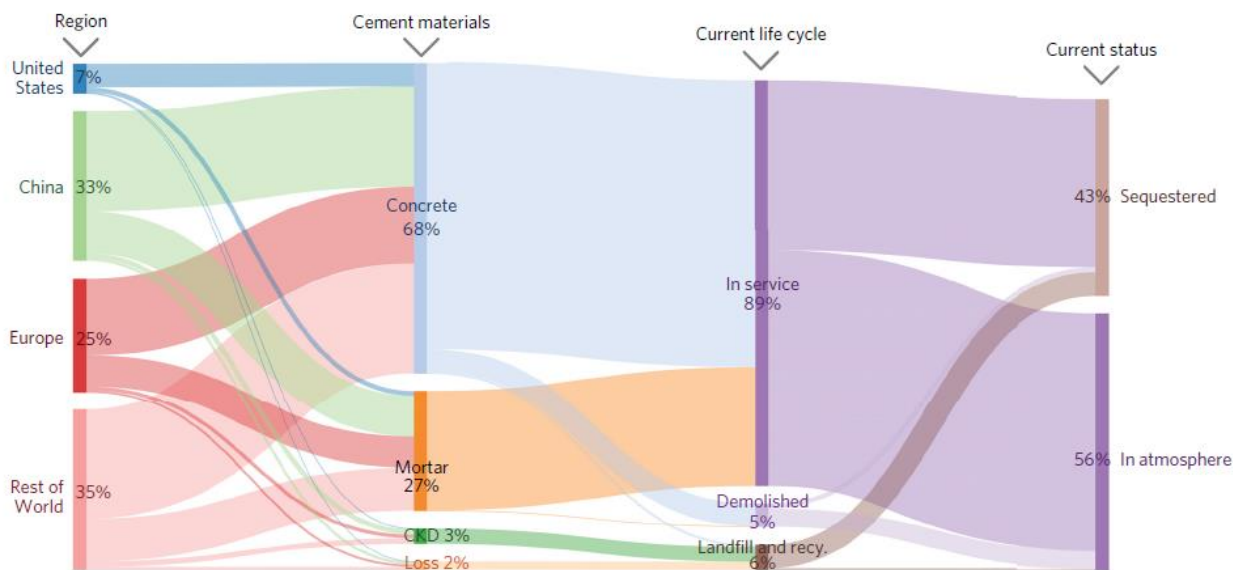


Figure 1-15 : Allocations des émissions liées aux procédés de fabrication de ciment

Entre 1930 et 2013, 7, 33, 25 et 35 % des émissions de CO₂ résultant de la production de ciment proviennent des États-Unis, de la Chine, de l'Europe et du reste du monde, respectivement. Les émissions sont de 68 % dues au béton, 27 % de mortier, 2 % de perte de ciment en phase de construction et 3 % de la poussière dans les fours. Les émissions correspondent à 89 % de ciment en durée de vie utile, 5 % au ciment démolé et 6 % au stockage en ciment de démolition et au recyclage (cycle de vie actuel). Les émissions sont séquestrées à 43 % par du ciment et 57 % restent dans l'atmosphère (Xi et al., 2016).

Une fois cette valorisation des sédiments comme ajouts cimentaires passe à l'échelle industrielle, des gains importants seront atteints tels que :

- **Écologique** : une diminution importante des quantités des sédiments stockées en vue d'une valorisation dans les bétons et par conséquent, diminuer la quantité énorme des émissions de CO₂ dégagées lors de la production du ciment ;
- **Économiques** : Les sédiments sont considérés comme des additions minérales potentielles moins chères que le ciment ou les autres fillers ;
- **Technologique** : contribution à élaborer des bétons à performances égales et éventuellement meilleures que les bétons ordinaires ;

L'étude de durabilité des BAPs à base des sédiments représente un champ insuffisamment exploité : très peu d'études sur la valorisation de ces matériaux dans les BAPs, dont très rares études qui porte sur l'évaluation de très peu d'indicateurs de la durabilité. Pour enrichir les recherches entamées sur la valorisation des sédiments, ce travail de recherche a été engagé.

CHAPITRE II : VALORISATION DES SÉDIMENTS MARINS DANS DES COULIS

2.1. Résumé général de l'article

2.1.1. Introduction

Dans un contexte d'épuisement des matériaux naturels, la quantité croissante de sédiments draguée appelle à la recherche de nouvelles possibilités de recyclage de ces matériaux en tant qu'addition cimentaire. Le but de cet article est de concevoir des coulis incorporant des sédiments marins traités. Malgré de nombreuses approches explorant la formule ultime des BAPs, le processus reste complexe, car il repose sur de multiples variables et composants. En utilisant les plans d'expériences (plan de mélange), vingt pâtes ont été préparées en variant le dosage en : ciment, superplastifiant, eau, et en sédiments marins traités du GPMD. Les propriétés à l'état frais des pâtes ont été déterminées à l'aide du mini-cône d'Abrams (maniabilité) et du cône de Marsh (fluidité). Les propriétés rhéologiques ont été déterminées avec un rhéomètre robuste. La cohésion et la résistance à la compression ont également été testées. Toutes les réponses des essais ont été reliées à l'aide de diagrammes ternaires, ce qui a permis de définir une formule optimale. Un contrôle expérimental a été effectué pour valider les résultats obtenus. Cette étude expérimentale a rapporté que la quantité volumétrique de sédiments dans les mélanges peut atteindre 14 %, en d'autres termes, jusqu'à un rapport massique sédiments/ciment de 0,29.

2.1.2. Matériaux

Les sédiments ont été dragués au GPMD, ils ont été calcinés à 850 °C pendant 1 heure, après avoir été broyés et tamisés à travers des tamis de 120 µm. Cette technique était très efficace pour éliminer la teneur élevée en eau et en M.O, ainsi pour améliorer la minéralogie et la composition des sédiments. À la suite d'une analyse par fluorescence des rayons X, la concentration de la plupart des oxydes a augmenté dans les sédiments après ce traitement. La diffraction des rayons X a montré une forte présence du quartz et de la calcite dans les sédiments bruts, et elle a indiqué des phases mineures telles que le gypse, l'hématite, la natrosilite, et l'halite. Après traitement, le quartz, la géhlénite, et l'anhydrite ont été retrouvés comme phases principales. L'analyse a également signalé des phases mineures telles que l'hématite, l'augite, le gypse et le microcline. La morphologie des sédiments traités montre qu'ils sont en format de fines et sphérique. L'analyse thermogravimétrique a été réalisée sur les sédiments bruts. Le résultat montre que la calcination à 850 °C garantit une décomposition totale du calcaire qui libère du dioxyde de carbone et de l'oxyde de calcium.

L'optimisation de la demande en eau a été déterminée, et une maximisation de compacité a été exécutée à l'aide du logiciel Réne-LCPC, qui repose sur un modèle mathématique afin de garantir une densité de remplissage maximale. La compacité théorique a donc été calculée, elle

indique que la quantité de sédiments pouvant atteindre 70 % améliore la densité du mélange, ce qui peut s'expliquer par la finesse des sédiments et leur capacité à remplir les vides intergranulaires de ciment. La demande en eau pour les sédiments traités était de 0,4.

2.1.3. Protocole expérimental

Un plan de mélange expérimental basé sur quatre facteurs (ciment, sédiments, eau et superplastifiant) a été utilisé. Le domaine de cette étude était un espace de quatre dimensions ; donc la matrice expérimentale a généré un hyper polyèdre. La proportion en volume de chaque composant a été calculée sur la base des contraintes posées. La matrice expérimentale optimale a été définie pour obtenir des résultats fiables.

Les mélanges ont été préparés (EN 196-1) et les tests sur l'état frais ont d'abord été effectués en testant la fluidité et l'ouvrabilité. Un protocole pour mesurer la cohésion des pâtes a été utilisé qui simule une mini version du test de ségrégation sur tamis. Les pâtes ont été coulées par la suite dans trois cubes d'acier de 50 mm, conformément à la ASTM C139. La résistance à la compression a été mesurée sur ces cubes conformément à ASTM C109.

2.1.4. Résultats et discussion

Les résultats de la fluidité et l'ouvrabilité ont montré que les sédiments n'ont pas d'effet sur ces deux paramètres lorsque la demande en eau est prise en compte. Bien que les autres variables affectent ces paramètres, et le contenu en SP semble être le paramètre dominant dans une combinaison ternaire. La rhéologie des pâtes a été caractérisée à l'aide d'un rhéomètre avec une géométrie plan-plan. Les résultats correspondaient au modèle de Bingham.

Le coefficient de corrélation de Spearman (ρ_{Spearman}) a été utilisé pour étudier la corrélation entre les variables. Cette corrélation est un test non paramétrique qui n'implique aucune hypothèse concernant la distribution des données. Les analyses montrent une interdépendance modérée entre le rapport volumique E/C et la viscosité et avec la contrainte de cisaillement à un taux de cisaillement constant de 100 s^{-1} . Le taux de cisaillement diminue avec l'augmentation de ce rapport volumique E/C, et la viscosité diminue avec l'augmentation de ce rapport.

Une analyse de corrélation entre les résultats de l'écoulement et l'étalement a montré une forte corrélation entre les deux : une faible fluidité génère une grande ouvrabilité et vice versa. Il existe aussi une forte corrélation entre le rapport volumique E/C et les propriétés de l'état frais : l'étalement augmente avec ce rapport. On constate que les bons résultats sont associés à un rapport volumique E/C supérieur à 1.

L'indice de ségrégation de tamis de tous les mélanges correspond à une cohésion élevée et inversement. Les valeurs trouvées étaient inférieures à 10 % ce qui garantit que les pâtes ont une bonne stabilité en tant que masse cohérente. Pour la résistance à la compression, elle varie de 78 à 101 MPa, et en fixant le ciment à 0,442 %, la résistance varie de 83 à 87 MPa. Les sédiments traités ont généré une diminution de la résistance. Cependant, le contenu de SP semble être le paramètre dominant dans cette combinaison ternaire.

Design-Expert est un logiciel qui offre une analyse de données multivariées et de plans d'expériences. La technique multicritère dans ce programme permet de définir une optimisation basée sur les tracés de superposition. L'objectif était de maximiser la quantité des sédiments incorporés tout en maintenant une bonne propriété des performances de la pâte. La méthode du tracé de superposition suggère que la quantité volumétrique de sédiments dans le mélange peut atteindre 14 %. Pour évaluer la représentativité, la répétabilité, la reproductibilité, la rapidité et la sensibilité du modèle, une série d'expériences a été réalisée avec les proportions optimales. Les résultats obtenus sont dans la plage souhaitable (un écart < 10 %). Cette étude indique que la quantité volumétrique de sédiments dans les mélanges peut atteindre 14 %. Autrement dit, les sédiments peuvent remplacer le ciment jusqu'à un rapport Sédiments/Ciment = 0,29, un rapport E/C = 0,30, et 1,5 % de dosage de SP en extrait sec de la masse de ciment.

2.1.5. Conclusion

Cette étude porte sur l'effet des sédiments traités sur les propriétés rhéologiques, l'état frais et durci des pâtes autoplçantes. Les résultats ont démontré que les sédiments peuvent être utilisés comme ajout cimentaire, avec une quantité volumétrique allant jusqu'à 14 % (S/C = 0,29). Sur le plan économique, ce résultat est très encourageant d'autant plus que les sédiments utilisés sont naturellement disponibles en grande quantité et nécessitent moins d'énergie lors du traitement que le ciment.

Un plan expérimental basé sur l'approche statistique des plans de mélange a été utilisé afin d'évaluer l'influence de chaque composant. Une optimisation numérique efficacement réalisée a permis de concevoir une pâte autoplçante à base de sédiments traités. L'analyse statistique des résultats a mis en évidence la réelle pertinence des effets mesurés sur les différents facteurs, ainsi que leurs interactions sur les réponses.

Les sédiments traités améliorent la compacité des mélanges. Les tests empiriques sur les propriétés à l'état frais ont en parfaite corrélation avec les paramètres rhéologiques des pâtes autoplçantes, à savoir la contrainte de cisaillement et la viscosité.

FEASIBILITY OF USING SEDIMENTS IN SCC PASTES AS SUPPLEMENTARY CEMENTITIOUS MATERIALS

Auteurs :

- ~ Amine el Mahdi Safhi ⁽¹⁾⁽²⁾: Candidat au doctorat,
- ~ Mahfoud Benzerzour ⁽¹⁾: Professeur,
- ~ Patrice Rivard ⁽²⁾ : Professeur,
- ~ Nor-Edine Abriak ⁽¹⁾ : Professeur,

Affiliations :

⁽¹⁾ : Département de Génie civil et Environnemental, IMT Lille Douai, France

⁽²⁾ : Département de Génie civil et Génie du Bâtiment, Université de Sherbrooke, Canada

Titre du journal : Powder Technology—Elsevier

Statuts : Publié en Mars 2019

Référence : <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2018.12.060>

2.2. Abstract

In the context of the depletion of natural geomaterials, the increasing amount of dredged sediments calls for seeking new possibilities for treating and recycling these materials as supplementary cementitious materials (SCM). The aim of this paper is to design eco-SCC pastes incorporating treated marine sediments. Despite many approaches investigating the ultimate formula of SCC, the process remains complex because it is based on many variables and components. According to the mix design method, twenty pastes were prepared with cement, superplasticizer, water, and treated marine sediments from the Dunkirk harbour (France). The pastes' fresh properties were determined by using the mini-slump cone (workability), and the Marsh cone (fluidity). Rheological properties were determined with a robust rheometer based on the Bingham model. Cohesiveness and compressive strength were tested as well. All responses were connected using ternary diagrams, which led to the definition of an optimal formula. Experimental checking was performed to validate the obtained results.

Keywords: Sediments; Mix design; Rheology; Recycling; Cohesiveness; SCC pastes

Highlights

- Thermal treatment process improves the characteristics of sediments
- Ternary contour plots were used to provide flexibility in optimizing the mixtures
- A mixture design model was used to highlight the effect of sediments

- Sediments can be recycled in SCC while maintaining the self-compactability quality.

Graphical abstract

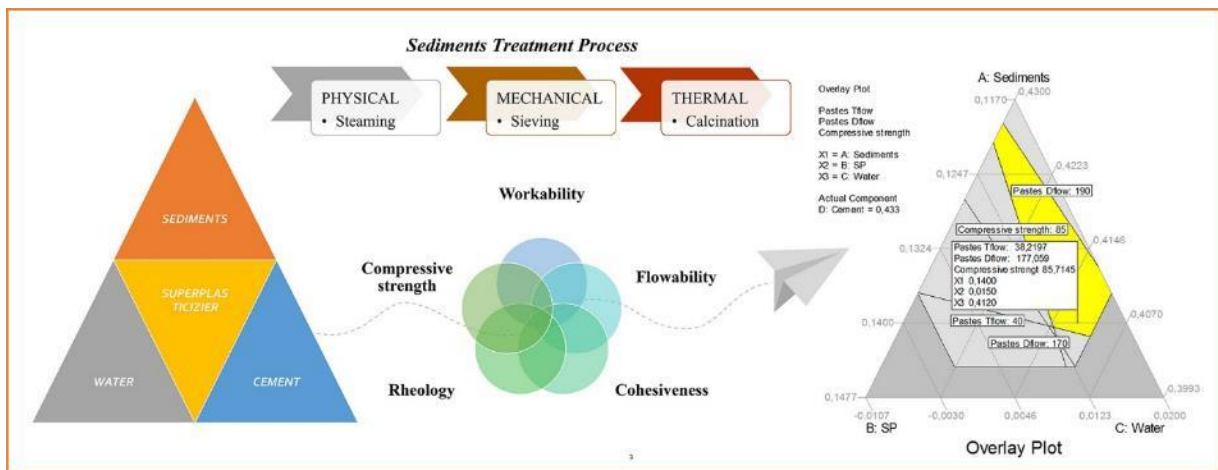


Figure 2-1: Graphical abstract

2.3. Introduction

In a vision of sustainability, and to limit the depletion of natural resources, and reduce CO₂ emissions, the adoption of the circular economy as a model of consumption has become a major necessity. Dredged sediments could be an alternative additive in concrete, as well as a new source of construction materials. Sediments have been considered as waste materials for a long time (Dang et al., 2013). However, when subjected to particular treatment, they have been demonstrated to have pozzolanic properties that may allow them to be used with Portland cement as a reactive or a simple mineral additive in the production of concrete (Amar et al., 2017; Benzerzour et al., 2017). Dredged sediments can be regarded as a suitable alternative for greener concrete structures.

The type of cement, the presence of additives, the water-to-cement ratio, the different types of admixtures, the dosages, the type and the size of aggregates are some of the factors that determine the final quality of concrete. However, a suitable mix design is not enough to achieve the expected properties. Fresh concrete must have rheological properties allowing it to properly fill the space in the workform between the rebars with the lowest segregation. High workability and good rheological stability are required for concrete. That is why concrete must meet very strict performance requirements to ensure the expected service life of any structure, especially for reinforced concrete elements, where the use of SCC is increasing.

SCC is a very fluid material, homogeneous and stable, that perfectly fits the shapes of the most complex forms. It was designed by Okamura in Japan for the purpose of facilitating casting in pieces of complex geometry or located in inaccessible areas set up under their own weight without vibration. Different approaches to mix design have been proposed in previous studies (Shi et al., 2015) such as:

- The empirical design method: Okamura (1997) proposed an empirical method based on laboratory tests by fixing different ranges for each component in the SCC concrete. Khaleel and Abdul Razak (2014) proposed an empirical method for SCC based on metakaolin and coarse aggregates with different properties. Using this method, they found that metakaolin enhances the SCC properties.
- The compressive strength method: Kheder and Al Jadiri, (2010) proposed a method based on targeting a range of compressive strength by varying the water-to-cement ratio. Dinakar et al. (2013) proposed a method started by fixing the total powder content; based on the required strength, the other parameters like W/C and fresh properties were then evaluated to meet the self-compactibility criteria.
- The close aggregate packing method: Kanadasan and Razak (2014) proposed to use the particles packing concept to secure the fresh and the hardened properties of SCC. This method helped to promote sustainability by incorporating palm oil clinker aggregate. Sebaibi et al. (2013) proposed a method based on optimizing the SCC concrete using RENE LCPC software.
- The mixture design method based on the statistical factorial method: Bouziani (2013) developed a simplex-lattice mixture design with different factors and levels. This study confirms that this approach is valid for a wide range of mixture proportions. Ozbay et al. (2009) used Taguchi's experiment design by using different factors. This study analyzed the mixture proportion parameters of a high-strength SCC and it shows that the laboratory tests can be reproduced in a full-scale production.
- The mixture design method based on the rheology of the paste model: Ferrara et al. (2007) proposed a method for formulating a steel fiber-reinforced SCC based on developing a rheological model for pastes. The model proved to be an efficient tool for the optimization of the SCC mixture.

Recently, studies have been focusing on the rheological understanding of this material and it has been reported that the control of the rheological properties is fundamental to optimize the SCC (Wallevik and Wallevik, 2011; Tregger et al., 2012; Wu and An, 2014). The rheological properties depend on many factors such as: the packing density, the specific surface area, water content, and film thicknesses (Li and Kwan, 2013; Ng et al., 2016; Kabagire et al., 2017; Zhang and Panesar, 2017; Xie et al., 2018). Other studies show that the main factors influencing the rheology are the water-to-powder ratio and the superplasticizer (S_p) dosage (Grünwald and Walraven, 2007; Li et al., 2017). Despite previous studies investigate if those parameters influence individually or jointly the rheology of cementitious paste, it is still difficult to tell (J. J. Chen et al., 2012).

Rheological models are mathematical tools used to characterize the behavior of a material during flowing. The choice of a model is determined by the type of material, as well as the rate of deformation the material is subjected to. Many rheological models have been proposed for the cementitious matrix since the beginning of the rheology study (Atzeni et al., 1985; Nehdi and Rahman, 2004), especially for the cementitious matrix (Papo, 1988; Bui et al.,

2002). The rheology of SCC can be described with the Bingham or Herschel—Bulkley model (Li et al., 2017). In this paper, the Bingham model is the most appropriate. It includes three intrinsic parameters (τ_0 , k , η) that describe the steady-state flow of the material in a homogeneous condition (no particle segregation). The shear stress τ (Pa) is then related to the shear rate $\dot{\gamma}$ (s^{-1}) using Equation 2-1:

$$\text{Equation 2-1} \quad \tau = \tau_0 + \eta \cdot \dot{\gamma}$$

where τ_0 is the shear threshold of the material and η is the viscosity (Pa.s). Although some studies on SCC used the rheological Herschel—Bulkley model, some others demonstrated that the rheological model of Bingham is the most adaptable for use in the field of cementitious matrix (Girish et al., 2010; Huang et al., 2018; Singh and Singh, 2018). The volume of the paste in SCC is much higher than in ordinary concrete, which leads to the use of more additives and admixtures. The composition of the paste is the main parameter affecting the self-consolidation properties (Mebrouki et al., 2009).

The purpose of this work is to incorporate treated sediments as a replacement for Portland cement, and to evaluate their influence on the rheological behavior of the mixture, which will have good environmental and economic benefits. This study is a part of a wider project on recycling sediments in SCC. This experimental study indicated that the volumetric amount of sediments in the mixtures can reach up to 14%, in other words, up to a sediments-to-cement-ratio of 0.29 in mass.

2.4. Materials and Methods

2.4.1. Test Equipment

The morphology of the treated sediments was analyzed using a Scanning Electron Microscope (SEM) Hitachi S-4700. The thermogravimetric analysis (TGA) was carried out with an apparatus NETZSCH STA 449 using nitrogen gas in a controlled environment with argon flow (75 ml/min) at variable temperatures (105 °C to 1100 °C, ramp rate = 2 °C/min).

A mini-slump test developed by Kantro (1980), with the proportional dimensions of the standard slump test cone was used to determine the workability. Strong correlations between this test and the apparent viscosity (Cyr, 1999; Wallevik, 2006), and, in certain cases, with the yield stress have been reported previously (Ferraris et al., 2001; Roussel et al., 2005). The fluidity and the consistency were determined with a 10-mm orifice Marsh cone. The outflow time through the cone was measured to fill 1000 ml. A Vicat apparatus was used to determine the water demand of the sediments. It is equipped with a consistency probe of 10 mm in diameter, as described in EN 196-3. For the rheological analysis, an Anton Paar Modular Compact Rheometer MCR 102 (Figure 2-2) was used with a plane geometry. The shear rate varied from 1 to 100 s^{-1} .

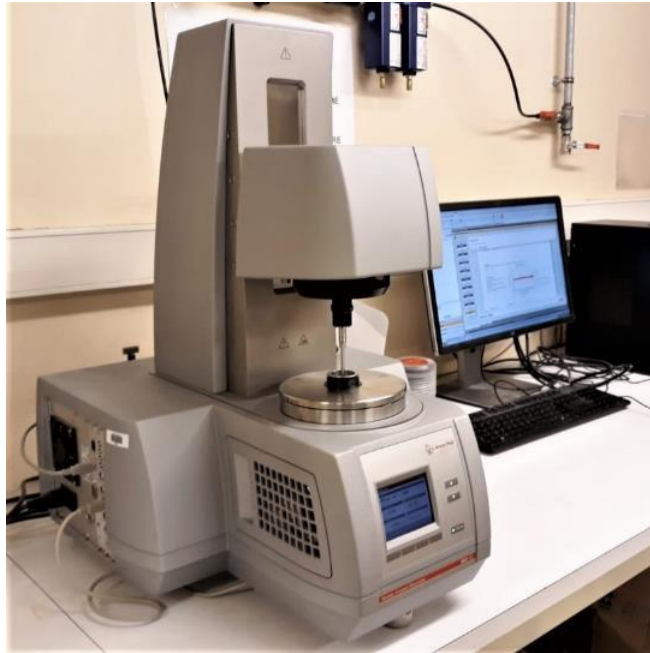


Figure 2-2: Anton Paar Modular Compact Rheometer MCR 102

2.4.2. Material properties

The cement used in this study is an Ordinary Portland Cement (OPC) CEM I 52.5 N (EN 197-1). This cement is communally used in studies about recycling sub-products because it contains no admixtures, in order to measure the real effect of the sediments. The sediments were dredged from the GPMD. The raw sediments were heated at 850 °C for 1 hour, after having been crushed and sieved through 120 µm sieves (Benzerzour et al., 2017) (Figure 2-3).

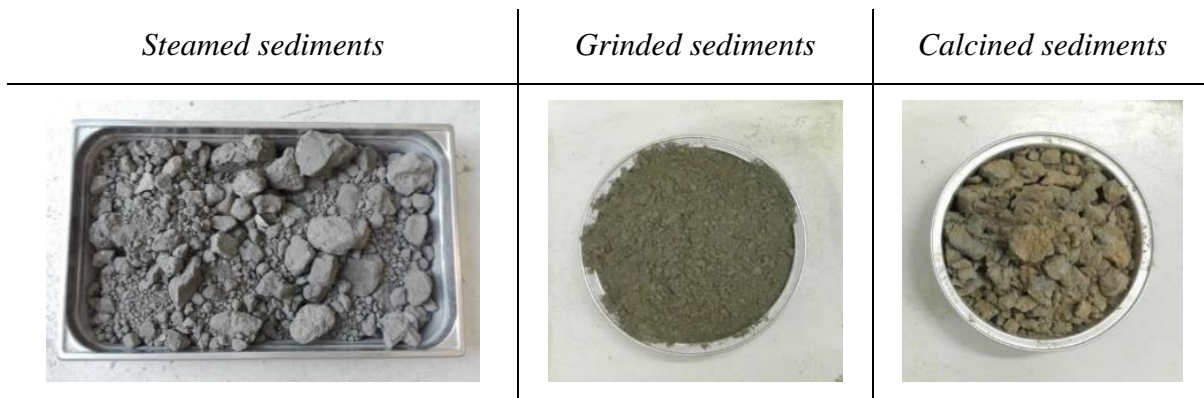


Figure 2-3: Process of sediments's treatment

This technique was very efficient to eliminate the high-water content and organic matter, and to modify the mineralogy and the composition of the raw sediments. The physical properties of the powders are shown in Tableau 2-1. The distribution of particles is given in Figure 2-4. X-ray fluorescence (XRF) analysis was performed on the cement, and on the raw and treated sediments. The results are provided in Tableau 2-2.

Tableau 2-1 : Physical properties of cement and sediments

Components	Density (kg/m ³)	Specific area BET (m ² /kg)	Average d ₅₀ (µm)
Cement	3176	914	15.9
Raw sediments	2520	3652	5.90
Treated sediments	2851	2335	9.80

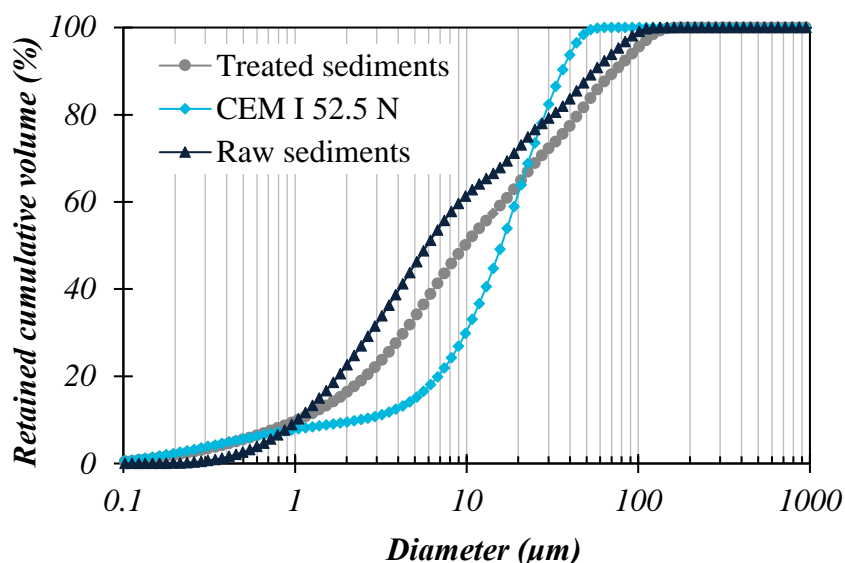


Figure 2-4: Particle size distribution of cement, raw and treated sediments

Tableau 2-2 : Oxide composition of cement, raw and treated sediments using XRF (%)

Oxides	SiO ₂	Al ₂ O ₃	MgO	Fe ₂ O ₃	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	P ₂ O ₅	SO ₃	TiO ₂	MnO	ZnO
Raw sediments	38.8	11.0	2.69	13.3	23.3	2.08	2.08	0.51	4.37	0.54	0.17	0.20
Treated sediments	36.4	10.1	2.62	12.7	26.0	2.31	1.65	0.47	5.43	0.51	0.18	0.17
CEM I 52.5 N	17.3	5.41	1.23	4.09	62.8	0.71	0.76	0.49	4.49	0.35	Traces	0.13

One can note that the concentration of most of the oxides increased in the sediments after the treatment. Figure 2-5 shows the mineralogical composition of the raw and treated sediments obtained from X-ray diffraction (XRD). Quartz (SiO₂) and calcite (CaCO₃) were found as the main phases for the raw sediments. The analysis also indicated some minor phases such as gypsum (CaSO₄, 2H₂O), haematite (Fe₂O₃), natrosilite (Na₂Si₂O₅) and halite (NaCl). After treatment, quartz (SiO₂), gehlenite (several forms), and anhydrite (CaSO₄) were found as the main phases. The analysis also indicated some minor phases such as haematite (Fe₂O₃), augite, gypsum, and microcline (KAlSi₃O₈). According to Figure 2-6, EDX analysis confirms the XRD analysis and it shows that the mineralogical nature of treated sediments is mainly siliceous. It was observed that their morphology consists of fine angular particles.

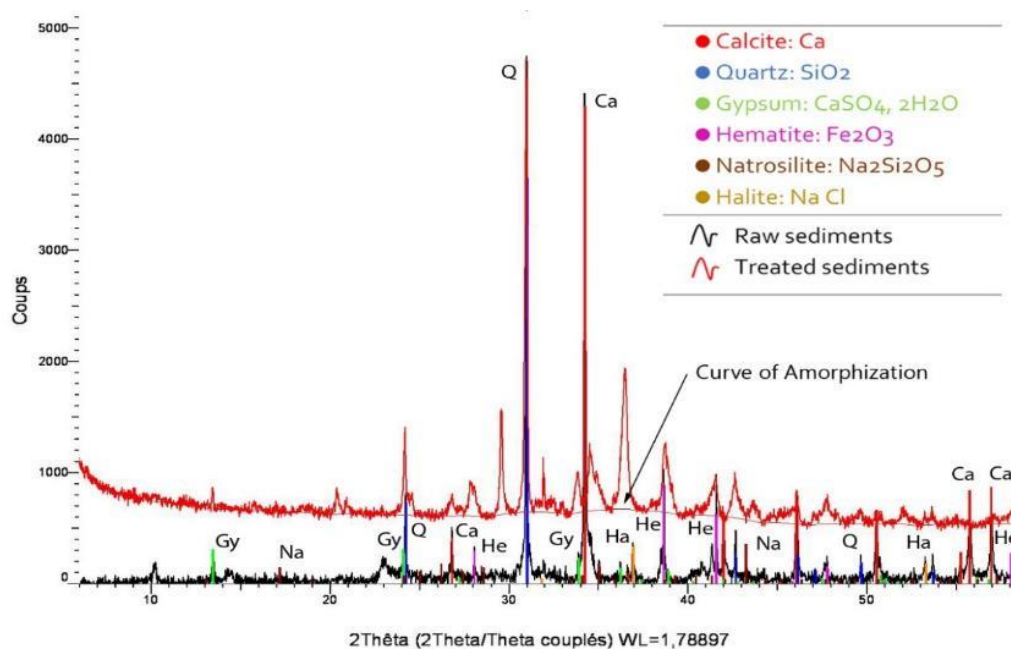


Figure 2-5: XRD analysis on raw and treated sediments

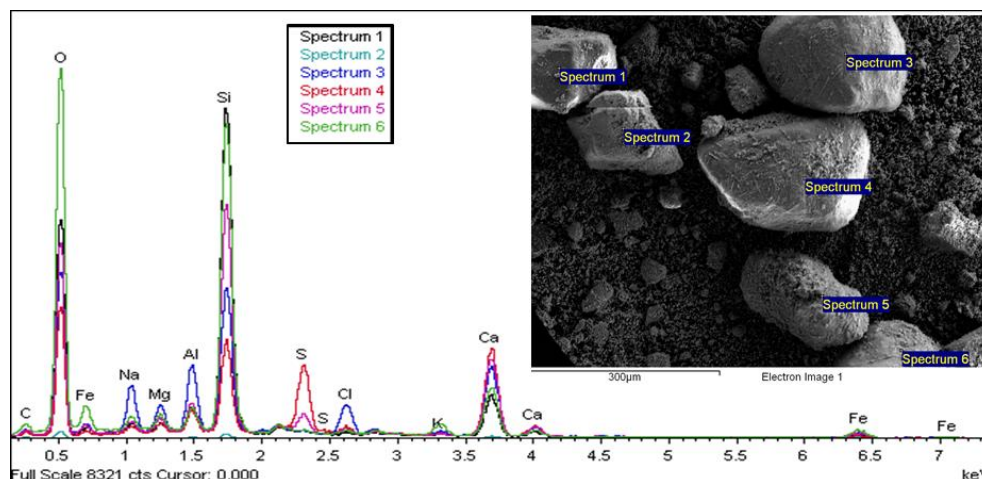


Figure 2-6: Morphology and energy Dispersive X-ray (EDX) analysis of treated sediments

The demand of S_P was measured using two types. The S_P Chryso Fluid Optima 206 appears to be the most suitable and the saturation assay starts from 1.5% of the S_P dry extract to the cement mass. The TGA analysis was conducted on the raw sediments (Figure 2-7).

- Between 30 and 120 °C: the free water and some of the adsorbed water escape from the material. Unbound water is completely removed at 120 °C
- Between 130 and 170 °C: a double endothermic reaction can take place associated with the decomposition of gypsum ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)
- Between 180 and about 300 °C: the first stage of dehydration. The heat breaks the particles and pulls the inter-granular water molecules

- At about 250 and 370 °C: small endothermic peaks may be produced indicating decomposition and oxidation effects of metallic elements (haematite)
- Between 450 and 550 °C: decomposition of the organic matter and organic pollutants
- Around 570 °C: there is a structural transformation from quartz α to quartz β
- Between 600 and 700 °C: this is the second step in the decarbonation of calcite.
- Between 700 and 900 °C: a highly endothermic reaction due to the decomposition of limestone (CaCO_3) that releases carbon dioxide (CO_2) and calcium oxide (CaO)
- Above 1000–1400 °C: the material goes to the mud state

The analysis confirms the choice of a calcination temperature above 750 °C.

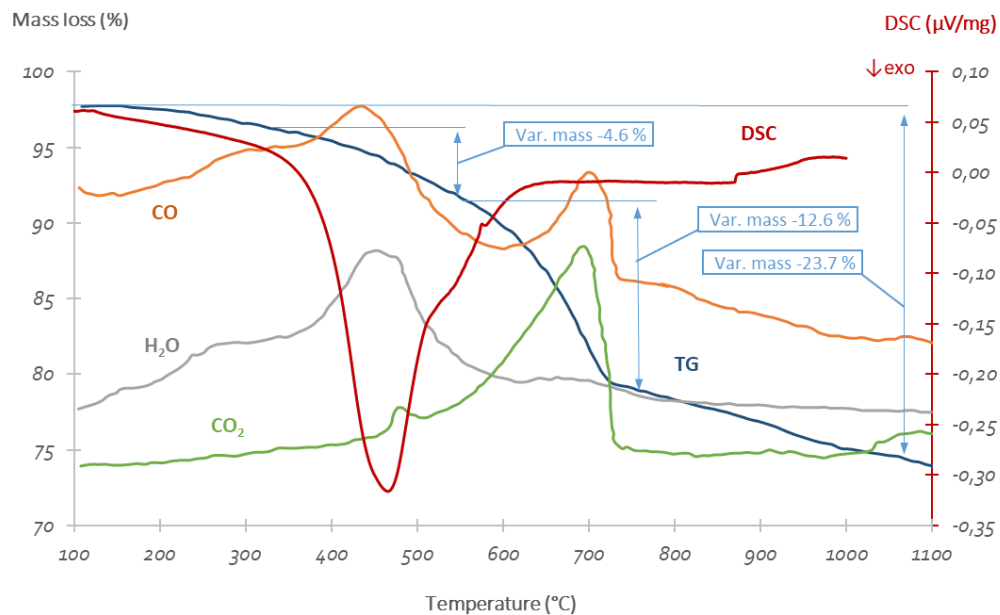


Figure 2-7: TGA analysis on the raw sediments

2.5. Experimental protocols

2.5.1. Packing density and water demand

Water demand consists in determining the mass of water M_w required to make the cementitious paste go from the state of pellets to a state of homogeneous paste. Tests were carried out on 350 g of cement using a standard kneader (described in EN 196-1) and the Vicat apparatus. The optimization of water demand was performed by using the Réne-LCPC, a developed software by (Sedran et al., 2007a), which is based on a mathematical model in order to secure a maximum packing density of the skeleton. This model makes it possible to calculate the theoretical compactness of any granular mixture, and the viscosity of any suspension at a given concentration of this mixture, based on various material characteristics.

Penetration measurements were performed for different water contents. The mass of water M_w required to obtain a height $h = 6$ mm can be determined by successive tests. In order

to limit the number of tests, it is possible to interpolate M_w from two points (A & B) framing the normal consistency. However, in order to minimize the error, points A and B must fulfill the following conditions (Equation 2-2):

$$\text{Equation 2-2} \quad \begin{cases} H_B \geq 2 \text{ mm} \\ 0.25 \leq W/C \leq 0.4 \\ M_{WB} - M_{WA} \leq 5 \text{ g} \end{cases}$$

The compactness \emptyset of the powder is then determined by Equation 2-3:

$$\text{Equation 2-3} \quad \emptyset = \frac{1000}{1000 + \rho_c \frac{M_w}{M_c}}$$

where ρ_c is the density of the cement, M_w and M_c are the total mass of water and cement, respectively. The theoretical compactness (\emptyset) was calculated using the software René-LCPC as it shown in Figure 2-8. It represents that the amount of sediments up to 70% improve the density of the mixture which can be explained by the finesse of the marine sediments and their ability to fill into voids between the cement grains. The water demand for treated sediments was 0.4.

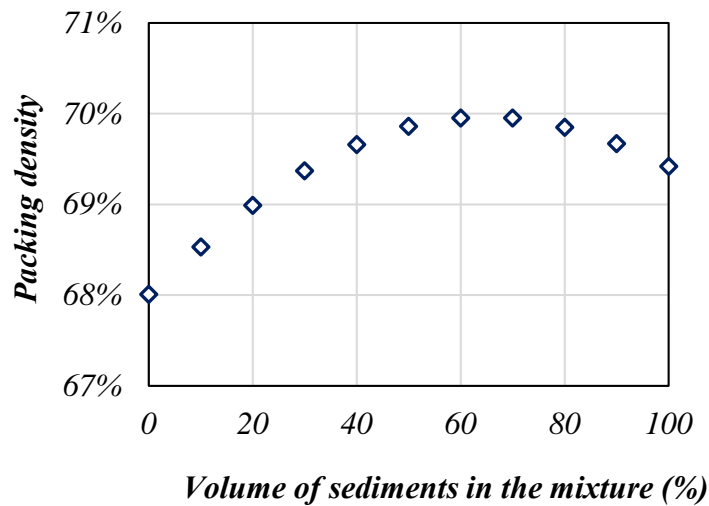


Figure 2-8: Theoretical packing density of the mixtures using René-LCPC software

2.5.2. Experimental design

The design of experiments (DoE) approach is based on a statistical method that can be used to optimize experimental tests. It is a well-known approach commonly used for the optimization of cementitious mixtures (Fatemi et al., 2006; Mirabedini et al., 2012; Imanzadeh et al., 2018; Matos et al., 2018). It allows the measurement of multiple responses without extra experiments. In our case, DoE allows us to quantify the influence of each mix parameter on the fresh properties of the mixtures. Furthermore, the responses depend only on the proportions of the compositions in the mixture and not on the mass or the volume.

The main characteristic of a random mixture is that the sum of all the components must be equal to 1. The experimental plan was based on four factors: cement (C), sediments (S), water (W),

and S_p taken in volumetric proportion. With a total volume equal to unity, the mix design implies that there is an interaction and dependence between the parameters. The experimental field was constrained by Equation 2-4:

$$\text{Equation 2-4} \quad \sum_{i=1}^{i=n} x_i = C + S + W + Sp = 1$$

However, another important parameter was taken into consideration, namely the solid volumetric concentration (Γ). This is the ratio of the volume of solids to the total volume, which comprises the solid particles coming from cement, sediments, and S_p in dry extract. This parameter is known to correlate with the yielded value (Ghosh, 2003). It also correlates with the viscosity (Justnes and Vikan, 2005), which increases with the increase of the volume fraction of solids. This fact is valid only at a low shear rate and shear stress and for a $\Gamma_{\max} = 0.62$ (Nzihou et al., 1998). This limitation was confirmed by Kurdowski (2014). It was recommended to keep the volume ratio below 0.60 to avoid resistance against shear stress increase with the shear rate. The mathematical model for this mix design converges toward a 2nd degree polynomial (Equation 2-5), which can be written in a matrix form (Equation 2-6) as the following:

$$\text{Equation 2-5} \quad Y = \sum_{i=j}^k \beta_i x_j + \sum_{i<j} \sum_j \beta_{ij} x_i x_j + \varepsilon$$

$$\text{Equation 2-6} \quad [Y] = [X] \cdot [\beta] + [\varepsilon]$$

where Y is the response, x_i and x_j correspond to the volumetric proportions of the mix factors, and β_i and β_{ij} are the regression coefficients. This model is known as the Scheffé canonical polynomials, widely used in mixture experiment applications (Scheffé, 1958; Ghafari et al., 2015). This equation can be expanded to (Equation 2-7):

$$\text{Equation 2-7} \quad Y = \beta_1 \cdot C + \beta_2 \cdot S + \beta_3 \cdot W + \beta_4 \cdot Sp + \beta_{12} \cdot C \cdot S + \beta_{13} \cdot C \cdot W + \beta_{23} \cdot S \cdot W + \beta_{14} \cdot C \cdot Sp + \beta_{24} \cdot C \cdot Sp + \beta_{34} \cdot W \cdot Sp$$

where $[X]$ is the experimental matrix, $[\beta]$ is the vector of the model coefficients, and $[\varepsilon]$ is the vector of the experimental error. After some preliminary tests in the laboratory, the range of variation of each component was as follows (Equation 2-8):

$$\text{Equation 2-8} \quad \left\{ \begin{array}{l} 0 \leq S \leq 30\% \\ 0 \leq S_p \leq 2\% \\ 0.25 \leq W/C \leq 0.4 \\ 0.57 \leq \Gamma \leq 0.59 \end{array} \right.$$

Tableau 2-3 represents the range of variation of the different components. The field of study was a space of four dimensions, since there were four factors. The experimental matrix generated a hyper polyhedral. Numeric analysis was performed using Design Expert software dedicated for experimental mixture. The volume proportion of each component was calculated based on the given criteria.

Tableau 2-3 : Implicit constraints

<i>Component volume</i>	<i>S</i>	<i>S_P</i>	<i>E</i>	<i>C</i>
<i>Coded</i>	<i>A</i>	<i>B</i>	<i>C</i>	<i>D</i>
<i>Lower constraints</i>	0.009	0.000	0.410	0.412
<i>Higher constraints</i>	0.148	0.020	0.430	0.541

2.5.3. Parametric study

The optimal experimental matrix was defined to achieve reliable and effective results. The dedicated software gives the mix proportions of a total of 20 points for modeling. Tableau 2-4 presents the determined arrangements of the 20 runs and their corresponding responses. Six mixtures were removed from the model design because they did not meet the criteria of self-consolidation. The water demand of the sediments was not considered in this arrangement. It was added separately for each mixture depending on the mass of sediments. The significance of the model (linear, quadratic, cubic, two-factor interaction, etc.), was investigated using robust software (SPSS) and using the statistical model ANOVA (analysis of variances).

Tableau 2-4 : Mix proportions and fresh properties of the mixtures

<i>Run</i>	<i>Percentage of mixture volume</i>				<i>Relevant parameters</i>				
	<i>Sediments</i>	<i>S_P</i>	<i>Water</i>	<i>Cement</i>	<i>W/C</i>	<i>S/C</i>	<i>V_w/V_P</i>	<i>S_P/C %</i>	<i>V_w/V_C</i>
1	0,09	0,02	0,42	0,47	0,24	0,16	0,79	2,10	0,93
2	0,09	0,02	0,42	0,47	0,24	0,16	0,79	2,10	0,93
3	0,06	0,01	0,41	0,52	0,23	0,11	0,72	1,05	0,81
4	0,05	0,00	0,42	0,53	0,23	0,09	0,72	0,00	0,79
5	0,15	0,00	0,41	0,44	0,22	0,30	0,69	0,00	0,93
6	0,08	0,01	0,43	0,48	0,25	0,15	0,79	1,05	0,92
7	0,12	0,02	0,42	0,45	0,23	0,23	0,75	1,58	0,95
8	0,14	0,01	0,42	0,43	0,24	0,30	0,75	1,05	1,01
9	0,08	0,01	0,43	0,48	0,25	0,15	0,79	1,05	0,92
10	0,03	0,02	0,42	0,53	0,24	0,05	0,79	2,10	0,83
11	0,03	0,00	0,43	0,54	0,24	0,05	0,75	0,00	0,79
12	0,14	0,01	0,42	0,43	0,24	0,30	0,75	1,05	1,01
13	0,08	0,01	0,42	0,50	0,23	0,15	0,72	0,53	0,84
14	0,01	0,02	0,43	0,54	0,25	0,01	0,82	2,10	0,83
15	0,14	0,02	0,43	0,41	0,25	0,30	0,82	2,10	1,09
16	0,06	0,01	0,41	0,52	0,23	0,11	0,72	1,05	0,81
17	0,08	0,01	0,43	0,48	0,25	0,15	0,79	1,05	0,92
18	0,14	0,00	0,43	0,43	0,24	0,30	0,75	0,00	1,01
19	0,11	0,00	0,41	0,48	0,22	0,21	0,69	0,00	0,86
20	0,14	0,02	0,41	0,43	0,23	0,30	0,75	2,10	1,01

2.5.4. Preparation of specimens and Test methods

Mixture preparation was made according to EN 196-1 procedure. Tests were conducted on fresh paste first. Using the mini slump flow diameter, the spreading out diameter (D_{flow}) was measured on a horizontal glass plate after 1 and 5 min to determine the workability. The fluidity and the consistency were determined using the Marsh cone. The outflow time (T_{flow}) was taken for 500 ml according to EN 445. The rheological analysis was performed between 5 and 7 min after starting the mixing operation. The fresh pastes were poured in three 50-mm steel cubes, according to ASTM C 139, and allowed to fill under its own weight. The specimens were removed from the moulds one day after casting, and were placed in curing water at a temperature of 20 ± 2 °C. At 28 days, the compressive strength was measured (ASTM C109).

Up to now there is no standard test method for evaluating the cohesiveness for a cementitious paste. However, Kwan has developed a protocol to measure this parameter using a mini version of the sieve segregation test (J. J. Chen et al., 2012; Kwan et al., 2012). The standard test consists in evaluating the sieve segregation index (SSI) by quantifying the portion of fresh SCC sample (4.8 ± 0.2 kg) passing through a 5 mm sieve, from a height of 50 ± 5 cm. Kwan suggested instead, to pour about 400 g of paste onto a 0.3 mm sieve from a height of 300 mm. In this study this protocol was used to measure the cohesiveness of the different pastes.

2.6. Results and discussion

The results of all the tests are presented in Tableau 2-5.

Tableau 2-5: Results of all the conducted tests

Mix N°	D_{flow} (mm)		T_{flow} (s)	τ_0 (Pa)	η (Pa.s)	ISS (%)	weight (kg/m ³)	Comp. strength (MPa) 28d
	1 min	5 min						
1	175	182	33.38	0.007	0.964	4.4	2110	97.6
2	167	170	55.28	2.990	1.163	5.9	2116	94.8
3	117	118	136.3	12.57	1.183	4.4	2150	95.3
6	141	143	66.47	6.051	0.853	2.0	2118	96.8
7	182	185	39.13	0.003	0.839	5.9	2083	90.0
8	173	173	34.47	2.052	0.600	4.5	2092	83.1
9	141	142	55.16	4.285	0.973	1.2	2125	82.3
10	137	138	95.16	19.50	2.186	1.2	2170	82.4
12	163	164	26.94	1.395	0.586	0.8	2103	80.4
14	130	130	110.7	21.89	2.448	1.3	2187	99.9
15	193	195	15.69	0.007	0.460	9.8	2062	78.8
16	108	108	142.1	26.76	1.519	1.2	2106	90.5
17	146	146	48.68	0.007	1.052	1.8	2117	88.9
20	195	196	21.16	0.004	0.856	8.1	2085	87.5

2.6.1. Workability

The results of the ANOVA analysis on the D_{flow} are provided in Tableau 2-6. This model is characterized by a R^2 of 0.923 and a predicted R^2 (0.844) in this case is in fair agreement with the adjusted R^2 (0.900). The Model F-value suggests that the model is significant. There is only a 0.01% chance that such F-value could occur due to noise. A p-value below 0.05 indicates that the model terms are significant. Values greater than 0.1 indicate that the model terms are not significant. The “Lack of Fit F-value” of 12.95 implies that the Lack of Fit is significant. There is only a 0.69% chance that such “Lack of Fit F-value” could occur due to noise.

Figure 2-9 shows the slump flow responses in a ternary graph while fixing the cement proportion. For the same proportion of sediments (e.g. 0.112), the spread flow changes quickly from 140 to 185 mm, which means that the sediments have no effect on this parameter. The spread flow was not affected by the water content either; 180 mm could be obtained for a water range of variation between 0.41 and 0.43. The orientation of hatching confirms this fact. Again, the S_P content appears to be the dominant parameter in this ternary combination. According to Gomes (2002) the value considered satisfactory for the flowing is 180 ± 10 mm.

Tableau 2-6 : ANOVA analyses of results for the D_{flow}

Source	Sum of Squares	df	Mean Square	F— Value	p-value Prob> F
Model	8847	3	2949	40.06	<0.0001
Linear Mixture	8847	3	2949	40.06	<0.0001
Residual	736.2	10	73.62		
Lack of Fit	683.4	5	136.7	12.95	0.0069
Pure Error	52.79	5	10.56		

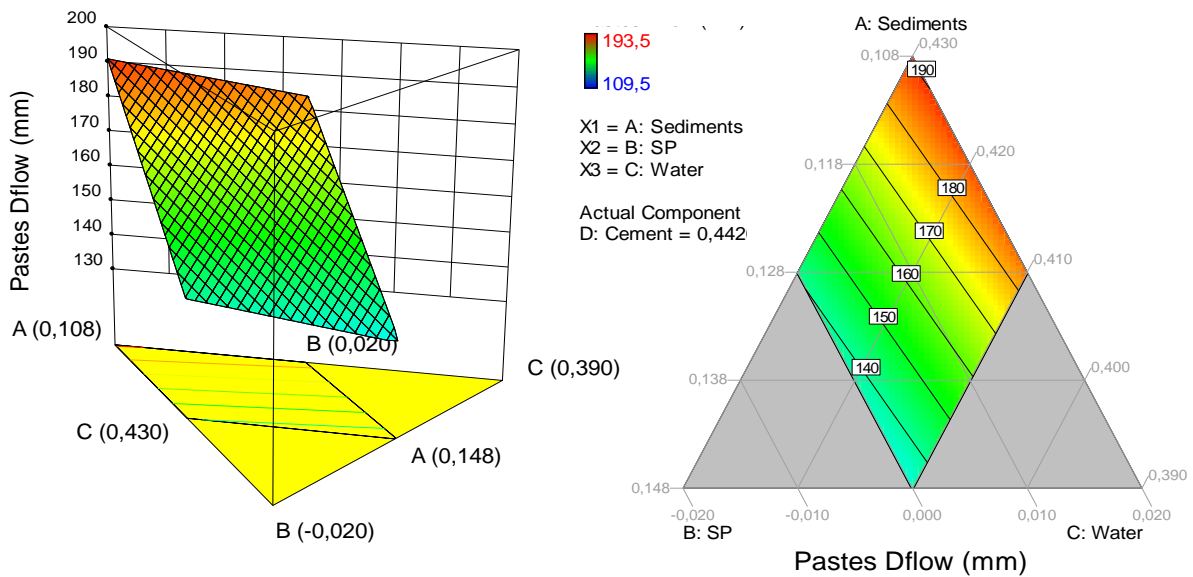


Figure 2-9: The counter plots for slump flow (mm): 2D and 3D plot

2.6.2. Flowability

The linear model was a match for the flowability. ANOVA analysis on the T_{flow} are presented in Tableau 2-7. This model is characterized by a R^2 of 0.888 and a predicted R^2 (0.734) in this case is in fair agreement with the adjusted R^2 (0.854). The Model F-value suggests that the model is significant. There is only a 0.01% chance that such F-value could occur due to noise. A p-value below 0.05 indicates that the model terms are significant. The “Lack of Fit F-value” of 4.72 implies a 5.69% chance that a “Lack of Fit F-value” could occur due to noise, which is very low. Figure 2-10 shows the Marsh flow responses in a ternary graph while fixing the cement proportion (four components generate a cubic form that is hard to analyze). While all three variables affect the fluidity, the SP content appears to be the dominant parameter.

