



HAL
open science

Effet de l'incorporation des sédiments fluviaux sur les propriétés physico-chimiques, mécaniques et de durabilité des bétons

Hamza Beddaa

► **To cite this version:**

Hamza Beddaa. Effet de l'incorporation des sédiments fluviaux sur les propriétés physico-chimiques, mécaniques et de durabilité des bétons. Mathématiques [math]. Université Paris-Est, 2020. Français. NNT : 2020PESC2068 . tel-03270961

HAL Id: tel-03270961

<https://theses.hal.science/tel-03270961>

Submitted on 25 Jun 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 DE DOCTORAT

présentée pour l'obtention du diplôme de

Docteur

de l'Université Paris-Est

Spécialité : Génie civil

par

HAMZA BEDDAA

**Effet de l'incorporation des sédiments fluviaux
sur les propriétés physico-chimiques, mécaniques
et de durabilité des bétons.**

Composition du jury de thèse :

Rapporteurs	: Martin CYR	Université de Toulouse III
	: Siham KAMALI-BERNARD	INSA Rennes
Examineur	: Abdelhafid KHELIDJ	Université de Nantes
Encadrants	: Amor BEN FRAJ	Cerema
	: Francis LAVERGNE	Cerema
Directeur de thèse	: Jean Michel TORRENTI	Université Gustave Eiffel
Invités	: Amaury CUDEVILLE	Clamens
	: Christine BOURBON	Voies Navigables de France (VNF)

Remerciements

Je voudrais tout d'abord remercier ici tous ceux qui, par leurs aides, leurs conseils et leurs encouragements, m'ont permis de réaliser cette thèse.

Tous mes remerciements au Prof. Jean Michel TORRENTI, directeur de cette thèse, pour son encadrement, les précieuses remarques scientifiques et son soutien.

Je tiens à exprimer mes profonds remerciements à Monsieur Amor BEN FRAJ pour m'avoir encadré et initié au travail expérimental, pour son aide scientifique et administrative, sa générosité et sa disponibilité et surtout son humanité. Mes sincères remerciements vont également à Monsieur Francis LAVERGNE qui a encadré le volet théorique et modélisation de cette thèse. Son aide sans limite, sa disponibilité et ses suggestions pertinentes sur toutes les parties de cette thèse. Je remercie également Monsieur Jean-François BARTHÉLÉMY pour ses apports et ses remarques pour le volet modélisation.

J'adresse aussi mes remerciements à l'ensemble des partenaires du projet régional SEDIFLUV, Voies Navigables de France, Cerema, Clamens et la Région Île de France, pour le financement de cette thèse.

Je remercie l'ensemble de l'équipe du Laboratoire Eco-matériaux du Cerema-IdF pour son aide technique. Je remercie en particulier Monsieur Jérôme CARRIAT pour les essais de formulations et essais mécaniques, Monsieur Florencio THALARDIÈRE pour les essais de durabilité et Madame Véronique QUEYRAT . Je remercie également tous mes collègues du laboratoire et notamment Louise LEMESRE, Bernus KOUEVIDJIN et Nacef TAZI, pour leur amitié et les moments sympathiques que nous avons partagés tout au long de la thèse. Je remercie particulièrement Ilyass OUAZI qui a contribué au volet expérimental des travaux de cette thèse, pendant son stage. Merci à Madame Sandrine TAQUIN et Monsieur Guillaume CARLIER du Cerema Hauts-de-France pour la caractérisation environnementale des sédiments. Merci également à Monsieur Xie SHOUYI du laboratoire de mécanique de Lille pour son aide à la réalisation des essais de la micro-indentation, avec l'autorisation du Prof. Jian-Fu SHAO. Merci à Mesdames Assia DJERBI et Myriam Duc du département MAST de l'université Gustave Eiffel pour leur aide à la réalisation des observations au MEB.

Je remercie Madame Siham KAMALI-BERNARD et Monsieur Martin CYR d'avoir bien voulu me faire l'honneur d'accepter d'être rapporteurs de ma thèse. Je remercie également Monsieur Abdelhafid KHELIDJ, Madame Christine BOURBON et Monsieur Amaury CUDEVILLE d'avoir accepté d'être membres de mon jury de thèse.

Je remercie très vivement ma famille, ma mère Latifa SASSIOUI, mon père Mohamed Larbi BEDDAA, ma sœur et mes frères Fatima Zohra, Anasse et Mouad qui m'ont soutenu et encouragé d'aller toujours plus loin.

Résumé

Les sédiments de dragage, considérés aujourd'hui comme déchets, semblent être une alternative prometteuse aux matériaux conventionnels. Les opérations de dragage, réalisées par la Direction Territoriale du Bassin de la Seine (DTBS), génèrent un volume annuel des sédiments d'environ $150\,000\text{ m}^3$. Dans cette thèse, nous nous intéressons tout d'abord au potentiel de valorisation de ces sédiments en tant qu'alternative aux granulats ou au ciment (comme addition). Pour ce faire, une étude de variabilité du gisement francilien et de son effet sur les propriétés du béton est réalisée. La compilation des propriétés du gisement montre que 30 % du volume dragué pourrait être considéré comme une source stable et propre de granulats, alors que les sédiments non inertes ne représentent que 6 %. L'étude expérimentale montre que la substitution de 30 % en volume des granulats ou la substitution de 10 % en volume de ciment respectivement par des sédiments grossiers ou par des sédiments fins affecte que légèrement la cinétique d'hydratation, la résistance à la compression et le retrait. Ensuite, nous avons approfondi l'effet de la matière organique des sédiments sur les propriétés rhéologiques, physico-chimiques (hydratation et retrait) et mécaniques d'une pâte de ciment. Les résultats obtenus montrent que les substances humiques, matières organiques présentes dans les sédiments, ont un effet analogue à celui des lignosulfonates de calcium, un plastifiant, tant sur la cinétique d'hydratation que sur la rhéologie de la pâte cimentaire. La dernière partie de la thèse traite de l'effet de l'incorporation des coquillages sur les propriétés mécaniques et de durabilité du béton. Cette partie est scindée en deux volets ; un volet expérimental et un volet numérique. Le premier a comme objectif d'évaluer l'effet de l'incorporation des coquillages, comme graviers, sur les propriétés macroscopiques des bétons (propriétés mécaniques et propriétés de durabilité). Les résultats expérimentaux montrent qu'il n'y a aucun effet de l'incorporation des coquillages sur l'affaissement, le retrait et les propriétés de durabilité (la porosité, la diffusion des ions chlore et la carbonatation) du béton pour des substitutions inférieures à 20 %. En revanche, les propriétés mécaniques diminuent avec l'augmentation du taux de substitution ; pour une substitution volumique de 20 %, la résistance à la compression et le module élastique diminuent respectivement de 20 % et 17 %. Le volet numérique a pour objectif de construire un outil numérique cohérent permettant de prédire les propriétés mécaniques et de diffusion d'un béton en fonction de sa composition et des paramètres physiques et géométriques de la microstructure. Par des observations microscopiques (MEB) et en modélisant les coquillages comme des inclusions plongées dans une matrice cimentaire, nous montrons que l'adhérence entre le coquillage et la matrice est limitée, et doit être prise en compte pour estimer les propriétés des bétons à base de coquillages.

Abstract

Dredged sediments, considered as waste, seem to be a promising alternative to conventional materials. Dredging operations, carried out by the Territorial Directorate of the Seine Basin (DTBS), generate an annual volume of sediments of about $150,000 \text{ m}^3$. In this thesis, we are first interested in the potential of valorization of these sediments as an alternative to aggregates or cement (as an addition). To this end, a study of the variability of the Ile-de-France deposit and its effect on the properties of concrete is carried out. The compilation of the deposit properties shows that 30 % of the dredged volume could be considered as a stable and clean source of aggregates, while non-inert sediments represent only 6 %. The experimental study shows that the substitution of 30 % by volume of aggregates or the substitution of 10 % by volume of cement respectively by coarse or fine sediments affects only slightly the hydration kinetics, the compressive strength and the shrinkage. Next, we investigated the effect of the organic matter of sediments on the rheological, physico-chemical (hydration and shrinkage) and mechanical properties of a cement paste. The results obtained show that humic substances, organic matter present in the sediments, have an effect similar to that of calcium lignosulfonates, a plasticizer, both on the hydration kinetics and on the rheology of the cement paste. The last part of the thesis deals with the effect of the incorporation of shells on the mechanical and durability properties of concrete. This part is divided into two parts; an experimental part and a numerical part. The first one aims at evaluating the effect of the incorporation of shells, as gravels, on the macroscopic properties of concretes (mechanical properties and durability properties). The experimental results show that there is no effect of the incorporation of shells on the slump, shrinkage and durability properties (porosity, diffusion of chloride and carbonation) of concrete for substitutions lower than 20 %. On the other hand, the mechanical properties decrease with the increase in the substitution rate; for a volume substitution of 20 %, the compressive strength and elastic modulus decrease respectively by 20 % and 17 %. The numerical part aims at building a coherent numerical tool to predict the mechanical and diffusion properties of a concrete according to its composition and the physical and geometrical parameters of the microstructure. By microscopic observations (SEM) and by modeling shells as inclusions embedded in a cementitious matrix, we show that the adhesion between the shell and the matrix is weak and must be taken into account to estimate the properties of shell-based concretes.

Table des matières

Remerciements	1
Résumé	2
Abstract	3
Introduction	8
I Présentation du contexte.	12
I.1 Introduction	13
I.2 Méthodes de dragages	13
I.2.1 Le dragage mécanique	13
I.2.2 Le dragage hydraulique	14
I.3 Caractéristiques des sédiments	15
I.3.1 Constituants des sédiments	15
I.3.2 Polluants organiques et inorganiques	16
I.4 Réglementation relative aux sédiments	17
I.4.1 Des niveaux réglementaires	17
I.4.2 Caractère dangereux et caractère inerte des sédiments.	18
I.5 Les sédiments comme matériaux alternatifs pour le BTP.	21
I.5.1 Construction des routes.	21
I.5.2 Production du ciment.	21
I.5.3 Granulats pour matériaux cimentaires.	23
I.6 Le gisement étudié	24
I.6.1 Opérations de dragage à la DTBS	24
I.6.2 Qualité des sédiments	25
I.6.3 Gestion actuelle du gisement	25
I.7 Conclusion	26
II Potentiel de valorisation des sédiments franciliens dans le béton.	28
II.1 Introduction	29
II.2 Variabilité du gisement	29

II.2.1	Méthodes et outils statistiques	30
II.2.2	Résultats statistiques	32
II.3	Effet de l'incorporation des sédiments comme granulats	36
II.3.1	Matériaux	38
II.3.2	Formulation des bétons	41
II.3.3	Méthodes	42
II.3.4	Résultats	44
II.4	Effet de l'incorporation des sédiments fins comme addition au ciment . . .	51
II.4.1	Formulation des bétons	53
II.4.2	Résultats	53
II.5	Conclusion	56
III	Effet de l'incorporation de la matière organique sur les propriétés de la	
	pâte du ciment.	58
III.1	Introduction	59
III.2	Matériaux	60
III.2.1	Ciment	60
III.2.2	Substances humiques	60
III.2.3	Lignosulfonates de calcium	61
III.3	Formulation des pâtes de ciment	61
III.4	Méthodes	63
III.4.1	Rhéologie	63
III.4.2	Hydratation	65
III.4.3	Retrait chimique	67
III.4.4	Retrait endogène	67
III.4.5	Résistance à la compression	68
III.5	Résultats	68
III.5.1	Rhéologie	68
III.5.2	Hydratation	70
III.5.3	Retrait chimique	77
III.5.4	Retrait endogène	77
III.5.5	Résistance à la compression	80
III.6	Matière organique des sédiments	82
III.6.1	Méthodes	83
III.6.2	Résultats	87
III.7	Conclusion	89
IV	Effet de l'incorporation des coquillages sur les propriétés du béton	91
IV.1	Introduction	92
IV.2	Matériaux et méthodes	93

IV.2.1	Matériaux	93
IV.2.2	Fabrication des bétons	94
IV.2.3	Essais sur bétons	94
IV.3	Résultats et interprétations	97
IV.3.1	Affaissement	97
IV.3.2	Propriétés mécaniques	98
IV.3.3	Retrait total	101
IV.3.4	Porosité	102
IV.3.5	Diffusion des ions chlore	102
IV.3.6	Carbonatation	104
IV.4	Compensation de la baisse des propriétés mécaniques du béton	104
IV.5	Conclusion	106
V	Modélisation des effets de coquillages sur les propriétés du béton	108
V.1	Introduction	109
V.2	Homogénéisation en élasticité linéaire	109
V.2.1	Schéma d'homogénéisation de Mori-Tanaka	110
V.2.2	Résolution numérique d'un problème d'Eshelby	112
V.2.3	Correction de la condition aux limites	112
V.2.4	Inclusion avec interface non parfaite	114
V.3	Concentrations de contraintes	115
V.3.1	Calcul de la contrainte	115
V.3.2	Prise en compte de l'orientation de l'inclusion	116
V.4	Résultats et discussion	116
V.4.1	Propriétés élastiques des phases de la microstructure	116
V.4.2	Erreur du calcul des tenseurs de localisation	118
V.4.3	Effet de l'incorporation des coquillages sur le module d'élasticité	120
V.4.4	Effet de l'incorporation des coquillages sur la résistance du matériau.	122
V.5	Propriété de diffusion	125
V.5.1	Présentation du Problème	125
V.5.2	Homogénéisation des propriétés de diffusion	126
V.5.3	Correction de la condition aux limites	127
V.5.4	Effet de l'ITZ sur la diffusion	127
V.5.5	Résolution numérique	128
V.5.6	Résultats	128
V.6	Conclusion	131

Conclusion générale	133
Annexe	137
Liste des figures	137
Liste des tableaux	143
Bibliographie	145

Introduction

Les gisements de granulats font partie des ressources naturelles les plus consommées au monde. Leurs carrières deviennent de plus en plus rares. En île de France l'enjeu est encore plus fort ; de grands projets de construction et de rénovation voient le jour avec de plus en plus d'édifices en béton. La région île de France enregistre donc un déficit en granulats d'environ 45% [1]. Pour couvrir son besoin en granulats, la région reste fortement dépendante des importations depuis les régions voisines, induisant ainsi un important coût de transport et la production de gaz à effet de serre associée. La consommation de granulats ne va sans doute pas baisser les prochaines années. L'économie circulaire semble être la solution, en permettant à la matière d'être réinjectée dans le cycle économique, ce qui permet à la fois de faire des économies et de ne pas avoir des effets nocifs sur l'équilibre planétaire. À l'échelle européenne et nationale, le recyclage des déchets du BTP est de plus en plus réglementé : la directive européenne n° 2008/98/CE de 2008 définit 70% comme taux minimal de recyclage des déchets du BTP en 2020, et la loi LTECV (Loi de Transition Énergétique pour la Croissance Verte) limite la quantité de déchets mis en décharge à 50% à l'horizon 2025 par rapport à la référence 2012. À l'échelle régionale, une charte a été signée le 11 février 2002 pour soutenir la gestion rentable et rationnelle des matériaux de construction. Cette charte vise donc à promouvoir l'utilisation de granulats recyclés et de matériaux locaux.

Par ailleurs, des volumes importants des sédiments sont dragués et qui sont peu ou pas valorisés. En France les quantités annuelles de sédiments dragués sont de l'ordre de 50 millions de m^3 pour les ports maritimes et de l'ordre de 5 millions de m^3 pour les cours d'eau (rivières et canaux) [2]. Le réseau des voies navigables représente près de 8 500 km. Il est composé de cinq bassins fluviaux reliés entre eux : la Moselle, le Nord-Pas-de-Calais, le Rhin, le Rhône et le bassin de la Seine. Un tel réseau permet le transport de plus de 50 millions de tonnes de marchandises pour un faible coût, dans le respect de l'environnement et en toute sécurité [3]. Néanmoins, l'accumulation des sédiments au fond des cours d'eau limite la hauteur d'eau et, par conséquent, le volume transporté par les bateaux. Pour garantir un tirant d'eau suffisant pour la circulation des bateaux, les opérations de dragage sont donc indispensables. Les opérations de dragage réalisées par la direction territoriale du bassin de la Seine (DTBS, qui fait partie de Voies Navigables de France (VNF)) génèrent un volume annuel d'environ 150 000 m^3 . Pour gérer un tel volume de sédiments, considérés aujourd'hui comme déchets, VNF propose les filières suivantes : le comblement des ballastières, le régalage agricole ou le dépôt dans des ISDI (Installations de Stockage de Déchets Inertes). Par ailleurs, la réglementation nationale régissant les sédiments est de plus en plus exigeante, ce qui appelle aujourd'hui à une meilleure gestion/valorisation de ces matériaux. En effet, le coût de leur gestion actuelle pourrait être investi dans le développement de nouvelles filières de valorisation. Ces filières permettraient d'absorber

un volume important des déchets et réduiraient par la même occasion, même à très faible niveau, le taux d'épuisement de ressources naturelles. Cela répondrait à ce qui est devenu aujourd'hui une demande sociétale; celle de préserver les ressources et de valoriser les déchets dans une démarche d'économie circulaire.

C'est dans ce contexte que le projet régional SEDIFLUV a vu le jour, il est porté par le CEREMA, la Région Ile de France, VNF et Clamens. L'objectif principal de ce projet est de démontrer la faisabilité d'incorporation de sédiments lors de la fabrication du béton comme granulats ou comme addition au ciment. Il s'agit de mettre en place des solutions économiquement viables, techniquement faisables (en respectant les normes applicables aux bétons) et acceptables sur le plan environnemental (ne pas avoir des effets nocifs sur l'environnement et sur la santé humaine). Comme ces sédiments sont traités à proximité des voies navigables, où se trouvent certaines centrales à béton et où il pourrait également y avoir des usines de préfabrication, leur utilisation dans la production du béton (prêt à l'emploi ou préfabriqué) permettrait de valoriser les déchets, de réduire l'empreinte écologique liée au transport et de faciliter également la distribution de ces produits par voies fluviales (surtout pour les produits préfabriqués). Les sédiments franciliens peuvent également être utilisés pour construire des zones de transit fluviales (plateformes multimodales). Ces plateformes s'inscrivent pleinement dans les besoins du projet « Mégacité du Grand Paris » avec une approche d'économie circulaire et le choix des circuits courts.

Objectifs de la thèse

Le travail de cette thèse s'intègre parfaitement dans le projet régional SEDIFLUV et a pour but d'étudier la faisabilité technique de l'incorporation des sédiments, dragués par la DTBS, dans le béton. La thèse s'intéresse en particulier à la valorisation des sédiments dans les bétons structurels tels que ceux utilisés pour la construction des plateformes multimodales, et a pour ambition de répondre aux objectifs/questions résumés dans la figure 1.

Structure du manuscrit

Pour répondre à ces objectifs/questions, ce manuscrit se décline en cinq chapitres :

Chapitre 1 : Présentation du contexte

Ce chapitre présente le contexte général de ce travail. Dans un premier temps, les origines, la composition, les polluants et la réglementation relative aux sédiments sont présentés. Dans un deuxième temps, les résultats des études traitant des sédiments comme étant une matière première pour le BTP sont présentés. Enfin, nous présentons les caractéristiques du gisement du bassin de la Seine étudié dans cette thèse.

Chapitre 2 : Potentiel de valorisation des sédiments franciliens dans le béton

Ce chapitre est dédié à l'évaluation du potentiel de valorisation des sédiments fran-

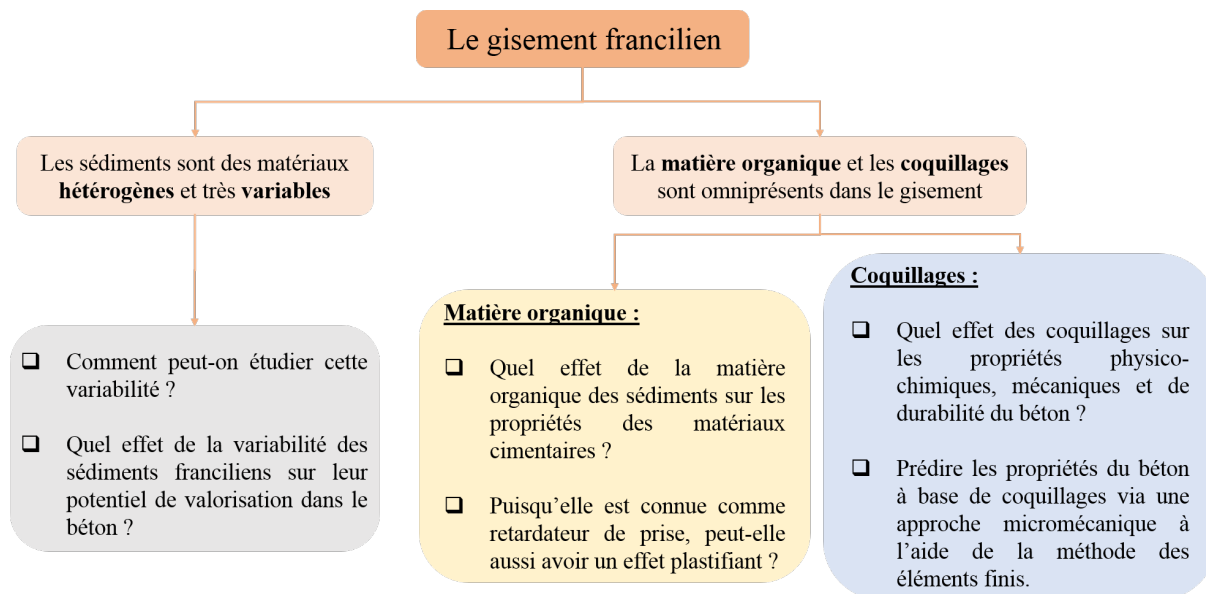


Figure. 1 – Objectifs de la thèse.

ciliens dans le béton. Une étude statistique est proposée afin de classer les sédiments en fonction de leurs propriétés; la teneur en polluants, la granulométrie et la teneur en matière organique. Par la suite, nous évaluons l'effet de la substitution volumique de 30% des granulats conventionnels par les sédiments (grossiers ou fins) sur les propriétés physico-chimiques et mécaniques du béton. Enfin, l'effet de la substitution volumique de 10% du ciment par des sédiments fins sur les propriétés physico-chimiques et mécaniques du béton est également étudié.

Chapitre 3 : Effet de l'incorporation de la matière organique sur les propriétés de la pâte du ciment

Ce chapitre traite de l'effet des substances humiques (la matière organique la plus présente dans les sédiments fluviaux) sur les propriétés de la matrice cimentaire. Des essais sont ainsi réalisés pour évaluer leur effet sur la rhéologie, l'hydratation, le retrait et la résistance à la compression d'une pâte de ciment. En parallèle, l'effet des lignosulfonates de calcium (un plastifiant d'origine organique) sur les propriétés de la pâte cimentaire est étudié et par la suite comparé à celui des substances humiques.

Chapitre 4 : Effet de l'incorporation des coquillages sur les propriétés du béton

Ce chapitre est consacré à l'étude de l'effet de la substitution de graviers conventionnels par des coquillages abondants dans les sédiments franciliens sur le retrait, les propriétés mécaniques (la résistance à la compression et le module élastique) et de durabilité (la porosité, la diffusion aux ions chlorés et la carbonatation) du béton.

Chapitre 5 : Modélisation des effets de coquillages sur les propriétés du béton

Ce chapitre présente un modèle numérique permettant d'estimer les propriétés mécaniques (module élastique et la résistance à la compression) et le coefficient de diffusion des bétons à base de coquillages. Dans un premier temps les propriétés intrinsèques des différentes phases de la microstructure sont mesurées. Ensuite, la modélisation du comportement macroscopique est effectuée en utilisant la méthode des éléments finis. Les résultats numériques sont enfin comparés aux résultats expérimentaux.

Chapitre **I**

Présentation du contexte.

I.1 Introduction

Les sédiments sont des matériaux naturels qui proviennent de l'altération et de l'érosion des minéraux, des matières organiques et d'autres sources dans les cours d'eau. Ils sont transportés par les systèmes fluviaux/marins en direction des zones où l'écoulement est plus lent (la côte pour les sédiments marins). L'accumulation des sédiments dans les cours d'eau ou les ports diminue la profondeur du tirant d'eau, ce qui rend la navigation difficile et limite le volume transporté par les navires. Le dragage dans les ports et les voies navigables constitue donc une opération impérative pour le bon fonctionnement de leurs activités notamment le transport des marchandises, ainsi que pour prévenir les risques des inondations. La fréquence de cet entretien varie selon le contexte : annuelle, pour certains canaux d'accès portuaire et voies navigables, à plusieurs décennies pour certaines retenues de barrage.

Les opérations de dragage engendrent des volumes considérables en matériaux. À l'échelle nationale, le volume dragué représente chaque année environ 55 millions de m^3 , dont 90% sont dragués dans les milieux maritimes des ports estuariens et le reste est dragué dans les voies d'eau navigables qui représentent près de 8 500 kilomètres [2; 4]. Ce réseau des voies navigables est considéré comme le plus long en Europe. Il est composé de cinq bassins fluviaux reliés entre eux : la Moselle, le Nord-Pas-de-Calais, le Rhin, le Rhône et le bassin de la Seine.

I.2 Méthodes de dragages

Les travaux de dragage sont réalisés par des navires et des engins spécialisés selon la méthode envisagée. Plusieurs critères conduisent à privilégier l'une ou l'autre de ces méthodes : l'accessibilité des engins, la taille des sédiments, le coût de la méthode au regard des volumes dragués et enfin le critère primordial qui est le choix du devenir des sédiments. La qualité des sédiments détermine la filière de destination, et par conséquent, les équipements de dragage. Parmi les méthodes de dragage, on distingue : le dragage mécanique et le dragage hydraulique [5; 6].

I.2.1 Le dragage mécanique

Cette technique de dragage est utilisée pour extraire des matériaux tassés ou des débris ainsi que pour travailler dans des zones confinées. Des godets ou une benne sont utilisés, dont les dimensions et les formes varient, pour racler le fond et ramener de larges portions de sédiments. Les dragages mécaniques font appel souvent à des chalands pour recevoir et transporter les matériaux dragués. Les principaux types de drague mécanique sont [5] (Figure I.1) :

La drague à godets : le modèle le plus traditionnel, se compose d'un puits central où descend une chaîne à godets. La chaîne tourne, le godet le plus bas racle le fond, se charge, remonte puis va déverser son contenu sur un tapis roulant qui l'emporte vers une barge de transport.

La drague à pelle sur ponton : ce sont en réalité des pelleteuses installées sur le ponton d'un chaland. Elles sont utilisées surtout pour de petits travaux.

La drague à benne preneuse : est constituée d'une grue, montée sur un ponton, qui descend une benne à mâchoires au bout de câbles. Les mâchoires de la benne s'enfoncent sous leur poids dans les sédiments et sont refermées pour les extraire avant que la benne soit remontée.



Drague à godets

Drague à pelle sur ponton

Drague à benne preneuse

Figure. I.1 – Techniques de dragage mécanique [7; 8]

I.2.2 Le dragage hydraulique

Les dragages hydrauliques aspirent les sédiments au moyen d'une pompe à eau centrifuge et opèrent par création d'un vide à l'entrée de la pompe. Le mélange d'eau et de matières solides, sous pression, suit la conduite de l'aspirateur. L'organe d'aspiration est porté par un long tube appelé "élinde" qui est articulé pour pouvoir être ramené à bord. La profondeur de dragage est généralement autour de 30 m, et peut aller jusqu'à 60 m pour une drague autoporteuse. Les sédiments, aspirés sous forme de boue liquide, sont ensuite rejetés dans un puits, un chaland ou une zone de dépôt via des conduites. Les principaux types de drague hydrauliques sont [6] (Figure I.2) :

La drague aspiratrice stationnaire : reste immobile sur le fond et rejette les matériaux extraits par des canalisations menant à terre ou sur des barges.

La drague aspiratrice en marche : aspire les sédiments en naviguant à faible vitesse et stocke ceux-ci à bord avant de les déposer sur un site en mer ou à terre. Ce type de drague est en particulier adapté au dragage des canaux car il ne perturbe pas la circulation des navires que de manière limitée.

La drague aspiratrice à désagrégateur : utilisée lorsque les fonds sont plus fermes, équipée d'un dispositif rotatif en bout d'élinde qui lui permet de broyer les matériaux pour permettre leur aspiration.



Drague aspiratrice stationnaire

Drague aspiratrice à désagrégateur

Figure. I.2 – Techniques de dragage hydraulique [7; 9]

I.3 Caractéristiques des sédiments

I.3.1 Constituants des sédiments

Les sédiments sont des matériaux très hétérogènes qui proviennent de l'érosion et de différents rejets anthropiques. Les constituants principaux sont l'eau, la fraction minérale et la matière organique.

I.3.1.1 L'eau :

La teneur en eau dans les sédiments est très variable, elle représente 150% à 200% en masse d'après Dubois [10] et plus de 50% de volume des sédiments selon Geffard [11]. En général, la fraction occupée par l'eau est très importante et elle dépend de la méthode de dragage utilisée.

I.3.1.2 Fraction minérale :

La composition minérale est formée de minéraux provenant de l'érosion des sols et des débris coquilliers. La taille de ces éléments détermine les classes granulaires des sédiments : des argiles, des limons, des sables, des graviers et des cailloux (Tableau I.1). Leurs proportions peuvent varier très fortement en fonction de leur provenance géographique et leur site d'extraction. En général, les grosses particules restent en amont tandis que les plus fines se retrouvent en aval. La granulométrie des sédiments est un indicateur de la répartition des contaminants. Selon les travaux de Gosselin et al. [12], la fraction grossière des sédiments comporte une contamination pratiquement nulle alors que la fraction fine (argile et limon) contient presque la totalité de la contamination. La fraction fine présente un comportement complexe résultant des interactions entre l'eau, les particules minérales, les ions et les éléments organiques [10]. Ainsi, la plupart des contaminants sont piégés dans cette fraction fine.

Tableau. I.1 – Classes granulométriques des sédiments.

Dénomination	Argile	Limon	Sable	Gravier	Cailloux
Diamètre (mm)	< 0,002	0,002 <> 0,063	0,063 <> 2	2 <> 20	>20

I.3.1.3 Matière organique :

La matière organique, présente dans les sédiments, a diverses origines. Il s'agit soit des débris végétaux, d'algues, de micro-organismes ou de colloïdes humiques. En général, la teneur en matière organique est de l'ordre de 2 à 10% pour les sédiments des cours d'eau et sa composition est constituée à 60% de substances humiques [13]. La partie non humique de la matière organique est constituée des composés simples et de structure classique comme les acides organiques, les acides aminés, les protéines et les glucides. De l'autre côté, les substances humiques ont une structure macromoléculaire. Elles proviennent de l'évolution des restes organiques (dans la plupart végétaux) sous des processus biochimiques. Les substances humiques représentent un mélange d'acides humiques (composés solubles dans les alcalins), d'acides fulviques (solubles en solution aqueuse quel que soit le pH) et d'humines (insolubles) [14].

I.3.2 Polluants organiques et inorganiques

La contamination des sédiments provient des activités amont et elle est transportée par le flux. Les activités anthropiques aux alentours des cours d'eau, comme les rejets industriels, agricoles ou urbains, génèrent des polluants qui vont s'accumuler dans les sédiments. La pollution entraînée dans les sédiments est composée des contaminants de nature organique (HAP, PCB, HCT et TBT) et inorganique (métaux lourds). Ces contaminants ont tendance à se fixer sur les particules minérales et la matière organique des sédiments. Ce pouvoir de fixation dépend des conditions de milieu. Par exemple, un sédiment peut présenter des teneurs élevées en polluants qui ne soient pas remobilisables dans les conditions du milieu. Dans ce cas, les risques que ces polluants présentent pour l'environnement sont alors limités. En revanche, ce même sédiment peut devenir toxique lorsque les conditions environnementales sont modifiées lors d'un dragage par exemple [13; 15].

I.3.2.1 Les métaux lourds :

Une partie des métaux lourds présents dans les sédiments provient de l'altération des roches. Cependant, les rejets issus des activités industrielles ou d'autres activités humaines sont considérés comme la source principale de la contamination des sédiments. Les principaux métaux lourds sont l'Arsenic [As], le Cadmium [Cd], Le Chrome [Cr], le Cuivre [Cu], le Mercure [Hg], le Nickel [Ni], le Plomb [Pb] et le Zinc [Zn]. Certains d'entre eux sont dangereux pour les espèces marines et peuvent avoir des propriétés cancérigènes

et mutagènes chez l'homme, dès qu'ils dépassent leurs seuils de tolérance [13; 16; 17].

I.3.2.2 Les polluants organiques :

Les polluants organiques sont des composés à base de carbone, d'hydrogène, d'oxygène et d'azote. Ils sont entraînés dans les sédiments à cause des activités humaines et des rejets industriels. On distingue quatre familles des polluants organiques : les HAP (les hydrocarbures aromatiques polycycliques), les PCB (les poly-chloro-biphényles), les TBT (les tributylétain) et les HCT (hydrocarbures totaux). Ces polluants sont susceptibles d'avoir une action toxique à des faibles concentrations ; des effets cancérigènes, mutagènes et une altération des fonctions reproductrices sont possibles chez les espèces marines [15; 16].

I.4 Réglementation relative aux sédiments

I.4.1 Des niveaux réglementaires

L'arrêté du 14 juin 2000 [18] fixe les niveaux de contamination N1 et N2 permettant d'apprécier l'incidence que peut avoir une opération projetée sur le milieu aquatique (sédiments marins). Le niveau N1 (Tableau I.2) est le seuil au-dessous duquel l'impact potentiel est jugé négligeable et donc les opérations de dragage et d'immersion sont autorisées. Par contre, le niveau N2 est le seuil au-dessus duquel les opérations d'immersion sont susceptibles d'être interdites. La contamination des sédiments fluviaux a été prise en compte à partir de l'arrêté du 9 août 2006 [19]. Ce texte fixe un niveau S1 (Tableau I.3) dédié aux sédiments provenant des cours d'eau, canaux et lacs.

Tableau. I.2 – Niveaux N1 et N2 relatifs aux éléments et composés traces (mg/kg de sédiment sec analysé sur la fraction inférieure à 2 mm) [18].

Élément	Niveau N1	Niveau N2
Arsenic	25	50
Cadmium	1,2	2,4
Chrome	90	180
Cuivre	45	90
Mercure	0,4	0,8
Nickel	37	74
Plomb	100	200
Zinc	276	552
PCB (7 éléments)	0,5	1,0
HAP (16 éléments)	6,79	24,11
TBT	0,1	0,4

Ces seuils de référence permettent également d'orienter le choix du mode de gestion des sédiments. Soit une remise dans le milieu aquatique par clapage en mer pour les

Tableau. I.3 – Seuil S1 relatifs aux éléments et composés traces (en mg/kg de sédiment sec analysé sur la fraction inférieure à 2 mm) [19].

Élément	Seuil S1	Élément	Seuil S1
Arsenic	30	Cadmium	2
Chrome	150	Cuivre	100
Mercure	1	Nickel	50
Plomb	100	Zinc	300
PCB (7 éléments)	0,680	HAP (16 éléments)	22,80

sédiments marins ou une dilution dans les cours d'eau pour les sédiments fluviaux. Soit une gestion à terre si les sédiments ne présentent pas une qualité physico-chimique et environnementale adéquate ou si les conditions locales ne permettent pas une remise dans le milieu aquatique [20].

I.4.2 Caractère dangereux et caractère inerte des sédiments.

Dès que les sédiments sortent de l'eau pour une gestion à terre, ils adoptent le statut de déchet. A ce titre, les sédiments doivent être caractérisés au regard du référentiel déchet. Il faut, d'une part, une détermination de leur caractère dangereux ou non dangereux, et d'autre part, une analyse de leur caractère inerte ou non inerte.

I.4.2.1 Évaluation de la dangerosité.

Les sédiments destinés à la filière terrestre entrent dans le cadre de la nomenclature déchets et sont définis par le décret du 18 avril 2002 [21]. Les sédiments disposent de deux rubriques ; 17 05 05⁽⁺⁾ pour boues de dragage contenant des substances dangereuses (un signe ⁽⁺⁾ est ajouté pour les déchets classés comme dangereux) et 17 05 06 pour boues de dragage autres que celles visées à la rubrique 17 05 05⁽⁺⁾. La qualification de la dangerosité d'un déchet repose sur 15 propriétés de danger [21]. Certaines propriétés ne sont pas adaptées aux sédiments de dragage. La propriété H14 (écotoxicité) est celle la plus adaptée aux sédiments pour évaluer le caractère de dangerosité. Cette propriété est évaluée via le protocole "H14 sédiments MEEDDM 2009" (Figure I.3 [22]).

I.4.2.2 Évaluation du caractère inerte.

L'annexe II de l'arrêté du 12 décembre 2014 [23], relatif aux conditions d'admission des déchets inertes dans les installations de stockage de déchets inertes (ISDI), spécifie les seuils à ne pas dépasser en test de lixiviation et en contenu total (Tableau I.4 et Tableau I.5) pour l'acceptation des déchets inertes dans ces installations de stockage. La figure I.4 résume les modalités utilisées pour évaluer la dangerosité et le caractère inerte des sédiments.

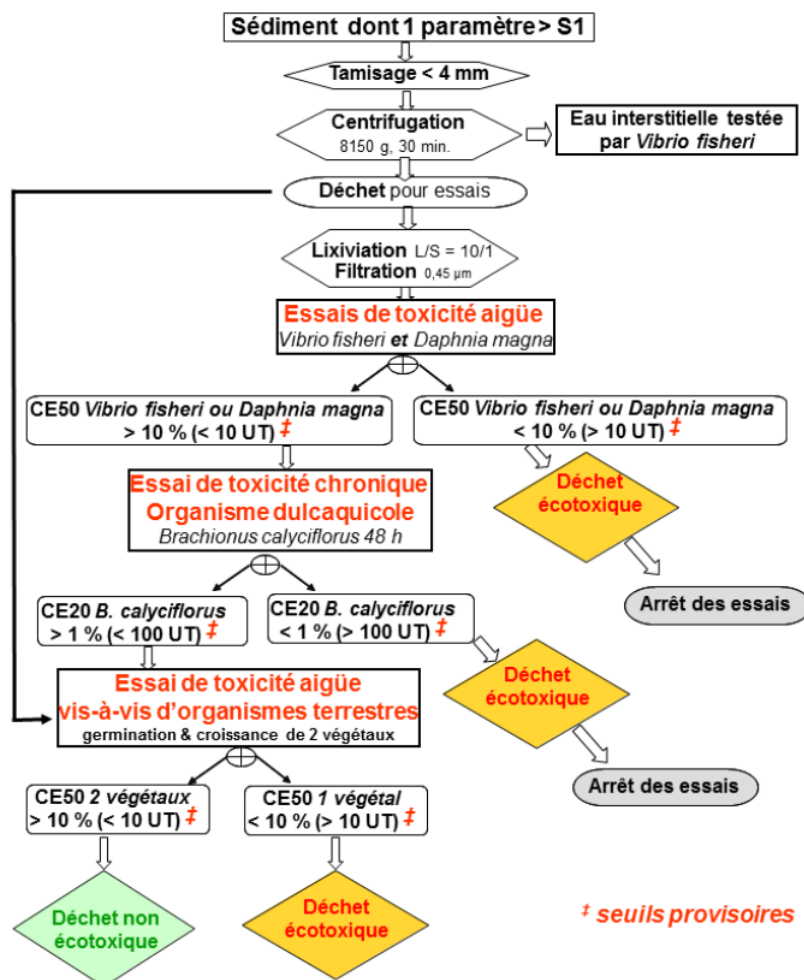


Figure. I.3 – Protocole établi par le groupe de travail « dangerosité des sédiments » du MEEDDM pour la mesure de l'écotoxicité (paramètre H14) des sédiments [22].

Des responsables de Voies navigables de France (VNF) déclarent que le renforcement de la réglementation ces dernières années avait un impact économique pour la filière de traitement des sédiments. Le coût de stockage des sédiments a au moins triplé pendant les dernières années ; il est passé de 20 € à 70 € par mètre cube et parfois à des prix supérieurs [24]. Ils ajoutent que la situation pourrait s'aggraver par l'application de la loi pour l'économie bleue, à partir du 1^{er} janvier 2025, qui pourrait renforcer les seuils des teneurs en polluants et par conséquent interdire le rejet en mer des volumes considérables des sédiments de dragage. La gestion à terre d'un volume pareil nécessite de mettre en place des filières de valorisation capables de créer une économie viable en lien avec la gestion des sédiments.

Tableau. I.4 – Paramètres à analyser lors du test de lixiviation et valeurs limites à respecter (en mg/kg de sédiment sec analysé sur la fraction inférieure à 2 mm) [23].

Élément	Seuil ISDI	Élément	Seuil ISDI
Arsenic	0,5	Antimoine	0,06
Baryum	20	Sélénium	0,1
Cadmium	0,04	Zinc	4
Chrome	0,5	Chlorure	800
Cuivre	2	Fluorure	10
Mercure	0,01	Sulfate	1000
Molybdène	0,5	Indice phénols	1
Nickel	0,4	Carbone organique total	500
Plomb	0,5	Fraction soluble	4 000

Tableau. I.5 – Paramètres à analyser en contenu total et valeurs limites à respecter (en mg/kg de sédiment sec analysé sur la fraction inférieure à 2 mm) [23].

Élément	Seuil ISDI
Carbone organique total	30 000
BTEX	6
PCB	1
HCT	500
HAP	50

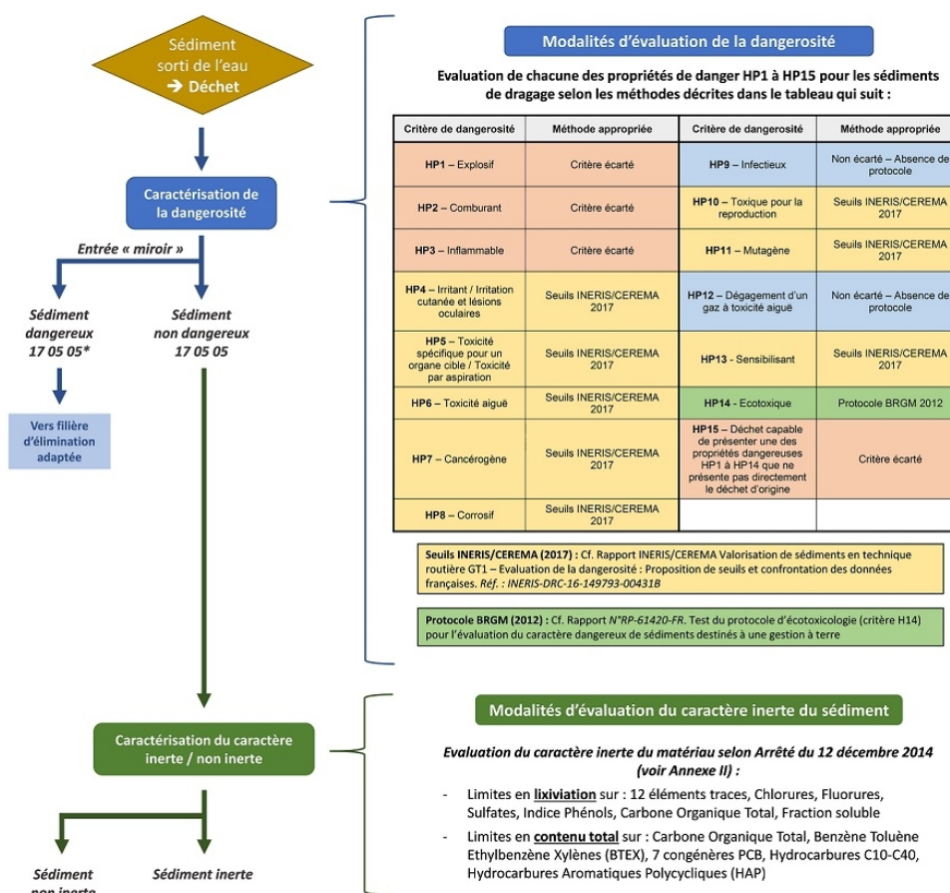


Figure. I.4 – Modalités d'évaluation de la dangerosité et du caractère inerte de sédiments gérés à terre [20].