Tableau 2-7 : ANOVA analyses of results for the T_{flow}

Source	Sum of Squares	df	Mean Square	F-value	p-value Prob> F
Model	20262	3	6754	26.41	<0.0001
Linear Mixture	20262	3	6754	26.41	<0.0001
Residual	2556	10	255.7		
Lack of Fit	2110	5	422.0	4.72	0.0569
Pure Error	447.2	5	89.43		

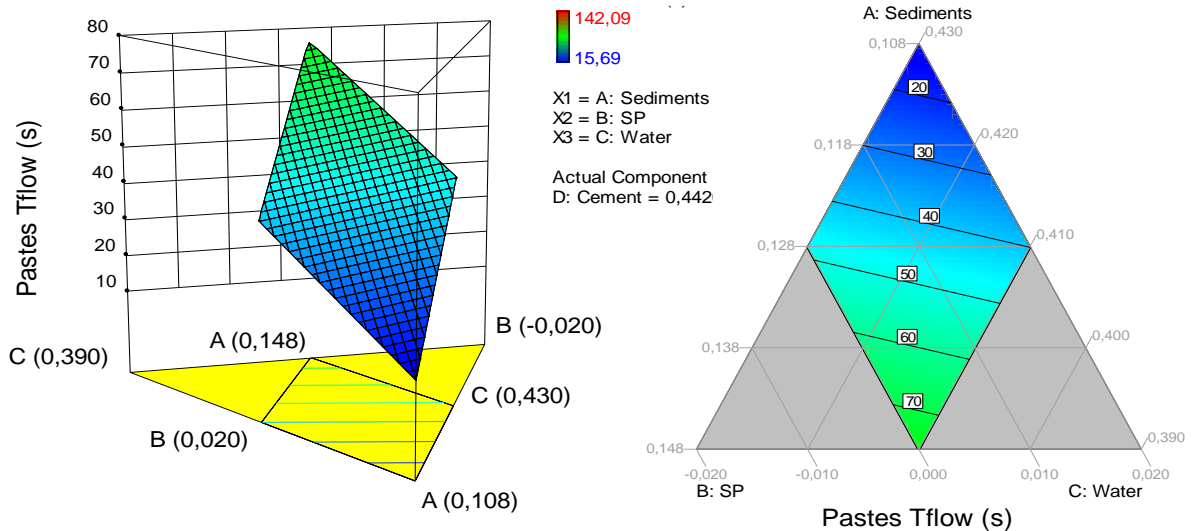


Figure 2-10: The counter plots for Marsh flow [s]: 2D and 3D plot

According to previous studies that used mini-slump and Marsh cones (Nunes et al., 2011; Soltanzadeh et al., 2012; Calmon et al., 2013; Basheerudeen and Anandan, 2014), good paste properties correspond to a $D_{flow} \geq 165$ mm and a $T_{flow} \leq 40$ s, depending on the ratios of the concentration of solids to the total volume, and of the volume of water to the total volume.

2.6.3. Rheological properties

The paste rheology was characterized using a plane-plane geometry with a shear rate ($\dot{\gamma}$) variation from 1 to 100 s^{-1} . The yield stress (τ_0), shear stress (τ), and viscosity (η) were determined. The temperature was kept constant at 20 ± 0.1 °C. The results fitted perfectly the Bingham model (Figure 2-11) with a correlation coefficient of $R^2 \geq 0.95$. This mixture can be characterized by a yield stress of 2.990 Pa and a viscosity of 1.163 Pa.s.

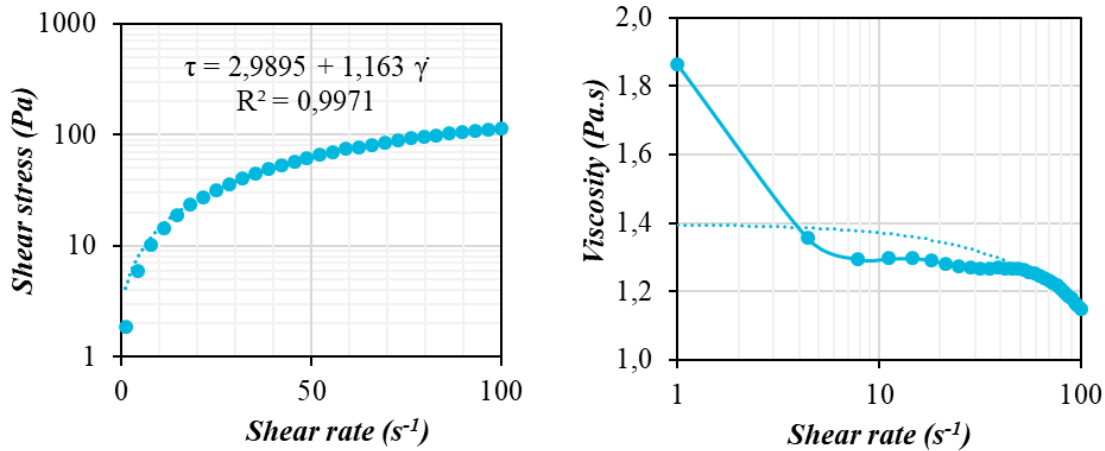


Figure 2-11: The data from the 2nd mix fitted perfectly the Bingham model

A correlation analysis was performed using SPSS 24. Spearman's correlation coefficient (ρ_{Spearman}) was used to investigate the correlation between variables, which is a non-parametric test that does not involve any assumptions about the distribution of the data. Figure 2-12 shows a moderate correlation between the V_w/V_c ratio and both viscosity and shear stress at a constant shear rate of 100 s^{-1} . The shear rate decreases with the increase of V_w/V_c ratio ($\rho_{\text{Spearman}} = -0.908$), and the viscosity decreases with the increase of V_w/V_c ratio ($\rho_{\text{Spearman}} = -0.904$).

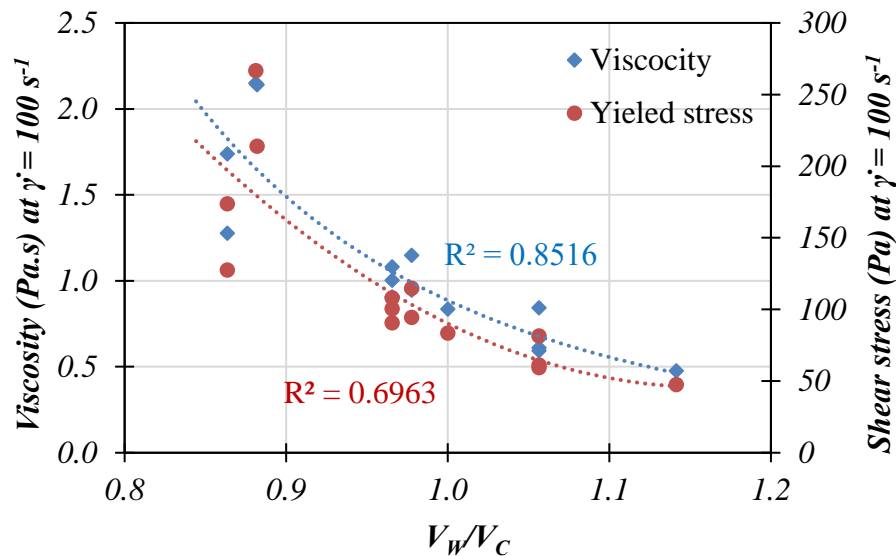


Figure 2-12: Variation of viscosity and shear stress corresponding to V_w/V_c variation

A correlation analysis between both Marsh flow and yield point with the mini-slump flow is shown in Figure 2-13. There is a strong relationship between both properties T_{flow} and D_{flow} ($\rho_{Spearman} = -0.913$), a low flowability generates a high workability and vice-versa. There is also a strong correlation between D_{flow} and the yield point ($\rho_{Spearman} = -0.911$).

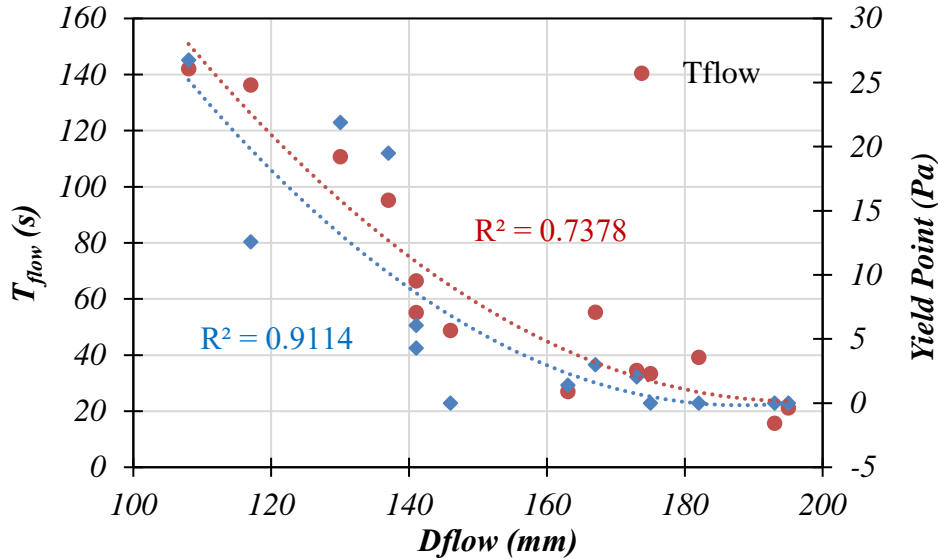


Figure 2-13: Variation's range of flowability and yield point corresponding to D_{flow}

Figure 2-14 presents a correlation between both D_{flow} and T_{flow} with the V_w/V_c ratio. There is a strong relationship between the V_w/V_c ratio and the fresh properties. D_{flow} increases along with the V_w/V_c ratio ($\rho_{Spearman} = 0.915$), and the T_{flow} decreases while increasing the V_w/V_c ratio ($\rho_{Spearman} = -0.943$). It is found that the good results (low T_{flow} & high D_{flow}) are associated with a V_w/V_c ratio greater than 1.

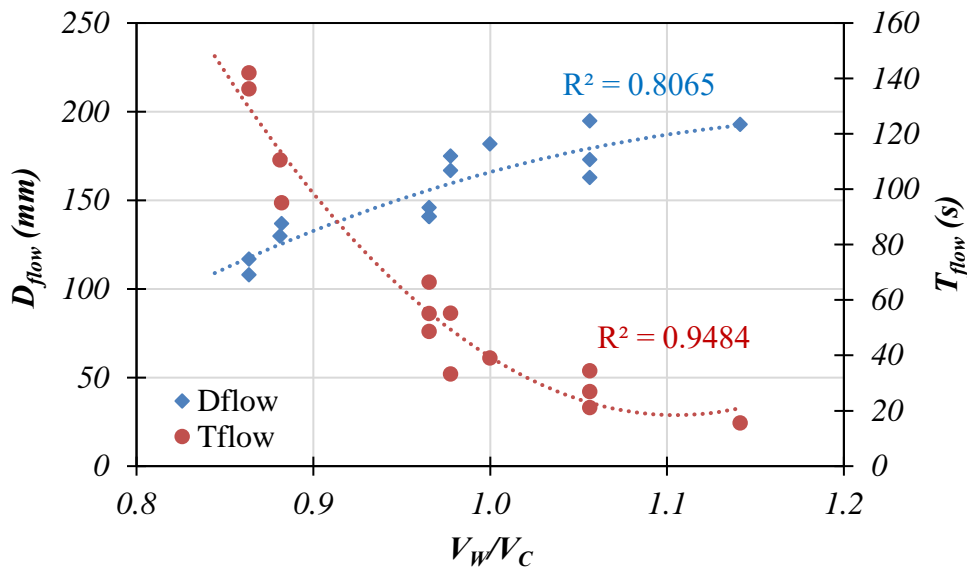


Figure 2-14: Range of the properties of the pastes corresponding to V_w/V_c variation

2.6.4. Cohesiveness

The sieve segregation index (SSI) for all the mixtures is presented in Tableau 2-5. A low SSI refers to a high cohesiveness and vice-versa. SSI were lower than 10% as recommended (Kwan et al., 2012), which ensure that the SCC pastes have a good stability as a coherent mass.

2.6.5. Paste strength

Results of the compressive strength tests conducted on three the pastes specimens at the age of 28 days, are shown in Tableau 2-5 and Figure 2-15. As it is seen, the compressive strength varies from 78 to 101 MPa and by fixing cement percentage to 0.442%, strength varies from 83 to 87 MPa. Treated sediments generated a low reduction in compressive strength. However, from the orientation of hatching, the SP content appears to be the dominant parameter in this ternary combination. The compressive strength increases with the increase of S_P content. Compared to the reference paste, a compressive strength of 85 MPa is required.

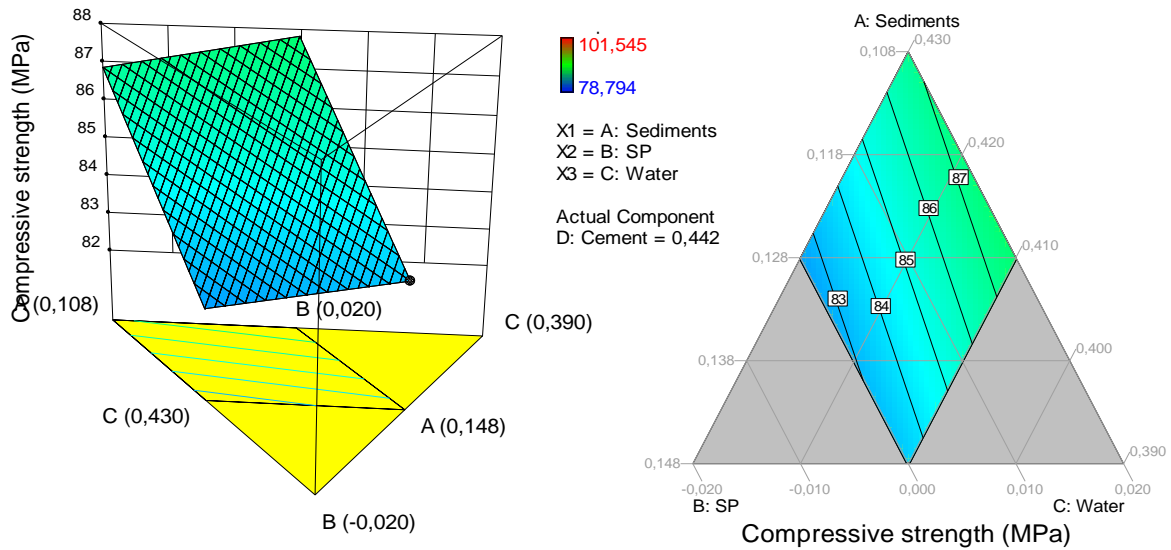


Figure 2-15: The counter plots for compressive strength (MPa): 2D and 3D plot

2.7. Mixture optimization and validation of the model

The multi-criteria technique in Design-Expert allows us to set an optimization based on the overlay plots. The objective of this study is to maximize the mass of incorporated sediments while maintaining a good property of the paste’s performances. Derringer and Suich (1980) developed a global desirability function, represented in Equation 2-9.

$$\text{Equation 2-9} \quad D = (d_1^{r_1} \times d_2^{r_2} \times d_3^{r_3} \times \dots \times d_n^{r_n})^{\frac{1}{\sum r_i}}$$

The combination of the different criteria is optimum for a D value close to 1. In Equation 2-9, r_i is the relative importance assigned to the response i . It is a comparative scale of weighing each of the resulting d_i varying from 1 to 5. Goals can be assigned to the variables as to the

responses and can be one of the following: maximize, minimize, target, or in the range. Tableau 2-8 provides the characterization of the optimization function.

Tableau 2-8 : Characterization of the desirability function

<i>Response and variables</i>	<i>lower</i>	<i>Upper</i>	<i>Criteria</i>
<i>Workability (mm)</i>	170	190	In range
<i>Flowability (s)</i>	15.6	40.0	In range
<i>Cohesiveness (ISS %)</i>	0.00	10.0	In range
<i>Compressive strength (MPa)</i>	85.0	99.9	In range

Figure 2-16 shows the zone of desirability according to the overlay plot method. It suggests that the volumetric amount of sediments in the mixture can reach up to 14%. Tableau 2-9 represents the optimal paste proportions according to both functions.

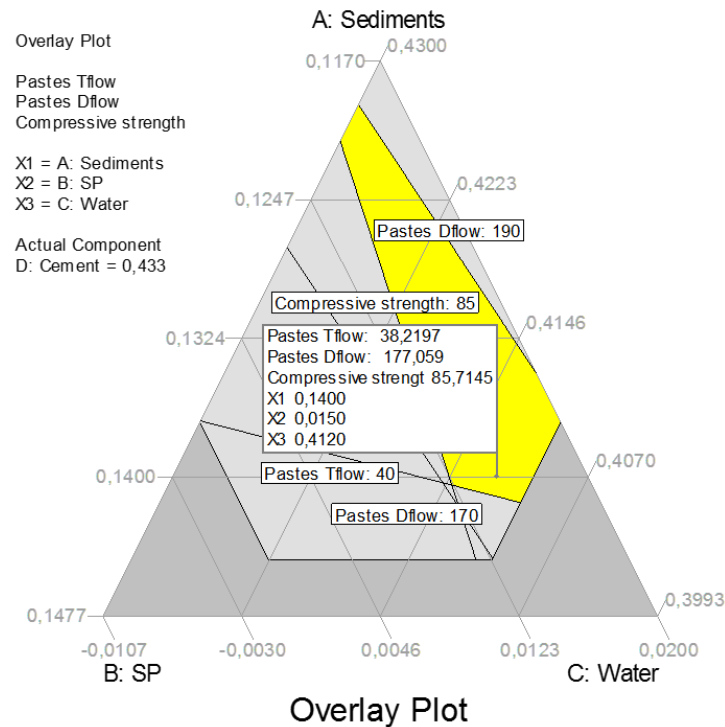


Figure 2-16: Overlay plot optimization following the proposed criteria

Tableau 2-9 : Composition of the optimal pastes

<i>Mixes</i>	<i>Component</i>				<i>Relevant parameters</i>			
	<i>C</i>	<i>S</i>	<i>SP</i> ¹	<i>W</i> ²	<i>W/C</i>	<i>S/C</i>	<i>V_w/V_P</i>	<i>V_w/V_C</i>
<i>Volume proportions (%)</i>	0,433	0,140	0,015	0,412	0,30	0,29	0,75	1,00
<i>Dosage (kg/m³)</i>	1375	399,2	15,00	412,0				

¹ In dry extract

² Plus the water demand of the sediments

To assess the representability, repeatability, reproducibility, rapidity, and sensitivity of the model, a series of experiments were conducted with the optimal mixture proportions provided in Tableau 2-9. Tableau 2-10 shows the results with their absolute relative deviation (ARD) (Fatemi et al., 2006; Ghafari et al., 2015). ARD is a parameter expressed in %, as in Equation 2-10. It measures the predictability of the model and should not exceed 10%.

$$\text{Equation 2-10} \quad \text{ARD (\%)} = \frac{\text{Experimental} - \text{Model}}{\text{Experimental}} \times 100$$

According to Tableau 2-10, the results of the ARD are in the desirable range (< 10%). The model is validated by the small difference between the theoretical and the experimental values. This experimental study indicated that the volumetric amount of sediments in the mixtures can reach up to 14%, in other words, sediments can replace cement up to 0.29 as a sediments-to-cement-ratio, 0.30 as a w/c ratio, and 1.5% of S_P dosage in the extract sec of cement mass.

Tableau 2-10 : Absolute relative deviation of the predicted responses

<i>Response and variables</i>	<i>Theoretical values</i>	<i>Experimental values</i>	<i>ARD (%)</i>
<i>Workability (mm)</i>	177	174	4.1
<i>Flowability (s)</i>	38.2	34.7	9.5
<i>Cohesiveness (ISS %)</i>	7.55	7.12	6.0
<i>Compressive strength (MPa)</i>	85.7	81.2	5.5

2.8. Conclusion

The production of cement is a major concern to the industrial and scientific community. The process of producing 1 ton of cement releases around 0.6 to 1.4 tons of CO₂ depending on the process in each country (Vizcaíno-Andrés et al., 2015; Xu et al., 2015; Licht, 2017; Shen et al., 2017; Wei et al., 2018). The replacement of a part of the cement by treated sediments has a major economic and environmental impact. Treated sediments can play a relevant role in sustainability.

This paper focuses on the study of the effect of treated sediments on the rheological, fresh, and hardened properties of SCC pastes. The results demonstrated that sediments can be used as a SCM, with a volumetric amount up to 14% (S/C = 0.29). At the economical level, this result is very encouraging especially that the used sediments are naturally available in large quantities and require less energy in the treatment comparing to the cement.

A mix design method based on the statistical mixture design approach was used in order to evaluate the influence of each component of the mix. A numerical optimization efficiently accomplished made it possible to design an SCC paste based on treated sediments. The statistical analysis of the results highlighted the real relevance of the measured effects on the various factors, as well as their interactions on the responses. The effects of the factors and their interactions were more significant than the uncertainties.

The treated sediments improve the packing density of the cementitious materials. The empirical tests on fresh properties performed on the pastes correlate perfectly with the rheological parameters of the SCC pastes, namely the shear stress and the viscosity.

The developed mini version of sieve segregation test is very promoting protocol that can be used as a foundation for a standardized test. Further research in this direction is suggested. The use of different superplasticizers and viscosity agents may affect the repeatability of the results.

Acknowledgements

This work was funded by the research funds of the IMT Lille Douai and grants from the Natural Sciences and Engineering Research Council of Canada (NSERC) and from the “Fonds de Recherche Nature et Technologies du Québec” (FRQNT).

CHAPITRE III : DÉVELOPPEMENT DES MORTIERS AUTOPLAÇANTS À BASE DES SÉDIMENTS MARINS

3.1. Résumé général de l'article

3.1.1. Introduction

Cet article traite la faisabilité de valorisation des sédiments de GPMD dans des mortiers autoplaçants et leur impact sur les propriétés de l'état frais et durci. Les sédiments bruts ont été séchés, tamisés à travers un tamis de 120 μm , puis traités thermiquement à 850 °C pendant une heure. Les propriétés physiques, chimiques, et minéralogiques ont été déterminées. Quinze mélanges de mortiers et pâtes équivalents ont été préparés en utilisant un plan d'expérience (la méthodologie de surface des réponses), basée sur la variation de trois paramètres indépendants : le rapport eau/liant, sédiments/ciment, et le dosage en matière cimentaire. Les réponses ciblées ont été : la maniabilité et la fluidité des pâtes, et les propriétés mécaniques des mortiers : résistance à la compression, à la flexion, et l'évolution du module d'élasticité dynamique. Une optimisation numérique a été utilisée pour sélectionner le mélange optimal, en maximisant l'incorporation de sédiments traités, tout en maintenant les propriétés d'autocompatibilité.

3.1.2. Matériaux

Les sédiments ont été extraits du GPMD, et traités par : broyage à travers un tamis de 120 μm , suivi d'une calcination à 850 °C pendant une heure. La taille moyenne des particules d_{50} trouvée été 15,9 μm pour le ciment, et passés de 5,9 à 9,8 μm pour les sédiments bruts et traités, respectivement. Ce changement peut s'expliquer par l'agglomération des particules après la calcination, confirmée par la diminution de la surface spécifique BET. La morphologie des sédiments traités montre qu'il se composait de fines particules angulaires. Afin de mesurer la salinité des sédiments, un test de lixiviation a été réalisé sur des sédiments bruts et traités (EN 12457-2) en utilisant un rapport liquide/solide de 10:1 l/kg. Les résultats montrent que les concentrations totales des métaux lourds se situent dans les limites du décret interministériel français n° 2000-62 publié le 14 juin 2000.

3.1.3. Protocole expérimental

Quinze mélanges de mortiers autoplaçants ont été préparés. La quantité de ciment, les sédiments traités, le rapport sédiments/ciment (S/C) et le rapport eau/liant (E/L) ont variés de 300 à 500 kg/m^3 , 0 à 250 kg/m^3 , 0 à 0,5 et de 0,25 à 0,55, respectivement. La teneur en S_p a été maintenue à 2 % de l'extrait sec par rapport à la masse de ciment pour tous les mélanges. Un plan expérimental a été établi pour un modèle des surfaces de réponses.

Après préparation des mélanges (EN 196-1), l'étalement du mini-cône d'Abrams (D_{flow}) et l'écoulement en utilisant le cône de Marsh (T_{flow}) ont été mesurés pour les pâtes. Des mélanges de mortier ont été préparés avec les mêmes formulations, avec du sable normalisé supplémentaire de 1350 kg/m^3 (EN 196-1). Les propriétés de l'état durcies des échantillons de mortier ont été déterminées à 7, 28, 60 et 90 jours. Pour chaque mélange, trois échantillons ont été réalisés.

3.1.4. Résultats et discussion

L'analyse de variance (ANOVA) est un ensemble de modèles statistiques utilisés pour tester la signification de chaque variable du modèle. Une ANOVA a été réalisée pour vérifier l'adéquation du modèle choisi. Le modèle est considéré comme statistiquement significatif lorsque la valeur-F (test de Fisher-Snedecor), qui évalue la variance de terme avec la variance résiduelle, est beaucoup plus grande que la valeur critique pour une valeur-p significative ($\alpha \leq 0,05$). Les propriétés statistiques ont été tirées : la moyenne, la valeur-F, la valeur-p, l'écart type et le R^2 . La valeur-F obtenue est significative à $p \leq 0,001$. Des valeurs de $R^2 \geq 0,7$ signifient qu'il y a une forte corrélation entre les données. Les faibles valeurs de l'écart type indiquent que les données sont concentrées autour de la moyenne. Certaines réponses de l'étalement ont été exclues, car elles ont une valeur $p \geq 0,05$.

Pour la fluidité, le temps de l'écoulement a varié de 4,5 à 53,3 secondes. Pour l'ouvrabilité, l'étalement variait de 161 à 255 mm. Les résultats ont montré que la fluidité et l'ouvrabilité augmentent avec le rapport E/L et vice-versa. Le rapport S/C a un effet négligeable sur l'état frais, comme trouvé dans l'étude précédente.

Les effets d'interaction des variables sur la résistance ont été étudiés. Les résultats indiquent que, pour un dosage moyen de 490 kg/m^3 , le taux d'incorporation des sédiments a un impact important sur la résistance à la compression : une variation de S/C de 0 à 0,5 est associée à une variation de résistance allant de 80 à 60 MPa. Cependant, le rapport E/L a également un effet important sur la résistance : une variation de 0,25 à 0,55 est associée à une variation de résistance de 70 à 40 MPa. Les effets d'interaction des variables sur la résistance à la flexion ont été étudiés aussi, et les résultats trouvés sont de la même tendance de la résistance à la compression.

Une forte corrélation entre la résistance à la compression à différents âges et le rapport volumique E/C a été remarquée. Ces résistances diminuent avec l'augmentation de ce rapport. L'incorporation de sédiments a réduit les résistances mécaniques, mais cette réduction reste acceptable, car le taux d'incorporation atteignait 50 %. Certains facteurs tels que la taille des particules peuvent avoir un impact direct sur la compacité, la porosité et les résistances mécaniques.

Une optimisation a été faite afin de maximiser la quantité de sédiments incorporés avec une autocompatibilité acceptable. Les résultats de l'optimisation ont montré que : le rapport S/C peut être utilisé jusqu'à 0,07 et 0,346 pour un dosage de liant de 380 et 600 kg/m^3 , et avec un

rapport E/L égal à 0,316 et 0,337, respectivement. Afin de valider ce modèle, une série d'expériences a été menée sur trois proportions de mélange optimales, afin d'évaluer la représentativité, la répétabilité et la reproductibilité du modèle. Le mélange optimal pour une quantité maximale de sédiments était celui avec une dose de liant allant jusqu'à 600 kg/m³, ce qui a permis l'incorporation de davantage de sédiments (S/C = 0,346 2).

3.1.5. Conclusion

Les résultats obtenus ont conduit aux conclusions suivantes :

- Les sédiments étudiés ont des teneurs élevées en eau et en particules fines et contiennent différents minéraux : calcite, quartz, hématite, natrosilite et halite.
- Les propriétés mécaniques et le module d'élasticité diminuent en augmentant le rapport S/C. Cependant, cette diminution reste intéressante et dépend de l'application visée. L'utilisation des sédiments comme ajout cimentaire est possible jusqu'à un rapport S/C de 0,070 3 à 0,346 2 pour un dosage de liant respectif de 380 à 600 kg/m³.
- La méthode de surface de réponse est très utile pour la régression de variables/réponses dépendantes/indépendantes pour les mortiers autoplaçants. L'analyse de variance (ANOVA) a confirmé que le modèle est statistiquement significatif (avec un écart type faible et une valeur-p faible).
- L'incorporation des sédiments traités n'a pas d'effet significatif sur les propriétés à l'état frais (maniabilité et fluidité) des pâtes autoplaçantes. Bien que les sédiments traités soient un matériau pouzzolanique, l'augmentation du rapport S/C a un effet négatif sur les propriétés mécaniques ainsi que sur le module d'élasticité dynamique.
- Les sédiments peuvent être considérés et utilisés comme nouvelle ressource en matériaux pour la production de ciment mélangé. Pour une utilisation industrielle de ces ciments, une étude de durabilité et une analyse coûts-avantages doivent être effectuées.

De plus, le remplacement d'une partie du ciment par des sédiments peut avoir des impacts environnementaux et économiques importants en raison de la forte énergie et des coûts de production du ciment. L'utilisation de sédiments dans des matrices cimentaires contribue à réduire l'impact environnemental, ce qui fait de cette recherche une contribution environnementale importante en tentant de réduire le volume important de matériaux immergés dans la mer depuis longtemps.

DEVELOPMENT OF SELF-COMPACTING MORTARS BASED ON TREATED MARINE SEDIMENTS

Auteurs :

- ~ Amine el Mahdi Safhi ^{(1) (2)}: Candidat au doctorat,
- ~ Mahfoud Benzerzour ⁽¹⁾: Professeur,
- ~ Patrice Rivard ⁽²⁾: Professeur,
- ~ Nor-Edine Abriak ⁽¹⁾: Professeur,
- ~ Ilyas Ennahal ⁽¹⁾: Candidat au doctorat,

Affiliations :

⁽¹⁾ : Département de Génie civil et Environnemental, IMT Lille Douai, France

⁽²⁾ : Département de Génie civil et Génie du Bâtiment, Université de Sherbrooke, Canada

Titre du journal : Journal of Building Engineering—Elsevier

Statuts : Publié depuis Mars 2019

Référence : <https://doi.org/10.1016/j.jobe.2018.12.024>

3.2. Abstract

This paper deals with the prospect of recycling dredged sediments in self-compacting mortars and their impact on the fresh and hardened properties of SCC pastes/mortars. The raw sediments were dried, sieved to 120 μm , and then thermally treated at 850 °C for one hour. Physical, chemical and mineralogical properties were determined for all materials. Fifteen mortars/paste mixes were prepared using the response surface methodology, based on the variation of three independent parameters: water-to-binder, sediments-to-cement, and volume-of-binder-to-total-volume ratios. The responses were the workability and fluidity of the self-compacting pastes, and the mechanical properties of the self-compacting mortars (compressive, bending strength, and dynamic modulus of elasticity). A numerical optimization was used to select the optimal mixture with the maximum amount of treated sediments, while maintaining self-consolidation properties.

Keywords: Sediments; Blended cement; Self-Compacting Mortars; Waste Management; Design of experiments (DoE)

Highlights

- Marine sediments were thermally treated for an effective mineral addition.

- The treated sediments were added to SCM as a substitute for cement.
- A mixture design approach was used to highlight the effect of each parameter.
- The treated sediments do not have a significant effect on the fresh properties.

3.3. Introduction

The accumulation of sediments in harbours is a natural phenomenon that impairs maritime activities and disrupts the physicochemical balances of aquatic systems (Newcombe and Macdonald, 1991). More than 300 Mm³ of sediments are dredged in the United States each year (Harrington et al., 2016; Jaglal et al., 2017), and over 300 Mm³ in the whole of Europe. In France, this volume reaches 50 Mm³ per year, 80 % of which comes from the seven major maritime ports (Raujouan and Le Guyader, 2013). The management of dredged sediments is a complex issue that must consider several technical criteria, the evolution of environmental regulations, as well as the social and economic aspects. Recycling sediments can be a response to multiple environmental challenges such as the preservation of natural stocks of aggregates, the development of industrial ecology, and the reduction of the footprint of greenhouse gas emissions, since the field of civil engineering is responsible for 6.4% of direct emissions, and a 12 % of indirect CO₂ emissions (Edenhofer and IPCC, 2014).

Dredged sediments have been considered as waste (Dang et al., 2013). However, several studies have investigated their beneficial reuse in the field of civil engineering: in bricks (Mezencevova et al., 2012), as lightweight aggregates (H.-J. Chen et al., 2012), SCM for blended cement (Rozière et al., 2015a), Portland clinker (Aouad et al., 2012a), stabilized road-base (Maherzi et al., 2017), in paving blocks (Wang et al., 2017), etc. Due to the importance of this topic, several research and industrial programs on sediment management have been launched: *PRISMA* (2007-13), *DredgDikes* (2007-13), *SMOCS* (2007-13), *SETRAMS* (2010-13), *SEDILAB* (2013), *CEAMaS* (2012-15), and *USAR* (2014-20).

SCC is a recent generation of concrete developed in Japan in the 80's, designed to facilitate the placement of concrete in heavily reinforced forms without vibration. The use of SCC is still growing and expanding for applications such as the construction and repair work of structures, as well as prefabricated elements. However, reconciling fluidity, homogeneity, stability and cost of production is a challenge. The mix design of SCC is relatively expensive compared to ordinary concrete because of the high demand for binding and chemical additives (Murthy et al., n.d.). Among the strategies used to overcome the environmental impact of SCC is recycling by-products as cementitious admixtures, such as silica fume, blast furnace slags, or fly ash, which is considered as the most viable option. By-products can be incorporated while mixing the concrete or added to grinding clinker to produce composite cements. Several studies have investigated the use of mineral additions in SCC, such as marble powder (Alyamac et al., 2017), lightweight recycled aggregates (Omrane et al., 2017), glass powder (Nunes et al., 2013), granite powder, limestone, pozzolans, palm oil fuel ash (Alsubari et al., 2015), rubber granules (Aslani et al., 2018), and sediments (Rozière et al., 2015a), etc.

Many methods have been proposed for the design mixture of SCC (Brouwers and Radix, 2005; Shi et al., 2015), one of which is the design of experiments (DoE). DoE is a statistical approach that allows simultaneous analyses of the effects of input factors on output responses. One of the DoE methods is the response surface methodology (RSM), which aims at finding the relationships between dependent and independent variables involved in an experiment. The RSM goes further by integrating “logical interactions” into the models, for a more robust prediction that is close to reality (Montgomery, 2017).

Face of structure degradation, self-compacting mortars can be used for repair purposes in reinforced concrete structures (Felekoğlu et al., 2007). They exhibit similar mechanical and durability properties to SCC (Vanjare and Mahure, 2012). They contain all the ingredients of SCC except the coarse aggregates, and can be used to examine the performance of SCC (Benli et al., 2017). Evaluating the properties of SCM is an integral part of the SCC design (Şahmaran et al., 2006), so several previous studies focused on studying SCM (Karataş et al., 2017; Matos et al., 2018). The choice of incorporating sediments in SCM is a part of wider research with the aim of recycling the treated sediments in SCC. The same treated sediments demonstrated a good impact in normal mortars (Benzerzour et al., 2017; Amar et al., 2018a).

This aim of this paper is to investigate the effect of different amounts of treated sediments as a partial replacement for cement in self-compacting mortars. The objective is to select the best combination of water-to-binder ratio, sediments-to-cement ratio, and the binder dosage, in order to maximize the amount of incorporated sediments, and to maintain the fresh and hardening properties. The use of admixtures was kept as low as possible in order to measure the direct effect of the sediments.

3.4. Materials characterization

3.4.1. Test equipment

The specific density was measured using a MICROMERITICS ACCUPYC 1330 Helium Pycnometer. A MICROMETRICS Autopore IV 9505 was used to determine the Brunauer-Emmett-Teller (BET) surface area. The particles size distribution was determined with a laser diffraction Coulter LS12330 that can measure particles between 0.04 and 2000 μm (ISO 13320-1). XRD analysis was conducted with a BRUCKER AXS D8 ADVANCE using cobalt and $k\alpha$ radiation ($k\alpha=1.78 \text{ \AA}$) to determine the mineralogical composition. Initial and final setting of the cement was measured using Vicat Automatic Apparatus according to EN 196-3. The morphology of the treated sediments was analyzed using a SEM Hitachi S-4700.

The bending and compressive strength were determined on prismatic samples by using the INSTRON 5500R apparatus (EN 196-1). The dynamic modulus of elasticity (E_{dyn}) was measured with a James Instruments Emodumeter MK II (frequency of range 40 kHz) (ASTM C215). Two fresh property parameters were investigated for the self-compacting pastes: workability and fluidity, which measure the performance of the paste when filling and flowing

in a narrow framework under its self-weight. For the workability, a mini-cone inspired from the slump test developed by Kantro (1980) was used. To determine the fluidity, a Marsh cone was used to measure the outflow time through a 10-mm orifice to fill 1000 ml, and the time was also taken for 500 ml (NF EN 445).

3.4.2. Sediments sampling and treatment

The cement used was a Portland CEM I 52.5 N to comply with the EN 197-1. The sediments were extracted from the *GPMD* which is in the North of France. The volume of dredged sediments in this harbour is about 6.5 Mm³ per year, of which nearly 90% is disposed directly in the sea (GRÉGOIRE, 2013). Benzerzour et al. (2017) developed a new approach for the reuse of those dredged sediments in a cementitious matrix relying on physical and heat treatments. Their approach is based on four parameters: properties of the sediments, firing temperature, heat duration, and grain size. The authors concluded that the optimal treatment consists in sieving raw sediments through 120 µm sieves, and a calcination at 850 °C for one hour. A study conducted by Amar et al. (2018) on the durability of cementitious matrix based on those treated sediments approved enhance this treatment process.

The energy cost of cement production (grinding and calcination) is around 45 to €105 per ton, and required an electricity cost of 50 - €60/MWh in France, with a carbon footprint of 1T of CO₂ for each ton of produced clinker (Schorcht et al., 2013; Benzerzour et al., 2017). Since the treatment of sediments requires less energy than lime (850 versus 1450 °C), the substitution of part of the cement by a material considered as a waste product will have an economical and environmental impact.

Amar et al. (2017) conducted a study on the pozzolanic activity of sediments from *GPMD* using four methods:

- Frattini's method: determining the amount of the lime (CH) consumed by a cement pozzolan binder mixture.
- Accelerated method of Chapelle: determining the pozzolanic reaction between a reactive powder and lime.
- Conductivity measurement: determining the decrease of conductivity, which is related to the formation of hydrates during pozzolanic reaction.
- The strength activity index and coefficient.

The authors concluded that the study of direct calcination evidenced that sediment acquired at the end of these processes an improvement of pozzolanic activity.

In this paper, physical and thermal treatment was adopted. The Figure 2-3 (Chapter II, section 2.4.2) shows the sediments after each step of the process. The visual aspect shows a change in colouration: from dark grey to dark beige after treatment, which can be explained by the change in the composition (Benzerzour et al., 2017).

3.4.3. Physical characterization

The main physical characteristics of the raw sediments (*RS*) and treated sediments (*TS*) are summarized in Tableau 3-1. There is an increase in the density due to the removal of water content and nearly all the organic matter. The physico-mechanical properties of the cement used are given in Tableau 3-2. The morphology of treated sediments is shown in Figure 3-1, it was observed that it consists of fine spherical particles.

Tableau 3-1 : Physical properties of the materials

Characteristics	RS	TS	Standard
Water content (%)	100.2	-	NF P94-050
Density (kg/m ³)	2520	2851	NF EN 1097-7
Organic matter content 450 °C -3 h (%)	6.730	-	NF P94-051
Organic matter content 550 °C -2 h (%)	9.850	-	NF EN 15169
Atterberg limit—plasticity index (%)	12.12	-	NF P94-051
Value of blue of methylene (g/100 g de MS)	1.183	-	NF P94-068
Specific area BET (m ² /kg)	3652	2335	EN ISO 18757

Tableau 3-2 : The physico-mechanical properties of the cement used

Characteristics	CEM I 52.5 N	
Density (kg/m ³)	3176	
Apparent density (kg/m ³)	1165	
Specific area BET (m ² /kg)	914	
Normal consistency (%)	27	
Initial set (min)	193	
Final set (min)	428	
Compressive strength (MPa)	7 days	52.5
	28 days	64.8

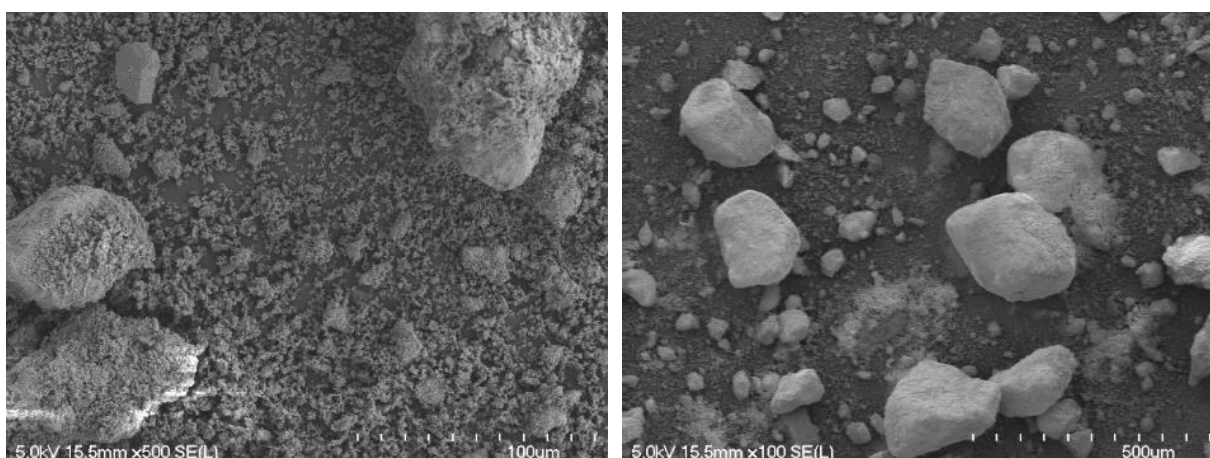


Figure 3-1: SEM micrographs of the treated sediment

The particles' distribution is given in Figure 2-4 (Chapter II, section 2.4.2). The median size d_{50} found is equal to 15.9 μm for the cement, and went from 5.9 to 9.8 μm for the raw and the treated sediments respectively. Benezet and Benhassaine (1999) has demonstrated that finely crushed quartz particle (under 5 μm diameter) are highly active. This change can be explained by the agglomeration of particles after calcination, as confirmed by the decrease of the specific area.

3.4.4. Chemical and mineral characterization

XRF and mineralogical analysis was performed on the raw and treated sediments. The obtained results were the same in Chapter II, section 2.4.2. In order to measure the sediment salinity, a leaching test was performed on raw and treated sediments (EN 12457-2) using a 10:1 l/kg liquid-to-solid ratio. The results show that the total concentrations of metal trace elements (MTEs) in the sediments are in the range of the French inter-ministerial decree edited on June 14th 2000 (*Circulaire no 2000-62 du 14 juin 2000*, n.d.).

3.5. Experimental protocols

3.5.1. Specimen preparation and test procedure

Fifteen self-compacting mortar mixes were prepared based on different percentages of treated sediments as a replacement for cement. In compliance with the provisions of EFNARC (Newman, 2003), the content of powder ranged between 380 and 600 kg/m^3 . The amount of cement, treated sediments, treated sediments-to-cement ratio (S/C), and water-to-binder ratio (W/B) varied from 300 to 500 kg/m^3 , 0 to 250 kg/m^3 , 0 to 0.5, and 0.25 to 0.55, respectively. The content of S_P was kept at 2% of the dry extract to the cement mass for all the mixes.

After the preparation of the mixtures, according to EN 196-1, the mini-slump flow (D_{flow}) and Marsh flow (T_{flow}) were measured on the pastes. Mortar mixtures were prepared with the same formulations as the pastes, with additional normalized sand of 1350 kg/m^3 . Mortars were cast in a prismatic mould of 40 × 40 × 160 mm and stored in a 90% R.H. room at an average temperature of 20 ± 2 °C. After 24 hours, the specimens were then removed from the mould and placed in water at 20 ± 2 °C. The hardened properties of the mortar specimens were determined at 7, 28, 60 and 90 days. For each mix, three samples were made.

3.5.2. Mixture design approach

The mixture design was based on three primary parameters. The focus was on the water-to-binder ratio, the sediments-to-cement ratio, and the volume-of-binder-to-total-volume ratio. The central composite design used was based on a quadratic model Equation 3-1:

$$\text{Equation 3-1} \quad y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} x_i^2 + \sum_i \sum_j \beta_{ij} x_i x_j + \varepsilon$$

where y is the material response (predicted), x_i and x_j are the coded values of the independent variables' W/B and S/C respectively, i is the linear coefficient, j is the quadratic coefficient, β is the regression coefficient, k is the number of factors, and ε is the random residual error.

An RSM model of 15 set points (Tableau 3-4) was determined using a software package Design-Expert®. It provides comparative experiments, tests, optimization, and reliable designs. The variables in the RSM model and their range of variation are presented in Tableau 3-3.

Tableau 3-3 : Variables and range of variation

Symbols		Range of variation		
Variables	Coded	-1	0	+1
W/B	A	0.25	0.40	0.55
S/C	B	0	0.25	0.50
Binder dosage kg/m ³	C	380	490	600

3.6. Results and discussion

3.6.1. Model fitting and parametric study

Tableau 3-4 provides the composition and the experimental results of each mixture design for the SCC pastes and mortars (at the 90th day). The 9th mix was removed from the design because it does not meet the criteria of self-compactibility (a low workability).

Tableau 3-4 : Mixture design and experimental results of SCC mixtures

Mix	Cement (kg/m ³)	Sediment s (kg/m ³)	Variables		SCC Pastes		SCC Mortars		
			W/B	S/C	T _{flow} (s)	D _{flow} (mm)	F _{c,90} (MPa)	F _{t,90} (MPa)	E _{dyn,90} (GPa)
1	300	80	0.55	0.27	4.50	210	45.4	8.10	48.1
2	500	100	0.30	0.20	53.3	161	88.0	14.0	52.1
3	300	150	0.40	0.50	17.0	196	60.5	9.30	47.7
4	400	200	0.35	0.50	34.4	176	74.2	10.9	45.9
5	419	84	0.31	0.20	46.0	162	71.5	13.0	51.3
6	500	0	0.42	0.00	8.40	225	79.1	10.2	56.7
7	380	0	0.47	0.00	4.90	201	67.8	9.20	51.0
8	500	0	0.30	0.00	33.0	163	91.5	14.6	53.1
9	400	200	0.25	0.50	-	50	85.1	12.1	49.7
10	300	80	0.39	0.27	11.7	201	61.7	9.60	45.6
11	419	84	0.31	0.20	50.7	161	75.0	12.4	48.9
12	403	91	0.43	0.23	9.00	255	59.7	8.90	50.8
13	350	40	0.38	0.09	11.1	182	71.1	11.2	49.6
14	405	85	0.41	0.21	9.70	191	65.7	10.7	50.5
15	450	150	0.45	0.33	6.90	195	64.6	10.2	52.4

Analysis of variance (ANOVA) is a collection of statistical models used to test the significance of each variable of the model. ANOVA was performed to verify the adequacy of the chosen model. The model is considered statistically significant when the F-value (Fisher-Snedecor test),

which evaluates the term variance with the residual variance, is much larger than the critical value for a significant p-value ($\alpha \leq 0.05$).

Tableau 3-5 presents the statistical properties of the responses: the mean, F-value, p-value, standard deviation, and R². The obtained F-value is significant at $p \leq 0.001$, indicating less than a 0.1% chance that such a huge F-value could arise because of noise. R² values higher than 0.7 suggest that the data are satisfactorily adjusted to the model. The low values of the standard deviation indicate that the data are concentrated around the mean. Some responses of D_{flow} were excluded because they have a p-value ≥ 0.05 .

Tableau 3-5: Results for full regression models

Responses		Mean	F-value	P-value	Std Dev	R²
Workability D_{flow} (mm)		191	2.99	0.0821	20.4	0.651
Flowability T_{flow} (s)		21.5	61.4	0.0006	2.76	0.993
Compressive strength (MPa)	7th d	53.6	17.6	0.0003	4.98	0.841
	28th d	61.2	13.1	0.0008	6.11	0.797
	60th d	71.2	68.7	0.0005	1.78	0.994
	90th d	69.7	49.8	0.0009	2.01	0.991
Bending strength (MPa)	7th d	9.51	6.94	0.0083	1.56	0.676
	28th d	9.53	9.22	0.0036	1.13	0.852
	60th d	9.27	21.3	0.0004	0.59	0.948
	90th d	10.9	29.3	0.0001	0.53	0.962
Dynamic modulus of elasticity (GPa)	7th d	45.3	9.27	0.0055	2.36	0.777
	28th d	47.7	9.14	0.0058	2.93	0.774
	60th d	49.6	18.7	0.0006	1.73	0.875
	90th d	50.1	7.47	0.0105	1.89	0.737

3.6.2. Fresh properties of SCC pastes

Figure 3-2 shows the effect of the different variables on flowability for an average dosage of 490 kg/m³. The time flow varied from 4.5 to 53.3 s. It shows that the fluidity increases with the W/B ratio and vice versa. The S/C ratio has a negligible effect on the T_{flow} as noticed from the perturbation of the responses to variables.

Figure 3-3 shows the effects of the different variables on the workability for an average dosage of 490 kg/m³. The spreading flow varied from 161 to 255 mm. It shows that the W/B ratio has a prevailing effect on the D_{flow} compared with the S/C ratio. The perturbation of response confirms that the presence of sediments has nearly no effect on the workability (factor B). The workability increase depends only on the variation of the W/B ratio.

Depending on the concentration of solids to the total volume V_s/V_T , and the volume of water to the total volume V_w/V_T , a good paste has properties corresponding to a $D_{flow} \geq 165$ mm and a $T_{flow} \leq 40$ s (Nunes et al., 2011; Soltanzadeh et al., 2012; Calmon et al., 2013;

Basheerudeen and Anandan, 2014; Wu and An, 2014). According to Gomes (2002), the value is considered as satisfactory for a flowing of 180 ± 10 mm.

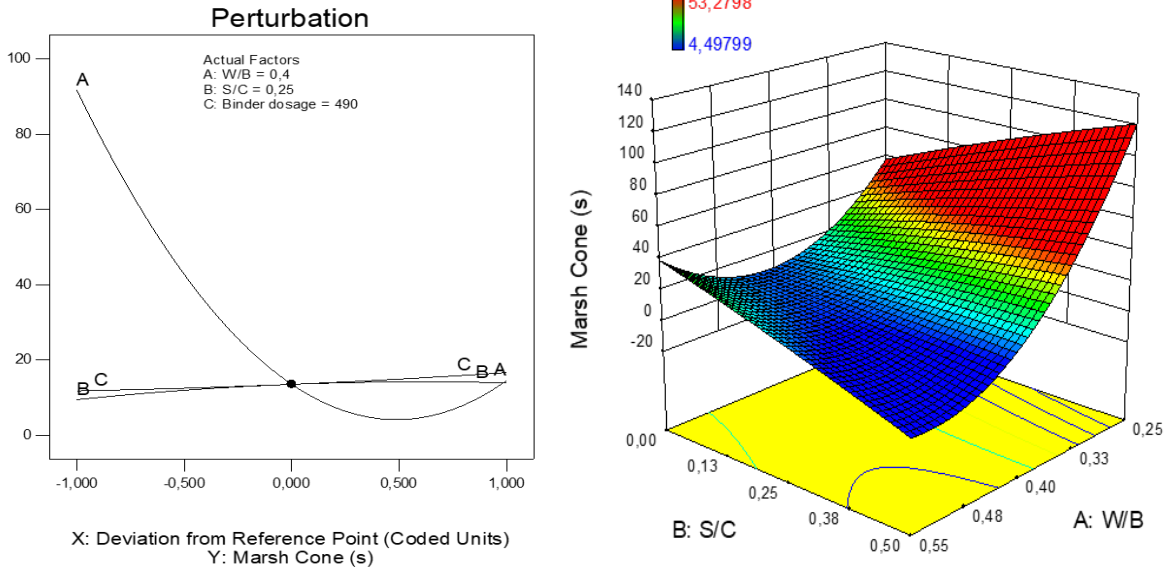


Figure 3-2: Effects of: W/B and S/C on the T_{flow} for a fixed binder dosage of 490 kg/m^3

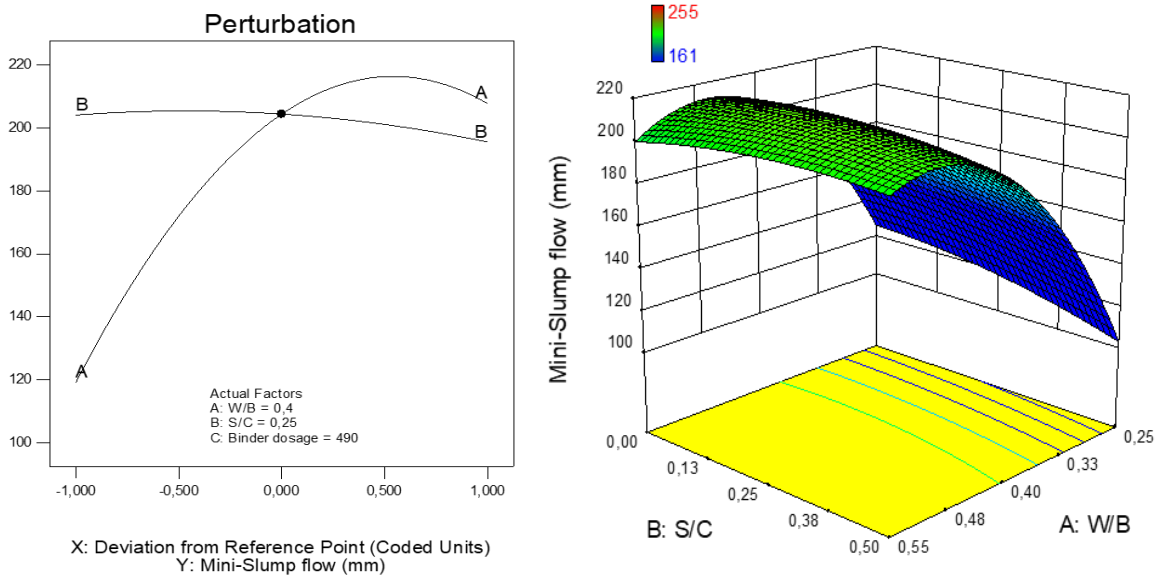


Figure 3-3: Effects of: W/B and S/C on the D_{flow} for a fixed binder dosage of 490 kg/m^3

3.6.3. Mechanical strength

Figure 3-4 was obtained using NCSS commercial software for statistics and graphic analysis. It represents 3D scatter plots of the evolution of the bending and compressive strength over 7, 28, 60 and 90 days. A strength activity index greater than 1 is noticed. Figure 3-5 shows the interaction effects of the W/B and S/C variables on the compressive strength at 90 days for an average dosage of 490 kg/m^3 . It indicates that the S/C ratio has a great impact on the

compressive strength: the variation of S/C from 0 to 0.5 is associated with a compressive strength variation ranging from 80 to 60 MPa. However, the W/B ratio has also a great effect on the strength: the variation of W/B from 0.25 to 0.55 is associated with a strength variation from 70 to 40 MPa.