I.5 Les sédiments comme matériaux alternatifs pour le BTP.

Dans les dernières années, de nombreuses études nationales et internationales ont été réalisées afin d'encourager l'émergence des filières de valorisation des sédiments de dragage en tant que matériaux alternatifs pour le BTP. Ces études indiquent diverses utilisations bénéfiques des sédiments de dragage comme matière première dans la construction, à savoir la construction des routes [25; 26; 27], la production du ciment [28; 29; 30; 31; 32; 33; 34; 35; 36], et le remplacement des granulats conventionnels pour la fabrication de mortier ou de béton [37; 38; 39; 40; 41; 42].

I.5.1 Construction des routes.

Compte tenu de l'augmentation continue de la demande des granulats provenant des carrières, les sédiments de dragage peuvent être considérés comme une nouvelle source des granulats. Les chaussées sont des structures multicouches : sol support, une couche de forme, une couche d'assise et une couche de surface. Les études sur les sédiments de dragage s'intéressent à la couche d'assise (couche de forme et couche de fondation) qui nécessitent de bonnes propriétés mécaniques. L'utilisation des sédiments dans la couche d'assise est limitée par les paramètres suivants : la granulométrie, la fraction argileuse et la matière organique. Pour remédier à ce problème, différentes méthodes ont été utilisées pour le traitement des sédiments. L'ajout d'un correcteur granulaire combiné à un liant hydraulique permet d'augmenter les caractéristiques mécaniques à court et à long termes [25]. La forte teneur en eau et la salinité des sédiments marins sont atténuées par un processus de déshydratation et l'ajout de chaux [26]. Et pour inerte les boues de dragage polluées, le procédé de stabilisation Novosol a été utilisé [27]. Ces trois études ont montré que les matériaux routiers représentent une bonne filière pour la valorisation des sédiments de dragage marins et fluviaux, avec des perspectives intéressantes à la fois économiques et environnementales.

I.5.2 Production du ciment.

De nos jours, de nombreux ajouts minéraux sont utilisés dans les matériaux à base de ciment pour réduire les coûts ou diminuer leur empreinte carbone élevée (métakaolin, fumée de silice, cendres volantes, ...) [43; 44; 45; 46]. En raison de leur constitution minéralogique et chimique (siliceux, argileux, calcaire, etc.), les sédiments peuvent être incorporés en tant qu'addition [28; 29; 30; 31; 32; 33; 34]. D'autre part, des études expérimentales menées par [35; 36] ont montré que le potentiel d'utilisation des sédiments de dragage dans le cru cimentaire pour remplacer la matière première de clinker.

Pour une addition au ciment, l'utilisation efficace des sédiments de dragage nécessite souvent un processus de traitement adéquat visant notamment à éliminer la fraction organique et certains polluants [28; 29; 30; 31; 32; 33; 34]. Des nouveaux mélanges de ciment ont été conçus à base de différents taux des sédiments allant de 8% à 40% massique. Ez-zaki et Diouri [28], Snellings et al. [29] et Du et Pang [30] ont étudié la réactivité pouzzolanique des sédiments calcinés à des températures de (650 et 850 °C), (820, 865 et 905 °C) et (600, 700 et 800 °C) respectivement. La réaction pouzzolanique a été démontrée à partir de la consommation de la portlandite (CH) et de l'augmentation de la résistance. Van Bunderen et al. [31] ont étudié l'hydratation et le retrait endogène de la pâte de ciment à base de sédiments de dragage calcinés à 865 °C. Les résultats ont montré que les sédiments traités et les cendres volantes ont un comportement d'hydratation au jeune âge similaire. En plus, l'ajout de sédiments de dragage calcinés réduit le retrait endogène du ciment. Concernant les propriétés mécaniques, Dang et al. [32] ont montré qu'un ciment à base de sédiments calcinés (650 et 850 °C pendant 5 h) développe une meilleure résistance à la compression que les fillers calcaires, mais inférieure à celle du mortier témoin. Ces résultats sont cohérents avec ceux présentés par Ez-zaki et Diouri [28]. En revanche, les résultats de Benzerzour et al. [33] montrent que le mortier incorporant jusqu'à 15% massique de sédiments traités à 850 °C pendant 1 h développe une meilleure résistance mécanique que le mortier témoin. Dans le même sens, Safhi et al. [34] ont montré que l'incorporation jusqu'à 20% massique de sédiments traités, à 800 °C pendant une heure dans le béton, permet d'obtenir une résistance à la compression comparable à celle du béton de référence.

L'utilisation bénéfique de sédiments fins comme une matière première pour produire le clinker a été étudiée par [35; 36]. L'évaluation du potentiel d'utilisation de sédiments marins contaminés dans le clinker a été réalisée par Dalton et al. [35] sur des mélanges contenant jusqu'à 12% de matériaux de dragage. Le programme de calcination utilisé est similaire à celui de la production classique du clinker avec une température maximale de 1450°C. Les résultats ont montré une diminution du taux de l'alite et une augmentation de celui de la bélite pour des teneurs supérieures à 6%. En outre, ils ont démontré qu'une teneur élevée en chlorure de sédiments marins n'augmente pas la teneur en chlorure de produit final. Aouad et al. [36] ont travaillé sur un sédiment fluvial. Les résultats ont montré que le clinker de ciment portland peut être produit en utilisant 39% de sédiments (la température maximale de calcination est de 1450°C). Le ciment produit était au moins aussi réactif que le ciment commercial et sa résistance à la compression est 20% supérieure, à long terme.

La faisabilité et l'efficacité de l'utilisation des sédiments de dragage calcinés comme matière première alternative pour la fabrication du ciment Portland a été prouvée par les recherches ci-dessus. Ce domaine de valorisation peut contribuer d'une manière significative à la gestion durable des sédiments de dragage surtout qu'il s'intéresse aux sédiments

fins qui représentent le volume le plus important.

I.5.3 Granulats pour matériaux cimentaires.

La plupart des granulats utilisés dans la fabrication du béton proviennent des carrières. Aujourd'hui, ces sources de granulats naturels sont en voie d'épuisement et leur extraction a également des conséquences néfastes sur l'environnement. Pour ces raisons, il est important d'optimiser la consommation de granulats naturels ainsi que de favoriser leur remplacement par d'autres sources alternatives. L'origine géologique de la fraction granulaire des sédiments est similaire à celle des granulats conventionnels. Toutefois, d'autres composants peuvent être présents notamment la matière organique, les coquillages et le sel (pour sédiments marins) sans oublier les polluants d'origine industrielle. Ces polluants sont concentrés dans la fraction fine des sédiments. Ainsi, la fraction granulaire des sédiments peut être considérée comme "déchet non dangereux", et aucun traitement environnemental n'est nécessaire [37; 38; 39; 41]. Cependant, une étape de prétraitement (lavage, séchage et tamisage) permettrait une meilleure valorisation des matériaux de dragage.

Limeira et al. [38] ont étudié les propriétés mécaniques du béton à base de sédiments (non traités), comme substitut au sable conventionnel. Les résultats montrent une légère diminution de la résistance à la compression pour une substitution de 18% massique. Dans une autre étude effectuée par les mêmes auteurs [39], une augmentation de la résistance à la compression a été constatée pour une substitution de 50% massique de sable conventionnel par des sédiments sableux (de même classe granulaire). Cette augmentation a été attribuée à l'amélioration de l'empilement granulaire et la compacité du mélange. En revanche, la substitution du sable par la fraction fine des sédiments ne semble pas une bonne solution. L'étude menée par l'université de Columbia [40] sur des bétons fabriqués en remplaçant le sable brut par des matériaux marins dragués d'une fraction très fine (10 μm) a montré une chute de la résistance à la compression et de la maniabilité du matériau.

Contrairement aux études présentées ci-dessus, cette thèse s'intéresse à l'évaluation du potentiel de valorisation d'un gisement entier dans le béton. Il s'agit de l'ensemble des sédiments dragués par la direction territoriale du bassin de la Seine (DTBS, qui fait partie de Voies Navigables de France (VNF)), dans les rivières, les canaux et les annexes hydrauliques de la région Ile de France et ses alentours. Les résultats de ce travail permettront, par la suite, aux gestionnaires de sédiments de valoriser efficacement leur gisement.

I.6.2 Qualité des sédiments

Avant les travaux de dragage, la qualité des sédiments est déterminée grâce à des campagnes de prélèvements sur les rivières, les canaux et les annexes hydrauliques. Ces prélèvements sont effectués par carottage, ce qui permet d’avoir une meilleure représentativité des sédiments sur toute la hauteur qui sera draguée. Sur la période 2014-2018 [47; 48; 49; 50; 51], les principaux paramètres présentant des dépassements des seuils S1 sont les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) et les métaux lourds, notamment le zinc, le mercure et le plomb. Néanmoins, toutes les analyses ont permis de classer ces sédiments comme non dangereux car non écotoxiques selon la propriété H14. Quant aux paramètres classant les sédiments comme "non dangereux non inertes", selon les seuils ISDI, ces paramètres sont les hydrocarbures totaux (HCT) et l’antimoine lixivié. La figure I.6 résume la méthode utilisée pour classer les sédiments selon leur qualité. Le tableau I.7 montre l’évolution de la qualité du gisement au cours des années. Les sédiments inertes représentent entre 79% et 90% avec une moyenne de 86% sur le volume total dragué durant la période 2014 - 2018.

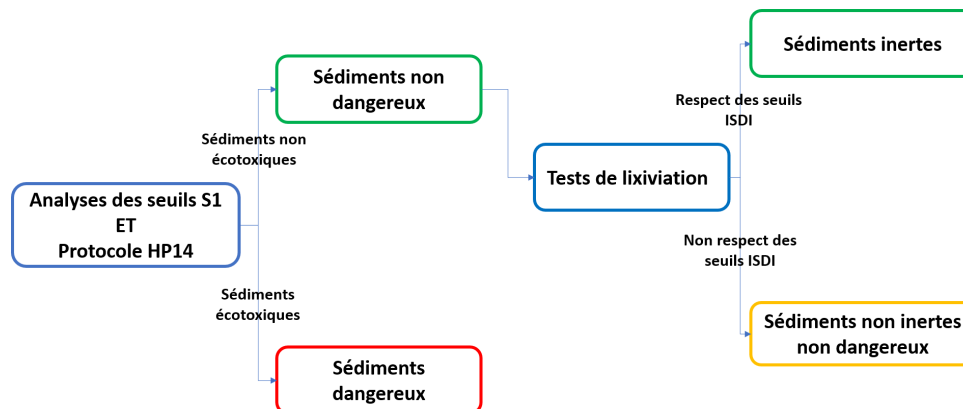


Figure. I.6 – Classification des sédiments selon leur qualité.

Tableau. I.7 – Qualité des sédiments dragués sur la période 2014-2018 [47; 48; 49; 50; 51].

Qualité des sédiments	Année					
	2014	2015	2016	2017	2018	2014-2018
Inertes	89%	88%	79%	90%	83%	86%
Non inertes	11%	12%	21%	10%	17%	14%

I.6.3 Gestion actuelle du gisement

Les sédiments dragués par la DTBS ont un statut de déchet à partir du moment où ils sont gérés à terre. La gestion des sédiments s’effectue sur différentes filières selon leur qualité (Figure I.7). Pour les sédiments inertes, la principale filière de valorisation est le remblaiement de carrières et de ballastières (33% du volume total). Quant aux sédiments

non inertes, ils sont traités avant valorisation ou stockage dans les ISDND (Installations de Stockage des Déchets Non Dangereux). Environ 190 000 m^3 (25%) des sédiments dragués sur la période 2014-2018 sont directement stockés dans les ISDI à un coût compris entre 5 et 11 euros/tonne selon l'ADEME [52]. De ce fait, le secteur ISDI aurait coûté 1 M€ pour cinq ans (2014-2018).

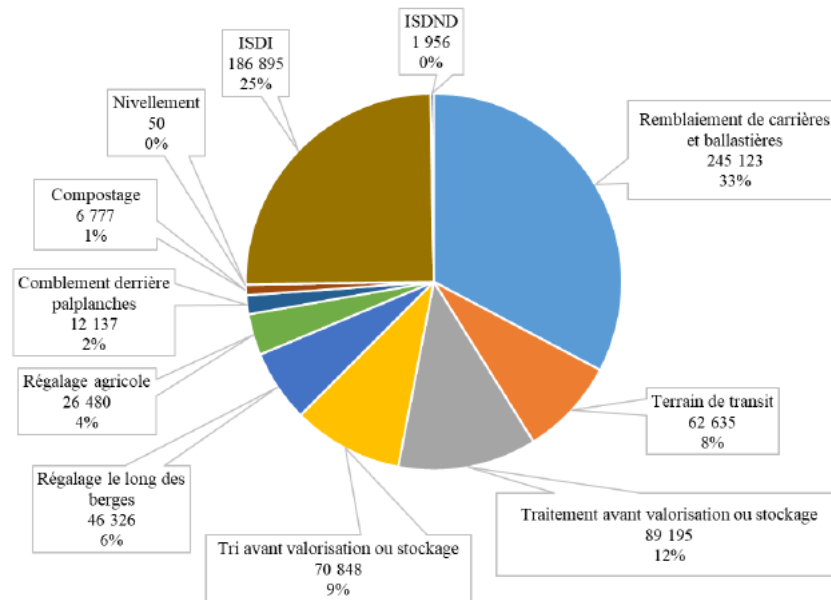


Figure. I.7 – Filières de valorisation pour les sédiments dragués par la DTBS [47]

I.7 Conclusion

Le dragage des sédiments accumulés au fond des rivières est nécessaire afin d'assurer l'activité de transport fluvial et prévenir les risques des inondations. Les quantités des sédiments en France sont considérables ; environ 55 Mm^3 dont 5 Mm^3 sont des sédiments fluviaux. La réglementation nationale est de plus en plus exigeante, ce qui impacte la filière de traitement des sédiments et augmente les prix de stockage dans les installations de stockage des déchets. La mise en place des filières de valorisation des sédiments est donc nécessaire pour créer une économie viable en lien avec la gestion des sédiments.

De nombreuses études internationales montrent diverses utilisations des sédiments de dragage comme matière première pour la production du béton. Cette voie de valorisation offre des perspectives à la fois économiques et environnementales. La qualité des sédiments franciliens, gérés par la DTBS, présente un avantage supplémentaire à la valorisation sans avoir recours à des traitements coûteux.

L'objectif de cette thèse est de démontrer la faisabilité technique des éléments bétons à base de sédiments. Le projet s'intéresse en particulier à des structures des plateformes

logistiques portuaires. Cette utilisation in-situ contribue à l'optimisation de la gestion des sédiments. Afin de garantir une valorisation maximale, nous devons, d'une part, maîtriser la variabilité du gisement, et d'autre part, quantifier l'impact de cette variabilité sur les propriétés du béton. En effet, les chapitres suivants sont consacrés à l'évaluation du potentiel de valorisation du gisement francilien comme matériau de construction. Nous nous intéressons en particulier à la variabilité des sédiments en mettant l'accent sur l'effet de la matière organique et des coquillages sur les propriétés physico-chimiques, mécaniques et de durabilité des bétons.

Chapitre **II**

Potentiel de valorisation des sédiments franciliens dans le béton.

Cette partie est une traduction enrichie de l'article "Reuse potential of dredged river sediments in concrete : Effect of sediment variability", publié dans la revue Journal of Cleaner Production [53]."

II.1 Introduction

Dans le premier chapitre, nous avons présenté de nombreuses études qui montrent que l'utilisation des sédiments comme matière première dans la construction offre des perspectives intéressantes à la fois économiques et environnementales. Néanmoins, la constitution de ce matériau varie largement d'un gisement à un autre et d'un point de dragage à un autre. Par conséquent, ses propriétés et son potentiel de valorisation dans le béton varient aussi. Parmi ces constituants, la matière organique, les coquillages et la fraction fine ($< 80 \mu\text{m}$) peuvent affecter les propriétés du béton. La matière organique est connue pour retarder la prise et empêcher le développement de la résistance de la pâte de ciment [54; 55; 56; 57]. En outre, les coquillages réduisent la résistance de béton en raison de leur forme aplatie et de leur mauvaise adhérence à la pâte de ciment [58; 59; 60; 61]. La teneur en fines des sédiments affecte également les propriétés du béton. Les fines réduisent l'ouvrabilité de béton en raison de leur surface spécifique élevée et leur forte demande en eau. La résistance et la durabilité peuvent donc également être affectées [62; 63; 64].

Dans ce chapitre, la variabilité du gisement francilien est étudiée ; une analyse statistique est proposée à une échelle sans précédent, permettant ainsi une classification des sédiments. Les données issues des campagnes de dragage de 2015, 2016 et 2017 [49; 50; 51], spécifiques aux teneurs en métaux lourds, en matière organique et en fractions granulaires, sont analysées pour classer automatiquement les sédiments en groupes à l'aide d'un algorithme des K-moyennes [65]. Ensuite, des points de dragage particuliers sont sélectionnés et les sédiments correspondants sont tamisés en différentes fractions granulaire : graviers (4 mm - 20 mm), sable (0,08 mm - 4 mm) et fines ($< 80 \mu\text{m}$). Les matériaux résultants sont incorporés dans le béton comme substitut des granulats. Enfin, le suivi de la chaleur dégagée par l'hydratation de ciment, de la résistance à la compression et du retrait total du béton permettra d'approuver ou de réfuter la substitution des granulats conventionnels par les sédiments.

II.2 Variabilité du gisement

Les bases de données, fournies par VNF, rapportent plus de 50 propriétés caractérisant les sédiments dragués dans 135, 120 et 102 points de dragage en 2015, 2016 et 2017, respectivement [49; 50; 51]. Certains champs de la base de données sont sélectionnés afin de réaliser l'évaluation de la variabilité proposée. Ces champs permettent soit de s'assurer que les sédiments sont suffisamment propres pour être légalement valorisés, soit de donner un aperçu de l'effet de ces sédiments sur les propriétés du béton. Par ailleurs, certains sédiments sont non inertes, selon la définition de l'arrêté du 12 décembre 2014 [66], principalement en raison de leur teneur en hydrocarbures totaux (HCT) ou en antimoine lixivié (Sb). D'autre part, quelques sédiments dragués ne respectent pas les seuils S1

définis par l'arrêté du 9 août 2006 [67] en raison de leur teneur en plomb (Pb), zinc (Zn) ou mercure (Hg). Néanmoins, ils sont toujours classés comme non dangereux puisque le critère H14 est respecté. Compte tenu de leur omniprésence et en raison de leurs effets néfastes sur la santé humaine [68], les PCB et les HAP sont également sélectionnés. En outre, la teneur en matière organique et les fractions massiques des différentes classes granulaires (fines ($< 50 \mu\text{m}$), sable ($50 \mu\text{m} - 2 \text{mm}$), et refus tamisage 2 mm) sont des paramètres offrant une corrélation potentielle avec les propriétés du béton. Le tableau II.1 regroupe les paramètres considérés pour cette étude, ainsi que les seuils ISDI et S1 correspondants.

Tableau. II.1 – Paramètres caractérisant un sédiment.

	Paramètre	Unité	Le seuil ISDI	Le seuil S1
Métaux lourds	Plomb total (Pb)	mg/kg	—	100
	Zinc total (Zn)	mg/kg	—	300
	Mercure total (Hg)	mg/kg	—	1
	Antimoine lixivié (Sb)	mg/kg	0,06	—
Polluants	HCT	mg/kg	500	—
	PCB	$\mu\text{g}/\text{kg}$	1000	680
	HAP	mg/kg	50	22,8
Granulométrie	Fines	%	—	—
	Sable	%	—	—
	Refus tamisage 2 mm	%	—	—
Valorisation agronomique	Matière organique	%	—	—

II.2.1 Méthodes et outils statistiques

II.2.1.1 Les paramètres des distributions

Les distributions normales, log-normales et uniformes sont ajustées aux distributions observées de chaque propriété pour les années 2015, 2016 et 2017. Les paramètres des distributions normales et log-normales (moyenne et écart-type) sont calculés selon des estimations non biaisées. La valeur max et la valeur min de la distribution uniforme correspondent à celles de la propriété observée. Ensuite, un test de Kolmogorov-Smirnov est effectué et ses paramètres, D-valeur et p-valeur, sont calculés [69]. La D-valeur résultante décrit l'écart entre les fonctions de distribution observées et celles estimées. La p-valeur associée signifie la probabilité d'obtenir un tel écart si les mesures sont tirées de la distribution ajustée. Une p-valeur élevée signifie que les mesures observées pourraient provenir de la distribution identifiée. Notons que ces distributions sont ajustées comme si les différentes propriétés étaient indépendantes les unes des autres, bien que cette hypothèse puisse être remise en cause par le calcul des coefficients de corrélation.

II.2.1.2 Coefficients de corrélation

Pour évaluer l'évolution d'une propriété X_i par rapport à une autre X_j , le coefficient de corrélation de Pearson $\text{Corr}(X_i, X_j)$ est calculé sur la base de données triennales. En raison de l'absence de certaines valeurs de teneur en matière organique, ces coefficients de corrélation croisée sont évalués en utilisant seulement 188 points de dragage (63, 65, 60 points de dragage pour 2015, 2016 et 2017 respectivement). La valeur de coefficient de corrélation de Pearson varie entre -1 et 1; elle est égale à -1 dans le cas où l'une des propriétés est une fonction linéaire décroissante de l'autre, et 1 dans le cas où une propriété est une fonction linéaire croissante de l'autre. La p-valeur associée au coefficient de corrélation de Pearson est également calculée. Une faible valeur de p-valeur reflète une forte présomption que les propriétés observées sont corrélées de façon linéaire et donc qu'elles dépendent les unes des autres. Le coefficient de corrélation et la p-valeur associée sont calculés à l'aide de la fonction `scipy.stats.pearsonr` [70].

II.2.1.3 Algorithme des k-moyennes

L'algorithme K-moyennes est automatiquement appliqué pour classer les différents sédiments ayant les mêmes propriétés en K-clusters (K-groupes). Le nombre de groupes K est prédéterminé à 3. L'algorithme cherche à définir les barycentres (μ_i) des groupes (G_i) permettant de minimiser la somme des distances entre les points (x_j) à l'intérieur de chaque partition et son barycentre [71; 72] :

$$\min \sum_{i=1}^K \sum_{x_j \in G_i} \|x_j - \mu_i\|^2 \quad (\text{II.1})$$

Les résultats de la méthode dépendent de la métrique définissant la distance entre les points. Plus précisément, cette distance doit équilibrer les différences de concentrations de polluants, les différences de fractions granulaires et les teneurs en matière organique. Pour ce faire, une jauge est introduite pour chaque propriété, et les valeurs mesurées sont divisées par leur jauge correspondante avant d'appliquer la norme euclidienne entre les points mis à l'échelle. Pour les concentrations de polluants, cette jauge est simplement définie comme le plus petit seuil correspondant (ISDI ou S1); sinon, la valeur la plus élevée rencontrée est considérée comme la jauge. Cet algorithme est mis en œuvre à l'aide de la fonction `sklearn.cluster.KMeans` [65].

Pour représenter tous les points de dragage et ainsi retenir autant d'informations que possible de la base de données, une estimation des valeurs manquantes de la teneur en matière organique est nécessaire. Pour ce faire, l'algorithme K-Nearest Neighbors (KNN) a été appliqué, et la valeur manquante est égale à la moyenne de la valeur connue pour les k voisins les plus proches [73]. Le nombre de voisins pour cette étude est fixé à 5. Pour choisir les voisins les plus proches, la distance entre deux échantillons m et n est évaluée

comme suit :

$$d(m, n) = \sum_{X_i \in (\text{Paramètres})} |\text{Corr}(X_i, MO)| (X_i^m - X_i^n)^2 \quad (\text{II.2})$$

Où MO est le champ décrivant la teneur en matière organique et $\text{Corr}(X_i, MO)$ est la corrélation entre la propriété X_i et la teneur en matière organique. Comme le nombre de points s'avère relativement limité, une approche par force brute est appliquée : la distance entre le point interrogé et tous les autres points de la base de données est calculée.

II.2.2 Résultats statistiques

II.2.2.1 Classification des distributions

La figure II.1 présente les fonctions de répartition cumulatives des champs sélectionnés de la base de données des sédiments pour les années 2015, 2016 et 2017. Les sédiments dragués en 2017 présentent des quantités légèrement plus faibles de polluants, un résultat est probablement dû aux inondations qui ont eu lieu à la fin de l'année 2016. Mais, le changement des distributions des polluants, de la granulométrie ou de la matière organique d'une année à l'autre n'est pas significatif. Ainsi, les propriétés de gisement francilien pourraient être globalement considérées comme stables.

Concernant les champs liés au caractère inerte des sédiments, à peine plus de 10% des points dragués sont non-inertes vis-à-vis la teneur en antimoine lixivié (Sb) et en hydrocarbures totaux (HCT). Quant au plomb, le zinc, le mercure, les PCB et les HAP, plus de 95% des points de dragage respectent le seuil S1. Comme les métaux lourds sont connus pour affecter l'hydratation et le développement de la résistance de ciment [35; 74], il est nécessaire de comparer les teneurs en différents métaux lourds des sédiments à celles des ciments conventionnels. Selon [74], la teneur en métaux lourds de clinker industriel peut être aussi élevée que : 371 mg/kg pour le plomb et 3 069 mg/kg pour le zinc. La teneur en métaux lourds dans les ciments allemands standards est de 2-200 mg/kg, 20-450 mg/kg et 0,02-0,35 mg/kg pour le plomb, le zinc et le mercure, respectivement [75]. Ainsi, plus de 90% des sédiments dragués présentent des concentrations en métaux lourds négligeables par rapport à ces ciments, et leurs effets sur les propriétés de la pâte de ciment sont donc également négligeables. En ce qui concerne la granulométrie des sédiments, 50% des points de dragage contiennent moins de 40% de fines ($< 50 \mu\text{m}$), par conséquent, une quantité considérable de sédiments de dragage pourrait facilement être utilisée comme granulats. En outre, plus de 70 % des points de dragages contiennent moins de 5 % (en poids) de matière organique, ce qui favorise la valorisation de ces sédiments. En général, le gisement francilien semble être propre et valorisable.

Les distributions normales, log-normales et uniformes sont ajustées à la distribution

cumulative observée des différents champs. Celle qui correspond à la plus petite D-valeur est tracée sur la figure II.1 et la p-valeur associée et ses paramètres (moyenne et écart type) sont indiqués dans le tableau II.2. En effet, les p-valeurs correspondantes à ces distributions sont toutes inférieures à 0,05. Par conséquent, les distributions observées au cours des trois années ne peuvent pas être représentées par une distribution normale, log-normale ou uniforme.

Tableau. II.2 – Paramètres des distributions ajustées.

Attribut	Type de distribution	(moyenne ; écart type)	D-valeur	p-valeur
Plomb total	Log-normale	(1,40 ; 2,37)	0,201	<0,01
Zinc total	Log-normale	(2,54 ; 2,61)	0,193	<0,01
Antimoine lixivié	Log-normale	(-4,32 ; 1,11)	0,082	1,67e-2
Mercure total	Log-normale	(-3,29 ; 2,36)	0,219	<0,01
PCB	Log-normale	(2,19 ; 2,00)	0,154	<0,01
HAP	Log-normale	(0,87 ; 1,41)	0,076	3,18e-2
HCT	Log-normale	(4,53 ; 1,91)	0,082	1,67e-2
Fines	Normale	(37,86 ; 24,27)	0,098	<0,01
Sable	Log-normale	(3,84 ; 0,53)	0,079	2,20e-2
Refus tamisage 2 mm	Log-normale	(2,36 ; 1,19)	0,110	<0,01
Matière organique	Normale	(4,08 ; 3,10)	0,105	3,04e-2

II.2.2.2 Coefficients de corrélation

Les coefficients de corrélation entre les différents champs sont calculés. Le tableau II.3 montre la matrice de corrélation symétrique, dans laquelle la partie au-dessus de la diagonale correspond aux valeurs des coefficients de corrélation tandis que la partie en dessous correspond aux p-valeurs. Seuls ceux qui ont une p-valeur inférieure à 0,01 sont représentés dans le tableau. Les principales conclusions tirées de cette matrice de corrélation sont les suivantes :

- Les coefficients de corrélation entre les métaux lourds sont très élevés ; 0,92, 0,83 et 0,82 pour $\text{Corr}(\text{Pb}, \text{Zn})$, $\text{Corr}(\text{Pb}, \text{Hg})$ et $\text{Corr}(\text{Zn}, \text{Hg})$, respectivement. Ces résultats peuvent être justifiés par une origine anthropique commune des polluants, provenant à la fois de l'industrie et du transport. Les zones dépassant les seuils S1 sont en fait principalement situées en aval des villes, dans les canaux et à proximité des écluses, où le débit est faible.

- Les PCB et les HAP ne sont pas corrélés ce qui suggère qu'ils proviennent de sources différentes de pollution.

- La corrélation entre les principaux paramètres déterminant le caractère inerte des sédiments francilien (HCT et Sb) est très forte, avec une valeur de 0,72. Les hydrocarbures totaux sont fortement corrélés également avec les métaux lourds (Pb, Zn et Hg) et les PCB.

- En ce qui concerne la granulométrie, la quantité des fines ($< 50 \mu\text{m}$) est, logiquement,

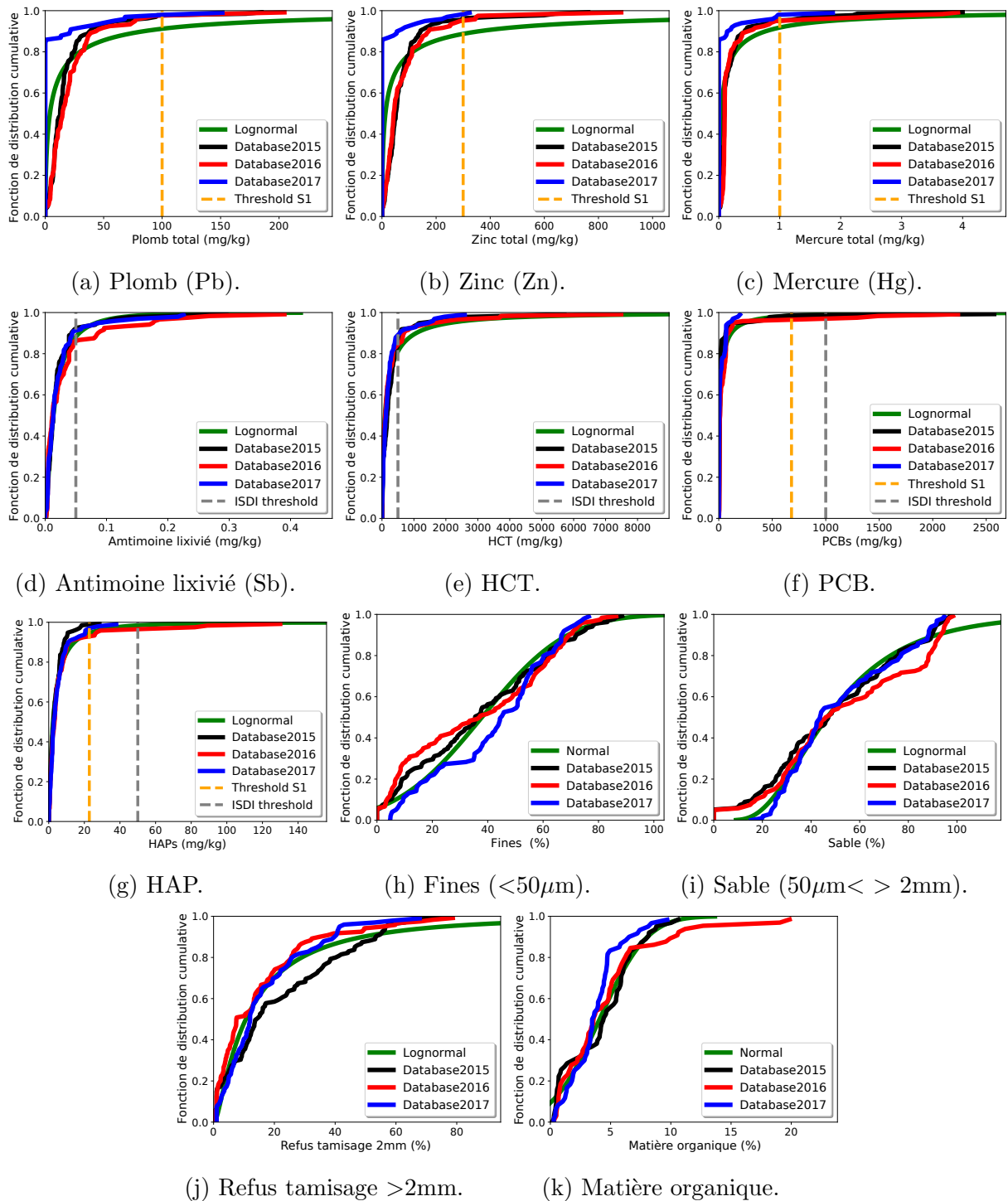


Figure. II.1 – Fonctions de distribution des différents paramètres des sédiments.

négativement corrélée avec la quantité de sable (50 μm - 2 mm) ; la valeur du coefficient de corrélation est de -0,69.

- La quantité de la matière organique est positivement corrélée avec celle des fines, et négativement corrélée avec celle du sable et du refus de tamisage à 2 mm. Les valeurs des coefficients de corrélation sont 0,55, -0,52 et -0,41 respectivement. Par conséquent, plus un sédiment est fin, plus sa teneur en matière organique est élevée.

Tableau. II.3 – Matrice de corrélation.

		Coefficient de Corrélation										
		Pb	Zn	Sb	Hg	PCB	HAP	HCT	Fines	Sable	Refus tamisage 2mm	Matière organique
P - v a r i a n c	Pb	—	0,92	0,55	0,83	0,64	—	0,74	—	—	—	0,38
	Zn	1,12e-146	—	0,58	0,82	0,65	—	0,78	0,20	—	-0,14	0,41
	Sb	7,17e-29	1,31e-32	—	0,58	0,45	0,15	0,72	0,17	-0,25	-0,21	0,26
	Hg	4,30e-90	1,78e-86	8,25e-34	—	0,71	—	0,76	—	—	—	—
	PCB	9,98e-042	1,16e-44	2,80e-19	3,98e-56	—	0,26	0,72	—	—	—	—
	HAP	—	—	5,33e-3	—	8,66e-7	—	0,21	—	-0,23	-0,17	0,19
	HCT	8,72e-63	4,46e-74	2,53e-57	1,66e-68	3,46e-58	9,20e-5	—	0,19	-0,17	-0,15	0,39
	Fines	—	1,12e-4	1,36e-3	—	—	—	3,43e-4	—	-0,69	-0,40	0,55
	Sable	—	—	2,70e-6	—	—	1,68e-5	1,49e-3	1,11e-50	—	0,32	-0,52
	Refus tamisage 2 mm	—	9,98e-3	8,18e-5	—	—	1,19e-3	6,35e-3	2,29e-15	5,57e-10	—	-0,41
	Matière organique	6,97e-8	4,24e-9	2,64e-4	—	—	9,39e-3	3,25e-8	3,49e-16	2,37e-14	3,98e-9	—

II.2.2.3 Partitionnement des sédiments

Compte tenu des fortes corrélations entre les différents paramètres de la base de données, seuls trois champs sont nécessaires pour qualifier les propriétés de notre gisement. Les teneurs en HCT, en fines et en matière organique représentent respectivement la contamination par les polluants, la granulométrie et la matière organique. Le partitionnement de K-moyennes est donc limité à ces trois champs.

Étant donné que les gisements des trois dernières années se sont révélés être 100 % non dangereux [49; 50; 51] et que les HCT sont fortement corrélés avec le plomb, le zinc, le mercure et les PCB, les teneurs élevées ou faibles en métaux lourds ou en PCB peuvent être déduites de la teneur en HCT. Le gisement est presque 100% inerte par rapport aux HAP et sa contamination tend à diminuer dans le bassin de la Seine [76]. En outre, comme les teneurs en antimoine lixivié et en HCT sont fortement corrélées, le seul HCT est suffisant pour résumer globalement l'activité chimique des sédiments. Quant à la granulométrie, la qualité du gisement est fortement liée à la teneur en particules fines, ainsi les données sur les fractions granulaires sont limitées à la teneur en fines.

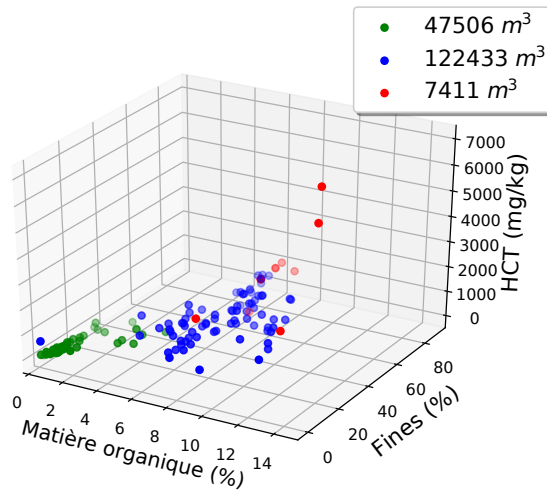
Il est choisi de partitionner les échantillons en trois groupes qui sont automatiquement définis par l'algorithme de K-moyennes et les résultats sont représentés sur la figure II.2. Le groupe en vert, qui représente entre 23% et 35% du volume total de gisement, regroupe les sédiments les plus propres, qui se caractérisent par une très faible teneur en HCT, en fines et en matière organique. Par conséquent, la valorisation de ces sédiments sous forme de granulats ne nécessite aucun traitement. Le groupe bleu, qui occupe entre 58% et 75% du volume de gisement, comprend les sédiments riches en fines (plus de 30 % en masse) et en matière organique. La présence des fines et de la matière organique pourrait limiter leur

utilisation dans le béton. Néanmoins, une fraction importante de ces sédiments peut encore être potentiellement valorisable comme granulats dans le béton en effectuant un simple tamisage pour éliminer les fines et une fraction importante de la matière organique (grâce à la corrélation positive entre ces deux paramètres). Le groupe rouge, qui ne représente que 2% à 7% du volume de gisement, comprend les sédiments non inertes ($HCT > 500$ mg/kg) mais non dangereux. La plupart de ses sédiments contient des quantités importantes des fines avec des teneurs élevées en matière organique.

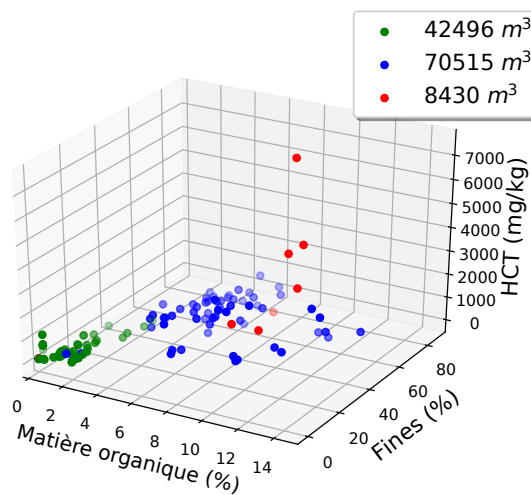
Cette section montre que le gisement francilien est constitué d'un grand volume de sédiments principalement sableux, qui offre une bonne alternative aux granulats conventionnels. Un volume important de gisement contient cependant une teneur non négligeable en particules fines. Bien qu'un simple tamisage permette de récupérer une fraction significative des granulats, il génère des quantités importantes des fines qui doivent être aussi gérées. L'objectif de la section suivante est d'évaluer l'effet de la substitution partielle des granulats conventionnels par des graviers, des sables ou des fines provenant des sédiments dragués sur les propriétés du béton.

II.3 Effet de l'incorporation des sédiments comme granulats

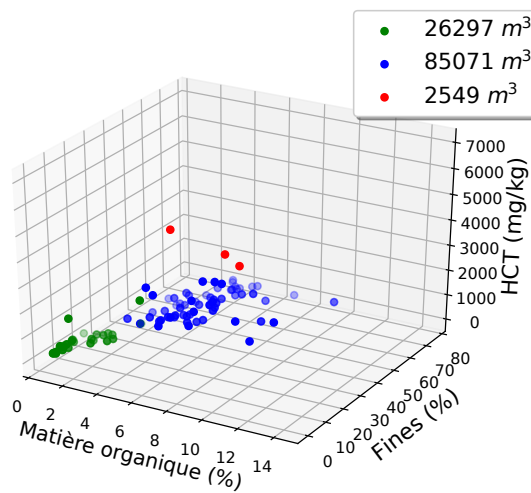
Pour évaluer l'effet de l'incorporation des sédiments sur les propriétés du béton, 19 échantillons sont choisis parmi 102 sites dragués par la DTBS en 2017. Parmi ces échantillons, huit sont principalement sableux ; ils contiennent moins de 3 % des fines (S1, S2, ..., S8), tandis que les autres onze échantillons sont visiblement des boues (F1, F2, ..., F11) (Figure II.3). Les premiers cités sont séchés et tamisés en quatre fractions granulaires, comme indiqué dans le tableau II.4, pour obtenir huit sables (SS1, ..., SS8 (0,08 mm - 4 mm)) et deux graviers des sédiments (G1 et G2) (4 mm - 20 mm)), à incorporer en substitution partielle du sable et du gravier conventionnels, respectivement. Les six autres graviers ont été écartés du fait de leur teneur élevée en coquillages, scories ou bois (>80 % en masse). Les boues, quant à elles, sont séchées (à 105 °C) et broyées finement (Fines F1, ..., F11 (< 80 μ m)) avant d'être incorporées dans le béton comme substitut du sable. Avant d'étudier l'effet de l'incorporation des sédiments sur les propriétés du béton, une caractérisation environnementale et physique exhaustive des 21 échantillons de sédiments (11 fines < 80 μ m, 8 sables 80 μ m - 4 mm et 2 graviers 4 mm - 20 mm) a été menée.



(a) Partition des sédiments dragués en 2015.