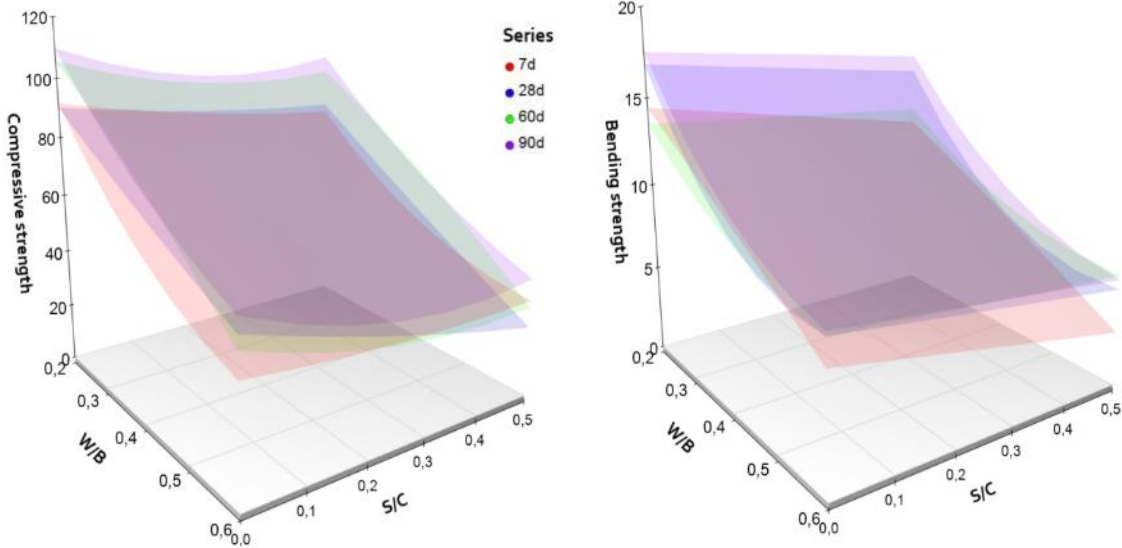


Figure 3-4: Effects of W/B and S/C variables on compressive and bending strength

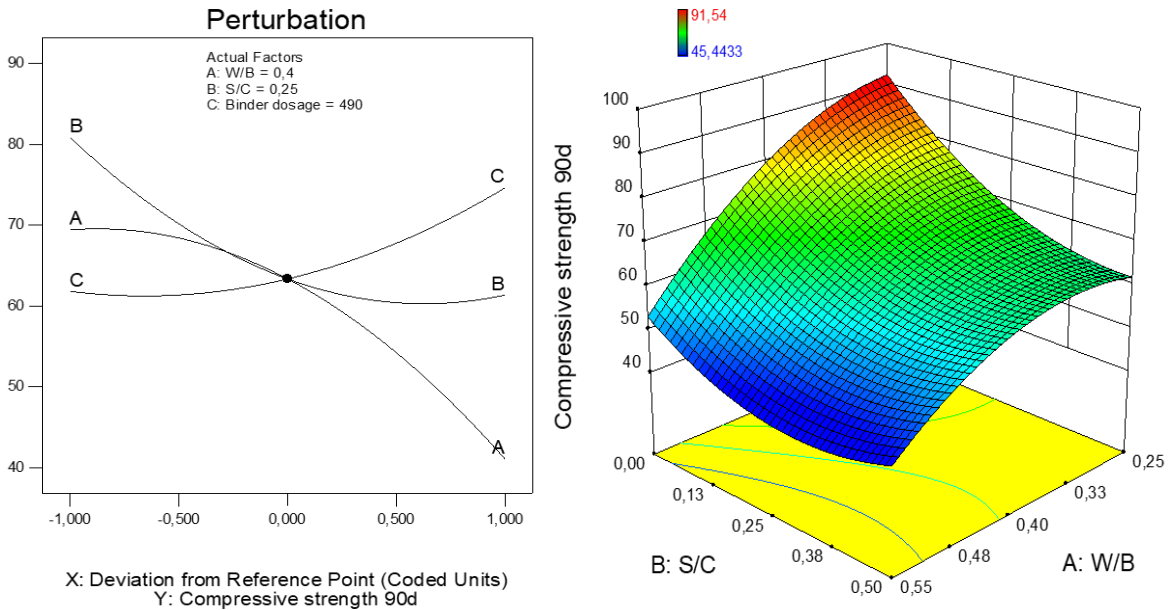


Figure 3-5: Effects of different variables compressive strength at 90d

Figure 3-6 represents the interaction effects of the W/B and S/C variables on the bending strength at 90 days for an average dosage of 490 kg/m³. It shows that the S/C ratio has a low impact on the bending strength: the variation of S/C from 0 to 0.5 yielded a bending strength variation from 10 to 11 MPa. Figure 3-7 represents a strong correlation between the compressive

strength at different ages and the V_w/V_c ratio. The compressive strength decreases with the increase of the V_w/V_c ratio. Good results were associated with a V_w/V_c equal to 1.2.

The incorporation of sediments reduced the mechanical strength of the SCM, but this reduction still acceptable since the rate of incorporation was up to 50%. Some factors such as the size of the particles can have a direct impact on the compactness, the porosity, and the mechanical strength of mortars (Frigione and Marra, 1976; Irassar et al., 2011).

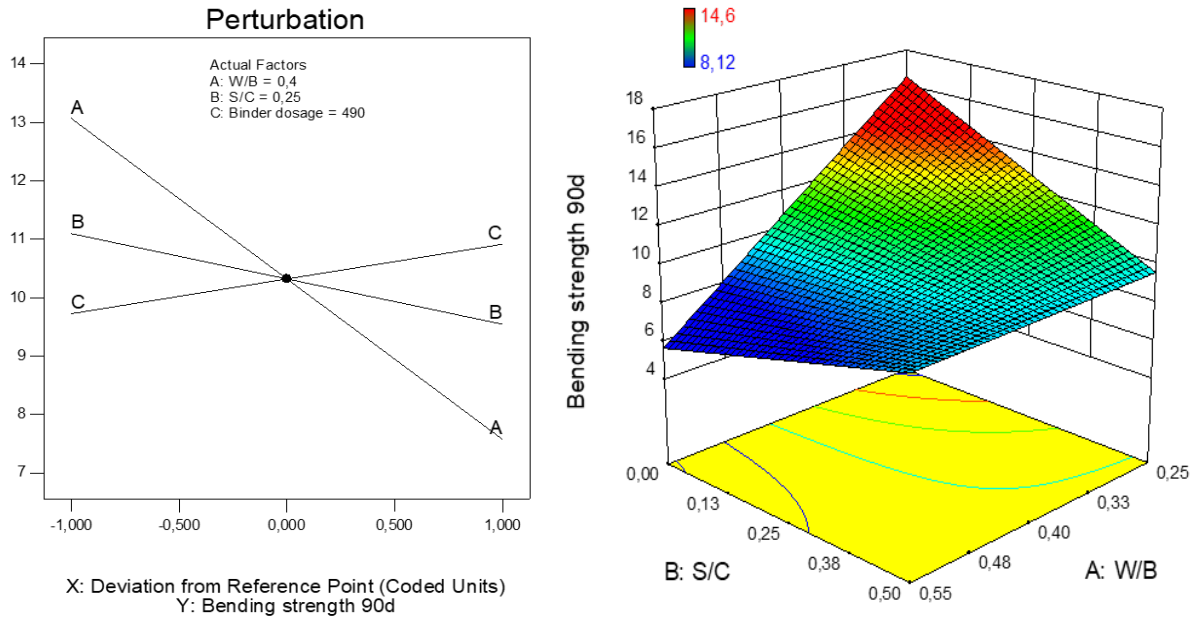


Figure 3-6: Effects of variables on bending strength at 90d

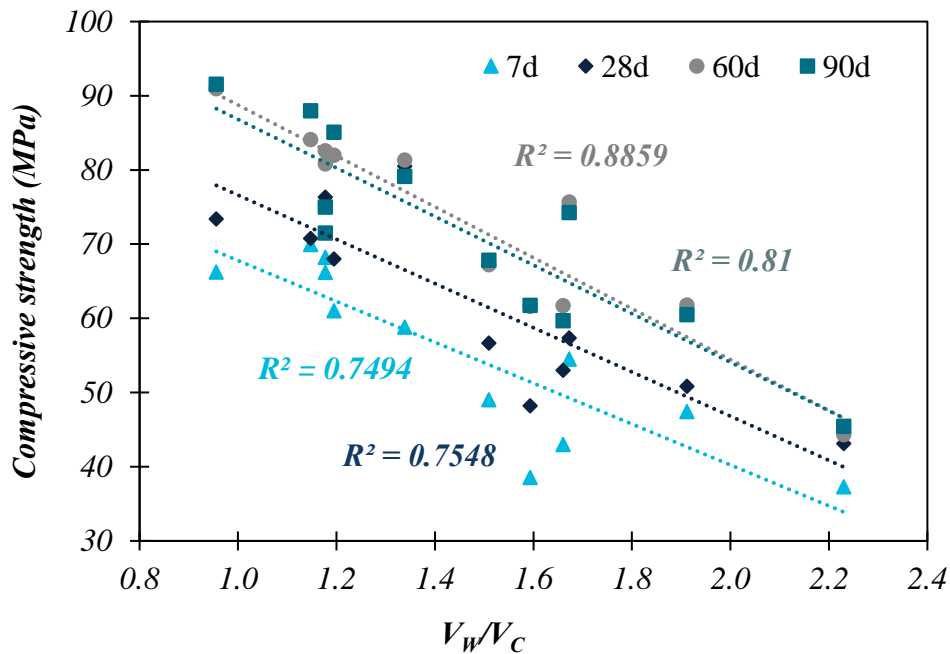


Figure 3-7: Correlation between compressive strength and the V_w/V_c ratio

3.6.4. Dynamic modulus of elasticity

Figure 3-8 depicts the interaction effects of W/B and S/C variables on E_{dyn} at 90 days. It shows that the incorporated sediments have a negative effect on the E_{dyn} . The addition of sediments decreased E_{dyn} from 56 to 45 GPa for S/C equal to 0 to 0.5, respectively. Figure 3-9 represents a strong correlation between E_{dyn} at different ages and the V_w/V_c ratio. The compressive strength decreases with the increase of the V_w/V_c ratio. Good results were associated with a V_w/V_c around 1.2.

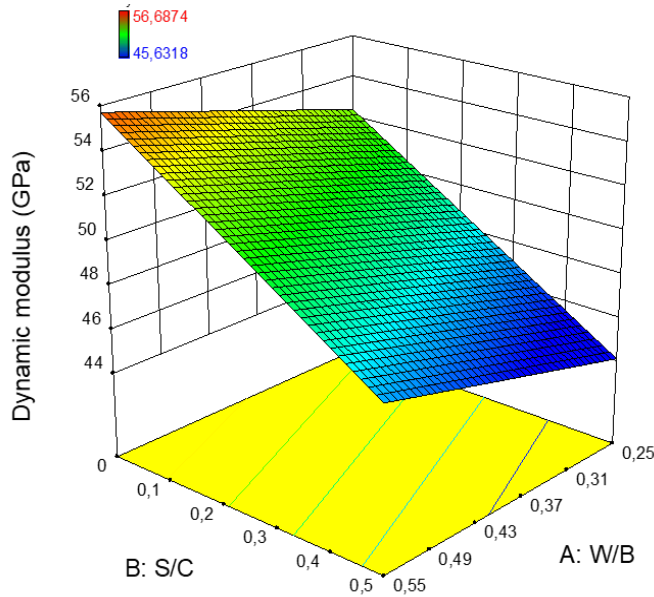


Figure 3-8: Effects of W/B and S/C on E_{Dyn} at 90d for a binder dosage of 490 kg/m³

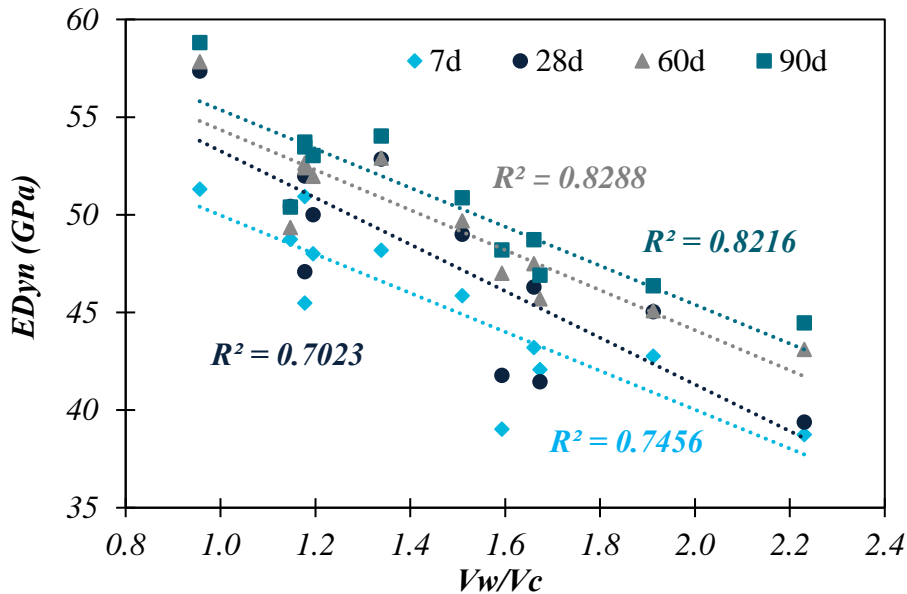


Figure 3-9: Correlation between dynamic modulus of elasticity and the V_w/V_c ratio

3.7. Mixture optimization and validation of the model

Using the commercial software Design-Expert, the overlay plot approach was used to optimize the mixture. The allowable goals are to keep a factor within a specific range (a low and a high limit), to maximize or minimize a factor, to target or to determine a specific value. The optimum mixture requires maximizing the amount of sediments with an acceptable range of T_{flow} , D_{flow} , and compressive strength. A specific criterion for each variable and response is presented in Tableau 3-6. Figure 3-10 shows the optimal zone of response depending on the given criterion. The S/C ratio can be used up to 0.07 and 0.346 for a binder dosage of 380 and 600 kg/m³ respectively, and with a W/B ratio equal to 0.316 and 0.337 respectively.

Tableau 3-6 : Optimization of each variable and response to maximizing S/C ratio

Responses and variables		Lower	upper	Criteria
W/B		0.25	0.55	In range
S/C		0	0.50	Maximize
Flowability T_{flow} (s)		4	40	In range
Workability D_{flow} (mm)		170	190	In range
Compressive strength f_{c90d} (MPa)	7 th d	60	70	In range
	28 th d	65	81	In range
	60 th d	70	91	In range
	90 th d	75	92	In range

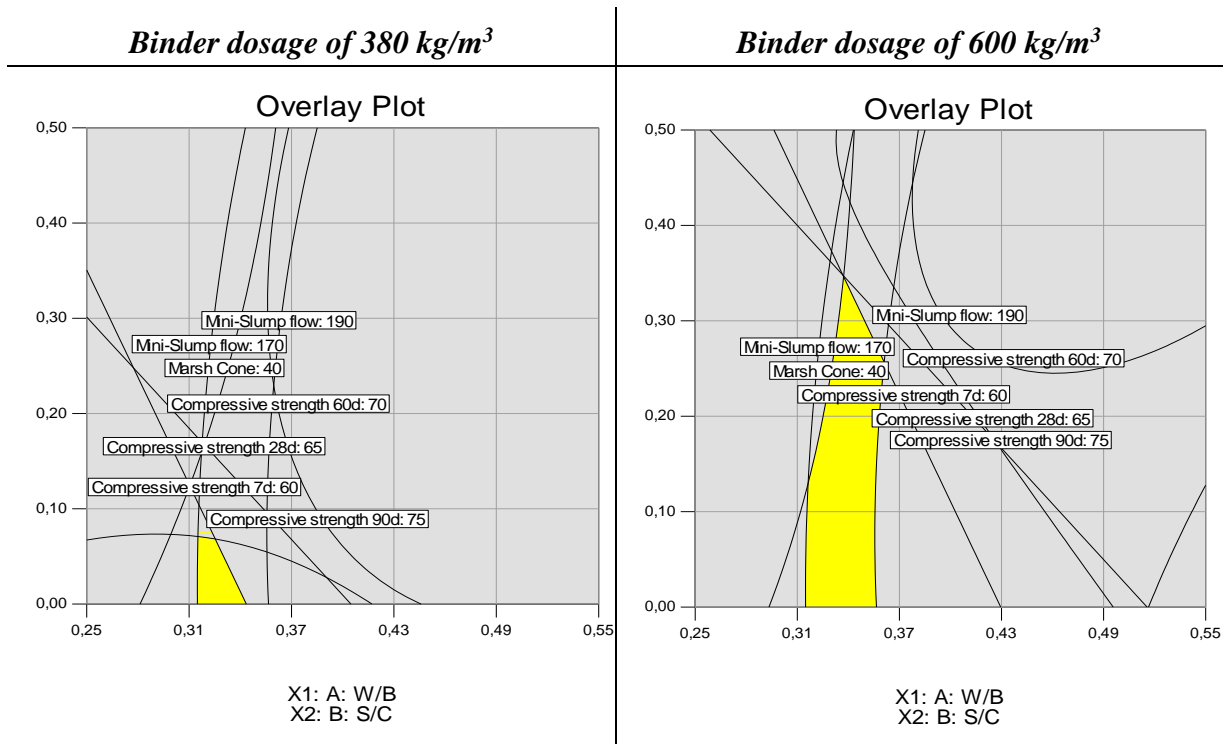


Figure 3-10: Variation of overlay function for multi-objective optimization on W/B and S/C

In order to validate this model, a series of experiments were conducted on three optimal mixture proportions as given in Tableau 3-7 to assess the representability, repeatability, and reproducibility of the model.

Tableau 3-7 : Optimum mixtures according to the given criterion

Mix	Binder dosage (kg/m ³)	S/C	W/B
M1	380	0.0703	0.3156
M2	490	0.1492	0.3176
M3	600	0.3462	0.3372

Tableau 3-8 shows the results with the absolute relative deviation “ARD” (Equation 3-2) that measures the predictability of the model (and should be below 10%) (Alyamac et al., 2017).

$$\text{Equation 3-2} \quad \text{ARD (\%)} = \frac{\text{Experimental} \pm \text{Model}}{\text{Experimental}} \times 100$$

The value of ARD is low (between 2.9 and 8.9). Therefore, it may be inferred that the RSM was useful and efficient to determine the effect of each factor on the properties of SCM. The optimal mixture for a maximum amount of sediments was the one with a binder dosage up to 600 kg/m³, which allowed the incorporation of more sediments (S/C = 0.3462). In a vision of sustainability, the binder dosage of 490 kg/m³ is recommended which allowed an incorporation of sediments up to a S/C ratio of 0.1492.

Tableau 3-8 : ARD of the predicted responses and the measured experiments

Mix	D_{flow} (mm)		ARD (%)	T_{flow} (s)		ARD (%)	$f_{c_{d28}}$ (MPa)		ARD (%)
	Predicted	Measured		Predicted	Measured		Predicted	Measured	
M1	170	175	2.9	31.6	29.5	7.1	69.6	73.8	5.7
M2	172	167	3.0	39.0	41.7	6.5	70.7	67.4	4.9
M3	175	168	4.2	39.9	43.8	8.9	65.0	70.6	7.9

3.8. Conclusion

During the last century, the demand for Portland cement has shown a rapid and high increase. In order to save energy from clinker production, reduce CO₂ emissions, and address the enormous quantity of dredged sediments around the world every year, the aim of this paper is to develop a SCM based on treated sediments as a replacement for part of the cement. Through the experiments carried out, it was possible to identify the optimum dosage of treated sediments in a SCM. The results obtained led to the following conclusions:

- The studied sediments have a high-water content, important fine particles content, they contain different minerals: calcite, quartz, hematite, natrosilite, and halite.
- The mechanical properties (elastic modulus and compressive strength) decrease with the rate of sediment in the blended cements. However, this decrease is acceptable and remains interesting. The implementation of treated sediments in SCM as a replacement

for cement can be used up to an S/C ratio equal to 0.0703 or 0.3462 for a binder dosage of 380 or 600 kg/m³ respectively.

- Treated sediments demonstrated their effectiveness as a SCM; they also combine an important economic and mechanical performance ratio.
- The response surface method is very useful for the regression of dependent/independent variables/responses for self-compacting mortars. The analysis of variance (ANOVA) confirmed that the model is statistically significant (with a low standard deviation and a low p-value).
- The incorporation of the treated sediments does not have a significant effect on the fresh properties (workability and flowability) of the SCC pastes.
- Although the treated sediments are a pozzolanic material, increasing the S/C ratio has a negative effect on the mechanical properties and on the dynamic modulus of elasticity.
- Marine dredged sediment can be considered and used as new resource of materials for the blended cement production. For industrial utilisation of these cements, a durability study and cost benefit analysis should be performed.

Furthermore, the replacement of a part of the cement with sediments may have an important environmental and economic impacts due to the high energy and costs of cement production. The use of sediments in cementitious materials contributes to minimizing the environmental impact, which makes this research a significant environmental contribution by attempting to reduce the large volume of the materials that has been immersed in the sea for a long time. A study of the life assessment cycle of dredged sediments is then recommended.

The use of different superplasticizers and viscosity agents may affect the repeatability of the results. An extensive research is going on at our laboratories in order to evaluate the durability of a SCC mixture incorporating treated sediments.

Acknowledgements

This work was funded by the research funds of the IMT Lille Douai and grants from the Natural Sciences and Engineering Research Council of Canada (NSERC) and from the “Fonds de Recherche Nature et Technologies du Québec” (FRQNT).

CHAPITRE IV : INFLUENCE DES SÉDIMENTS SUR LES PROPRIÉTÉS DES BAPS

4.1. Résumé général de l'article

4.1.1. Introduction

L'épuisement des ressources naturelles constitue un défi majeur pour la production durable de béton. Des études antérieures ont indiqué que les sédiments marins traités peuvent être utilisés comme ajout cimentaire. L'utilisation d'une teneur élevée en sédiments peut réduire la demande en ciment, réduisant ainsi l'empreinte de CO₂. L'objectif de cette étude est d'évaluer la faisabilité d'utiliser des sédiments en remplacement du ciment pour la production des BAPS. Les propriétés physiques, chimiques, minéralogiques et environnementales des sédiments ont été déterminées. Trois BAPS différents ont été préparés avec une teneur en sédiments de 0, 10 et 20 % et leurs propriétés à l'état frais et durci ont été évaluées. Les résultats indiquent que les sédiments peuvent offrir un potentiel de recyclage intéressant dans les BAPS avec un taux de substitution du ciment de 20 %. En outre, un test de lixiviation a été mené, qui a confirmé le potentiel écologique de la production des BAPS à base de sédiments.

4.1.2. Matériaux

Un liant ternaire contenant environ 70 % de ciment à usage général, 25 % de cendres volantes de classe F, et 5 % de fumée de silice a été utilisé. Deux agrégats grossiers concassés ont été utilisés : CA₁ et CA₂ avec des tailles maximales nominales de 20 et 10 mm, respectivement. Un sable de rivière siliceux a été utilisé. Les sédiments utilisés dans cette étude ont été extraits du GPMD. Les sédiments ont été séchés à 60 °C et ensuite tamisés pour retenir les fines particules inférieures à 2 mm. Ces particules ont ensuite été calcinées à 800 °C pendant une heure. Le choix de la température de calcination a été déterminé à partir d'une analyse TGA-DSC effectuée sur des sédiments bruts. Après ce processus de calcination, la poudre a été broyée pour atteindre un d₅₀ < 45 µm. Le produit final est appelé sédiment marin traité (TMS).

4.1.3. Protocole expérimental

La compacité du mélange est un facteur important puisqu'elle a une relation directe avec les paramètres de transport (porosité, perméabilité, et diffusion). Elle a été optimisée expérimentalement en utilisant un plan de mélange. Trois BAPS ont été préparés avec 0, 10 et 20 % de substituts de ciment avec les TMS : SCC-R, SCC-1 et SCC-2, respectivement. La teneur en ciment du BAP de référence était de 450 kg/m³. Les teneurs en sable, CA₁ et CA₂ étaient respectivement de 893, 147, 578 kg/m³ et le rapport eau/ciment était fixé à 0,40. La demande en eau des sédiments a été prise en compte, ce qui correspond à un rapport E/S de 0,35. Un adjuvant réducteur d'eau a été utilisé pour avoir un étalement ciblé de 680 ±20 mm.

Les propriétés physiques des différentes BAPS ont été étudiées, y compris la cinétique de calorimétrie thermique et l'analyse DRX. Les propriétés à l'état frais ont été testées, cela comprenait la fluidité (étalement et écoulement), la capacité de passage (J_{Ring} et L-box), la stabilité au tamis (ségrégation statique), et la teneur en air. Les résistances à la compression et à la traction ont été déterminées à différentes échéances. La propagation de la vitesse d'impulsion ultrasonore a été étudiée. La valeur moyenne a été déterminée à partir de trois échantillons pour tous les tests. Pour la mobilité des métaux lourds, un essai de lixiviation a été réalisé sur des poudres broyées en utilisant un rapport liquide sur solide de 10:1 l/kg.

4.1.4. Résultats et discussion

L'effet du TMS sur la chaleur d'hydratation a été évalué en mesurant le dégagement de chaleur des pâtes équivalentes. La pâte SCC-R a généré une chaleur de 3,27 mW/g après 8,53 h. Les pâtes de SCC-1 et SCC-2 ont dégagé une chaleur de 2,96 et 2,77 mW/g après 8,63 et 8,58 h, respectivement. Un premier pic endothermique était observé, principalement lié à l'hydratation du C_3S pour former du C-S-H. Un deuxième pic est lié à un excédent de C_3A . L'incorporation de TMS a réduit la chaleur de l'hydratation du ciment, ce qui peut être un effet positif ou négatif en fonction de l'application visée. Des pâtes avec la même proportion ont été préparées pour une analyse DRX. Les phases principales étaient le quartz, l'ettringite, la portlandite, et la calcite. Certaines phases mineures, telles que le gypse, l'alite et l'aluminate de tricalcium a également été détecté.

Les mélanges étudiés avaient une tendance similaire d'augmentation des résistances mécaniques avec le temps de murissement. Les trois BAPS ont montré des résistances similaires. Pour la résistance à la traction, le SCC-2 a développé ses résistances lentement, mais reste acceptable compte tenu de l'écart type. L'optimisation de la compacité et le type d'agrégat ont joué un rôle important dans le développement des résistances. Le module d'élasticité dynamique a été déterminé théoriquement à partir de la vitesse de l'impulsion. Dans l'ensemble, ce dernier a indiqué que les trois BAPS correspondent à une bonne qualité.

Des observations microscopiques ont été effectuées sur des fragments des BAPS. Il a été remarqué que les phases minérales C-S-H sont bien formées dans tous les mélanges. De nombreuses phases de sulfate ont été détectées, mais des quantités plus élevées ont été observées dans le SCC-2. Cela suggère que le rapport entre le sulfate de calcium et l'aluminate tricalcique est élevé, sinon l'ettringite a tendance à être remplacée par des phases d'aluminate de calcium monosulfate. Une cristallisation de la calcite variée a été observée dans le SCC-2 : cristaux de portlandite de formes hexagonales et globulaires minces (Alite et Belite). Ce fait indique la cristallisation incomplète du silicate de calcium qui fait référence à une mauvaise qualité du liant mélangé.

La mobilité des métaux lourds a été évaluée par un test de lixiviation. Il a été noté que la mobilité de ces éléments dans la poudre broyée des trois BAPS était inférieure aux limites de lixiviation des déchets inertes selon la directive française n° 1.0289 Publié le 14 décembre 2014.

4.1.5. Conclusion

Cette étude a été pour objet d'étudier la possibilité d'utiliser les sédiments marins de dragage comme ajouts cimentaires dans la formulation des BAPs. D'après l'étude expérimentale, ces sédiments marins ont besoin d'une quantité d'eau supplémentaire pour maintenir l'ouvrabilité du béton. De plus, le traitement thermique était très efficace : il augmentait la densité, la teneur en silice (une intensité élevée des pics de diffraction du quartz) et diminuait la teneur en trioxyde de soufre. Il a été observé que le TMS réduisait la chaleur de l'hydratation du ciment.

Ce qui concerne l'état frais, jusqu'à 20 % de substitution, toutes les propriétés se situent dans la plage d'autocompatibilité recommandée. Pour les propriétés à l'état durci, le SCC-2 présentait une résistance à la compression équivalente et une résistance à la traction acceptable. La méthode utilisée pour optimiser la compacité était également un facteur clé pour un BAP compact et performant. L'étude environnementale sur la mobilité des métaux lourds a montré que toutes les concentrations dans les poudres broyées des trois BAPs sont inférieures aux limites de lixiviation des déchets inertes.

VALORIZATION OF DREDGED SEDIMENTS IN SCC: FRESH, HARDENED, AND MICROSTRUCTURAL PROPERTIES

Auteurs :

- ~ Amine el Mahdi Safhi ⁽¹⁾⁽²⁾ : Candidat au doctorat
- ~ Patrice Rivard ⁽¹⁾ : Professeur
- ~ Ammar Yahia ⁽¹⁾ : Professeur
- ~ Mahfoud Benzerzour ⁽²⁾ : Professeur
- ~ Kamal Henri Khayat ⁽³⁾ : Professeur

Affiliations :

- ⁽¹⁾ : Département de Génie civil et Génie du Bâtiment, Université de Sherbrooke, Canada
- ⁽²⁾ : LGCgE, CERI Matériaux & Procédés, IMT Lille Douai, France
- ⁽³⁾ : Centre d'études sur les infrastructures, Université de Missouri S&T, États-Unis

Titre du journal : Journal of Cleaner Production—Elsevier

Statuts : Publié depuis Mars 2020

Référence : <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.121472>

4.2. Abstract

Several studies have proven the use of dredged sediments as supplementary cementitious materials (SCMs), but limited information is available on the effect of such treated sediments on self-consolidating concrete performance. The main objective of this study was to evaluate the performance of self-consolidating concrete (SCC) fabricated with treated sediments. The sediments were thermally treated at 800 °C for 1 h. The packing density of the granular skeleton was optimized to reduce the paste content and produce SCC with relatively low binder content. Three different SCC mixtures were prepared with 0%, 10%, and 20% cement replaced with treated sediments by mass. Key fresh, physical, hardened, and microstructural properties of the investigated SCC mixtures subject to different curing regimes were evaluated. The test results showed that the optimized SCC mixtures exhibited adequate self-consolidation characteristics. The particle size and high chemical activity of the sediments led to pore refinement of micropores, increased density, improved microstructure, and reduced micro-cracks of the investigated SCC mixtures. Furthermore, the use of up to 20% of treated sediments resulted in a compressive strength of 66 ± 1 MPa at 91 days, which is comparable to that of the reference mixture made without any sediments. Leaching test results confirmed the ecological potential of producing

SCCs based on sediments, which could be an interesting alternative of using local materials to reduce the high demand of cement, thus further reducing the CO₂ footprint of concrete.

Keywords: Dredged sediments; Mechanical properties; Packing density; Self-consolidating concrete; Supplementary cementitious material; Ultrasonic pulse velocity.

Highlight

- Up to 20% cement replacement, eco-SCC was fabricated with adequate fresh properties
- Equivalent strengths were found up to 20% of cement replacement by sediments
- Composite binder showed slower hydration kinetics than the conventional binder
- Pozzolanic reactivity of sediments reduced the micro-pores and densified the ITZ
- Sediments could be used as SCMs to reduce the CO₂ footprint of SCC

4.3. Introduction

SCC can be used to facilitate concrete mixing and placement and ensure proper filling of complex frameworks without any mechanical consolidation. This can help reduce cost, labor, and construction time and provide more freedom in the design and enhancement of surface finish (Khayat et al., 1999). The design of stable SCCs can enhance the interfacial transitional zone (ITZ) properties with embedded reinforcement and with aggregates that can lead to greater SCC performance (Khayat et al., 1999). One of the drawbacks of SCC is its higher content of fine powder attributed to the relatively high-binder content than that in conventional concrete. Extensive research has been conducted on the feasibility of valorizing abundantly available by-products as supplementary cementitious materials (SCMs) to partially replace cement and reduce the environmental footprint of SCC. Commonly used SCMs are fly ash, ground-granulated blast-furnace slag, silica fume, limestone filler, marble powder, calcined clay, palm oil fuel ash (Mohammadhosseini et al., 2015), and waste ceramic nanoparticles (Lim et al., 2018). These materials are primarily composed of silicon dioxide (SiO₂), aluminum oxide (Al₂O₃), and calcium oxide (CaO). The presence of additional oxides can be beneficial to produce additional pozzolanic calcium-silicate-hydrate (C-S-H) gel.

Significant volumes (more than one billion cubic meter) of dredged sediments are produced worldwide every year (Benzerzour et al., 2017). These materials are stored or disposed at sea when they are not contaminated. However, these sediments are very heterogenous: the provenance and dredging time during the year have a crucial influence on their composition. This makes each sediment a unique material which requires special treatment. The valorizing of dredged sediments in concrete, engineered materials, and civil engineering applications presents considerable benefits. Such valorization includes the fabrication of bricks (Samara et al., 2009), ceramic products (Xu et al., 2014), lightweight aggregates (Liu et al., 2018), and road construction materials (Kasmi et al., 2017). Recent studies have demonstrated that thermally treated sediments can render the sediments more reactive and that treated sediments can be useful for clinker production (Aouad et al., 2012b; Faure et al., 2017) or as SCM.

Dang et al. (2013) designed a new blended cement containing 8%, 16%, and 33% of treated sediments from the trap Lyvet on the Rance River in France. The sediments were heated at 650 °C and at 850 °C for 5 h. Blended cements containing 8% treated sediments secured equivalent long-term compressive strength compared with the reference mixture made without any sediment. The authors reported that the composite binder required a longer curing period for the development of mechanical properties. Ez-zaki and Diouri (2019) investigated the microstructural and physic-mechanical properties of mortars made with 8% and 33% thermally treated sediments and shell powder at 650 and 850 °C for 5 h. Despite the pozzolanic reactivity of treated sediments, the compressive strength of the mixtures containing the treated sediment was lower than that of the control mortar. Van Bunderen et al. (2019, 2017) studied the early-age hydration and autogenous deformation of cement paste containing 20%, 30%, and 40% of flash calcined dredging sediments treated at 865 °C. The treated sediments and fly ash developed a similar early-age hydration behavior, and the addition of sediments reduced the autogenous shrinkage of mortar. Snellings et al. (2017, 2016) studied the pozzolanic reactivity of flash calcined sediments (from the port of Antwerp, Belgium) treated at temperatures of 820, 865, and 905 °C. The pozzolanic reactivity of sediments was found to be inferior to that of metakaolin but was superior of that of siliceous fly ash in a calorimetry based pozzolanic reactivity test. Zhao et al. (2018) investigated the effect of using 10%, 20%, and 30% cement replacement of uncontaminated sediments on properties of mortar and concrete mixtures. The reported results showed that dried and finely ground sediments can be used as partial substitutes of cement by up to 20% without hindering the mechanical properties of the mixtures. Benzerzour et al. (2018, 2017) developed a new blended cement containing 8% and 15% sediments thermally treated at temperatures of 650, 750, and 850 °C for different durations ranging between 1 and 3 h. Test results showed that mortar mixtures incorporating 15% sediments treated at 850 °C for 1 h developed better mechanical strength than the control mortar.

Although various non-traditional by-products have been recycled to SCC, such as waste carpet fibers and palm oil fuel ash (Mohammadhosseini et al., 2017, 2018), limited research has been conducted on the engineering properties of SCC incorporating the treated sediments. Sediments used as fillers in SCC achieved good performance (Rozas et al., 2015; Rozière et al., 2015b). Bouhamou et al. (2016) evaluated the influence of using 10%, 15%, and 20% replacements of cement by calcined dam mud sediments treated at 750 °C for 5 h on the shrinkage of SCC. They reported that the increase in calcined mud content resulted in more viscous and less workable SCC for a given water content. A higher mechanical strength of SCC containing 10% calcined mud was reported. However, notably, the control SCC mixture exhibited the highest strength development. It was also reported that the addition of calcined mud resulted in lower autogenous shrinkage. This was attributed to the formation of expansive calcium aluminate hydrates, which compensated for the shrinkage. Nevertheless, the effect of sediments on fresh, hardened, and microstructural properties of SCC still not well understood.

4.4. Research significance

The present study is part of a wide investigation aimed at evaluating the feasibility of using dredged marine sediments from Dunkirk Port as SCM in SCC mixtures. Valorizing the sediments using high-fluid cement paste mixtures at different substitution rates did not significantly affect the fresh properties of paste when the water demand of sediments was considered (Safhi et al., 2018). The study showed that the treated sediments can be used for partial replacement of cement by up to 30%. Another study conducted on equivalent-SCC mortar mixtures confirmed the previously reported results (Safhi et al., 2019). However, although the treated sediments are considered as pozzolanic materials, the use of higher substitution rates reduced the strength and modulus of elasticity of SCC mortars. Optimum replacement rates of 7% and 35% in the case of binder content ranging between 380 and 600 kg/m³ and w/cm of 0.32 and 0.34, respectively, were reported.

The main objective of this study is to obtain deeper insights into the effect of using treated sediment on the fresh, physical, hardened, and microstructural properties of SCC proportioned with a fixed binder content of 450 kg/m³. A leaching test was conducted to evaluate the potential of producing SCC containing recycled sediments.

4.5. Materials and Experimental Program

4.5.1. Materials characterization

The investigated SCC mixtures were fabricated using a ternary binder containing approximately 70% General Use (GU) cement, 25% class F fly ash, and 5% silica fume. Two crushed coarse aggregates (CA), including CA₁ and CA₂ with nominal maximum sizes of 20 and 10 mm, respectively, were used. The CA₁ and CA₂ aggregates, from St Dominique career, had a specific density of 2.76 and 2.72, water absorption values of 0.48% and 0.41%, and bulk densities of 1465 and 1444 kg/m³, respectively. A siliceous river sand with a specific density of 2.66, a water absorption of 1.09%, and a bulk density of 1785 kg/m³ was used.

The sediments used in this study were extracted from the Port of Dunkirk in France. They were dried in an oven at 60 °C and subsequently sieved to recuperate fine particles smaller than 2 mm. Thermogravimetric analysis (TGA) was performed using NETZSCH STA 449 and nitrogen gas in a controlled environment with argon flow (75 ml/min) at variable temperatures ranging between 105 and 1100 °C at an increasing rate of 2 °C/min. Differential thermal analysis was also performed using NETZSCH DSC 404F3 at ambient air and variable temperatures (0 to 1000 °C, at a range of 5 K/min/1000). As can be observed in Figure 4-1, the first weight loss around 300 °C was due to the evaporation of water and dehydration of gypsum (Siavalas et al., 2013). The weight loss of 3.2% observed between 400 and 500 °C was due to the combustion of carbon and organic matter, as shown by the increase in the released carbon. This loss was associated with an exothermal peak. A higher weight loss between 550 and 750 °C was observed, which was associated with an endothermic peak due to the decomposition of calcite

(CaCO₃) (Madrid et al., 2017). Above 800 °C, the weight loss and calorimetry flux tended to stabilize, which confirmed that almost all organic matter was eliminated. Calcination at 800 °C for 1 h was chosen as the thermal treatment. After calcination, the powder was ground and then sieved to meet a d₅₀ of less than 45 µm, and the obtained product was referred to as treated marine sediment (TMS). The visual aspect of those sediments at the various stages of treatment is shown in Figure 4-2.

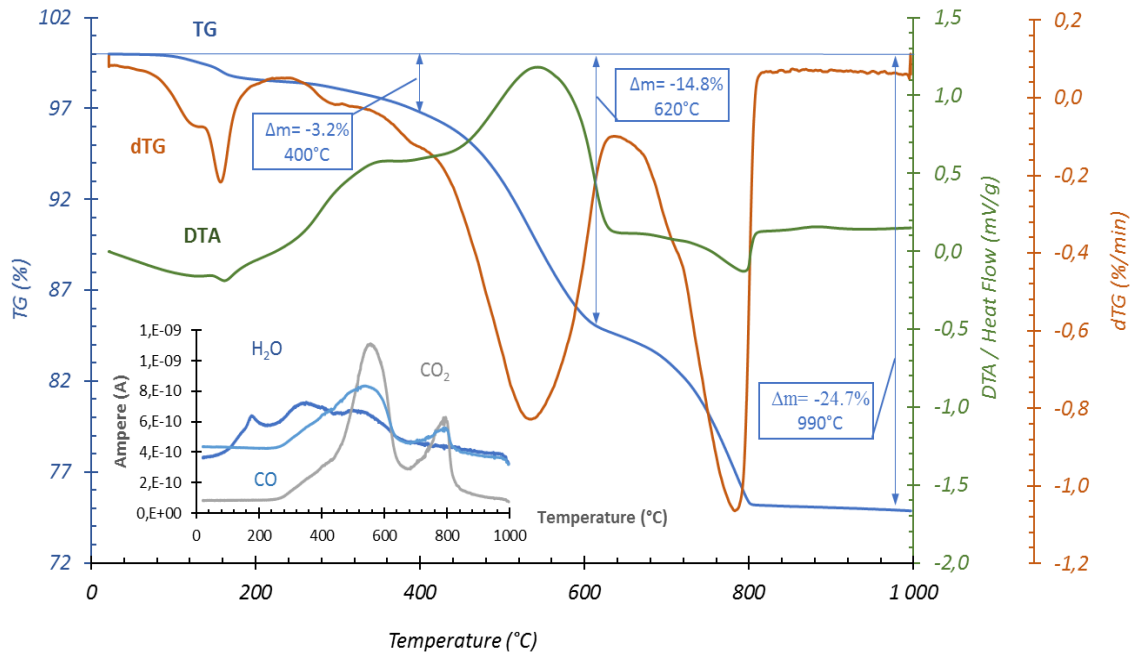


Figure 4-1: TGA-DSC curves of raw sediments



Figure 4-2: Visual aspect from the left to right: raw dried, calcined, ground sediments

The physical and chemical characteristics of the ternary binder, raw sediments, and TMS are summarized in Tableau 4-1. Calcination had a beneficial effect in that it increased the density of the sediments through the elimination of organic matter. The sediments were also chemically activated with an increase in silica (+37%), despite the decrease in the concentration of aluminum, calcium, ferric, and magnesium oxides. Silicon dioxide can react with calcium hydroxide (CH) to form additional pozzolanic (C-S-H) gel. The content of Fe₂O₃ and K₂O indicates the presence of illite. The changes in the colors of sediments after calcination were

due to the decrease of Fe₂O₃ content from 9.7% to 5.3%. Notably, a decrease in sulfur trioxide (SO₃) content was observed, which decreased the risk of delayed ettringite formation. The particle-size distributions of the CA, sand, cement, and TMS are shown in Figure 4-3. As can be observed, the particles of TMS have a spherical morphology.

Tableau 4-1 : Main physio-chemical characteristics of powders

Characteristics		Ternary binder	Raw Sediments	TMS
Physical properties	Density (kg/m ³)	2888	2467	2704
	BET Surface Area (m ² /kg)	2535	-	3143
Major oxide (wt %)	Al ₂ O ₃	8.54	4.12	3.85
	CaO	43.1	11.4	9.73
	Fe ₂ O ₃	6.46	9.75	5.32
	MgO	1.62	0.96	0.76
	P ₂ O ₅	0.14	0.14	0.14
	SO ₃	3.39	1.49	0.30
	SiO ₂	29.4	52.3	71.9
	TiO ₂	0.41	0.42	0.27
	K ₂ O	1.09	0.95	1.07
	Na ₂ O	0.26	0.66	0.73
	Alkali equivalent Na ₂ O + 0.658 × K ₂ O	0.98	1.29	1.43
	Other undetected oxides	1.68	0.64	0.67
	LOI (1050 °C)	3,75	16,9	5,18

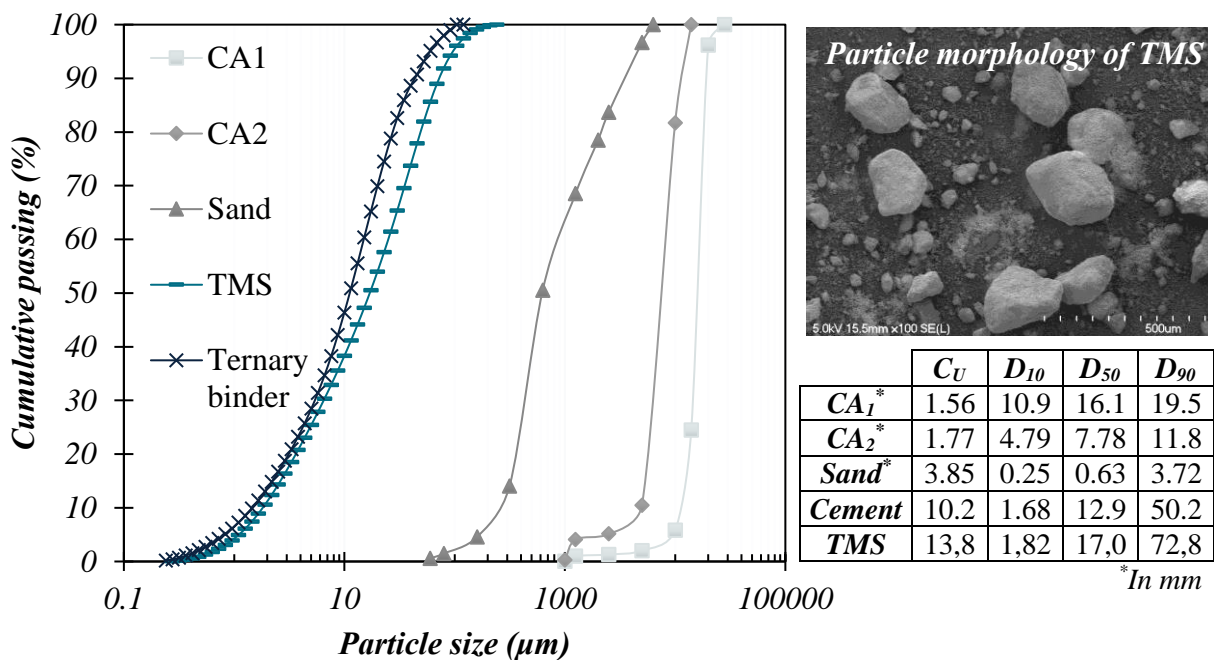


Figure 4-3: Particle size distributions of powders and aggregates

4.5.2. Packing density of aggregate

The packing density (PD) of the aggregate was determined to minimize the paste content and produce SCC with a relatively low binder content. Enhancing the PD can also reduce the high-range water reducing admixture (HRWRA) demand and the viscosity of the concrete (Khayat et al., 2002) and can increase the static stability, compressive strength (Aïssoun et al., 2016), and modulus of elasticity. A high PD can reduce porosity, chloride diffusion, and shrinkage (Abd Elrahman and Hillemeier, 2014). The PD was experimentally determined using a modified version of the test procedure described in ASTM C29 (2017). It involved determining the PD of materials poured from a V_{funnel} into a recipient. The used V_{funnel} had an upper opening of $75 \times 515 \text{ mm}^2$ and an outlet opening of $75 \times 65 \text{ mm}^2$, as described by the EFNARC. A 7-l cylindrical container with a diameter of 200 mm was used as the recipient. Goltermann et al. (1997) suggested that the diameter of the cylinder should be larger than 10 times the nominal maximum size of the aggregate. Nanthagopalan and Santhanam (2012) used the same test procedure with different test setups.

To establish a compact granular skeleton, a mixture design approach based on varying the fine and coarse aggregate, CA_1 , CA_2 , and sand at volumetric proportions from 0 to 100% was used. Different volumetric proportions of CA_1 , CA_2 , and sand were manually mixed and used to determine the PD according to the ENFRAC method. The premixed aggregate combinations were placed in the V_{funnel} and poured into the container from a height of 0.20 m without any vibration. The exceeded quantity was stricken off, and the mass of the filled container was measured. As can be observed in Figure 4-4, the experimental data, in which each red point represented 16 different combinations of aggregates, were used to establish the corresponding contour diagrams (red points in Figure 4-4).

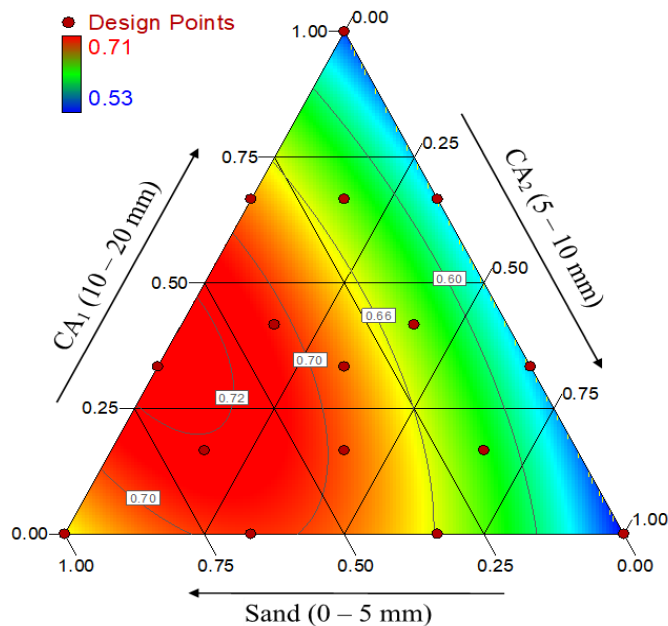


Figure 4-4: Ternary PD diagram, red point represents experimental points

Using the proportions, the reel masses of each component and the voids content were determined, and then, the PD values were calculated as follows:

$$\text{Equation 4-1} \quad \text{Packing density} = 1 - \text{Void content} = 1 - \frac{(V_{\text{container}} - V_{\text{CA1}} - V_{\text{CA2}} - V_{\text{S}})}{V_{\text{container}}}$$

where $V_{\text{container}}$, V_{CA1} , V_{CA2} , and V_{S} are the volumes of the used container, CA₁, CA₂, and sand. The quadratic multi-regression model showed the best fit for the experimental measurement ($R^2 = 0.980$, a p-value < 0.001 , and a low standard deviation of 0.01). Depending on the selected aggregate combination, the PD varied from 0.530 to 0.720. The sand was found to be the most dominant parameter. The optimal PD of 0.72 was reached by different combinations of aggregates as shown in Figure 4-4. Following the recommendations of EFNARC to produce SCCs ($48 \leq V_{\text{FA}}/V_{\text{A}} \leq 55\%$), a higher PD of 0.72 could not be directly assumed; then, a PD of 0.70 was chosen. This PD can be achieved using 893 kg/m³ of sand, 147 kg/m³ of CA₁, and 578 kg/m³ of CA₂, which correspond to 55%, 10%, and 40% by volume, respectively.

4.5.3. Mixtures proportioning

Three SCC mixtures were prepared with 0 (SCC-R), 10% (SCC-1), and 20% (SCC-2) cement replaced with TMS by mass (Tableau 4-2). The mixtures were prepared with a constant water-to-cementitious materials ratio (w/cm) of 0.40. The water demand of sediments was calculated according to the method reported by Sedran et al. (2007). A commercially compatible HRWRA was used at an optimum dosage of 1200 ml/100 kg of binder to secure the targeted slump flow (S_{flow}) of 680 ± 20 mm.

All the investigated mixtures were prepared in a rotating drum mixer in batches of 60 l. The mixing sequence was as follows: homogenizing sand for 30 s, followed by adding coarse aggregate and mixing for 60 s. One third of the water was then added, and the material was mixed for 30 s. The cementitious materials were added and mixed for 30 s before introducing HRWRA diluted with one third of the water. The concrete was then mixed for an additional 120 s followed by the addition of the last portion of water. The concrete was mixed for 60 s and left to rest for 2 min, after which the mixing was resumed for another 3 min.

Tableau 4-2 : Mixture proportions of the investigated SCC mixtures

<i>Materials</i>	<i>SCC-R</i>	<i>SCC-1</i>	<i>SCC-2</i>
	<i>Content in kg/m³</i>		
<i>Cement</i>	450	405	360
<i>TMS</i>	-	45.0	90.0
<i>CA₁</i>	147		
<i>CA₂</i>	578		
<i>Sand</i>	893		
<i>Water (w/cm = 0.4)</i>	180	162	144
<i>Added water (w/s =0.35)</i>	-	15.7	31.5

4.6. Results and discussion

4.6.1. Fresh properties

Before casting, fresh property tests (e.g., S_{flow} diameter, T_{500} , V_{funnel} time, J_{Ring} diameter, L-box, resistance to static segregation, and air content) were performed according to the EFNARC guidelines. The fresh properties of the investigated SCC mixtures are summarized in Tableau 4-3. The SCC mixtures achieved a S_{flow} ranging between 685 and 695 mm, which corresponded to SCC class 2 (SF2) based on EFNARC. A slight decrease in S_{flow} was observed when the TMS content increased, which could be explained by the increase in their specific surface area. Laidani et al. (2020) found that fine calcined bentonite particles decreased the S_{flow} because of the increased particle surface area of bentonite compared to OPC. All the SCCs exhibited a similar T_{500} value of 2 s, and the V_{funnel} flow time ranged between 6 and 8 s, which agrees with the fresh density (which increased with increasing TMS content). The H_2/H_1 ratio was determined to evaluate the self-leveling properties, blocking, and stability of concrete (Khayat et al., 2004). The results of L-box flow show that the H_2/H_1 ratio ranged between 0.85 and 0.98, and the Δ between S_{flow} and J_{Ring} flow was < 50 mm. The findings indicate that all mixtures have a good passing ability and were within the targeted range. The segregation index $\leq 10\%$ and the Δ between initial and final V_{funnel} flow $\leq 10\%$ indicates the good stability of the studied SCCs.