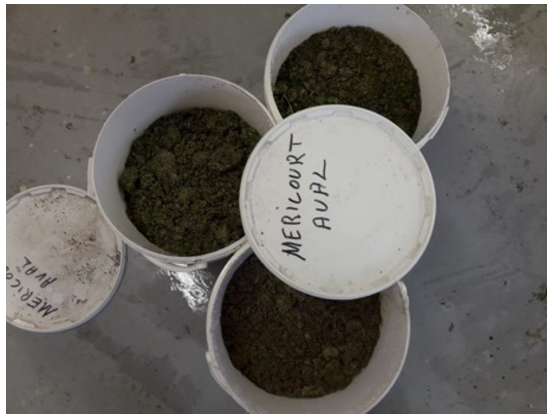


(b) Partition des sédiments dragués en 2016.

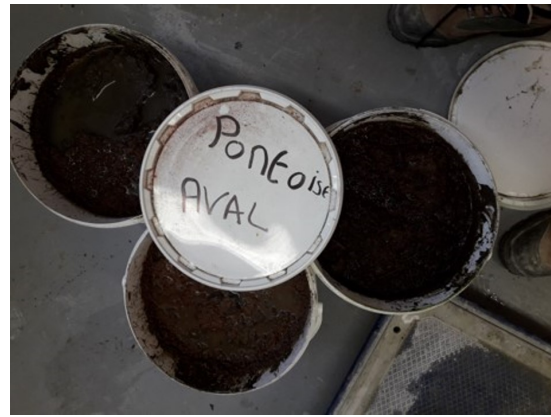


(c) Partition des sédiments dragués en 2017.

Figure. II.2 – Partition des sédiments en trois groupes en fonction de la teneur en HCT, en fines et en matière organique.



(a) Sédiments sableux.



(b) Sédiments fins (la boue).

Figure. II.3 – Échantillons des sédiments dragués.

Tableau. II.4 – Les fractions des différentes classes granulaires dans les sédiments sableux.

Fraction granulaire	S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7	S8
>20 mm (%)	5,3	2,4	17,0	1,2	1,8	3,9	2,0	0,9
Graviers (4/20 mm) (%)	32,6	16,3	33,3	4,9	7,0	27,6	24,4	21,6
Sable (0,08/4 mm) (%)	61,5	80,9	49,1	93,1	90,3	65,9	72,3	75,8
< 80 μm (%)	0,5	0,3	0,7	0,9	0,9	2,6	1,2	1,7

II.3.1 Matériaux

II.3.1.1 Caractérisation environnementale

La caractérisation environnementale des sédiments, y compris la teneur en métaux lourds (Pb, Zn, Hg et Sb), en PCB, en sulfates et en matière organique, est présentée dans les tableaux II.5 et II.6 pour les onze échantillons de fines et les huit échantillons des sédiments sableux, respectivement. Comme les teneurs en polluants sont mesurées sur les sédiments passant à travers un tamis de 2 mm, les graviers des sédiments sont considérés comme propres. Les résultats montrent que les sédiments fins contiennent plus de métaux lourds et de PCB que les sédiments sableux. En effet, les boues sont principalement draguées dans les chenaux, les écluses et les zones où le courant d'eau est plus lent. En outre, ces endroits correspondent à des zones urbaines ou d'anciennes zones industrielles où la stagnation de l'eau empêche la lixiviation des polluants. La quantité de sulfate mesurée, pour tous les types de sédiments, est très faible par rapport aux recommandations de la norme européenne EN 12620 [77]. En ce qui concerne la matière organique, elle se concentre le plus dans la fraction fine des sédiments.

II.3.1.2 Caractérisation physique

Les propriétés physiques des sédiments sont comparées à celles des granulats conventionnels. Ce sont des granulats alluvionnaires de carrière d'Ormes, près de Bray-sur-Seine

Tableau. II.5 – Caractérisation chimique des sédiments fins.

Paramètre	Unité	Méthode	Échantillon										
			F1	F2	F3	F4	F5	F6	F7	F8	F9	F10	F11
Pb	mg/kg	[78]	13,87	6,41	1,63	1,05	3,44	14,73	15,05	4,48	4,68	10,29	2,57
Zn	mg/kg	[78]	138,53	124,53	121,62	9,16	143,47	154,13	228,17	84,51	128,90	163,57	16,07
Sb	mg/kg	[78]	<0,01	<0,01	1,39E-02	1,72E-02	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	3,10e-02
PCB	mg/kg	[79]/[80]	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	0,225	<0,1	0,135	<0,1	<0,1	0,131
Sulfates	mg/kg	[81]	9,75	18,60	9,55	58,43	19,50	11,50	16,40	12,40	5,25	<5	55,13
Matière organique	%	[82]	12,66	6,53	9,93	5,39	14,84	12,92	11,91	12,99	12,97	12,88	4,56

Tableau. II.6 – Caractérisation chimique des sédiments sableux.

Paramètre	Unité	Méthode	Échantillon								
			S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7	S8	
Pb	mg/kg	[78]	4,537	6,370	2,363	4,675	8,314	1,496	2,477	0,336	
Zn	mg/kg	[78]	20,470	30,957	22,557	26,937	38,803	12,238	144,063	10,438	
Sb	mg/kg	[78]	0	2,574 e-03	0	0	0	0	0	9,455 e-03	
PCBs	mg/kg	[79]/[80]	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	
Sulfates	mg/kg	[81]	37,31	32,73	4,22	70,62	41,82	358,60	5,41	71,36	
Matière organique (<80µm)	%	[82]	11,55	4,48	5,29	8,12	7,53	6,60	5,89	5,45	
Matière organique (80µm - 2mm)	%	[82]	2,01	1,68	1,79	2,55	3,27	3,83	15,05	3,62	

(sable conventionnel (SC, 0,08 mm - 4 mm) et graviers conventionnels (GC, 4 mm - 20 mm)).

- La distribution granulométrique des sables et des graviers des sédiments est déterminée par tamisage à sec selon la norme européenne EN 933-1 [83] (Figure II.4). La distribution granulométrique des graviers des sédiments (G1 et G2) est similaire à celle des graviers conventionnels. À l'exception des sables SS1 et SS3 qui présentent des distributions similaires à celle du sable conventionnel, les autres sables sont nettement plus fins.

- La densité et le coefficient d'absorption d'eau des sables et des graviers sont mesurés conformément à la norme européenne EN 1097-6 [84] (Tableau II.7). La même méthode est utilisée pour mesurer la densité des sédiments fins, cependant, l'absorption d'eau n'a pas pu être évaluée au moyen du pycnomètre. À l'exception du sable SS1, tous les sédiments dragués sont plus légers et présentent une absorption plus importante que les granulats conventionnels. Comme les sables des sédiments ont tendance à être plus fins que le sable conventionnel et contiennent des éléments légers comme le bois, les scories et les coquillages, il est logique que leurs densités soient plus faibles et que leurs coefficients d'absorption soient plus élevés.

Tableau. II.7 – Coefficient d'absorption et densité des sédiments et des granulats conventionnels.

Échantillon	GC/SC	G1	G2	SS1	SS2	SS3	SS4	SS5	SS6	SS7	SS8
Coefficient d'absorption (%)	2,32/4,7	4,1	11,8	3,7	8,5	11,7	8,2	8,1	17,2	16,3	10,0
Densité ($g.cm^{-3}$)	2,53/2,41	2,31	2,00	2,41	2,22	2,21	2,16	2,22	2,05	2,03	2,14
Échantillon	F1	F2	F3	F4	F5	F6	F7	F8	F9	F10	F11
Densité ($g.cm^{-3}$)	2,20	2,26	2,24	2,41	2,00	2,02	2,26	2,11	2,16	2,16	2,31

- La teneur en coquillages des graviers des sédiments est évaluée selon la norme européenne EN 933-7 [85] et rapportée dans le tableau II.8. Les espèces de coquillages

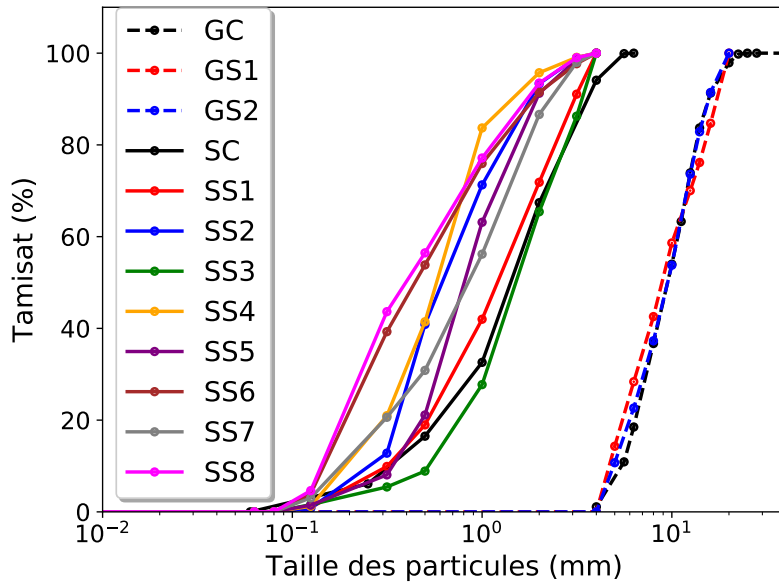


Figure. II.4 – Courbes granulométriques des échantillons de sédiments et des granulats conventionnels.

présentes dans les sédiments franciliens sont de trois familles *Corbicula*, *Dreissena* et *Viviparus* (Figure II.5). Les *Corbicula* et *Dreissena* sont très présentes dans les voies navigables, considérées comme envahissantes en France et très compétitives par rapport aux autres mollusques indigènes [86; 87] tandis que les *Viviparus* sont des mollusques classiques des rivières [88]. La prolifération de *Corbicula* et *Dreissena* peut bloquer les prises d'eau industrielles ou entraver le fonctionnement des écluses en raison de leur densité, rendant ainsi le dragage indispensable.



Figure. II.5 – Familles de coquillages.

- Le coefficient d'aplatissement est mesuré, pour les graviers, selon la norme eu-

ropéenne EN 933-3 [89] et rapporté dans le tableau II.8. Les résultats montrent que les graviers conventionnels sont légèrement plus aplatis que les graviers des sédiments qui contiennent 24% de coquillages.

Tableau. II.8 – Coefficient d’aplatissement et la teneur en coquillages des graviers.

Échantillon		GC	G1	G2
Coefficient d’aplatissement (%)		31%	26%	16%
Teneur en coquillages (%)	Corbicula	—	14,64	19,60
	Dreissena	—	8,48	2,50
	Viviparus	—	1,04	2,00
	Total	—	24,16	24,10

II.3.2 Formulation des bétons

Le ciment utilisé pour cette étude est un ciment Portland de type CEM I 52,5 de l’usine Calcia Beffes. Ce ciment contient principalement du clinker (91,3 %), du gypse (4,9 %) et du calcaire (3,8 %) (Tableau II.9). Pour le béton de référence (BR), nous utilisons les granulats conventionnels et nous visons un béton de classe C30 (résistance à la compression à 28 jours de 30 + 8 MPa mesurée au laboratoire) avec un affaissement de classe S4 (16 à 21 cm). Un rapport eau/ciment (E/C) de 0,55 est utilisé pour toutes les formules. Concernant les bétons à base de sédiments, les granulats conventionnels sont remplacés à 30 % de volume par les sédiments. Plus précisément, les fines (de F1 à F11) et les sables (de SS1 à SS8) sont utilisés pour remplacer 30% de volume de sable conventionnel (SC) afin de produire les bétons BF1, BF2, ..., BF11 et BS1, BS2, ..., BS8, respectivement. Tandis que les graviers des sédiments G1 et G2 sont utilisés pour remplacer 30 % de volume des graviers conventionnels (GC) pour produire les bétons BG1 et BG2. Le tableau II.10 rapporte les quantités des différents ingrédients composant 1 m³ de béton pour toutes les formules. Afin d’obtenir des valeurs d’affaissement comparables, l’eau totale prend en compte l’eau absorbée par les granulats. Le malaxage des bétons a été effectué selon le protocole de fabrication présenté sur la figure II.6.

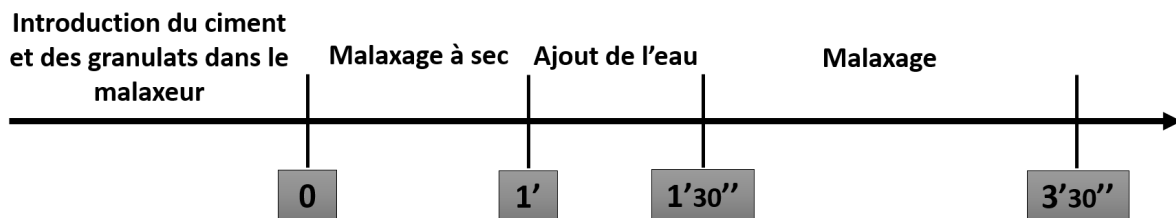


Figure. II.6 – Protocole de fabrication des bétons.

Tableau. II.9 – Composition chimique et propriétés physiques du ciment.

Composant chimique	% en poids	Constituants	Caractérisation des constituants	% en poids
CaO	63,1	Clinker (91,3 %)	C_3S	66
SiO	19		C_2S	11
Al_2O_3	5,4		C_3A	10
Fe_2O_3	2,6		C_4AF	8
K_2O	1			
MgO	2	Calcaire (3,8 %)	$CaCO_3$	90,0
Na_2O	0,1	Sulfate de calcium (4,9 %)	gypse	100,0
SO_3	3,5		Anhydrite	0,0
MnO	0,0	Laitier	-	-
TiO_2	0,3	Cendres volantes	-	-
Cl^-	0,02	Fumée de silice	-	-
S^-	0,02			
Caractéristiques physiques				
Densité (g/cm^3)				3,11
Surface spécifique de Blaine (cm^2/g)				3854

II.3.3 Méthodes

II.3.3.1 Affaissement

Selon la norme européenne EN 12350-2 [90], les valeurs d'affaissement sont mesurées en utilisant le cône d'Abrams (Figure II.7).



Figure. II.7 – Essai d'affaissement au cône d'Abrams.

II.3.3.2 Masse volumique

Les valeurs de la masse volumique du béton à l'état frais et à l'état durci sont calculées en pesant les échantillons cylindriques de 11 cm × 22 cm dédiés aux essais de résistance à la compression.

II.3.3.3 Hydratation

La chaleur dégagée par l'hydratation de ciment est mesurée au moyen des essais de calorimétrie semi-adiabatique (méthode de Langavant), selon la norme européenne EN 196-9

Tableau. II.10 – Quantités des ingrédients en kg pour un m^3 de béton.

Échantillon	Ciment	Sable conventionnel	Graviers conventionnels	Sédiments	Eau effective	Eau totale	E/C
BR	335,00	881,10	814,40	0,00	184,25	244,29	0,55
Substitution de 30 % en volume des graviers conventionnels par des graviers des sédiments							
BG1	335,00	881,10	570,08	223,94	184,25	247,80	0,55
BG2	335,00	881,10	570,08	193,57	184,25	261,46	0,55
Substitution de 30 % en volume du sable conventionnel par des sables des sédiments							
BS1	335,00	616,77	814,40	261,72	184,25	238,22	0,55
BS2	335,00	616,77	814,40	241,38	184,25	249,06	0,55
BS3	335,00	616,77	814,40	242,98	184,25	260,38	0,55
BS4	335,00	616,77	814,40	236,94	184,25	251,38	0,55
CS5	335,00	616,77	814,40	243,93	184,25	251,71	0,55
BS6	335,00	616,77	814,40	224,63	184,25	270,58	0,55
BS7	335,00	616,77	814,40	223,50	184,25	268,38	0,55
BS8	335,00	616,77	814,40	235,18	184,25	255,47	0,55
Substitution de 30 % en volume du sable conventionnel par des fines des sédiments							
BF1	335,00	616,77	814,40	241,26	184,25	352,58	0,55
BF2	335,00	616,77	814,40	248,73	184,25	294,13	0,55
BF3	335,00	616,77	814,40	245,65	184,25	354,77	0,55
BF4	335,00	616,77	814,40	265,10	184,25	311,48	0,55
BF5	335,00	616,77	814,40	219,73	184,25	330,82	0,55
BF6	335,00	616,77	814,40	221,70	184,25	331,71	0,55
BF7	335,00	616,77	814,40	247,74	184,25	343,43	0,55
BF8	335,00	616,77	814,40	231,81	184,25	336,26	0,55
BF9	335,00	616,77	814,40	237,52	184,25	338,83	0,55
BF10	335,00	616,77	814,40	236,75	184,25	350,32	0,55
BF11	335,00	616,77	814,40	253,23	184,25	282,59	0,55

[91] (Figure II.8). Le béton frais est coulé dans un calorimètre isolé, et les changements de température induits par la chaleur libérée par l'hydratation sont enregistrés toutes les dix minutes pendant cinq jours. À partir de la température enregistrée, la chaleur dégagée est calculée en prenant en compte la chaleur dissipée vers le milieu ambiant.



Figure. II.8 – Essai de la calorimétrie semi-adiabatique.

II.3.3.4 Résistance à la compression

Les essais de résistance à la compression sont effectués conformément à la norme européenne EN 12390-3 [92] sur des éprouvettes cylindriques de 11cm x 22cm de dimension. Les éprouvettes sont démoulées 24 heures (ou 48 heures pour les bétons à base de

sédiments fins car ils ne sont pas durcis) après avoir été coulées, stockées dans l'eau puis chargées à un âge ultérieur, soit à 3 ou à 28 jours. Toutes les éprouvettes sont rectifiées afin d'avoir une surface plane. Enfin, une presse de 2000kN de charge maximale sert à charger l'éprouvette jusqu'à atteindre la rupture (Figure II.9).

II.3.3.5 Retrait

L'essai de retrait est effectué sur des échantillons prismatiques de $7 \times 7 \times 28 \text{ cm}^3$. Les mesures commencent immédiatement après le démoulage et se poursuivent jusqu'à l'âge de 90 jours grâce à un retractomètre à potence (Figure II.10). Pendant toute cette période de l'essai, les échantillons sont conservés dans une enceinte climatique à 20°C et 50% d'humidité. Le retrait indiqué est une moyenne de trois mesures enregistrées sur trois échantillons différents.



Figure. II.9 – Essai de la résistance à la compression.



Figure. II.10 – Mesure de retrait.

II.3.4 Résultats

II.3.4.1 Affaissement

Les bétons frais à base de sédiments présentent un affaissement similaire à celui du béton de référence. Sa valeur pour tous les bétons se situe entre 16 et 18 cm. L'ajout d'eau pour saturer les granulats permet de s'assurer que le volume effectif de la pâte de ciment reste inchangé. Pour une substitution volumique de 30% par les sables ou les graviers des sédiments, la granulométrie des granulats n'est que légèrement modifiée et par conséquent leur effet sur l'empilement granulaire et l'affaissement de béton est également négligeable. Concernant les bétons à base de sédiments fins, l'eau est progressivement

ajoutée aux mélanges jusqu'à ce que le même affaissement du béton de référence soit atteint. La quantité d'eau ajoutée est indiquée dans le tableau II.10. La demande en eau des sédiments fins est en fait beaucoup plus élevée que celle des sables, en raison à la fois de la taille des particules et de la présence d'une quantité importante d'argile et de matière organique. Cet ajout d'eau est susceptible d'augmenter le rapport eau/ciment effectif et ainsi changer les propriétés de la pâte de ciment. L'utilisation d'un plastifiant est également possible pour avoir l'ouvrabilité souhaitée, mais dans ce cas, il faudrait un bon superplastifiant en quantité non négligeable, ce qui n'est pas sans affecter les propriétés du béton notamment l'hydratation.

II.3.4.2 Masse volumique

Le tableau II.11 rapporte les masses volumiques des différents bétons à l'état frais et à l'état durci (à 28 jours). En général, la masse volumique des bétons à base de sédiments est inférieure à celle du béton de référence. Alors que la masse volumique du béton de référence à l'état frais est de $2,48 \text{ g/cm}^3$, celles des bétons à base de sédiments varient entre $2,31 - 2,46 \text{ g/cm}^3$. Cette large différence de la masse volumique pourrait être expliquée par la faible densité des sédiments ainsi que la quantité importante l'eau ajoutée qui pourrait ne pas être absorbée par les sédiments. À 28 jours, les valeurs de la masse volumique ont la même tendance que celles à l'état frais.

Tableau. II.11 – Masse volumique des différents bétons à l'état frais et à 28 jours (g/cm^3).

Échantillon	BR	BG1	BG2	BS1	BS2	BS3	BS4	BS5	BS6	BS7	BS8
Béton frais	2,48	2,44	2,42	2,46	2,43	2,42	2,39	2,40	2,38	2,35	2,40
Béton durci	2,46	2,43	2,39	2,43	2,41	2,40	2,36	2,39	2,36	2,33	2,38
Échantillon	BF1	BF2	BF3	BF4	BF5	BF6	BF7	BF8	BF9	BF10	BF11
Béton frais	2,32	2,38	2,34	2,40	2,32	2,31	2,33	2,32	2,33	2,32	2,41
Béton durci	2,30	2,36	2,33	2,37	2,30	2,29	2,31	2,29	2,30	2,29	2,39

II.3.4.3 Hydratation

La figure II.11 et le tableau II.12 montrent que la plupart des bétons atteignent un degré d'hydratation comparable car la chaleur totale dégagée ne varie pas significativement d'un béton à l'autre; en fait 16 des 22 formulations présentent des chaleurs dégagées à 5 jours entre 320 et 360 J/g de ciment. Ce résultat est principalement dû à l'utilisation du même rapport E/C. Les autres bétons montrent une différence non négligeable de la chaleur dégagée, toutefois, aucun de ces mélanges ne semble empêcher l'hydratation du mélange ou affecter drastiquement son évolution.

La norme européenne EN 12620 [77] limite l'incorporation de granulats contenant de la matière organique ou d'autres substances à une proportion telle que l'augmentation de temps de prise ne dépasse pas 120 minutes. À l'exception de S6, l'incorporation de graviers

et de sables des sédiments à 30 % de volume satisfait parfaitement les exigences de cette norme. Néanmoins, les bétons à base de sédiments fins présentent un retard important de l'apparition du pic de flux de chaleur, de 3,5 à 18 heures, par rapport au béton de référence.

La matière organique des sédiments des rivières est en effet principalement composée d'acide fulvique et d'acide humique [13; 54]. Ces substances humiques sont capables de s'adsorber sur les particules de ciment, et par conséquent, de retarder son processus d'hydratation. Néanmoins, d'après les tableaux II.5 et II.12, le retard d'hydratation n'est pas proportionnel à la teneur en matière organique. Par exemple, le béton BF6 induit un retard largement supérieur (18 heures) à celui du béton BS7 (2 heures), alors que les deux bétons contiennent une teneur en matière organique quasi identique (8,6% par rapport à la masse de ciment). En effet, d'autres composants organiques, comme l'humine, ne sont pas solubles, n'interagissent pas avec la solution interstitielle et ne sont donc pas susceptibles d'exercer un impact sur le retard d'hydratation. Ainsi, on peut déduire que la fraction des acides humiques et fulviques dans la matière organique est plus élevée pour les sédiments fins. Par conséquent, le tamisage permet non seulement d'éliminer une partie importante de la matière organique, mais aussi de rejeter efficacement la fraction organique responsable du retard d'hydratation.

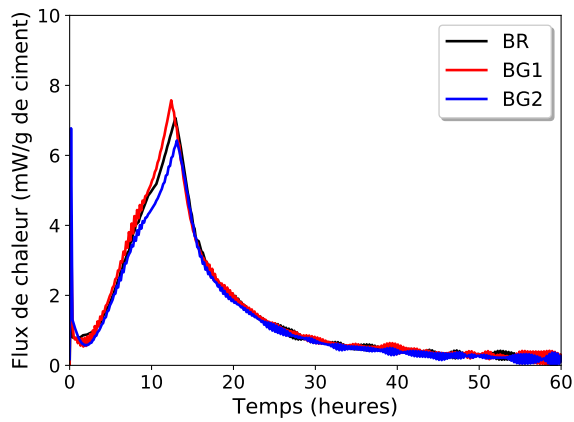
Tableau. II.12 – La chaleur totale dégagée après 5 jours (J/g de ciment), le flux maximal (mW/g de ciment) et son temps d'apparition (heures).

Échantillon	BR	BG1	BG2	BS1	BS2	BS3	BS4	BS5	BS6	BS7	BS8
Chaleur cumulée	351	359	315	336	330	341	324	314	301	325	335
Flux maximal	7,07	7,57	6,43	7,14	6,44	7,85	6,48	6,29	5,86	6,29	6,63
Temps d'apparition du pic	12,9	12,4	13,1	13,7	14,0	12,3	14,8	14,1	15,7	15,0	14,2
Échantillon	BF1	BF2	BF3	BF4	BF5	BF6	BF7	BF8	BF9	BF10	BF11
Chaleur cumulée	357	350	339	345	382	320	367	328	334	355	346
Flux maximal	5,45	8,04	8,23	9,11	7,70	4,61	7,77	7,22	7,41	7,03	7,45
Temps d'apparition du pic	25,9	18,7	20,5	16,5	21,0	31,0	20,9	21,8	20,7	22,8	17,2

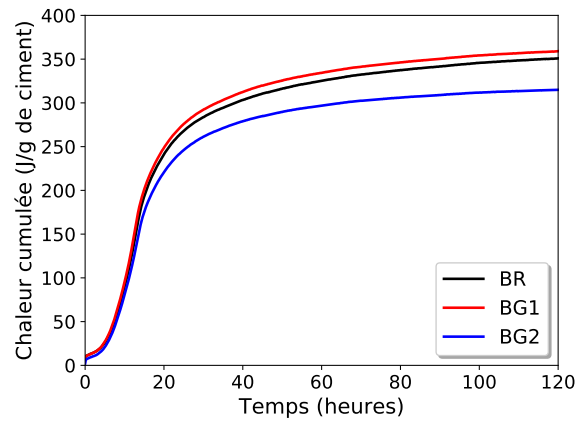
II.3.4.4 Résistance à la compression

L'évolution de la résistance à la compression entre 3 et 28 jours est similaire pour tous les bétons à base de graviers ou de sable des sédiments. En revanche, l'effet de retard d'hydratation sur la résistance à 3 jours est visible pour les bétons à base de fines (Figure II.12). Pour le béton BF6, qui présente le retard le plus important, sa résistance à la compression à 3 jours est la plus faible, tandis qu'à 28 jours, elle est similaire à celles des autres bétons incorporant des sédiments fins.

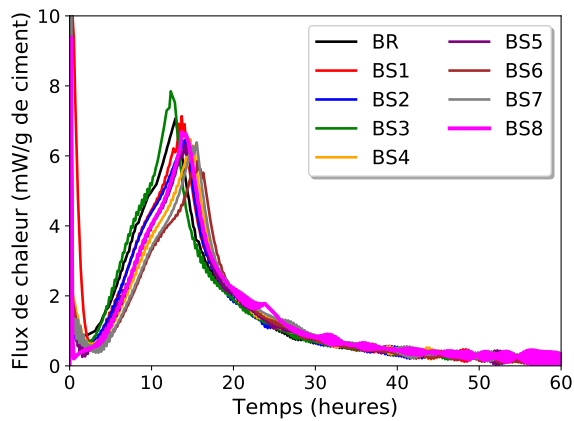
Parmi les bétons à base de graviers ou de sables des sédiments, un seul (BS1) est de classe C30/37, cinq (BG1, BS2, BS3, BS5 et BS8) sont de classe C25/30 alors que quatre sont de classe C20/25 (BG2, BS4, BS6 et BS7) (Figure II.12). En revanche, le remplacement de 30 % en volume de sable conventionnel par des sédiments fins résulte en une



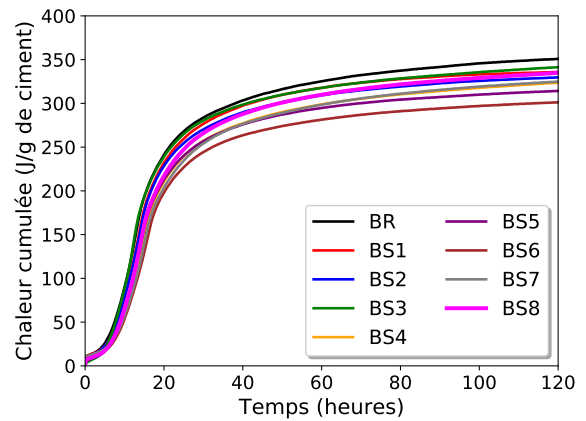
(a) Flux de chaleur des BGs.



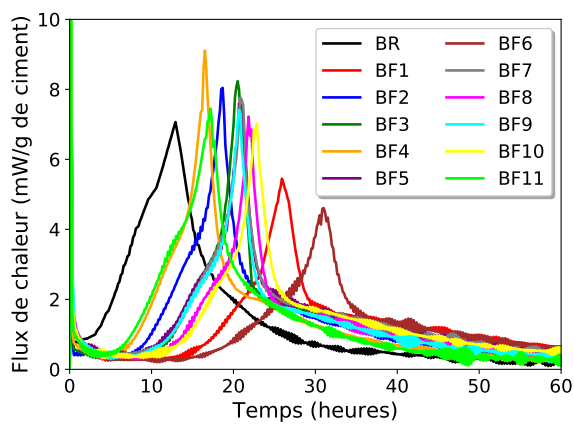
(b) Chaleur cumulée des BGs.



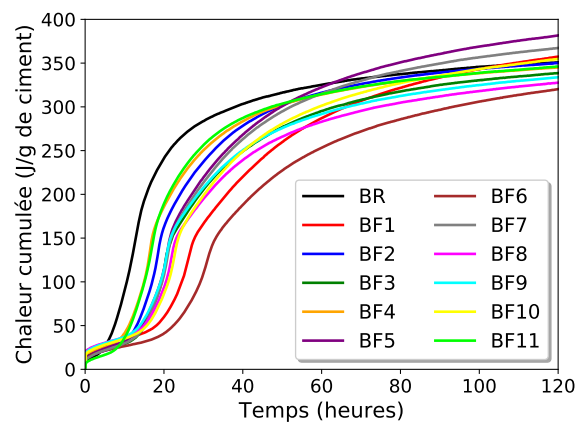
(c) Flux de chaleur des BSs.



(d) Chaleur cumulée des BSs.



(e) Flux de chaleur des BFs.



(f) Chaleur cumulée des BFs.

Figure. II.11 – Résultats de l'essai de calorimétrie semi-adiabatique des différents bétons.

diminution considérable de la résistance à la compression. La résistance à la compression moyenne à 28 jours est de 19 MPa, soit seulement 50 % de celle du béton de référence.

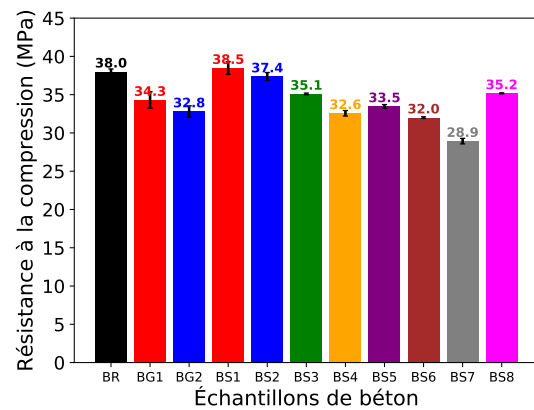
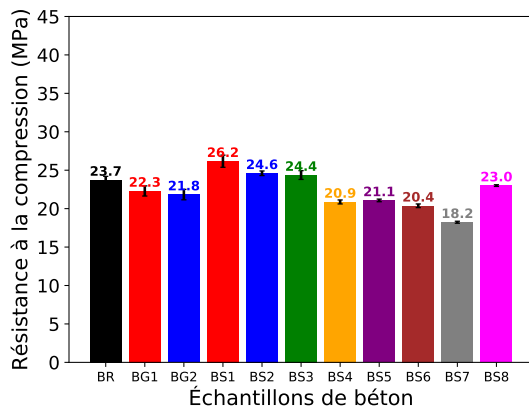
La diminution de la résistance à la compression des bétons à base de graviers des sédiments peut être attribuée à la teneur en coquillages (Figure II.13). La forme plate des coquillages perturbe l'empilement granulaire et augmente également la porosité totale de béton. En outre, les coquillages ont une faible adhérence avec le mortier, ce qui peut affecter la performance mécanique du béton [58; 93; 94]. En plus, comme les graviers G2 sont plus absorbant et moins denses, la résistance à la compression du BG2 est inférieure à celle du BG1.

Les sables des sédiments contiennent des granulats minéraux, des coquillages broyés et des morceaux de bois (Figure II.14). Ainsi, en analysant les sédiments, on peut prévoir leur effet sur la performance de béton. Les bétons BS1 et BS7 correspondent respectivement à la valeur maximale et la valeur minimale de la résistance à la compression. Le sable SS7 montre visiblement la plus forte teneur en éléments légers, tels que le bois et les scories, tandis que le sable SS1 s'avère être le plus propre et ne contient pratiquement aucun élément léger. Néanmoins, la prédiction de l'effet des autres sables d'une manière précise sur la résistance à la compression en se basant seulement sur les images présentées sur la figure II.14 s'avère être une tâche difficile. La densité du béton est affectée à la fois par la densité et le coefficient d'absorption des sédiments incorporés; ces deux paramètres traduisent la présence d'éléments légers et ainsi la qualité du sédiment. Une faible densité du béton peut donc être attribuée à la mauvaise qualité des matériaux de substitution. Une relation linéaire entre la densité et la résistance à la compression du béton à 28 jours est constatée (Figure II.15).

Concernant les bétons à base de sédiments fins, les augmentations du pourcentage de fines et du rapport eau/ciment dans le mélange sont à l'origine de la chute de la résistance à la compression du béton [62; 63; 64; 95]. La quantité d'eau ajoutée au mélange (afin de reproduire le même affaissement) varie entre 38 l/m³ et 108 l/m³, ce qui laisse une certaine incertitude au niveau de rapport E/C effectif de ces bétons. Les valeurs de la résistance montrent que les bétons nécessitant moins d'eau (BF2, BF4 et BF11) présentent une résistance plus élevée.

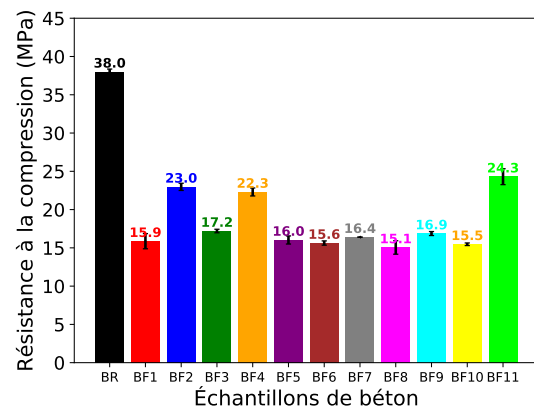
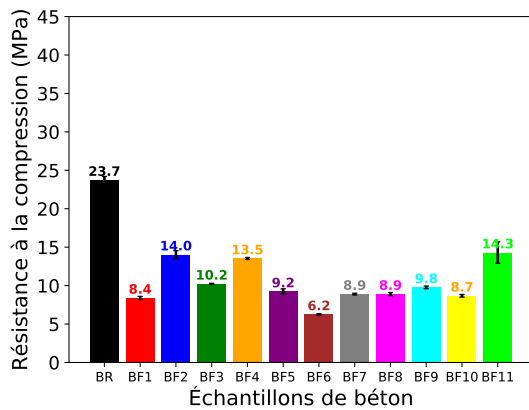
II.3.4.5 Retrait

Les résultats de retrait total et de perte de masse sont présentés sur la figure II.16. Les mesures de retrait commencent à l'âge de 1 jour pour les bétons incorporant de sables ou de graviers des sédiments et de 2 jours pour les bétons incorporant des sédiments fins en raison du retard de prise. Tandis que la substitution de 30 % en volume des graviers conventionnels par ceux des sédiments n'affecte pas le retrait du béton, le remplacement du sable conventionnel par ceux des sédiments peut ou non induire des déformations de retrait plus importantes. En général, les granulats réduisent les déformations de retrait



(a) Résistance à la compression à 3 jours des BGs et BSs.

(b) Résistance à la compression à 28 jours des BGs et BSs.



(c) Résistance à la compression à 3 jours des BFs.

(d) Résistance à la compression à 28 jours des BFs.

Figure. II.12 – Résistance à la compression à 3 et 28 jours.



(a) GC.



(b) G1.



(c) G2.

Figure. II.13 – Différents graviers utilisés.

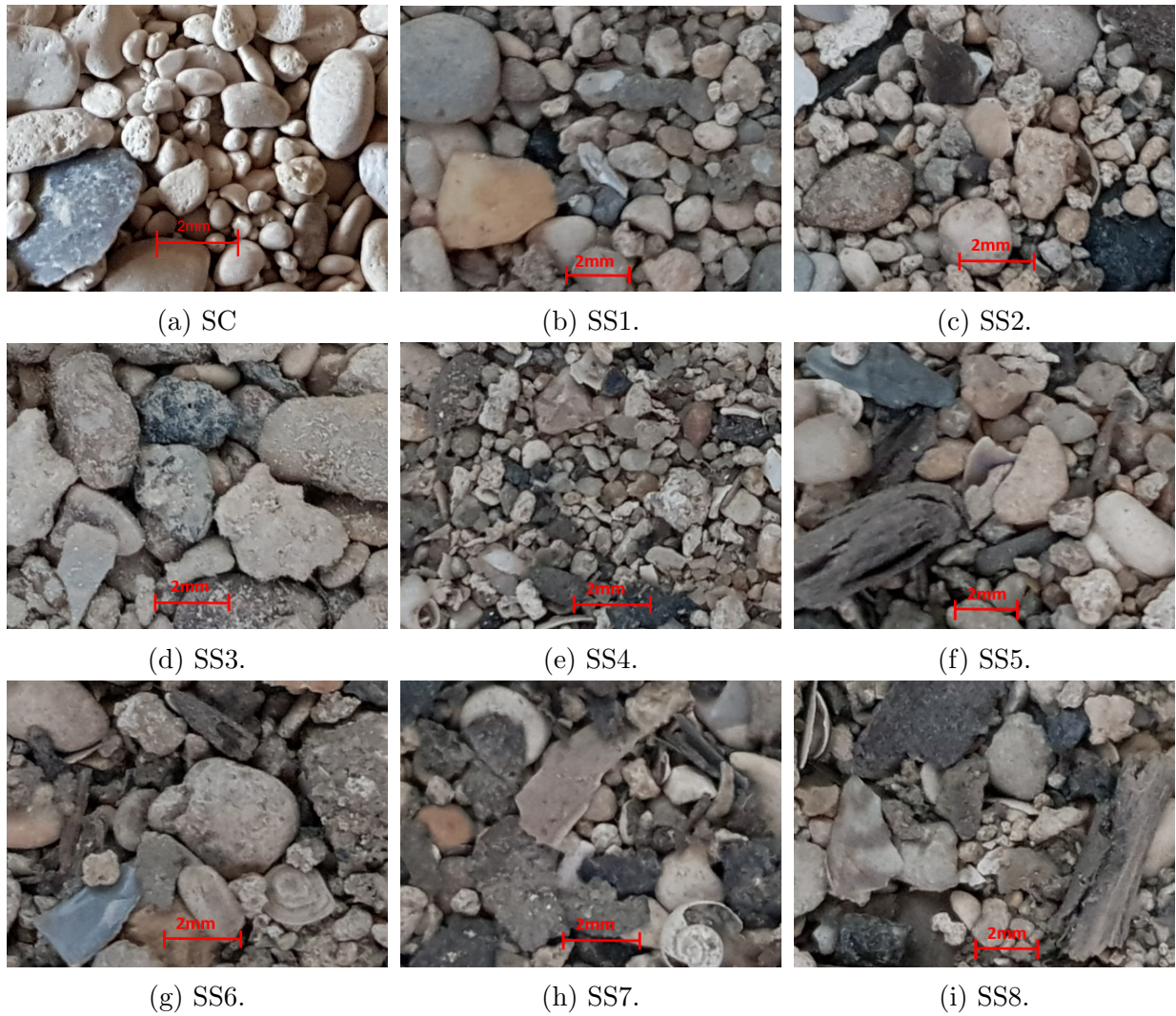


Figure. II.14 – Différents sables utilisés.

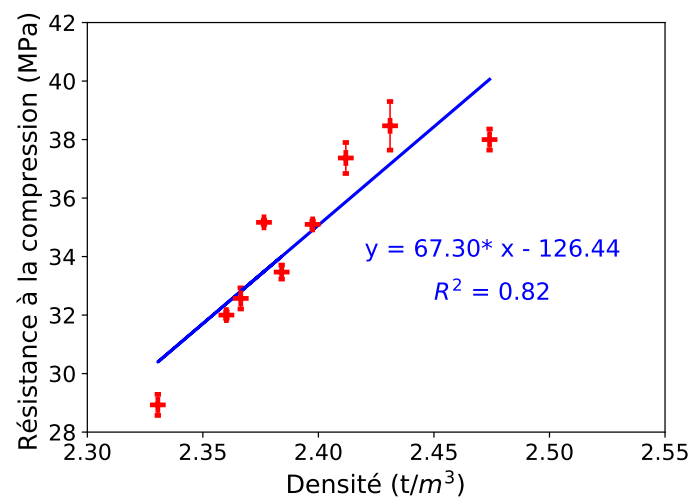


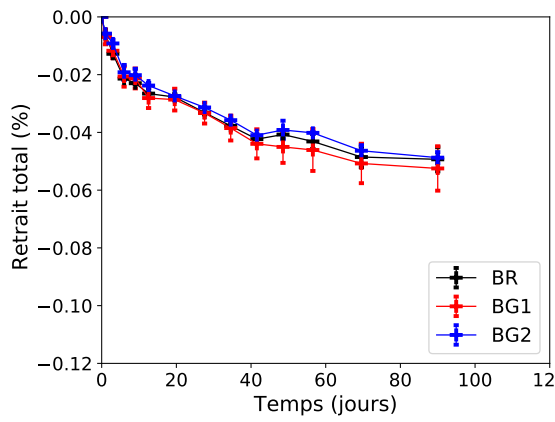
Figure. II.15 – Résistance à la compression vs. densité des bétons BSs.

en limitant le retrait de la pâte de ciment [96; 97]. Ainsi, plus la teneur en granulats est élevée, plus le retrait est faible. Néanmoins, le retrait dépend également des propriétés mécaniques des granulats, en particulier de leur module élastique [98]; de sorte que certains granulats peuvent finir par rétrécir. Par conséquent, la substitution d'un volume des granulats conventionnels par un mélange de cailloux, de bois, de coquillages et d'autres éléments poreux peut affecter le retrait du béton même si la fraction et les propriétés de la pâte ne sont pas changées. En outre, les sables des sédiments incorporés dans les bétons qui montrent les plus fortes déformations de retrait (BS6 et BS7) présentent également le plus grand coefficient d'absorption et la plus faible densité et induisent la plus faible résistance à la compression. Les deux sédiments SS6 et SS7 sont en effet assez fins et nécessitent plus d'eau supplémentaire, à tel point que les bétons qui en résultent sont moins denses et probablement moins rigides. La figure II.17 montre que le retrait a tendance à augmenter avec la quantité d'eau ajoutée pour saturer les granulats.