Tableau 4-3: Results of fresh properties of SCCs

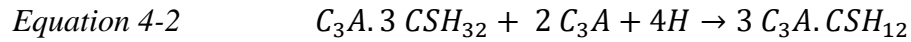
<i>Properties</i>		<i>SCC-R</i>	<i>SCC-1</i>	<i>SCC-2</i>
<i>Filling ability</i>	<i>S_{flow} (mm)</i>	695	690	685
	<i>T₅₀₀ (s)</i>	2.00	2.03	2.06
	<i>Initial V_{funnel} time (s)</i>	8.10	7.41	6.66
<i>Passing ability</i>	<i>J_{Ring} flow (mm)</i>	655	662	665
	<i>L-box flow</i>	0.98	0.94	0.85
<i>Stability</i>	<i>Δ_t initial & final V_{funnel} (%)</i>	5.43	3.37	9.31
	<i>Sieve segregation (%)</i>	6.59	8.47	6.23
<i>Air content (%)</i>		3.90	2.20	1.38
<i>Fresh density (kg/m³)</i>		2310	2366	2376

4.6.2. Physical properties

4.6.2.1. Thermal calorimetry kinetics

Paste mixtures containing 0, 10, and 20% of TMS and a fixed water-to-binder ratio of 0.50 were prepared and used to evaluate the calorimetric flux using an isothermal calorimeter (TAM Air) within 50 h according to ASTM C1679 (2017). The hydration heat evolution curves of cement-sediment binders are shown in Figure 4-5. Right after mixing the binder with water and because of the rapid dissolution of sulfate and aluminate, a sharp exothermic peak was observed which was caused by the formation of Aft (alumina, ferric oxide, tri-sulfate) linked to

a rapid decrease in heat emission. Addition of TMS retarded the hydration of the binder. As can be observed, the SCC-R paste generated 3.27 mW/g of heat after 8.53 h, whereas SCC-1 and SCC-2 pastes released 2.96 and 2.77 mW/g heat after 8.63 and 8.58 h, respectively. The first endothermic peak was mainly related to C₃S and C₃A hydration which formed C-S-H and ettringite, respectively. The second peak was associated with a certain surplus or delay in C₃A hydration due to the increase in gypsum content; therefore, the ettringite transformed to monosulfate according to the following equation:



Unlike the results reported by Benzerzour et al. (2017), the incorporation of TMS reduced the heat of hydration. This contradiction can be explained by the fineness of TMS used in this study, which was coarser (d₅₀ of TMS particles is 17 µm) than that (d₅₀ of TMS particles is 5 µm) used by Benzerzour et al. (2017). This resulted in higher hydration kinetics of sediments. In contrast, the retarding effect was caused by the reduction of the Ca²⁺ ions, which affected the hydration kinetics, delayed Ca(OH)₂ nucleation, and generated an unstable C-S-H gel with low Ca/Si ratio, which slowly changed into a stable C-S-H gel (Han et al., 2014). A second possible cause could be the agglomeration of sediments, which entrapped some mixing water between flocs and reduced the available water for hydration (Oey et al., 2013).

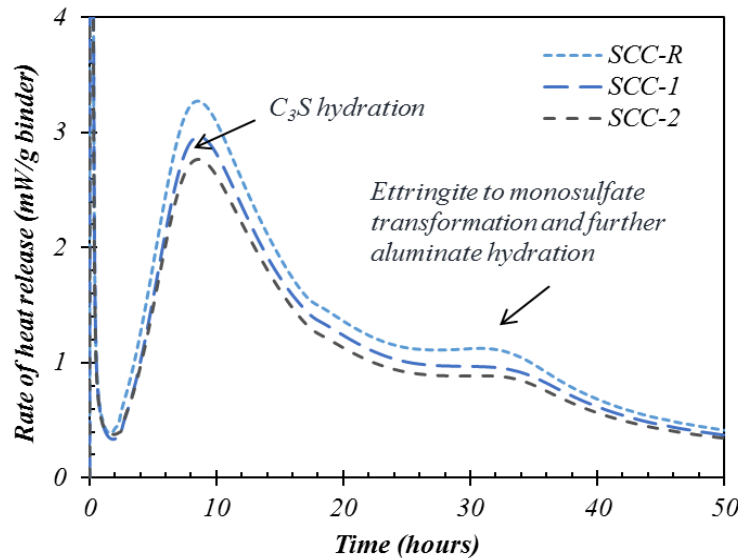


Figure 4-5: Evolution of heat hydration for the different SCC mixtures

4.6.2.2. X-ray diffraction analysis (XRD)

XRD analyses were conducted at an age of 40 days on dried and ground pastes. Analyses were conducted using a Panalytical X'Pert Pro MPD Diffractometer equipped with CuK α radiation ($\lambda = 1.54 \text{ \AA}$). Figure 4-6 shows that quartz (Q), ettringite (Ca₆Al₂S₃O₅₀H₆₄), and portlandite (Ca(OH)₂) were the main phases. Some minor phases, such as gypsum (CaSO₄2H₂O), alite (Ca₃SiO₅), calcite (CaCO₃), and tricalcium aluminat (Ca₃Al₂O₆), were also detected. The XRD analysis results agreed with the results of the thermal calorimetry kinetics

with respect to the formation of ettringite. The early-age phase ($9-2\theta^\circ$) was a solid solution of carbonated ettringite (hemcarbonate) and OH^- substituted mono-sulfate ettringite (Van Bunderen et al., 2019).

The three samples made with different TMSs exhibited the same pattern; overall, there were no significant differences in hydration products. The greater the TMS substitution rate, the higher the intensity of diffraction peaks of quartz ($21, 27, 37, 50, 60,$ and $68\ 2\theta^\circ$). This result was consistent with the results of XRF analysis: the high $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ ratio indicates the presence of free silica. Compared with the reference paste, the other pastes containing 10 and 20% TMS exhibited lower intensity diffraction peaks of portlandite, which can be attributed to the pozzolanic activity of sediments.

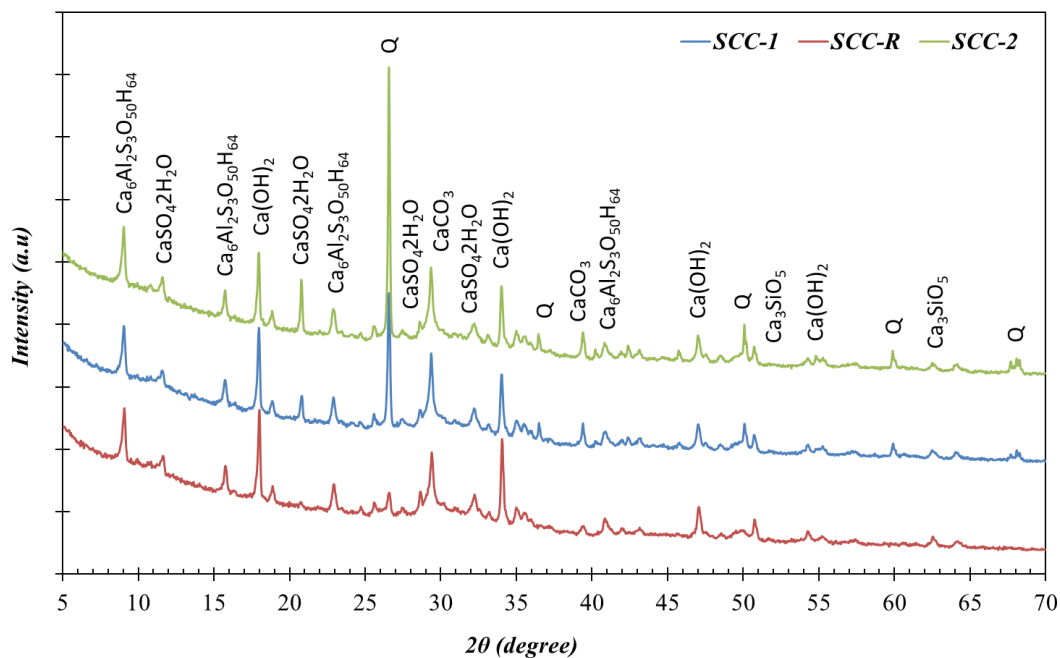


Figure 4-6: XRD analysis of the different SCCs pastes

4.6.3. Hardened properties

4.6.3.1. Compressive and splitting tensile strengths

Compressive strength (ASTM C39, 2018) and splitting tensile strength (ASTM C496, 2017) were determined from $100\ \text{Ø}\ 200\ \text{mm}$ cylindrical specimens (3 samples for each test), at 3, 28, 56, and 90 days. The results are presented in Figure 4-7. The investigated SCC mixtures showed a similar tendency of increase in strength with curing time.

The compressive strengths of the SCC-1 mixture made with a replacement rate of 10% increased by approximately 10%, 2%, 3%, and 4% after 3, 28, 56, and 91 days, respectively. However, for a replacement rate of 20%, the early-age compressive strength of the SCC-2 mixture was lower than that of the control mixture but was comparable at later ages. These results are consistent with data obtained in the case of SCMs, which required more curing time to develop

their strength. For the splitting tensile strength, the SCC-1 mixture showed a similar behavior to that of SCC-R. However, at 20% replacement, the SCC-2 mixture showed a slightly lower strength at an early age, which was still acceptable considering the standard deviation. According to Çakır (2014), the development of the tensile splitting strength was mainly attributed to the binder rather than the other ingredients. Therefore, the increase in the TMS content resulted in lower amount of hydration products, which can lead to higher porosity, lower bonding strength, and weaker ITZ (Wong et al., 2009).

The optimization of the PD and the type of aggregate had an important role on strength development. Nevertheless, replacing more than the above-mentioned contents of TMS would not result in a pozzolanic reaction but would deteriorate the mechanical properties.

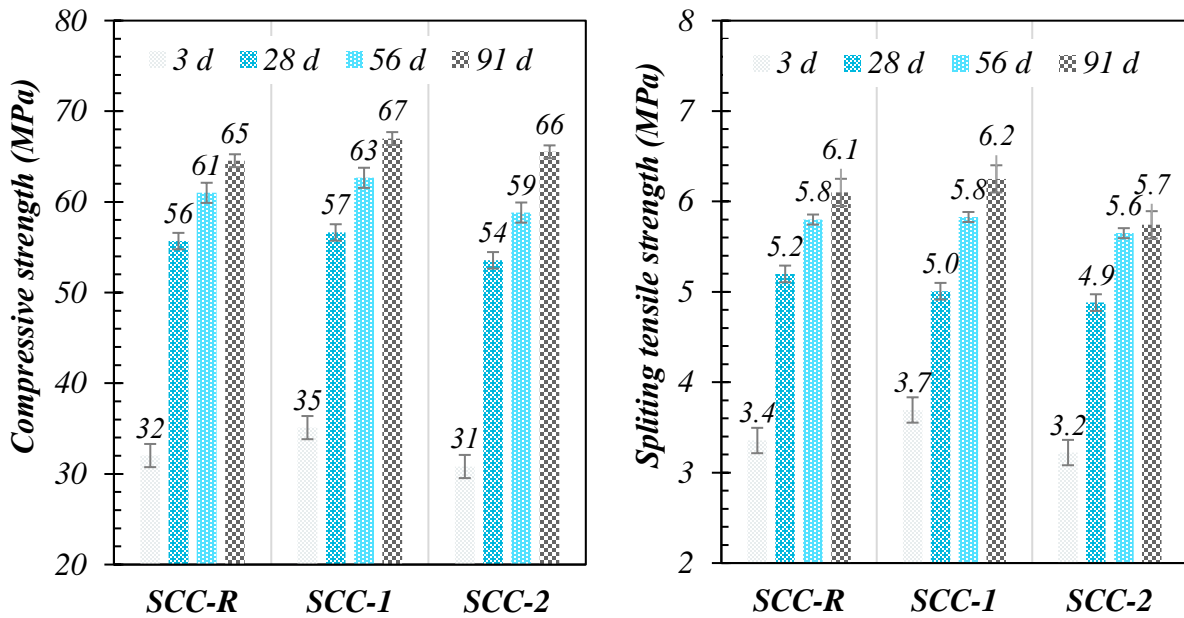


Figure 4-7: Mechanical strengths of the investigated SCC mixtures

4.6.3.2. Ultrasonic pulse velocity (UPV) and dynamic modulus (E_{dyn})

The UPV is a non-destructive test that assesses the internal microstructural soundness, micro-cracking, homogeneity, and compactness (Skaropoulou et al., 2013). UPV is associated with micro-crack formation in concrete (Ashrafian et al., 2018). UPV was performed according to ASTM C597 (2016) on the specimens tested for compressive strength. The dynamic modulus (E_{dyn}) was determined theoretically from the UPV values using the following equation:

$$\text{Equation 4-3} \quad E_{dyn} = \frac{\rho (1+\mu)(1-2\mu)}{1-\mu} V^2$$

where ρ is the density (kg/m^3), μ is the dynamic Poisson's ratio, and V is the pulse velocity (m/s) of concrete. The results of UPV and the calculated E_{dyn} values are shown in Figure 4-8. The SCC-R mixture had a velocity of 4460 m/s (44 GPa) at 3 days, which increased to 4900 m/s (52 GPa) at 91 days. The SCC-1 and SCC-2 mixtures showed nearly the same behavior: 4300 m/s

(40 GPa) at 3 days followed by a low increase until the velocity reached that of the SCC-R mixture at 56 days. The stabilization after 56 days reflects the total CH consumed by the pozzolanic reaction. The evolution of velocity followed the ongoing hydration reactions of binder materials that formed a denser and interlocked microstructure. Overall, the results indicated the good quality of the investigated SCCs and agreed with the strength measurements.

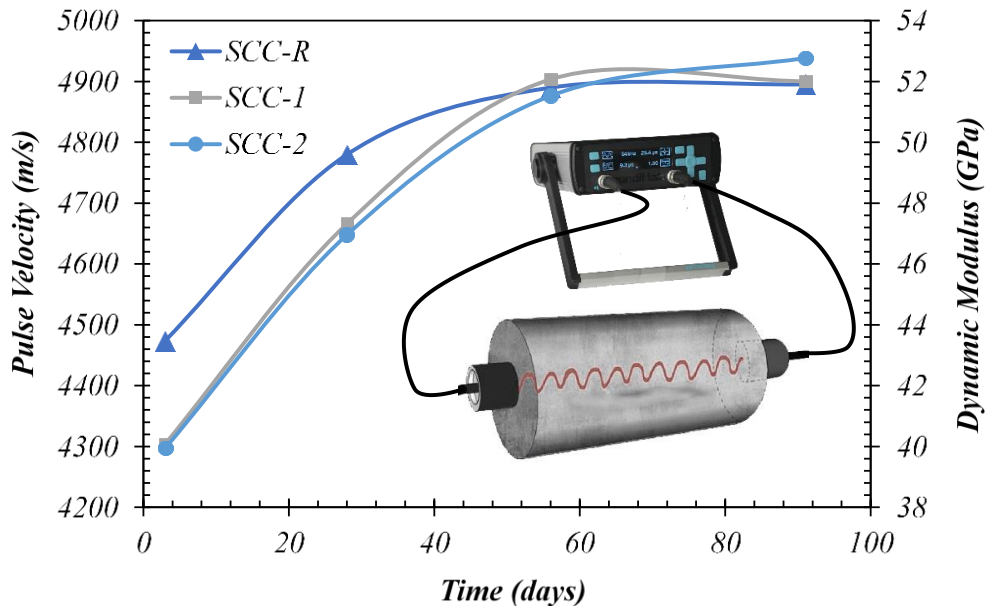


Figure 4-8: Ultrasonic pulse velocity and E_{dyn} of the different SCCs

4.6.4. Microstructure characterization

4.6.4.1. Mercury porosimetry

Microstructural and pore size distribution of the SCC mixtures were investigated. Fragments taken from SCC mortar portions were dried at 105 °C for 24 h before mercury intrusion porosimetry testing. The differential pore size distributions and the cumulative adsorption were calculated and are illustrated in Figure 4-9 and Tableau 4-4. The three SCC mixtures showed approximately the same pattern with apparent diameters of most pores in the range of 5 to 50 nm. According to Cheng et al. (2018), the pore structure can be divided into three major ranges: micro-pores (< 20 nm), meso-pores (20–200 nm), and macro-pores (> 200 nm), which is related to impermeability, less permeability, and high permeability, respectively. Increasing the TMS content generated a shift in the differential curve peak, which decreased the micro-pores from 32.3 nm to 21.1 and 26.3 nm for the SCC-1 and SCC-2 mixtures, respectively. This is shown clearly in the cumulative volume: the meso-pores increased, which denotes that the pores became finer and denser.

According to Tableau 4-4, the SCC-1 mixture had the highest volume of micro-pores and the lowest volume of meso-pores, followed by SCC-2 and SCC-R mixtures. A negligible volume of macro-pores was observed in the three concrete samples, but it was mainly observed in the

SCC-R mixture. Although, the SCC-R mixture had the highest pore size, it exhibited a lower porosity (8.74%) compared with the SCC-1 (9.08%) and SCC-2 samples (9.57%). Nevertheless, the small particle size and high chemical activity of the TMS resulted in finer capillary porosity, which increased the density, improved the structure, and reduced the volume of meso-pores and micro-cracks. The porosity of the investigated mixtures indicates adequate durability because of the optimization of the PD and the pozzolanic reaction of TMS which refined and increased the density of ITZ.

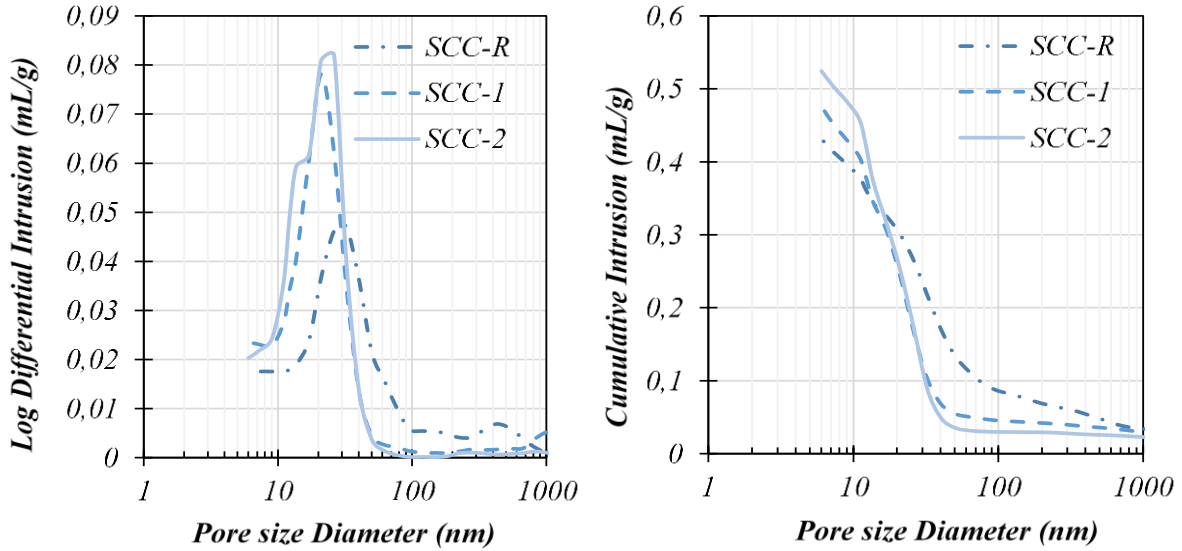


Figure 4-9: Pore structure of SCC fragments at 91 days

Tableau 4-4 : Pore size distribution of the investigated mixtures

Pore Ø (nm)		Pore size distribution (%)		
		SCC-R	SCC-I	SCC-2
Micro-pores	< 20	74.1	86.3	85.3
	20 - 50	22.7	13.2	14.5
Meso-pores	50 - 200	2.73	0.36	0.11
	200 - 1000	0.42	0.12	0.05
Macro-pores	> 1000	0.05	0.01	0.00

4.6.4.2. Interfacial transition zone

When the concrete is subjected to external forces, stresses are transferred to the ITZ. This factor is very important because the bonding between the cementitious paste and aggregates within the transition zone governs the concrete strength (Brandt, 1995). De Larrard and Belloc (1997) addressed a specific characteristic of the ITZ which is called the maximum paste thickness (MPT), which represents the mean distance between the contiguous CA as follows:

$$\text{Equation 4-4} \quad MPT = D_{max} \left(\sqrt[3]{\frac{g^*}{g}} - 1 \right) \quad \text{where} \quad g^* = 1 - 0.45 \left(\frac{d_{min}}{d_{max}} \right)^{0.19}$$

where D_{max} is the maximum size of aggregate (20 mm), g is the aggregate volume ($0.266 \text{ m}^3/\text{m}^3$), g^* is equal to the PD of the aggregate, and d_{min} and d_{max} are the minimum and the maximum sizes of aggregate corresponding to 10 (0.18 mm) and 90% (8.86 mm) passing, respectively. MPT is considered a small-scale compressive strength test where the cementitious paste is the concrete specimen and the two juxtaposed CA are the test machine platens (T. de Grazia et al., 2019). A low MPT is associated with higher mechanical properties (Shadkam et al., 2017). The calculated MPT in this study was 8.70 mm, which is lower than those observed in previous studies (Shadkam et al., 2017; T. de Grazia et al., 2019).

To understand the formation of ITZ, the morphology characteristics of fragments of concrete were analyzed using a Hitachi S-4700 scanning electronic microscope (SEM). Figure 4-10 represents the results of the coupled SEM-EDS analysis conducted on SCC-R and SCC-1 fragments. It was observed that the C-S-H mineral phases were well-formed, and large amounts of hydration products covered the particles forming a dense and homogeneous microstructure. However, for the SCC-2 mixture (Figure 4-11) a disordered structure with a large amount of open pores was observed. In addition, numerous sulfate phases were detected in the SCC-2 mixture. This suggests that the ratio of calcium sulfate to tricalcium aluminate was high; otherwise, the ettringite tended to be replaced by calcium aluminate monosulfate phases. In addition, increasing the TMS content increased the calcium silicate content. Diverse CH crystallization was observed in the SCC-2, with thin hexagonal and globular shaped portlandite crystals (Alite and Belite) (Figure 4-11-c) and a likewise rice particles of CH (Figure 4-11-b). This fact confirms the low Ca/Si ratio at 20% of incorporation, which refers to the poor quality of the blended binder.

SEM and XRD analyses of the different SCCs demonstrated that increasing the TMS promoted the formation of ettringite, which may play an important role in the drying of the matrix and stabilization. The well formation of C-S-H improved the microstructure by improving the solid-to-solid phase connectivity and reducing the pore-to-pore connectivity. Nevertheless, further investigation on thermodynamic modeling of this blended binder is highly recommended.

4.6.5. Leaching test

To analyze the mobility of trace elements (pollution indicators), a leaching test was performed on ground fragments taken from the investigated SCC mixtures according to the NF EN 12457-2 (2002), using a liquid-to-solid ratio of 10:1 l/kg. The results are summarized in Tableau 4-5. Increasing the TMS decreased the barium content in the matrix, which is a highly reactive and toxic metal. A decrease in the concentrations of nickel, sulfates, and soluble fraction was noted as well. In contrast, increasing the TMS content increased the concentration of chrome and chlorides. Concentrations of As, Cd, Mo, Pb, Sb, Se, and Zn were below or close to the detection limits and were in the same order of magnitude, which indicates that there was no significant change in the chemistry and solubility. Overall, the concentration of trace elements in the ground powder of the three SCCs was below the inert waste leaching limit according to the French Directive no. 0289 Published on December 14, 2014.

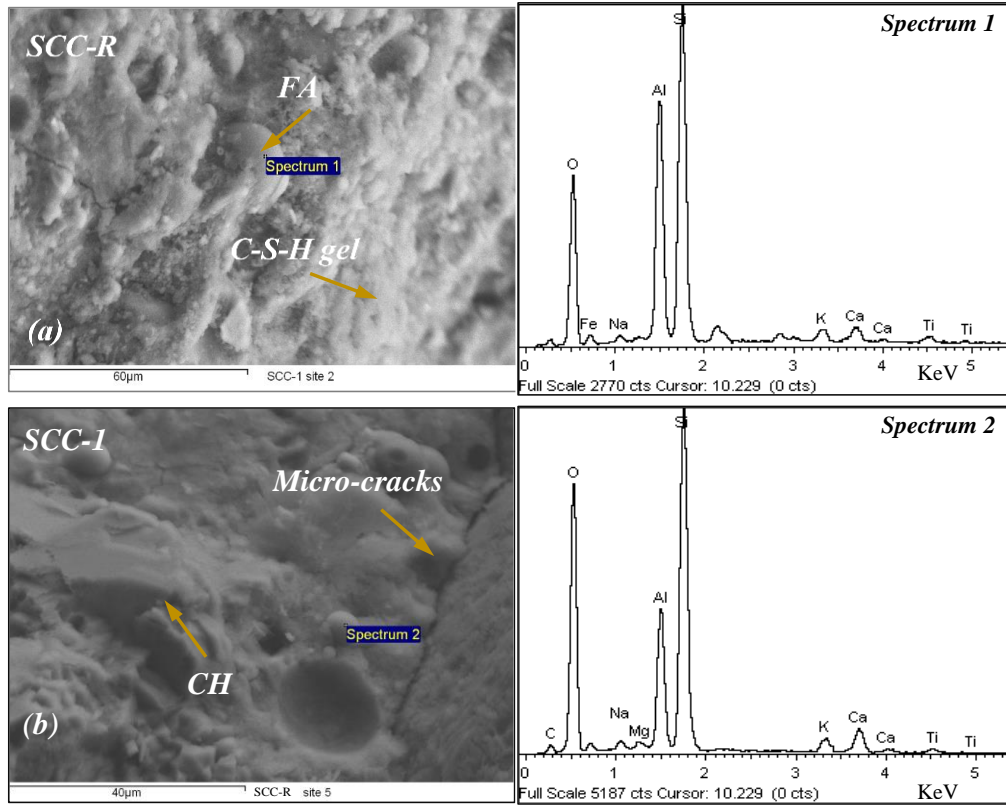


Figure 4-10: SEM-EDS analysis of SCC-R and SCC-1 at 91 days

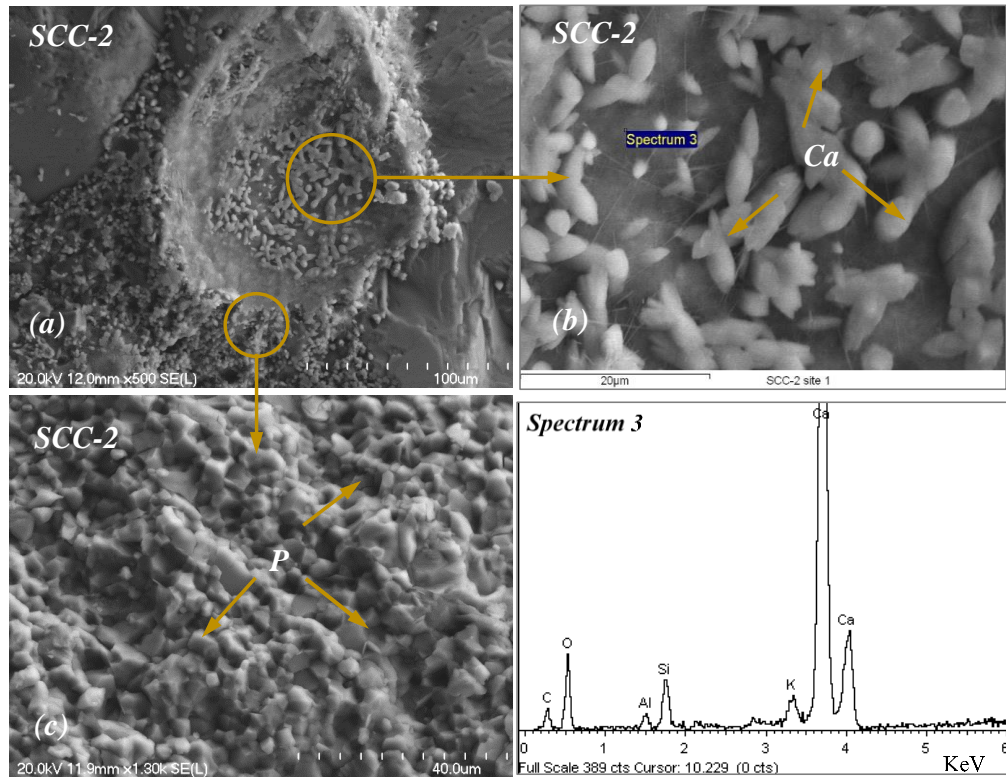


Figure 4-11: SEM-EDS analysis of SCC-2 at 91 days

Tableau 4-5 : Mobility of heavy metal and ionic content (mg/kg) in the SCCs

	SCC-R	SCC-1	SCC-2	Limit
<i>As</i>	<0.08	<0.08	<0.08	0.50
<i>Ba</i>	9.33	2.99	2.78	20.0
<i>Cd</i>	<0.01	<0.01	<0.01	0.04
<i>Cr</i>	0.01	0.19	0.22	0.50
<i>Cu</i>	0.03	0.06	0.05	2.00
<i>Mo</i>	<0.06	0.08	0.08	0.50
<i>Ni</i>	0,14	< 0,06	< 0,06	0,40
<i>Pb</i>	< 0.03	< 0,03	< 0,03	0,50
<i>Sb</i>	< 0.06	< 0,06	< 0,06	0,06
<i>Se</i>	< 0.09	< 0,09	< 0,09	0,10
<i>Zn</i>	< 0.02	< 0,02	< 0,02	4,00
<i>Fluorides</i>	7.00	9.00	7.00	10.0
<i>Chlorides</i>	13.0	44.0	85.0	800
<i>Sulfates</i>	56,0	47,0	35,0	1000
<i>Soluble Fraction</i>	6057	5221	4835	4000

4.7. Conclusion

This study aimed to evaluate the influence of using treated marine sediments as SCM on the fresh, physical, hardened, microstructural, and environmental properties of SCC. Based on the experimental data, the following conclusions can be drawn:

1. The thermal treatment was efficient and led to an increase in the density and content of silicone dioxide (higher intensity of diffraction peaks of quartz) and a decrease in the content of sulfur trioxide.
2. The investigated SCC mixtures exhibited adequate self-consolidation characteristics with high filling ability, low T_{500} , high passing ability, and high stability for SCC production. The increase in TMS content did not significantly affect the workability.
3. TMS reduced the heat of binder hydration, which can be a positive effect in the case of mass concrete or a negative effect (early strength development) depending on the targeted application.
4. The investigated SCC mixtures showed similar strength development. The SCC-1 and SCC-2 mixtures exhibited a compressive strength of 66 ± 1 MPa, which is similar to that of the reference mixture, at 91 days. Nevertheless, the SCC-2 mixture required a longer curing time to develop its mechanical properties. The results of the UPV agree with the strength findings and provided more insight into the development of internal microstructural micro-cracks in the investigated mixtures.
5. Microstructure development was improved by the incorporation of TMS. The SCC-1 mixture exhibited the highest volume of micro-pores, and the lowest volume of meso-

pores, followed by the SCC-2 and SCC-R mixtures. The average total porosity of the three mixtures was approximately 9% with a standard deviation of 0.42%. This low porosity was mainly due to the pozzolanic reaction of the TMS which refined and increased the density of the ITZ.

6. The microscopic examinations indicated that an increase of TMS increased the content of calcium sulfate and calcium silicate. The SCC-1 and SCC-R mixtures showed similar well-formed ITZ. However, the microstructure of the SCC-2 mixture was disordered with a large amount of open pores. Increasing the content of TMS over 20% led to a negative microstructural effect.
7. The above findings, in addition to the leaching test result, should promote the valorization of dredged sediments in SCC as alternative SCM, thus contributing to the reduction of the carbon footprint of concrete production.

Acknowledgements

The research work was carried out at the Department of civil and Building Engineering of the Université de Sherbrooke, Canada. This work was funded by grants from: “Fonds de Recherche Nature et Technologies du Québec” (FRQNT), Natural Sciences and Engineering Research Council of Canada (NSERC), and IMT Lille Douai. Authors would like to thank SIKA Canada (Montreal) for providing the admixtures, and Ph.D. student Fantous Toufik for his help in conducting testing on SCC.

CHAPITRE V : DURABILITÉ DES BAPS A BASE DES SÉDIMENTS DE DRAGAGE

5.1. Résumé général de l'article

5.1.1. Introduction

L'objectif de ce chapitre est d'évaluer les indicateurs de durabilité du BAP à base de sédiments marins traités en remplacement partiel du ciment ternaire. Trois BAPs différents ont été testés : SCC-R, SCC-1 et SCC-2 correspondent à des taux de substitution différents : 0, 10 et 20 % respectivement. Les propriétés de l'état frais ont été déterminées, ainsi que les propriétés mécaniques et l'analyse de la microstructure. Les indicateurs de durabilité ont été étudiés en termes de capacité de sorptivité et d'absorption, de pénétrabilité aux chlorures, de résistivité électrique, de retrait de séchage, d'attaque externe au sulfate, de réaction alcali-silice, et de carbonatation accélérée. La réactivité pouzzolanique des sédiments a amélioré la microstructure et conduit à une zone de transition interfaciale plus dense. Les trois BAPs ont une résistance à la compression équivalente et, pour tous les indicateurs de durabilité, il a été noté que le SCC-1 avait une performance équivalente ou meilleure par rapport au BAP de référence. Néanmoins, le SCC-2 peut être utilisé en fonction des conditions d'exposition.

5.1.2. Matériaux

Les matériaux utilisés et la méthode de formulation dans cette section ont été les mêmes que ceux utilisés dans le Chapitre V Section 4.5.1.

5.1.3. Protocole expérimental

Les propriétés physiques des différentes BAPs ont été étudiées. Les propriétés à l'état frais ont été testées juste après la fin du mélange. Cela comprenait la fluidité (affaissement et écoulement), la capacité de passage (J_{Ring} et boîte en L), la résistance à la ségrégation statique, et la teneur en air. Les indicateurs de durabilité ont été évalués en testant le retrait au séchage des mortiers, l'absorption et la sorptivité, la pénétrabilité au chlorure, la résistivité électrique, l'attaque externe au sulfate, la réaction silico-alcaline, et la carbonatation accélérée. La microstructure des fragments des BAPs a été étudiée. La porosité totale et la distribution de la taille des pores ont été mesurées par porosimétrie au mercure.

5.1.4. Résultats et discussion

Pour le retrait de séchage : il a été observé que la contraction par séchage se développait rapidement jusqu'à 7 jours, juste après, le retrait avait commencé à se stabiliser pour tous les BAPs jusqu'à la fin de l'essai. Il a été remarqué que le SCC-R a présenté plus de retrait que SCC-1 et SCC-2, environ 8,4 et 4,9 % respectivement à 49 jours. Il y a une perte de masse rapide du 1^{er} au 7^e jour, suivie par une stabilisation jusqu'à 49 jours. Augmentant le taux d'incorporation

de TMS, génère plus de perte de masse. La réactivité pouzzolanique du TMS a réduit le retrait au séchage.

Pour l'Absorption et la sorptivité : l'absorption d'eau de tous les échantillons augmentait avec le temps de murissement. La tendance de l'absorption initiale de SCC-R et de SCC-1 est presque identique, mais celle de SCC-2 a été légèrement distinguée. Pour l'absorption secondaire, il a été remarqué que la présence de sédiments augmente l'absorption, ce qui indique une porosité et une perméabilité plus élevées. La sorptivité initiale du SCC-1 et du SCC-2 est proportionnellement supérieure à celle du SCC-R, de 7,5 et 19,8 % respectivement. Cette tendance a augmenté pour la sorptivité secondaire : 37 et 62 % plus élevée que le SCC-R pour le SCC-1 et le SCC-2, respectivement.

Pour la pénétrabilité du chlorure et résistivité électrique : la résistivité électrique augmentait avec le temps de murissement pour tous les échantillons. La résistivité du SCC-1 est plus élevée à tous les âges par rapport à la référence (+ 8,1 % à 91 jours). Le comportement du mélange SCC-2 était similaire à celui de la référence à jeune âge jusqu'à 28 jours ; ensuite, la résistivité a diminué de 8,0 et 9,8 % à 56 et 91 jours par rapport à la référence. La pénétrabilité des chlorures des différents BAPs était inférieure à 1000 coulombs, ce qui indique un potentiel de corrosion très faible. Néanmoins, une teneur plus élevée en sédiments permettait une plus grande pénétrabilité par rapport à la référence : plus 3,9 et 19,3 % pour le SCC-1 et le SCC-2, respectivement.

Pour l'attaque de sulfate externe : il a été remarqué que les gonflements en longueur ont été inférieurs à 0,022 %. Il a été remarqué que la SCC-1 et la SCC-R avaient un même comportement similaire. Le mélange SCC-2 se distinguait dès le début avant d'atteindre une expansion supérieure de 27 % au bout de la 12^e semaine. Pour le changement de masse, un gain a été observé, en particulier pour le SCC-2, qui absorbe plus d'eau due aux microfissures générées par la dilatation.

Pour la réaction alcali-silice : les expansions de tous les BAPs sont inférieures à 0,10 % à 14 jours d'essai, ce qui indique un comportement inoffensif. Il a été remarqué qu'il y avait une expansion rapide dans tous les échantillons jusqu'à 0,035 % à 3 jours. Les mélanges SCC-1 et SCC-R ont presque la même tendance jusqu'à une expansion d'environ 0,07 % à 28 jours. Le SCC-2 a distingué dès le 3^e jour, avec une expansion plus élevée allant jusqu'à 0,075 % à 28 jours.

Pour la carbonatation accélérée : les BAPs ont avait la même tendance des profondeurs de carbonatation : elles augmentent avec le temps et avec l'augmentation de la teneur en TMS. Au 91^e jour de l'essai, les profondeurs atteignaient 4 mm pour SCC-R, tandis que celles du SCC-1 et du SCC-2 atteignaient 150 % et 200 %, respectivement, par rapport au SCC-R. Cela peut expliquer par la quantité de Portlandite dans le SCC-2 supérieure à celle dans le SCC-1 et le SCC-R, comme observé par les analyses MEB.

Caractérisation de la microstructure : les trois BAPs ont presque la même tendance : le diamètre de la majorité des pores a été dans une marge de 5 et 50 nm. Le SCC-1 a présenté la meilleure distribution de taille de pores avec un volume plus élevé de micropores et le volume le plus faible de mésopores, suivi par le SCC-2 et le SCC-R en dernier. Un volume négligeable de macropores a été observé, mais principalement dans le SCC-R. Bien que le SCC-R contienne la plus grande taille de pores, il a présenté une porosité plus faible de 8,74 % par rapport au SCC-1 (9,08 %) et au SCC-2 (9,57 %). Néanmoins, la porosité de tous les BAPs indique un très bon facteur de durabilité dû à l'optimisation de la compacité et à la réaction pouzzolanique du TMS qui raffine et augmente la densité de la ITZ.

5.1.5. Conclusion

Sur la base des performances globales des BAPs étudiés, la viabilité de la production de BAP incorporant des sédiments marins traités en tant qu'ajout cimentaire a été confirmée. Les conclusions de cette étude pourraient être résumées comme suit :

- Le retrait du séchage a été réduit en augmentant la teneur en TMS en raison de l'effet filler et de la réaction pouzzolanique ;
- Augmentant la teneur en sédiments résulte une augmentation en : taux d'absorption, en pénétrabilité au chlorure, et en profondeur de la carbonatation ;
- Le SCC-1 a le même comportement que le SCC-R en ce qui concerne la résistance à l'attaque externe du sulfate et à la réaction alcalis-silice. Le SCC-2 a approximativement deux fois moins de résistance;
- La microstructure a été améliorée grâce à l'intégration des sédiments. La faible porosité de tous les BAPs indique un très bon facteur de durabilité, dû à l'optimisation de la compacité et à la réaction pouzzolanique du TMS ;
- Globalement, les indicateurs de durabilité du mélange SCC-1 semblent comparables à ceux de la SCC-R. Le mélange SCC-2 reste recommandable considérable selon la classe d'exposition visée ;

DURABILITY OF SELF-CONSOLIDATING CONCRETE INCORPORATING DREDGED SEDIMENTS

Auteurs :

- ~ Amine el Mahdi Safhi ⁽¹⁾ ⁽²⁾: Candidat au doctorat,
- ~ Patrice Rivard ⁽¹⁾ : Professeur,
- ~ Mahfoud Benzerzour ⁽²⁾ : Professeur,

Affiliations :

- ⁽¹⁾ : Département de Génie civil et Génie du Bâtiment, Université de Sherbrooke, Canada
- ⁽²⁾ : Département de Génie civil et Environnemental, IMT Lille Douai, France

Titre du journal : —

Statuts : En cours de soumission

5.2. Abstract

The objective of this research is to evaluate durability indicators of SCC based on treated marine sediments as a partial replacement of ternary cement. Three different SCCs were tested: SCC-R, SCC-1, and SCC-2 correspond to different substitution rate: 0, 10, and 20% respectively. The fresh and rheological properties were measured, the hardened properties were tested, and the analysis of microstructure was conducted. The durability indicators were investigated in terms of sorptivity and absorption, chloride penetrability, electrical resistivity, drying shrinkage, external sulfate attack, alkali-silica reaction, and accelerated carbonation. The pozzolanic reactivity of treated sediments enhanced the microstructure and led to a denser ITZ. The three SCCs has an equivalent compressive strength, and for all the durability indicators tests it was noticed that the SCC-1 has an equivalent or better performance compared to the reference SCC. Nevertheless, the SCC-2 can be used depending on the exposure conditions.

Keywords: Dredged Sediments; Durability; Self-Consolidating Concrete; Supplementary Cementitious Materials; Waste Management

5.3. Introduction

Concrete durability has always been a major concern for the industry, and even more, today in the context of circular economy. Often, the composition and strength of concrete are directly considered as a key factor of durability, even though, concrete is vulnerable to attacks not only from physical but also chemical deterioration mechanisms. The degradation of latest structures has risen when these modern structures were subjected to corrosive environments.

That is why considering the environment—exposure classes—in which the structure will be located, and the possible risks of attacks to which it will be exposed throughout, will help to optimize the performance and durability of concrete.

Performance approach (EN 206-1) is based on testing relevant durability indicators linked to predefined exposure classes such as corrosion, chemical attacks, and/or physical degradation, etc. (Kessy et al., 2015). Different standards addressed specifications for different exposure conditions such as EN 206-1 (Europe), BS 8500-1 (UK), CSA A23.1/23.2 (Canada), ACI 318 (USA), AS 3600 and AS 1379 (Australia), IS 456 (India), SANS 10100-2 (South Africa). However, the proposed limits are not the same, nor the standards for the same magnitude to be measured. Although the complexity of durability prediction, the demand of infrastructure and housing has widely increased during the 20th century, causing a rise in the CO₂ concentration's in the environment, one of the major by-products of OPC production. The use of abundant products as SCM, that can replace a part of cement in concrete, is required in order to reduce the high demand in natural resources and to reduce the environmental footprint of concrete. The SCMs improve the durability of concrete as well: the provided silicon and aluminum react with the excess calcium of cement hydration forming extra C-S-H or new bonding as C-A-S-H, which could refine the pore structure. The incorporation of SCMs is much more interesting in SCC, which is characterized with a high volume of paste to assure flowability, linked to a high volume of binder.

Several studies have already investigated the durability of SCC based on SCMs: Tang et al. (2019) investigated the influence of Bauxite residue (red mud) on mechanical and corrosion behavior of reinforced SCC. The used red mud was characterized with a high Fe₂O₃, Al₂O₃, and SiO₂ content of 36.5, 23.5, and 14.9% respectively. They reported that the mechanical strengths of SCC had increased with the increase of red mud rate. The results reported that the corrosion potential decreased with increasing red mud content. Sabet et al. (2013) studied the durability properties of a self-consolidating high-performance concrete (SCHPC) incorporating natural zeolite, silica fume, and fly ash. They confirmed that those SCMs improved the durability properties effectively, specifically against chloride attack. However, natural zeolite demands more S_P due to its higher surface area, and silica fume is slightly more effective than natural zeolite or fly ash in improving durability properties. Mohan and Mini (2018) studied the durability of SCC incorporating silica fume and ultra-fine ground granulated blast furnace slag (GGBS). They reported that those materials improved the mechanical and durability properties such as: water absorption, unrestrained-shrinkage, rapid chloride permeability, sorptivity, and acid resistance. The optimum SCC turned to be based on 6 and 8% dosage of silica fume and alccofine, respectively. Fatima et al. (2018) investigated the influence of calcined mud issued from dame dredging on the mechanical properties and shrinkage of SCC. The results showed that SCCs based on treated mud has a better compressive strength than the control SCC. The analysis of deformation indicates that the use of mud decreases the amplitude of the shrinkage (total, autogenous, and drying).

Technical literature provides experimental evidence that dredged marine sediments contribute to the hydration of OPC, either by nucleation effect (physical effect) or by pozzolanic activity (chemical effect) (Snellings et al., 2016; Van Bunderen et al., 2017; Zhao et al., 2018). However, although the many research on recycling different by-products in SCC, only few research focused on incorporating marine sediments in SCC. Rozas et al. (2015) addressed a guideline for assessing the recycling of dredged sediments as a filler for production of SCC. Fresh properties and compressive strength were investigated. Indicators of durability were reported as well, such as porosity, electrical resistivity, chloride diffusion coefficients, and the capillary absorption. They concluded that dredged sediments have resulted a positive effect on SCC. Rozière et al. (2015a) studied the use of treated sediments at 650 °C in SCC as a replacement of limestone filler and aggregate. The compressive strength of sediment-based SCC was equivalent to that of reference concrete. They recommended using treated sediments as SCMs for SCC production. In fact, Bouhamou et al. (2016) have worked on the influence of calcined dam mud sediments as SCM on the shrinkage behavior of SCC. The used treated sediments were characterized with a high SiO₂, Al₂O₃, and CaO content of 54.7, 15.5, and 14.2% respectively. The study reported that calcined mud generated a viscous and less workable SCC. Calcined mud had a negative effect on the mechanical strengths. The research was focused on shrinkage: it was found that calcined mud decreased of the autogenous shrinkage. Safhi et al. (2018, 2019) have investigated the feasibility of recycling treated marine sediments as a SCM in SCC pastes and mortars. It was found that sediments have no effect on the fresh state of pastes when the water demand for these particles is considered. The results demonstrated that the rate of incorporation of sediments as SCMs is possible depending on the binder dosage.

Nevertheless, more understanding of the effect of sediments on the mechanical properties of SCC kept unrevealed, and a detailed study of durability indicators that consider the main exposure classes have not yet been investigated. To address this research gap, the aim of this work lies in investigating the effect of based sediments-SCC on fresh, hardened, microstructural properties, and on the main durability indicators in terms of sorptivity and absorption, chloride penetrability, electrical resistivity, drying shrinkage, external sulfate attack, alkali-silica reaction, and accelerated carbonation.

5.4. Materials and Experimental Program

As described in Chapitre IV, tests were conducted on the SCC-R, SCC-1, and SCC-2.

5.5. Results and discussion

5.5.1. Microstructure characterization

Fragments of mortar specimens were evaluated for morphology characteristics by using SEM. Figure 5-1 represents the SEM observations of SCC fragments indicating that the main constituents of the ITZ are C-S-H gel, portlandite, and ettringite. Observations show a low

amount of crystallized hexagonal portlandite in SCC-R fragments and lower amount in SCC-1. The microstructure is shown to improve due to the reaction of TMS with portlandite to form more C-S-H gel. For SCC-2, a diverse calcite crystallization was observed thin globular shapes portlandite crystals (Alite and Belite). This fact indicates the incomplete crystallization of the calcium silicate which refers to a poor quality of the blended binder. This result shed light on understanding the strength development of SCC-2: Belite cement known by slow hydration during the hardening time. Some micro-cracks can be observed in the ITZ, resulting from the compression tests.

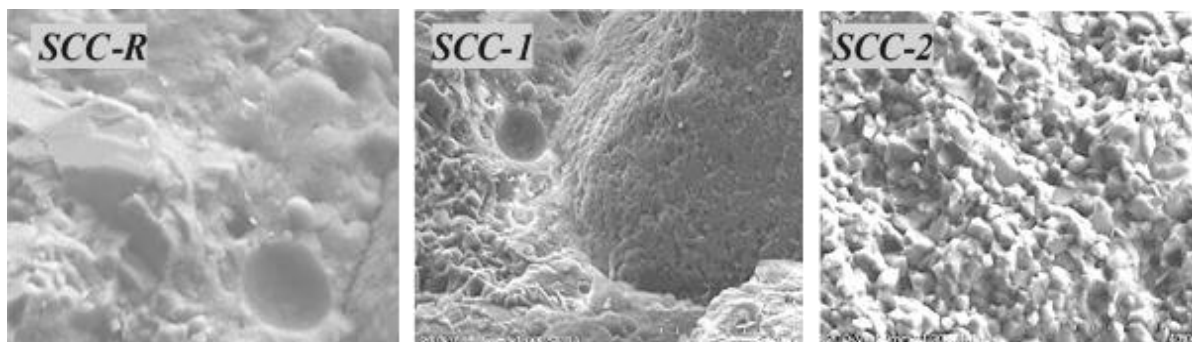


Figure 5-1: SEM observations of the three SCCs fragments at 91 days

5.5.2. Durability indicators

5.5.2.1. Absorption and Sorptivity

Absorption and sorptivity are important parameters affecting the durability of concrete, through indirect means indicate the porosity and permeability (connectivity of pores). Those parameters were determined according ASTM C1582 (Figure 5-2).

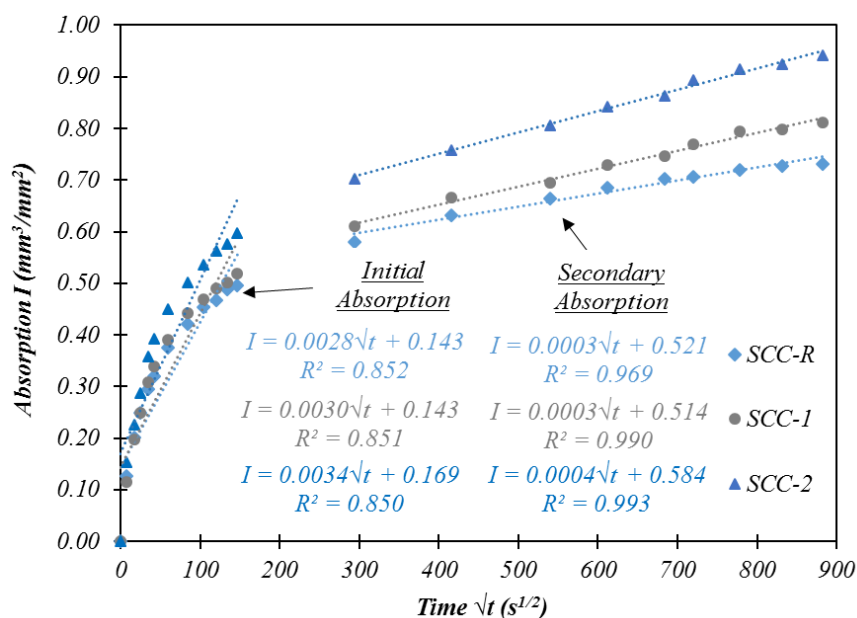


Figure 5-2: Rate of capillarity absorption of the different SCCs

Tests results report the average value of three samples for absorption rate (I), the initial (S_i) and final (S_f) rate of sorptivity with an accuracy of $\pm 5.10^{-5} \text{ mm}^3/\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{1/2}$. The water absorption of all specimens increased with time. The initial absorption of SCC-R and SCC-1 is nearly the same, but that of SCC-2 was slightly distinguished, which correlate perfectly with the porosity of each SCCs. For the secondary absorption, it was noticed that the presence of TMS increases the absorption which indicates a higher porosity and permeability. The initial sorptivity of SCC-1 and SCC-2 is proportionally higher than the SCC-R, 7.5 and 19.8% respectively. This tendency increased for the secondary sorptivity: 37 and 62% higher than the SCC-R for the SCC-1 and SCC-2, respectively. For all the SCCs, the sorptivity at different times was $< 0.05 \text{ mm}^3/\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{1/2}$, which signifies a good durability indicator according to the Concrete Society criteria (Hall, 1989).

5.5.2.2. Chloride penetrability and electrical resistivity

Electrical resistivity can provide some information about porosity and permeability. This parameter was determined using the two-electrode technique (ASTM C1760). The electrical resistivity was measured at different ages, while the chloride penetrability was only measured at 91 days (Figure 5-3).

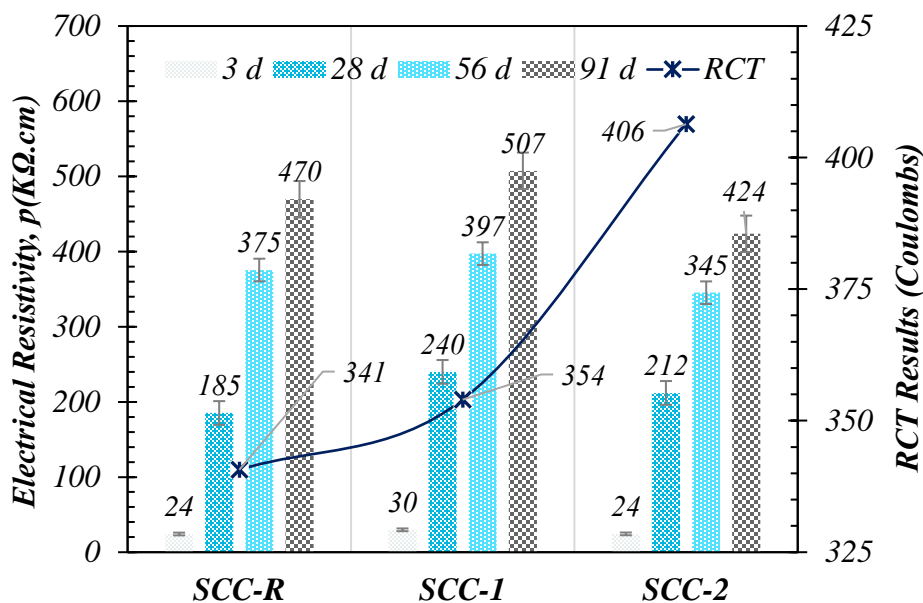


Figure 5-3: Electrical resistivity and chloride penetrability of the different SCCs

The electrical resistivity increased with the curing time for all specimens. SCC-1 mixture had the highest electrical resistivity compared to the reference (+8.1% at 91 days). Up to 28 days, SCC-2 showed behavior like the reference; afterwards the resistivity decreased compared to the reference by 8.0% and 9.8% at 56 and 91 days, respectively. Up to 10% cement replacement, the TMS resulted in denser matrix with the higher volume of micropores and the lowest volume of meso-pores in its structure, producing a higher electrical resistivity. A cement replacement up to 20%, yields a less compact matrix, a more porous structure and lower

electrical resistivity. Overall, for all the SCCs, the electrical resistivity > 20 KΩ. cm indicates a low risk of corrosion.

The chloride penetrability is a key element that defines the lifetime of steel in reinforced structure, especially in marine condition. Different test methods exist to measure chloride ions ingress into concrete like capillary suction, diffusion, penetrability, migration or combinations of these transport mechanism. In this study, the penetrability was considered according to ASTM C1202. The passed charge for the different SCCs was below 1000 coulombs, which indicate a very low chloride penetration. Nevertheless, higher content of sediments yielded a higher penetrability compared with the reference: +3.9 and +19.3% for the SCC-1 and SCC-2, respectively. The findings go along with the results of pore structures of SCCs.

5.5.2.3. Unrestrained drying shrinkage

Unrestrained methods of shrinkage allow concrete samples to change volume and shrink freely in an environmentally regulated chamber with a constant temperature and relative humidity (RH). The drying shrinkage was determined in accordance with ASTM C157 on mortars prepared with the same proportioning as the SCC mixtures. Three prismatic specimens measuring 25 × 25 × 285 mm were prepared and molded at 23 ± 2 °C. Samples were removed from the molds at an age of 24 h, the initial measurements were taken, and then they were stored in a drying room, where the readings were taking, maintained at a relative humidity of 55 ± 5% and a temperature of 23 ± 2 °C. The length was measured with a digital comparator.

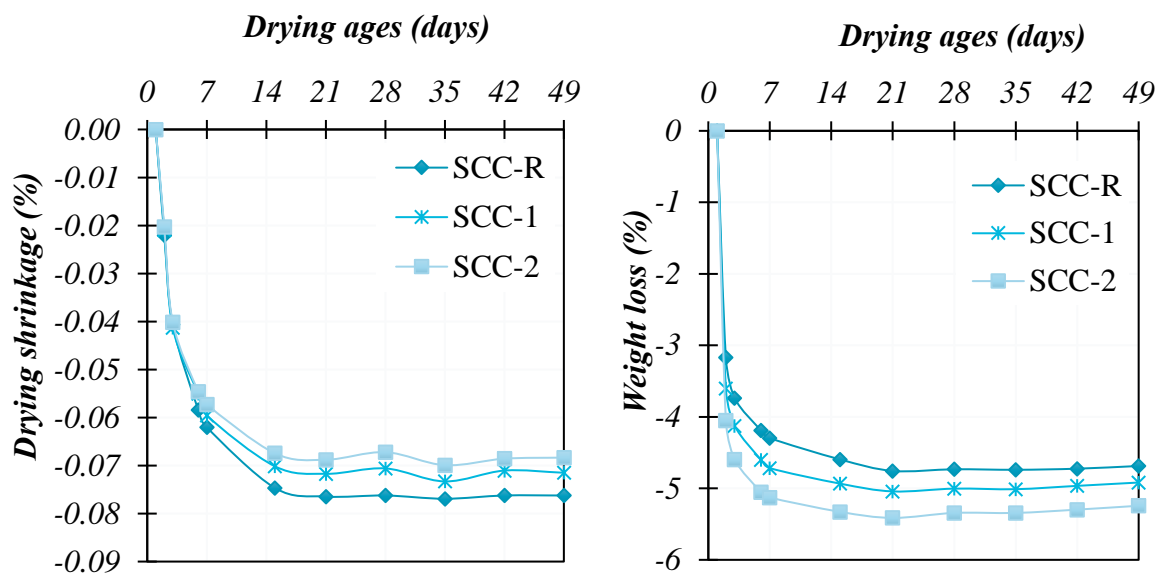


Figure 5-4: Drying shrinking of the different SCCs: length shrinkage and weight loss

The variations in drying shrinkage versus time are illustrated in Figure 5-4 for a drying period up to 49 days. All SCC mixtures yielded approximately comparable length change values at the early age of 7 days. Drying shrinking developed quickly up to 7 days, right after, shrinkage stabilize of all mixtures. SCC-R exhibited more shrinkage than the SCC-1 and SCC-2, about

8% and 5% respectively at 49 days. The higher TMS replacement, the higher mass loss generated: 5% and 12% for SCC-1 and SCC-2, respectively, compared with the reference. Taking into account that sediments contains some clays, the results are similar to those of Liu and Poon (2016): red mud incorporation in SCC reduces the drying shrinkage due to their internal curing ability. Red mud is a porous material that absorbs a large volume of free water, which gradually migrates resulting more time in drying.

Zhang et al. (2015) demonstrated that the drying shrinkage has a significant correlation with pore volume: lower pore volume of the mesopores (pore size below 50 nm) effectively decreases the drying shrinkage. Collins and Sanjayan (2000) showed that increasing the pore volume in the mesopore range is responsible for the greater drying shrinkage. The findings of the microstructure analysis correlate with our shrinkage results: SCC-R had the lowest volume of micro-pores, and the highest volume of meso-pores. Bouhamou et al. (2016) also worked on the influence of dredging sediments as SCM on the shrinkage behavior of SCC. It was found that calcined mud decreased of the autogenous shrinkage and this was attributed to the formation of some expansive calcium aluminate hydrates. They reported that the compactness of the microstructure and the refinement of the pores decrease the permeability and prevent water diffusivity, consequently, decreasing the drying shrinkage.

5.5.2.4. External sulfate attack

The degradation of concrete due to external sulfate attack is primarily related to the expansion (crystallization pressure) of ettringite ($3\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 3\text{CaSO}_4\cdot 32\text{H}_2\text{O}$) formed by the reaction of calcium aluminate monophases and portlandite with external SO_4^{2-} . A special kind of sulfate attack rather than ettringite can be formed as well: Thomasite ($\text{CaSiO}_3\cdot\text{CaCO}_3\cdot\text{CaSO}_4\cdot 15\text{H}_2\text{O}$), but only in presence of carbonates and in a low temperature condition ($<5^\circ\text{C}$). The specification of ASTM C1012 was used to evaluate the external sulfate attack, except the mortars preparing. Three SCCs mortars, three bars of 25 by 25 by 285 mm for each mixture, with the same proportion of the SCCs was prepared. Figure 5-5 represents the responses of different SCCs to the external sulfate attack. It was noticed that the expansions were less than 0.022%.

There was a quick expansion for all the specimens up to the 2nd week, which stabilized up to the 3rd week and restarted quickly up to the 4th week. The expansion rate stabilized up to 12 weeks. It was noticed that the SCC-1 and SCC-R have the same behavior on the contrary of SCC-2 which distinguished from the beginning to reach a 27% higher expansion at the 12th week. For the weight change, a weight gain was observed especially for the SCC-2 which is obviously absorbed much water in the micro-fissures due to the expansion. Apparently, from the results, the incorporation of 10% of TMS has no negative effect on the balance of the mix design. But from the SEM observation, it was confirmed that 20% of TMS brings an unbalance to the matrix. The distinguished higher expansion and weight gain of SCC-2 barres could be explained by the ettringite and gypsum structure caused spalling and fracturing. The higher porosity of SCC-2 compared to SCC-R and SCC-1 have a significant impact by giving more space for water gain.

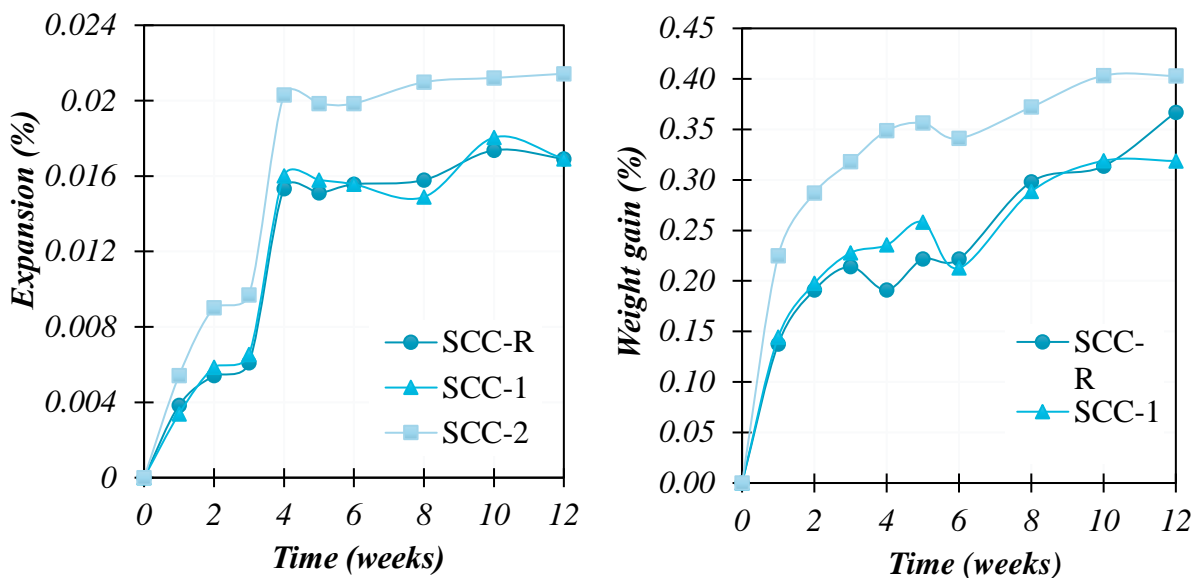


Figure 5-5: Resistance to external sulfate attack: length expansion and weight gain

5.5.2.5. Accelerated Alkali-Silica reaction test

To evaluate the ASR, three SCCs mortars were prepared according to ASTM C1260 with three bars of 25 by 25 by 285 mm for each mixture. The results are presented in the Figure 5-6 for the length shrinkage and for weight gain.

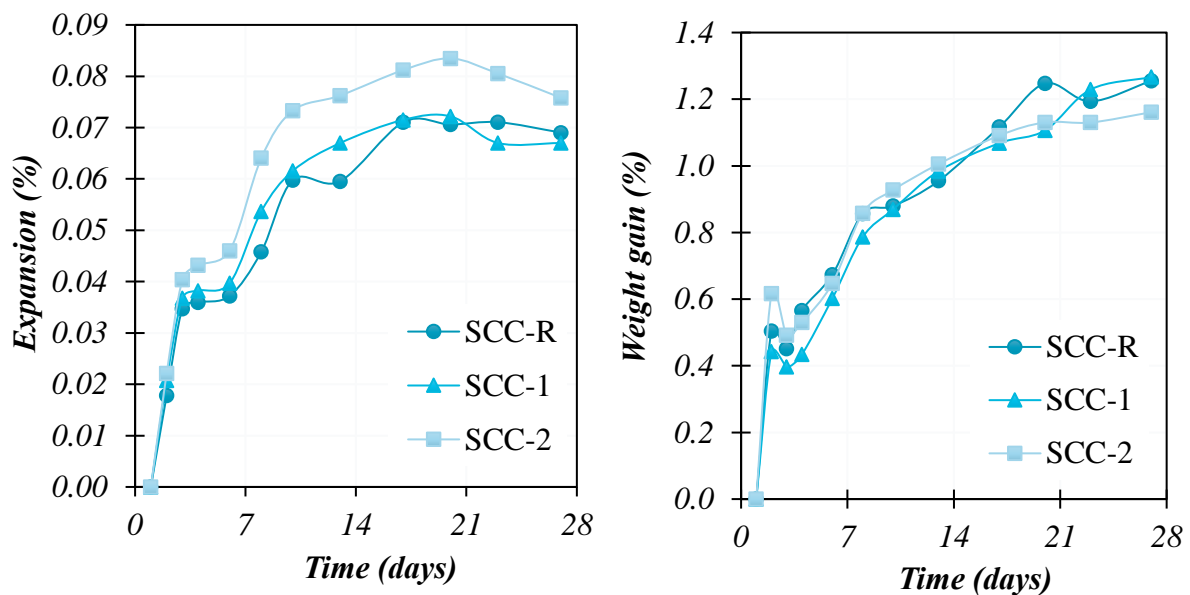


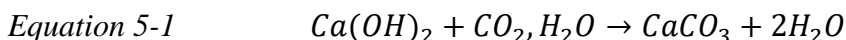
Figure 5-6: Resistance to alkali-silica reaction: length shrinkage and weight gain

It was noticed that there was a quick expansion for all specimens up to 0.035% at 3 days. The SCC-1 and the SCC-R has almost the same pace until an expansion of around 0.07% at 28 days. The SCC-2 distinguished after 3 days, with a higher expansion up to 0.075% at 28 days.

For the weight gain, all the SCCs has almost the exact same behavior: a slight increase up to 1.25% at 28 days. Overall, the expansions of all SCCs are less than 0.10% at 14 days after casting is an indicative of innocuous behavior in most cases according to the ASTM.

5.5.2.6. Accelerated carbonation

The available CO₂ in the surrounding air could react with the portlandite, which is responsible of the alkalinity, to form calcium carbonate (CaCO₃) and water (Equation 5-1).



This generates a drop of the pH under the value of 9.0, which weakened the concrete and the reinforcement. Normally, when there is a good balance between reactive silica and Ca (OH)₂, a total consumption of the latter via the pozzolanic reaction is expected, which means less available amount for carbonation. Assuming that carbonation flow is steady, the depth (x_c) can be calculated using a derived equation from Fick's first law as presented in Equation 5-2, where k is the coefficient that measures the rate of carbonation in concrete.

$$\text{Equation 5-2} \quad x_c = k\sqrt{t}$$

An accelerated carbonation setup was established by introducing carbon dioxide (4.0%) into a special chamber with controlled relative humidity (RH = 55 ± 5%) and temperature (20 ± 1 °C) in which the concrete samples are placed. Prisms of 100 by 100 by 400 mm were prepared for each SCC, placed in a cure room for 28 days, right after left to dry for 14 days in a room at a RH of 50% before placing them in the test chamber. The carbonation depths were recorded by spraying 1% phenolphthalein alcohol solution on specimens. The coefficient k_{acc} , related to the controlled conditions of the test, was determined for all the SCCs (Figure 5-7).

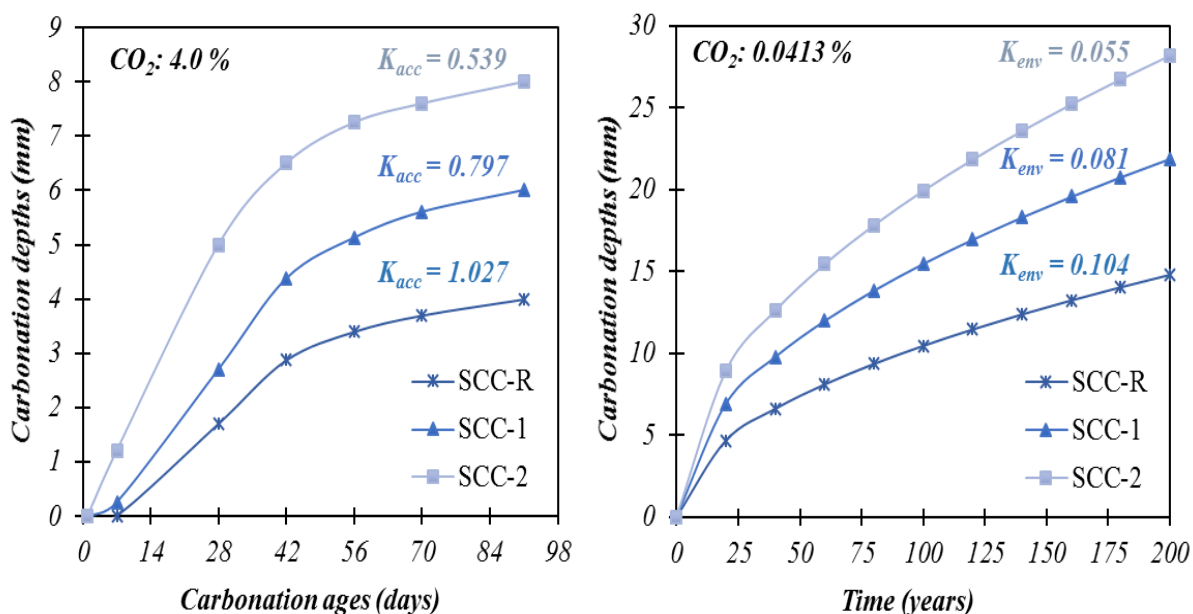


Figure 5-7: Carbonation progress of all SCCs

Results showed that the SCCs has the same tendency of x_c : it increased with time and with the increase of TMS content. At the 91st day of test, the carbonation depth progressed for SCC-R reached 4 mm, while SCC-1 and SCC-2 reached 150 and 200% respectively, compared to the reference. This can only be explained by assuming that the amount of Portlandite Ca (OH)₂ in SCC-2 is higher than it in SCC-1 and in SCC-R as observed clearly via the SEM observation. The amount of calcium brought from TMS is very low which means that the crystallized Portlandite was from the cement.

In order to understand more these results, a prediction of life service of those SCCs is important. Sisomphon and Franke (2007) proposed a proportional relationship between k_{acc} and the coefficient of carbonation in nature (k_{env}) as following:

$$\text{Equation 5-3} \quad k_{acc}/k_{env} = \sqrt{C_{acc}}/\sqrt{C_{env}}$$

where C_{acc} is the CO₂ concentration in the test (4.0%), while C_{env} is the CO₂ concentration in the environment which varies from 0.03% in a rural environment to 0.1% in urban areas (Neville, 2012). For the Equation 5-3, a CO₂ concentration equal to 0.0413% was used according to NOAA Earth System Research Laboratory (September 2019). This transformation does not take into account the role of ambient temperature, the ambient humidity, humidity cycles, and surface geometry which could affect the carbonation as well (Chen Chun-Tao and Ho Chia-Wei, 2013). Using Equation 5-2 and Equation 5-3, k_{env} was calculated, and the carbonation progress in nature was developed based on the \sqrt{t} -function (Figure 5-7). For example, if the concrete coating is 20 mm, in this case the carbonation will hit the reinforcement after 167 and 101 years for SCC-1 and SCC-2 respectively compared to 365 years for the reference. Even the TMS content increases the carbonation depth, the durability potential of the three SCCs is very high (expectation > 100 years).

5.5.3. Discussion

Tests results showed that the transport properties of concrete (sorption, permeability, diffusion) were linked to the degradation mechanisms that have been assessed. For that, a correlation was established between the total porosity, measured by porosimetry mercury, and the other transport properties: initial and final sorptivity, carbonation coefficient k_{acc} , and the chloride ions penetration. A strong correlation ($R^2 > 0.95$) was obtained between the total porosity and those other transport properties as shown in Figure 5-8.

Higher permeability was associated with higher porosity. Chloride penetrability, electrical resistivity, and accelerated carbonation properties correlate well with the SCCs porosity. Those parameters can significantly affect the corrosion risks of reinforcing bars in concrete. From the conducted tests, it was observed that a high porosity was also related to a high diffusion of sulfate and the NaOH used for ASR: more expansion was observed in SCC-2 due to its higher porous structure. Grinding TMS to meet a $d_{50} < 5 \mu\text{m}$ could be interesting to have more reactive particles and less porosity. Finer TMS could make a denser and less porous ITZ.

In fact, the properties of the investigated SCCs turned to meet the criteria for SCHPC: SCC fresh properties were in the recommended range, plus, the HPC properties: a compression strength > 20 MPa at early age and > 40 MPa at 28 days, an ultrasonic pulse velocity (tested in previous study) ≥ 4575 m/s, a total porosity of 7–15%, a water absorption of 3–6%, an electrical resistance to corrosion > 5–10 k Ω . cm, and a rapid chloride ion penetration <2000 C (Safiuddin et al., 2010).

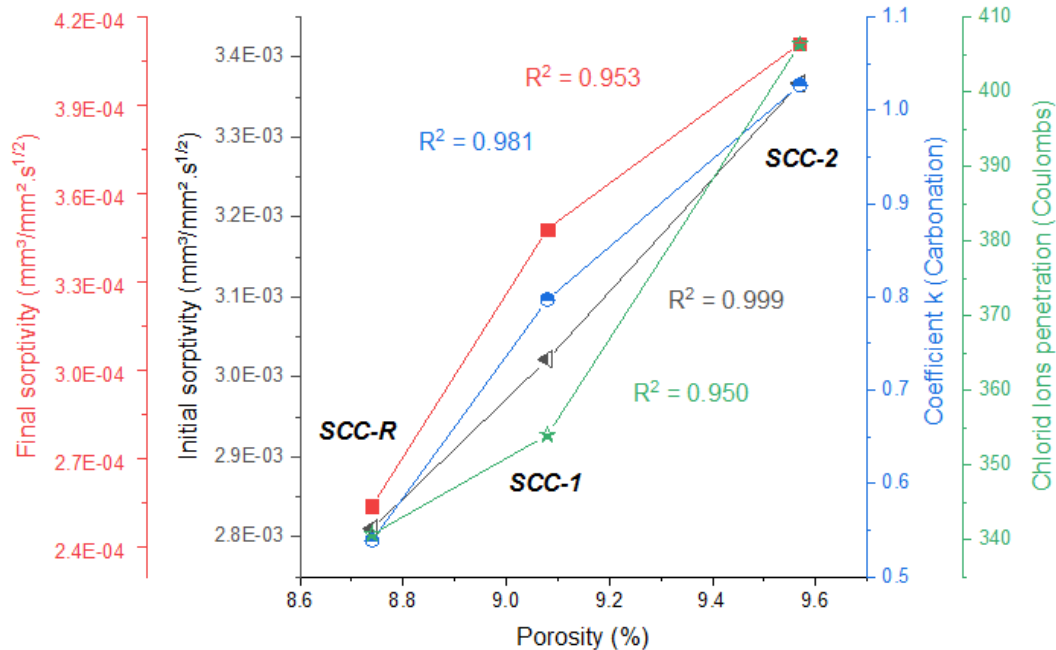


Figure 5-8: Correlation between transport properties

5.6. Conclusion

This investigation was conducted to assess key fresh and hardened properties, microstructure characterization, and some durability indicators of SCC made with TMS used as SCM. The following conclusions can be drawn:

- The investigated SCC mixtures exhibited adequate self-consolidation characteristics with high filling ability, low T_{500} , high passing ability, and high stability for SCC production. The increase in TMS content did not have significant effect on workability.
- SCC-1 and SCC-2 exhibited a compressive strength of 66 ± 1 MPa at 91 days equal to that of the SCC-R.
- Microstructure development of SCC was improved by the incorporation of TMS. SCC-1 mixture exhibited the highest volume of micropores, and the lowest volume of mesopores, followed by SCC-2 and SCC-R, respectively. The average total porosity of the three mixtures was approximately 9% with a standard deviation of 0.42%. This low porosity is mainly due to the pozzolanic reaction of the TMS that refined and increased the density of the ITZ.

- Same tendency was observed for water absorption and sorptivity. Initial sorptivity of the SCC-1 and SCC-2 was proportionally higher than that of SCC-R, 7.5% and 19.8%, respectively. This tendency increased for the secondary sorptivity: 37% (SCC-1) and 62% (SCC-2) higher than SCC-R. The different sorptivities were lower than $0.05 \text{ mm}^3/\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{1/2}$ indicating a good durability factor.
- SCC-1 had the highest electrical resistivity at all ages (+8.1% at 91 days compared with reference). For chloride penetrability, higher content of TMS yielded a higher penetrability compared with the reference: about 4% and 19% for SCC-1 and SCC-2, respectively. The results of both tests refer to a low rate of corrosion.
- Increasing TMS content decreases the drying shrinkage. SCC-R exhibited more shrinkage at 49 days compared with SCC-1 (8%) and SCC-2 (5%).
- The use of 20% TMS led to a 27% higher expansion after 12 weeks exposed to sulfate according to ASTM C1012 compared to the reference. SCC-1 and SCC-R mixtures exhibited the same behavior.
- The use of 20% TMS led to a slightly higher expansion at 14 days (0.075%) for the accelerated alkali-silica reaction. The SCC-1 and the SCC-R had almost the same pace to reach an expansion level of about 0.07% at 14 days.
- The increase of TMS content led to an increase in the carbonation depth: 150% and 200% for SCC-1 and SCC-2 respectively. Yet, the expected durability against carbonation of the three mixtures is very high (expectation > 100 years).

Overall, the expected durability performance of SCC-1 mixture seems to be comparable to the SCC-R. Taken as a whole, this research allows suggesting that marine sediments can be used as a SCM up to 20% cement replacement depending on the exposure class. Moreover, the use of this residue in SCC production contributes to the development of sustainable and eco-efficient concrete, and goes along with the 3R concept (Reduce, Recycle, Reuse) which is an adjunction and synergy between the actual and future resources.

Acknowledgements

The research work was accomplished in the laboratories of the Department of civil & Building Engineering of the University of Sherbrooke, Canada. This work was funded by the research funds of the IMT Lille Douai and grants from the Natural Sciences and Engineering Research Council of Canada (NSERC) and from the “Fonds de Recherche Nature et Technologies du Québec” (FRQNT). The authors would like to thank SIKA Montreal for providing admixtures.

CHAPITRE VI : EFFET DE LA CALCINATION SUR LES MÉTAUX LOURDS DES SÉDIMENTS

6.1. Résumé général de l'article

6.1.1. Introduction

Les sédiments marins sont riches en M.O, mais ils restent propres par rapport aux sédiments fluviaux. L'objectif de travailler avec ces matériaux était pour quantifier leur effet environnemental et aussi d'avoir une idée générale sur la pouzzolanité des sédiments de différente provenance. Ces sédiments ont été traités par : séchage, concassage, broyage, et calcination. L'objectif principal était d'étudier les éléments responsables de la solidification de la matrice, telle que Al-OH, Si-OH et CaO, qui conduisent à la formation de C-S-H et de C-A-S-H. Les matériaux ont été caractérisés pour déterminer leurs propriétés physiques, chimiques et minéralogiques. Des études environnementales ont également été réalisées sur la mobilité et la stabilité des éléments.

6.1.2. Caractérisations des matériaux

Les sédiments fluviaux de Château l'Abbaye ont été traités physiquement par séchage, concassage, broyage et tamisage. Les particules ayant un diamètre inférieur à 120 µm ont été considérés comme sédiments bruts (RS). Par la suite, les sédiments ont été traités thermiquement à différentes températures et appelés sédiments calcinés (CS). Une analyse TGA-DSC a été réalisée sur les gaz émis : H₂O, CO et CO₂, et pour déterminer les pics thermiques. Ces analyses montrent que la décomposition du carbonate de calcite est environ 730 °C, générant une réaction hautement endothermique qui libère du CO₂.

Le RS est un matériau très plastique avec un indice de 27,8 % (NF P94-051). La teneur en M.O est considérable, environ 10,4 % (NF P94-051). Une augmentation de la densité absolue était également notée, passant de 1448 à 2714 kg/m³ après la calcination. La distribution des particules montre que le d₅₀ est passé de 25,7 à 31,2 µm pour RS et CS, respectivement. Il s'avère que le traitement thermique a tendance à rendre les matériaux plus grossiers. Ceci s'explique par le phénomène de frittage qui tend à coller des grains plus petits. La surface spécifique est passée de 4142 à 4929 m²/kg après calcination. Les observations SEM montrent deux types de frittage entre agrégats. Le premier type est un frittage massif qui conduit à la production de particules poreuses. Le deuxième type de frittage est relatif ou local, ce qui conduit principalement à une géométrie importante sans création de porosités. L'augmentation de la surface spécifique peut également être expliquée par les porosités créées après le frittage des particules. La porosité par intrusion de mercure met clairement en évidence la présence d'une nouvelle porosité. L'augmentation de la surface spécifique peut également être liée à la nanoporosité sur les agrégats d'origine (cavités) après la dégradation de la M. O.

La calcination à 850 °C conduits à la cristallisation de Si-OH et Al-OH pour former des phases minérales très stables telles que Si-O-Si et Si-O-Al, non réactives avec Ca(OH)₂. Cependant, la calcination à 750 °C fournit une grande quantité d'hydrates de silicate et d'aluminate.

Pour étudier la mobilité des indicateurs de pollution, un essai de lixiviation a été réalisé sur des sédiments (EN 12457-2). En comparant RS et CS, les éléments Cu, Ni, Zn sont moins mobiles dans CS, tandis que les quantités de rejets de Mo et Ba montrent une mobilité plus élevée après le traitement. Ces résultats expliquent que la mobilité des éléments associée à plusieurs paramètres, notamment le pH du potentiel hydrogène qui a augmenté de 7,7 à 12,7 pour RS et CS, respectivement. Un autre facteur est la température de calcination, qui peut diminuer ou augmenter le lessivage des éléments. Dans la phase où aucun frittage n'est possible (phase de dégradation de la M.O, de déshydratation, de décarbonatation et de réduction des oxydes, etc.), les métaux lourds ont une faible probabilité de lixiviation. En revanche, aux températures d'entrée et de densification de la matrice, ces éléments sont piégés de manière subtile dans la phase solide par cristallisation.

La quantité de Si dans CS a diminué par rapport à RS. Cette évolution de la disponibilité de Si peut être liée à la condensation de — Si-OH du CS pour former — Si-O-Si — qui est une phase non soluble et non réactive d'un point de vue pouzzolanique. Cela peut également affecter la granulométrie en frittant des particules. Al était très soluble, ce qui est compatible avec plusieurs travaux sur la calcination d'éléments d'aluminosilicate comme le métakaolin. La quantité de Ca augmentait après la calcination, liée à l'activation de CaCO₃. La formation de CaO a provoqué des réactions exothermiques en présence d'eau, qui ont une influence sur le pH après protonation (Ca₂⁺, 2OH⁻) par calcination et par hydratation. Après calcination, la concentration a diminué d'environ 75 % (77,1 à 18,8 mg/L) pour la silice et de près de 100 % pour le magnésium (93,9 à <0,1 mg/L), contrairement à la concentration en aluminium et en calcium, qui a augmenté de 0,1 à 20,8 mg/L et de 1847 à 2542 mg/L, respectivement.

6.1.3. Effet des sédiments sur une matrice cimentaire

Une enquête sur les propriétés mécaniques des mortiers incorporant des sédiments traités en tant qu'ajouts cimentaires a été faite. Une approche statistique utilisant les plans d'expériences a été utilisée. Un plan factoriel de deux facteurs a été utilisé en faisant varier : le rapport E/C et le rapport sédiments/ciment, de 0,4 à 0,6 et de 0 à 0,3, respectivement. Dix mortiers ont été préparés (EN 196-1), trois éprouvettes pour chaque mélange. La demande en eau pour CS a été fixée à 0,5. Les propriétés mécaniques des mortiers ont été déterminées à 7, 28, 60 et 90 jours. Les résultats montrent que la résistance à la compression diminue avec l'augmentation du rapport S/C, mais aussi avec l'augmentation du rapport E/C. Le CS contribue au processus de durcissement à long terme. Un modèle, statistiquement significatif, a été développé pour prédire la résistance à la compression à différents jours.

Un mortier mélangé contenant une quantité maximale de CS, avec des propriétés équivalentes au mortier de référence, a été visé. En utilisant le modèle prédictif, les résistances

à la compression de 53, 60, 63 et 65 MPa ont été ciblées pour 7, 28, 60 et 90 jours, respectivement. La conception du mélange avec un rapport E/C de 0,45 et un rapport S/C de 0,10 a été choisie comme mélange optimal. Pour valider ce mélange optimal, des mortiers prismatiques ont été préparés et la résistance à la compression a été déterminée à 7 et 90 jours. Les résultats trouvés ont été supérieurs aux critères définis. La résistance moyenne à la compression ($\pm \hat{E}_{\text{type}}$) était de 56,7 MPa (1,9) à 7 jours, 77,7 MPa (4,0) à 90 jours, avec un indice d'activité de résistance moyen de 1,37.

D'un point de vue environnemental, la stabilité des éléments métalliques dans la matrice cimentaire est un facteur clé. Pour cela, un test de lixiviation a été réalisé sur le mortier optimal contenant 10 % de CS selon la norme EN 12457-2. L'essai a été réalisé sur du mortier concassé avec des particules de taille inférieure à 4 mm. Pour arrêter l'hydratation après une cure de 90 jours, l'échantillon a été rincé à l'acétone et séché à 40 °C pendant 30 minutes. Les résultats ont montré que les concentrations de tous les éléments sont dans la gamme des déchets inertes. Le baryum reste très mobile dans le mortier de référence et le mélange. Cela s'explique par la quantité de Ba dans le liant utilisé. D'autres éléments tels que Pb, Ni, Mo, Cr, Hg, Cd, Zn, Sb sont très stables par rapport à RS et CS. Cette stabilisation peut s'expliquer par la capacité de ces éléments à se former et à s'intégrer dans des phases d'hydrate très stables dans l'eau.

6.1.4. Conclusion

Les sédiments de dragage fluviaux sont caractérisés par une composition chimique hétérogène (phases organiques et minérales). L'activation des phases bénéfiques pour la solidification de la matrice cimentaire pourrait être réalisée par traitement thermique. L'analyse thermique et l'étude des gaz libres permettent d'optimiser la température de calcination adaptée à l'activation des éléments pouzzolaniques. La calcination des sédiments de dragage fluviaux semble être un moyen fiable de produire un ajout cimentaire. Leurs compositions minéralogiques et chimiques sont très susceptibles de contribuer à la formation des phases responsables du durcissement d'une matrice cimentaire. Contrairement à la production de ciment, qui nécessite une énergie thermique élevée, l'activation des sédiments nécessite une température de calcination basse, ce qui réduit le carbone émis d'environ 50 %. À cette température, les phases organiques sont dégradées, les phases hydratées sont activées et les phases minérales sont décarbonatées.

Néanmoins, la calcination des sédiments provoque la mobilité des métaux de transition lixiviables, ce qui engendre de nombreuses préoccupations environnementales. Des éléments tels que le molybdène (Mo) et l'antimoine (Sb) ont dépassé le seuil autorisé pour la classification en tant que solide inerte. Un test de lixiviation effectué sur des mortiers a montré que tous les éléments étaient très stables dans les phases hydratées. En ce qui concerne l'état durci, il a été noté que 10 % de CS donnent une résistance à la compression équivalente aux autres mélanges.

THERMAL TREATMENT AND TRACE ELEMENTS MOBILITY OF CALCINED FLUVIAL SEDIMENTS

Auteurs :

- ~ Abdelhadi Bouchikhi ⁽¹⁾: Candidat au doctorat,
- ~ Amine el Mahdi Safhi ⁽¹⁾⁽²⁾: Candidat au doctorat,
- ~ Patrice Rivard ⁽²⁾: Professeur,
- ~ Mahfoud Benzerzour ⁽²⁾: Professeur

Affiliations:

⁽¹⁾ : LGCgE, Département de Génie civil et Environnemental, IMT Lille Douai, France

⁽²⁾ : Département de Génie civil et Génie du Bâtiment, Université de Sherbrooke, Canada

Titre du journal : —

Statuts : en cours de rédaction

6.2. Abstract

This paper focuses on recycling fluvial sediments from an area of intense historic industrial activity as a supplementary cementitious material (SCM). Sediments were dredged from a coal basin where canals served both coal mining and metallurgical activities located in Northern France. To process this recycling, the clay minerals in the sediments were activated by thermal treatment. While calcination is an effective treatment to activate clay minerals and combust organic contaminants, its effect on the mobility of heavy metals is less well known. The calcination temperature was optimized using a coupled TGA-DSC analysis and set to 850 °C for one hour. A profonde physio-chemical, mineralogical, and environmental characterizations of raw and calcined sediments were conducted. Up to 30 % of those calcined sediments was incorporated as a partial substitution of cement to produce mortars. Ten triplicate mortars were prepared using design of experiments varying water-to-cement (w/c) and sediments-to-cement (s/c). A numerical optimization was used, based on the compressive strength responses, that suggested a 10 % sediments incorporation rate. A second environmental study determining the mobility of metallic and metalloid trace elements (MMTE) of the ground matrix was conducted. The results highlighted the calcination effect on the mobility of MMTE and the major elements such as Si^{4+} , Al^{3+} and Ca^{2+} . The findings are encouraging taking in account the environmental and mechanical properties.

Keywords: Calcination; Dredging Sediments; MMTE mobility; Multi-objective optimization; Recycling assessment; Supplementary cementitious materials

Graphical abstract

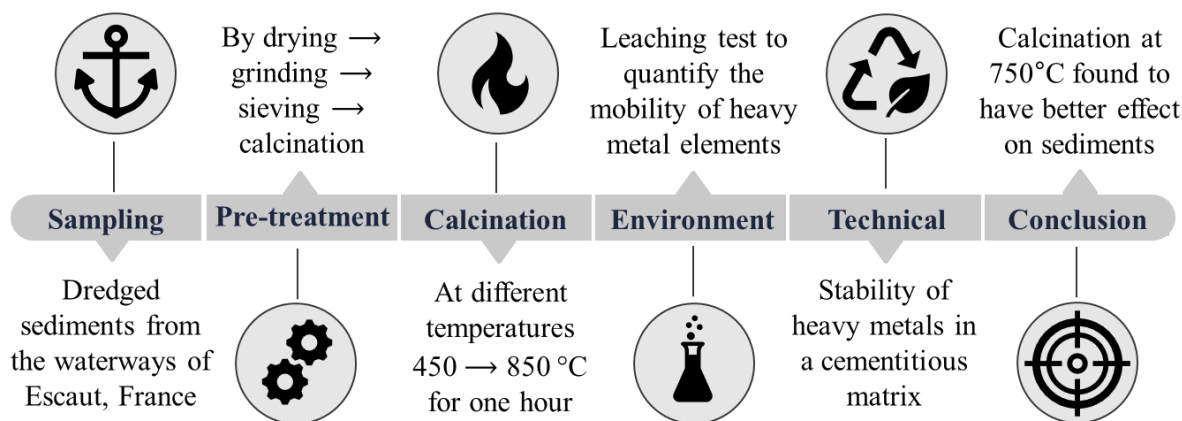


Figure 6-1: Graphical abstract

6.3. Introduction

The preservation of natural resources, reduction of greenhouse gas emissions, and reduction of the generation of waste are key aspects in securing a sustainable future. In this respect, dredging sediments are one of the main waste streams generated in extension and maintenance of marine and fluvial transport activities. The onshore management of sediment wastes is related to several parameters, particularly their classification with regards to toxicity, as well as their physicochemical properties. The space requirement is very large due to the high quantities dredged every year, estimated at 300 Mm³ in Europe and about 56 Mm³ in France alone (Snellings et al., 2016; Benzerzour et al., 2017). Several studies have been conducted on recycling sediments in different applications of civil engineering such as: civil works (Miraoui et al., 2012; Wang et al., 2013), ceramic bricks (Mezencevova et al., 2012), artificial lightweight aggregates (Brakni et al., 2009), and cementitious binders such as Portland composite cements or geopolymers (Ferone et al., 2015).

A promising recycling option is to use sediments as a SCM after processing by thermal activation. The main objective of the thermal treatment is to activate the clay minerals. Additional benefits are the decomposition of swelling clays and organic matter which can negatively affect the dimensional stability or hydration processes of the cement. A side-effect is that carbonates (calcite, aragonite etc.) may also decompose, the resulting CaO has been shown to partially recombine with sulfates and activated clays (Snellings et al., 2016). Depending on the particle size distribution of the initial sediment an additional grinding operation is required to increase the fineness of the calcination product and optimize the pozzolanic reactivity and particle packing of the composite cement.

Several studies conducted on thermal activation of clay minerals have shown that a temperature range from 650 to about 960 °C is required for activation of kaolinite, montmorillonite and, illite. Dihydroxylation of the octahedral sheet of the clay minerals leads to structural disordering and formation of an unstable “meta” phase. Optimal calcination temperatures for dihydroxylation depend on the clay mineral structure. They are somewhat

higher for so-called 2:1 clays (smectites, illites) clustering around 750-850 °C, than for 1:1 clays (kaolinite) centered around 650-750 °C (Chakchouk et al., 2006; Rees et al., 2007; Dang et al., 2013). Invariably, the pozzolanic reactivity of kaolinite is shown to be higher than that of smectite, illite and chlorites show lowest reactivity (Skibsted and Snellings, 2019). For dredging sediments, the optimal temperature of calcination varies according to the mineralogical composition. As most dredging sediments reported in literature originate from temperate regions are mainly composed of illite, chlorite or smectite (typically 30-50 wt.% in total) and only to a lesser extent contain kaolinite (usually below 10 wt.%), the literature reports an optimal activation temperature from 700 to 950 °C (Fernandez Lopez et al., 2009; Dim et al., 2016). As the mineralogical composition mainly reflects the provenance of the sediments, this range is expected to be different for tropical regions where kaolinites are more locally abundant. Other components in the sediments are also affected by the temperature treatment. Organic compounds can be relatively abundant in fluvial sediments (up to 20 wt.%), the combustion temperature varies from 350 to 550 °C (Dia et al., 2014), depending on the nature of the organic compounds (volatile, non-volatile, etc.). The decomposition of carbonate minerals requires a relatively high temperature, starting at about 650 °C for aragonite or dolomite, and 750 °C for calcite.

This research aiming to optimize the calcination temperature by analytical methods that eliminate the O.M and activate the chemical elements. After the optimization, a profound physio-chemical and mineralogical characterizations were carried out, and the feasibility of using the treated sediments as SCMs was investigated. An environmental study concerning the mobility of metallic and metalloid trace elements in sediments and in ground mortar based on treated sediments were reported as well.

6.4. Materials and methods

6.4.1. Materials

French Waterways Agency (*Voies Navigables de France, VNF*) periodically dredged sediments from waterways to maintain depth for boats navigation and to preserve aquatic ecosystems. The used fluvial sediments, provided by VNF, were dredged from Escaut river in the region of Château-l'Abbaye. This river is a major regional river that crosses several industrial and agricultural areas in Northern France and Belgium. Château-l'Abbaye is situated 10-20 km downstream of the major historic coal mining and metallurgical centers of Valenciennes city and Borinage city. Historic pollution has resulted in elevated levels of organic and metal contamination of the river' sediments. The latter were treated by drying in 60 °C oven to a constant mass in order to eliminate moisture. Then, treated mechanically by crushing, grinding and sieving to meet a $d_{90} < 80 \mu\text{m}$. Those particles were considered as raw sediments (RS) and called calcined sediments (CS) after thermal treatment later in this paper. An Ordinary Portland Cement (CEM I 52.5 N) and a standardized sand for the mix design of mortars were used.

6.4.2. Méthode

6.4.2.1. Characterisations methods

For the optimization of thermal treatment, a TGA was carried out coupled with mass spectrometry analysis on emitted gases (H_2O , CO , and CO_2). The apparatus NETZSCH STA 449 was used, employing nitrogen gas in a controlled environment with argon flow (75 ml/min) in a varied temperature up to 1000 °C. DSC analysis was also conducted to identify endothermic and exothermic events during heating. It was carried out with a NETZSCH DSC 404F3 using argon up to a temperature of 1000 °C.

Fourier transformed infrared spectroscopy (FT-IR) analysis was taken in the transmittance mode in the Middle-IR (MIR) region. Samples of 2 mg were dispersed in 200 mg of KBr and pressed to pellets of 13 mm diameter using a mechanical hand press. Measurements were performed using a Bruker IFS 66V FTIR spectrometer equipped with IR source, KBr detector. For each sample, 200 scans in the 400-4000 cm^{-1} (MIR) spectral range were recorded with a resolution of 2 cm^{-1} .

Physical properties were determined such as: the specific surface area (BET) using AGITENT Analyzer apparatus from Micromeritics (3FLEX Surface Characterization). Prior to analysis the samples were degassed with a Smart Prep degasser (VacPrep 061) to remove adsorbed contaminants and humidity. The specific density was measured using a Micromeritics ACCUPYC 1330 Helium Pycnometer. The particles size distribution was determined with a laser diffraction Coulter LS12330 (ISO 13320-1). A Micromeritics AUTOPORE IV machine was used for mercury intrusion.

Chemical analysis was performed using XRF with a S4-PIONEER equipped by a 4-kW generator and an anticathode in Rhodium. Mineralogical analysis was conducted using X-Ray Diffraction analysis (XRD) using a D8 Focus diffractometer from Bruker with an anticathode in cobalt ($\lambda K\alpha_1 = 1,74 \text{ \AA}$) equipped with a Lynx Eye detector and Cu-K α X-ray source. A fixed divergence slit of 0.2 mm was used. Measurements were taken from 5 to 80° with a step size of 0.02° and a step time of 1s. Data were collected at 40 kV and 30 mA.

For environmental analysis, an inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) with a leaching of 10:1 liquid-to-solid ratio (EN 12457-2) was conducted. An apparatus Agilent Technologies SPS4 Autosampler was used. It allows to detect the metal elements and several nonmetallic elements in low concentration in solution.

6.4.2.2. Mix design optimization

Sediments were incorporated on a mortar mix design as a partial substitution of Portland cement (PC). The mechanical properties of those mortars were investigated using a statistical approach (Design of Experiments). This method requires at least two variables and a response. A 2k factorial plan was used varying: the factor A, w/c ratio (0.4 to 0.6) and the factor B, s/c ratio (0 to 0.3). The addressing mathematical model for this, was a first-degree model for each factor (Equation 6-1).

$$\text{Equation 6-1} \quad y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \varepsilon$$

Where y is the response, x_i and x_j are the coded values of w/c and s/c respectively, β is the regression coefficient, k is the number of factors, and ε is the residual error. According to EN 196-1, ten triplicate prismatic mortars of 40 mm² by 160 mm were prepared (Tableau 6-1). The water demand for CS was measured and calculated to 0.5 (Sedran et al., 2007b). After 24 ± 4h, specimens were demolded and stored in curing water of 20 ± 2 °C until the testing age.

Tableau 6-1 : Mixture design components and variables

Mixtures	M1	M2	M3	M4	M5	M6	M7	M8	M9	M10
Cement (kg/m ³)	346	363	346	402	437	366	421	450	450	381
CS (kg/m ³)	104	87.1	104	48.2	13.1	84.2	29.4	0	0	68.6
w/c	0.45	0.52	0.58	0.44	0.4	0.4	0.55	0.48	0.6	0.6
s/c	0.3	0.24	0.3	0.12	0.03	0.23	0.07	0	0	0.18

6.5. Results and discussions

6.5.1. Characterizations and treatment of sediments

6.5.1.1. Optimization of thermal treatment

TGA-DSC analysis results were presented in Figure 6-2 and Figure 6-3. Up to 450 °C, a mass loss of 6 % was observed mainly related to water release, chemically bound and unbound. The emitted H₂O at this phase, could also related to the dehydration of clays such as kaolinite (Equation 6-2) and other aluminosilicates clay (Fernandez Lopez, 2009). At this stage, an exothermic reaction was noted. From 550 to 750 °C, another 6 % mass loss, endothermic, due to a strong release of CO and CO₂ which are mainly related to a total O.M degradation and the degradation of existing calcium carbonates. Around 850 °C the activation of sediments was complete even that above this temperature, CO₂ releasing continued to increase slightly. However, at this stage, the pozzolanic activity is more likely to decrease due to the crystallization of metakaolin existing in pseudomullite or in crystallized mullite (Gámiz et al., 2005; Danner et al., 2018). Based on this analysis, the activation temperature suitable for this type of sediment is around 800 °C. A thermal treatment by calcination in 850 °C for one hour was chosen due to the furnace uncertainty margin.



For more insights, FT-IR analysis was conducted for a wavelength interval of 400 to 4000 cm⁻¹ (Figure 6-4). This analysis aimed to investigate the formed elements properties like dihydroxylation of raw clay and the degradation of organics elements in RS. The bond existing between 1000 to 400 cm⁻¹ refers to those of Si-O-Si/Al, Si-OH, and Al-OH bonds. At 1000, 530 and 460 cm⁻¹ show the presence of Si-O-Si/Al bonds according to exist of quartz (SiO₂) and aluminosilicates phases explained by the nature of sediments (rich in sandy and clay phases). The strip visible around 1100 cm⁻¹ and around 3600 cm⁻¹ is linked to Si-OH and Al-OH and H-

O-H bonds specifically existing in RS (Majzlan et al., 2002). In other hand, the calcination at 850 °C leads dehydration of raw clay and the free water (Danner et al., 2018). Strips around 2400 cm⁻¹, 1400 cm⁻¹, and 1600 cm⁻¹ indicate a C-O type bond, it is difficult to define precisely the nature of the organic to mineral compounds but it disappears after calcination can be explained by a complete degradation of the organic compounds or a carbonation of a mineral phase. The high intensity of these absorption bands in RS is explained by an important quantity of organic elements and carbonate mineral. The CS The contain small quantity of C-O bond who are related to calcination residuals of CO and CO₂.

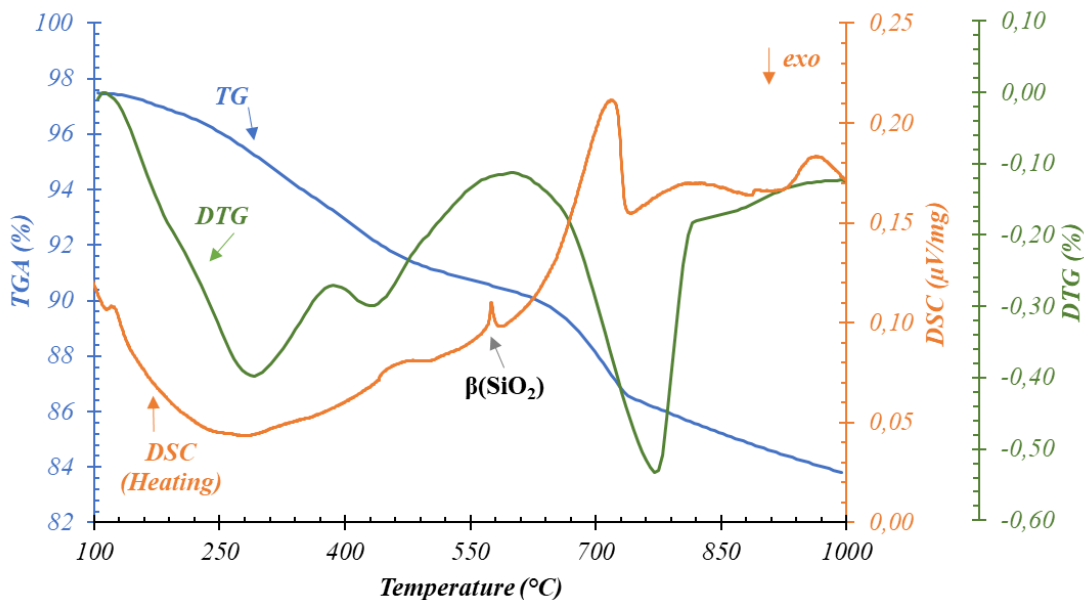


Figure 6-2: Thermogravimetric and calorimetric analysis on raw sediments

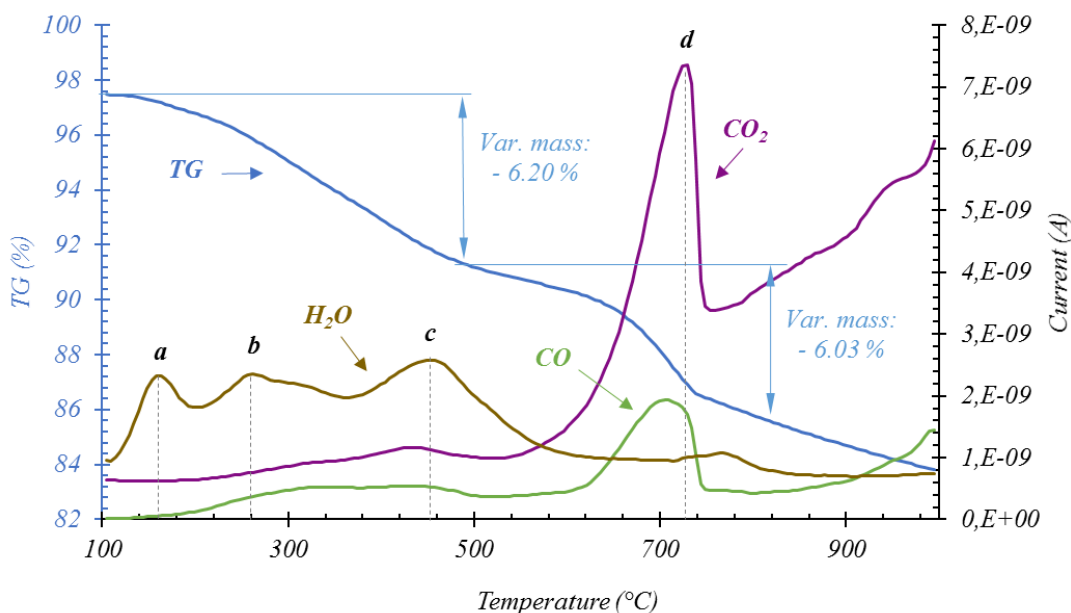


Figure 6-3: The emitted gases during TG analysis on raw sediments

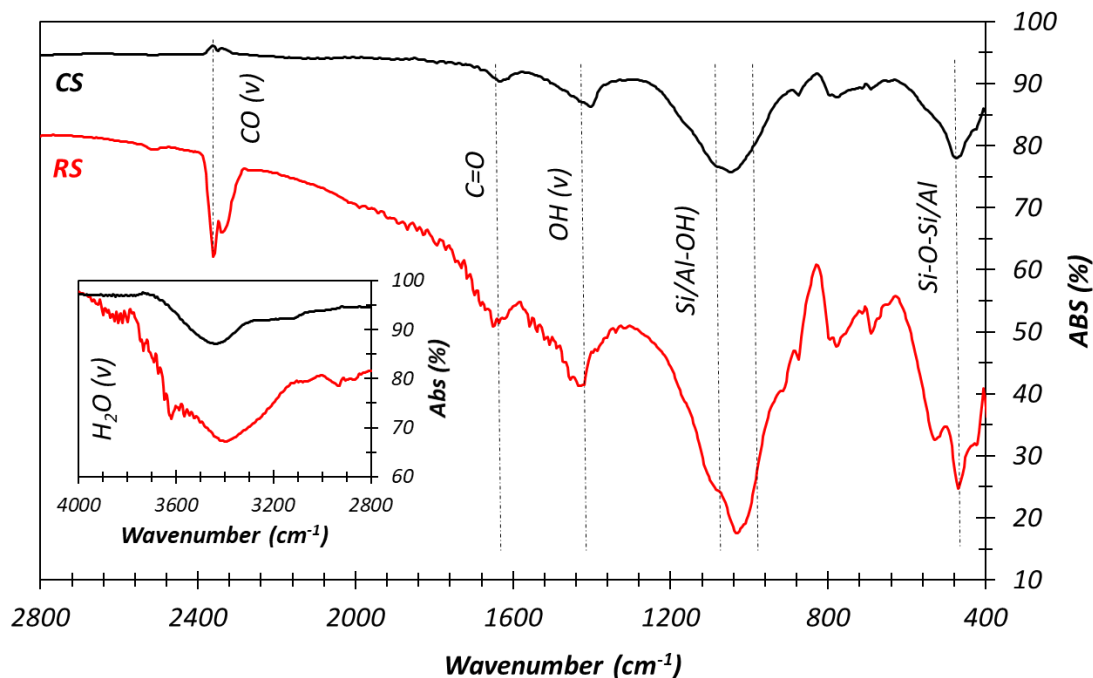


Figure 6-4: FT-IR spectra of raw and calcined sediments

6.5.1.2. Physico-chemical characterization

The physico-chemical properties of the used cement and sediments were reported in Tableau 6-2. XRF analysis results show that the oxygen and silicon are the main elements present in the three materials. After calcination, an increase in concentration of the chemical elements was noticed especially for Silicon. CS are mainly composed of SiO_2 , Al_2O_3 , CaO , and Fe_2O_3 oxides, which are susceptible to contribute to the pozzolanic activity.