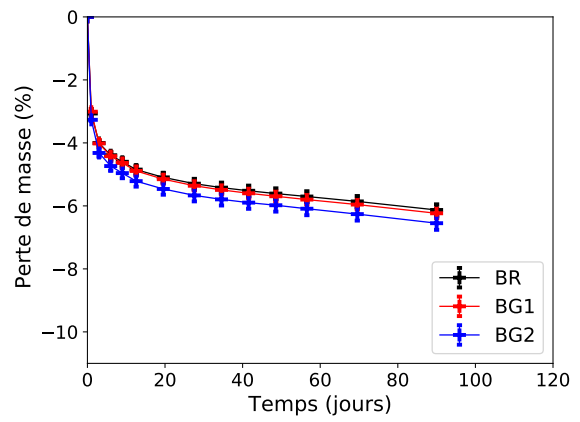
Concernant les bétons à base de sédiments fins, le retrait important s'explique par la diminution de la fraction de granulats dans le mélange en raison de la grande quantité d'eau ajoutée ce qui peut réduire la rigidité du béton [95]. Par ailleurs, ces sédiments fins contiennent probablement une quantité importante d'argile, ce qui peut augmenter la demande en eau, gonfler considérablement le béton frais et par conséquent, rétrécir de manière significative après séchage [62]. Il apparaît donc que l'eau ajoutée pour produire un affaissement satisfaisant est le facteur pertinent qui augmente le retrait. Ainsi, la figure II.18 montre que le retrait mesuré augmente avec cette eau ajoutée.

II.4 Effet de l'incorporation des sédiments fins comme addition au ciment

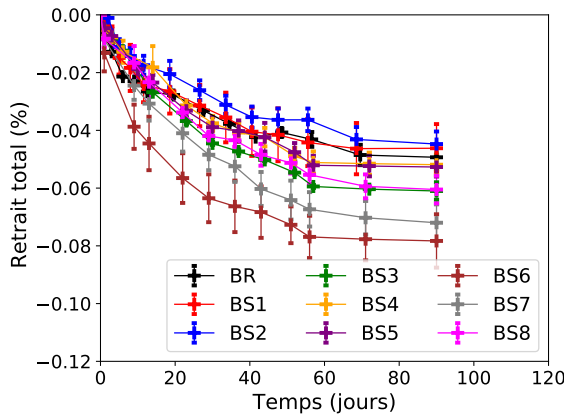
La fraction granulaire (0,08 mm - 20 mm) du gisement a montré son potentiel de valorisation comme granulats dans le béton. Toutefois, l'incorporation des sédiments fins en tant que substitut de sable augmente considérablement le temps de prise et le retrait total du béton, alors que la résistance à la compression diminue de 50%. Par conséquent, la méthode de valorisation utilisée pour ces sédiments fins annule clairement tout avantage économique ou environnemental. Néanmoins, leur volume dans le gisement dragué est substantiel, et il est donc nécessaire de trouver un moyen de les valoriser dans le béton. Comme présenté dans le premier chapitre de ce manuscrit, plusieurs études ont montré la faisabilité et l'efficacité de l'utilisation des sédiments fins, soit comme substitut à la matière première du clinker [35; 36], soit comme addition au ciment [28; 31; 32; 33; 34]. Ainsi dans cette section, les sédiments fins sont utilisés comme addition au ciment mais sans traitement supplémentaire.



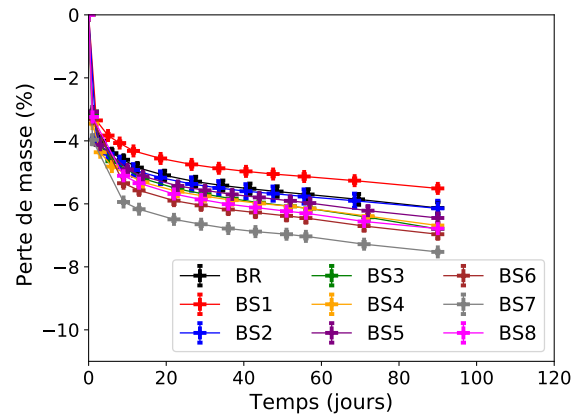
(a) Retrait total des BGs.



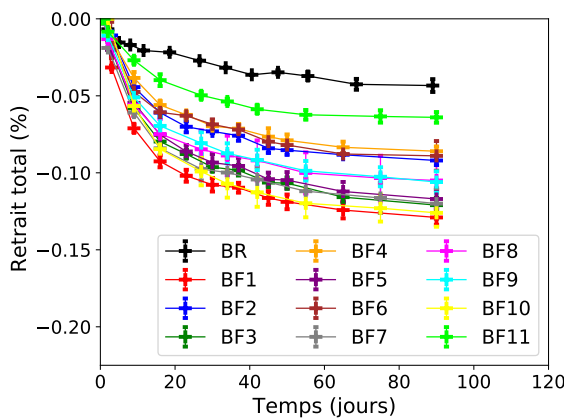
(b) Perte de masse des BGs.



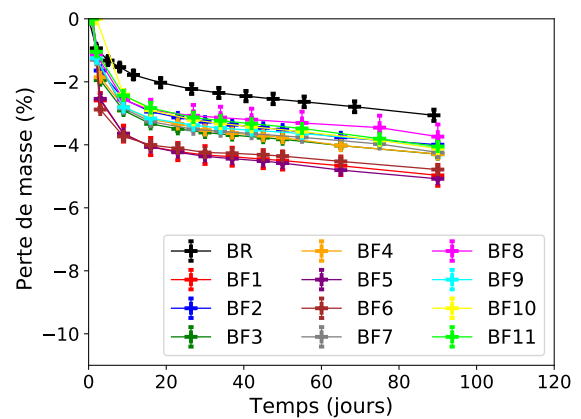
(c) Retrait total des BSs.



(d) Perte de masse des BSs.



(e) Retrait total des BFs.



(f) Perte de masse des BFs.

Figure. II.16 – La variation du retrait total et la perte de masse en fonction de temps.

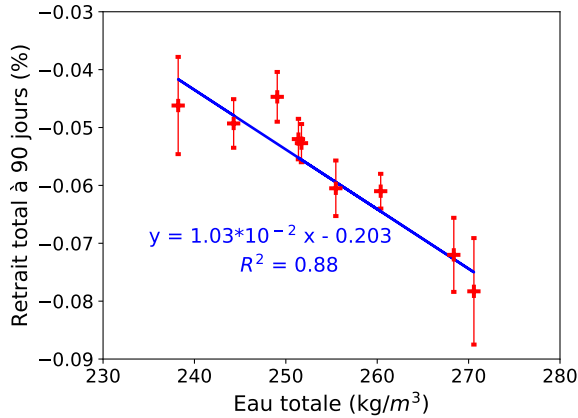


Figure. II.17 – Retrait total des BSs à 90 jours vs. eau totale dans le mélange.

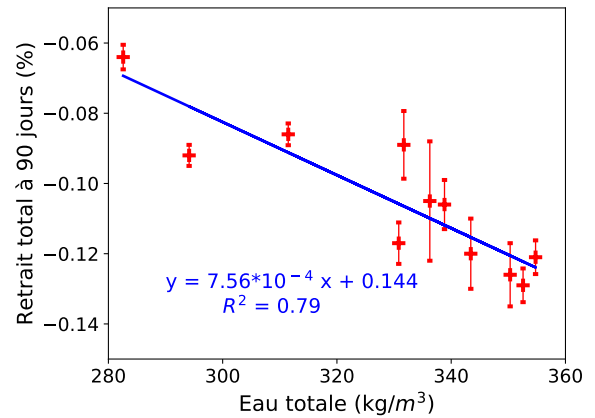


Figure. II.18 – Retrait total des BFs à 90 jours vs. eau totale dans le mélange.

II.4.1 Formulation des bétons

Dans cette étude dix sédiments fins sont utilisés (Les sédiments précédemment présentés sauf F6). Leurs effets sur l’hydratation, la résistance à la compression et le retrait sont comparés à ceux des fillers calcaires. Ainsi, onze formules sont préparées avec 90 % de ciment et les 10% restant sont substitués par les fillers calcaires ou les sédiments fins en maintenant le rapport eau/liant (E/L) et la fraction volumique de la pâte (volume de l’eau effective + volume de particules fines) constants (Figure II.19). Le tableau II.13 indique les quantités des différents ingrédients pour 1 m³.

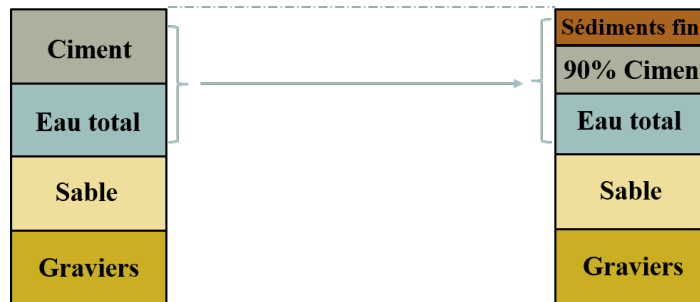


Figure. II.19 – Méthode de substitution.

II.4.2 Résultats

II.4.2.1 Béton frais

Le tableau II.14 présente les valeurs d’affaissement et de la masse volumique du béton frais. Il apparaît que l’incorporation de sédiments fins n’affecte pas la maniabilité du béton, ou l’améliore légèrement. L’utilisation de la même fraction volumique de la pâte, qui a également le même rapport E/L, pour tous les bétons pourrait être à l’origine de ces résultats.

Tableau. II.13 – Quantités des ingrédients en kg pour un m^3 de béton.

Échantillon	Ciment	Filler	sédiments fins	Sable	Graviers	Eau effective	Eau totale	E/L
BR	335,00	0,00	0,00	881,1	814,4	184,25	244,29	0,55
BF	301,50	31,69	0,00	881,1	814,4	183,25	243,29	0,55
BFF1	301,50	0,00	29,01	881,1	814,4	181,78	241,82	0,55
BFF2	301,50	0,00	29,41	881,1	814,4	182,00	242,04	0,55
BFF3	301,50	0,00	29,24	881,1	814,4	181,91	241,95	0,55
BFF4	301,50	0,00	30,24	881,1	814,4	182,46	242,50	0,55
BFF5	301,50	0,00	27,77	881,1	814,4	181,10	241,14	0,55
BFF7	301,50	0,00	29,35	881,1	814,4	181,97	242,01	0,55
BFF8	301,50	0,00	28,48	881,1	814,4	181,49	241,53	0,55
BFF9	301,50	0,00	28,80	881,1	814,4	181,67	241,71	0,55
BFF10	301,50	0,00	28,76	881,1	814,4	181,64	241,68	0,55
BFF11	301,50	0,00	29,64	881,1	814,4	182,13	242,17	0,55

Les valeurs de la masse volumique montrent une légère diminution avec l'incorporation de sédiments fins ou des fillers, ce qui est principalement due à la faible densité de ces matériaux par rapport à celle du ciment.

Tableau. II.14 – Propriétés des bétons frais.

Échantillon	BR	BF	BFF1	BFF2	BFF3	BFF4	BFF5	BFF7	BFF8	BFF9	BFF10	BFF11
Affaissement (cm)	18	20	20	20	20	19	19	19	18	20	20	22
Masse volumique (g/cm^3)	2,48	2,46	2,42	2,43	2,43	2,46	2,46	2,46	2,46	2,43	2,41	2,44

II.4.2.2 Hydratation

La figure II.20 montre que, à l'exception du BFF5, les bétons à base de fillers ou de sédiments fins n'atteignent pas le même dégagement total de chaleur que le béton de référence. Ces résultats soulignent que les sédiments fins ne contiennent donc peu ou pas de réactifs consommés par les réactions d'hydratation. Concernant le retard d'hydratation, la substitution de ciment par des fillers n'a aucun effet sur la cinétique d'hydratation, alors que l'incorporation de sédiments fins induit un retard qui reste néanmoins inférieur à 4 heures.

II.4.2.3 Résistance à la compression

L'évolution de la résistance à la compression entre 3 jours et 28 jours est similaire pour tous les bétons. Le retard d'hydratation limité n'a pas d'effet sur la résistance à la compression au jeune âge (Figure II.21). La substitution de ciment par des sédiments fins induit une légère diminution de la résistance à la compression d'environ 3 MPa (8%) en moyenne. La résistance à la compression de béton à base de fillers est supérieure à celles des bétons à base de sédiments fins mais inférieure à celle de béton de référence. Dang et al. [32] ont montré qu'un ciment à base de sédiments calcinés (650 et 850 °C pendant 5 h)

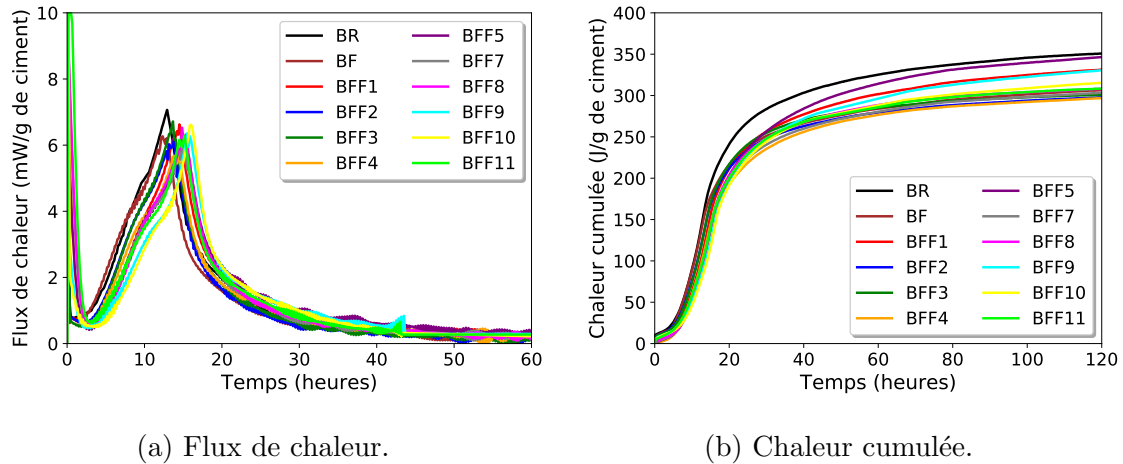
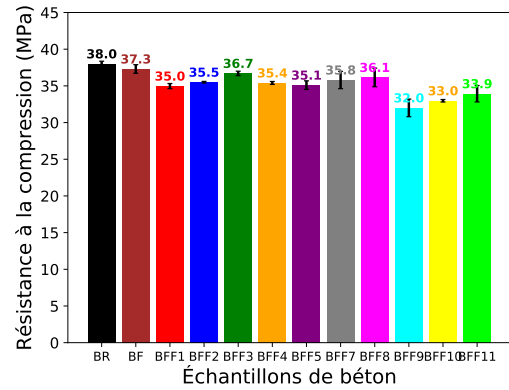
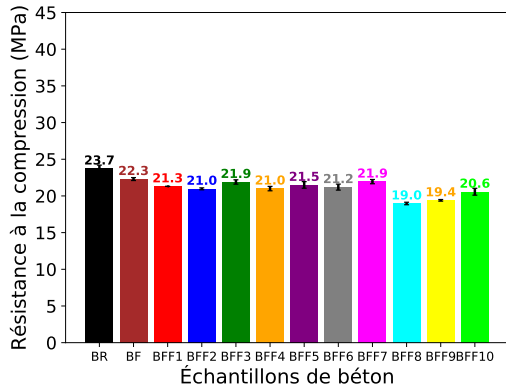


Figure. II.20 – Résultats de l'essai de calorimétrie semi-adiabatique des différents bétons.

développe une meilleure résistance à la compression que les fillers calcaires, mais inférieure à celle d'un mortier témoin. Dans d'autres études [33; 34], la résistance à la compression des bétons à base de sédiments calcinés à des températures similaires peut atteindre celle de béton témoin. Cependant, l'utilisation des sédiments calcinés comme substitut de ciment diminue considérablement l'affaissement de béton [28; 29; 33]. L'utilisation d'un plastifiant est donc nécessaire pour obtenir l'ouvrabilité souhaitée, ce qui n'est pas sans affecter la résistance à la compression de matériau et peut retarder sa prise. Contrairement aux sédiments fins calcinés, les sédiments fins non traités n'ont pas d'effets pouzzolaniques significatifs et par conséquent nous constatons que la diminution de la résistance à la compression de béton à base de sédiments fins est la même à 3 jours comme à 28 jours. Nous ne pouvons pas mettre en évidence un effet pouzzolanique sur la base des expériences rapportées dans ce manuscrit : la résistance élevée de quelques bétons par rapport à d'autres pourrait venir d'un effet pouzzolanique comme d'un effet filler lié à la surface spécifique du sédiment fin. Il faudrait des essais plus axés sur ce sujet pour répondre à cette question. Différentes méthodes ont été appliquées à des sédiments fins dragués dans le port de Dunkerque pour évaluer leur activité pouzzolanique [99]. Les auteurs n'ont pas mis en évidence d'une activité pouzzolanique des sédiments fins non traités.

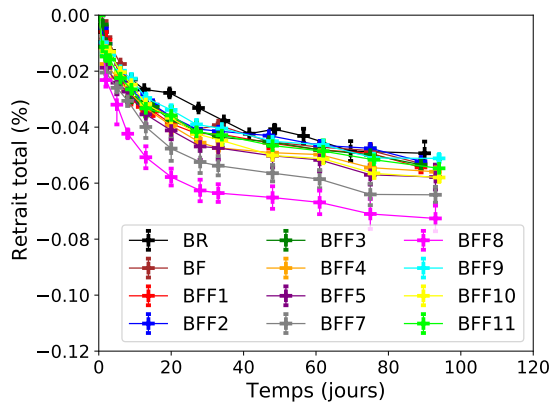
II.4.2.4 Retrait

Les résultats de retrait total et de la perte de masse sont présentés sur la figure II.22. À l'exception de BFF7 et BFF8, le retrait total des bétons à base de fillers ou des sédiments fins est similaires à celui du béton de référence. La méthode de substitution utilisée permet de conserver la même fraction volumique de la pâte dans tous les bétons et donc limiter la variation de retrait d'un béton à l'autre. Cependant, la demande en eau, qui peut varier d'un sédiment à l'autre, est susceptible de modifier le rapport eau/ciment et donc le comportement de retrait de la pâte cimentaire.

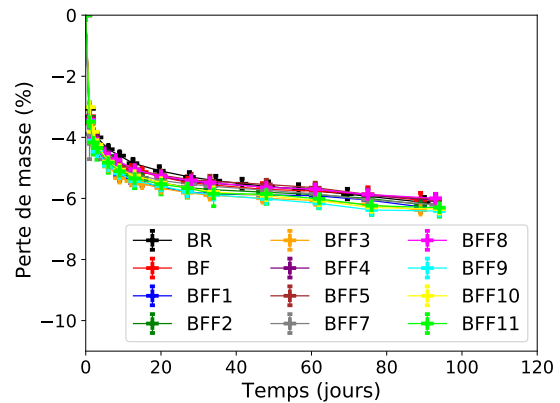


(a) Résistance à la compression à 3 jours. (b) Résistance à la compression à 28 jours.

Figure. II.21 – Résistance à la compression des différents bétons à 3 et 28 jours.



(a) Retrait total.



(b) Perte de masse.

Figure. II.22 – La variation du retrait total et de la perte de masse des différents bétons en fonction de temps.

II.5 Conclusion

Le travail présenté dans ce chapitre s'intéresse à évaluer le potentiel de valorisation du gisement francilien dans le béton. La compilation des informations tirées de la base de données de la DTBS sur les sédiments a conduit à une classification de ces sédiments en groupes, montrant que 30 % du volume du gisement pourraient être considérés comme une source stable de granulats. De plus, le tamisage du volume restant permet de récupérer une précieuse quantité de granulats. L'élimination de la fraction fine permet en effet d'éliminer efficacement l'argile et la matière organique responsables du retard d'hydratation, de la diminution de la résistance et de l'augmentation de retrait. Ainsi, une substitution de 30% volumique de sable ou de graviers conventionnels par ceux des sédiments affecte légèrement la cinétique d'hydratation, la résistance à la compression et le retrait. En revanche, il est démontré que le remplacement de sable conventionnel par la fraction fine des sédiments prolonge clairement la prise de béton, réduit largement la résistance à la compression et

augmente les déformations de retrait. Une telle valorisation des sédiments fins dans le béton annule tout avantage économique ou environnemental. Néanmoins, ces sédiments fins constituent une fraction substantielle du gisement francilien et trouver un moyen de valorisation est donc une nécessité. Ainsi, la dernière partie de ce chapitre s'intéresse à évaluer l'effet des sédiments fins en tant qu'une addition au ciment sur les propriétés de béton. La substitution de 10% en volume de ciment par des sédiments fins n'affecte pas l'ouvrabilité de béton. Cependant, un léger retard d'hydratation, inférieur à 4 heures, a été observé. Les performances mécaniques diminuent légèrement avec l'incorporation des sédiments fins. La diminution de résistance reste limitée à 8% en moyenne. Quant au retrait total, à l'exception de deux bétons, le comportement des bétons à base de sédiments fins est similaire à celui du béton de référence. Enfin, la calcination des sédiments fins à des températures supérieures à 600 °C peut offrir de meilleures propriétés mécaniques, cependant, il sera nécessaire d'ajouter un plastifiant pour compenser la perte de la maniabilité due à la forte demande en eau des sédiments calcinés.

Dans cette partie du travail, la présence de la matière organique dans les sédiments franciliens est considérée comme l'un des principaux paramètres à l'origine du retard dans le mécanisme d'hydratation du ciment et de la diminution de la résistance du béton. Pour cette raison, l'étude de l'effet de la matière organique sur les propriétés de la pâte du ciment est présentée dans le chapitre suivant.

Chapitre	III
----------	------------

Effet de l'incorporation de la matière organique sur les propriétés de la pâte du ciment.

Cette partie est une traduction enrichie de l'article "Effect of potassium humate as humic substances from river sediments on the rheology, the hydration and the strength development of a cement paste", publié dans la revue *Cement and Concrete Composites* [100].

III.1 Introduction

Ce chapitre s'intéresse à l'évaluation de l'effet de la matière organique des sédiments sur les propriétés de la pâte cimentaire. La norme européenne EN 12620+A1 [77] exige de limiter la proportion des granulats contenant des matières organiques de façon à ce qu'elles ne provoquent pas une augmentation du temps de prise supérieure à 120 minutes ou une réduction de la résistance à la compression supérieure à 20% à 28 jours.

Le temps de prise prolongé par l'incorporation des sédiments dans le béton est probablement induit par les substances humiques (SH). Selon Shneider [13], la matière organique des sédiments fluviaux est composée de 60% de substances humiques. Ces substances sont composées d'acides humiques, d'acides fulviques et d'humine, cette dernière composante étant insoluble [13; 54; 101]. L'acide humique présente une forte affinité chimique avec le calcium [54]. En effet, il peut réagir avec le calcium et former de l'acide humique de calcium, ce qui entrave la cristallisation des hydrates. L'acide fulvique a une tendance à se combiner avec des particules minérales contenant de l'aluminium. La présence de ces deux acides entraîne un retard de prise et une diminution de la résistance des matériaux cimentaire [54; 56; 102; 103; 104; 105; 106; 107].

Les SH sont comparables aux plastifiants organiques en termes de propriétés chimiques. Les acides humiques et les acides fulviques sont décrits comme des molécules à longue chaîne enroulée ayant une masse molaire élevée (respectivement 4 360-215 000 g/mol et 545-1 840 g/mol) et une forte densité des groupes fonctionnels tels que les carboxyles (COO^-) (4,2 et 6,2mmol/g respectivement) et les phénoliques (OH^-) (3,0 et 3,2mmol/g respectivement) [108; 109; 110; 111]. Ainsi, la capacité des SH à former des complexes stables avec des ions métalliques peut s'expliquer par leur forte teneur en groupes fonctionnels oxygénés [110; 112; 113]. La longueur importante des chaînes, la densité des charges et la densité de carboxylate d'un plastifiant conduisent à retarder l'hydratation du ciment [114; 115]. Il est fréquemment rapporté que l'effet retardateur des plastifiants est principalement due à la complexation du groupe carboxylate avec les ions calcium [116; 117]. Selon [118; 119], il est difficile d'expliquer le retard d'hydratation du ciment par la seule complexation surtout pour des faibles dosage en plastifiant. L'inhibition de la dissolution des anhydres par l'adsorption du polymère sur les particules de ciment et par conséquent le retard de la formation d'hydrates apparaît comme le principal mécanisme derrière le prolongement du temps de prise [119; 120].

Le pouvoir dispersant des réducteurs d'eau est également lié à leur capacité de s'adsorption sur les particules de ciment et à leur forme géométrique. Ils induisent des répulsions stériques capables de l'emporter sur les attractions de Van der Waals entre les particules de ciment [121; 122]. Ainsi, la similarité entre les SH et les plastifiants suggère que les SH pourraient améliorer la rhéologie des matériaux cimentaires. À notre connaissance, cet effet probable des SH sur la rhéologie des matériaux cimentaires n'a pas été étudié.

Dans ce chapitre, la similarité entre les SH et les réducteurs d'eau sera étudiée en les comparant aux lignosulfonates de calcium (LC). Ce polymère d'origine organique (lignine) est largement utilisé comme adjuvant réducteur d'eau dans la production de béton. En effet, l'addition des LC à un matériau cimentaire améliore ses propriétés rhéologiques en diminuant à la fois sa contrainte de cisaillement critique et sa viscosité [123; 124; 125]. Les LC sont des polymères complexes contenant divers groupes fonctionnels, notamment les sulfoniques, les phénoliques et les carboxyliques. La capacité de dispersion des LC est attribuée à leur masse molaire importante et à leur forte densité de groupes fonctionnels. L'adsorption des lignosulfonates sur les particules de ciment réduit les forces d'attraction interparticulaires ce qui réduit en contrainte de cisaillement critique de la pâte de ciment et génère une répulsion stérique qui empêche le contact étroit entre les particules [122; 126]

L'objectif de ce chapitre est d'étudier l'effet des substances humiques sur la rhéologie, la cinétique d'hydratation, le retrait et la résistance à la compression d'une pâte cimentaire. Une comparaison avec les lignosulfonates de calcium est également établie, afin de mettre en évidence l'effet positif des substances humiques sur l'ouvrabilité. Les échantillons sont préparés soit en ajoutant des substances humiques ou des lignosulfonates de calcium au ciment avant le contact avec l'eau (addition immédiate (AI)), soit en les ajoutant après 10 minutes d'hydratation (addition retardée (AR)). Selon Colombo et al. [123] et Flatt et Houst [127], l'ajout retardé des lignosulfonates de calcium à la pâte de ciment améliore et prolonge respectivement la maniabilité et le temps de prise plus que l'ajout immédiat.

III.2 Matériaux

III.2.1 Ciment

Le ciment utilisé pour cette étude est un CEM I 52,5 N et ses propriétés ont été présentées dans le chapitre 2.

III.2.2 Substances humiques

La substance humique (SH) considérée est un humate de potassium. Il est produit par l'incorporation des substances humiques à une solution alcaline d'hydroxyde de potassium. L'acide fluvique et l'acide humique sont donc libérés dans la solution. Les éléments insolubles, tels que l'humine, sont éliminés par centrifugation. Enfin, la solution est séchée pour récupérer les substances humiques sous la forme d'une poudre soluble composée du sel d'acides humiques et fluviques et du potassium. Le matériau à l'origine de ces substances humiques est la Léonardite de Dakota aux États-Unis. Les substances humiques qui en résultent (Figure III.1) sont un produit standard vendu comme engrais (Humifirst WG) et ses propriétés sont indiquées dans le tableau III.1.

La teneur massique en (K_2O) des substances humiques est de 17%. Cette teneur est plus élevée que celle du ciment (1%). Le potassium contenu dans le ciment est soit piégé dans le clinker sous forme de solutions solides, soit fourni sous forme de sulfate de potassium : par exemple, il est estimé que 70% du potassium des ciments néerlandais est présent sous forme de sulfate facilement soluble [128]. Ainsi, la quantité de potassium apportée par les substances humiques est au moins 4 fois inférieure à celle qui est aisément libérée par le ciment tant que la fraction massique des substances humiques dans le contenu solide est inférieure à 1%.

Tableau. III.1 – Propriétés des substances humiques.

Matière sèche	95%
Matière organique	78,5%
Matière insoluble	<5%
pH	12
Extraits humiques totaux (acides humiques et acides fulviques)	65% (53%, 12%)
Potassium (K_2O) soluble dans l'eau	17%
Couleur	Noire

III.2.3 Lignosulfonates de calcium

Les effets des substances humiques sur les propriétés de la pâte cimentaire sont comparés à ceux d'un plastifiant d'origine organique, à savoir les lignosulfonates de calcium (LC, Figure III.2). La composition chimique des LC utilisés est décrite dans le tableau III.2.



Figure. III.1 – Substances humiques.



Figure. III.2 – Lignosulfonates de calcium.

III.3 Formulation des pâtes de ciment

Cette étude est menée sur des pâtes de ciment formulées avec trois rapports eau/liant (E/L) : 0,35, 0,42 et 0,50. Pour chaque rapport E/L, dix mélanges sont formulés ; un avec 100% du ciment, six avec des substitutions massiques de 0,2%, 0,5%, 1%, 1,5%, 2% et 3%

du ciment par les substances humiques et trois avec des substitutions massiques de 0,2%, 0,5%, 1% du ciment par les lignosulfonates de calcium (Tableau III.3). Le protocole de fabrication est décrit sur la figure III.3. Une addition retardée des substances humiques et des lignosulfonates de calcium est également explorée dans cette étude. Cette méthode consiste à introduire les SH ou LC dix minutes après le premier contact eau-ciment. Pour l'addition retardée, deux taux des SH et des LC (0,2% et 0,5%) sont testés.

Tableau. III.2 – Propriétés des lignosulfonates de calcium.

Matière sèche	96,6%
pH	4,5
Matière insoluble	0,3%
Calcium (Ca)	5%
Réduction du sucre	6%
Soufre total	7%

Tableau. III.3 – Formules fabriquées.

Méthode d'ajout	Formule	Ciment (%)	SH (%)	LC (%)
—	C1000	100,0	—	—
Addition immédiate	C998SH2-AI	99,8	0,2	—
	C998LC2-AI	99,8	—	0,2
	C995SH5-AI	99,5	0,5	—
	C995LC5-AI	99,5	—	0,5
	C990SH10-AI	99,0	1,0	—
	C990LC10-AI	99,0	—	1,0
	C985SH15-AI	98,5	1,5	—
	C980SH20-AI	98,0	2,0	—
	C970SH30-AI	97,0	3,0	—
Addition retardée	C998SH2-AR	99,8	0,2	—
	C998LC2-AR	99,8	—	0,2
	C995SH5-AR	99,5	0,5	—
	C995LC5-AR	99,5	—	0,5

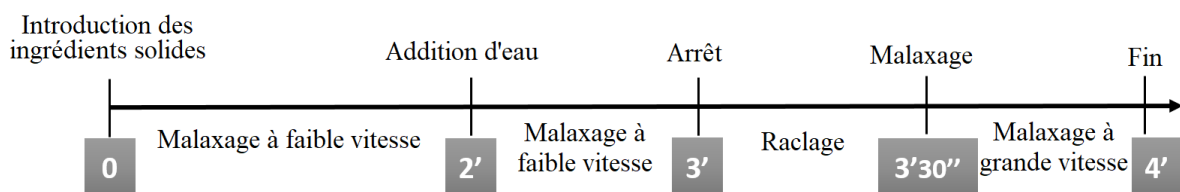


Figure. III.3 – Protocole de fabrication.

III.4 Méthodes

III.4.1 Rhéologie

Les propriétés rhéologiques de la pâte de ciment sont mesurées grâce aux essais de mini-cône et de cône de Marsh [129]. Une fois la séquence de mélange terminée, environ 1 000 ml de la pâte de ciment sont coulés dans le cône de Marsh afin de mesurer le temps d'écoulement nécessaire pour remplir un volume de 500 ml. Ensuite, la même pâte est utilisée pour les mesures d'affaissement et d'étalement au moyen du mini-cône. Cette étude est réalisée pour des taux de SH et de LC de 0%, 0,2%, 0,5% et 1%, pour une addition immédiate (AI) et 0,2% et 0,5%, pour une addition retardée (AR).

III.4.1.1 Mini-cône

Le cône d'Abrams utilisé pour cet essai a les dimensions suivantes : un diamètre interne de la base de 100 mm, un diamètre interne du sommet de 50 mm et une hauteur de 150 mm (Figure III.4).

Le comportement rhéologique des matériaux cimentaires frais est généralement caractérisé par la contrainte de cisaillement au seuil d'écoulement τ et la viscosité μ . La contrainte de cisaillement correspond à l'énergie nécessaire pour rompre un réseau d'interaction (interactions colloïdales et interactions de contact) entre les particules dans le système cimentaire. La contrainte de cisaillement est souvent considérée comme le paramètre le plus pertinent pour décrire la maniabilité d'un matériau qui lui permet de remplir correctement un moule sous son propre poids. La viscosité résulte des forces hydrodynamiques, colloïdales et de contact impliquées dans le mouvement des particules de ciment en suspension [130].

La contrainte de cisaillement est calculée pour les différentes pâtes en se basant sur les résultats de l'essai de mini-cône. L'équation analytique (III.1) proposée par Roussel et Coussot [131] permet de transformer les résultats de l'essai au mini-cône (l'étalement et l'affaissement) en une contrainte de cisaillement :

$$\begin{cases} H \ll R & \tau = \frac{225\rho g V^2}{128\pi^2 R^5} \\ H \gg R & \tau = \frac{\rho g H}{\sqrt{3}} \end{cases} \quad (\text{III.1})$$

Où H et R sont la hauteur et le rayon de la pâte après l'essai, V est son volume, ρ et g représentent respectivement la masse volumique de la pâte et l'accélération de la pesanteur.

III.4.1.2 Cône de Marsh

Pour cet essai on utilise un cône de 33 cm de hauteur, 15 cm de diamètre au sommet, 12° de l'ouverture angulaire avec une buse de 10 mm de diamètre et 60 mm de longueur (Figure III.5).

En supposant que la pâte de ciment soit un fluide de Bingham, les résultats de l'essai du cône de Marsh permettent de calculer la viscosité plastique du matériau à l'aide de l'équation analytique (III.2), proposée par Roussel et Le Roy [132] :

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{8\mu h}{\pi} \left(\frac{1}{r^4} + \frac{1}{3h \tan(\alpha)} \left(\frac{1}{r^3} - \frac{1}{(r + H \tan(\alpha))^3} \right) \right) Q = \rho g(H + h) + \frac{8\tau}{3} \left(\frac{1}{\tan(\alpha)} \ln \left(\frac{r}{(r + H \tan(\alpha))} \right) - \frac{h}{r} \right) \\ Q = -\pi (r + H \tan(\alpha))^2 \frac{dH}{dt} \end{array} \right. \quad (\text{III.2})$$

Où μ est la viscosité plastique, τ est la contrainte de cisaillement et $H(t)$ est la hauteur de la pâte de ciment restante dans le cône à l'instant t . Q est le débit, ρ est la densité de la pâte de ciment et g est l'accélération de la pesanteur. r et h sont respectivement le rayon et la hauteur de la buse. α est l'angle du cône.



Figure. III.4 – Essai au mini-cône.



Figure. III.5 – Essai au cône de Marsh.

Une approche de Monte-Carlo est appliquée pour évaluer comment les erreurs sur l'étalement D et le temps d'écoulement t_{500} (temps d'écoulement nécessaire pour remplir un volume de 500 ml) se propagent à la contrainte de cisaillement et à la viscosité estimées selon les équations (III.1) et (III.2). Une telle approche est nécessaire car la contrainte de cisaillement est une fonction non linéaire de l'étalement. En outre la viscosité dépend de la contrainte de cisaillement estimée et du temps d'écoulement mesuré. Pour modéliser la distribution des entrées, on suppose que D et t_{500} sont normalement distribués. La moyenne et les quantiles 2,5%-97,5% de la distribution correspondent respectivement à la moyenne et aux valeurs définissant la barre d'erreur des valeurs mesurées (Tableau III.4). Ensuite, mille valeurs de D et de t_{500} sont générées en fonction de ces distributions. La

contrainte de cisaillement τ et la viscosité μ correspondantes sont calculées. Enfin, les quantiles 2,5% et 97,5% des distributions de sortie définissent les barres d'erreur. Si la contrainte de cisaillement est trop élevée, le modèle montre qu'il est impossible d'atteindre le volume de 500 ml ; le cône de Marsh est bouché. Dans ce cas, la viscosité estimée est fixée à zéro puisque la surestimation de la contrainte de cisaillement induit une sous-estimation de la viscosité.

III.4.2 Hydratation

Pour étudier la cinétique d'hydratation des échantillons, trois essais sont effectués : la prise Vicat, la calorimétrie isotherme et l'analyse thermogravimétrique (ATG).

III.4.2.1 Prise Vicat

L'objectif de l'essai Vicat est de mesurer le temps de prise d'une pâte de ciment à l'aide de l'aiguille de Vicat (Figure III.6). Nous considérons que le temps du début de prise correspond au moment où la distance entre l'aiguille et le fond est de 5 mm (entre 3 et 6 mm selon la norme européenne EN 196-3 [133]). Cependant, en raison du retrait et du ressuage de la pâte (surtout pour $E/L = 0,50$), le temps de la fin de prise a été choisi comme correspondant à 5 mm de pénétration pour toutes les pâtes au lieu de 0,5 mm, comme recommandé par la norme. Cet essai est réalisé pour des taux de SH et de LC de 0%, 0,2%, 0,5% et 1% pour AI.

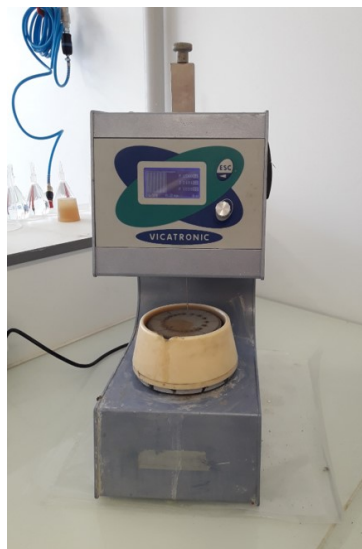


Figure. III.6 – Essai de prise Vicat.

III.4.2.2 Micro-calorimétrie isotherme

L'essai de micro-calorimétrie isotherme permet de mesurer en continu le flux de chaleur et la chaleur dégagée d'une pâte de ciment à température constante. Le flux de cha-

leur mesuré représente la différence du flux entre l'échantillon testé et une référence. Un échantillon complètement hydraté est une référence pratique car il possède une capacité thermique et une conductivité thermique comparables à celles de l'échantillon testé.

L'appareil utilisé pour cet essai est un micro-calorimètre isotherme TAM AIR (Figure III.7). Une fois préparée et pesée, une pâte du ciment d'environ 10 grammes est introduite dans le micro-calorimètre. Tous les tests de calorimétrie présentés dans ce chapitre sont effectués à $20 \pm 1^\circ\text{C}$ [134]. En moyenne, le temps nécessaire pour mélanger, remplir, peser et introduire l'échantillon dans la machine ne dépasse pas 10 minutes, ce qui limite l'erreur possible due à la dissolution instantanée. Cet essai est réalisé pour toutes les formules.



Figure. III.7 – Micro-calorimètre isotherme.

III.4.2.3 Analyse thermogravimétrique

Pour suivre la teneur en eau liée à court et à long terme, en conjonction avec les essais mécaniques, une série d'essais d'analyse thermogravimétrique (ATG) est effectuée sur des échantillons de 250 mg. La procédure d'essai considérée ici est la suivante : l'échantillon est broyé et tamisé à $315 \mu\text{m}$, puis imbibé d'éthanol pour arrêter les réactions d'hydratation, et enfin entreposés pendant 24 heures sous une pression de 25 mbar dans un dessiccateur à gel de silice relié à une pompe à vide. Tous les échantillons ont été décomposés à une température comprise entre 40 et 1200°C à la vitesse de $10^\circ\text{C}/\text{min}$ et la perte de masse est enregistrée en fonction de la température. L'eau chimiquement liée est définie comme la perte de masse due à la décomposition entre la température d'ébullition et 1200°C . Selon Pane and Hansen [135], l'eau distillée seule commence à bouillir à 100°C et se transforme complètement en gaz à environ 140°C . L'eau liée a donc été calculé dans une fourchette de température de 140 à 1200°C . Ceci est légèrement différent de la pratique courante qui utilise 105°C au lieu de 140°C comme température de départ. Toutes nos courbes d'ATG, présentées dans l'Annexe (Figure V.22 et Figure V.23), sont tracées à partir de 50°C .

III.4.3 Retrait chimique

Le retrait chimique est la variation de volume absolu due aux réactions d'hydratation de ciment. Il est mesuré par pesée hydrostatique. Une fois préparée, une petite quantité de la pâte de 15 à 20 g est introduite dans un pot cylindrique. Le reste du pot est soigneusement rempli d'eau distillée. L'ensemble est immergé sous l'eau (20°C) et suspendu par un fil de nylon à une balance d'une précision de 10^{-4} g. La balance est reliée à un dispositif permettant d'enregistrer la variation de la masse avec un pas de temps de 5 min (Figure III.8). Enfin, le retrait chimique est calculé selon l'équation suivante :

$$\Delta V(t) = \frac{\Delta M_e(t)}{\rho_e * M_c} \quad (\text{III.3})$$

Où ; $\Delta V(t)$ est le retrait chimique (mm^3/g de ciment), à l'instant (t),

$\Delta M_e(t)$ est la variation de la masse de l'échantillon sous l'eau (g), à l'instant (t),

ρ_e : la densité de l'eau à 20 C ($0,9982 \text{ g/cm}^3$),

M_c : la masse de ciment dans l'échantillon (g).

Cet essai est réalisé pour des taux de SH de 0%, 0,2%, 0,5% et 1% pour AI.

III.4.4 Retrait endogène

Le même dispositif de mesure du retrait chimique est également utilisé pour mesurer le retrait endogène. Après la formulation, 50 à 70 g de pâte de ciment sont introduits dans une membrane en latex (saturée en eau pendant 24 heures pour limiter son absorption d'eau) et est ensuite vibrée pour évacuer les bulles d'air. Enfin La membrane remplie de pâte de ciment est scellée et immergée dans un bain d'eau thermostaté à 20°C (Figure III.8). Cette méthode peut avoir quelque artefacts de mesure tels que : le ressuage, la perméabilité de la membrane en latex, la pression de la membrane en latex sur l'échantillon et la pression du liquide d'immersion sur l'échantillon.