Tableau 6-2: Physio-chemical properties of PC, raw and calcined sediments

	Oxides	RS	CS	PC
Physical properties	Density (kg/m^3)	2448	2714	3161
	BET (m^2/kg)	4142	4929	-
Chemical Oxide composition (% weight)	SiO_2	57.8	62.0	17.4
	Al_2O_3	12.2	12.6	4.44
	MgO	1.21	1.29	0.85
	Fe_2O_3	7.33	6.78	2.97
	CaO	7.55	7.51	60.7
	Na_2O	0.66	0.81	0.31
	K_2O	2.46	2.47	1.16
	P_2O_5	1.81	1.81	0.25
	SO_3	1.20	1.27	3.75
	TiO_2	0.87	0.82	0.35
	Other oxides	0.44	0.54	0.30

About a 11.2% O.M has found in the raw sediments (EN 15169). The elimination of those has led to about a 10.8 % density increase after calcination. A follow-up of this mass loss and the evolution of the visual aspect of sediments was presented in Figure 6-5 for temperatures range of 450 to 850 °C. Figure 6-6 represents the particle size distribution of sediments and cement. It shows that the d_{50} was increased from 25.7 to 31.2 μm upon calcination which may explained by sintering phenomenon that tends to agglomerate smaller grains (Amar et al., 2018b). Nevertheless, about 19 % increase of the specific area was noted after calcination which could be also explained by sintering phenomenon.

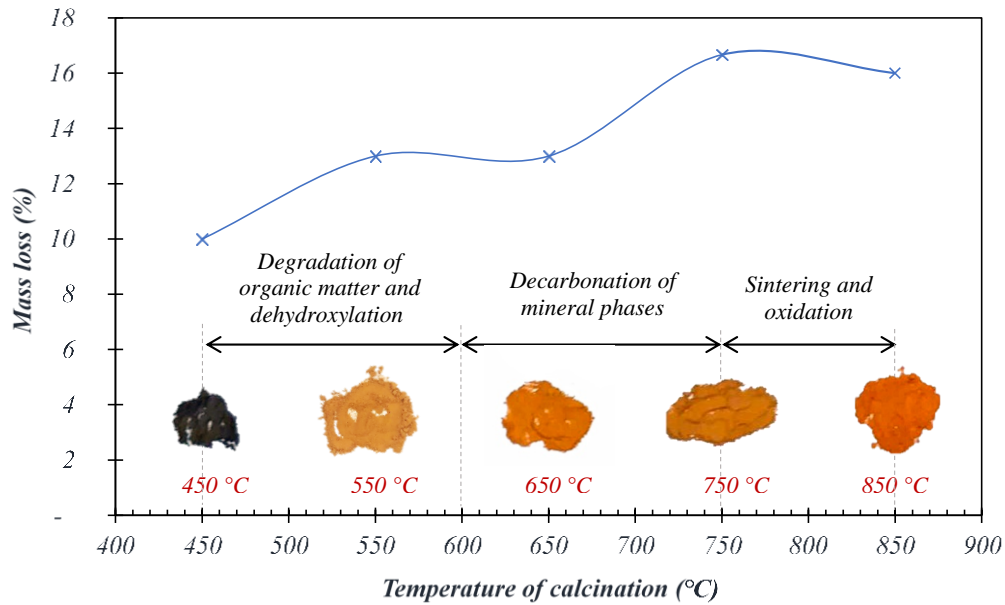


Figure 6-5 : Mass loss and coloration changes as a function of thermal treatment

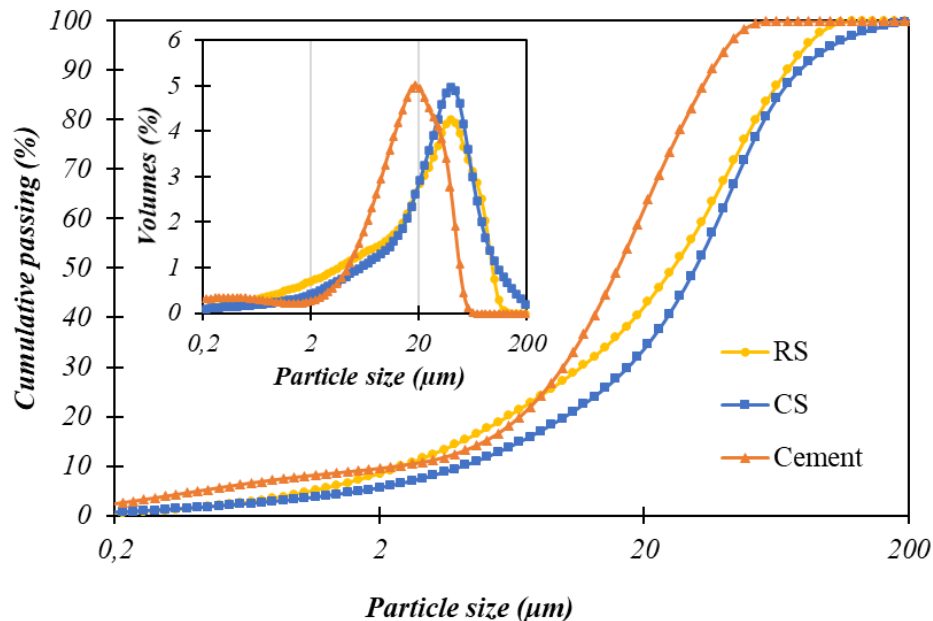


Figure 6-6: Particle distribution of sediments and cement

The SEM observations (Figure 6-7) show two types of sintering. The first type was identified as massive sintering, which leads to rounded, but porous particles in which smaller particles are no longer clearly recognizable. The second type was identified as local sintering, joining small particles into larger agglomerates but without involving changes in the particle morphology. The latter phenomenon mainly leads to an increase in the particle size, but without creation of additional porosity. The porosity by mercury intrusion clearly highlights the presence of new finer porosity. Figure 6-7 shows the evolution of BJH desorption of N₂ as a function of pore diameter. It confirms the increase of nano-porosity after calcination.

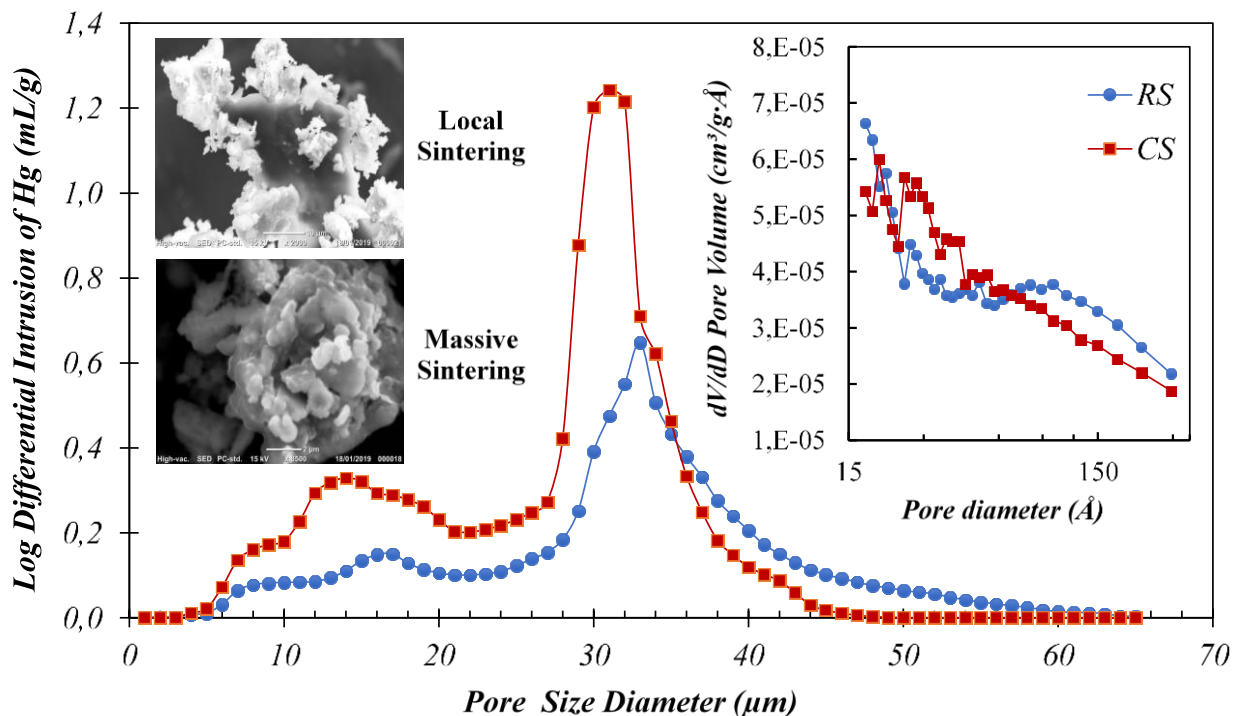


Figure 6-7 : Pore size distribution and SEM micrographs of sediments

6.5.1.3. Mineralogical characterisation

XRD analysis on RS and CS was presented in Figure 6-8, the main peak showed by the diffractogram is around 31 (2θ) related to the crystallized SiO₂. This peak emphasizes quartz presence mainly but also other forms of the aluminosilicate phases (kaolinite, metakaolin, etc.) which are defined by secondary peaks around 29 (2θ). The high intensity of crystallized SiO₂ make it difficult to visualize all the other peaks, and to measure the proportions of different clay types from XRD due to preferential orientation. Other chemical elements in the sediments (Fe, Ca, P and others) are present in crystallographic phases such as illite ((K, H₃O)(Al, Mg, Fe)₂(Si, Al)₄O₁₀), montmorillonite ((Na, Ca)_{0.3}(Al, Mg)₂Si₄O₁₀(OH)₂). The disappearance of the peak around 34 (2θ) and the formation of a peak around 33 (2θ) after calcination are respectively linked to the total decomposition of calcite (CaCO₃) and the formation of quicklime (CaO). The intensity of the main lime peak is very low which can lead to stable phase with other chemical elements of the matrix.

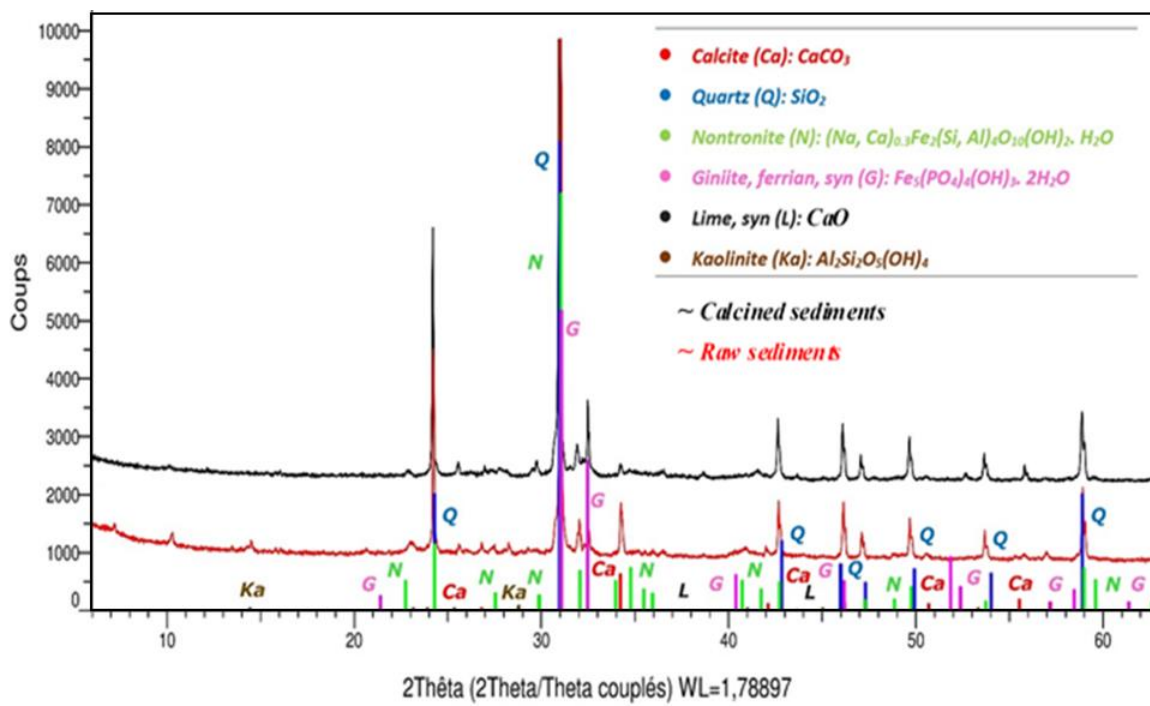
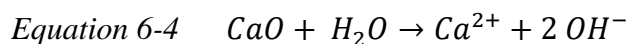


Figure 6-8 : Crystalline phases of sediments by XRD analysis

6.5.1.4. Environmental characterisation

The mobility of the major elements in the RS and CS has been determined by standard leaching for liquid solid ratio of 1:10 in mass (Tableau 6-3). The major elements were Si, Al, Mg, and Ca which are responsible for pozzolanic activity and geo-polymerization depending on the application (Bouchikhi et al., 2019). The amount of Si in CS decreased by 76 % compared to RS. This increased availability of Si can be linked to the condensation of -Si-OH in CS to form -Si-O-Si- which is a non-soluble and non-reactive phase from a pozzolanic point of view. It can also affect the granulometry by sintering of particles. Al was very soluble, which is compatible with several works on the calcination of aluminosilicate elements as metakaolin. The increased Ca amount after calcination related to the activation of CaCO_3 . The formation of CaO causes an exothermic reactions in the presence of water which have an influence on pH after protonation (Ca^{2+} , 2OH^-) by calcination (Equation 6-3) and by hydration (Equation 6-4).



The MMTE mobility was tested as well using a 10:1 liquid-to-solid ratio (Tableau 6-3). Comparing RS and CS, Cu, Ni, and Zn elements found to be less mobile in CS, while the Mo and Ba are more mobile after calcination. Also, the MMTE mobility is strongly affected by the pH (Dia et al., 2018) that has increased from 7.7 to 12.7 after calcination. The decarbonation of minerals phases and O.M degradation has also facilitates the mobility of MMTEs Initially trapped (Fernández-Turiel et al., 1994; Martínez-tarazona and Spears, 1996). The overall ionic conductivity varies from 1.09 to 3.37 mS/cm^2 after calcination, which can be explained by an

increase in the ion concentration of the chemical elements in solution (Jankowski et al., 2006). Tableau 6-3 shows that the concentration of Sb, Se, and Mo exceeds the limits of the French Directive n°0289 Published on December 14, 2014. This excess requires an environmental study on the blended binder in the matrix to ensure the stabilization of the elements in the hydration phases.

Tableau 6-3: Environmental leaching test results

	<i>Elements</i>	<i>RS</i>	<i>CS</i>	<i>Limit</i>
<i>Major elements concentrations detected in the solutions (mg/L)</i>	<i>Si</i>	77.1	18.8	-
	<i>Al</i>	< 0.1	20.8	-
	<i>Ca</i>	1847	2542	-
	<i>Mg</i>	93.9	< 0.1	-
<i>MMTE mobility coupled with concentration limits (mg/kg)</i>	<i>As</i>	0.09	0.09	0.50
	<i>Ba</i>	0.55	3.87	20.0
	<i>Cd</i>	0.02	0.02	0.04
	<i>Cr</i>	0.01	0.04	0.50
	<i>Cu</i>	0.39	0.01	2.00
	<i>Mo</i>	0.25	1.24	0.50
	<i>Ni</i>	0.10	0.02	0.40
	<i>Pb</i>	0.06	0.06	0.50
	<i>Sb</i>	0.15	0.15	0.06
	<i>Se</i>	0.12	0.12	0.10
	<i>Zn</i>	1.34	0.01	4.00
	<i>Chlorides</i>	95.0	48.0	800
	<i>Fluorides</i>	8.00	10.0	10.0
<i>Sulfates</i>	320	632	1000	

6.5.2. Impact of sediments in cementitious matrix

6.5.2.1. Impact on compressive strength developments

Compressive strength (f_c) of the investigated mixtures was determined at 7, 28, 60, and 90 days as presented in Figure 6-9. The linear model was found statistically significant for modelling the compressive strength at different days (Tableau 6-4:) with a standard deviation of less than 4 MPa. A mean compressive strength of 52.6 MPa was found at 7 days which increased by 6.2%, 4.0%, and 7.8% at 28, 60, and 90 days respectively. At those different ages, the compressive strength decreases with the increase of the s/c ratio (A), but also with the increase of the w/c ratio (B) as the model coefficients show (Tableau 6-4:). Similar results were reported by Safhi et al., (2019).

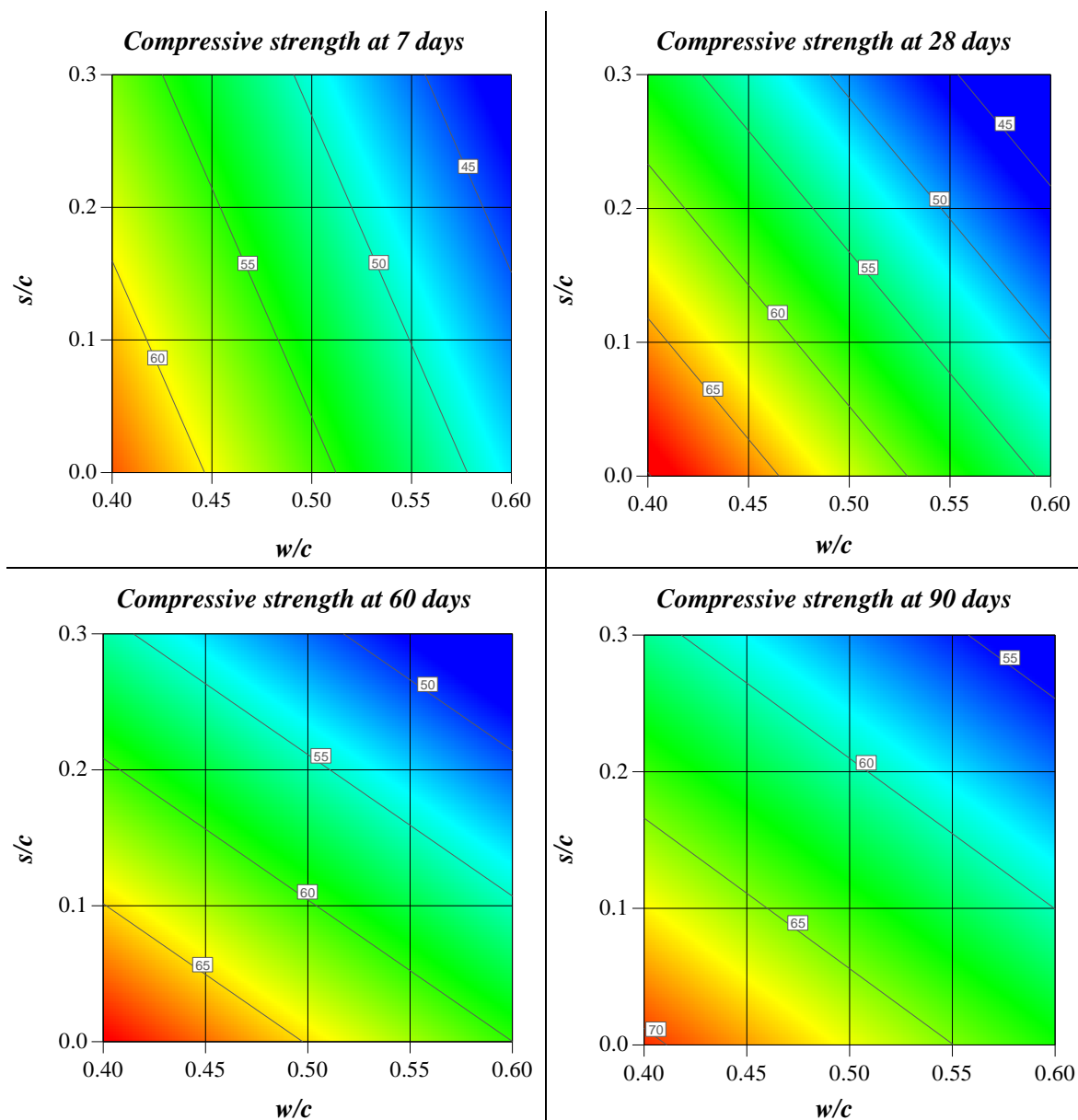


Figure 6-9: Interaction effects of w/c and s/c on Compressive strength

Tableau 6-4: Results for full regression models

Responses	Compressive strength (MPa)			
	7 th day	28 th day	60 th day	90 th day
Mean (\bar{x})	52.5	55.8	57.9	62.0
P-value	< 0.005	< 0.001	< 0.005	0.019
Std Dev.	3.84	3.24	3.71	3.72
Model	$f_c = \bar{x} - 7.6^*A - 3.3^*B$	$f_c = \bar{x} - 7.9^*A - 6.5^*B$	$f_c = \bar{x} - 4.9^*A - 7.0^*B$	$f_c = \bar{x} - 3.6^*A - 4.9^*B$
R ²	0.7856	0.8867	0.8073	0.6757
Model	Very significant	Very significant	Very significant	Significant

6.5.2.2. Mix design optimization

The reference mortar represented a compressive strength of 52, 60, 64, and 66 MPa were targeted for 7, 28, 60, and 90 days, respectively. Using the multi-objective function, an optimal mortar based on a blended binder, with equivalent properties of the reference mortar, was targeted. This optimal mix, containing a maximum amount of CS, found to be a mix with a w/c ratio of 0.40 and a s/c ratio of 0.12. To validate this optimal mixture, triplicate prismatic mortars were prepared (EN 196-1) with 10% CS substitution rate. Compressive strength was determined at 7 and 90 days and found to be higher than the criteria set. The average compressive strength (\pm Std Dev.) was 56.7 MPa (1.9) at 7 days and 77.7 MPa (4.0) at 90 days.

Figure 6-10: presents SEM observations made on the optimal mortar fragments at 90 days. It shows a compact and homogenic structure and the associated phases to cement hydration were detected (ettringite, portlandite and hydration gel C-S-H). Two kind of CS were detected : the inert CS phases, such as quartz, yield an increase of the compactness of the mortar by filling the micro-porosity. The second type is the active CS phases which was able to react to form hydration phases responsible for the hardening of the matrix.

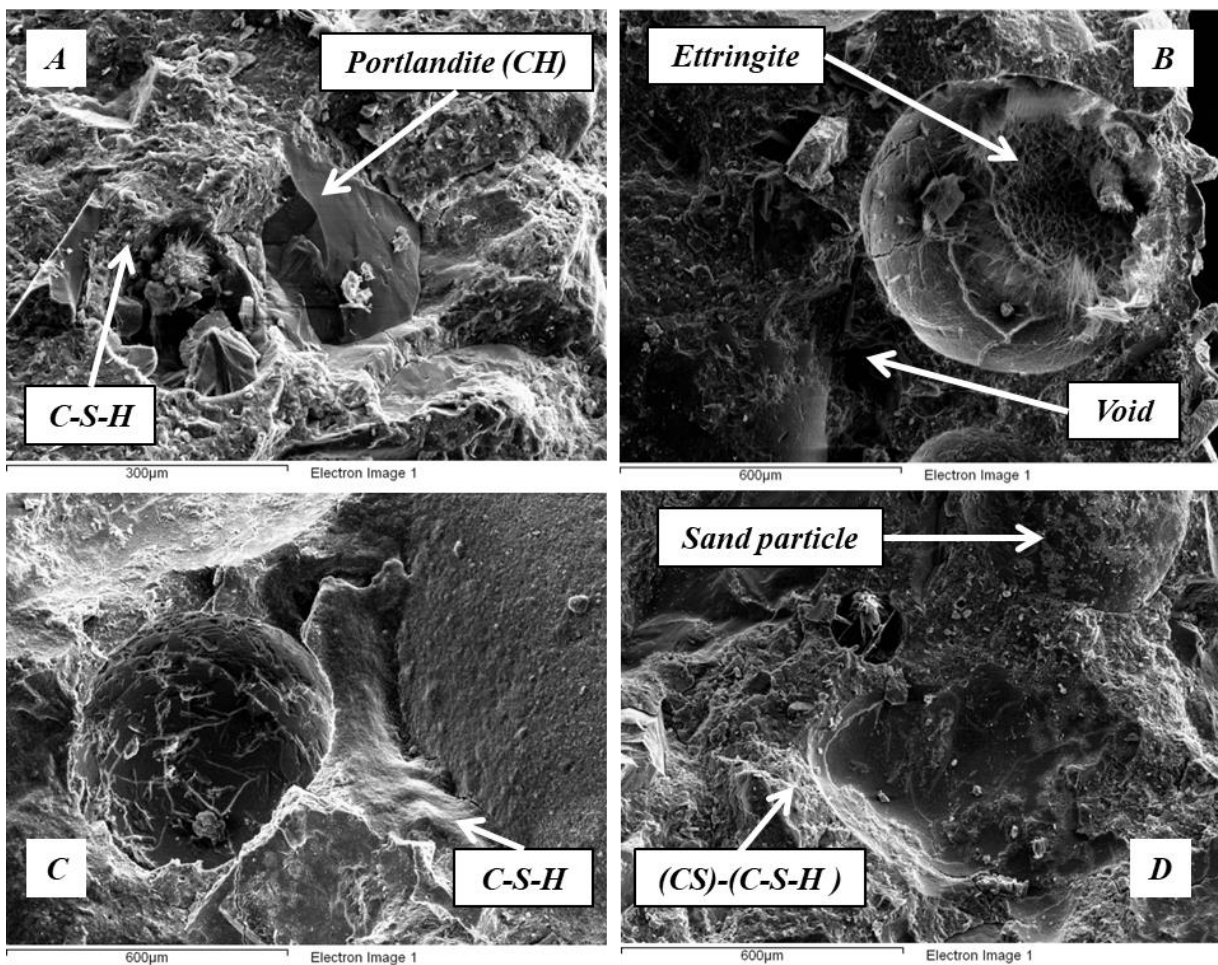


Figure 6-10: MEB observations at 91 days

6.5.2.3. MMTE mobility

From an environmental point of view, the stability of MMTE in the cementitious matrix is a key factor. For this, a leaching test was performed on the ground optimal mortar which contains 10 % of CS (EN 12457-2). The test was conducted on crushed mortar with particle sizes smaller than 4 mm (Tableau 6-5). The results show that the concentrations of all elements are in the range of an inert waste. Barium remains very mobile in both mortars (reference and blended mortar). This is explained by the quantity of Ba in the binder used (52.5N) in mortar. Other elements such as Pb, Ni, Mo, Cr, Hg, Cd, Zn, Sb are very stable compared to RS and CS. This stabilization could be explained by incorporation of these heavy metals in lowly soluble cement hydrate phases or because of the increased pH.

Tableau 6-5: Mobility of trace elements coupled with the concentration limits (mg/kg)

<i>Elements</i>	<i>As</i>	<i>Ba</i>	<i>Cd</i>	<i>Cr</i>	<i>Cu</i>	<i>Mo</i>	<i>Ni</i>	<i>Pb</i>	<i>Sb</i>	<i>Se</i>	<i>Zn</i>
<i>Reference mortar</i>	0.008	9,4	0,0006	0,015	0,003	0,057	0,065	0,023	0,058	0,093	0,044
<i>Blended mortar</i>	0.08	11,9	0,01	0,10	0,05	0,10	0,03	0,03	0,06	0,07	0,06
<i>limits</i>	0.5	20	0,04	0,5	2	0,5	0,4	0,5	0,06	0,1	4

6.5.3. Assessing sediments recycling

Figure 6-11 proposed a flowchart to assess the feasibility of recycling sediments in cementitious matrix. First, heavy metals concentration should be assessed in order to quantify the contamination or toxicity of sediments. If the materials found to be dangerous, this process should be discarded unless the decontamination is feasible. For the heavy metals concentrations, even if exceed the recommended limits, the materials could be always considered depending on the rate incorporation and the treatment. As studied, calcination causes the mobility of some elements, however, in a blended binder some of those elements stabilized in the matrix. In that case, or when sediments can be described as an inert material, then it must be subjected to chemical and mineralogical analysis.

The blended-binder compatibility is crucial: sediments should be principally minerals, even that O.M could be eliminated with calcination, the use of a principally organic sediments is not convenient. When this compatibility is possible, complementary characterizations must be conducted such as: TGA, DSC, and XRD. Those analysis are in order to determine the suitable calcination temperature for the activation of chemical elements, and to have insights about the mineral composition of calcined sediments. The pozzolanic reactivity potential of calcined sediments is important for such incorporation. This potential could be tested using the conventional methods such as Frattini's method, accelerated method of Chapelle, conductivity measurement, and the strength activity index and coefficient. If this potential found to be equal or comparable to the cement, calcined sediments could be used as SCM, if not it could be considered as a mineral addition or filler.

The determination of water demand is basic due to the generally high absorption of sediments. The next step is designing cementitious matrix with different amounts of treated sediments. Mechanical and durability properties must be evaluated. When the obtained results are equivalent to a composed CEM II a/b/c V, the proposed blended binder is considered feasible. If it is not the case, sediments could be considered as filler. However, another leaching test on the ground matrix or monolith is important to guarantee the stabilization of the heavy elements in the matrix.

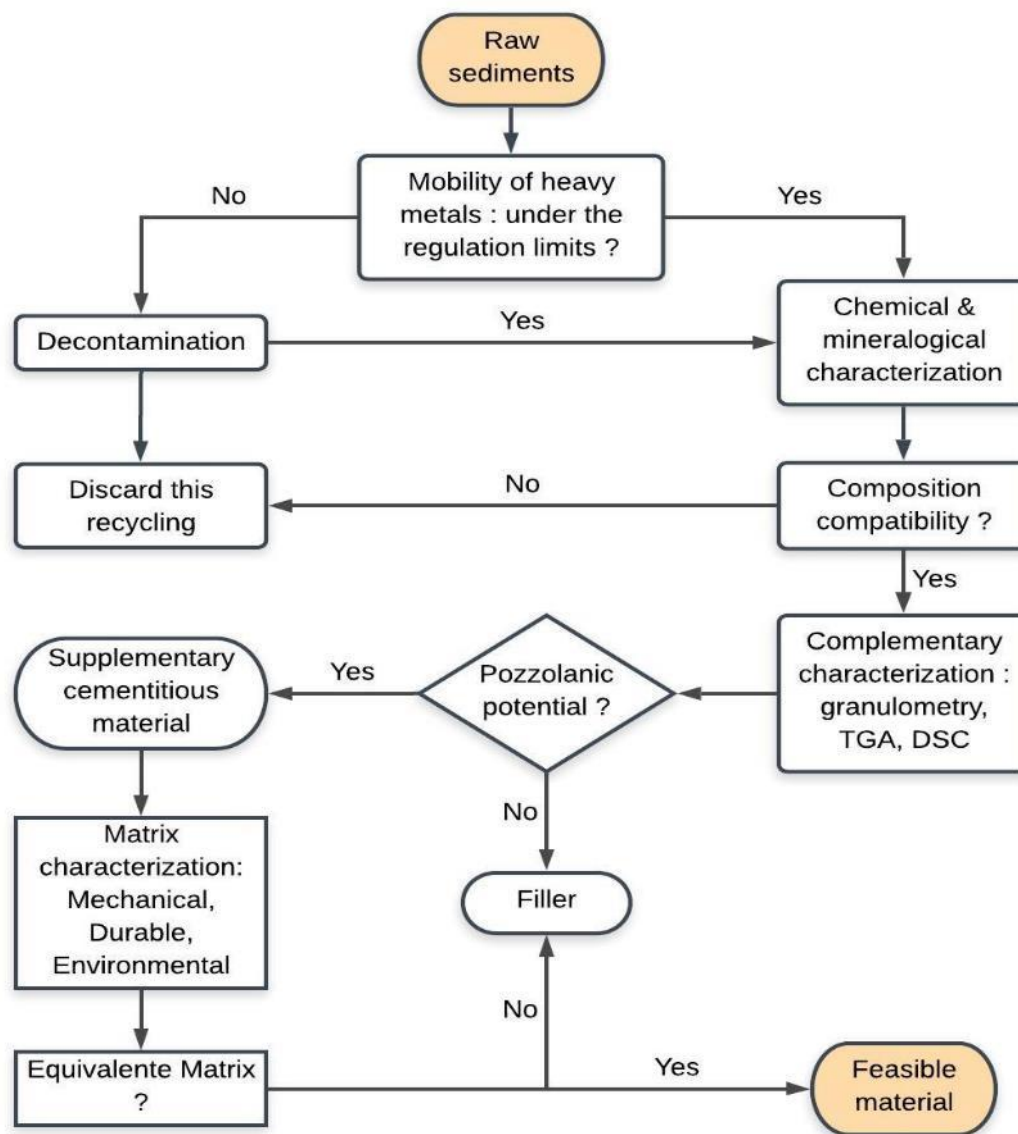


Figure 6-11: Feasibility of recycling sediments in a cementitious matrix

6.6. Conclusion

Fluvial dredged sediments are characterized by a heterogenous chemical composition (organic and mineral phases). Activation of the beneficial phases for the solidification of the cementitious matrix could be achieved through thermal treatment. The thermal analysis and the study of the free gases allows optimizing the temperature of calcination adapted to the activation of pozzolanic elements. The results of this work can be presented under several points:

1. The physical-chemical characterization of the sediments makes it possible to identify the activation temperature. The main recorded changes in the sediments were linked to the activation of CaCO_3 , degradation of organic matter and denaturalization of aluminosilicate clays.
2. The calcination causes the mobility of some MMTEs like Molybdenum (Mo) and Antimony (Sb). Their concentrations exceeded the limits for inert solid. Therefore, the activation of the sediments requires a verification of pollutants stabilization in standard conditions.
3. A reconstituted blended binder formed with a 10 % CS substitution rate gives a same compressive strength development as CEM I 52.5 N.
4. An environmental study point does not show any problem in the behavior of leaching of the MMTE compared to the standards near French and European

Acknowledgements

The research work was conducted in the laboratories of the Department of civil & Building Engineering of the University of Sherbrooke, Canada. This work was funded by the research funds of the IMT Lille Douai and grants from the Natural Sciences and Engineering Research Council of Canada (NSERC) and from the “Fonds de Recherche Nature et Technologies du Québec” (FRQNT).

CHAPITRE VII : ANALYSE PRÉLIMINAIRE EN VUE DE VALORISER LES SABLES DES IDM

7.1. Mise en contexte

Le Québec ne fait pas exception : certaines régions, comme les îles de la Madeleine (IDM), sont actuellement en pénurie de matériaux granulaires et doivent les importer, ce qui représente des coûts économiques et environnementaux considérables. Afin de réduire la charge environnementale et d'optimiser efficacement les ressources, il est jugé nécessaire d'utiliser les ressources locales en matériaux de construction. La présente contribution a pour but général de tirer profit des sables marins dans les infrastructures du Génie civil. En effet, la valorisation de ces matériaux dans un tel domaine peut présenter une alternative avantageuse pour certaines régions pauvres en sédiments détritiques. Les sédiments sableux des IDM ont été utilisés comme sable pour fabriquer les roches artificielles en mortier qui serviront comme récifs artificiels, notamment pour milieu de vie pour le homard. Cette recherche fait partie d'une vision de valorisation visant à couvrir l'insuffisance en matière granulaire de l'archipel.

Les IDM sont comprises à l'intérieur d'un large bassin sédimentaire, nommé bassin de Madeleine. En 2016, l'entreprise *Dragage IM* a envoyé à l'Université de Sherbrooke des échantillons de sable provenant du Port de Pointe-Basse. La Figure 7-1 présente le site d'échantillonnage. Il y avait deux types de sable : ceux considérés comme contaminés (de couleur noire et plutôt vaseuse), et ceux considérés comme propres (de couleur jaune/rouge et plutôt sableuse). Seulement ces derniers ont été utilisés dans cette étude.



Figure 7-1 : Localisation de site d'échantillonnage des sables (Photo de Klaus Mueller)

7.2. Objectifs et méthodologie

La valorisation ne peut avoir lieu que par une bonne connaissance des propriétés physico-chimiques de ces sables. Comme une première phase d'étude, ces matériaux ont été caractérisés physiquement et minéralogiquement. Cela étant, ils ont été tamisés à travers un tamis de 5 mm afin de se débarrasser de tout autres composants, comme les coquillages ou les morceaux de bois. Stabiliser ces sables avec un ciment pour fabriquer des roches artificielles a été visée. Étudier les performances mécaniques et physiques afin d'identifier un mélange optimal avec une incorporation totale de ces matériaux constituait la deuxième phase de cette valorisation. Comme dernière phase de cette analyse préliminaire, c'était de formuler des bétons afin de conduire des essais de durabilité. La Figure 7-2 représente la méthodologie et démarche des travaux faits sur ces sables alternatifs.

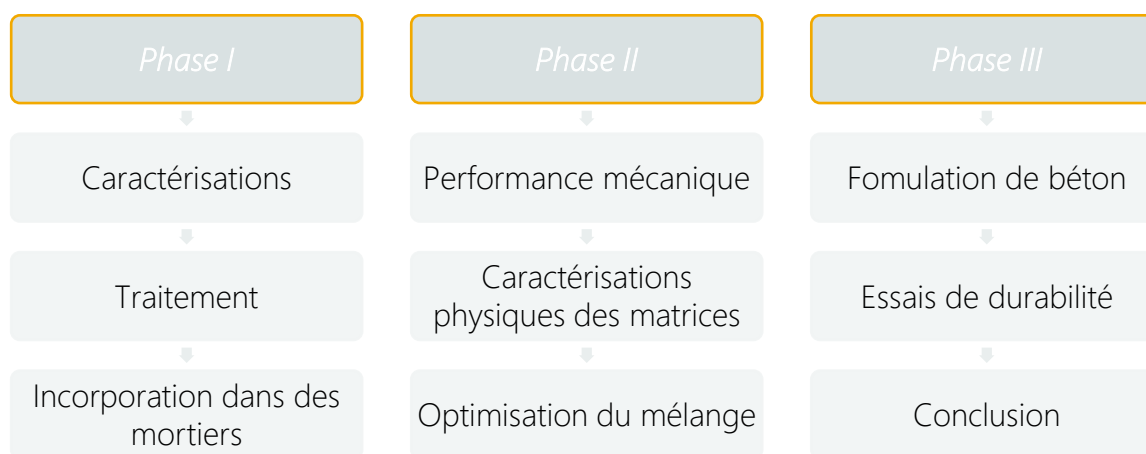


Figure 7-2 : Méthodologie en vue de valoriser les sables des IDM

7.3. Caractérisations des sables

Ces sables contiennent une faible proportion des M.O. inférieure à la limite de 3 % (ASTM C33). Un pourcentage de 0,64 % à la perte au feu a été rapporté selon la procédure de la norme EN 12879. L'analyse granulométrique était faite suivant la norme BNQ 2501-025 (Figure 7-3). Selon les coefficients de courbure et d'uniformité, les sédiments ont une granulométrie très serrée et mal graduée. La norme ASTM C33 recommande une valeur entre 2,3 et 3,1 alors que les analyses montrent une valeur de 0,9.

Une analyse minéralogique par DRX a été faite sur ces sables (Figure 7-4). Les principales phases minérales trouvées dans les échantillons sont le quartz, microcline, dolomite, halite, calcite et albite. Le sable contient donc du sel sous forme cristalline (halite). La morphologie des sables est présentée dans la Figure 7-5. Il a été observé qu'ils se composent de fines particules angulaires, de composition siliceuse.

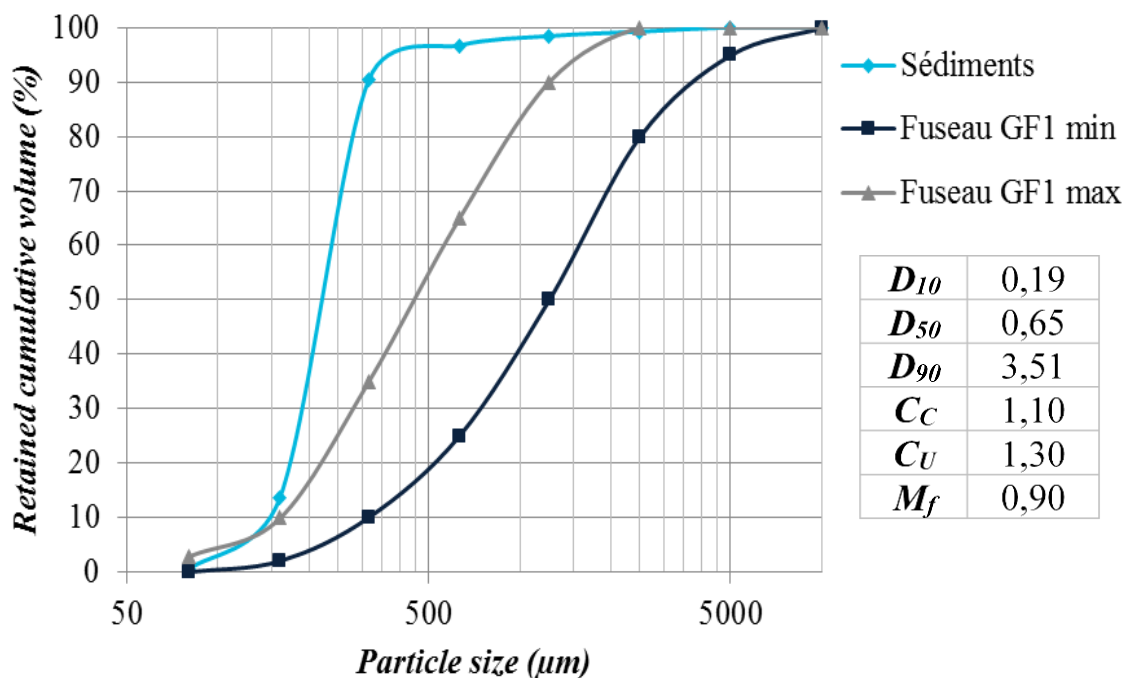


Figure 7-3 : L'analyse granulométrique des sables

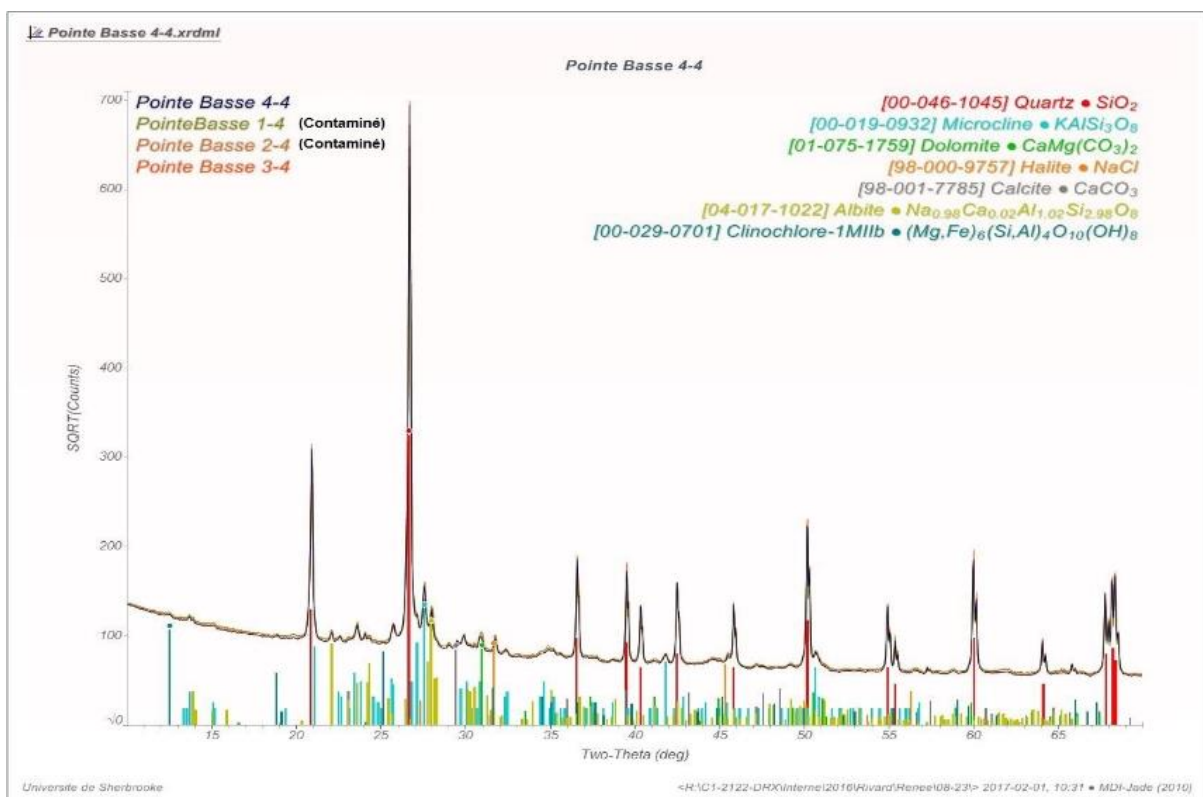


Figure 7-4 : Analyse DRX sur les sables de Pointe-Basse

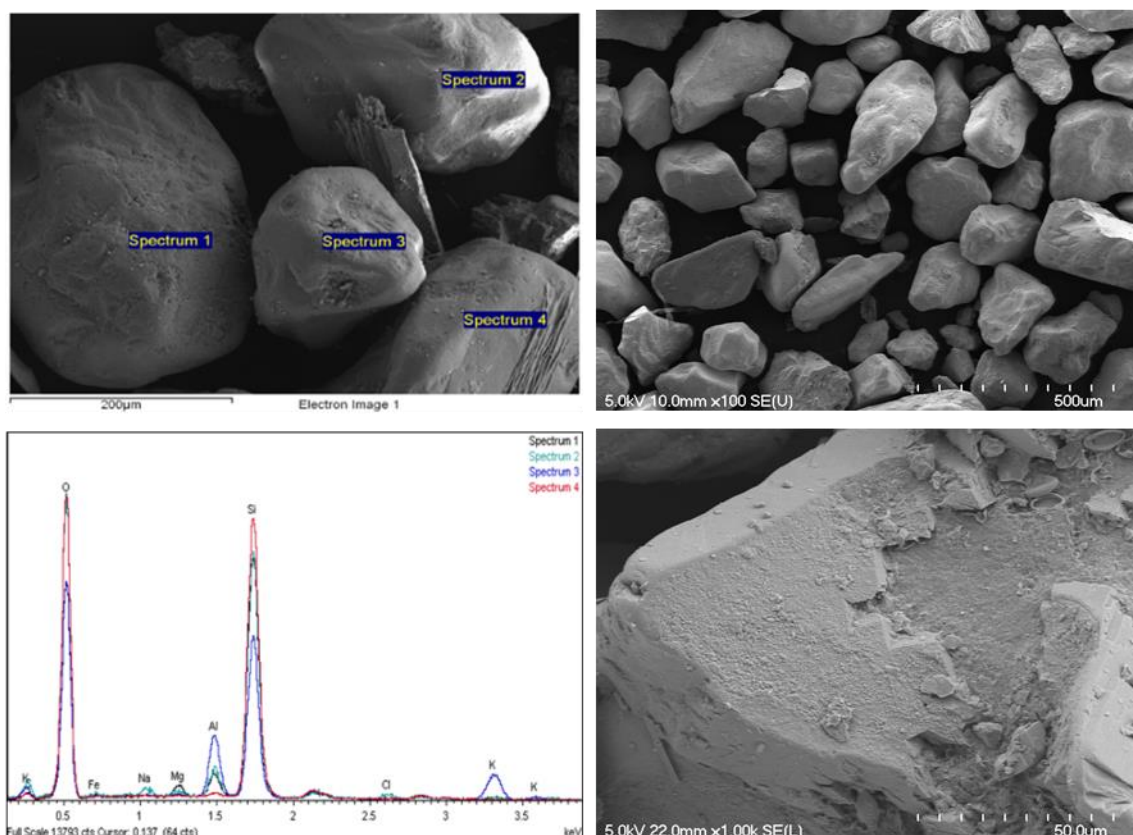


Figure 7-5 : Observations MEB des sables

7.4. Plan expérimental

7.4.1. Optimisation du mélange

Pour atteindre les objectifs visés, un plan expérimental a été mis en place comprenant 35 formulations. Trois cubes de 50 mm³ ont été préparés (ASTM C39), correspondant à un plan factoriel de trois variables :

$$0 \leq \text{Sédiments/Sable} \leq 1$$

$$0,5 \leq \text{Eau/Ciment} \leq 0,6$$

$$0,3 \leq \text{Ciment/Sable} \leq 0,4$$

La masse volumique, la résistivité électrique (ASTM C1760) et la résistance à la compression (ASTM C39) ont été mesurées à 7 et 28 jours. La Figure 7-6 représente l'évolution de la M_{VA} pour les différents ratios de E/C. Elle montre que cette masse diminue en augmentant la quantité des sables alternatifs introduite dans la matrice, et aussi en augmentant le rapport E/C. Les mêmes observations sont faites pour la résistance à la compression (Figure 7-7) et pour la résistivité électrique (Figure 7-8) : ces deux paramètres diminuent en augmentant le rapport E/C et la quantité des sables incorporés.

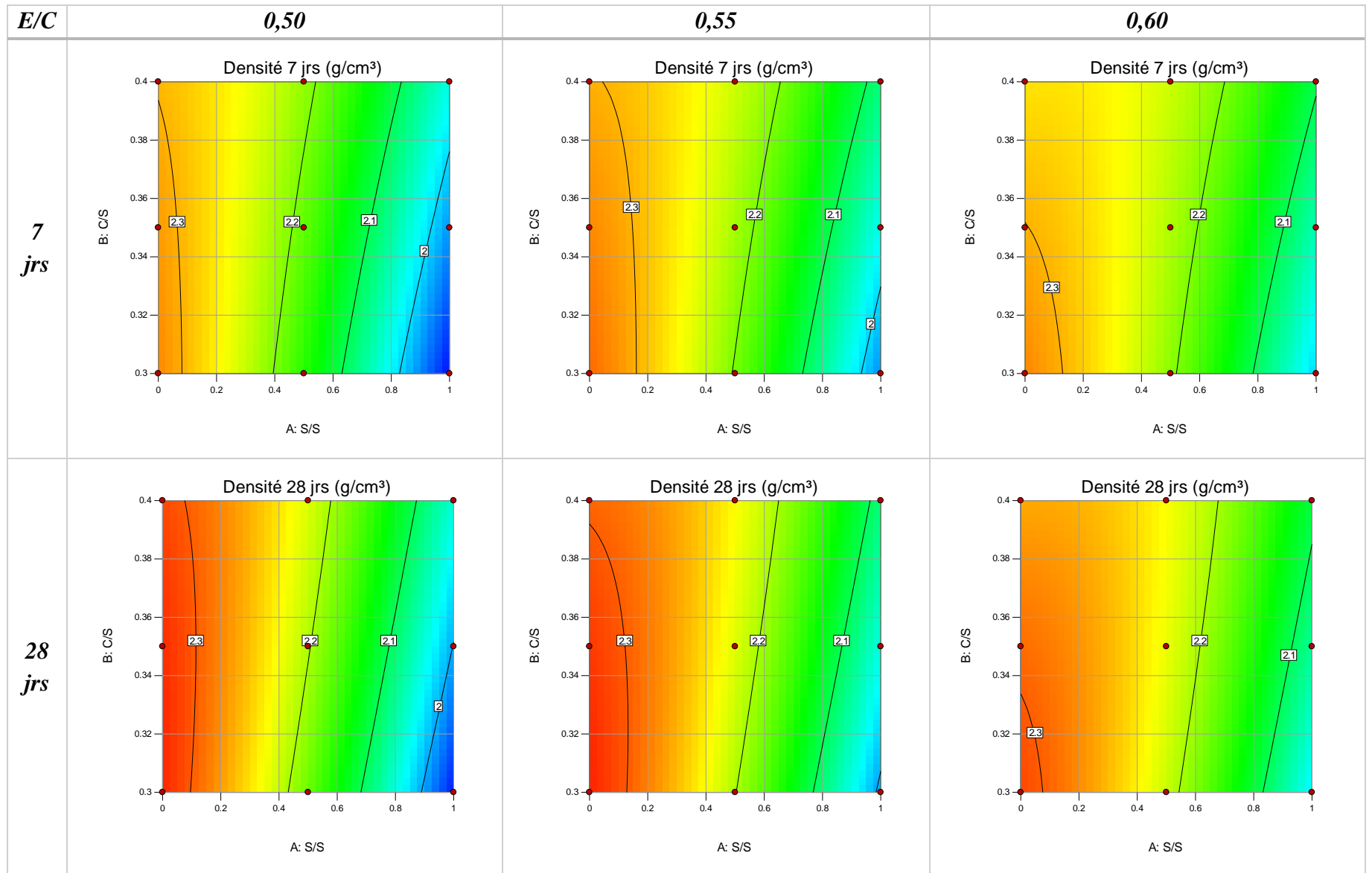


Figure 7-6 : Évolution de la masse volumique pour les différents ratios E/C

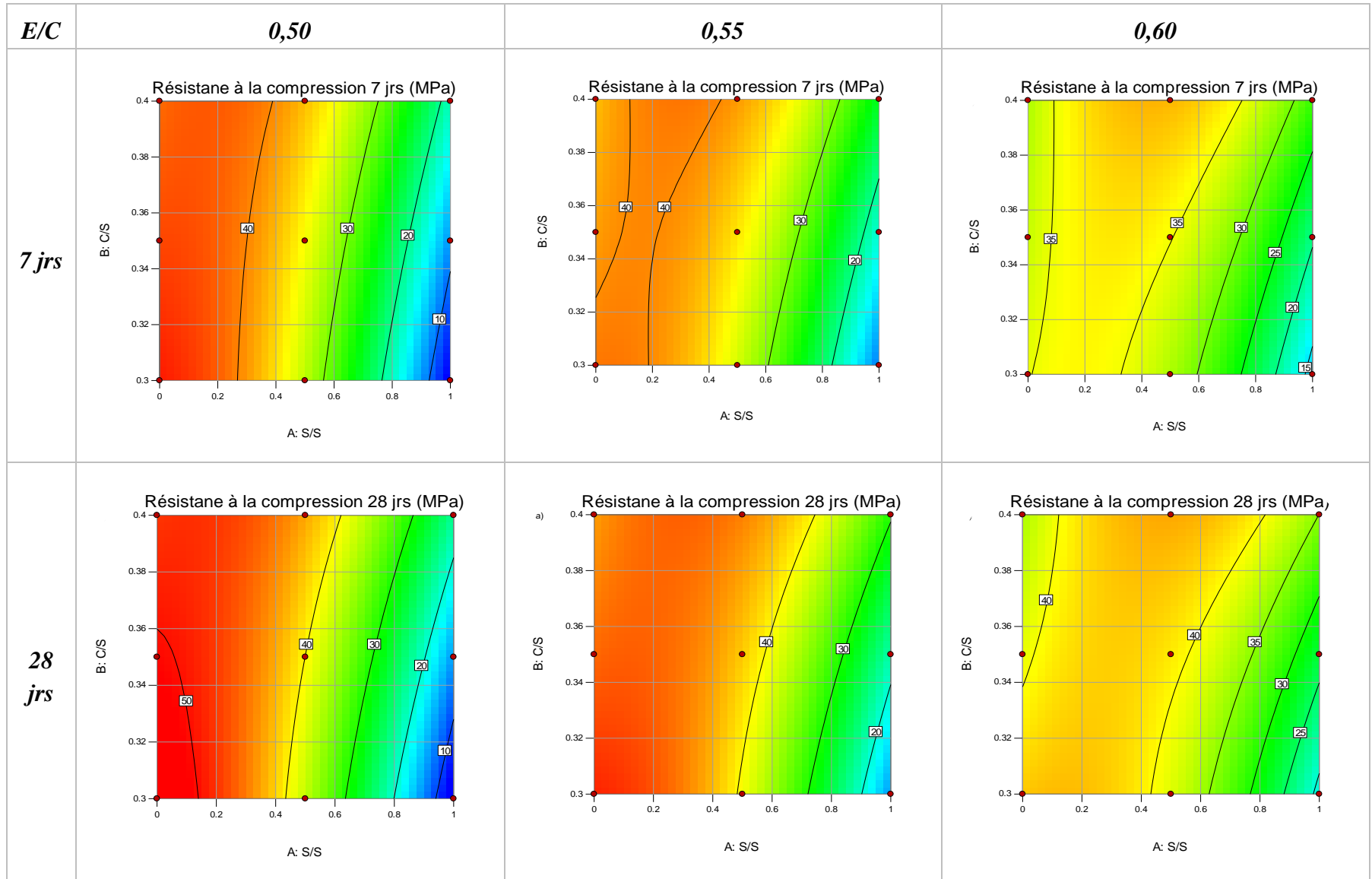


Figure 7-7 : Évolution de la résistance à la compression pour les différents ratios E/C

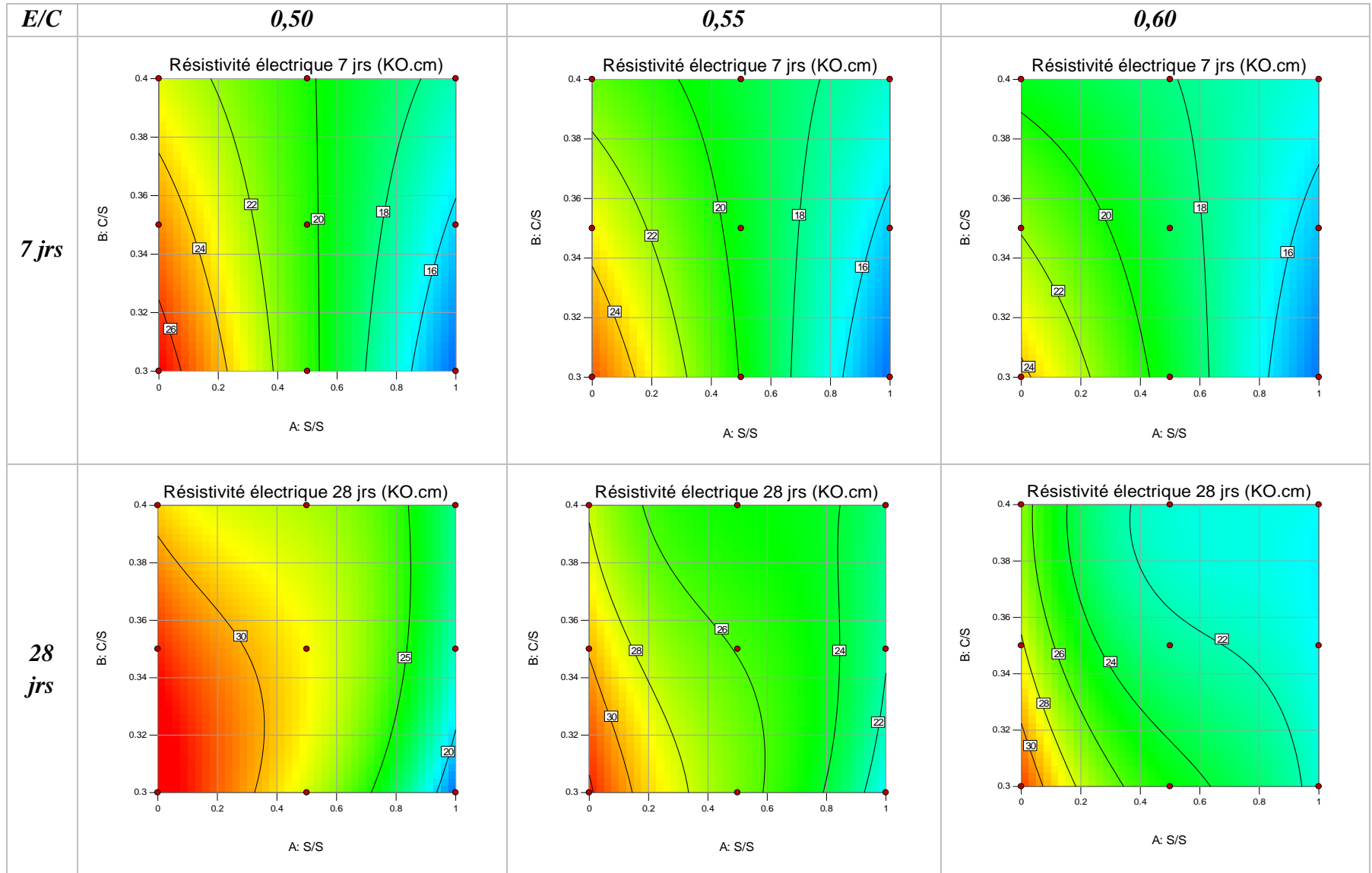


Figure 7-8 : Évolution de la résistivité électrique pour les différents ratios E/C

Les Figure 7-9 et Figure 7-10 représentent respectivement une corrélation entre la résistance à la compression et masse volumique apparente, et celui-ci avec la résistivité électrique. Une évolution au niveau de la résistivité électrique et de la résistance à la compression est remarquable de 7 à 28 jours. Il a été constaté qu'une masse volumique apparente élevée est associée à la fois à une bonne résistance à la compression et à une bonne résistivité électrique. La Figure 7-11 présente une corrélation moyenne entre la résistance à la compression et la résistivité électrique.

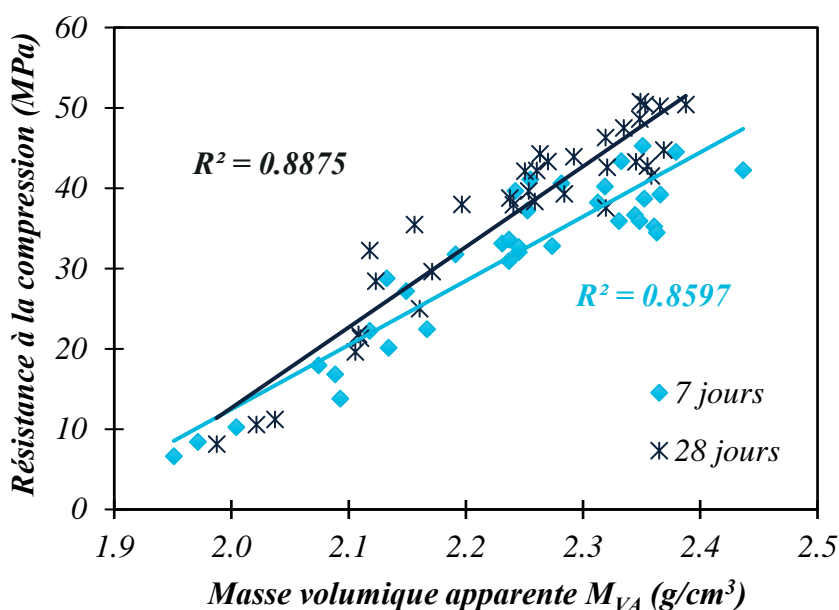


Figure 7-9 : Corrélation entre les résultats de la résistance mécanique et la M_{VA}

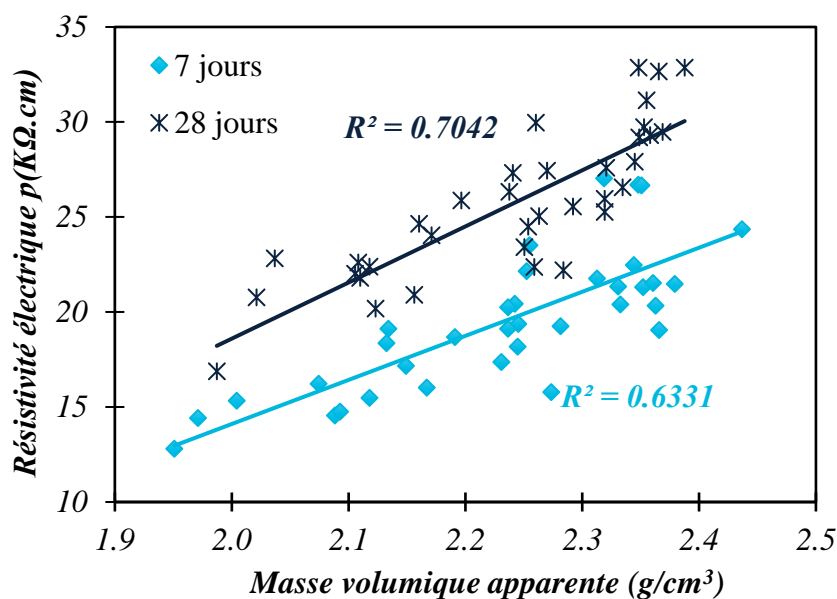


Figure 7-10 : Corrélation entre la résistivité électrique et la M_{VA}

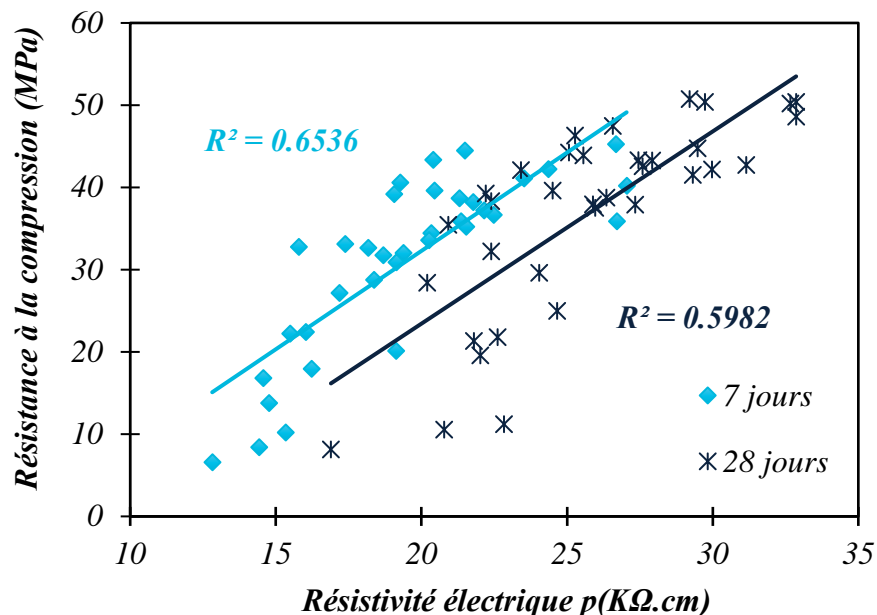


Figure 7-11 : Corrélation entre la résistance à la compression et la résistivité électrique

Afin d'optimiser ces résultats et atteindre les objectifs visés d'incorporer les sables alternatifs à 100 % pour produire des roches artificielles, les contraintes suivantes ont été posées :

- Une résistivité électrique minimale de 15 et 20 kΩ.cm a été visée à 7 et 28 jours ;
- Une résistance à la compression minimale de 25 et 30 MPa a été visée à 7 et 28 jours ;

L'optimisation selon ces critères peut être représentée graphiquement en utilisant *Design Expert* comme présenté dans la Figure 7-12.

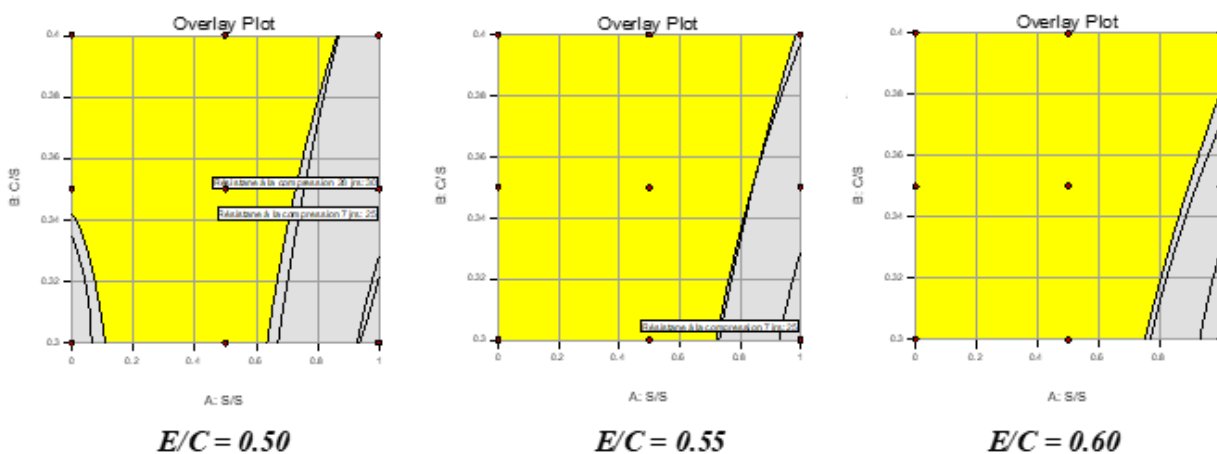


Figure 7-12 : Optimisation des mélanges selon les critères posés

Afin de maximiser l'incorporation des sédiments, la formulation qui favorise une incorporation totale a été choisie. Cette formulation correspond à un rapport E/C = 0,6 avec un ratio de C/S = 0,4.

7.4.2. Mélange optimal

Afin d'assurer la reproductibilité des résultats, des essais complémentaires ont été faits sur ce mélange optimal à 7, 28, 56, et 91 jours tels que : la résistance à la compression (ASTM C39), la résistivité électrique sur les mêmes échantillons (ASTM C1760), l'absorption capillaire (ASTM C642), et la porosité accessible (NF P18 459). Les résultats confirment les fortes corrélations trouvées sur les formulations antérieures (Figure 7-13 et Figure 7-14).

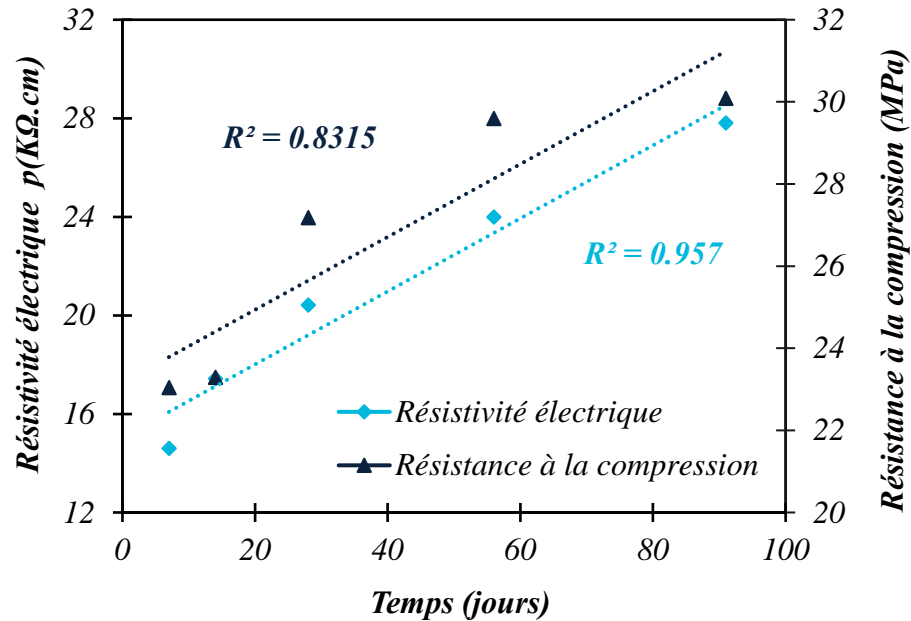


Figure 7-13 : Évolution de la résistivité électrique et la résistance à la compression

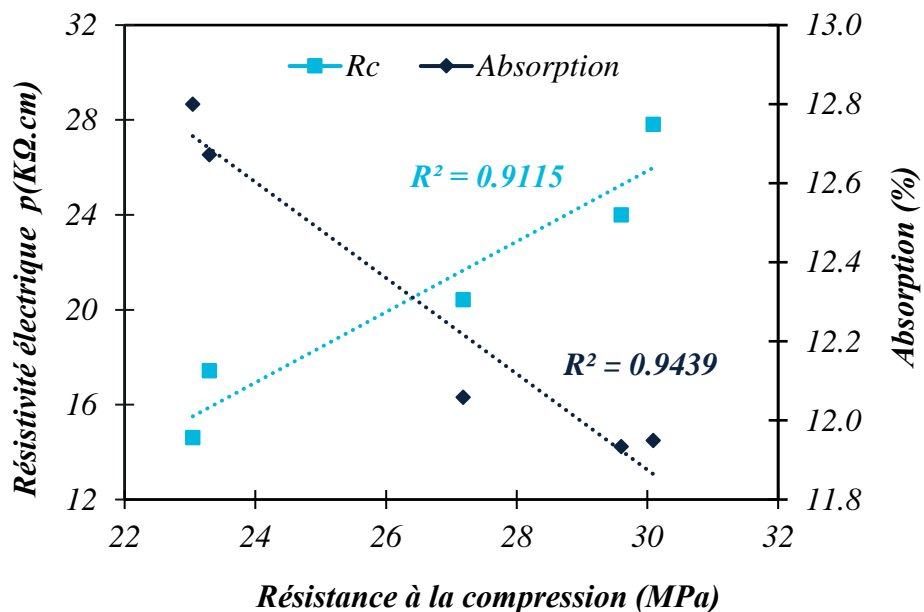


Figure 7-14 : Corrélation entre les résultats

- Une résistivité électrique élevée est associée à une résistance à la compression élevée ;
- Une faible absorption est associée à une résistivité électrique élevée et aussi une résistance à la compression élevée ;
- Même remarque concernant le volume des pores perméable puisque ce paramètre se corrèle parfaitement avec le taux d'absorption ;

Les résultats rapportés par l'essai de la porosité accessible à l'eau ont été alentour de 25 % pour toutes les échéances. C'est principalement dû à la granulométrie discontinue des sables de IDM.

La Figure 7-15 représente des observations MEB sur une fraction de mortier de 7 jours. Une formation d'ettringite est observée et elle est associée à de nombreux facteurs, comme la température, l'humidité, et la variation des sulfates de calcium.

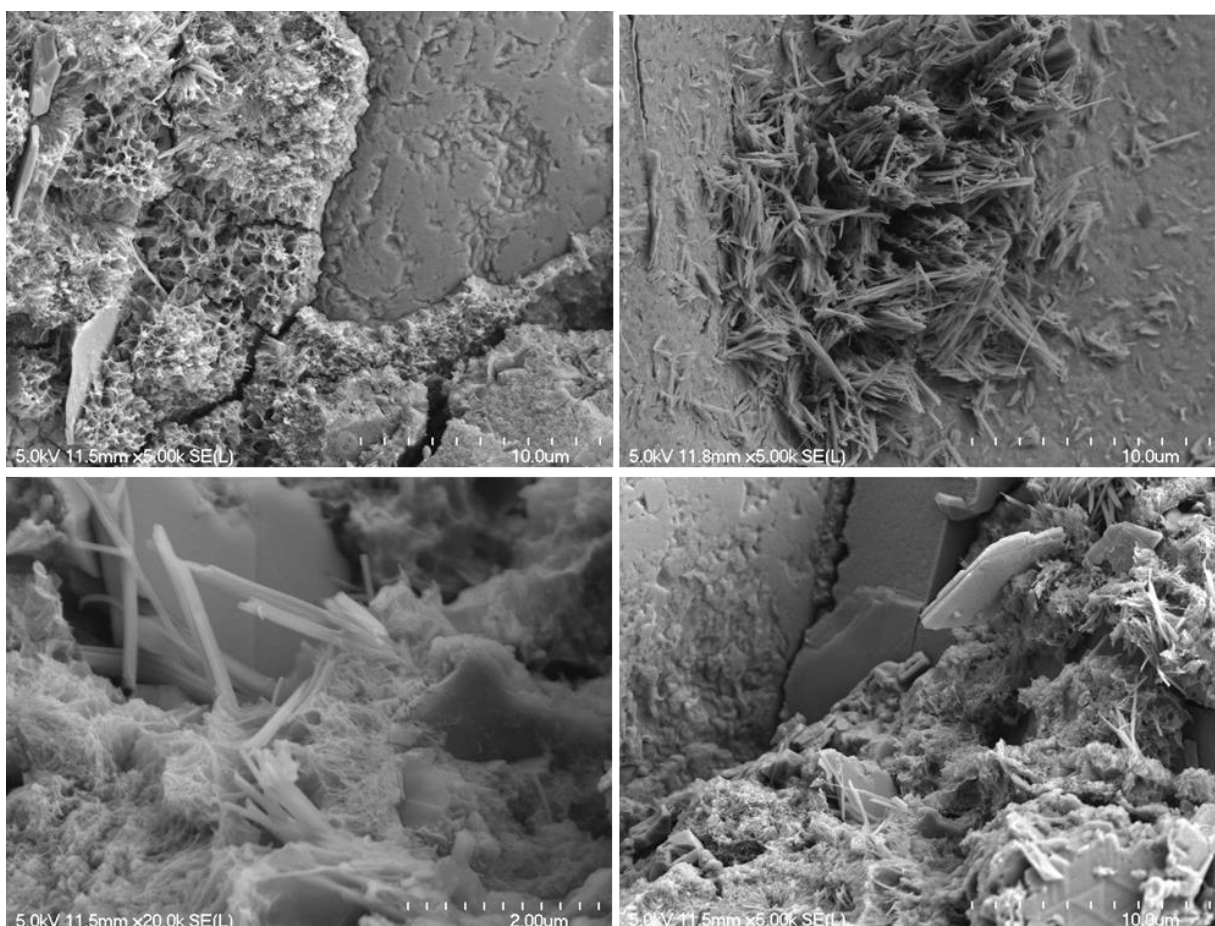


Figure 7-15 : Observations MEB sur une fraction de 7 jours

D'autres observations MEB ont été faites sur des fractions de mortier à 91 jours (Figure 7-16). Les observations montrent moins d'ettringite, mais surtout une présence élevée de la portlandite. La présence de la silice supplémentaire qui provient du sable pourrait réagir avec cette portlandite pour former plus de CSH.

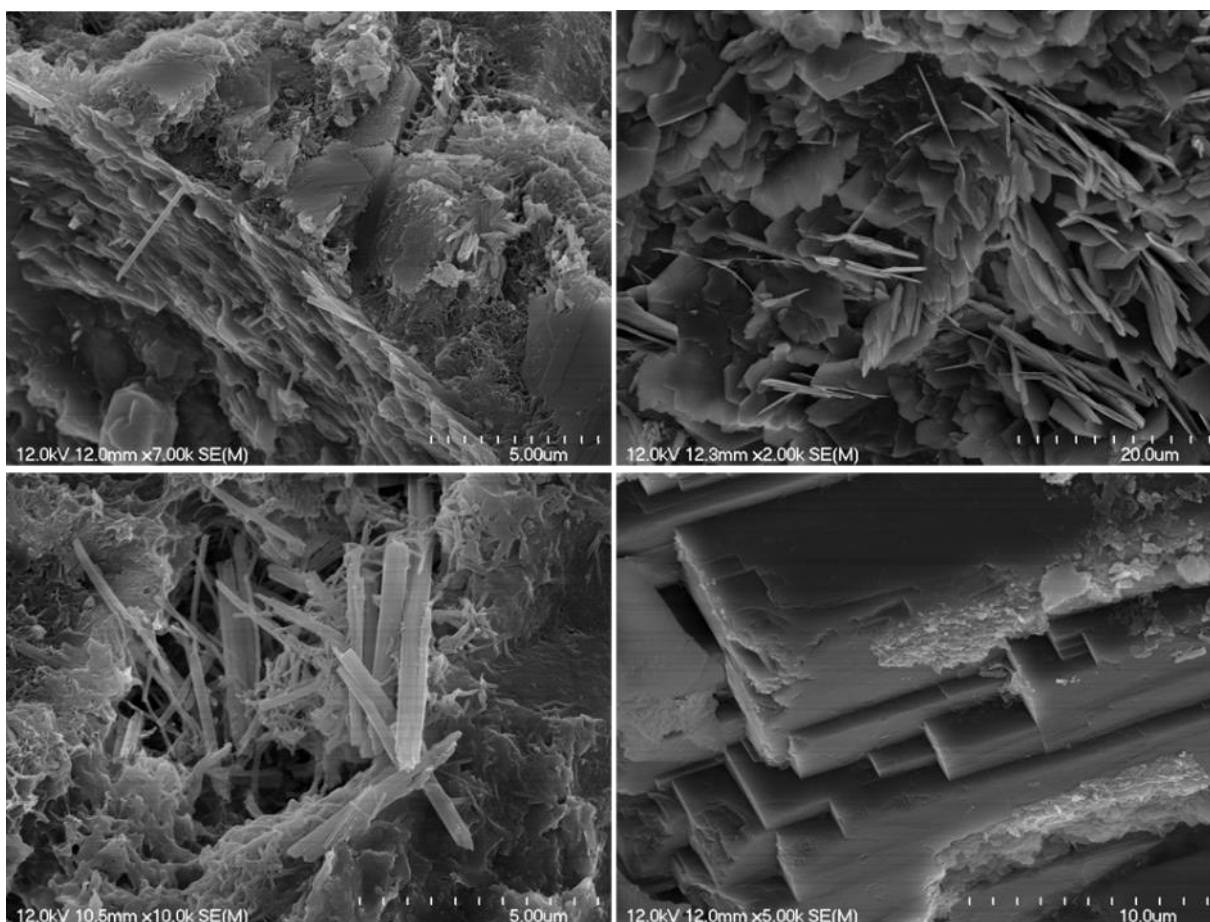


Figure 7-16 : Observations MEB sur une fraction de 91 jours

7.4.3. Étude de durabilité

Une étude des indicateurs de durabilité de la classe F/XF (exposition au gel/dégel et à l'écaillage) a été réalisée. Une formulation de béton à base des sables alternatifs a été faite (Tableau 7-1). Un agent entraîneur d'air a été utilisé avec un dosage de 15 ml/100 kg de ciment.

Tableau 7-1 : Formulation pour 1 m³ de béton

Composition	Ciment	Eau	CA ₁ 10-20 mm	CA ₂ 5-10 mm	CA ₃ 10-14 mm	Sables
Masse (kg/m ³)	350	210	290	587	286	875

Les propriétés à l'état frais de cette formulation se résument ainsi : un affaissement au cône d'Abrams de 180 mm, ce qui correspond à une classe de consistance S4 qui indique un béton fluide avec une maniabilité élevée. Une masse volumique apparente de 2196 kg/m³, et une teneur en air de 5,8 % ont été trouvés.

Les propriétés mécaniques de ce béton ont été suivies au cours du temps afin de comprendre les effets d'incorporation des sables de dragage. (Tableau 7-2).

Tableau 7-2 : Propriétés du béton à l'état durci

<i>Échéance</i>	<i>M_{VA} (g/cm³)</i>		<i>Résistivité électrique (KΩ.cm)</i>		<i>Resistance à la compression (MPa)</i>	
	<i>Moyenne</i>	<i>É-type</i>	<i>Moyenne</i>	<i>É-type</i>	<i>Moyenne</i>	<i>É-type</i>
<i>7 jours</i>	2,27	0,02	22,8	0,7	7,01	0,1
<i>28 jours</i>	2,26	0,01	28,1	1,4	10,9	0,6
<i>56 jours</i>	2,30	0,01	32,0	1,0	14,8	0,1

La résistance à la compression mesurée est plus faible que prévu avec une valeur maximale égale à 14,8 MPa et une résistivité égale à 32 KΩ.cm mesurée à l'âge de 56 jours. Il était remarqué que la concentration des solides est faible, ce qui a influencé les propriétés du béton à l'état durci. Ce comportement peut être associé à mauvaise classe granulométrique du sable de dragage. Il a été remarqué qu'il y avait une faible cohésion entre les sédiments et les graviers. Pour l'amélioration de la performance du béton, une adaptation de la technique de fractionnement du sable est souhaitable pour reconstituer le fuseau du sable de dragage ou bien ajouter des granulats grossiers.

~ *Écaillage*

Cette méthode d'essai couvre la détermination de la résistance mise à l'échelle d'une surface de béton horizontale exposée à cycles de congélation-décongélation en présence de produits chimiques de dégivrage « chlorure de calcium ». Cet essai a été réalisé sur deux plaques de 25 x 25 x 7,5 cm (ASTM C672). La Figure 7-17 représente ces plaques au bout du 25^e cycle.



Figure 7-17 : Les échantillons de l'essai de l'écaillage au bout de 25e cycles

La formation des gels à quelques mm en dessous de la surface du béton provoque des pressions internes. La dégradation des plaques se manifeste alors par un écaillage de la surface du béton. Pour tester la résistance du béton face à l'écaillage, la perte de masse surfacique due à l'attaque de chlorures de calcium sur la surface de la plaque après des cycles gel-dégel a été mesurée. La Figure 7-18 représente la perte de masse jusqu'à 25 cycles, l'essai a été arrêté après.

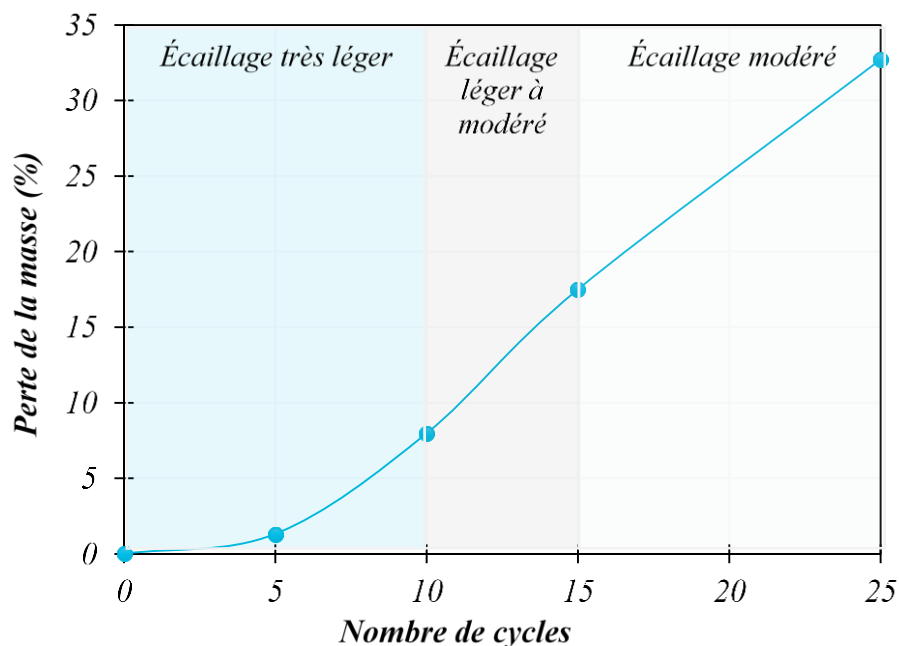


Figure 7-18 : Perte de masse due à l'écaillage

Au bout du 10^e cycle, une perte de masse de 8 % a été constatée, associée à un écaillage très léger. Au bout de 15^e cycles, la perte de masse a atteint 17 %, ce qui signifie qu'il y a un écaillage léger à modéré. Au bout de 25^e cycles, un écaillage modéré a été constaté avec une perte de masse significative de presque 33 %. La vulnérabilité de l'endommagement est en relation avec la formulation du béton qui est influencée par la mal classe granulométriques des sables de dragage.

L'état de la dégradation des plaques d'écaillages après 25^e cycles est représenté par le détachement en débris de la partie superficielle des plaques (Figure 7-17). Il est à noter que l'essai s'est arrêté à 25 cycles parce que les plaques ont été percées vu qu'elles n'ont pas résisté aux cycles de gel/dégel. Ce béton à base des sables de dragage présente de faibles performances vis-à-vis à ce phénomène.

~ *Gel/dégel*

Cet essai couvre la détermination de la résistance du béton à des cycles de congélation et décongélation. Cet essai est destiné à déterminer les effets de variations du conditionnement du béton face à la résistance aux cycles de gel et de dégel spécifiés dans la procédure particulière. Cet essai a été réalisé sur deux poutres de 75 x 75 x 350 mm (Figure 7-19) selon ASTM C666.

La fréquence transversale, la variation de longueur, et la variation de la masse ont été mesurées à plusieurs échéances. La Figure 7-20 représente la perte de masse et la variation du module d'élasticité dynamique relative aux cycles gel/dégel.



Figure 7-19 : Les poutres d'essais placés dans les bacs de gel-dégel après 60 cycles

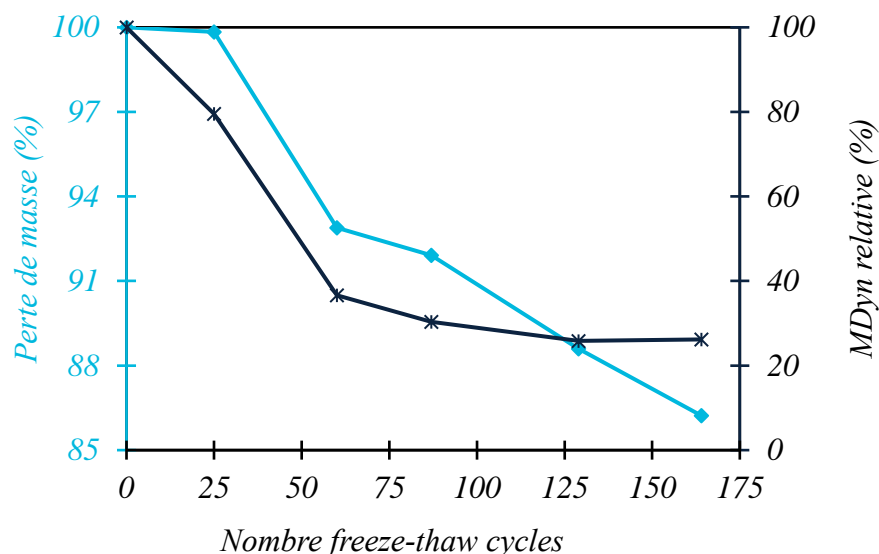


Figure 7-20 : Perte de masse et variation du M_{dyn} dû au gel/dégel

Jusqu'au 25^e cycle, presque aucune perte de masse n'est remarquée. Au bout de 60^e cycle, une augmentation progressive de perte de masse (7 %) a été constatée. Cette augmentation continue légèrement jusqu'à 8 % au bout de 87 cycles, puis progressivement jusqu'à 11 % au bout de 129 cycles. Ceci résulte en l'expansion et le détachement en agrégats des parties superficielles des poutres après des cycles de congélation et décongélation, de ce fait la perte de masse totale après 164 cycles est égale à 14 % par rapport à la masse de la poutre d'essai. L'intensité de la

dégradation des poutres est relative à l'intensité des cycles et ce qui explique la diminution du module d'élasticité dynamique relative qui atteint 75 % à 129 cycles.

Pour le module d'élasticité dynamique, une augmentation a été notée dès le début de l'essai pour atteindre 12 % au bout de 25 cycles. Comme la tendance de la perte de masse, il avait une augmentation progressive du module de 54 % après 60 cycles. Cette augmentation continue pour atteindre 67 et 75 % respectivement au bout de 87 et 129 cycles. Par la suite, une diminution jusqu'à 68 % au bout de 164 cycles ce qui montre la vulnérabilité de l'endommagement de l'échantillon, noté bien que dans la ASTM C666 définie d'arrêter l'essai à cette valeur ($\epsilon = 60 \%$).

L'action mécanique du gel sur les poutres d'essais a pour origine le gel de l'eau dans la porosité et l'apparition de pressions internes dues à l'augmentation de volume de la glace. Lorsque l'eau qui se présente dans les pores du béton se gèle, l'accroissement de pression de l'eau met à son tour le béton en pression interne. Cette pression interne va provoquer un gonflement représenté par la prise en masse. Ce béton fabriqué avec des sables de dragage n'a pas présenté de bonnes performances vis-à-vis aux agressions climatiques externes. On peut dire que la classe granulométrique de ces sables influe sur la porosité et la rigidité du béton.

7.5. Conclusion

Malgré les résultats négatifs issus de l'étude de durabilité, la caractérisation minéralogique et physique des sables de dragages des IDM montre un grand potentiel de valorisation comme trouvé dans l'étude sur les mortiers. Cependant la granulométrique n'est pas adaptée pour une certaine stratégie de valorisation afin de l'utiliser comme une matière granulaire locale pour la construction. Une étude de durabilité du béton est en cours pour tester la résistance et le comportement du béton vis-à-vis aux agressions externes comme le gel-dégel et l'écaillage. Cette recherche fait partie d'une vision de valorisation cherchant à apporter une alternative à l'insuffisance en matière granulaire de cette région. Les faibles performances des produits cimentaires élaborés sont dues à discontinuité granulaire de sable de dragage utilisé. Il est fortement recommandé de corriger la granulométrie de ces sables en incorporant des matériaux plus fins ce qui va améliorer la compacité de la matrice en diminuant la porosité.

CONCLUSION GÉNÉRALE ET PERSPECTIVE

Ce travail de recherche a été mené dans le but d'atteindre trois objectifs principaux. Le premier visait la mise en évidence de la valorisation des sédiments du GPMD comme ajout cimentaire pour la production des BAPs. Ce premier volet de la thèse s'est intéressé à l'étude de l'effet de ces matériaux sur l'état frais, la rhéologie, l'état durci, ainsi que leurs effets sur l'aspect environnemental et la durabilité des BAPs. Le deuxième objectif visait l'étude de l'effet de la calcination des sédiments fluviaux de Château l'Abbaye sur la mobilité des éléments traces, ainsi que la stabilité de ces éléments dans une matrice cimentaire. Le troisième objectif consistait à étudier comment solidifier des sables marins des IDM par un liant hydraulique afin de produire des roches artificielles.

Pour les sédiments du GPMD, une caractérisation approfondie (physique, chimique, minéralogique, et environnementale) a été réalisée afin de déterminer leurs propriétés. Les sédiments ont été traités par voie physique (séchage), mécanique (concassage), et thermique (calcination) sur base des analyses thermogravimétriques et calorimétriques. La demande en eau a été déterminée afin qu'ils ne consomment pas l'eau destinée à l'hydratation du ciment. La compacité du mélange a été optimisée théoriquement à l'aide du logiciel Réne-LCPC.

Une première partie des travaux a porté sur l'étude de l'incorporation de ces sédiments traités dans des mortiers autoplaçants. L'effet de trois variables sur l'état frais et durci de ces mortiers a été quantifié : le rapport sédiments/ciment de 0 à 50 %, le rapport E/C de 0,25 à 0,55, et le dosage en matière cimentaire (liant) de 380 à 600 kg/m³. Le dosage en superplastifiant a été fixé à 2 % pour les 15 mélanges testés. Les résultats ont montré que l'incorporation des sédiments traités n'a pas d'effet significatif sur les propriétés à l'état frais (maniabilité et fluidité) des pâtes autoplaçantes. Bien que les sédiments traités puissent être considérés comme un matériau pouzzolanique, l'augmentation du rapport S/C a un effet négatif sur les propriétés mécaniques ainsi que sur le module d'élasticité dynamique. La variation de ce rapport de 0 à 50 % génère une diminution en résistance à la compression de 80 à 60 MPa. Ces propriétés diminuent en augmentant le rapport S/C. L'utilisation des sédiments comme ajout cimentaire pourrait donc être envisagée pour un rapport S/C compris entre 7 et 35 % pour un dosage de liant de 380 à 600 kg/m³, et un rapport E/C respectif de 0,32 à 0,34.

Avant de tester l'incorporation de ces sédiments dans les bétons, une étude de faisabilité a été conduite pour des pâtes autoplaçantes. L'objectif de cette approche était d'optimiser la quantité de superplastifiants et surtout de déterminer l'effet des sédiments sur le comportement rhéologique. Un plan de mélange de quatre variables a été utilisé : ciment, sédiments, rapport E/C, et superplastifiant. Un autre paramètre a été pris en considération, soit la concentration volumique des solides qui était fixée entre 0,57 et 0,59. Cette fois, le taux maximal d'incorporation des sédiments était fixé à 30 % du volume de mélange. Dans ce contexte, 20 mélanges ont été préparés, et l'effet de ces particules sur l'état frais et durci a été investigué. Il a été constaté que les sédiments n'ont pas d'effet sur l'état frais des pâtes autoplaçantes lorsque

la demande en eau de ces particules est prise en compte. Les résultats ont démontré que le taux d'incorporation de ces sédiments traités peut atteindre une quantité volumétrique de 14 % ($S/C = 0,29$) correspondant à un rapport E/C de 0,30, un dosage en ciment de 433 kg/m^3 , et un dosage en S_p de 1,5 %. Les résultats montrent que lorsque le dosage en ciment augmente, le taux de sédiments incorporés augmente aussi.

Avant de passer à l'échelle béton, un deuxième échantillonnage des sédiments de dragage du GPMD a été préparé. La nature de ce prélèvement est totalement différente même si les sédiments ont la même provenance. La caractérisation poussée faite sur ces matériaux a montré que leur nature est plutôt sableuse et siliceuse qu'argileuse. Ces sédiments ont ensuite été traités et calcinés à un optimum de 800°C : une augmentation de la densité et une diminution de la teneur en M.O. ont été notées. Une méthode expérimentale a été utilisée pour optimiser la compacité afin d'avoir des BAPs compacts et performants. Trois BAPs ont été formulés à base de ces sédiments avec un taux de substitution du ciment de 0, 10, et 20 %. Il a été observé que les sédiments traités réduisaient la chaleur de l'hydratation, ce qui pouvait être un effet positif ou négatif en fonction de l'application visée. Cependant, jusqu'à 20 % de substitution, les deux paramètres se situent dans la plage d'autocompatibilité recommandée. Pour les propriétés à l'état durci, les trois BAPs présentaient une résistance à la compression équivalente et une résistance à la traction avec un écart type acceptable.

Une étude détaillée sur les indicateurs de durabilité, qui touche plusieurs classes d'exposition, suivie d'une étude environnementale, ont été menées par la suite sur les trois BAPs. Les indicateurs de durabilité ont été étudiés en termes de retrait au séchage, de sorptivité et d'absorption, de pénétrabilité aux chlorures, de résistivité électrique, d'attaque externe sulfatique, de réaction alcali-silice, de carbonatation accélérée et de microstructure par porosimétrie au mercure. Il a été constaté que le retrait au séchage a été réduit jusqu'à 8 % en augmentant la teneur en sédiments en raison de l'effet de remplissage et de la réaction pouzzolanique. Aussi, les BAPs présentant une teneur plus élevée en sédiments donnent un taux d'absorption, une pénétrabilité au chlorure et une profondeur de carbonatation plus élevés. Concernant la résistance à l'attaque externe du sulfate et à la réaction alcaline-silice, le BAP basé sur 10 % des sédiments a un comportement comparable à celle du BAP de référence. Pourtant, le BAP contenant 20 % de sédiments a approximativement deux fois moins de résistance. De plus, le développement de la microstructure a été amélioré grâce à l'intégration des sédiments. La porosité de tous les BAPs indique un très bon facteur de durabilité, dû au murissement interne, à l'optimisation de la compacité, et à la réaction pouzzolanique du TMS qui affine et augmente la densité de la zone de transition interfaciale. L'étude environnementale a montré que la mobilité des métaux lourds dans les poudres broyées des trois BAPs est inférieure aux limites de lixiviation des déchets inertes. Globalement, les indicateurs de durabilité du BAP à base de 10 % de sédiments semblent comparables aux matrices de référence. D'autre part, la réactivité pouzzolanique des sédiments a amélioré la microstructure et conduit à une zone de transition interfaciale plus dense.

Sur la base des performances globales des BAPs étudiés, la viabilité de la production de BAP incorporant des sédiments marins traités en tant qu'ajout cimentaire a été confirmée. Les résultats montrent que les sédiments traités du GPMD influent considérablement et positivement sur les propriétés des BAPs ainsi que leur microstructure : des résistances mécaniques équivalentes et une microstructure plus dense (SCC-1). Le taux de substitution optimal se situe entre 10 et 20 % et offre alors un compromis ainsi que des performances satisfaisantes, le tout dépendant de la classe d'exposition et des applications visées.

Quant aux sédiments fluviaux, une analyse de lixiviation a été faite sur les sédiments bruts et calcinés, et a montré que certains métaux dépassent les limites réglementées (inertes). De plus, la calcination rend certains éléments solubles plus mobiles. Une étude plus poussée sur la mobilité des métaux lourds a donc également été menée. L'objectif était de quantifier leur effet environnemental, mais aussi d'avoir une idée générale sur la pouzzolanité des sédiments de différente provenance. L'analyse thermique et l'étude des gaz émis permettent d'optimiser la température de calcination adaptée à l'activation des éléments pouzzolaniques. Néanmoins, la calcination des sédiments provoque la mobilité des métaux de transition lixiviables, ce qui engendre de nombreuses problématiques environnementales. Des éléments tels que le molybdène (Mo) et l'antimoine (Sb) ont dépassé le seuil autorisé pour la classification en tant que solide inerte. Les essais de lixiviation effectués sur des mortiers ont montré que tous les éléments étaient très stables dans les phases hydratées. En ce qui concerne l'état durci, il a été noté qu'un taux d'incorporation de 10 % de sédiments calcinés donne une résistance équivalente au mélange de référence.

Quant aux sables des IDM, malgré les résultats négatifs issus de l'étude de durabilité, la caractérisation minéralogique et physique des sables de dragages des IDM montre un grand potentiel de valorisation tel que rapporté dans l'étude sur les mortiers. Cependant, la granulométrie n'est pas adaptée pour une certaine stratégie de valorisation afin de l'utiliser comme une matière granulaire locale pour la construction. Une étude de durabilité du béton a été menée pour tester la résistance et le comportement du béton vis-à-vis des agressions externes tel que le gel-dégel et l'écaillage. Ces travaux visent la valorisation de ces sables afin de combler l'insuffisance en matière granulaire de cette région. Les résultats obtenus par ces essais montrent de faibles performances des produits cimentaires élaborés ce qui est dû principalement à la mauvaise classe granulométrique de sable de dragage utilisé comme sable dans la composition des mélanges. Il est fortement recommandé de corriger la granulométrie de ces sables en incorporant des matériaux plus fins ou plus grossiers ce qui améliorera la compacité de la matrice en diminuant la porosité.

Ce travail de recherche propose d'autres pistes d'investigations pour mieux comprendre le comportement des sédiments par des essais au laboratoire. À cet effet, et pour poursuivre des investigations futures, nous recommandons les points suivants :

- Il serait pertinent de mener des essais complémentaires de durabilité sur les BAPs à base de sédiments tels que la résistance à l'écaillage et aux cycles gel/dégel afin

d'avoir une idée sur le comportement de ces matériaux pour cette classe d'exposition ;

- Il serait intéressant d'entreprendre une étude économique ainsi qu'une analyse de cycle de vie des sédiments recyclés comme ajout cimentaire afin d'avoir une idée claire sur l'apport économique et environnemental de ces matériaux ;
- L'étude de la modélisation thermodynamique d'un mélange ciment-sédiments est fortement recommandée pour une caractérisation profonde des C-S-H formés en présence de sédiments ;
- L'étude de l'influence de la finesse des sédiments sur la microstructure de la matrice ainsi que sur les indicateurs de durabilité est souhaitable ;
- Une étude rhéologique sur l'influence des sédiments sur l'état frais des BAPs est hautement recommandée ;
- Une étude d'un élément structural armé en incorporant les sédiments afin de quantifier leur effet à grande échelle ainsi que sur la corrosion d'armature est très recommandée.