Cet essai est réalisé pour des taux de SH de 0%, 0,2%, 0,5% et 1% pour AI. La variation de volume de l'échantillon $\Delta V(t)$ exprimée en mm^3/g de ciment est calculée selon l'équation (III.3). Le retrait endogène est calculé à partir de la prise selon l'équation (III.4) en convertissant la déformation volumique en déformation linéique $\epsilon(t)$.

$$\epsilon(t) = \frac{10^6}{3} \frac{M_e(t) - M_e(t_{prise})}{M_a - M_e(t_{prise})} \quad (\text{III.4})$$

Où ; $\epsilon(t)$ est le retrait endogène ($\mu\text{m/m}$) $M_e(t)$ est la masse de l'échantillon sous l'eau (g), à l'instant (t),

t_{prise} est le temps de prise qui correspond au changement de la pente de la variation du volume apparent,

M_a est la masse de l'échantillon (g).

III.4.5 Résistance à la compression

Les essais de la résistance à la compression sont effectués conformément à la norme européenne EN 196-1 [136] sur les deux moitiés du prisme $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ rompu par flexion (Figure III.9). Les éprouvettes sont démoulées après 24 heures de la fabrication (ou après la prise), elles sont ensuite emballées dans des sacs plastiques, afin d'éviter tout séchage et conservées dans une salle à température constante de 20°C . À 1, 3, 7, 28 et 90 jours, la résistance à la compression est mesurée. Chaque résultat représente la moyenne de six mesures.

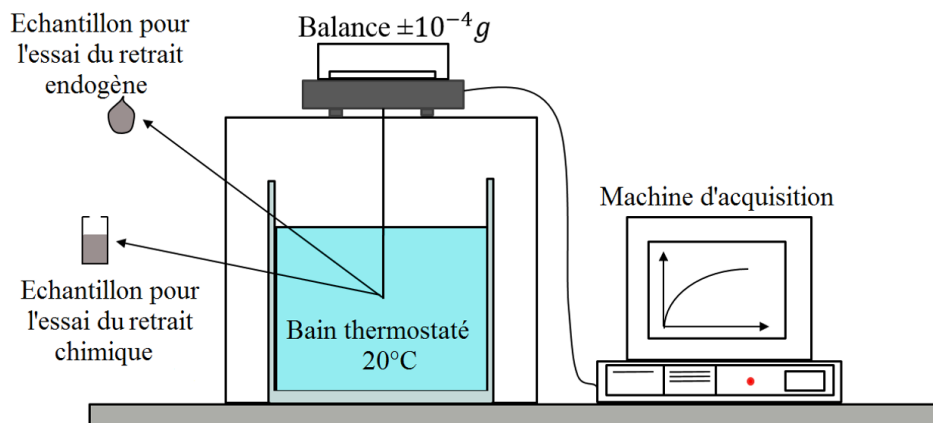


Figure. III.8 – Essais du retrait.

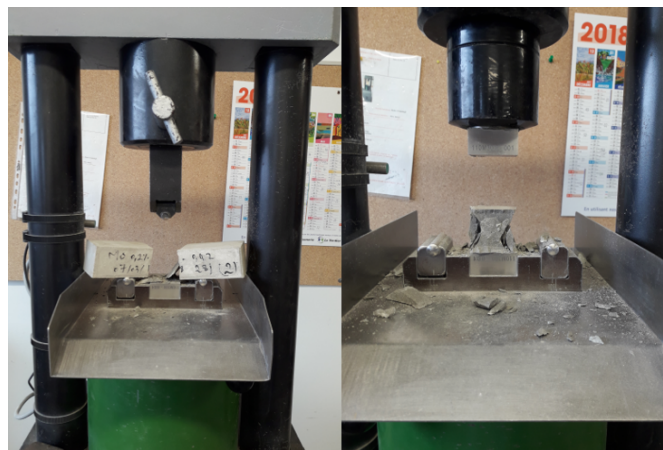


Figure. III.9 – Essai de compression.

III.5 Résultats

III.5.1 Rhéologie

Le tableau III.4 rapporte l'étalement et l'affaissement de la pâte cimentaire mesurés par le mini-cône et le temps d'écoulement de la pâte nécessaire pour remplir un volume de 500

ml mesuré par le cône de Marsh. Les résultats montrent que les SH et LC améliorent tous deux la maniabilité de la pâte cimentaire en augmentant son étalement et en diminuant le temps d'écoulement. Jusqu'à un taux de 0,5% et de 0,2% pour AI et AR respectivement, les effets des SH et des LC sont similaires, mais au-delà, l'effet des LC l'emporte nettement sur celui des SH.

Tableau. III.4 – Résultats expérimentaux des essais du mini-cône et du cône de Marsh.

E/L	Taux (%)	Échantillon	Mini-cône (cm)		Cône de Marsh (s)
			<i>D</i>	<i>H</i>	<i>t</i> ₅₀₀
0,35	0,0	C1000	13,0 ± 0,5	7,0 ± 1,0	—
	0,2	C998SH2-AI	14,0 ± 0,5	6,0 ± 1,0	—
		C998SH2-AR	19,0 ± 1,0	3,5 ± 0,5	—
		C998LC2-AI	13,5 ± 0,5	6,0 ± 1,0	—
		C998LC2-AR	21,0 ± 1,0	2,0 ± 0,5	—
	0,5	C995SH5-AI	14,0 ± 0,5	6,0 ± 1,0	—
		C995SH5-AR	21,0 ± 1,0	2,0 ± 0,5	—
		C995LC5-AI	14,0 ± 0,5	6,0 ± 1,0	—
		C995LC5-AR	36,0 ± 0,5	—	—
	1,0	C990SH10-AI	15,0 ± 0,5	5,0 ± 1,0	—
		C990LC10-AI	22,5 ± 1,0	3,0 ± 0,5	—
	0,42	0,0	C1000	23,0 ± 1,0	2,5 ± 0,5
0,2		C998SH2-AI	25,0 ± 1,0	2,0 ± 0,5	41,2 ± 2,0
		C998SH2-AR	29,5 ± 1,0	1,5 ± 0,5	32,3 ± 1,5
		C998LC2-AI	23,5 ± 1,0	2,0 ± 0,5	48,5 ± 2,0
		C998LC2-AR	31,5 ± 1,5	1,0 ± 0,5	26,0 ± 2,0
0,5		C995SH5-AI	26,5 ± 1,0	1,5 ± 0,5	32,4 ± 1,5
		C995SH5-AR	32,5 ± 1,5	1,0 ± 0,5	23,3 ± 1,5
		C995LC5-AI	28,0 ± 1,0	1,5 ± 0,5	15,6 ± 1,0
		C995LC5-AR	46,5 ± 2,0	—	17,2 ± 1,0
1,0		C990SH10-AI	28,0 ± 1,0	1,5 ± 0,5	23,6 ± 1,5
		C990LC10-AI	40,5 ± 2,0	—	8,6 ± 0,5
0,50		0,0	C1000	38,0 ± 1,5	—
	0,2	C998SH2-AI	37,5 ± 1,5	—	7,3 ± 0,5
		C998SH2-AR	43,0 ± 2,0	—	6,9 ± 0,5
		C998LC2-AI	38,0 ± 1,5	—	7,3 ± 0,5
		C998LC2-AR	46,5 ± 2,0	—	6,0 ± 0,5
	0,5	C995SH5-AI	43,5 ± 2,0	—	6,4 ± 0,5
		C995SH5-AR	46,5 ± 2,0	—	6,0 ± 0,5
		C995LC5-AI	45,5 ± 2,0	—	5,4 ± 0,5
		C995LC5-AR	59,0 ± 3,0	—	5,6 ± 0,5
	1,0	C990SH10-AI	46,0 ± 2,0	—	5,7 ± 0,5
		C990LC10-AI	52,5 ± 3,0	—	4,1 ± 0,5

La contrainte de cisaillement et la viscosité sont respectivement calculées grâce aux équations (III.1) et (III.2) et les résultats sont représentés sur les figures III.10 et III.11. L'évolution de la contrainte de cisaillement en fonction du taux des SH ou des LC est

cohérente avec celle de l'étalement. Néanmoins, l'évolution de la viscosité est largement différente de celle du temps d'écoulement. Ces résultats sont attribués au fait que la pâte de ciment ne peut pas être considérée comme un fluide de Bingham (la pâte de ciment peut avoir d'autres comportements rhéologiques comme pseudoplastique ou dilatant [137]). En effet, pour un rapport E/L de 0,35, il est impossible d'estimer la viscosité étant donné que le cône de Marsh est en fait bouché. En outre, la viscosité estimée pour C1000 à un rapport E/L de 0,42 est très imprécise; l'écoulement est si lent que la viscosité estimée dépend principalement de la contrainte de cisaillement. Il est donc conseillé d'adapter le diamètre de la buse afin de réduire l'incertitude sur la viscosité estimée.

Comme ces deux additifs ont des structures similaires, leurs effets sur la rhéologie peuvent être attribués à la même origine physique. L'ajout des plastifiants améliore la maniabilité de la pâte de ciment en dispersant les particules de ciment agglomérées. Ce pouvoir dispersif est induit par une combinaison de la répulsion stérique et de la répulsion électrostatique entre les particules de ciment, générées par le polymère adsorbé sur leurs surfaces [122; 138; 139]. Finalement, ces interactions répulsives l'emportent nettement sur l'attraction de Van der Waals et une suspension stable des particules de ciment est ainsi produite.

L'addition retardée (AR) des additifs est beaucoup plus efficace que l'addition immédiate (AI) pour améliorer la maniabilité de la pâte. Ces résultats sont similaires à ceux obtenus par [123; 127] pour des plastifiants. En effet, l'ajout retardé induit une réduction significative de la contrainte de cisaillement à la fois pour les SH et les LC. Pour un rapport E/L de 0,35, l'ajout immédiat de 0,5% des SH réduit la contrainte de cisaillement de 1435 Pa à 980 Pa alors que la contrainte de cisaillement pour un ajout retardé de 0,2% des SH est égale à 213 Pa. En effet, en cas d'ajout immédiat différents phénomènes peuvent se produire. Par exemple, le polymère peut réagir avec C_3A pour former des phases organo-aluminates [54; 127] ou s'adsorber à la surface de l'ettringite au lieu de recouvrir des particules de ciment [123]. Bien que le phénomène physique qui se produit réellement ne puisse être décrit sur la base des résultats expérimentaux actuels, la similitude entre les SH et les LC implique clairement un mécanisme physique commun.

III.5.2 Hydratation

III.5.2.1 Prise Vicat

Le tableau III.5 présente les résultats de l'essai de prise Vicat. Les résultats montrent que le temps de prise augmente significativement avec le taux d'incorporation tant pour les LC que pour les SH. Un effet retardateur plus important est mesuré pour les LC par rapport aux SH. En ce qui concerne la durée de prise, aucune tendance claire n'est observée.

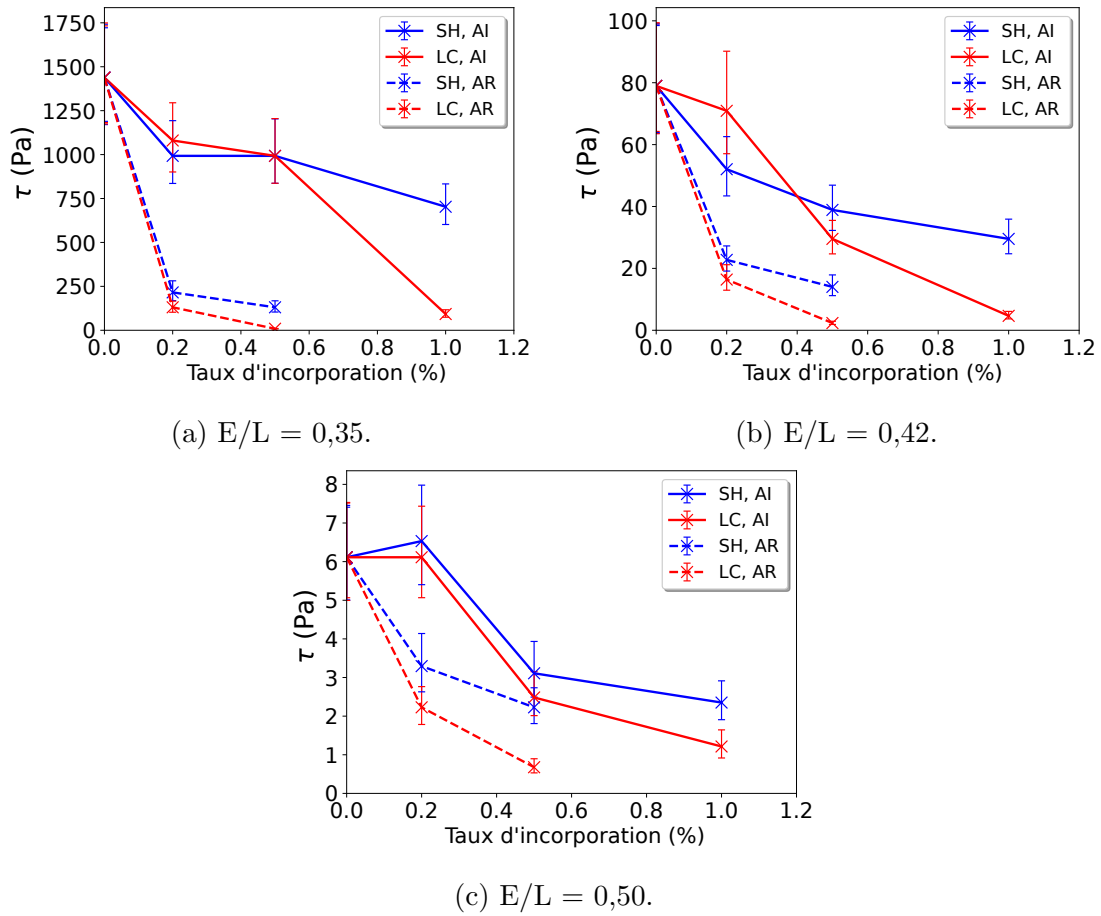


Figure. III.10 – Contrainte de cisaillement vs. taux d'incorporation des SH et des LC. Les barres d'erreur sont générées selon une approche de Monte Carlo sur l'étalement D .

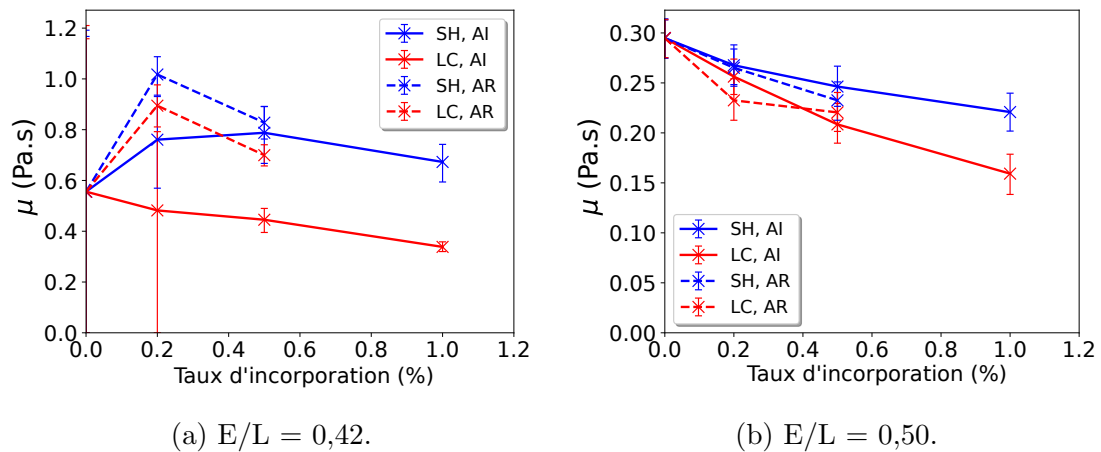


Figure. III.11 – Viscosité vs. taux d'incorporation des SH et des LC. Les barres d'erreur sont générées selon une approche de Monte Carlo sur l'étalement D et le temps d'écoulement t_{500} .

Tableau. III.5 – Début, fin et durée de la prise en heures.

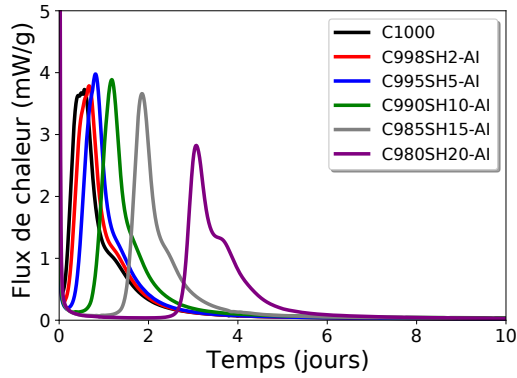
Échantillon	E/L = 0,35			E/L = 0,42			E/L = 0,50		
	Début	Fin	Durée	Début	Fin	Durée	Début	Fin	Durée
C1000	4,75	7,00	2,25	6,00	10,50	4,50	7,75	15,50	7,75
C998SH2	6,25	9,00	2,75	7,75	12,25	4,50	11,75	17,00	5,25
C998LC2	7,00	10,00	3,00	10,00	12,25	2,25	11,50	14,00	2,50
C995SH5	12,75	15,50	2,75	13,50	18,00	4,50	16,50	18,50	2,00
C995LC5	12,75	14,25	1,50	16,00	17,75	1,75	20,50	24,00	3,50
C990SH10	26,00	26,75	0,75	27,50	27,75	0,25	32,25	32,50	0,25
C990LC10	29,50	31,00	1,50	35,00	41,75	6,75	38,25	44,75	6,50

III.5.2.2 Micro-calorimétrie isotherme

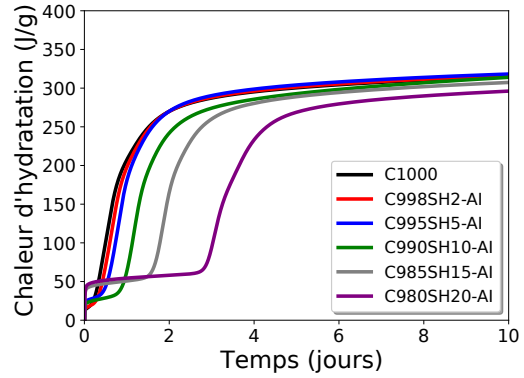
Les SH et les LC affectent principalement la cinétique d'hydratation en induisant une période dormante significativement prolongée (Figure III.12 et Figure III.13). Ce retard ne varie pas linéairement en fonction du taux des additifs. Par exemple, l'ajout de 0,5% des SH augmente la durée de la période dormante de 10 heures, tandis qu'elle s'allonge de 48 heures lorsque le taux passe de 1,5% à 2% (pour E/L de 0,35). En outre, une légère augmentation du flux maximal est observée pour un faible dosage des SH ou des LC (0,2% et 0,5%). L'effet inverse se produit à un dosage plus élevé. Les courbes de flux de chaleur montrent l'apparition de deux pics. Le premier correspondant à la réaction d'hydratation des phases de silicate (principalement C_3S), qui contribue à la fois à la prise et au développement de la résistance au jeune âge. L'épuisement du sulfate est suivi d'un deuxième pic qui est dû à la réaction exothermique de la transformation de l'ettringite en monocarboaluminates [123; 140]. L'ajout des SH ou des LC peut avoir des effets différents sur la cinétique de ces réactions et par conséquent il retarde différemment l'apparition des deux pics. Ainsi, les deux pics se confondent à des faibles taux et donnent un flux maximal plus important et ils se séparent pour des forts taux. Les mêmes observations ont été rapportées par Colombo et al. [123] pour les lignosulfonates de calcium.

L'ajout retardé des SH prolonge plus la période dormante que l'ajout immédiat (Figure III.14). En effet, la durée de la période dormante dépasse 24 heures pour un taux de 0,5% seulement. Quant aux LC, le retard d'hydratation est beaucoup plus important. Ainsi, l'ajout retardé des réducteurs d'eau est bénéfique pour améliorer la maniabilité mais il a des effets négatifs sur la cinétique d'hydratation et par conséquent sur le développement la résistance au jeune âge.

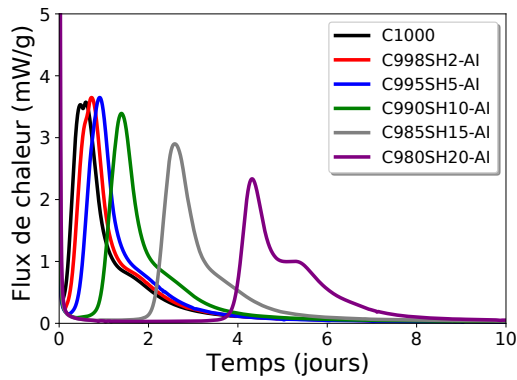
Les effets de l'addition des SH ou des LC sur la cinétique de l'hydratation sont similaires. Par conséquent, ces effets s'expliquent probablement par un mécanisme physique commun. Le polymère s'adsorbe à la surface des particules de ciment et empêche leur hydratation. Il peut également s'adsorber sur les noyaux des CH, ce qui empêche leur progression et leur précipitation. En supprimant les précipitations de CH, la dissolution des C_3S est retardée, car le degré de saturation en calcium de la solution poreuse reste



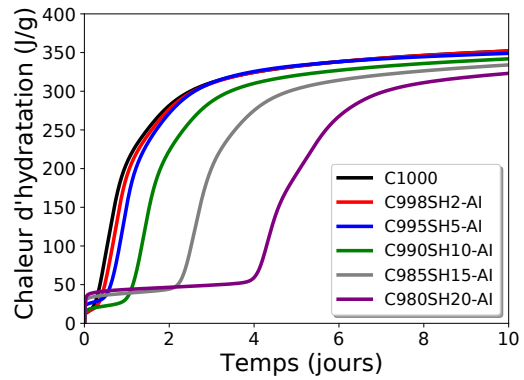
(a) Flux de chaleur pour $E/L = 0,35$.



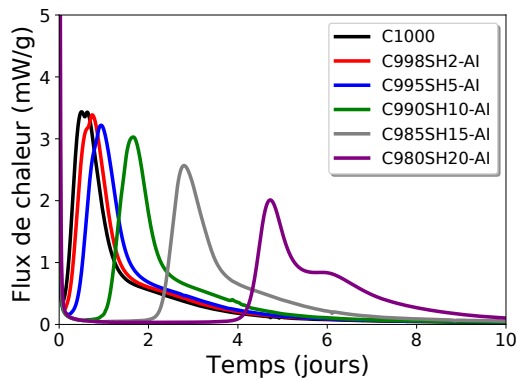
(b) Chaleur cumulée pour $E/L = 0,35$.



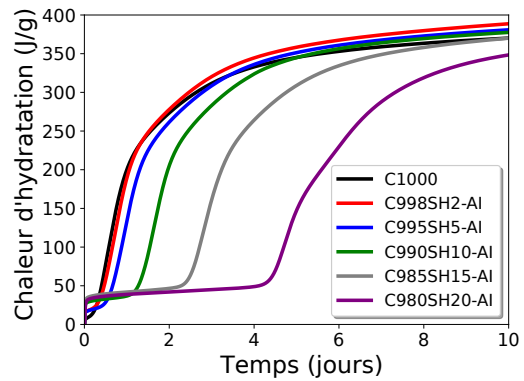
(c) Flux de chaleur pour $E/L = 0,42$.



(d) Chaleur cumulée pour $E/L = 0,42$.

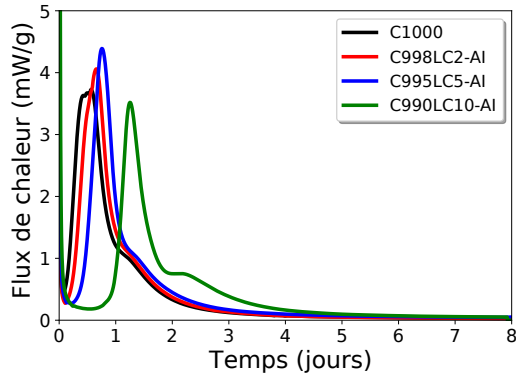


(e) Flux de chaleur pour $E/L = 0,50$.

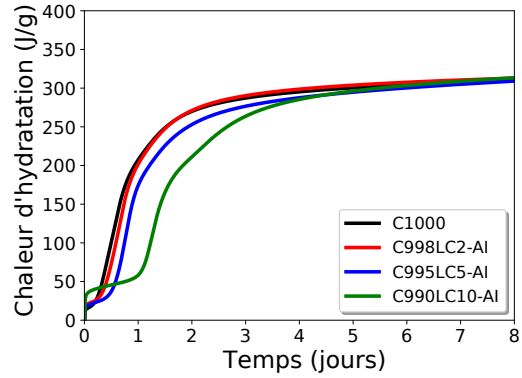


(f) Chaleur cumulée pour $E/L = 0,50$.

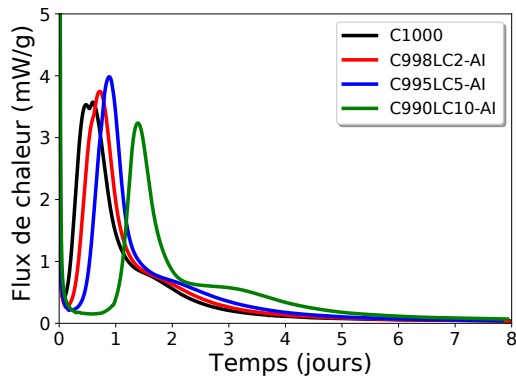
Figure. III.12 – Résultats de la calorimétrie isotherme pour différents taux des SH ajoutés en addition immédiate (AI).



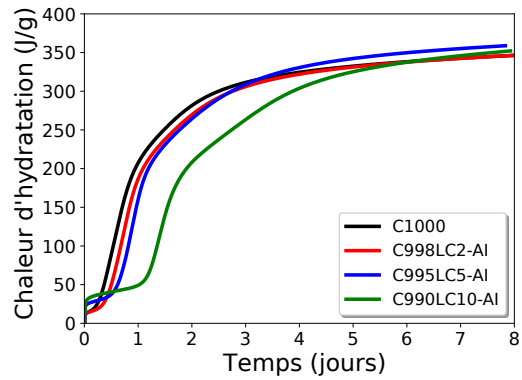
(a) Flux de chaleur pour $E/L = 0,35$.



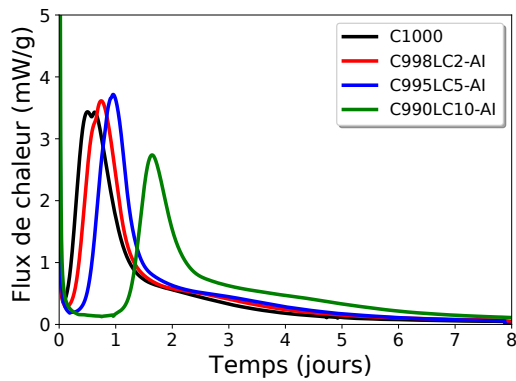
(b) Chaleur cumulée pour $E/L = 0,35$.



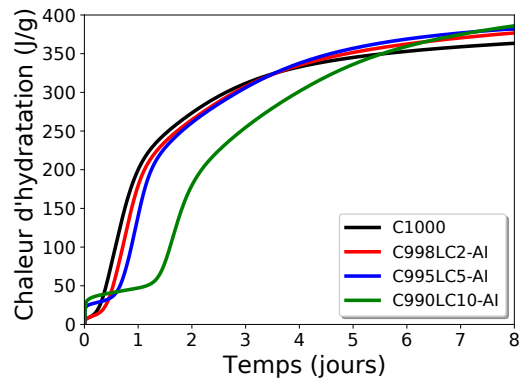
(c) Flux de chaleur pour $E/L = 0,42$.



(d) Chaleur cumulée pour $E/L = 0,42$.

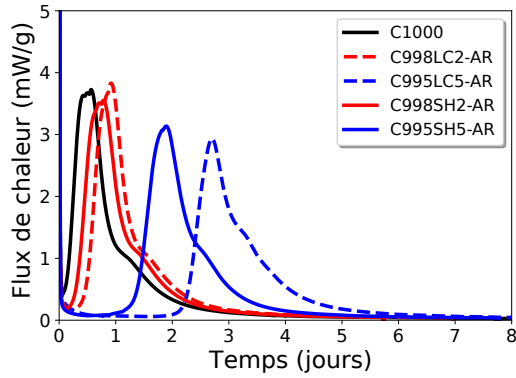


(e) Flux de chaleur pour $E/L = 0,50$.

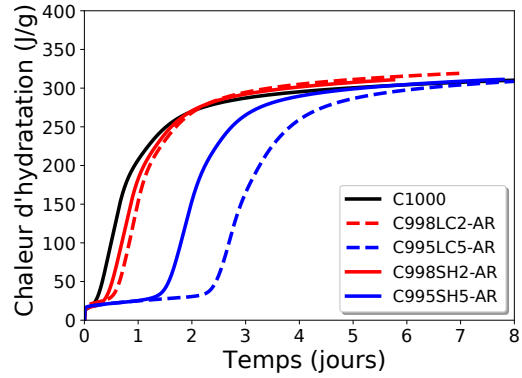


(f) Chaleur cumulée pour $E/L = 0,50$.

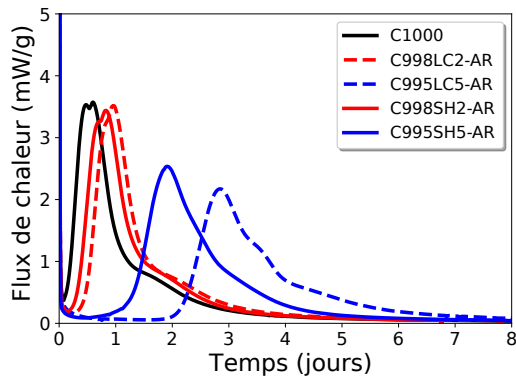
Figure. III.13 – Résultats de la calorimétrie isotherme pour différents taux des LC ajoutés en addition immédiate (AI).



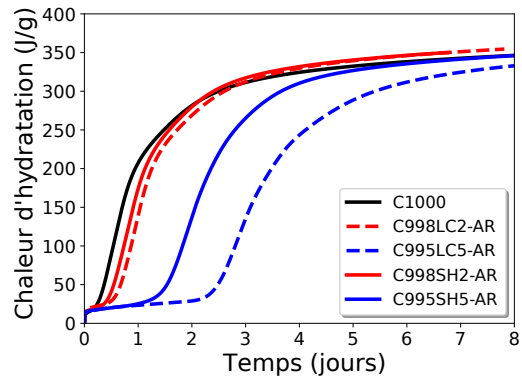
(a) Flux de chaleur pour $E/L = 0,35$.



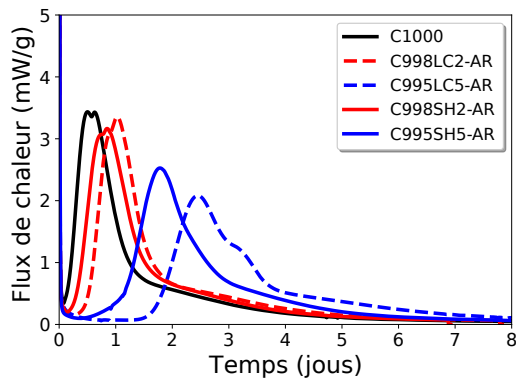
(b) Chaleur cumulée pour $E/L = 0,35$.



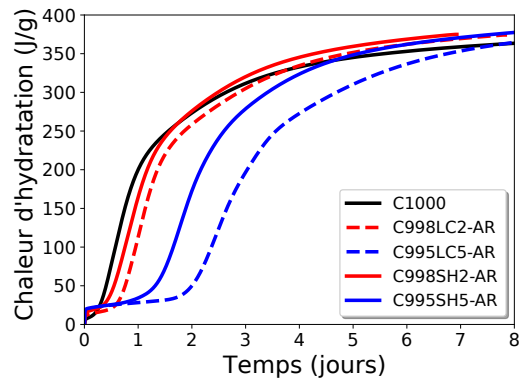
(c) Flux de chaleur pour $E/L = 0,42$.



(d) Chaleur cumulée pour $E/L = 0,42$.



(e) Flux de chaleur pour $E/L = 0,50$.



(f) Chaleur cumulée pour $E/L = 0,50$.

Figure. III.14 – Résultats de la calorimétrie isotherme pour différents taux des SH et LC ajoutés en addition retardée (AR).

inchangé. Par conséquent, la précipitation du C-S-H est entravée, ce qui entraîne une prolongation de la période dormante de la pâte de ciment [119; 123; 127]. En outre, la différence entre l'addition retardée et l'addition immédiate peut être liée à la consommation des polymères pour former des phases organo-minérales [54; 127] ou à son adsorption sur l'ettringite supplémentaire formée [123].

Une pâte contenant un taux de 3% de SH présente une période dormante de plus de 10 jours (Figure III.15). Contrairement aux résultats présentés sur la figure III.12, il est montré sur la figure III.15 que la pâte de ciment mélangée avec un rapport E/L de 0,42 s'hydrate plus lentement que celle mélangée avec un rapport E/L de 0,50. Le rapport E/L de 0,35 est également testé mais jusqu'à 45 jours aucun pic n'est constaté. En effet, un rapport E/L élevé est caractérisé par la prépondérance de l'eau qui a tendance à diminuer la concentration du calcium dans la solution interstitielle. La période dormante est donc prolongée jusqu'au temps auquel la saturation est atteinte. La concentration des SH dans la solution interstitielle est également faible pour un rapport E/L élevé et par conséquent le recouvrement des particules de ciment par les SH peut être moins efficace pour E/L=0,50 que pour E/L=0,42. Pour des forts taux des SH ce dernier phénomène l'emporte sur le premier. Selon Ramachandran [141] l'augmentation du temps de retard correspond à la concentration des LC dans l'eau, et non à sa proportion par rapport à la masse de ciment.

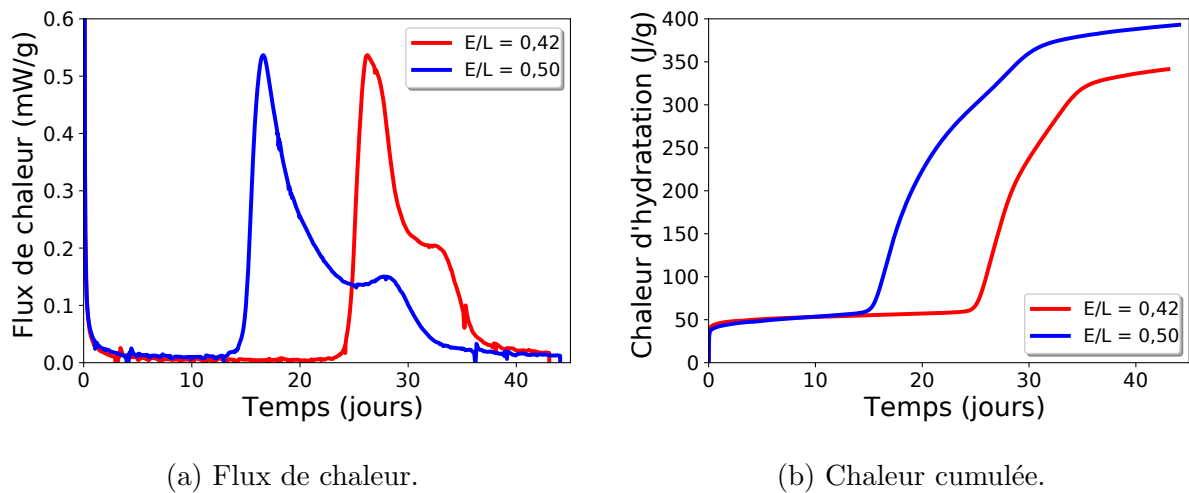


Figure. III.15 – Résultats de la calorimétrie isotherme pour C970SH30.

Enfin, tous les échantillons testés par calorimétrie isotherme présentent des chaleurs totales dégagées similaires après un temps donné. Par conséquent, l'effet des SH ou des LC est limité à la cinétique d'hydratation sans altérer les réactions d'hydratation. Ce résultat suggère que l'hydratation du ciment peut être achevée et que tous les pâtes atteignent une résistance à la compression significative : cela doit être vérifié expérimentalement.

III.5.3 Retrait chimique

Les résultats montrent que le retrait chimique mesuré après cinq jours d'hydratation reste constant avec l'augmentation du taux d'incorporation des substances humiques (Figure III.16). Ainsi, il est probable que les produits d'hydratation ne soient pas modifiés par l'ajout des SH. En outre, comme l'hydratation est retardée par l'ajout des substances humiques, la cinétique du retrait chimique est également ralentie par l'augmentation du taux des substances humiques. Les figures III.16-b, III.16-d et III.16-f montrent une relation quasi linéaire entre le retrait chimique et la chaleur dégagée pour les taux de 0%, 0,2% et 0,5%. Pour le taux de 1%, une augmentation du retrait chimique est observée pendant la période dormante. Ce phénomène peut être expliqué par la sédimentation des particules du ciment durant la période dormante. Concernant l'effet du rapport E/L, le retrait augmente légèrement avec l'augmentation du rapport E/L. Le contact permanent entre l'échantillon et l'eau assure une hydratation plus complète des particules de ciment, surtout pour un faible rapport E/L. Les figures III.16-b et III.16-d montrent qu'à partir d'un moment donné la cinétique du retrait chimique l'emporte sur celle de la chaleur dégagée. Ceci correspond à une hydratation supplémentaire de l'échantillon immergé dans l'eau. Cette augmentation de la cinétique du retrait est moins visible pour $E/L = 0,42$ et inaperçue pour $E/L = 0,50$ où le mélange n'a pas besoin d'eau supplémentaire pour assurer l'hydratation complète du ciment.

III.5.4 Retrait endogène

La figure III.17 montre l'évolution de la variation du volume apparent de la pâte de ciment en fonction du temps (calculée à l'aide de l'équation (III.3)). La courbe comporte trois phases. Au cours de la première phase, la pâte de ciment est encore molle et la variation du volume apparent suit parfaitement le retrait chimique. Après la prise, la deuxième phase commence. Elle correspond à la phase de transition du comportement de la pâte molle au comportement de la pâte rigide. La phase finale correspond au retrait endogène. Durant cette phase, le retrait endogène est en effet beaucoup plus faible que le retrait chimique car le squelette solide durcit et par conséquent devient capable de s'opposer à la déformation due à la pression capillaire. En général la variation du volume apparent augmente avec le rapport E/L, car la phase de transition se produit plus tard. En effet, pour un rapport E/L élevé, la prise de la pâte correspond à un taux d'hydratation et un retrait également élevés.

L'effet de l'ajout des substances humiques n'est visible que pour des rapport E/L élevés tels que 0,42 et 0,50. La phase de transition des pâtes à base de SH commence pour un retrait plus faible que celui de la pâte de référence. Le retard d'hydratation favorise le ressuage qui diminue le rapport E/L de la pâte et induit une prise plus précoce (en terme du taux d'hydratation). En effet, pour des taux très élevés des substances humiques (2% et

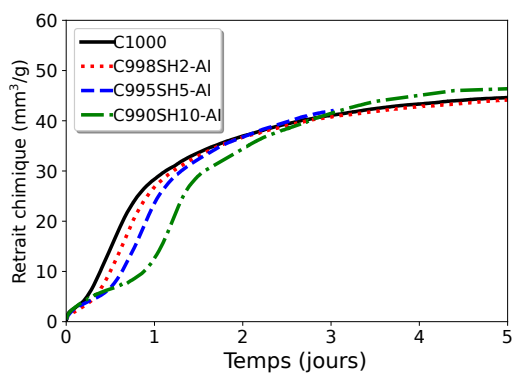
3% par exemple), le ressuage engendre un décalage de temps de prise très important entre le haut et le bas du même échantillon (Figure III.18). Comme l'eau migrant du bas vers le haut de l'échantillon contient un taux significatif des SH, le rapport SH/ciment augmente dans la partie supérieure et diminue dans la partie inférieure ce qui peut expliquer le retard de prise notable observé entre le haut et le bas de la même pâte de ciment. Ainsi, les déformations dues au retrait endogène de la partie supérieure de la pâte peuvent être empêchées par la partie inférieure qui durcit plus tôt. Ce retrait empêché peut être à l'origine des fissures observées sur le dessus des échantillons (Figure III.19).

La figure III.20 montre l'évolution de la variation du volume apparent en fonction de la chaleur dégagée. Les résultats montrent que la quantité de chaleur dégagée correspondante au début de la phase de transition diminue avec l'augmentation du taux des SH. Ces résultats prouvent que la prise se produit avec un faible degré d'hydratation pour les taux de SH plus élevés.

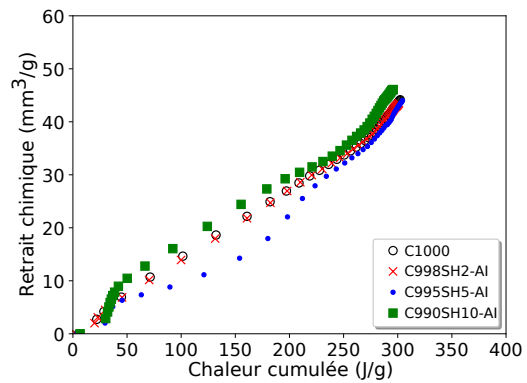
Concernant le retrait endogène, la figure III.21 montre son évolution en fonction du temps à partir de moment où il y a un changement de pente de la variation du volume apparent. Les principales conclusions qui peuvent être tirées de cette figure sont les suivantes :

- À l'exception du retard, les substances humiques n'ont aucun effet sur l'évolution du retrait endogène.
- Une légère diminution de l'amplitude du retrait endogène avec l'augmentation du rapport E/L.
- Des pics de gonflement remarquables sont observés et qui augmentent avec le rapport E/L, en particulier pour les pâtes de référence. Ce phénomène a été observé par plusieurs auteurs [31; 142; 143; 144]. Ce gonflement peut être partiellement attribué à la réabsorption de l'eau de ressuage. D'autres explications possibles pour le gonflement observé sont la formation ou la croissance de produits d'hydratation, tels que l'ettringite et la portlandite. En effet, la formation de produits d'hydratation entraîne une diminution de volume, ce qui conduit à un retrait chimique. Cependant, la croissance des cristaux peut générer une pression induisant ainsi un gonflement de la microstructure. En plus, la croissance de gros cristaux est plus importante pour les rapports E/C élevés.

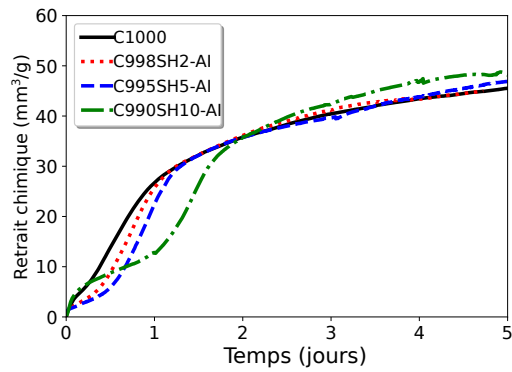
En effet, cette méthode de mesure conduit à une surestimation du retrait endogène surtout pour les rapports E/L élevés. Ce phénomène a été attribué à la formation d'une couche épaisse d'eau de ressuage sur le dessus de l'échantillon [142; 145; 146]. Par ailleurs, la membrane en latex utilisée pour cet essai peut être perméable à l'eau et, dans ce cas, les déformations sont surestimées [145].