RÉFÉRENCES GÉNÉRALES

- Abd Elrahman, M., Hillemeier, B., 2014. Combined effect of fine fly ash and packing density on the properties of high performance concrete: An experimental approach. *Constr. Build. Mater.* 58, 225–233. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.02.024>
- AFNOR, 2007. NF EN 15169 : Caractérisation des déchets - Détermination de la perte au feu des déchets, des boues et des sédiments.
- Aïssoun, B.M., 2015. Influence des caractéristiques rhéologiques des bétons autoplaçants sur leur durabilité. Université de Sherbrooke.
- Aïssoun, B.M., Hwang, S.-D., Khayat, K.H., 2016. Influence of aggregate characteristics on workability of superworkable concrete. *Mater. Struct.* 49, 597–609. <https://doi.org/10.1617/s11527-015-0522-9>
- Alsubari, B., Shafigh, P., Jumaat, M., 2015. Development of Self-Consolidating High Strength Concrete Incorporating Treated Palm Oil Fuel Ash. *Materials* 8, 2154–2173. <https://doi.org/10.3390/ma8052154>
- Alyamac, K.E., Ghafari, E., Ince, R., 2017. Development of eco-efficient self-compacting concrete with waste marble powder using the response surface method. *J. Clean. Prod.* 144, 192–202. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2016.12.156>
- Amar, M., Benzerzour, M., Abriak, N.-E., Mamindy-Pajany, Y., 2017. Study of the pozzolanic activity of a dredged sediment from Dunkirk harbour. *Powder Technol.* 320, 748–764. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2017.07.055>
- Amar, M., Benzerzour, M., Safhi, A.E.M., Abriak, N.-E., 2018a. Durability of a cementitious matrix based on treated sediments. *Case Stud. Constr. Mater.* <https://doi.org/10.1016/j.cscm.2018.01.007>
- Aouad, G., Laboudigue, A., Gineys, N., Abriak, N.E., 2012a. Dredged sediments used as novel supply of raw material to produce Portland cement clinker. *Cem. Concr. Compos.* 34, 788–793. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2012.02.008>
- Arrêté du 12 décembre 2014 relatif aux conditions d’admission des déchets inertes dans les installations relevant des rubriques 2515, 2516, 2517 et dans les installations de stockage de déchets inertes relevant de la rubrique 2760 de la nomenclature des installations classées, n.d.
- Ashrafian, A., Taheri Amiri, M.J., Rezaie-Balf, M., Ozbakkaloglu, T., Lotfi-Omran, O., 2018. Prediction of compressive strength and ultrasonic pulse velocity of fiber reinforced concrete incorporating nano silica using heuristic regression methods. *Constr. Build. Mater.* 190, 479–494. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.09.047>
- Aslani, F., Ma, G., Yim Wan, D.L., Tran Le, V.X., 2018. Experimental investigation into rubber granules and their effects on the fresh and hardened properties of self-compacting concrete. *J. Clean. Prod.* 172, 1835–1847. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.12.003>
- ASTM C29, 2017. Test Method for Bulk Density (Unit Weight) and Voids in Aggregate. ASTM International. https://doi.org/10.1520/C0029_C0029M-17A
- ASTM C39, 2018. Test Method for Compressive Strength of Cylindrical Concrete Specimens. ASTM International. https://doi.org/10.1520/C0039_C0039M-18
- ASTM C496, 2017. Test Method for Splitting Tensile Strength of Cylindrical Concrete Specimens. ASTM International. https://doi.org/10.1520/C0496_C0496M-17
- ASTM C597, 2016. Test Method for Pulse Velocity Through Concrete. ASTM International. <https://doi.org/10.1520/C0597-16>

- ASTM C1679, 2017. Practice for Measuring Hydration Kinetics of Hydraulic Cementitious Mixtures Using Isothermal Calorimetry. ASTM International. <https://doi.org/10.1520/C1679-17>
- Atzeni, C., Massidda, L., Sanna, U., 1985. Comparison between rheological models for portland cement pastes. *Cem. Concr. Res.* 15, 511–519. [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(85\)90125-5](https://doi.org/10.1016/0008-8846(85)90125-5)
- Baroghel-Bouny, V., 2008. Développement d'une approche globale, performantielle et prédictive de la durabilité des structure en béton (armé) sur base d'indicateurs de durabilité. Bilan et perspective.
- Baroghel-Bouny, V., 2004. Conception des bétons pour une durée de vie donnée des ouvrages, Maîtrise de la durabilité vis-à-vis de la corrosion des armatures et de l'alcali-réaction, Etat de l'art et Guide pour la mise en oeuvre d'une approche performantielle et prédictive sur la base d'indicateurs de durabilité.
- Basheer, L., Kropp, J., Cleland, D.J., 2001. Assessment of the durability of concrete from its permeation properties: a review. *Constr. Build. Mater.*, Near Surface Testing of 15, 93–103. [https://doi.org/10.1016/S0950-0618\(00\)00058-1](https://doi.org/10.1016/S0950-0618(00)00058-1)
- Basheerudeen, A., Anandan, S., 2014. Particle Packing Approach for Designing the Mortar Phase of Self Compacting Concrete. *Eng. J.* 18, 127–140. <https://doi.org/10.4186/ej.2014.18.2.127>
- Benezet, J.C., Benhassaine, A., 1999. The influence of particle size on the pozzolanic reactivity of quartz powder. *Powder Technol.* 103, 26–29. [https://doi.org/10.1016/S0032-5910\(99\)00010-8](https://doi.org/10.1016/S0032-5910(99)00010-8)
- Benli, A., Karataş, M., Gurses, E., 2017. Effect of sea water and MgSO₄ solution on the mechanical properties and durability of self-compacting mortars with fly ash/silica fume. *Constr. Build. Mater.* 146, 464–474. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.04.108>
- Benzerzour, M., Amar, M., Abriak, N.-E., 2017. New experimental approach of the reuse of dredged sediments in a cement matrix by physical and heat treatment. *Constr. Build. Mater.* 140, 432–444. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.02.142>
- Benzerzour, M., Maherzi, W., Amar, Mouhamadou.A.A., Abriak, N.-E., Damidot, D., 2018. Formulation of mortars based on thermally treated sediments. *J. Mater. Cycles Waste Manag.* 20, 592–603. <https://doi.org/10.1007/s10163-017-0626-0>
- Bibliothèque numérique canadienne (Firme), 2016. Guide de caractérisation physico-chimique et toxicologique des sédiments.
- Bouchikhi, A., Benzerzour, M., Abriak, N.-E., Maherzi, W., Mamindy-Pajany, Y., 2019. Study of the impact of waste glasses types on pozzolanic activity of cementitious matrix. *Constr. Build. Mater.* 197, 626–640. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.11.180>
- Boudreau, J., 1981. Évaluation de la biodisponibilité de certains métaux traces lors des opérations de dragage et de disposition des résidus de dragage. (masters). Université du Québec, Institut national de la recherche scientifique, Québec.
- Bouhamou, N.-E., Mostefa, F., Mebrouki, A., Bendani, K., Belas, N., 2016. Influence of dredged sediment on the shrinkage behavior of self-compacting concrete. *Mater. Tehnol.* 50, 127–135. <https://doi.org/10.17222/mit.2013.252>
- Bouziani, T., 2013. Assessment of fresh properties and compressive strength of self-compacting concrete made with different sand types by mixture design modelling approach. *Constr. Build. Mater.* 49, 308–314. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.08.039>

- Brakni, S., Abriak, N.E., Hequette, A., 2009. Formulation of artificial aggregates from dredged harbour sediments for coastline stabilization. *Environ. Technol.* 30, 849–854. <https://doi.org/10.1080/09593330902990154>
- Brandt, A.M., 1995. *Cement based composites: materials, mechanical properties and performance*, 1. ed. ed. Spon, London.
- Brouwers, H.J.H., Radix, H.J., 2005. Self-Compacting Concrete: Theoretical and experimental study. *Cem. Concr. Res.* 35, 2116–2136. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2005.06.002>
- Bui, V.K., Akkaya, Y., Shah, S.P., 2002. Rheological Model for Self-Consolidating Concrete. *Mater. J.* 99, 549–559. <https://doi.org/10.14359/12364>
- Çakır, Ö., 2014. Experimental analysis of properties of recycled coarse aggregate (RCA) concrete with mineral additives. *Constr. Build. Mater.* 68, 17–25. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.06.032>
- Calmon, J.L., Tristão, F.A., Giacometti, M., Meneguelli, M., Moratti, M., Teixeira, J.E.S.L., 2013. Effects of BOF steel slag and other cementitious materials on the rheological properties of self-compacting cement pastes. *Constr. Build. Mater., Special Section on Recycling Wastes for Use as Construction Materials* 40, 1046–1053. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2012.11.039>
- Chakchouk, A., Samet, B., Mnif, T., 2006. Study on the potential use of Tunisian clays as pozzolanic material. *Appl. Clay Sci.* 33, 79–88. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2006.03.009>
- Chen Chun-Tao, Ho Chia-Wei, 2013. Influence of Cyclic Humidity on Carbonation of Concrete. *J. Mater. Civ. Eng.* 25, 1929–1935. [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)MT.1943-5533.0000750](https://doi.org/10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0000750)
- Chen, H.-J., Yang, M.-D., Tang, C.-W., Wang, S.-Y., 2012. Producing synthetic lightweight aggregates from reservoir sediments. *Constr. Build. Mater.* 28, 387–394. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.08.051>
- Chen, J.J., Fung, W.W.S., Kwan, A.K.H., 2012. Effects of CSF on strength, rheology and cohesiveness of cement paste. *Constr. Build. Mater.* 35, 979–987. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2012.04.037>
- Cheng, S., Shui, Z., Sun, T., Yu, R., Zhang, G., 2018. Durability and microstructure of coral sand concrete incorporating supplementary cementitious materials. *Constr. Build. Mater.* 171, 44–53. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.03.082>
- Chidiac, S.E., Mahmoodzadeh, F., 2009. Plastic viscosity of fresh concrete – A critical review of predictions methods. *Cem. Concr. Compos., Sustainability of Civil Engineering Structures - Durability of Concrete* 31, 535–544. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2009.02.004>
- CIMbéton, 2006. *Les bétons : formulation, fabrication et mise en oeuvre (Rapport technique)*. Centre d’information sur le Ciment et ses Applications.
- Circulaire no 2000-62 du 14 juin 2000, n.d.
- Collins, F., Sanjayan, J.G., 2000. Effect of pore size distribution on drying shrinking of alkali-activated slag concrete. *Cem. Concr. Res.* 30, 1401–1406. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(00\)00327-6](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(00)00327-6)
- Craeye, B., Van Itterbeeck, P., Desnerck, P., Boel, V., De Schutter, G., 2014. Modulus of elasticity and tensile strength of self-compacting concrete: Survey of experimental data and structural design codes. *Cem. Concr. Compos., Special Issue on Self-Consolidating Concrete* 54, 53–61. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2014.03.011>

- Cyr, M., 1999. Contribution à la caractérisation des fines minérales et à la compréhension de leur rôle joué dans le comportement rhéologique des matrices cimentaires (PhD Thesis). INSA de Toulouse; Université de Sherbrooke.
- Dang, T.A., Kamali-Bernard, S., Prince, W.A., 2013. Design of new blended cement based on marine dredged sediment. *Constr. Build. Mater.* 41, 602–611. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2012.11.088>
- Danner, T., Norden, G., Justnes, H., 2018. Characterisation of calcined raw clays suitable as supplementary cementitious materials. *Appl. Clay Sci.* 162, 391–402. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2018.06.030>
- De Larrard, F., Belloc, A., 1997. The influence of aggregate on the compressive strength of normal and high-strength concrete. *ACI Mater. J.* 94, 417–426.
- Derringer, G., Suich, R., 1980. Simultaneous Optimization of Several Response Variables. *J. Qual. Technol.* 12, 214–219. <https://doi.org/10.1080/00224065.1980.11980968>
- Dhiyaneshwaran, S., Ramanathan, P., Baskar, I., Venkatasubramani, R., 2013. Study on durability characteristics of self-compacting concrete with fly ash. *Jordan J. Civ. Eng.* 7, 342–352.
- Dia, M., Ramarosan, J., Nzihou, A., Zentar, R., Abriak, N.E., Depelsenaire, G., Germeau, A., 2014. Effect of chemical and thermal treatment on the geotechnical properties of dredged sediment. *Procedia Eng.* 83, 159–169. <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2014.09.034>
- Dia, M., Zentar, R., Abriak, N., Nzihou, A., Depelsenaire, G., Germeau, A., 2018. Effect of phosphatation and calcination on the environmental behaviour of sediments. *Int. J. Sediment Res.* <https://doi.org/10.1016/j.ijsrc.2018.10.002>
- Dim, P.E., Fletcher, R.S., Rigby, S.P., 2016. Improving the accuracy of catalyst pore size distributions from mercury porosimetry using mercury thermoporometry. *Chem. Eng. Sci.* 140, 291–298. <https://doi.org/10.1016/j.ces.2015.10.023>
- Dinakar, P., Sethy, K.P., Sahoo, U.C., 2013. Design of self-compacting concrete with ground granulated blast furnace slag. *Mater. Des.* 43, 161–169. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.06.049>
- Domone, P.L., 2007. A review of the hardened mechanical properties of self-compacting concrete. *Cem. Concr. Compos.* 29, 1–12. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2006.07.010>
- Dubois, V., 2006. Etude du comportement physico-mécanique et caractérisation environnementale des sédiments marins–Valorisation en technique routière (PhD Thesis). Université d'ARTOIS; Ecole des Mines de Douai.
- Duchesne, J., Fournier, B., Shehata, M.H., Rivard, P.A., Durand, B., 2014. Étude de la détérioration du béton en présence de sulfures de fer Subvention de recherche et développement coopérative (CRSNG-RDC). Regroupement professionnel des producteurs de granulats.
- Edenhofer, O., IPCC (Eds.), 2014. Climate change 2014: mitigation of climate change ; Working Group III contribution to the Fifth Assessment Report of the Intergovernmental Panel on Climate Change. Cambridge Univ. Press, New York, NY.
- Environnement Canada, 2013. Évaluation du risque écotoxicologique du rejet en eau libre des sédiments, en soutien à la gestion des projets de dragage en eau douce.
- Environnement Canada, 2008. Critères pour l'évaluation de la qualité des sédiments au Québec et cadres d'application prévention, dragage et restauration. Environnement Canada, Montréal.

- Ez-zaki, H., Diouri, A., 2019. Microstructural and physico-mechanical properties of mortars-based dredged sediment. *Asian J. Civ. Eng.* 20, 9–19. <https://doi.org/10.1007/s42107-018-0084-6>
- Fatemi, S., Varkani, M.K., Ranjbar, Z., Bastani, S., 2006. Optimization of the water-based road-marking paint by experimental design, mixture method. *Prog. Org. Coat.* 55, 337–344. <https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2006.01.006>
- Fatima, T., Nadia, B., Omar, B., Khalil, B., Rachid, H.S., 2018. Influence of calcined mud on the mechanical properties and shrinkage of self-compacting concrete. *MATEC Web Conf.* 149, 01026. <https://doi.org/10.1051/mateconf/201814901026>
- Faure, A., Smith, A., Coudray, C., Anger, B., Colina, H., Moulin, I., They, F., 2017. Ability of Two Dam Fine-Grained Sediments to be Used in Cement Industry as Raw Material for Clinker Production and as Pozzolanic Additional Constituent of Portland-Composite Cement. *Waste Biomass Valorization* 8, 2141–2163. <https://doi.org/10.1007/s12649-017-9870-8>
- Felekoğlu, B., Türkel, S., Altuntaş, Y., 2007. Effects of steel fiber reinforcement on surface wear resistance of self-compacting repair mortars. *Cem. Concr. Compos.* 29, 391–396. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2006.12.010>
- Fernandez Lopez, R., 2009. Calcined of clayey soils as a potential replacement for cement in developing countries. EPFL, Lausanne.
- Fernández-Turiel, J.L., de Carvalho, W., Cabañas, M., Querol, X., López-Soler, A., 1994. Mobility of heavy metals from coal fly ash. *Environ. Geol.* 23, 264–270. <https://doi.org/10.1007/BF00766741>
- Ferone, C., Liguori, B., Capasso, I., Colangelo, F., Cioffi, R., Cappelletto, E., Di Maggio, R., 2015. Thermally treated clay sediments as geopolymer source material. *Appl. Clay Sci.* 107, 195–204. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2015.01.027>
- Ferrara, L., Park, Y.-D., Shah, S.P., 2007. A method for mix-design of fiber-reinforced self-compacting concrete. *Cem. Concr. Res.* 37, 957–971. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2007.03.014>
- Ferraris, C.F., Obla, K.H., Hill, R., 2001. The influence of mineral admixtures on the rheology of cement paste and concrete. *Cem. Concr. Res.* 31, 245–255. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(00\)00454-3](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(00)00454-3)
- Frigione, G., Marra, S., 1976. Relationship between particle size distribution and compressive strength in portland cement. *Cem. Concr. Res.* 6, 113–127. [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(76\)90056-9](https://doi.org/10.1016/0008-8846(76)90056-9)
- Gámiz, E., Melgosa, M., Sánchez-Marañón, M., Martín-García, J.M., Delgado, R., 2005. Relationships between chemico-mineralogical composition and color properties in selected natural and calcined Spanish kaolins. *Appl. Clay Sci.* 28, 269–282. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2004.02.004>
- Gamsonré, C., 2014. Gestion terrestre des sédiments de dragage et processus biophysicochimiques impliqués (Thèse ou essai doctoral accepté). Université du Québec à Montréal, Montréal (Québec, Canada).
- Gao, P., Lu, X., Yang, C., Li, X., Shi, N., Jin, S., 2008. Microstructure and pore structure of concrete mixed with superfine phosphorous slag and superplasticizer. *Constr. Build. Mater.* 22, 837–840. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2006.12.015>
- Ghafari, E., Costa, H., Júlio, E., 2015. Statistical mixture design approach for eco-efficient UHPC. *Cem. Concr. Compos.* 55, 17–25. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2014.07.016>

- Ghosh, S.N., 2003. *Advances in Cement Technology: Chemistry, Manufacture and Testing*. CRC Press.
- Girish, S., Ranganath, R.V., Vengala, J., 2010. Influence of powder and paste on flow properties of SCC. *Constr. Build. Mater., Special Issue on Fracture, Acoustic Emission and NDE in Concrete (KIFA-5)* 24, 2481–2488. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2010.06.008>
- Goltermann, P., Johansen, V., Palbøl, L., 1997. Packing of Aggregates: An Alternative Tool to Determine the Optimal Aggregate Mix. *Mater. J.* 94, 435–443. <https://doi.org/10.14359/328>
- Gomes, P., 2002. Optimization and characterization of high-strength self-compacting concrete. *Universitat Politècnica da Catalunya, Barcelona*.
- GRÉGOIRE, P., 2013. Rapport d'activité du Port de Dunkerque 2.
- Grégoire, P., 2004. *Modèle conceptuel d'aide à la décision multicritère pour le choix négocié d'un scénario de dragage maritime*. Artois.
- Group, S.-C.C.E.P., 2005. *The European Guidelines for Self-compacting Concrete: Specification, Production and Use*. International Bureau for Precast Concrete (BIBM); CEMBUREAU; ERMCO; EFCA; EFNARC.
- Grünewald, S., Walraven, J.C., 2007. Characteristics and influence of paste on the behaviour of self-compacting concrete in the fresh. *5th International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete, Ghent, Belgium*, p. 6.
- Hall, C., 1989. Water sorptivity of mortars and concretes: a review. *Mag. Concr. Res.* 41, 51–61. <https://doi.org/10.1680/mac.1989.41.147.51>
- Han, F., Liu, R., Wang, D., Yan, P., 2014. Characteristics of the hydration heat evolution of composite binder at different hydrating temperature. *Thermochim. Acta* 586, 52–57. <https://doi.org/10.1016/j.tca.2014.04.010>
- Harrington, J., Murphy, J., Coleman, M., Jordan, D., Debuigne, T., Szacsuri, G., 2016. Economic modelling of the management of dredged marine sediments. *Geol. Geophys. Environ.* 42, 311. <https://doi.org/10.7494/geol.2016.42.3.311>
- Huang, F., Li, H., Yi, Z., Wang, Z., Xie, Y., 2018. The rheological properties of self-compacting concrete containing superplasticizer and air-entraining agent. *Constr. Build. Mater.* 166, 833–838. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.01.169>
- Hwang, C.-L., Bui, L.A.-T., Lin, K.-L., Lo, C.-T., 2012. Manufacture and performance of lightweight aggregate from municipal solid waste incinerator fly ash and reservoir sediment for self-consolidating lightweight concrete. *Cem. Concr. Compos.* 34, 1159–1166. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2012.07.004>
- Imanzadeh, S., Hibouche, A., Jarno, A., Taibi, S., 2018. Formulating and optimizing the compressive strength of a raw earth concrete by mixture design. *Constr. Build. Mater.* 163, 149–159. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.12.088>
- Irassar, E.F., Violini, D., Rahhal, V.F., Milanesi, C., Trezza, M.A., Bonavetti, V.L., 2011. Influence of limestone content, gypsum content and fineness on early age properties of Portland limestone cement produced by inter-grinding. *Cem. Concr. Compos.* 33, 192–200. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2010.10.001>
- Jaglal, K., Crawford, D.M., Anagnost, S.W., White, B.E., 2017. *Alternative Approaches for Managing Dredged Sediments*. Presented at the Dredging Summit & Expo '17, Proceeding of the Western Dredging Association (WEDA), Vancouver, British Columbia, Canada.

- Jankowski, J., Ward, C.R., French, D., Groves, S., 2006. Mobility of trace elements from selected Australian fly ashes and its potential impact on aquatic ecosystems. *Fuel* 85, 243–256. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2005.05.028>
- Johnsen, A.R., Wick, L.Y., Harms, H., 2005. Principles of microbial PAH-degradation in soil. *Environ. Pollut. Barking Essex* 1987 133, 71–84. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2004.04.015>
- Juhasz, A.L., Naidu, R., 2000. Bioremediation of high molecular weight polycyclic aromatic hydrocarbons: a review of the microbial degradation of benzo[a]pyrene. *Int. Biodeterior. Biodegrad.* 45, 57–88. [https://doi.org/10.1016/S0964-8305\(00\)00052-4](https://doi.org/10.1016/S0964-8305(00)00052-4)
- Julien, C., 2015. Gestion d'un sédiment de dragage marin contaminé : caractérisation de la réactivité biogéochimique, valorisation en mortier et évaluation environnementale. L'institut national des sciences appliquées de Lyon, Lyon, France.
- Justnes, H., Vikan, H., 2005. Viscosity of cement slurries as a function of solids content. *Ann Trans Nord. Rheol. Soc* 13, 75–82.
- Kabagire, K.D., Diederich, P., Yahia, A., Chekired, M., 2017. Experimental assessment of the effect of particle characteristics on rheological properties of model mortar. *Constr. Build. Mater.* 151, 615–624. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.06.122>
- Kanadasan, J., Razak, H.A., 2014. Mix design for self-compacting palm oil clinker concrete based on particle packing. *Mater. Des.* 1980-2015 56, 9–19. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.10.086>
- Kantro, D.L., 1980. Influence of Water-Reducing Admixtures on Properties of Cement Paste—A Miniature Slump Test. *Cem. Concr. Aggreg.* 2, 95–102. <https://doi.org/10.1520/CCA10190J>
- Karataş, M., Benli, A., Ergin, A., 2017. Influence of ground pumice powder on the mechanical properties and durability of self-compacting mortars. *Constr. Build. Mater.* 150, 467–479. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.05.220>
- Kasmi, A., Abriak, N.-E., Benzerzour, M., Azrar, H., 2017. Environmental impact and mechanical behavior study of experimental road made with river sediments: recycling of river sediments in road construction. *J. Mater. Cycles Waste Manag.* 19, 1405–1414. <https://doi.org/10.1007/s10163-016-0529-5>
- Kessy, J.G., Alexander, M.G., Beushausen, H., 2015. Concrete durability standards: International trends and the South African context. *J. South Afr. Inst. Civ. Eng.* 57, 47–58. <https://doi.org/10.17159/2309-8775/2015/v57n1a5>
- Khaleel, O.R., Abdul Razak, H., 2014. Mix design method for self compacting metakaolin concrete with different properties of coarse aggregate. *Mater. Des.* 53, 691–700. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.07.072>
- Khayat, K.H., Assaad, J., Daczko, J., 2004. Comparison of Field-Oriented Test Methods to Assess Dynamic Stability of Self-Consolidating Concrete. *ACI Mater. J.* 101. <https://doi.org/10.14359/13066>
- Khayat, K.H., Hu, C., Laye, J.-M., 2002. Importance of Aggregate Packing Density on Workability of Self-Consolidating Concrete, Proc., 1st North American Conf. on the Design and Use of Self-Consolidating Concrete. Presented at the 1st North American Conf. on the Design and Use of Self-Consolidating Concrete, Chicago, pp. 53–62.
- Khayat, K.H., Hu, C., Monty, H., 1999. Stability of self compacting concrete, advantages, and potential applications, Proc., 1st International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete. Presented at the 1st International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete, RILEM Publications SARL, Stockholm, Sweden, pp. 143–152.

- Kheder, G.F., Al Jadiri, R.S., 2010. New Method for Proportioning Self-Consolidating Concrete Based on Compressive Strength Requirements. *ACI Mater. J.* 107, 490–497.
- Kurdowski, W., 2014. *Cement and Concrete Chemistry*. Springer Science & Business.
- Kwan, A.K.H., Chen, J.-J., Fung, W.W.S., 2012. Effects of superplasticiser on rheology and cohesiveness of CSF cement paste. *Adv. Cem. Res.* 24, 125–137. <https://doi.org/10.1680/adcr.10.00020>
- Lachemi, M., Hossain, K.M.A., Patel, R., Shehata, M., Bouzoubaâ, N., 2007. Influence of paste/mortar rheology on the flow characteristics of high-volume fly ash self-consolidating concrete. *Mag. Concr. Res.* 59, 517–528. <https://doi.org/10.1680/macrc.2007.59.7.517>
- Laidani, Z.E.-A., Benabed, B., Abousnina, R., Gueddouda, M.K., Kadri, E.-H., 2020. Experimental investigation on effects of calcined bentonite on fresh, strength and durability properties of sustainable self-compacting concrete. *Constr. Build. Mater.* 230, 117062. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.117062>
- Lehner Bernhard, Liermann Catherine Reidy, Revenga Carmen, Vörösmarty Charles, Fekete Balazs, Crouzet Philippe, Döll Petra, Endejan Marcel, Frenken Karen, Magome Jun, Nilsson Christer, Robertson James C, Rödel Raimund, Sindorf Nikolai, Wisser Dominik, 2011. High-resolution mapping of the world's reservoirs and dams for sustainable river-flow management. *Front. Ecol. Environ.* 9, 494–502. <https://doi.org/10.1890/100125>
- Lesven, L., 2008. Devenir des éléments traces métalliques au sein du sédiment, un compartiment clé de l'environnement aquatique. Université des Sciences et Technologie de Lille-Lille I.
- Li, H., Huang, F., Xie, Y., Yi, Z., Wang, Z., 2017. Effect of water–powder ratio on shear thickening response of SCC. *Constr. Build. Mater.* 131, 585–591. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.11.061>
- Li, L.G., Kwan, A.K.H., 2013. Concrete mix design based on water film thickness and paste film thickness. *Cem. Concr. Compos.* 39, 33–42. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2013.03.021>
- Licht, S., 2017. Co-production of cement and carbon nanotubes with a carbon negative footprint. *J. CO2 Util.* 18, 378–389. <https://doi.org/10.1016/j.jcou.2017.02.011>
- Lim, N.H.A.S., Mohammadhosseini, H., Tahir, M.Md., Samadi, M., Sam, A.R.M., 2018. Microstructure and Strength Properties of Mortar Containing Waste Ceramic Nanoparticles. *Arab. J. Sci. Eng.* 43, 5305–5313. <https://doi.org/10.1007/s13369-018-3154-x>
- Limeira, J., Etxeberria, M., Agulló, L., Molina, D., 2011. Mechanical and durability properties of concrete made with dredged marine sand. *Constr. Build. Mater.* 25, 4165–4174. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.04.053>
- Liu, M., Wang, C., Bai, Y., Xu, G., 2018. Effects of sintering temperature on the characteristics of lightweight aggregate made from sewage sludge and river sediment. *J. Alloys Compd.* 748, 522–527. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.03.216>
- Liu, R.-X., Poon, C.-S., 2016. Utilization of red mud derived from bauxite in self-compacting concrete. *J. Clean. Prod.* 112, 384–391. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2015.09.049>
- Lynn, C.J., Dhir, R.K., Ghataora, G.S., 2015. Environmental impacts of MIBA in geotechnics and road applications 1–25.

- Madrid, M., Orbe, A., Rojí, E., Cuadrado, J., 2017. The effects of by-products incorporated in low-strength concrete for concrete masonry units. *Constr. Build. Mater.* 153, 117–128. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.07.086>
- Maherzi, W., Abdelghani, F.B., 2014. Dredged Marine Sediments Geotechnical Characterisation for Their Reuse in Road Construction. *Eng. J.* 18, 27–37. <https://doi.org/10.4186/ej.2014.18.4.27>
- Maherzi, W., Benzerzour, M., Mamindy-Pajany, Y., van Veen, E., Boutouil, M., Abriak, N.E., 2017. Beneficial reuse of Brest-Harbor (France)-dredged sediment as alternative material in road building: laboratory investigations. *Environ. Technol.* 1–15. <https://doi.org/10.1080/09593330.2017.1308440>
- Majzlan, J., Navrotsky, A., Evans, B.J., 2002. Thermodynamics and crystal chemistry of the hematite–corundum solid solution and the FeAlO₃ phase. *Phys. Chem. Miner.* 29, 515–526. <https://doi.org/10.1007/s00269-002-0261-7>
- Marot, F., 1997. Caractérisation et traitement de sédiments de dragage contenant des polluants métalliques (thesis). Le Havre.
- Martinez-tarazona, M.R., Spears, D.A., 1996. The fate of trace elements and bulk minerals in pulverized coal combustion in a power station 47, 79–92.
- Matos, A.M., Maia, L., Nunes, S., Milheiro-Oliveira, P., 2018. Design of self-compacting high-performance concrete: Study of mortar phase. *Constr. Build. Mater.* 167, 617–630. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.02.053>
- Mebrouki, A., Belas, N., Bendani, K., Bouhamou, N., 2009. A Self-Compacting Cement Paste Formulation using Mixture Design. *J. Appl. Sci.* 9. <https://doi.org/10.3923/jas.2009.4127.4136>
- Mezencevova, A., Yeboah, N.N., Burns, S.E., Kahn, L.F., Kurtis, K.E., 2012. Utilization of Savannah Harbor river sediment as the primary raw material in production of fired brick. *J. Environ. Manage.* 113, 128–136. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2012.08.030>
- Mirabedini, S.M., Jamali, S.S., Haghayegh, M., Sharifi, M., Mirabedini, A.S., Hashemi-Nasab, R., 2012. Application of mixture experimental design to optimize formulation and performance of thermoplastic road markings. *Prog. Org. Coat.* 75, 549–559. <https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2012.05.012>
- Miraoui, M., Zentar, R., Abriak, N.E., 2012. Road material basis in dredged sediment and basic oxygen furnace steel slag. *Constr. Build. Mater.* 30, 309–319. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.11.032>
- Mohammadhosseini, H., ABDUL AWAL, A.S.M., EHSAN, A.H., 2015. Influence of palm oil fuel ash on fresh and mechanical properties of self-compacting concrete. *Sadhana* 40, 1989–1999. <https://doi.org/10.1007/s12046-015-0426-y>
- Mohammadhosseini, H., Tahir, M.Md., Mohd Sam, A.R., Abdul Shukor Lim, N.H., Samadi, M., 2018. Enhanced performance for aggressive environments of green concrete composites reinforced with waste carpet fibers and palm oil fuel ash. *J. Clean. Prod.* 185, 252–265. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.03.051>
- Mohammadhosseini, H., Yatim, J.M., Sam, A.R.M., Awal, A.S.M.A., 2017. Durability performance of green concrete composites containing waste carpet fibers and palm oil fuel ash. *J. Clean. Prod.* 144, 448–458. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2016.12.151>
- Mohan, A., Mini, K.M., 2018. Strength and durability studies of SCC incorporating silica fume and ultra fine GGBS. *Constr. Build. Mater.* 171, 919–928. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.03.186>
- Montgomery, D.C., 2017. Design and analysis of experiments.

- Mulligan, C.N., Yong, R.N., Gibbs, B.F., 2001. Remediation technologies for metal-contaminated soils and groundwater: an evaluation. *Eng. Geol., Geoenvironmental Engineering* 60, 193–207. [https://doi.org/10.1016/S0013-7952\(00\)00101-0](https://doi.org/10.1016/S0013-7952(00)00101-0)
- Murthy, N.K., Rao, A.V.N., Reddy, I.V.R., n.d. COMPARISON OF COST ANALYSIS BETWEEN SELF COMPACTING CONCRETE AND NORMAL VIBRATED CONCRETE 5, 8.
- Nanthagopalan, P., Santhanam, M., 2012. An empirical approach for the optimisation of aggregate combinations for self-compacting concrete. *Mater. Struct.* 45, 1167–1179. <https://doi.org/10.1617/s11527-012-9824-3>
- Nehdi, M., Rahman, M.-A., 2004. Estimating rheological properties of cement pastes using various rheological models for different test geometry, gap and surface friction. *Cem. Concr. Res.* 34, 1993–2007. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2004.02.020>
- Neville, A.M., 2012. *Properties of Concrete*, 5 edition. ed. Prentice Hall, Harlow, England ; New York.
- Newcombe, C.P., Macdonald, D.D., 1991. Effects of Suspended Sediments on Aquatic Ecosystems. *North Am. J. Fish. Manag.* 11, 72–82. [https://doi.org/10.1577/1548-8675\(1991\)011<0072:EOSSOA>2.3.CO;2](https://doi.org/10.1577/1548-8675(1991)011<0072:EOSSOA>2.3.CO;2)
- Newman, J. (Ed.), 2003. *Advanced concrete technology. Vol. 2: Concrete properties.* Elsevier Butterworth-Heinemann, Amsterdam.
- Ng, P.-L., Kwan, A.K.-H., Li, L.G., 2016. Packing and film thickness theories for the mix design of high-performance concrete. *J. Zhejiang Univ.-Sci. A* 17, 759–781. <https://doi.org/10.1631/jzus.A1600439>
- Nunes, S., Matos, A.M., Duarte, T., Figueiras, H., Sousa-Coutinho, J., 2013. Mixture design of self-compacting glass mortar. *Cem. Concr. Compos.* 43, 1–11. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2013.05.009>
- Nunes, S., Oliveira, P.M., Coutinho, J.S., Figueiras, J., 2011. Rheological characterization of SCC mortars and pastes with changes induced by cement delivery. *Cem. Concr. Compos.* 33, 103–115. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2010.09.019>
- Nuruddin, M., Demie, S., Shafiq, N., 2011. Effect of mix composition on workability and compressive strength of self-compacting geopolymer concrete. *Can. J. Civ. Eng.* 38. <https://doi.org/10.1139/111-077>
- Nzihou, A., Attias, L., Sharrock, P., Ricard, A., 1998. A rheological, thermal and mechanical study of bone cement—from a suspension to a solid biomaterial. *Powder Technol.* 99, 60–69. [https://doi.org/10.1016/S0032-5910\(98\)00091-6](https://doi.org/10.1016/S0032-5910(98)00091-6)
- Oey, T., Kumar, A., Bullard, J.W., Neithalath, N., Sant, G., 2013. The Filler Effect: The Influence of Filler Content and Surface Area on Cementitious Reaction Rates. *J. Am. Ceram. Soc.* 96, 1978–1990. <https://doi.org/10.1111/jace.12264>
- Okamura, H., 1997. Self-compacting high-performance concrete. *Concr. Int.* 19, 50–54.
- Omrane, M., Kenai, S., Kadri, E.-H., Ait-Mokhtar, A., 2017. Performance and durability of self compacting concrete using recycled concrete aggregates and natural pozzolan. *J. Clean. Prod.* 165, 415–430. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.07.139>
- Ozbay, E., Oztas, A., Baykasoglu, A., Ozbebek, H., 2009. Investigating mix proportions of high strength self compacting concrete by using Taguchi method. *Constr. Build. Mater.* 23, 694–702. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2008.02.014>
- Papo, A., 1988. Rheological models for cement pastes. *Mater. Struct.* 21, 41. <https://doi.org/10.1007/BF02472527>

- Rapport et statistiques sur les granulats (Rapport technique), 2015. . Union nationale des industries de carrieres et matériaux de construction.
- Raujouan, P., Le Guyader, C., 2013. Enquête “Dragage 2010” - Synthèse des données, Centre d’Études Techniques Maritimes Et Fluviales (CETMEF). ed.
- Rees, C.A., Provis, J.L., Lukey, G.C., Van Deventer, J.S.J., 2007. In situ ATR-FTIR study of the early stages of fly ash geopolymer gel formation. *Langmuir* 23, 9076–9082. <https://doi.org/10.1021/la701185g>
- Rieussec, E., 2008. Analyse comparative des différents modes de gestion des sédiments de dragage en milieux terrestre et marin (Essai). Université de Sherbrooke. <http://hdl.handle.net/11143/7423>
- Roussel, N., Stefani, C., Leroy, R., 2005. From mini-cone test to Abrams cone test: measurement of cement-based materials yield stress using slump tests. *Cem. Concr. Res.* 35, 817–822. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2004.07.032>
- Rozas, F., Castillo, A., Martínez, I., Castellote, M., 2015. Guidelines for assessing the valorization of a waste into cementitious material: dredged sediment for production of self compacting concrete. *Mater. Constr.* 65, 057. <https://doi.org/10.3989/mc.2015.10613>
- Rozière, E., 2007. Étude de la durabilité des bétons par une approche performantelle. Ecole Centrale de Nantes.
- Rozière, E., Samara, M., Loukili, A., Damidot, D., 2015a. Valorisation of sediments in self-consolidating concrete: Mix-design and microstructure. *Constr. Build. Mater.* 81, 1–10. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.01.080>
- Ruban, V., 2009. Les sédiments de l’assainissement pluvial routier et urbain: caractérisation, risques pour l’environnement, traitement et valorisation. Laboratoire central des ponts et chaussées, Paris.
- Ruckelshaus, M.H., McClure, M.M., 2007. Sound Science: Synthesizing ecological and socioeconomic information about the Puget Sound ecosystem. U.S. Dept. of Commerce; National Oceanic & Atmospheric Administration (NMFS); Northwest Fisheries Science Center, Seattle, Washington.
- Sabet, F.A., Libre, N.A., Shekarchi, M., 2013. Mechanical and durability properties of self consolidating high performance concrete incorporating natural zeolite, silica fume and fly ash. *Constr. Build. Mater.* 44, 175–184. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.02.069>
- Safhi, A. el M., Benzerzour, M., Rivard, P., Abriak, N.-E., 2018. Feasibility of using marine sediments in SCC pastes as supplementary cementitious materials. *Powder Technol.* <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2018.12.060>
- Safhi, A. el M., Benzerzour, M., Rivard, P., Abriak, N.-E., Ennahal, I., 2019. Development of self-compacting mortars based on treated marine sediments. *J. Build. Eng.* 22, 252–261. <https://doi.org/10.1016/j.jobte.2018.12.024>
- Safiuddin, Md., West, J.S., Soudki, K.A., 2010. Hardened properties of self-consolidating high performance concrete including rice husk ash. *Cem. Concr. Compos.* 32, 708–717. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2010.07.006>
- Şahmaran, M., Christianto, H.A., Yaman, İ.Ö., 2006. The effect of chemical admixtures and mineral additives on the properties of self-compacting mortars. *Cem. Concr. Compos.* 28, 432–440. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2005.12.003>

- Samara, M., Lafhaj, Z., Chapiseau, C., 2009. Valorization of stabilized river sediments in fired clay bricks: Factory scale experiment. *J. Hazard. Mater.* 163, 701–710. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2008.07.153>
- Scheffé, H., 1958. Experiments With Mixtures. *J. R. Stat. Soc. Ser. B Methodol.* 20, 344–360.
- Schneider, G., 2001. Boues de curage des cours d'eau. *Courr. Environ. INRA* 43, 146–147.
- Schorcht, F., Kourti, I., Scalet, B.M., Roudier, S., Delgado Sancho, L., Institute for Prospective Technological Studies, 2013. Best available techniques (BAT) reference document for the production of cement, lime and magnesium oxide: Industrial Emissions Directive 2010/75/EU (integrated pollution prevention and control). Publications Office, Luxembourg.
- Sebaibi, N., Benzerzour, M., Sebaibi, Y., Abriak, N.-E., 2013. Composition of self compacting concrete (SCC) using the compressible packing model, the Chinese method and the European standard. *Constr. Build. Mater.* 43, 382–388. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.02.028>
- Sedran, T., De Larrard, F., Le Guen, L., 2007a. Détermination de la compacité des ciments et additions minérales à la sonde de Vicat. *Bull. Lab. Ponts Chaussées* pp 155-163.
- Shadkam, H.R., Dadsetan, S., Tadayon, M., Sanchez, L.F.M., Zakeri, J.A., 2017. An investigation of the effects of limestone powder and Viscosity Modifying Agent in durability related parameters of self-consolidating concrete (SCC). *Constr. Build. Mater.* 156, 152–160. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.08.165>
- Shen, W., Liu, Y., Yan, B., Wang, J., He, P., Zhou, C., Huo, X., Zhang, W., Xu, G., Ding, Q., 2017. Cement industry of China: Driving force, environment impact and sustainable development. *Renew. Sustain. Energy Rev.* 75, 618–628. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2016.11.033>
- Shi, C., Wu, Z., Lv, K., Wu, L., 2015. A review on mixture design methods for self-compacting concrete. *Constr. Build. Mater.* 84, 387–398. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.03.079>
- Siavalas, G., Werner, D., Karapanagioti, H.K., Bowler, B.F.J., Manning, D.A.C., Christanis, K., 2013. Comparison of methods for the characterization and quantification of carbon forms in estuarine and marine sediments from coal mining regions. *Org. Geochem.* 59, 61–74. <https://doi.org/10.1016/j.orggeochem.2013.03.007>
- Singh, R.B., Singh, B., 2018. Rheological behaviour of different grades of self-compacting concrete containing recycled aggregates. *Constr. Build. Mater.* 161, 354–364. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.11.118>
- Sisomphon, K., Franke, L., 2007. Carbonation rates of concretes containing high volume of pozzolanic materials. *Cem. Concr. Res.* 37, 1647–1653. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2007.08.014>
- Skarendahl, 1999. 1st International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete: Stockholm, Sweden, September 13 - 14, 1999 ; [proceedings], RILEM proceedings PRO. RILEM Publications, Cachan, France.
- Skaropoulou, A., Sotiriadis, K., Kakali, G., Tsivilis, S., 2013. Use of mineral admixtures to improve the resistance of limestone cement concrete against thaumasite form of sulfate attack. *Cem. Concr. Compos.* 37, 267–275. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2013.01.007>
- Skibsted, J., Snellings, R., 2019. Reactivity of supplementary cementitious materials (SCMs) in cement blends. *Cem. Concr. Res.* 124, 105799. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2019.105799>

- Snellings, R., Cizer, Ö., Horckmans, L., Durdziński, P.T., Dierckx, P., Nielsen, P., Van Balen, K., Vandewalle, L., 2016. Properties and pozzolanic reactivity of flash calcined dredging sediments. *Appl. Clay Sci.* 129, 35–39. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2016.04.019>
- Snellings, R., Horckmans, L., Van Bunderen, C., Vandewalle, L., Cizer, Ö., 2017. Flash-calcined dredging sediment blended cements: effect on cement hydration and properties. *Mater. Struct.* 50, 241. <https://doi.org/10.1617/s11527-017-1108-5>
- Soltanzadeh, F., Barros, J., Francisco, R., Santos, C., 2012. Steel fiber reinforced self-compacting concrete: from material to mechanical behavior table of contents.
- T. de Grazia, M., F. M. Sanchez, L., C. O. Romano, R., G. Pileggi, R., 2019. Investigation of the use of continuous particle packing models (PPMs) on the fresh and hardened properties of low-cement concrete (LCC) systems. *Constr. Build. Mater.* 195, 524–536. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.11.051>
- Tang, W.C., Wang, Z., Donne, S.W., Forghani, M., Liu, Y., 2019. Influence of red mud on mechanical and durability performance of self-compacting concrete. *J. Hazard. Mater.* 379, 120802. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2019.120802>
- Tregger, N., Gregori, A., Ferrara, L., Shah, S., 2012. Correlating dynamic segregation of self-consolidating concrete to the slump-flow test. *Constr. Build. Mater.* 28, 499–505. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.08.052>
- Vakhshouri, B., Nejadi, S., 2016. Mix design of light-weight self-compacting concrete. *Case Stud. Constr. Mater.* 4, 1–14. <https://doi.org/10.1016/j.cscm.2015.10.002>
- Van Bunderen, C., Snellings, R., Horckmans, L., Vandewalle, L., Cizer, Ö., 2017. Mixture Proportions of Concrete with Dredging Sediments as Novel SCM. *Spec. Publ.* 320, 27.1-27.10.
- Van Bunderen, C., Snellings, R., Vandewalle, L., Cizer, Ö., 2019. Early-age hydration and autogenous deformation of cement paste containing flash calcined dredging sediments. *Constr. Build. Mater.* 200, 104–115. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.12.090>
- Vanjare, M.B., Mahure, S.H., 2012. Experimental Investigation on Self Compacting Concrete Using Glass Powder. *Int. J. Eng. Res. Appl.* 2, 5.
- Vizcaíno-Andrés, L.M., Sánchez-Berriel, S., Damas-Carrera, S., Pérez-Hernández, A., Scrivener, K.L., Martirena-Hernández, J.F., 2015. Industrial trial to produce a low clinker, low carbon cement. *Mater. Constr.* 65, e045. <https://doi.org/10.3989/mc.2015.00614>
- Wallevik, J.E., 2006. Relationship between the Bingham parameters and slump. *Cem. Concr. Res.* 36, 1214–1221. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2006.03.001>
- Wallevik, Ó.H., Nielsson, I., 2003. PRO 33: 3rd International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete. RILEM Publications.
- Wallevik, O.H., Wallevik, J.E., 2011. Rheology as a tool in concrete science: The use of rheographs and workability boxes. *Cem. Concr. Res., Conferences Special: Cement Hydration Kinetics and Modeling, Quebec City, 2009 & CONMOD10, Lausanne, 2010* 41, 1279–1288. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2011.01.009>
- Wang, D., Abriak, N.E., Zentar, R., 2013. Strength and deformation properties of Dunkirk marine sediments solidified with cement, lime and fly ash. *Eng. Geol.* 166, 90–99. <https://doi.org/10.1016/j.enggeo.2013.09.007>
- Wang, L., Yeung, T.L.K., Lau, A.Y.T., Tsang, D.C.W., Poon, C.-S., 2017. Recycling contaminated sediment into eco-friendly paving blocks by a combination of binary cement and carbon dioxide curing. *J. Clean. Prod.* 164, 1279–1288. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.07.070>

- Wei, Y.-L., Lin, C.-Y., Cheng, S.-H., Wang, H.P., 2014. Recycling steel-manufacturing slag and harbor sediment into construction materials. *J. Hazard. Mater.* 265, 253–260. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2013.11.049>
- Wei, Z., Wang, B., Falzone, G., La Plante, E.C., Okoronkwo, M.U., She, Z., Oey, T., Balonis, M., Neithalath, N., Pilon, L., Sant, G., 2018. Clinkering-free cementation by fly ash carbonation. *J. CO2 Util.* 23, 117–127. <https://doi.org/10.1016/j.jcou.2017.11.005>
- Wong, H. s., Zobel, M., Buenfeld, N. r., Zimmerman, R. w., 2009. Influence of the interfacial transition zone and microcracking on the diffusivity, permeability and sorptivity of cement-based materials after drying. *Mag. Concr. Res.* 61, 571–589. <https://doi.org/10.1680/mac.2008.61.8.571>
- Wu, Q., An, X., 2014. Development of a mix design method for SCC based on the rheological characteristics of paste. *Constr. Build. Mater.* 53, 642–651. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.12.008>
- Xi, F., Davis, S.J., Ciais, P., Crawford-Brown, D., Guan, D., Pade, C., Shi, T., Syddall, M., Lv, J., Ji, L., Bing, L., Wang, J., Wei, W., Yang, K.-H., Lagerblad, B., Galan, I., Andrade, C., Zhang, Y., Liu, Z., 2016. Substantial global carbon uptake by cement carbonation. *Nat. Geosci.* 9, 880–883. <https://doi.org/10.1038/ngeo2840>
- Xie, X., Zhang, T., Yang, Y., Lin, Z., Wei, J., Yu, Q., 2018. Maximum paste coating thickness without voids clogging of pervious concrete and its relationship to the rheological properties of cement paste. *Constr. Build. Mater.* 168, 732–746. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.02.128>
- Xu, D., Cui, Y., Li, H., Yang, K., Xu, W., Chen, Y., 2015. On the future of Chinese cement industry. *Cem. Concr. Res., Keynote papers from 14th International Congress on the Chemistry of Cement (ICCC 2015)* 78, 2–13. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2015.06.012>
- Xu, Y., Yan, C., Xu, B., Ruan, X., Wei, Z., 2014. The use of urban river sediments as a primary raw material in the production of highly insulating brick. *Ceram. Int.* 40, 8833–8840. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2014.01.105>
- Yu, H., Da, B., Ma, H., Zhu, H., Yu, Q., Ye, H., Jing, X., 2017. Durability of concrete structures in tropical atoll environment. *Ocean Eng.* 135, 1–10. <https://doi.org/10.1016/j.oceaneng.2017.02.020>
- Zhang, R., Panesar, D.K., 2017. New approach to calculate water film thickness and the correlation to the rheology of mortar and concrete containing reactive MgO. *Constr. Build. Mater.* 150, 892–902. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.05.218>
- Zhang, W., Hama, Y., Na, S.H., 2015. Drying shrinkage and microstructure characteristics of mortar incorporating ground granulated blast furnace slag and shrinkage reducing admixture. *Constr. Build. Mater.* 93, 267–277. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.05.103>
- Zhao, Z., Benzerzour, M., Abriak, N.-E., Damidot, D., Courard, L., Wang, D., 2018. Use of uncontaminated marine sediments in mortar and concrete by partial substitution of cement. *Cem. Concr. Compos.* 93, 155–162. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2018.07.010>

COMMUNICATIONS

International conferences & symposiums

- Mar.'19: A. Bouchikhi, [A. Safhi](#), M. Benzerzour, N.E. Abriak, *Effet de la Calcination sur l'Activité Pouzzolanique des Sédiments Fluviaux*, 1st Inter. Workshop on EcoMat, Rabat, Morocco
- Jun.'18: [A. Safhi](#), P. Rivard, M. Benzerzour, N. E. Abriak, [Effect of Treated Sediments on Self-Compacting Mortars Properties Using Design of Experiments](#), 6th International Symposium on Sediments Management, San Cristobal de las Casas, Mexico
- Dec.'17: [A. Safhi](#), M. Benzerzour, P. Rivard, N.E. Abriak, [Durabilité des matrices cimentaire à base des sédiments de dragage](#), 14th International Symposium on Environment, Catalysis & Process Engineering, Douai, France
- Mai'17: M. Amar, M. Benzerzour, [A. Safhi](#), N.E. Abriak, [Durability of a Cementitious Matrix Based on Treated Sediments](#), 19th International Conference on Durability of Building Structures & Constructions, Montreal, Canada

National conferences & conventions

- Nov.'19 : *Durabilité des Matrices cimentaires à base de Sédiments de Dragage*, Progrès dans le Domaine du Béton, ACI - Québec & Est Ontario Section, Boucherville, Canada
- Mar.'19 : *Valorisation des Sédiments marins comme des Ajouts cimentaires*, Colloque Etudiant du CRIB, École Polytechnique, Montréal, Canada

PUBLICATIONS

Peer review publications

- A. Bouchikhi, [A. Safhi](#), P. Rivard, M. Benzerzour, *Thermal treatment and Trace Elements Mobility of Calcined Fluvial Sediments*, ongoing
- [A. Safhi](#), P. Rivard, M. Benzerzour, *Durability Properties of Self-Consolidating Produced with Dredged Sediments*, ongoing
- [A. Safhi](#), P. Rivard, A. Yahia, M. Benzerzour, K. H. Khayat, 2020, [Valorization of Dredged Sediments in Self-Consolidating Concrete: Fresh, Hardened, and Microstructural Properties](#), *Journal of Cleaner Production*, 263, 121472
- [A. Safhi](#), M. Benzerzour, P. Rivard, N. E. Abriak, I. Ennahal, 2019, [Development of Self-Compacting Mortars Based on Treated Marine Sediments](#), *Journal of Building Engineering*, 22, 252–261
- [A. Safhi](#), M. Benzerzour, P. Rivard, N. E. Abriak, 2018, [Feasibility of Using Sediments in SCC Pastes as Supplementary Cementitious Materials](#), *Powder Technology*, 344, 730–740
- M. Amar, M. Benzerzour, [A. Safhi](#), N. E. Abriak, 2018, [Durability of a Cementitious Matrix Based on Treated Sediments](#), *Case Studies in Construction Materials*, 8, 258–276

Conference publications

- [A. Safhi](#), P. Rivard, M. Benzerzour, N.E. Abriak, 2018, [Effect of Treated Sediments on Self-Compacting Mortars Properties Using Design of Experiments](#), *Revista Internacional de Contaminación Ambiental*, 34, 301–306

RÉSUMÉ

La demande en matériaux de construction a considérablement augmenté, dont la grande majorité est d'origine naturelle. Étant donné que ces matériaux ne sont pas renouvelables, il est essentiel de trouver des matériaux alternatifs. Les études récentes menées à l'IMT Lille Douai ont montré que les matériaux issus de dragage possèdent des propriétés pouzzolaniques intéressantes et peuvent être utilisés comme ajouts cimentaires alternatifs ou comme filler. Vu le volume important dragué annuellement, cette valorisation aura des impacts environnementaux et économiques très positifs.

Les objectifs visés dans cette recherche portent sur : la valorisation des sédiments du Grand Port Maritime de Dunkerque (France) dans des bétons autoplaçants (BAPs) comme ajouts cimentaires ; la valorisation des sédiments fluviaux du Château de l'Abbaye (France) dans des mortiers comme ajouts cimentaires afin d'évaluer la mobilité et la stabilité des éléments traces métalliques ; la solidification des sables dragués des Iles-de-la-Madeleine (Québec) par liant hydraulique afin de produire des roches artificielles.

Dans l'ensemble, les résultats de ce travail sur les sédiments mettent en exergue la contribution substantielle de ces matériaux à l'amélioration des performances des bétons et supportent leur emploi comme ajouts cimentaires. Ces résultats contribuent à réduire l'empreinte du CO₂ dans le béton, ainsi que les exploitations minières. Ils permettent également de mieux comprendre le comportement des sédiments dans les bétons à partir de certaines analyses et traitements, et d'identifier les milieux agressifs convenables à l'utilisation des sédiments.

Mots clés : Ajouts cimentaires ; Bétons Autoplaçants ; Durabilité ; Sédiments de dragage ; Valorisation des déchets.

ABSTRACT

The demand for building materials has increased enormously, and the vast majority are of natural origin. Since these materials are not renewable, it is essential to find alternatives. Recent studies at the IMT Lille Douai have shown that dredged materials have interesting pozzolanic properties and can be used as alternative cement additions or as filler. Given the large volume dredged annually, this recovery will have very positive environmental and economic impacts.

The objectives of this research relate to: ⁽¹⁾ The recycling of sediments from Grand Port Maritime de Dunkerque (France) in self-consolidating concrete (SCCs) as Supplementary cementitious materials (SCMs); ⁽²⁾ The recycling of fluvial sediments of Château l'Abbaye (France) in mortars as SCMs in order to assess the mobility and stability of heavy metal elements; ⁽³⁾ The solidification of the dredged sands of Iles-de-la-Madeline (Quebec) by hydraulic binder in order to produce artificial rocks.

Overall, the results of this work on sediments highlight the substantial contribution of these materials to improving the performance of concrete and support their use as SCMs. These results contribute to reducing the footprint of CO₂ in concrete, as well as mining. Also, contributes to understanding the behavior of sediments in concrete from certain analyzes and treatment. Thus, identify aggressive environments suitable for the use of sediments.

Keywords: Dredging sediments; Durability; Self-consolidating concretes; Supplementary cementitious materials; Waste management.