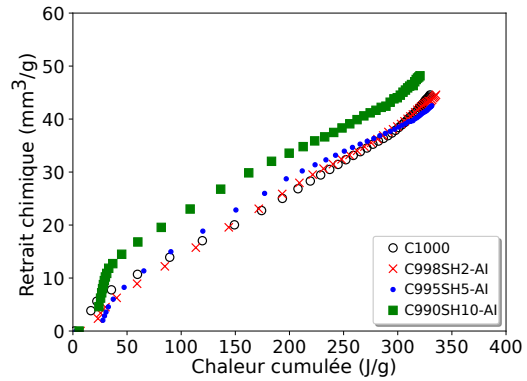
(a) Retrait chimique vs. temps, pour $E/L = 0,35$.



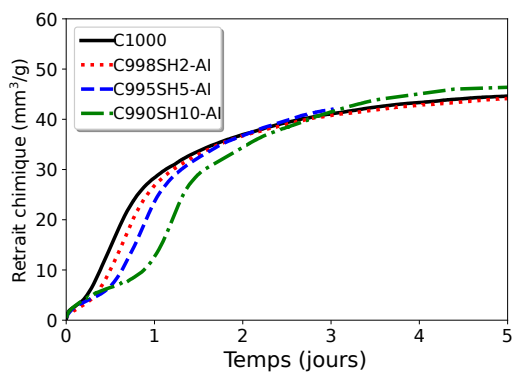
(b) Retrait chimique vs. chaleur cumulée, pour $E/L = 0,35$.



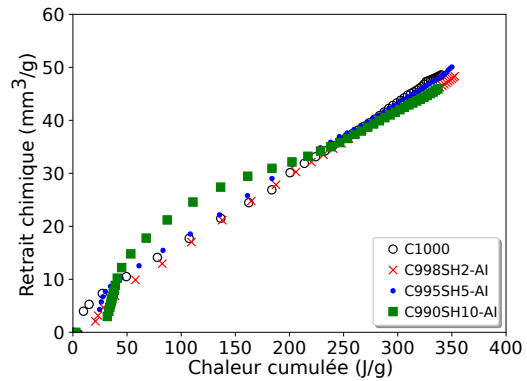
(c) Retrait chimique vs. temps, pour $E/L = 0,42$.



(d) Retrait chimique vs. chaleur cumulée, pour $E/L = 0,42$.



(e) Retrait chimique vs. temps, pour $E/L = 0,50$.



(f) Retrait chimique vs. chaleur cumulée, pour $E/L = 0,50$.

Figure. III.16 – Résultats de l'essai de retrait chimique.

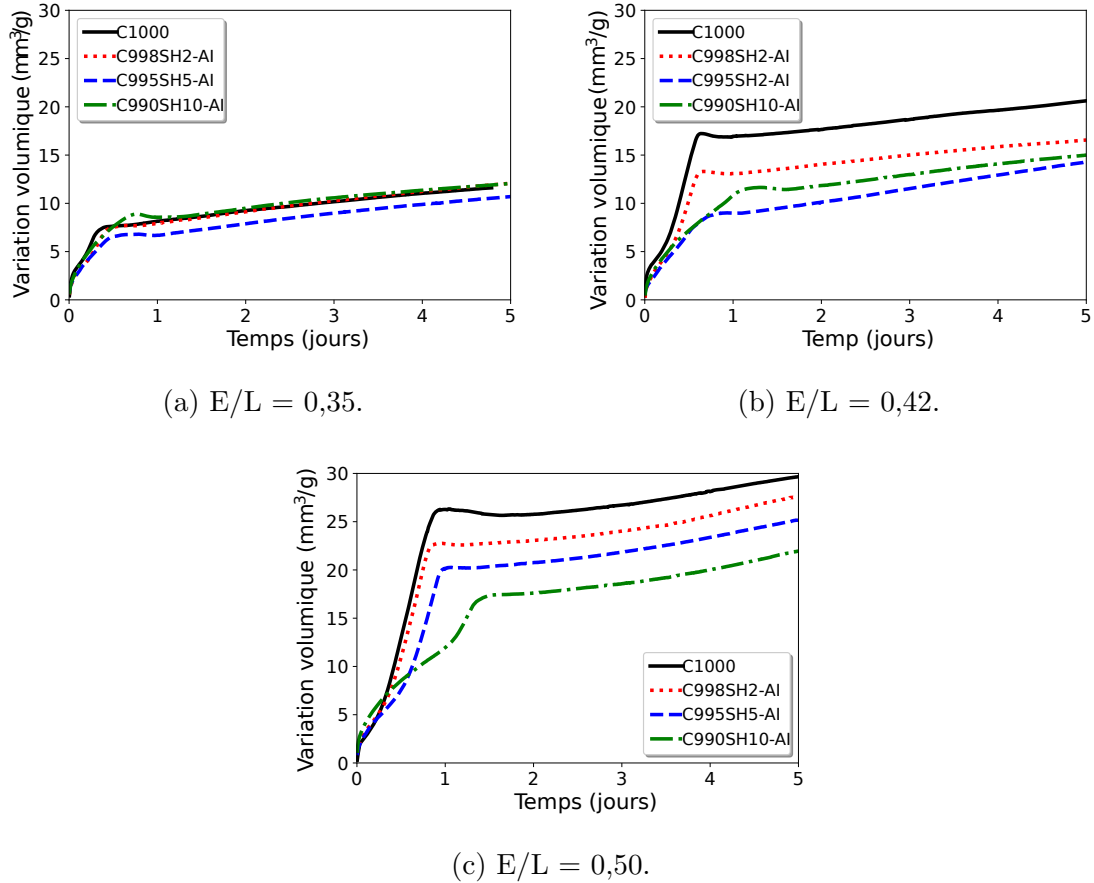


Figure. III.17 – Variation du volume apparent.

III.5.5 Résistance à la compression

La résistance à la compression est affectée négativement par l'ajout de SH ou de LC au jeune âge et à long terme (Figure III.22). En particulier, la diminution de la résistance au jeune âge est fortement liée au retard d'hydratation et, par conséquent, au retard du développement de la résistance. En outre, les résultats montrent que des taux similaires des SH et des LC entraînent des diminutions comparables de la résistance. À 90 jours, la résistance diminue également par l'ajout de LC ou de SH. Cette diminution peut atteindre 40% pour des taux très élevés (2% et 3%). Une telle diminution ne peut pas s'expliquer par une hydratation plus lente, car la chaleur totale dégagée atteint une valeur comparable à celle de la pâte de référence après seulement 12 jours pour des taux d'incorporation inférieurs à 2%. Étant donné que le même degré d'hydratation de ciment est probablement atteint, la nature des produits d'hydratation doit être questionnée. Un plastifiant peut être piégé dans les produits d'hydratation, principalement dans la structure d'AFm (monosulfate de calcium hydraté) [127; 147; 148; 149]. En ce qui concerne les substances humiques, la diminution de la résistance à la compression des sols stabilisés au ciment a été attribuée aux réactions de complexation entre le calcium et l'acide humique [54] et à la décomposition des cristaux contenant l'aluminate par les acides fluviqques [54].

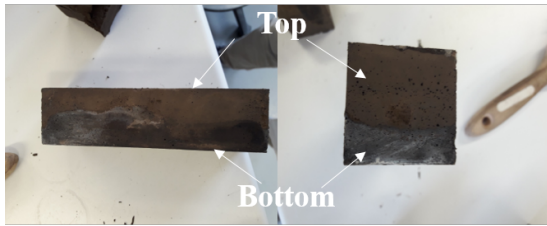


Figure. III.18 – Décalage de temps de prise entre la partie supérieure et la partie inférieure.

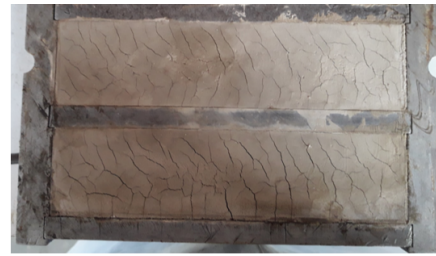


Figure. III.19 – Apparition de fissures juste après la prise (C980SH20-AI et $E/L = 0,42$).

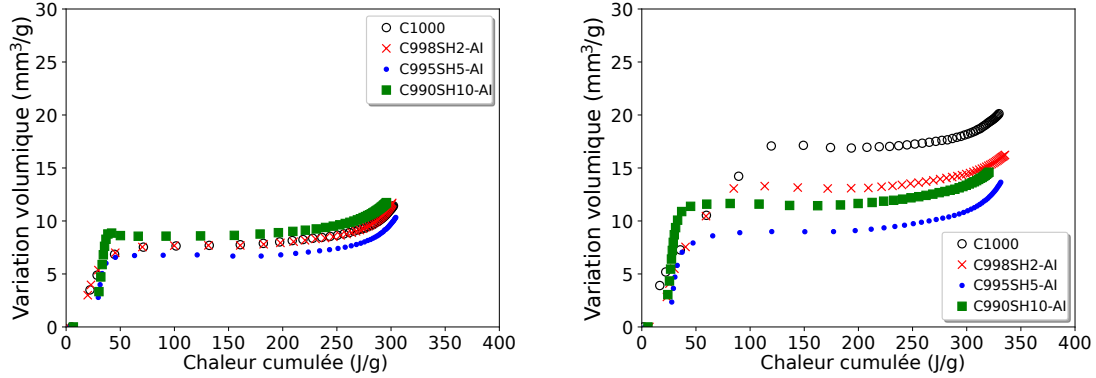
L'évolution du degré d'hydratation du ciment est suivie en mesurant la quantité d'eau liée calculée à partir des résultats de l'ATG. Le degré d'hydratation d'un échantillon est défini comme le rapport entre la quantité d'eau liée de cet échantillon et celle de la pâte de référence. La pâte C1000 avec un rapport $E/L = 0,50$ à 90 jours est considérée comme référence (pour cette pâte, on suppose que toutes les particules de ciment sont hydratées). La figure III.23 montre que des pâtes de ciment ayant des degrés d'hydratation comparables présentent des résistances à la compression très différentes. Ainsi, la nature des hydrates et la microstructure de la pâte de ciment sont probablement modifiées par l'incorporation des substances humiques.

Grâce aux résultats de l'essai de retrait endogène, nous avons pu calculer la densité des pâtes de ciment aux états frais et durci (à cinq jours). Les résultats présentés dans le tableau III.6 montrent une diminution de la densité de la pâte avec l'augmentation du taux d'incorporation des substances humiques. Ainsi, la baisse de la résistance à la compression mesurée peut être entièrement ou partiellement attribuée à l'augmentation de la porosité due probablement à un effet entraîneur d'air des substances humiques.

Tableau. III.6 – La densité des pâtes du ciment.

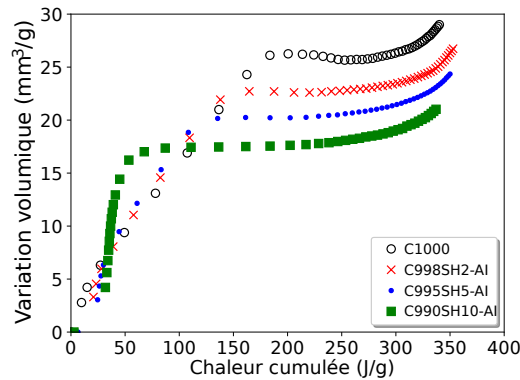
Échantillon	Densité à l'état frais (g/cm^3)			Densité à l'état durci (à 5 jours) (g/cm^3)		
	$E/L=0,35$	$E/L=0,42$	$E/L=0,50$	$E/L=0,35$	$E/L=0,42$	$E/L=0,50$
C1000	2,151	1,952	1,883	2,168	1,961	1,896
C998SH2	2,009	1,931	1,872	2,024	1,941	1,883
C995SH5	1,984	1,910	1,847	1,996	1,924	1,858
C990SH10	1,963	1,902	1,833	1,981	1,911	1,844

L'effet de l'ajout retardé sur la prise se traduit par une faible résistance à la compression au jeune âge (Figure III.24). Une fois que la prise commence, les résistances augmentent rapidement et au 28^{ème} jour les valeurs obtenues sont proches de celles trouvées pour un ajout immédiat. La faible résistance de C995LC5-AR ($E/L = 0,50$) est liée à une forte porosité car la pâte fraîche est très mousseuse.



(a) $E/L = 0,35$.

(b) $E/L = 0,42$.



(c) $E/L = 0,50$.

Figure. III.20 – Variation du volume apparent vs. chaleur cumulée.

III.6 Matière organique des sédiments

La teneur en matière organique des sédiments franciliens varie entre 0 et 10% en masse de la matière sèche [51]. Selon les résultats que nous avons obtenus, la majorité des sédiments franciliens serait exclue de l'utilisation dans les matériaux cimentaires ou leur taux d'incorporation serait très faible, si l'on suppose que la matière organique des sédiments est majoritairement composée de la partie soluble des substances humiques (acide humique et acide fulvique). Cependant, il est fortement probable que les sédiments contiennent une fraction importante d'humine ou d'autres fractions organiques qui ne soient pas solubles dans les solutions alcalines et qui n'affectent donc pas les propriétés des matériaux cimentaires. En mesurant la quantité de substances humiques solubles dans les sédiments dragués, on pourrait obtenir une information précieuse sur la possibilité/ou pas de leur utilisation comme granulats dans le béton.

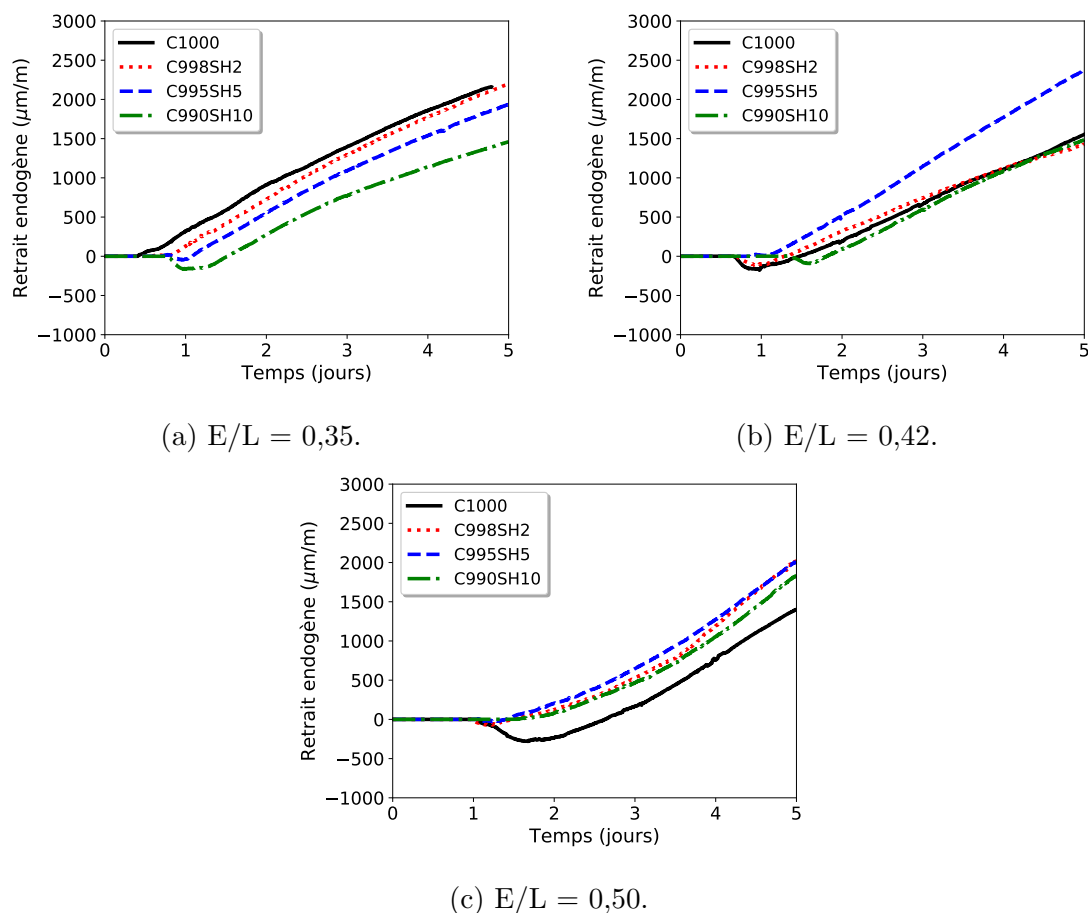
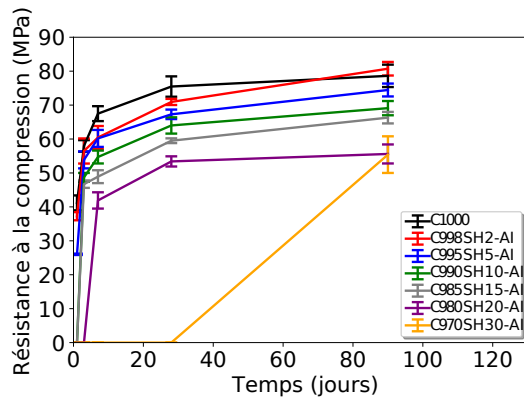


Figure. III.21 – Retrait endogène.

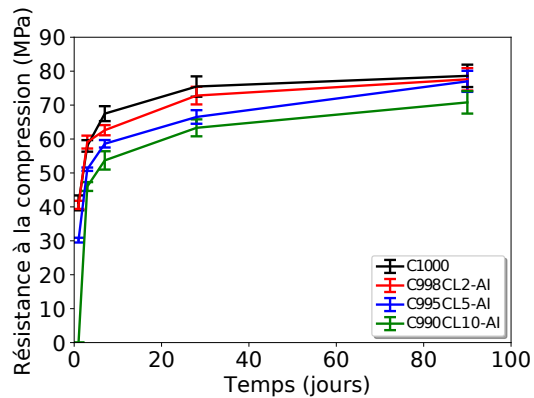
III.6.1 Méthodes

III.6.1.1 Essai colorimétrique - EN1744+A1 [150]

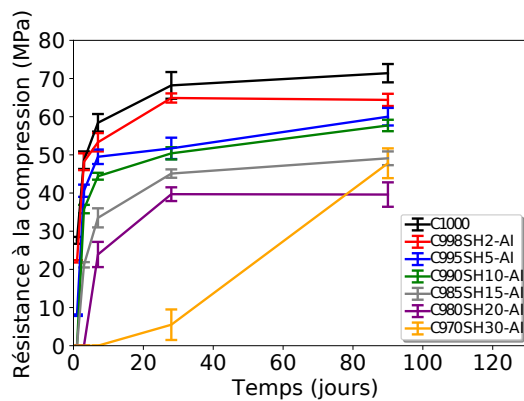
L'objectif de cet essai est de qualifier la fraction soluble des substances humiques des sables à partir de la couleur obtenue après avoir immergé l'échantillon dans une solution d'hydroxyde de sodium. Tous les essais sont effectués en stricte conformité avec la norme européenne EN 1744-1+A1 [150]. Cette étude est réalisée sur huit sables, dont chacun est composé de 30% vol. d'un sable de sédiment et 70% vol. d'un sable conventionnel (les sables étudiés dans le chapitre 2). L'utilisation de seulement 30% des sédiments permet d'éviter une couleur sombre de la solution et d'avoir une certaine nuance entre les différents échantillons. Ce taux est également le même utilisé pour les essais de calorimétrie dont les résultats sont discutés dans le chapitre 2. La couleur résultante pour chaque mélange est comparée à celle obtenue pour un sable conventionnel mélangé à différentes taux d'humate de potassium, comme détaillé dans le tableau III.7. En considérant un rapport sable/ciment de 2,63 (celui de la formule de béton étudiée dans le chapitre 2, tableau II.10), les quantités des SH ajoutées au sable conventionnel sont équivalentes à 0%, 0,02%, 0,05%, 0,1% et 0,15% de la masse de ciment. Selon la norme européenne EN 1744-1+A1,



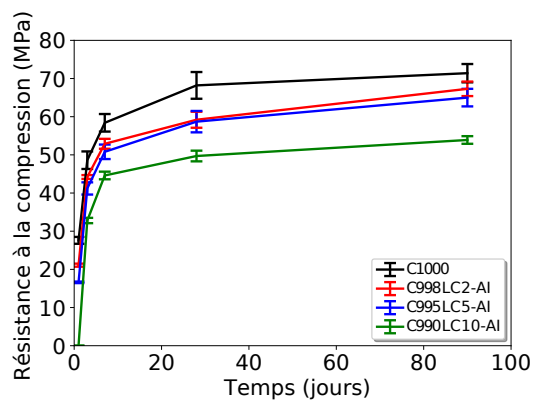
(a) SH, $E/L = 0,35$.



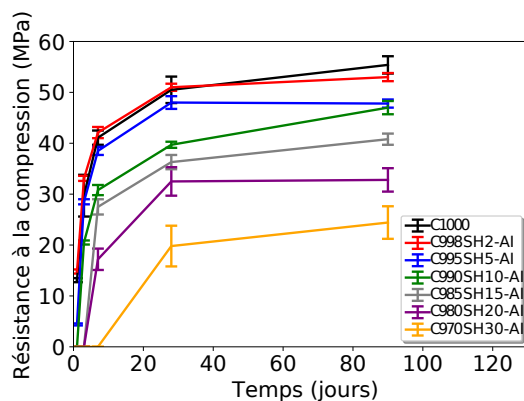
(b) LC, $E/L = 0,35$.



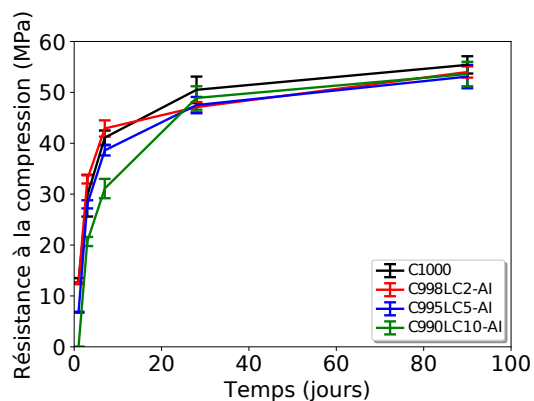
(c) SH, $E/L = 0,42$.



(d) LC, $E/L = 0,42$.



(e) SH, $E/L = 0,50$.



(f) LC, $E/L = 0,50$.

Figure. III.22 – Résistance à la compression vs. temps, pour différentes pâtes mélangées avec une addition immédiate des SH ou des LC.

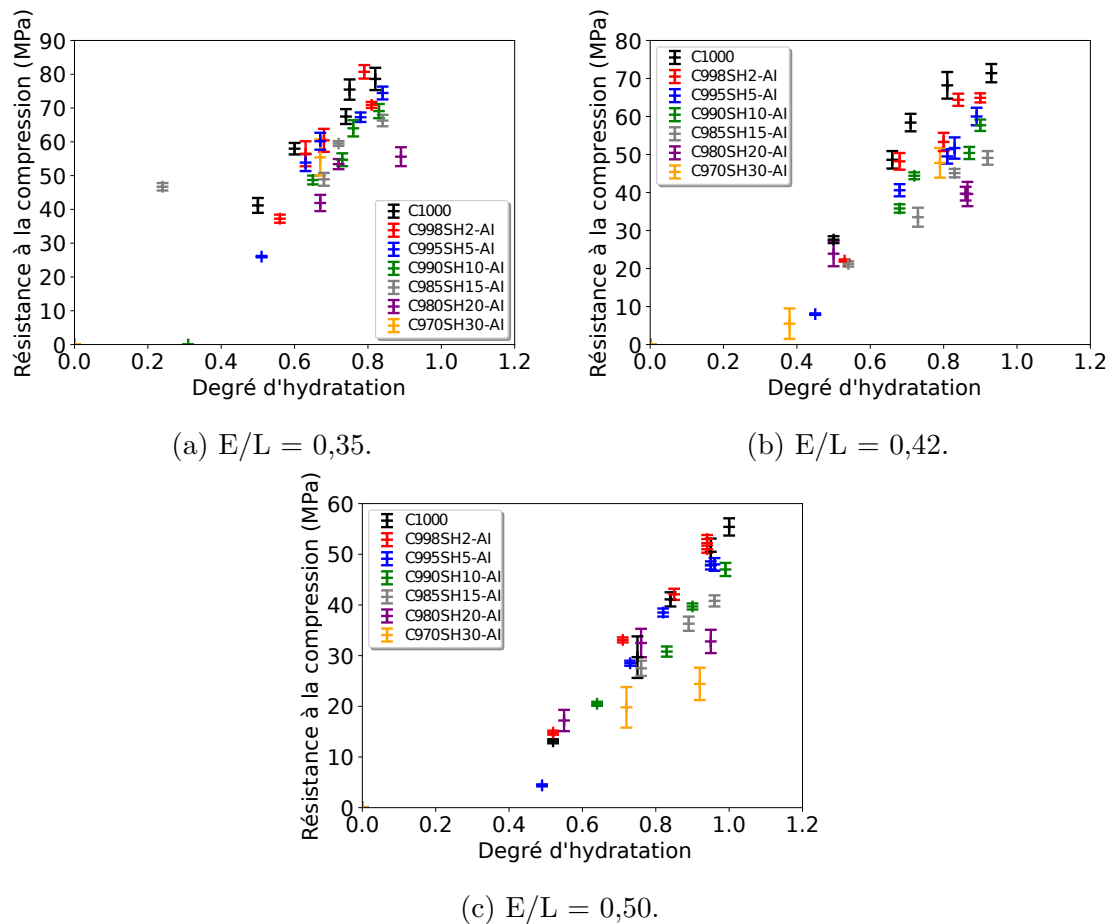


Figure. III.23 – Résistance à la compression vs. degré d’hydratation.

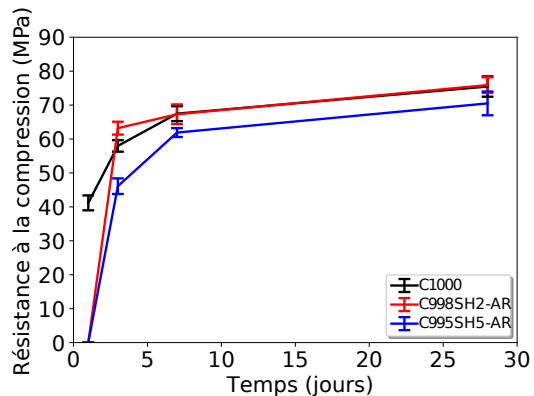
une couleur plus foncée que celle de l’étalon (préparé en dissolvant 45,0 g de $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ et 5,50 g de $CoCl_2 \cdot 6H_2O$ dans 279,5 g d’eau avec 1 ml d’HCl concentré) résulte d’une teneur élevée en matière humique. Toutefois, la teneur en SH soluble correspondant à ce seuil n’est pas rapportée dans la norme.

Tableau. III.7 – Sables testés selon la norme européenne EN 1744-1+A1.

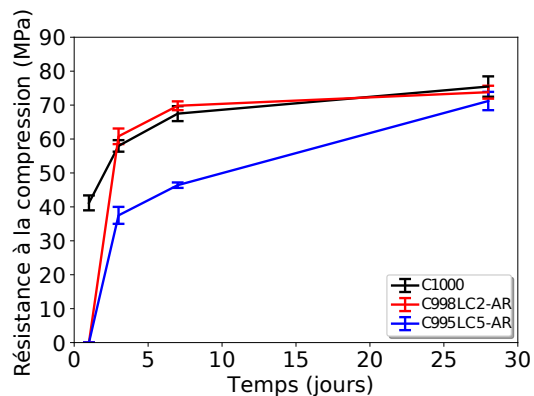
Sables contenant différents taux de substances humiques							
Échantillon	SC	SCSH2	SCSH5	SCSH10	SCSH15	SCSH20	SCSH50
Sable conventionnel (%)	100	99,9924	99,9810	99,9620	99,9430	99,9240	99,8100
Substances humiques (%)	0	0,0076	0,0190	0,0380	0,0570	0,0760	0,1900
70 %vol. de sable conventionnel + 30 % d’un sable sédiment							
Échantillon	SCSS1	SCSS2	SCSS3	SCSS4	SCSS5	SCSS6	SCSS8
Nom du sédiment	SS1	SS2	SS3	SS4	SS5	SS6	SS8
Sable conventionnel (%)	70,208	71,872	71,738	72,246	71,659	73,303	72,395
Sédiment (%)	29,792	28,128	28,262	27,754	28,341	26,697	27,605

III.6.1.2 Calorimétrie semi-adiabatique

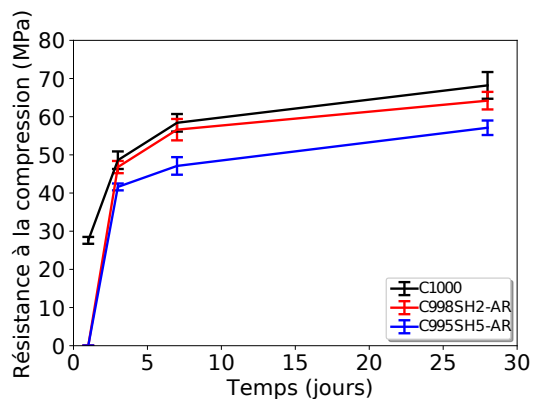
L’évolution de l’hydratation des bétons à base de sables SCSH10, SCSH20 et SCSH50 (correspond respectivement à 0,1%, 0,2% et 0,5% des SH par masse de ciment) est mesurée



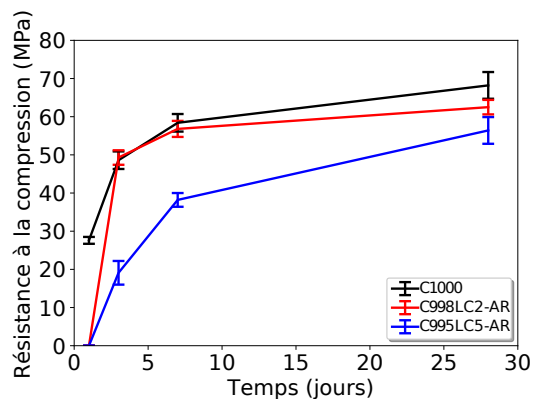
(a) SH, $E/L = 0,35$.



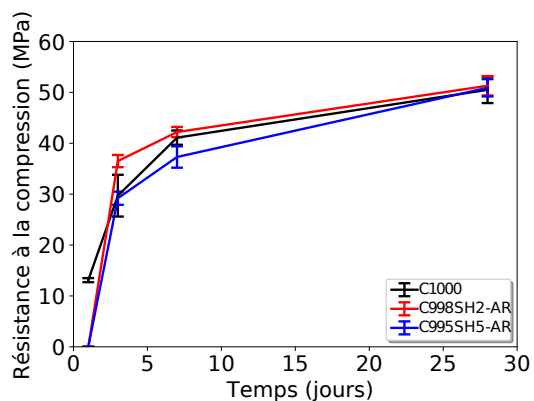
(b) LC, $E/L = 0,35$.



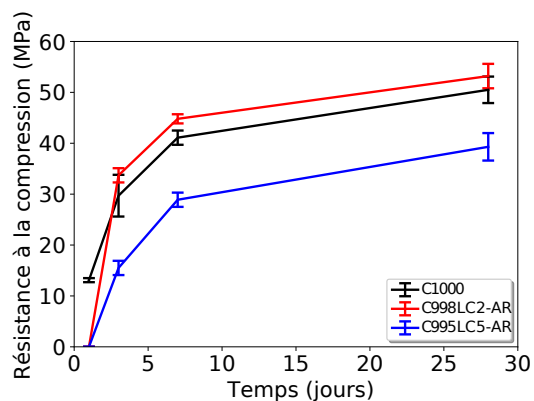
(c) SH, $E/L = 0,42$.



(d) LC, $E/L = 0,42$.



(e) SH, $E/L = 0,50$.



(f) LC, $E/L = 0,50$.

Figure. III.24 – Résistance à la compression vs. temps, pour différentes pâtes mélangées avec une addition retardée des SH ou des LC.

grâce à l'essai de calorimétrie semi-adiabatique, selon la norme européenne EN 196-9 [91] (Tableau III.8). Les résultats sont comparés à ceux des bétons à base de sables des sédiments (cf. chapitre2).

Tableau. III.8 – Formules de bétons.

Ingrédients (kg/m^3)	BSH10	BSH20	BSH50
Ciment	334,67	334,33	333,32
Sable conventionnel	881,1	881,1	881,1
Substances humiques	0,335	0,670	1,675
Graviers conventionnel	814,4	814,4	814,4
Eau effective	184,25	184,25	184,25
Eau totale	244,29	244,29	244,29
E/C	0,55	0,55	0,55

III.6.1.3 Lixiviation

Les acides humiques et fulviques sont solubles dans des solutions alcalines telles que la solution interstitielle de béton. Selon la norme européenne EN 12457-2 [78], des essais de lixiviation sont effectués sur les huit sables des sédiments (SS1, SS2, ..., SS8). Les essais sont effectués en utilisant une solution basique (NaOH 1g/l) pendant 24 heures. La matière organique lixiviée est considérée donc comme étant la fraction soluble des substances humiques.

III.6.2 Résultats

La figure III.25 montre que les couleurs des sables SCSS7 et SCSS8 à base de sédiments SS7 et SS8 respectivement sont plus foncées que celle de l'étalon préparé selon la norme européenne EN1744-1+A1 [150]. Néanmoins, la teneur en SH de ces sables est probablement inférieure à celle de SCSH15 qui contient un taux de 0,15% seulement. Par ailleurs, les essais de calorimétrie semi-adiabatique confirment que la quantité de SH soluble dans les sables des sédiments est faible, car le retard d'hydratation est inférieur à 3 heures (Tableau III.9). Les trois sables de sédiments SCSS1, SCSS2 et SCSS3 ayant des couleurs claires présentent également les périodes dormantes les plus courtes. Cette méthode de colorimétrie est donc fiable pour prédire l'effet de la matière organique des sédiments sur les propriétés des matériaux cimentaires. D'après les résultats de ces deux essais, la teneur en substances humiques solubles des sédiments étudiés semble faible et par conséquent leurs effets liés à la présence des substances humiques sur les propriétés de béton devraient également être faibles. Toutefois, l'inconvénient de l'essai colorimétrique est qu'il est basé sur le taux de substances humiques par rapport au sable, alors que l'effet des substances humiques sur les propriétés du béton est plutôt lié à leur taux par rapport au ciment. Cela signifie qu'un sable peut être rejeté par la norme EN 1774+A1 alors que son effet sur les

propriétés du béton est négligeable s'il est utilisé, dans la fabrication du béton, avec un faible dosage par rapport au ciment. Par conséquent, nous suggérons une évolution de la norme afin de tenir compte du dosage en ciment. Il suffit donc que le dosage de la solution d'hydroxyde de sodium ou celui du sable testé soit basé sur le rapport sable/ciment de la formule du béton à fabriquer.

Le tableau III.10 résume les teneurs en matière organique des sédiments avant et après lixiviation. En effet, les sédiments ayant une couleur claire pour le test de colorimétrie présentent également une faible teneur en matière organique lixiviée. Néanmoins, d'autres sédiments présentent des teneurs en matière organique lixiviée assez élevées. En effet, elle peut atteindre 10% pour le sédiment sableux SS7. Une telle teneur devrait entraîner un retard d'hydratation de plusieurs jours pour le béton BS7. En revanche, les résultats de la calorimétrie montrent un retard beaucoup plus faible ; moins de 3 heures. Par conséquent, les résultats de l'essai de lixiviation surestiment les teneurs en substances humiques dans les sédiments sableux. D'autres composants que les acides humiques peuvent donc avoir été lixiviés.

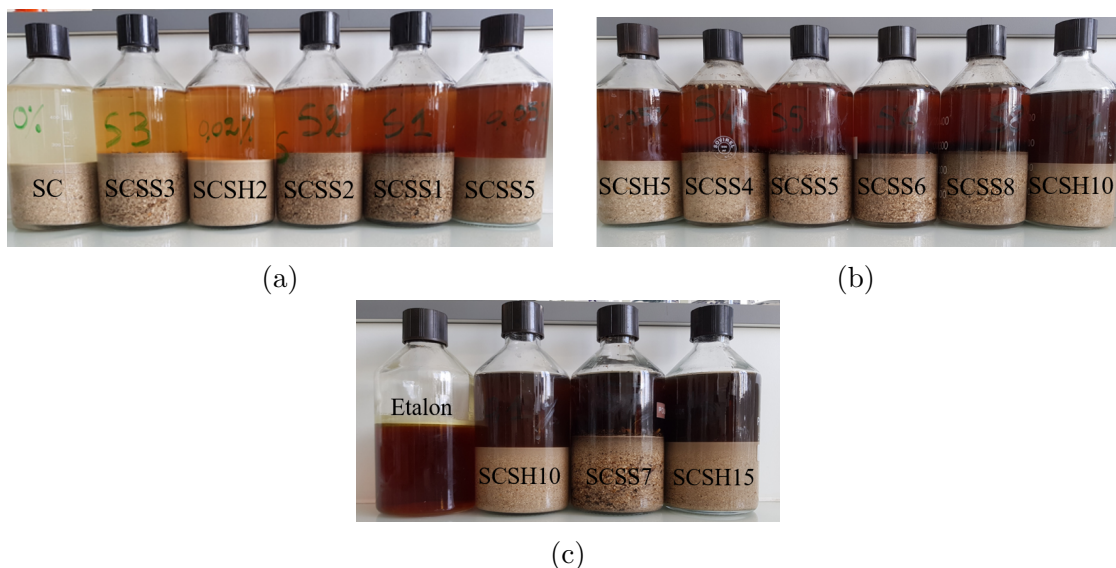


Figure. III.25 – Les résultats des tests colorimétriques : a), b) et c) Classement des différents échantillons en fonction de leurs couleurs résultantes.

Tableau. III.9 – Le retard de l'apparition du pic du flux par rapport à celui du béton de référence (BR).

Échantillon	BSH10	BSH20	BSH50	BS1	BS2	BS3	BS4	BS5	BS6	BS7	BS8
Retard de l'apparition du pic de flux	0,82	1,33	4,99	0,77	1,09	-0,58	1,83	1,13	2,73	2,09	1,25

Tableau. III.10 – La teneur en matière organique avant et après un test de lixiviation.

Échantillon	SS1	SS2	SS3	SS4	SS5	SS6	SS7	SS8
La teneur totale en matière organique (%)	2,11	1,69	1,86	2,60	3,32	3,95	14,88	3,66
La teneur en matière organique après lixiviation (%)	1,91	2,12	2,31	2,41	1,35	3,53	4,15	2,39

III.7 Conclusion

Dans une large mesure, les substances humiques (SH) se sont avérées similaires aux lignosulfonates de calcium (LC) : les deux additifs améliorent la maniabilité, prolongent la période dormante et diminuent la résistance à la compression de manière similaire.

Tant pour les SH que pour les LC, la contrainte de cisaillement de pâte fraîche diminue de manière significative pour un taux de 0,5% par masse de ciment. Une addition retardée de 0,2% suffit à induire une chute de cette contrainte. Au-delà de ces taux, la diminution de la contrainte de cisaillement est plus progressive. Ce comportement dispersif des SH et des LC est attribué à leur adsorption sur les particules de ciment, réduisant ainsi les forces d'attraction interparticulaires et empêchant le contact étroit entre les particules.

La période dormante dure de plus en plus longtemps avec l'augmentation du taux d'incorporation de SH ou de LC. En effet, elle dure 1 jour, 4 jours et plus de 20 jours respectivement pour des fractions massiques de 1%, 2% et 3% des SH ($E/L = 0,42$). Ce retard d'hydratation est dû principalement à l'adsorption des substances humiques sur les particules de ciment, formant une couche protectrice autour des particules.

Après cinq jours d'hydratation, l'amplitude du retrait chimique est indépendante du taux de SH. En revanche la variation du volume apparent diminue avec l'ajout de SH, surtout pour des rapports E/L élevés (0,42 et 0,50). Cette diminution est attribuée au ressuage qui diminue le rapport E/C de la pâte et par conséquent la prise peut se produire pour un degré d'hydratation plus faible. Pour des taux très élevés en substances humiques, le ressuage devient plus remarquable et un retard de prise est observé entre le haut et le bas de l'échantillon. Le durcissement précoce de la partie inférieure empêche la déformation de la partie supérieure, entraînant ainsi l'apparition des fissures.

L'ajout de substances humiques a un effet négatif sur la résistance à la compression. Une diminution significative de la résistance des pâtes au jeune âge est principalement due au retard d'hydratation. À 90 jours, les résultats de l'ATG montrent un taux d'hydratation similaire pour tous les échantillons fabriqués avec le même rapport E/L . Néanmoins, la diminution de la résistance est toujours détectable. Un changement de la microstructure de la pâte avec l'incorporation de SH est donc possible par un changement des hydrates produits et/ou une augmentation de la porosité.

La norme européenne EN 12620+A1 [77] exige de limiter la proportion des granulats contenant de la matière organique de sorte que le retard du temps de prise par rapport

au mortier témoin ne dépasse pas 120 min et que la réduction de la résistance à la compression reste inférieure à 20% à 28 jours. Les résultats de cette étude montrent que les pâtes contenant 0,2% et 0,5% de SH (pour les deux méthodes d'addition) répondent aux exigences de la norme européenne EN 12620+A1 [77] relatives à la résistance. Seul le taux de 0,2% (AI) répondent au critère de cette norme relatif au temps de prise. La mesure de la teneur en SH des sédiments est nécessaire afin de prédire leurs effets sur les propriétés des matériaux cimentaires. Les résultats de ce chapitre montrent que la méthode colorimétrique décrite dans la norme européenne EN 1744-1+A1 [150] est assez fiable pour mesurer la teneur en acides humiques solubles dans les sédiments sableux.

Outre la matière organique, la présence des coquillages dans les sédiments de dragage peut être également à l'origine d'une modification des propriétés des bétons à base des sédiments. Le chapitre suivant est consacré à l'évaluation de l'impact des coquillages sur les propriétés physiques, mécaniques et de durabilité des bétons.

Chapitre **IV**

Effet de l'incorporation des coquillages sur les propriétés du béton

IV.1 Introduction

Dans le chapitre 2, nous avons montré que la fraction sableuse des sédiments fluviaux peut parfaitement se substituer aux granulats conventionnels du béton. Comme sa partie fine est rejetée et sa teneur en matières organiques solubles est limitée, elle n'affecte pas d'une manière significative l'hydratation, le temps de prise, l'évolution de la résistance à la compression et le retrait total du béton. Cependant, cette nouvelle ressource peut contenir une fraction importante des coquillages centimétriques, intacts ou broyés, qui peuvent impacter les propriétés du béton. Sachant que les coquillages affectent la résistance à la compression du béton, la norme européenne EN 12620 limite leur teneur dans les granulats de béton à 10% massique [77].

Tandis que l'effet des coquillages sur les différentes propriétés du béton est souvent mesuré et rapporté, les explications sur son origine physique sont rares et précieuses. L'absorption élevée des coquillages par rapport aux granulats conventionnels peut affecter la maniabilité du béton frais [58; 94; 151; 152; 153]. L'aplatissement des coquillages broyés ou des coquillages intacts peut également augmenter la demande en eau et la demande en pâte de ciment, modifier la rhéologie du béton, augmenter la quantité d'air emprisonné et par conséquent réduire à la fois la densité et les performances mécaniques du béton. Les déformations du retrait, dues au séchage, augmentent également avec l'incorporation des coquillages [152; 154]. Cette augmentation du retrait est liée principalement à la grande différence entre les propriétés des coquillages et celles des granulats substitués notamment leur module d'élasticité et leurs propriétés physiques comme la densité et le coefficient d'absorption. La résistance à la compression [58; 94; 151; 152; 153; 155; 156; 157] et le module de Young [58; 154] diminuent à mesure que les fractions massiques des coquillages incorporés sont significatives ($> 10\%$ en masse de substitution des granulats fins ou grossiers). La baisse des propriétés mécaniques des bétons à base de coquillages dépend du fait que les coquillages sont des inclusions plates et rigides, ce qui peut entraîner des concentrations de contraintes plus élevées dans la pâte du ciment autour du coquillage (pour le cas des coquillages rigides). D'autre part, on peut se retrouver avec des coquillages moins rigides par rapport aux granulats [154] et/ou qui n'adhèrent pas parfaitement à la pâte du ciment [58; 152]. La microscopie électronique à balayage réalisée par Marinez-Carcia et al. [58] révèle des petites fissures et une porosité plus élevée dans la zone d'interface de transition (ITZ) près de la face externe du coquillage (péριοstracum) et des cavités près de sa face interne (la nacre). Le manque d'adhérence a également été attribué au contenu organique du coquillage lui-même, en particulier la chitine de la face interne de la nacre [58]. Enfin, l'incorporation d'un taux significatif de coquillages ($>20\%$ en masse) peut affecter la durabilité du matériau en augmentant sa porosité et son coefficient de diffusion des ions chlore. Néanmoins, pour les faibles taux, le comportement des bétons à base de coquillages reste comparable à celui du béton témoin [156].

Les espèces de coquillages présentes dans le bassin de la Seine sont les *Dreissena*, les *Corbicula* et les *Viviparus* [86; 87; 88]. Les deux premières familles sont très présentes dans les cours d'eau navigables, envahissantes en France et très compétitives avec les autres mollusques indigènes [86; 87], tandis que les *Viviparus* sont des mollusques classiques des rivières [88]. La présence de *Corbicula* et *Dreissena* peut conduire à bloquer les prises d'eau industrielles ou entraver le fonctionnement des écluses en raison de leur densité [86], rendant ainsi le dragage indispensable. Alors que *Dreissena* et *Viviparus* sont plus légers et peuvent être facilement enlevés par soufflage (*Dreissena*) ou par flottage (*Viviparus*), les *Corbiculas* sont denses et leur séparation du sable sédimentaire est difficile à réaliser par une procédure classique. L'objectif de ce chapitre est donc d'évaluer l'effet de l'incorporation des coquillages, de type *Corbicula*, sur les propriétés physiques, mécaniques et de durabilité du béton.

IV.2 Matériaux et méthodes

IV.2.1 Matériaux

Le ciment et les granulats utilisés pour cette étude sont les mêmes que ceux présentés dans le 2^{ème} chapitre, il s'agit respectivement du ciment Portland de type CEM I 52,5 de l'usine de Calcia (Beffes) et des granulats alluviaux (sable 0/4 mm et graviers 4/20 mm) provenant des carrières des Ormes.

Les coquillages utilisés dans cette campagne expérimentale comme substitut des graviers sont des coquillages de type *Corbicula* obtenus par tri à partir des sédiments fluviaux du bassin de la Seine (Figure IV.1). Les distributions granulométriques des coquillages et des graviers conventionnels sont déterminées par tamisage à sec, selon la norme européenne EN 933-1 [83], et représentées sur la figure IV.2. Les courbes montrent que les coquillages contiennent moins d'éléments fins que les graviers conventionnels. Les propriétés physiques des coquillages sont présentées dans le tableau IV.1 : la densité et l'absorption d'eau sont mesurées conformément à la norme européenne EN 1097-6 [84] à l'aide d'un pycnomètre, tandis que le coefficient d'aplatissement est mesuré conformément à la norme européenne EN 933-3 [89]. Les résultats de ces essais montrent que les coquillages sont moins denses et absorbent plus d'eau que les graviers conventionnels.

Tableau. IV.1 – Propriétés physiques des granulats et coquillages

Échantillon	Sable	Graviers	Coquillages
Densité	2,41	2,53	2,24
Coefficient d'absorption d'eau (%)	4,70	2,32	4,50
Coefficient d'aplatissement (%)	—	31	100



Figure. IV.1 – coquillages de type Corbicula

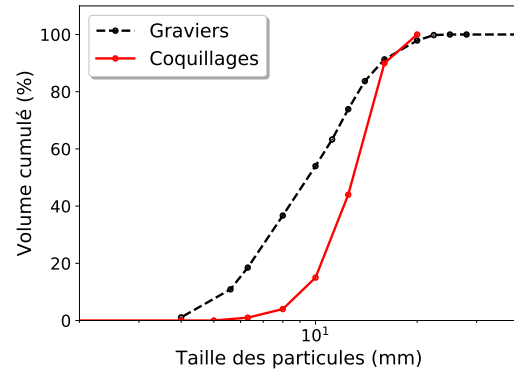


Figure. IV.2 – Répartition granulométrique

IV.2.2 Fabrication des bétons

Le béton souhaité est de classe C30/37 avec une bonne maniabilité S4 (16-21 cm) pour un rapport eau/ciment (E/C) de 0,55. L'étude est menée sur sept formules différentes de béton. Le seul changement d'un béton à l'autre est le taux de substitution volumique des graviers conventionnels (GC) par des coquillages (COQ). Les taux étudiés sont 0%, 2,5%, 5%, 7,5%, 10%, 20% et 100%. Le tableau IV.2 indique les quantités des différents ingrédients composant $1 m^3$ pour les différents bétons. L'eau totale est calculée en tenant compte des coefficients d'absorption d'eau des granulats et des coquillages afin d'éviter toute modification de l'ouvrabilité.

Tableau. IV.2 – Compositions des différents bétons pour $1m^3$.

Ingrédients	Taux de substitution (% par volume)						
	0	2,5	5	7,5	10	20	100
	B0	B2,5	B5	B7,5	B10	B20	B100
Ciment (kg)	335	335	335	335	335	335	335
Sable (0/4mm)(kg)	881,10	881,10	881,10	881,10	881,10	881,10	881,10
Graviers (4/20mm)(kg)	814,40	794,04	773,68	753,32	732,96	651,52	0
Coquillages (4/20mm)(kg)	0	18,02	36,03	54,05	72,07	144,13	721,62
Eau effective (kg)	184,25	184,25	184,25	184,25	184,25	184,25	184,25
Eau totale (kg)	244,29	244,63	244,97	245,31	245,64	247,00	257,83

IV.2.3 Essais sur bétons

IV.2.3.1 Propriétés physiques du béton

L'essai d'affaissement au cône d'Abrams est réalisé selon la norme européenne EN 12350-2 [90]. La mesure de la masse par unité du volume des bétons frais et durcis (à 28 et 90 jours) est basée sur la pesée des éprouvettes cylindriques 11cm x 22cm.

IV.2.3.2 Propriétés mécaniques

La résistance à la compression est mesurée conformément à la norme européenne EN 12390-3 [92] sur des éprouvettes cylindriques de 11 cm × 22 cm. Les échantillons sont stockés dans l'eau puis rectifiés, pour avoir une surface plane, et chargés à l'âge de 28 ou 90 jours. Pour les différents mélanges, les essais sont effectués sur trois échantillons chargés au même âge.

Le module d'élasticité est mesuré sur les mêmes éprouvettes dédiées à la résistance à la compression. L'essai consiste à comprimer l'échantillon du béton et à mesurer les déformations grâce aux trois capteurs LVDT de 1 mm de course et qui sont disposés à 120° autour d'une cellule extensométrique (Figure IV.3).

La résistance à la traction par fendage est mesurée selon la norme européenne EN 12390-6 [158] (Figure IV.11). La valeur de la résistance à la traction est obtenue en faisant la moyenne sur trois éprouvettes cylindriques chargés à 28 jours. Cet essai n'est pas réalisé pour le taux de substitution de 100%.

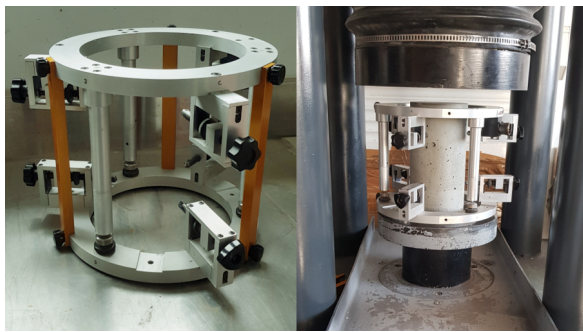


Figure. IV.3 – Dispositif de l'essai de module d'élasticité.

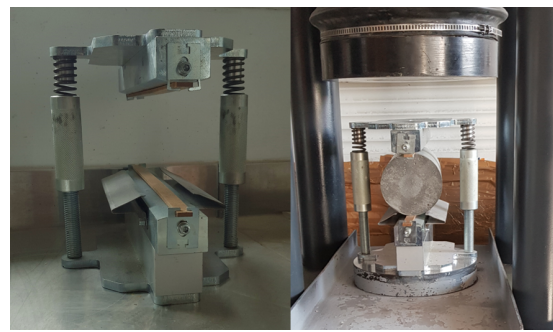


Figure. IV.4 – Dispositif d'essai de fendage.

IV.2.3.3 Retrait

L'essai de retrait est effectué sur des échantillons prismatiques de $7 \times 7 \times 28 \text{ cm}^3$. Les mesures ont commencé immédiatement après le démoulage et se sont poursuivies jusqu'à l'âge de 90 jours. Pendant toute cette période de l'essai, les échantillons sont conservés dans une enceinte climatique à 20°C et 50 % d'humidité. Le retrait indiqué est la moyenne de trois mesures enregistrées sur trois échantillons différents. Cet essai n'est pas réalisé pour le taux de substitution de 100%.

IV.2.3.4 Propriétés de durabilité

A l'âge de 90 jours, où le développement de la microstructure est relativement stable, trois grandeurs liées à la durabilité sont mesurées : la porosité, la diffusion des ions chlore et la carbonatation. Les différents essais sont effectués sur des disques de 5 cm d'épaisseur d'une éprouvette de béton 11 cm x 22 cm (Figure IV.5). Les tranches n°1, 2 et 3 sont

destinées respectivement à la carbonatation, la diffusion et la porosité. Une tranche de 1 cm d'épaisseur est aussi récupérée pour réaliser des essais de micro-indentation (cf. le 5^{ème} chapitre).

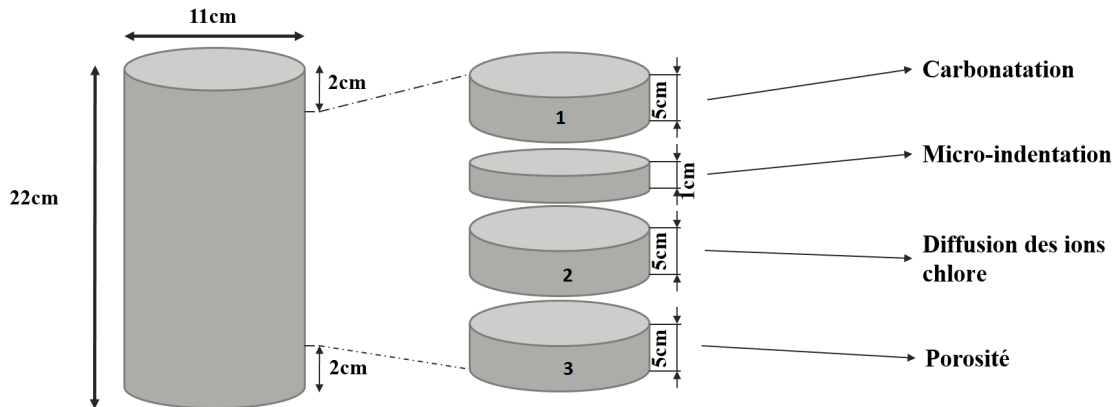


Figure. IV.5 – Échantillons pour les essais de durabilité.

• Porosité à l'eau

La porosité accessible à l'eau est mesurée sur des échantillons cylindriques de 11 cm de diamètre et de 5 cm d'épaisseur, selon la norme française NF P18-459 [159], moyennant quelques modifications. En effet, l'échantillon est mis sous vide (sous une pression 25 mbars) pendant 4 heures puis saturé d'eau pendant 72 heures sous la même pression (au lieu de 44 heures exigées par la norme). Ensuite, une pesée hydrostatique (m_{eau}) est réalisée. Au moyen d'un chiffon, on assure une surface mate de l'échantillon avant de procéder à une nouvelle pesée dans l'air (m_{air}). Puis, l'échantillon est mis dans une étuve à 80°C (au lieu de 105°C exigée par la norme ; afin d'éviter l'endommagement des coquillages) jusqu'à l'obtention d'une masse constante (m_{sec}). Ces trois valeurs nous permettent de calculer la porosité de l'échantillon :

$$p(\%) = \frac{m_{air} - m_{sec}}{m_{air} - m_{eau}} \quad (IV.1)$$

• Diffusion des ions chlore

L'essai de diffusion des ions chlore consiste à déterminer la résistance d'un béton à la pénétration des ions chlore en solution selon la norme européenne EN 12390-11 [160]. Après 90 jours, la tranche de 5 cm d'épaisseur est placée sous vide pendant 24 h puis saturée dans une solution basique pendant 72 h. Afin d'imposer une diffusion unidirectionnelle, la surface latérale de la tranche est recouverte de résine avant qu'elle soit fixée de façon étanche dans une cellule à deux compartiments (Figure IV.6). L'ensemble étant relié à un générateur de courant continu fournissant une tension constante de 12 V aux bornes de l'échantillon. Le suivi de l'essai consiste à prélever régulièrement (chaque 24 h) la solution dans le compartiment basique et à quantifier le dosage en chlorure grâce à un titrage

par une solution de nitrate d'argent ($AgNO_3$). Une fois le régime permanent atteint, le coefficient de diffusion effectif est calculé par la relation de Nernst-Plank [161] :

$$D_e = \frac{JRTL}{zF\Delta EC} \quad (IV.2)$$

Où D_e est le coefficient de diffusion effectif ($m^2.s^{-1}$); J est le flux permanent des ions chlore ($mol.m^{-2}.s^{-1}$); R est la constante des gaz parfaits ($8,3144 J.mol^{-1}.K^{-1}$); T est la température des solutions (K); L est l'épaisseur de l'échantillon (5 cm); z est la valence du chlore (1); C est la concentration des ions chlore dans le compartiment cathodique ($mol.m^{-3}$); F est constante de Faraday ($96\,487 J.mol^{-1}.V^{-1}$); ΔE est la tension appliquée aux bornes de l'échantillon (V).

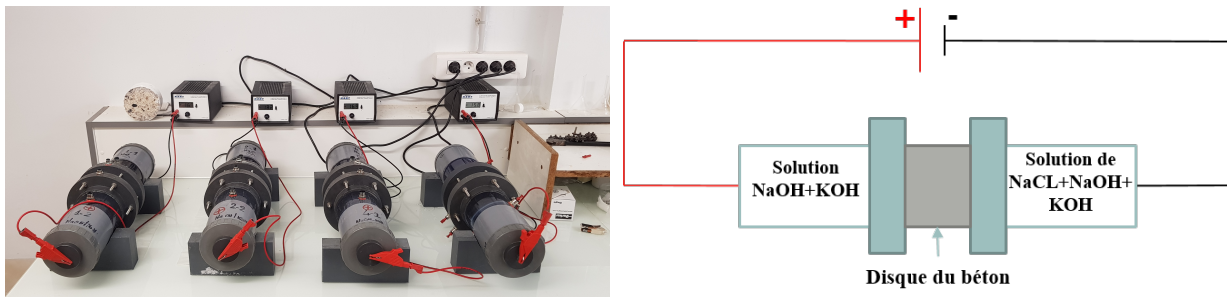


Figure. IV.6 – Essai de diffusion des ions chlore.

- **Carbonatation**

Pour mesurer la profondeur de carbonatation de nos bétons, un essai de carbonatation accéléré est réalisé selon la norme française XP P18-458 [162]. Les tranches de 5 cm d'épaisseur sont déposées dans une enceinte à 3% de CO_2 . Après un et trois mois, les échantillons sont récupérés, fendus et le cœur des échantillons est aspergé de phénolphthaleine. La profondeur de carbonatation est alors déterminée en mesurant la profondeur moyenne de la zone incolore.

IV.3 Résultats et interprétations

IV.3.1 Affaissement

Le tableau IV.3 montre que les affaissements des bétons à base de coquillages sont similaires à celui du béton témoin pour des substitutions inférieures à 20% volumique. La prise en compte de l'eau absorbée par les coquillages et par conséquent l'utilisation du même rapport E/C effectif pour tous les bétons, peut être à l'origine des valeurs obtenues. Ces résultats montrent aussi que l'augmentation du coefficient d'aplatissement et de la

surface spécifique de l'ensemble des granulats, due à une substitution allant jusqu'à 20% en volume, n'ont aucun effet sur l'affaissement. Cependant, une substitution totale augmente largement la demande en pâte du ciment, à cause de la surface spécifique importante des coquillages et, par conséquent, une diminution importante de l'ouvrabilité du béton a été mesurée.

Le tableau IV.3 présente les valeurs des masses volumiques des différents bétons à l'état frais. Les résultats montrent que la masse volumique ne change pas pour des taux de substitution inférieurs à 20%. Ce phénomène est lié d'une part à la légère différence entre la densité des coquillages et celle des graviers et d'autre part aux faibles taux de substitution qui représentent moins de 7% du volume total du béton. Quant à la substitution totale, une petite diminution de masse volumique a été constatée.

Tableau. IV.3 – Propriétés physiques du béton frais.

Propriétés	Taux de substitution (%)						
	0	2,5	5	7,5	10	20	100
Affaissement (± 1 cm)	21	20	21	21	20	20	15
Masse volumique ($\pm 0,02$ g/cm ³)	2,47	2,48	2,47	2,48	2,48	2,47	2,45

IV.3.2 Propriétés mécaniques

IV.3.2.1 Résistance à la compression

La figure IV.7 présente les valeurs de la résistance à la compression pour tous les bétons étudiés à 28 et 90 jours. Les résultats obtenus montrent que la résistance à la compression diminue avec l'augmentation du taux d'incorporation des coquillages dans le mélange. Cette diminution est quasi linéaire jusqu'à 20% de substitution ; les substitutions de 5%, 10% et 20% diminuent la résistance à la compression, à 90 jours, de 2,2 MPa, 4,9 MPa et 10,4 MPa, respectivement. Toutefois, cette linéarité ne continue pas jusqu'au taux de 100% où la résistance à la compression est de 15,3 MPa. L'impact des coquillages sur la résistance à la compression a fait l'objet de plusieurs études [58; 94; 152; 157]. La fragilité des coquillages par rapport aux granulats conventionnels et l'augmentation de la porosité totale due à la perturbation de l'empilement granulaire, ont été les principales explications de la diminution de la résistance. Comme les coquillages utilisés pour cette étude sont durs et que la densité du béton reste inchangée avec leur incorporation jusqu'à 20% (Tableau IV.4), les explications possibles de cette diminution semblent être la forte concentration de contraintes autour du coquillage à cause de sa forme aplatie ou la faible adhérence entre le mortier et le coquillage. Ces deux effets seront étudiés plus en détail dans le chapitre suivant à l'aide d'une modélisation par éléments finis. En effet, la figure IV.9 montre une différence entre la qualité d'adhérence mortier/gravier et celle de mortier/coquillage. La zone d'interface de transition (ITZ) du coquillage montre

un manque absolu d'adhérence, voire un décollement, surtout pour la face extérieure du coquillage. Ces observations sont confirmées par des images MEB (Figure IV.10). La porosité élevée sur la face interne (Figure IV.9) peut être expliquée par la forme courbée du coquillage qui favorise le piégeage de l'eau. L'ITZ du gravier est également imparfaite et elle est légèrement plus poreuse que le mortier présent loin des granulats, mais l'adhérence mortier/gravier est toujours assurée. Le coefficient d'aplatissement élevé des coquillages augmente la surface occupée par les ITZs, et par conséquent l'effet sur la résistance à la compression devient plus prononcé. Il convient également de noter que le volume occupé par l'ITZ est si petit qu'il n'affecte que légèrement la porosité totale du béton. Cependant, la qualité de l'ITZ est capable d'affecter d'une manière significative ses propriétés mécaniques [163; 164].

Tableau. IV.4 – Masse volumique des différents bétons à 28 et 90 jours, mesurée sur les éprouvettes des essais de la résistance à la compression.

Masse volumique	Taux de substitution (%)						
	0	2,5	5	7,5	10	20	100
À 28 jours ($\pm 0,02 \text{ g/cm}^3$)	2,44	2,45	2,45	2,44	2,46	2,45	2,43
À 90 jours ($\pm 0,02 \text{ g/cm}^3$)	2,48	2,46	2,45	2,46	2,46	2,46	2,44

IV.3.2.2 Module d'élasticité

Les résultats du module élastique suivent la même tendance que la résistance à la compression (Figure IV.8). La baisse du module entre le béton témoin et celui à 20% de coquillages est de 17% à 28 jours et 19% à 90 jours. Cette forte diminution du module pour seulement une substitution de 20% ne peut pas être expliquée que par une faible rigidité des coquillages par rapport à celle des graviers conventionnels. Cependant, le manque d'adhérence entre le coquillage et le mortier pourrait justifier cette baisse. Dans ce sens, Li et al. [165], à l'aide d'un modèle numérique, ont constaté que le module d'élasticité du béton diminue avec la diminution du module d'élasticité de l'ITZ.

IV.3.2.3 Résistance à la traction par fendage

Les résultats de l'essai de fendage sont présentés sur la figure IV.11. Même si la barre d'erreur des résultats issus de cet essai est importante, les moyennes montrent une tendance claire concernant l'effet des coquillages sur la résistance à la traction par fendage. L'incorporation des coquillages à 20% induit une baisse de 25% de la résistance à la traction. Comme cette propriété traduit l'adhérence entre les granulats et la matrice, sa diminution est donc liée à la faible adhérence coquillage/mortier.

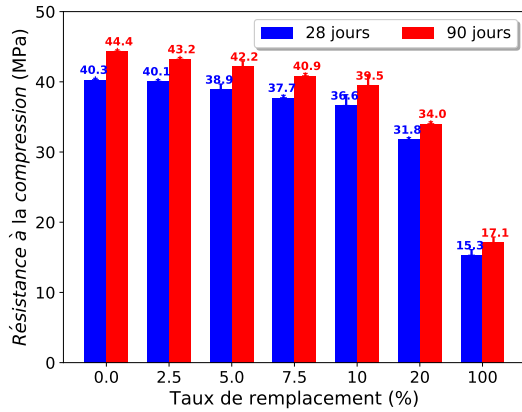


Figure. IV.7 – Résistance à la compression à 28 et 90 jours vs. taux de substitution.

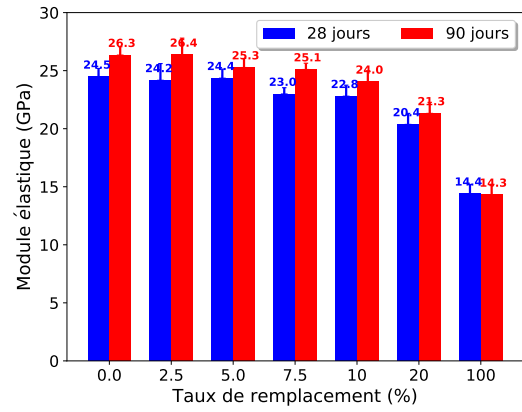


Figure. IV.8 – Module d'élasticité à 28 et 90 jours vs. taux de substitution.

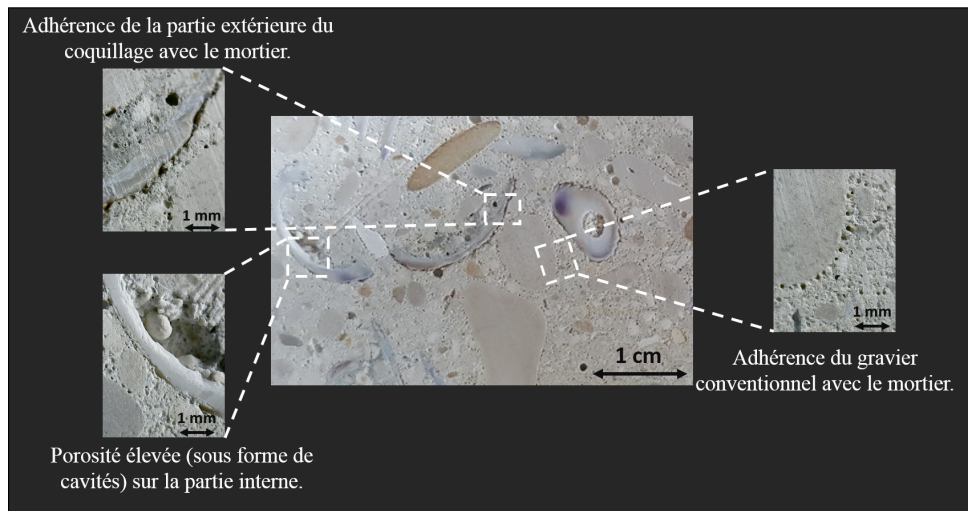


Figure. IV.9 – Observations des interfaces mortier/gravier et mortier/coquillage.

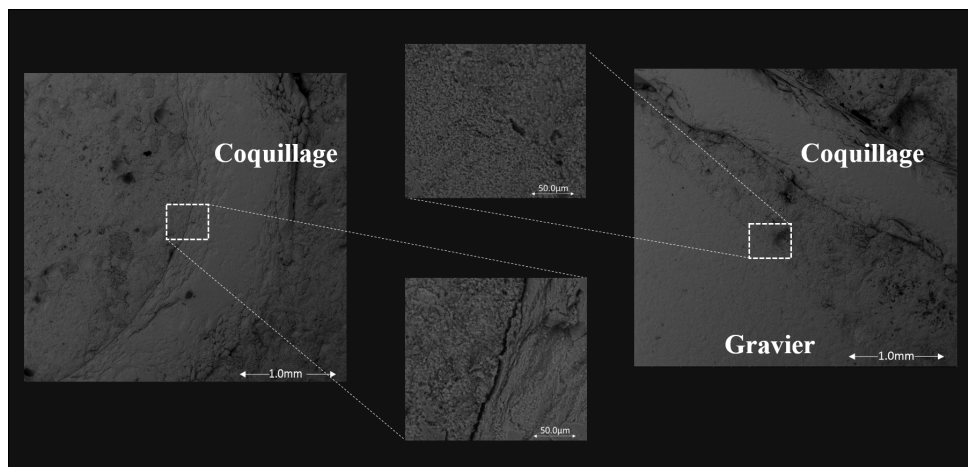


Figure. IV.10 – Observations au MEB de la microstructure du béton.

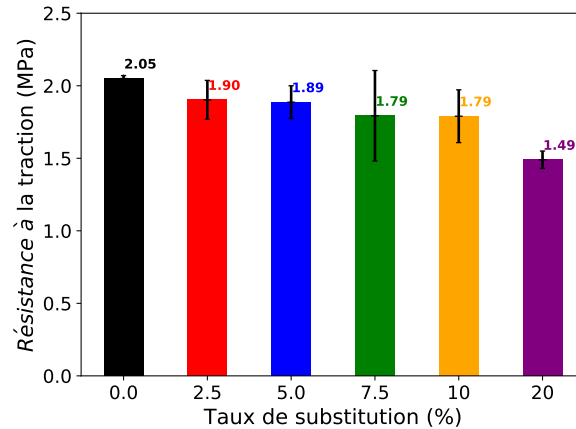


Figure. IV.11 – Résistance à la traction par fendage à 28 jours vs. taux de substitution.

IV.3.3 Retrait total

Le retrait total mesuré est une variation de longueur des éprouvettes $7 \times 7 \times 28 \text{ cm}^3$. Le calcul du retrait s'effectue en utilisant la formule suivante (sous forme de pourcentage) :

$$Retrait(t) = \frac{H(t) - H_0}{H_0} * 100 \quad (\text{IV.3})$$

Où H_0 est la longueur initiale de l'éprouvette, mesurée dès le démoulage, et $H(t)$ celle mesurée à l'instant t .

Le retrait total est la somme du retrait endogène et du retrait de dessiccation, dus respectivement au processus chimique d'hydratation du ciment et aux échanges d'eau entre le béton et le milieu extérieur. L'évolution de cette propriété pour chacune des différentes formules est présentée sur la figure IV.12. Les résultats montrent que le remplacement jusqu'à 20% en volume des graviers conventionnels par les coquillages n'a pas d'effet significatif sur le retrait du béton. La perte de masse pendant les trois mois a également été mesurée sur les mêmes échantillons de $7 \times 7 \times 28 \text{ cm}^3$ (Figure IV.13). Les résultats sont cohérents avec ceux du retrait ; l'utilisation des coquillages comme graviers n'affecte pas la perte de masse du béton. Cette observation confirme celle rapportée dans [58] ; l'utilisation des coquillages en tant que graviers n'affecte pas la perte de masse contrairement à leur utilisation en tant que sable où cette perte de masse augmente avec le taux de remplacement. L'utilisation du même rapport E/C et la substitution par volume fournissent la même fraction volumique et les mêmes propriétés au mortier. Ainsi, le fait que la substitution des graviers par les coquillages n'affecte pas le retrait suggère que leurs propriétés mécaniques, en particulier leurs modules élastiques, soient comparables.

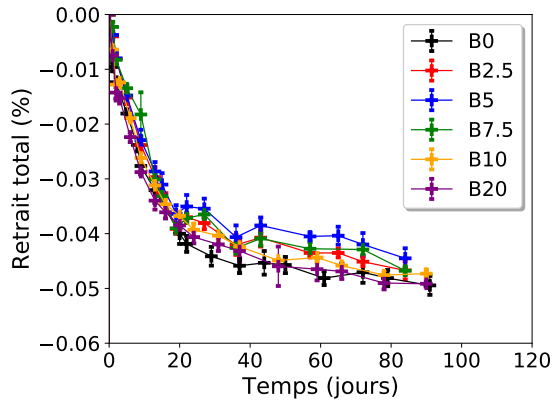


Figure. IV.12 – Retrait total vs. temps.

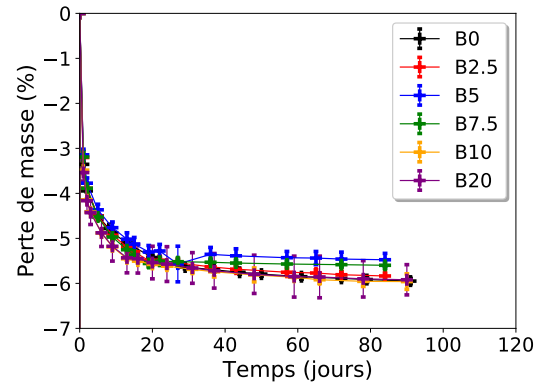


Figure. IV.13 – Perte de masse vs. temps.

IV.3.4 Porosité

Les porosités des bétons incorporant des coquillages et celle du béton témoin sont similaires jusqu'à une substitution de 20% (Figure IV.14). En effet, la porosité est principalement liée à celle du mortier dont la composition et la fraction volumique sont maintenues d'un béton à l'autre. L'incorporation des coquillages s'effectue par volume ; à l'exception des graviers, les fractions volumiques des autres composants restent inchangées. En outre, les propriétés des coquillages (notamment la densité et le coefficient d'absorption) ne sont pas très différentes de celles des graviers pour qu'on puisse constater un changement de la porosité pour une substitution inférieure à 20%. En effet, la forme incurvée des coquillages peut augmenter la demande en eau, la quantité d'air emprisonnée et, par conséquent, la porosité du mortier environnant. L'épaisseur de ce mortier affecté est très mince ($< 0,1$ mm) [58] ; en d'autres termes, elle est inférieure à 1% du volume total pour une substitution de 20%. En revanche, pour une substitution totale, la porosité de l'interphase entourant les coquillages peut affecter la porosité globale du béton. En outre, pour des taux de coquillages très élevés, un changement de l'empilement granulaire du mélange en raison de la forme des coquillages a lieu, engendrant plus de porosité.

IV.3.5 Diffusion des ions chlore

La figure IV.15 montre l'évolution de la concentration cumulée de NaCl en fonction du temps pour les différents bétons. Les résultats ne présentent pas une tendance claire par rapport à l'effet des coquillages sur la concentration cumulée en NaCl atteinte à la fin de l'essai ou sur le temps nécessaire pour que le régime permanent soit atteint. La diffusion est liée à la microstructure du béton, principalement à sa porosité et à l'inter-connectivité de cette porosité. Plus le béton est poreux, plus il favorise la diffusion des ions chlore. Comme la porosité du béton ne change pas avec l'incorporation des coquillages jusqu'à 20%, le comportement du béton par rapport à la diffusion est censé rester inchangé. Le coefficient

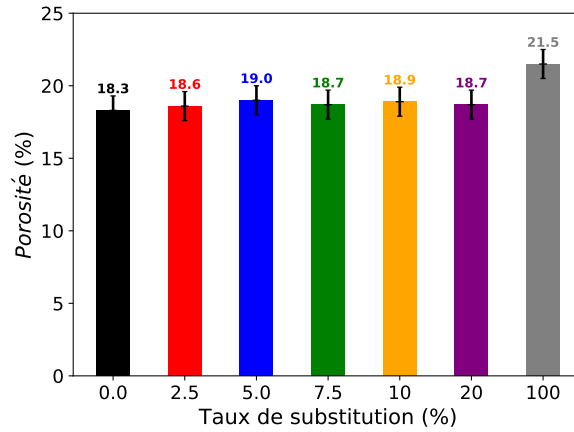


Figure. IV.14 – Porosité vs. taux de substitution.

de diffusion a été calculé selon l'équation (IV.2) et les valeurs sont représentés sur la figure IV.16. Les résultats montrent une barre d'erreur importante notamment pour les bétons à base de coquillages. En effet, la diffusion des ions chlore augmente avec la diminution de la qualité de l'ITZ et lorsqu'elles sont inter-connectées [166; 167]. L'inter-connectivité des ITZs est plus prépondérante avec l'utilisation des coquillages en raison de leur surface spécifique élevée. En outre, la diffusion dépend également de l'orientation du coquillage ; lorsque le coquillage est parallèle à la direction de la diffusion, il favorise la migration des ions chlore. En revanche, si le coquillage est perpendiculaire à cette direction, il joue donc le rôle d'une barrière qui empêche la diffusion. Par ailleurs, la taille de l'échantillon de l'essai (5 cm x 11 cm) ne permet pas d'assurer l'isotropie de la distribution des coquillages. Cela pourrait donc expliquer la grande barre d'erreur que nous avons constatée. L'effet de la qualité de l'ITZ sur le coefficient de diffusion est également étudié dans le chapitre suivant à l'aide d'une modélisation par éléments finis.

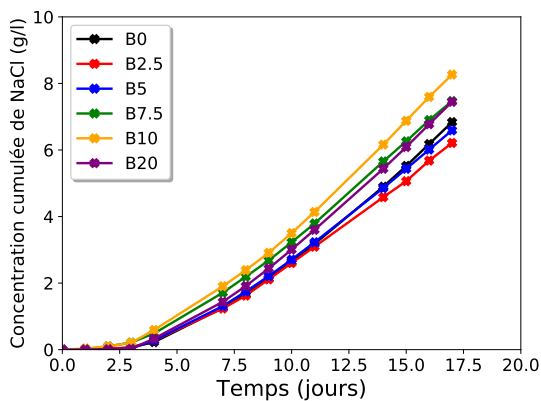


Figure. IV.15 – Concentration cumulée de NaCl vs. temps.

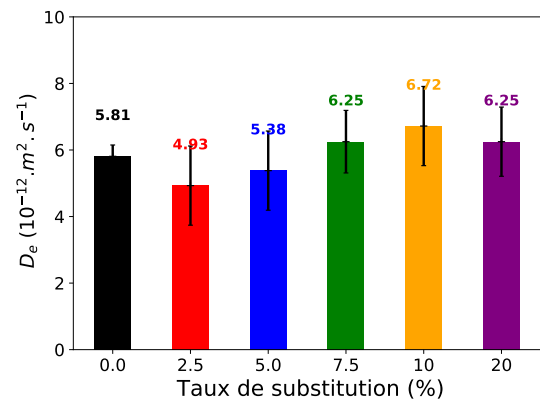


Figure. IV.16 – Coefficient de diffusion vs. taux de substitution.

IV.3.6 Carbonatation

La profondeur de carbonatation est obtenue en mesurant l'épaisseur du béton qui est resté incolore après le test à la phénolphthaléine (Figure IV.17). Pour chaque formule, deux échantillons ont été testés après un et trois mois de stockage dans une enceinte à 3% CO_2 . Les résultats (Tableau IV.5) montrent que la profondeur de carbonatation du béton ne varie pas avec le taux de substitution des graviers conventionnels par des coquillages. Cette propriété dépend de la microstructure du mortier qui lui ne change pas d'un béton à l'autre.



Figure. IV.17 – Épaisseur de la partie carbonatée des différents bétons après un mois dans une enceinte à 3% CO_2 .

Tableau. IV.5 – Profondeur de carbonatation.

Durée de stockage	Taux de substitution (%)					
	0	2,5	5	7,5	10	20
Un mois ($\pm 1mm$)	11	12	12	12	12	12
Trois mois ($\pm 2mm$)	18	18	18	17	18	18

IV.4 Compensation de la baisse des propriétés mécaniques du béton

La section précédente de ce chapitre a montré que l'utilisation des coquillages en tant que graviers, jusqu'à un taux de 20%, n'affecte que les propriétés mécaniques du béton alors que les propriétés rhéologiques, physiques et de durabilité ne sont pas modifiées. Nous consacrons cette partie à la compensation de la baisse des propriétés mécaniques, notamment la résistance à la compression et le module d'élasticité.

La méthode souvent utilisée pour augmenter la résistance d'un béton est celle de réduire sa porosité en diminuant le rapport E/C. Afin de limiter l'impact sur l'environnement, le dosage en ciment est maintenu constant alors que ceux du sable et des graviers

sont modifiés mais en gardant le même rapport massique sable/graviers. L'étude de compensation est effectuée sur le taux de substitution de 10% pour deux rapports E/C de 0,50 et 0,45.

Tableau. IV.6 – Compositions des bétons à différents E/C pour $1m^3$.

Ingrédients	Formules			
	B0 _{0,55}	B10 _{0,55}	B10 _{0,50}	B10 _{0,45}
Ciment (kg)	335,00	335,00	335,00	335,00
Sable (0/4mm)(kg)	881,10	881,10	902,54	923,98
Graviers (4/20mm)(kg)	814,40	732,96	750,79	774,94
Coquillages (4/20mm)(kg)	0,00	72,07	73,92	76,29
E/C	0,55	0,55	0,50	0,45
Eau effective (kg)	184,25	184,25	167,50	150,75
Eau totale (kg)	244,29	245,64	230,39	215,31

Pour les nouvelles formules, les essais de la résistance à la compression et du module d'élasticité sont réalisés à 28 jours. Pour E/C = 0,45, les propriétés mécaniques du béton à base de 10% de coquillages (B10_{0,45}) dépassent largement celles du béton témoin à E/C = 0,55 (B0_{0,55}). La résistance à la compression et le module d'élasticité sont augmentés de 2,5 MPa et 3,5 GPa respectivement (Figures IV.18 et IV.19). D'autre part le rapport E/C = 0,50 est suffisant pour compenser la baisse de la résistance à la compression et du module d'élasticité due à l'incorporation de 10% des coquillages. À 28 jours, la résistance à la compression et le module d'élasticité du béton B10_{0,50} sont respectivement de 39,1 ± 0,8 MPa et 23,8 ± 0,8 GPa. Par ailleurs, la diminution du dosage en eau et l'augmentation de ceux du sable et des graviers sont bien évidemment susceptibles d'affecter l'ouvrabilité du béton. L'essai d'affaissement au cône d'Abrams est donc réalisé immédiatement après le malaxage et les valeurs sont présentées dans le tableau IV.7. Les résultats montrent que le béton B10_{0,50} se situe dans la limite basse de la classe S4. Dans les conditions d'un chantier, le temps de livraison de ce béton en toupie est capable de changer sa classe d'affaissement. Pour remédier à ce problème, on propose d'ajouter les substances humiques qui sont à la fois un composant des sédiments et un plastifiant (Cf. chapitre 3). Un taux de 0,2% des substances humiques par masse du ciment est ajouté avec retard ; après 10 min par rapport au premier contact des ingrédients (B10_{0,50}^{0,2}). D'après le chapitre 3, ce taux et cette méthode d'addition permettent d'améliorer la maniabilité de la pâte sans pour autant affecter l'hydratation et la résistance à la compression. En effet, les résultats montrent effectivement que le béton B10_{0,50}^{0,2} a un affaissement et un module élastique similaires à ceux du béton témoin B0_{0,55} mais une résistance à la compression bien inférieure. Toutefois, avec la faible porosité de B10_{0,50}^{0,2} (mesurée à 90 jours) par rapport à celle de B10_{0,55}, on pourrait s'attendre à des meilleures propriétés de durabilité (Tableau IV.7).

Tableau. IV.7 – Propriétés physiques.

	Formules				
	B0 _{0,55}	B10 _{0,55}	B10 _{0,50}	B10 _{0,50} ^{0,2}	B10 _{0,45}
Affaissement ($\pm 1cm$)	21	20	17	21	7
Masse volumique à 28 jours ($\pm 0,02g/cm^3$)	2,44	2,46	2,48	2,48	2,49
Porosité ($\pm 1\%$)	18	19	17	17	—

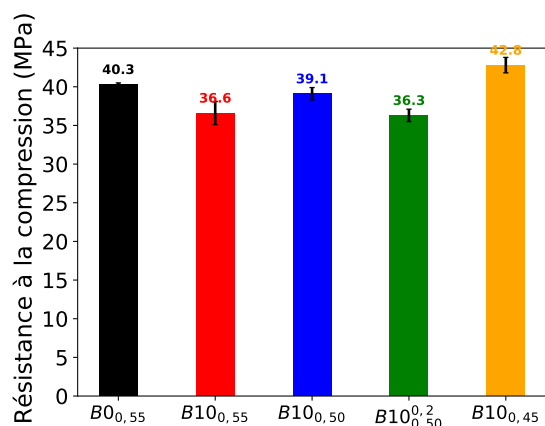


Figure. IV.18 – Résistance à la compression

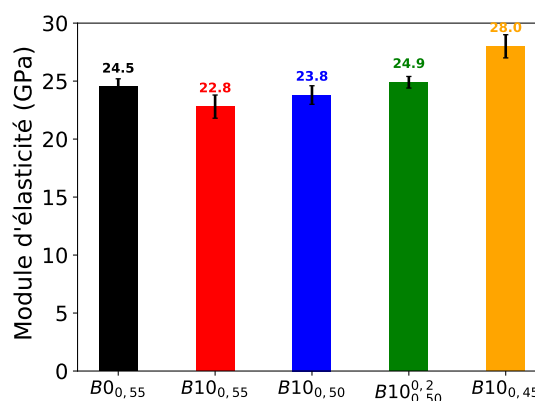


Figure. IV.19 – Module d'élasticité

IV.5 Conclusion

Ce chapitre est consacré à l'évaluation de l'effet de l'incorporation des coquillages sur les propriétés physiques, mécaniques et de durabilité du béton. Les coquillages utilisés dans cette étude sont des coquillages de type Corbicula, qui représentent un composant omniprésent dans le gisement des sédiments francilien. Ces coquillages sont utilisés comme substitut aux graviers avec des taux volumiques de 2,5%, 5%, 7,5%, 10%, 20% et 100%. Les résultats expérimentaux ont montré qu'il n'y a aucun effet de l'incorporation des coquillages sur l'affaissement, le retrait et les propriétés de durabilité (la porosité, la diffusion des ions chlore et la carbonatation) du béton pour des substitutions inférieures à 20%. D'une part, ces résultats sont attribués à la légère différence entre les propriétés des coquillages et celles des graviers ainsi qu'aux faibles taux de substitution utilisés, qui représentent moins de 7% du volume total. D'autre part, ces propriétés sont principalement liées à celles du mortier dont la composition ne change pas d'un béton à l'autre. Cependant, une substitution totale des graviers par des coquillages rend l'effet de la surface spécifique important et la forte demande de pâte plus notable en diminuant l'affaissement et en augmentant la porosité.

La faible qualité de la zone d'interface de transition (ITZ) entre le coquillage et le mortier semble être le facteur principal à l'origine de la diminution des propriétés mécaniques à des faibles taux. La forme courbée des coquillages favorise le piégeage de l'eau, ce qui augmente la porosité de la face interne du coquillage et diminue les propriétés mécaniques

du béton. Les observations MEB d'un échantillon de béton confirment la grande porosité et le manque d'adhérence entre le mortier et le coquillage pour ses deux faces.

Enfin, les résultats de ce chapitre montrent également que la baisse de la résistance et le module d'élasticité, due à la présence des coquillages, peut être compensée par la diminution du rapport E/C. Toutefois, cette méthode affecte la rhéologie du béton en diminuant son affaissement. Un ajout retardé de 0,2% des substances humiques permet de remédier à ce problème tout en baissant la porosité et sans modifier le module d'élasticité. Cependant, une diminution de la résistance a été constatée.

Afin que les arguments présentés pour expliquer les faibles propriétés mécaniques des bétons à base de coquillages ne restent pas que des hypothèses, le chapitre suivant est consacré à la modélisation micromécanique par éléments finis des propriétés mécaniques et de diffusion des bétons à base de coquillages en tirant profit des propriétés des phases de la microstructure.

Chapitre **V**

Modélisation des effets de coquillages sur les propriétés du béton

V.1 Introduction

L'objectif des travaux présentés dans ce chapitre est la modélisation du comportement élastique, de la rupture et de la diffusion d'un béton à base de coquillages. Le comportement macroscopique est déduit des données locales en résolvant un problème théorique d'homogénéisation sur un Volume Élémentaire Représentatif (VER). Ce VER doit être choisi de manière à capturer toutes les informations concernant les propriétés géométriques et physiques du matériau en question. À cet effet, il doit respecter une différence d'échelle entre les longueurs caractéristiques L , l et d de, respectivement, la structure, le volume élémentaire représentatif et les hétérogénéités locales, généralement les granulats (et les coquillages pour cette étude) [168; 169] :

$l \ll L$, cette condition garantit qu'il est possible de remplacer le matériau composite par ses propriétés homogénéisées dans un calcul de structure.

$d \ll l$, cette condition est supposée garantir que le volume élémentaire est représentatif.

Ces conditions, qui forment la règle de séparation des échelles, sont nécessaires pour donner un sens à un VER ; petit devant la structure, mais néanmoins suffisamment riche pour contenir les informations nécessaires à l'estimation des propriétés homogénéisées du matériau composite.

V.2 Homogénéisation en élasticité linéaire

Le matériau composite étudié est constitué d'un nombre fini de phases, chacune caractérisée par ses propriétés élastiques et sa fraction volumique. En toute généralité, il faut connaître le comportement $\mathbb{C}(x)$ en tout point x du volume élémentaire pour en estimer la raideur équivalente. L'approche consiste donc à imposer aux limites un champ de déplacements linéaires correspondant à un tenseur de déformations du second ordre \mathbf{E} , sous la forme $u(x) = \mathbf{E} \cdot x$; nous prescrivons des conditions aux limites de déformation homogène. En écrivant la loi de Hooke généralisée qui tient compte du comportement élastique linéaire des matériaux, les conditions d'équilibre statique et les relations linéaires entre les déformations et les déplacements, le problème à résoudre sur le VER peut s'écrire sous la forme [170] :

$$\begin{cases} \operatorname{div} \sigma(x) = 0 & (V) & (a) \\ \sigma(\mathbf{x}) = \mathbb{C}(x) : \varepsilon(\mathbf{x}) & (V) & (b) \\ \varepsilon(x) = \frac{1}{2}(\operatorname{grad}(u) + {}^t \operatorname{grad}(u)) & (V) & (c) \\ u(x) = \mathbf{E} \cdot x & (\partial V) & (d) \end{cases} \quad (V.1)$$

Où $\sigma(x)$ et $\varepsilon(x)$ représentent respectivement les champs de contrainte et de déformation en un point x .

Comme le problème est linéaire et admet une solution unique, sa solution est stockée sous forme d'un tenseur de quatrième ordre $\mathbb{A}(x)$, appelé tenseur de localisation des

déformations, de sorte que :

$$\varepsilon(x) = \mathbb{A}(x) : \mathbf{E} \quad (\text{V.2})$$

La compatibilité géométrique du champ de déformations microscopiques $\varepsilon(x)$ et la condition aux limites de déformation uniforme (l'équation (V.1)-d) impliquent la relation suivante [171] :

$$\mathbf{E} = \frac{1}{V} \int_V \varepsilon(x) dV = \langle \varepsilon \rangle \quad (\text{V.3})$$

Quant aux contraintes, grâce au respect du lemme de Hill, on définira alors les contraintes macroscopiques Σ par la relation :

$$\Sigma = \frac{1}{V} \int_V \sigma(x) dV = \langle \sigma \rangle \quad (\text{V.4})$$

Grâce aux équations ((V.1)-b et (V.2)), on obtient le comportement élastique homogénéisé du VER.

$$\Sigma = \langle \sigma \rangle = \langle \mathbb{C} : \mathbb{A} \rangle : \mathbf{E} \quad (\text{V.5})$$

D'où on déduit le tenseur d'élasticité homogénéisé \mathbb{C}^{hom} :

$$\mathbb{C}^{hom} = \langle \mathbb{C} : \mathbb{A} \rangle \quad (\text{V.6})$$

Pour un VER constitué de n sous-domaines homogènes qui occupent des volumes V_p , ($p = 1, \dots, n$), le tenseur d'élasticité homogénéisé \mathbb{C}^{hom} devient :

$$\mathbb{C}^{hom} = \sum_{p=1}^n c_p \mathbb{C}_p : \mathbb{A}_p \quad (\text{V.7})$$

Avec : c_p , la fraction volumique de la phase p ($c_p = \frac{V_p}{V}$). \mathbb{A}_p , le tenseur de localisation des déformations sur la phase p ($\forall \mathbf{E}, \langle \varepsilon \rangle_p = \mathbb{A}_p : \mathbf{E}$).

La connaissance des tenseurs de localisation des déformations \mathbb{A}_p permet, d'une part, de calculer les déformations moyennes $\langle \varepsilon \rangle_p$ des phases p à partir de la déformation \mathbf{E} imposée de manière macroscopique sur le VER, et d'autre part, de calculer la raideur homogénéisée \mathbb{C}^{hom} à partir des raideurs et des fractions volumiques des phases. En général, les tenseurs de localisation \mathbb{A}_p sont difficiles à obtenir analytiquement. Néanmoins, ils peuvent être estimés à l'aide des schémas d'homogénéisation classiques (dilué, Mori-Tanaka, auto-cohérent) en s'appuyant sur la solution du problème d'Eshelby [172]. Pour la suite, le schéma de Mori-Tanaka [173] est le seul qui sera envisagé.

V.2.1 Schéma d'homogénéisation de Mori-Tanaka

Le schéma de Mori-Tanaka est un schéma d'homogénéisation dédié aux matériaux élastiques linéaires constitués d'inclusions plongées dans une matrice. Il est couramment

appliqué pour estimer le module de Young des matériaux cimentaires où les granulats sont décrits comme des inclusions enrobées par une pâte de ciment. La déformation moyenne $\langle \varepsilon \rangle_p$ et la contrainte moyenne $\langle \sigma \rangle_p$ dans chaque inclusion $p \in [1, n]$ sont estimées en considérant le problème d'inclusion d'Eshelby où l'inclusion est plongée dans une matrice infinie et la déformation à l'infini étant la déformation moyenne dans la matrice $\langle \varepsilon \rangle_m$. Par conséquent, la solution du problème devient :

$$\begin{aligned} \langle \varepsilon \rangle_p &= \mathbb{A}_{p,m} : \langle \varepsilon \rangle_m \quad (a) \\ \langle \sigma \rangle_p &= \mathbb{B}_{p,m} : \langle \varepsilon \rangle_m \quad (b) \end{aligned} \quad (V.8)$$

Dans le cas d'une rigidité élastique \mathbb{C}_p uniforme dans l'inclusion p , on a $\mathbb{B}_{p,m} = \mathbb{C}_p : \mathbb{A}_{p,m}$. La déformation moyenne du VER $\langle \varepsilon \rangle$ peut donc s'écrire sous la forme suivante :

$$\langle \varepsilon \rangle = c_m \langle \varepsilon \rangle_m + \sum_{p=1}^n c_p \langle \varepsilon \rangle_p = \left(c_m \mathbb{1} + \sum_{p=1}^n c_p \mathbb{A}_{p,m} \right) : \langle \varepsilon \rangle_m \quad (V.9)$$

Où $\mathbb{1}$ est le tenseur d'unité du quatrième ordre symétrisé : $1_{ijkl} = (\delta_{ik}\delta_{jl} + \delta_{il}\delta_{jk})/2$.

La contrainte moyenne du VER $\langle \sigma \rangle$ s'écrit donc :

$$\langle \sigma \rangle = c_m \mathbb{C}_m : \langle \varepsilon \rangle_m + \sum_{p=1}^n c_p \mathbb{B}_{p,m} : \langle \varepsilon \rangle_m = \mathbb{C}^{MT} : \langle \varepsilon \rangle \quad (V.10)$$

Avec \mathbb{C}^{MT} s'écrivant :

$$\mathbb{C}^{MT} = \left(c_m \mathbb{C}_m + \sum_{p=1}^n c_p \mathbb{B}_{p,m} \right) : \left(c_m \mathbb{1} + \sum_{p=1}^n c_p \mathbb{A}_{p,m} \right)^{-1} \quad (V.11)$$

La solution du problème d'Eshelby pour des inclusions ellipsoïdales est connue et les expressions analytiques des tenseurs de localisation $\mathbb{A}_{p,m}$ et $\mathbb{B}_{p,m}$ sont également disponibles [174]. Cependant, les coquillages ne peuvent pas être décrits comme des inclusions ellipsoïdales (Figure V.1). Une approche éléments finis est donc introduite pour estimer les tenseurs de localisation.



Figure. V.1 – Coquillages de type Corbicula.

V.2.2 Résolution numérique d'un problème d'Eshelby

Comme l'approche éléments finis nécessite un domaine fini, l'inclusion est incorporée dans une sphère ayant un rayon fini R_m , mais suffisamment grand. La structure est maillée en éléments tétraédriques à l'aide du logiciel GMSH [175] et des fonctions de forme quadratique définissent l'espace des champs cinématiques admissibles. Le problème des éléments finis élastiques est résolu à l'aide de GetFEM++ [176]. Vu que la forme et l'orientation de l'inclusion sont quelconques, il faut donc résoudre six problèmes d'Eshelby élastiques et indépendants correspondent aux conditions aux limites $u(x) = \varepsilon_m^k \cdot x$, $k = 1, \dots, 6$ (l'équation (V.12)) afin de construire les tenseurs de localisation. En profitant de la symétrie de l'inclusion, le nombre de problème à résoudre peut être réduit. La déformation moyenne sur l'inclusion est calculée par l'intégration surfacique portant sur le champ de déplacement. Ce calcul est effectué par le code d'éléments finis (l'équation (V.13)) [177].

$$\begin{aligned}
 \varepsilon_m^1 &= e_1 \otimes e_1 \\
 \varepsilon_m^2 &= e_2 \otimes e_2 \\
 \varepsilon_m^3 &= e_3 \otimes e_3 \\
 \varepsilon_m^4 &= e_2 \overset{s}{\otimes} e_3 \\
 \varepsilon_m^5 &= e_1 \overset{s}{\otimes} e_3 \\
 \varepsilon_m^6 &= e_1 \overset{s}{\otimes} e_2
 \end{aligned} \tag{V.12}$$

Où $e_i \overset{s}{\otimes} e_j = \frac{1}{2} (e_i \otimes e_j + e_j \otimes e_i)$.

$$\langle \varepsilon \rangle_p = \frac{1}{V_p} \int_{\partial V_p} u \overset{s}{\otimes} n dS \tag{V.13}$$

Où V_p représente le volume de l'inclusion p, $u \overset{s}{\otimes} n = \frac{1}{2}(u \otimes n + n \otimes u)$ et u correspond à la solution du déplacement du problème numérique.

La moyenne des contraintes sur l'inclusion est calculée grâce au principe des travaux virtuels [177] :

$$\forall \hat{\mathbf{E}}, \langle \sigma \rangle_p : \hat{\mathbf{E}} = \frac{1}{V_p} \int_{V_p} \sigma : \hat{\mathbf{E}} dV = \frac{1}{V_p} ({}^t u \cdot K_p \cdot \hat{u}) \tag{V.14}$$

Où $\hat{\mathbf{E}}$ est un tenseur de déformation virtuel imposé, u et $\hat{u} = \hat{\mathbf{E}} \cdot x$ sont les vecteurs contenant respectivement les composantes du champ de déplacement qui est la solution du problème et celles du champ virtuel. K_p désigne la matrice de rigidité de l'inclusion p. Les choix appropriés de $\hat{\mathbf{E}}$ permettent d'identifier les composantes de $\langle \sigma \rangle_p$.

V.2.3 Correction de la condition aux limites

La précision et le temps de calcul des résultats numériques dépendent de la finesse du maillage et de la taille de la matrice finie qui est censée représenter le milieu in-

fini du problème d'Eshelby. Pour ce faire, Adessina et al. [177] proposent une résolution numérique du problème d'Eshelby (équation (V.1)) en considérant une nouvelle condition aux limites. Le problème à résoudre se réécrit alors sous la forme :

$$(P) \begin{cases} \text{div}\sigma(x) = 0 & (V) & (a) \\ \sigma(\mathbf{x}) = \mathbb{C}(x) : \varepsilon(\mathbf{x}) & (V) & (b) \\ \varepsilon(x) = \frac{1}{2}(\text{grad}(u) + {}^t\text{grad}(u)) & (V) & (c) \\ u(x) = \mathbf{E} \cdot x + V_p \mathbf{grad} \mathbf{G}(x) : \mathbf{P} & (\partial V) & (d) \end{cases} \quad (V.15)$$

Où \mathbf{G} est le tenseur de Green associé au milieu infini d'élasticité \mathbb{C}_m . \mathbf{P} est un tenseur de polarisation ; $\mathbf{P} = \langle \sigma \rangle_p - \mathbb{C}_m : \langle \varepsilon \rangle_p$

Le problème (P) peut être considéré comme une superposition de deux problèmes élémentaires d'élasticité linéaire $(P)^E$ et $(P)^P$ avec différentes conditions aux limites :

$$(P)^E \begin{cases} \text{div}\sigma(x) = 0 & (V) & (a) \\ \sigma(\mathbf{x}) = \mathbb{C}(x) : \varepsilon(\mathbf{x}) & (V) & (b) \\ \varepsilon(x) = \frac{1}{2}(\text{grad}(u) + {}^t\text{grad}(u)) & (V) & (c) \\ u(x) = \mathbf{E} \cdot x & (\partial V) & (d) \end{cases} \quad (V.16)$$

$$(P)^P \begin{cases} \text{div}\sigma(x) = 0 & (V) & (a) \\ \sigma(\mathbf{x}) = \mathbb{C}(x) : \varepsilon(\mathbf{x}) & (V) & (b) \\ \varepsilon(x) = \frac{1}{2}(\text{grad}(u) + {}^t\text{grad}(u)) & (V) & (c) \\ u(x) = V_p \mathbf{grad} \mathbf{G}(x) : \mathbf{P} & (\partial V) & (d) \end{cases} \quad (V.17)$$

La résolution numérique de ces deux problèmes élémentaires permet de lier les champs locaux de déformation et de contrainte à la déformation macroscopique imposée \mathbf{E} par les tenseurs \mathbb{A}_p et \mathbb{B}_p :

$$\begin{aligned} \langle \varepsilon \rangle_p &= \mathbb{A}_p : \mathbf{E} = (\mathbb{A}_p^E + \mathbb{A}_p^P : \mathbb{D}_p) : \mathbf{E} \\ \langle \sigma \rangle_p &= \mathbb{B}_p : \mathbf{E} = (\mathbb{B}_p^E + \mathbb{B}_p^P : \mathbb{D}_p) : \mathbf{E} \end{aligned} \quad (V.18)$$

Où : $\mathbb{D}_p = (\mathbb{I} - \mathbb{B}_p^P + \mathbb{C}_m : \mathbb{A}_p^P)^{-1} (\mathbb{B}_p^E + \mathbb{C}_m : \mathbb{A}_p^E)$, et \mathbb{A}_p^E , \mathbb{A}_p^P , \mathbb{B}_p^E et \mathbb{B}_p^P sont les tenseurs d'ordre 4 satisfaisant les relations :

$$\begin{aligned} \langle \varepsilon \rangle_p^E &= \mathbb{A}_p^E : \mathbf{E} & ; \langle \sigma \rangle_p^E &= \mathbb{B}_p^E : \mathbf{E} \\ \langle \varepsilon \rangle_p^P &= \mathbb{A}_p^P : \mathbf{P} & ; \langle \sigma \rangle_p^P &= \mathbb{B}_p^P : \mathbf{P} \end{aligned} \quad (V.19)$$

Où $\langle \varepsilon \rangle_p^E$, $\langle \sigma \rangle_p^E$, $\langle \varepsilon \rangle_p^P$ and $\langle \sigma \rangle_p^P$ indiquent les déformations et les contraintes moyennes sur l'inclusion p correspondantes respectivement aux solutions des problèmes $(P)^E$ et $(P)^P$.

V.2.4 Inclusion avec interface non parfaite

L'épaisseur de la zone interfaciale de transition (ITZ) est généralement comprise entre $20 \mu\text{m}$ et $50 \mu\text{m}$ [178]. Dans un modèle à éléments finis, il est très coûteux numériquement de la représenter explicitement, ou de la décomposer en plusieurs couches ayant des propriétés différentes. Pour ce faire, une rigidité surfacique finie est introduite à la surface de l'inclusion S_p . L'énergie de déformation W de cette interface élastique, de normale n , est une forme quadratique dépendant de la différence entre le déplacement de l'inclusion u_p et celui de la matrice cimentaire u_m :

$$W = \int_{S_p} \frac{1}{2} [u] \cdot (k_n n \otimes n + k_t (\mathbf{1} - n \otimes n)) \cdot [u] dS \quad (\text{V.20})$$

Où : $[u] = u_m - u_p$ est le saut de déplacement et $\mathbf{1}$ est l'identité du second ordre. La rigidité normale k_n et la rigidité tangentielle k_t sont des scalaires positifs à estimer en fonction de la rigidité de l'ITZ. En cas d'adhérence parfaite, k_n et k_t sont infinis. Au contraire, k_n et k_t sont très petites si la rigidité de l'ITZ est faible ou si l'interface est fissurée. Les valeurs de ces rigidités surfaciques sont fixées de manière à reproduire la déformation de la zone interfaciale de transition (ITZ). En prenant compte l'équivalence entre les paramètres de l'interface et ceux de l'interphase (Figure V.2), on peut déduire les expressions suivantes [179; 180] :

$$\begin{aligned} k_n &= \frac{1}{e} (k_{itz} + \frac{4}{3} \mu_{itz}) & (a) \\ k_t &= \frac{1}{e} \mu_{itz} & (b) \end{aligned} \quad (\text{V.21})$$

Où k_{itz} et μ_{itz} sont respectivement le module de compressibilité et le module de cisaillement de l'ITZ. e est son épaisseur. La valeur $e = 50 \mu\text{m}$ est utilisée dans cette étude.



Figure. V.2 – Équivalence entre interface et interphase.

La déformation moyenne sur l'inclusion et le tenseur de concentration correspondant $\mathbb{A}_{p,m}$ sont calculés en utilisant le déplacement sur la matrice cimentaire u_m (pour prendre en compte le saut de déplacement dû à l'interface), tandis que le tenseur de concentration de contrainte $\mathbb{B}_{p,m}$ est calculé en utilisant la rigidité de l'inclusion et le déplacement moyen sur l'inclusion u_p (comme l'interface est molle, l'énergie de déformation de l'interface est négligée). Par conséquent, les équations (V.13) et (V.14) deviennent :

$$\begin{aligned} \langle \varepsilon \rangle_p &= \frac{1}{V_p} \int_{\partial V_p} u_m \otimes n dS & (a) \\ \forall \hat{E}, \langle \sigma \rangle_p : \hat{E} &= \frac{1}{V_p} \int_{V_p} \sigma : \hat{E} dV = \frac{1}{V_p} ({}^t u_p \cdot K_p \cdot \hat{u}_p) & (b) \end{aligned} \quad (V.22)$$

V.3 Concentrations de contraintes

Le comportement à la rupture du béton dépend des propriétés des phases et de leurs interactions. Il est établi que la zone interfaciale de transition entre la matrice et l'inclusion est la zone la plus faible dans les composites de béton. Les fissures s'amorcent à cette interface avec l'augmentation des contraintes, les fissures se rejoignent et le système de fissures devient alors continu entraînant ainsi la rupture du matériau [181; 182; 183]. La différence de rigidité entre les deux phases génère en effet des concentrations de contraintes à l'interface matrice-inclusion lorsque le matériau est soumis à une contrainte quelconque. En outre, la forme relativement lisse (comme le cas de la face interne des coquillages) de l'inclusion représente une faible résistance à l'amorçage et à la propagation des fissures [184; 185]. La forme aplatie des coquillages contribue à la diminution de la qualité de l'interface coquillage/mortier par l'augmentation de l'effet de paroi. L'arrangement spatial des grains de ciment et du sable est moins compact à l'approche de la surface plane des coquillages. Ceci conduit à un rapport E/C plus élevé par rapport au cœur de la pâte [186]. Dans ce chapitre nous nous intéressons également à l'effet de l'incorporation des coquillages sur la concentration de contraintes dans le béton.

V.3.1 Calcul de la contrainte

La résolution du problème de l'inclusion d'Eshelby fournit également des estimations de la contrainte $\sigma_{p,m}(x)$ dans la matrice à proximité de l'inclusion p . En effet, elle définit un tenseur de concentration $\mathbb{B}_{p,m}(x)$ qui décrit que la contrainte varie en fonction de la déformation appliquée à l'infini :

$$\sigma_{p,m}(x) = \mathbb{B}_{p,m}(x) : \langle \varepsilon \rangle_m \quad (V.23)$$

Ainsi, si une contrainte $\langle \sigma \rangle$ est appliquée au matériau composite, en s'appuyant sur les équations (V.10), (V.11) et (V.23), la contrainte au voisinage de l'inclusion p s'écrit :

$$\sigma_{p,m}(x) = \mathbb{B}_{p,m}(x) : \left(c_m \mathbb{1} + \sum_{p=1}^n c_p \mathbb{A}_{p,m} \right)^{-1} : \left(\mathbb{C}^{MT} \right)^{-1} : \langle \sigma \rangle \quad (V.24)$$

Le calcul du tenseur $\mathbb{B}_{p,m}(x)$ nécessite la résolution des six conditions aux limites indépendantes du problème d'Eshelby (l'équation (V.12)). Pour chacun de ces problèmes d'Eshelby, le champ des contraintes dans la matrice $\sigma_{p,m}^k(x)$ ($k = 1, \dots, 6$) est stocké afin

de construire le tenseur $\mathbb{B}_{p,m}(x)$.

Correction de la condition aux limites :

La prise en compte de la correction de la condition aux limites présentée dans la *section* 2.3 permet de corriger également le tenseur $\mathbb{B}_{p,m}(x)$:

$$\mathbb{B}_{p,m}(x) = \mathbb{B}_{p,m}^E(x) + \mathbb{B}_{p,m}^P(x) : \mathbb{D}_p \quad (\text{V.25})$$

Où $\mathbb{B}_{p,m}^E(x)$ et $\mathbb{B}_{p,m}^P(x)$ des tenseurs de concentration de quatrième ordre satisfaisants :

$$\begin{aligned} \sigma_{p,m}^E(x) &= \mathbb{B}_{p,m}^E(x) : \mathbf{E} \\ \sigma_{p,m}^P(x) &= \mathbb{B}_{p,m}^P(x) : \mathbf{P} \end{aligned} \quad (\text{V.26})$$

V.3.2 Prise en compte de l'orientation de l'inclusion

Une inclusion p est décrite par ses dimensions, son orientation et ses propriétés mécaniques. Par souci de simplicité, deux familles d'inclusions sont considérées, les granulats et les coquillages. Les granulats sont considérés comme des inclusions sphériques alors que les coquillages, pour s'approcher plus de la réalité, sont représentés comme une calotte sphérique (Figure V.3) avec une axisymétrie de la direction e_θ . La distribution des orientations des coquillages est supposée isotrope, ne privilégiant ainsi aucune orientation. Le calcul des tenseurs de concentration $\mathbb{A}_{p,m}$, $\mathbb{B}_{p,m}$ et $\mathbb{B}_{p,m}(x)$ pour une orientation donnée $\theta_p = 0$ est suffisant.

La présente étude se limite à la compression uniaxiale $\langle \sigma \rangle = -\Sigma e_1 \otimes e_1$. Ainsi, la contrainte à proximité d'un coquillage dépend de l'angle θ entre la direction e_1 et la direction définissant l'orientation de l'inclusion e_θ . Pour chaque orientation, la contrainte au voisinage de l'inclusion doit être calculée selon l'équation (V.24) en utilisant une transformation de Bond [187] pour $\langle \sigma \rangle$ puisque les autres éléments de l'équation (V.24) sont écrits dans la base $(e_r, e_\theta, e_z = e_2)$. Enfin, la répartition de la contrainte principale positive la plus importante dans la matrice $\sigma_{p,m}^I(x)_\theta$ décrit comment la contrainte se concentre près de l'inclusion (coquillage ou granulat) par rapport aux différents angles θ .

V.4 Résultats et discussion

V.4.1 Propriétés élastiques des phases de la microstructure

Avant de lancer les calculs, nous avons besoin d'introduire les propriétés élastiques des différentes phases de la microstructure. Pour ce faire, le module élastique du mortier à 28 et 90 jours a été mesuré sur des éprouvettes cylindriques 11 cm x 22 cm, alors que le coefficient de Poisson a été fixé à $\nu = 0,2$. Des essais de microindentation ont été conduits au laboratoire de mécanique de Lille (LML) pour obtenir des modules des granulats et

des coquillages.

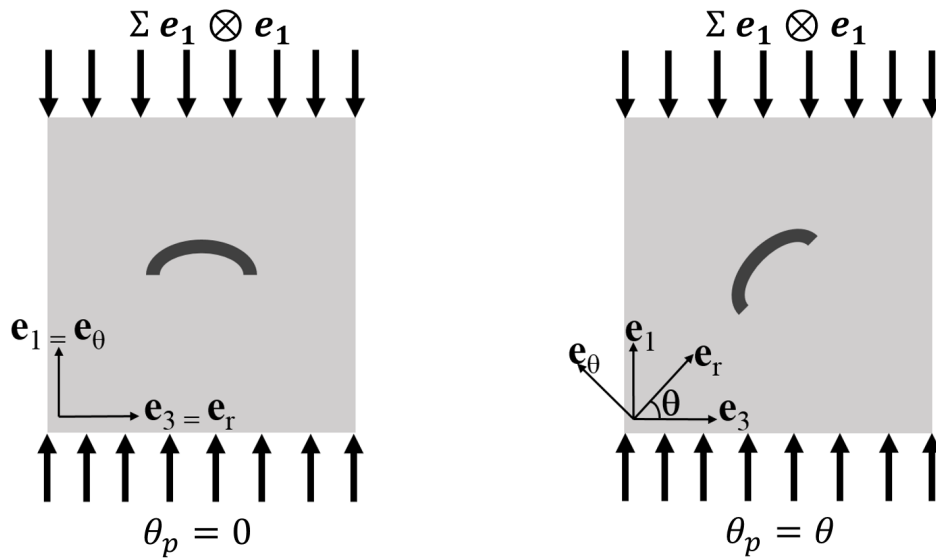


Figure. V.3 – Coquillage noyé dans une matrice soumise à un champ de contraintes uniaxial.

V.4.1.1 Essai de micro-indentation

L'essai de micro-indentation a été réalisé sur des échantillons de béton d'épaisseur de 1 cm. Le dispositif utilisé, dénommé MICROPE, est équipé d'un indenteur cylindrique plat de 0,5 mm de diamètre. Il est constitué d'un capteur de force et de deux capteurs de déplacement LVDT. Le processus de chargement est basé sur le principe d'un piston mobile fixé à une vis-à-billes (Figure V.4) (pour plus de détails sur l'essai de la micro-indentation voir [188]).



Figure. V.4 – Micro-indenteur.

La résolution du problème d'indentation est comparable à celle du problème du contact entre un corps rigide d'une forme quelconque et un milieu semi infini. La solution analytique de ce problème a été déterminée par Boussinesq [189] ; il a établi une relation entre la pente de chargement et les paramètres élastiques du matériau (Figure V.5) :

$$\frac{dP}{de} = \frac{E.D}{1 - \nu^2} \quad (\text{V.27})$$

Avec : P est la force appliquée, e est la profondeur d'enfoncement, E est le module de Young, ν est le coefficient de Poisson, et D est le diamètre de l'indenteur.

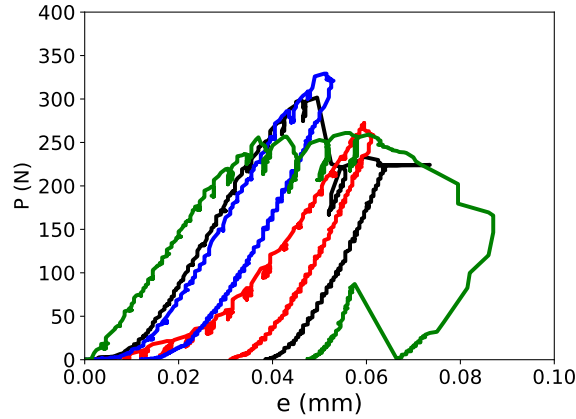


Figure. V.5 – Courbes d'indentation des coquillages.

V.4.1.2 Résultats

Les valeurs du module d'élasticité du mortier, des graviers et des coquillages sont présentées dans le tableau V.1. Le coefficient de Poisson est choisi en se basant sur la nature des granulats; on utilise $\nu=0,12$ pour les graviers classiques et $\nu=0,32$ pour les coquillages vu qu'ils sont d'origine siliceuse et calcaire respectivement [190; 191]. Les résultats montrent que les graviers et les coquillages (comme graviers calcaires) utilisés sont de faible rigidité par rapport aux résultats de la littérature (94 GPa et 60-80 GPa respectivement) [179]. Les valeurs présentées dans le tableau V.1 serviront comme paramètres d'entrée du modèle micromécanique.

Tableau. V.1 – Module d'élasticité des différents phases de la microstructure.

Phase	Mortier		Graviers	Coquillages
	28 jours	90 jours		
Module d'élasticité (GPa)	22,4±0,2	22,9±0,5	31,0±2,3	24,1±2,7

V.4.2 Erreur du calcul des tenseurs de localisation

En raison du manque d'une solution analytique pour le problème d'inclusion avec une forme arbitraire comme celle du coquillage, l'approche numérique basée sur la méthode des éléments finis est souvent utilisée pour estimer la solution du problème d'Eshelby. Ce problème est posé avec une matrice infinie là où le problème numérique doit se limiter à

un domaine fini (Figure V.6). À cet effet, nous calculons l'erreur relative de la solution numérique par rapport à une autre solution numérique où on utilise une taille suffisamment grande de la matrice ($R_m/R_p = 20$) [177]. Cette erreur du tenseur de localisation \mathbb{X} , soit des déformations ou des contraintes, a été calculée selon la formule suivante :

$$erreur(R_m/R_p) = \frac{||\mathbb{X}(R_m/R_p) - \mathbb{X}(R_m/R_p = 20)||}{||\mathbb{X}(R_m/R_p = 20)||} \quad (V.28)$$

Où $||\mathbb{X}|| = [\sum_{i,j} (X_{ij})^2]^{\frac{1}{2}}$ (les tenseurs d'ordre 4 sont représentés comme des matrices en utilisant la forme de Kelvin-Mandel).

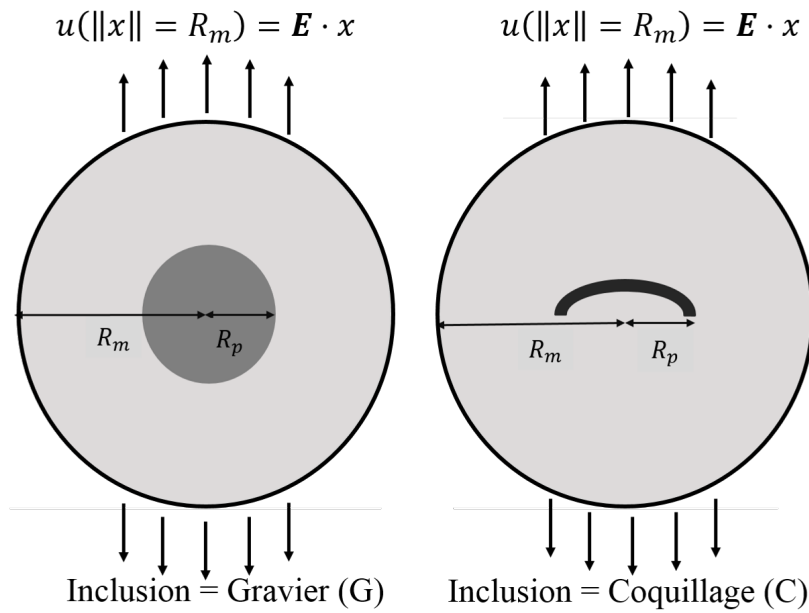


Figure. V.6 – Représentation schématique du problème d'Eshelby résolu numériquement.

Concernant les graviers qui ont une forme sphérique, l'erreur relative de la solution numérique est calculée par rapport à la solution analytique [171] en utilisant l'équation (V.28).

Les figures V.8 et V.9 montrent respectivement l'évolution de l'erreur relative commise sur le calcul numérique des tenseurs de localisation pour les deux types d'inclusions. Les résultats montrent que les erreurs relatives calculées avec le problème corrigé sont plus faibles que celles calculées avec le problème classique. Pour le problème corrigé, à partir de $R_m/R_p = 3$, les erreurs du calcul numérique pour les deux types d'inclusions sont négligeables par rapport à celles commises pour $R_m/R_p = 20$. Ceci nous permet d'économiser de la mémoire et le temps de calcul sans affecter la précision des résultats.

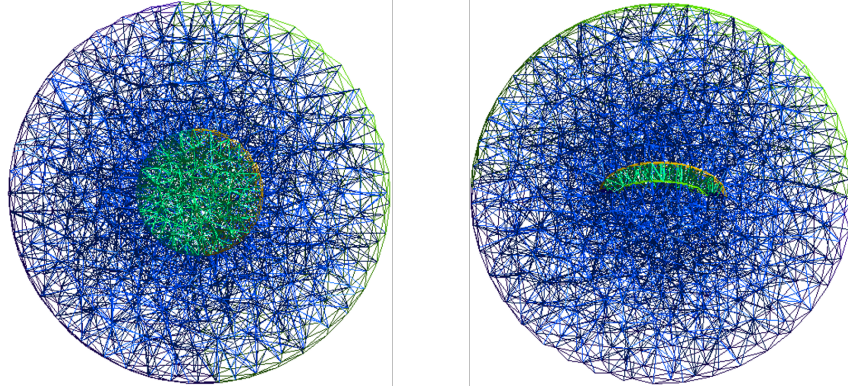


Figure. V.7 – Maillage du domaine pour un problème d’inclusion (gravier à gauche et coquillage à droite).

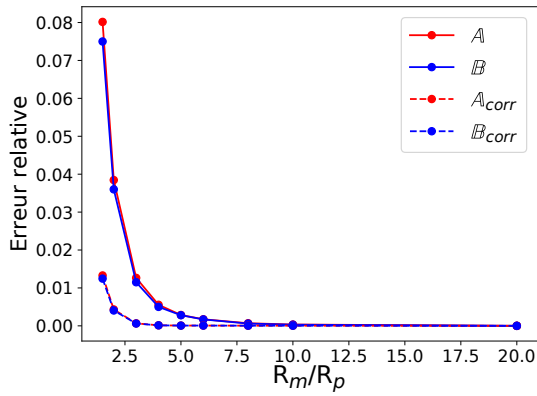


Figure. V.8 – Évolution de l’erreur relative des tenseurs de localisation pour une inclusion de type gravier.

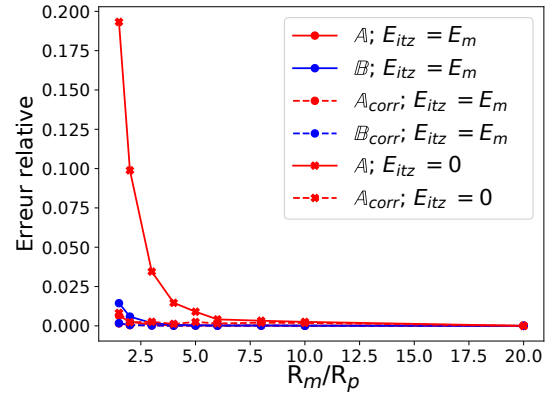


Figure. V.9 – Évolution de l’erreur relative des tenseurs de localisation pour une inclusion de type coquillage.

V.4.3 Effet de l’incorporation des coquillages sur le module d’élasticité

Nous considérons un VER composé d’une matrice incorporant des granulats conventionnels et des coquillages. La résolution numérique du problème d’Eshelby permet de calculer les tenseurs de localisation des contraintes et ceux des déformations qui sont nécessaires à l’estimation de la rigidité du matériau en utilisant le schéma d’homogénéisation de Mori-Tanaka :

$$\begin{aligned} \mathbb{C}^{MT} = & (\alpha \mathbb{C}_m + (1 - \alpha) * \beta \mathbb{B}_C + (1 - \alpha) * (1 - \beta) \mathbb{B}_G) \\ & : (\alpha \mathbb{1} + (1 - \alpha) * \beta \mathbb{A}_C + (1 - \alpha) * (1 - \beta) \mathbb{A}_G)^{-1} \end{aligned} \quad (\text{V.29})$$

Où α est la fraction volumique de la matrice (le mortier dans notre cas) et β représente le taux de substitution des granulats conventionnels par les coquillages. Pour nos bétons, la valeur de α est égale à 0,65.

V.4.3.1 Effet de la forme de l'inclusion

Afin d'évaluer l'effet de la forme de l'inclusion sur le module homogénéisé, on suppose que les deux inclusions ont les mêmes propriétés élastiques. Ainsi le module de Young et le coefficient de Poisson attribués aux deux inclusions sont ceux des graviers ($E = 31$ GPa et $\nu = 0,12$). La figure V.10 montre que l'effet de la qualité de l'ITZ sur le module d'élasticité est plus prononcé pour les coquillages. L'aplatissement des coquillages augmente énormément la surface occupée par les ITZ, et par conséquent leur effet sur le module d'élasticité du matériau devient plus important.

Pour les deux formes d'inclusion, il est constaté que l'effet de la qualité de l'ITZ sur le module homogénéisé ne varie que entre $E_{itz}/E_m=10^{-2}$ et $E_{itz}/E_m=10^{-6}$; c'est à dire que jusqu'à $E_{itz}/E_m=10^{-2}$ l'effet de l'ITZ est négligeable et à partir $E_{itz}/E_m=10^{-6}$ l'inclusion est considérée comme décollée du mortier.

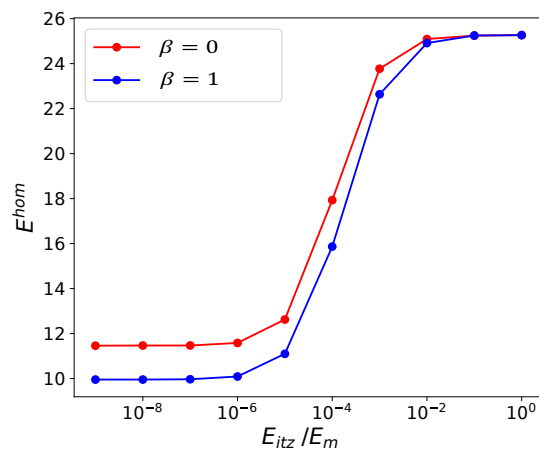


Figure. V.10 – Effet de l'ITZ sur le module pour différentes formes d'inclusion.

V.4.3.2 Le module élastique homogénéisé

Les résultats des images MEB (Figure IV.10) montrent que l'interface mortier/gravier peut être représentée comme un mortier légèrement plus poreux que celui présent loin des granulats. Le module de ce mortier est donc légèrement plus faible. En outre, la figure V.10 montre que l'effet de l'ITZ est négligeable pour des E_{itz} supérieurs à $10^{-2} E_m$. Par conséquent, dorénavant l'interface mortier/gravier est considérée comme parfaite.

Les figures V.11 et V.12 comparent les estimations du module d'Young macroscopiques pour différentes qualités d'ITZ mortier/coquillage aux modules expérimentaux mesurés à 28 et 90 jours, pour différents taux de substitution. Pour une substitution des graviers par les coquillages jusqu'à 20%, les résultats montrent que le faible module des coquillages n'a aucun effet si l'interface est considérée comme parfaite. Selon ces résultats numériques, une interface décollée entre le mortier et le coquillage paraît comme la seule condition

pour trouver les mêmes valeurs que celles de l'étude expérimentale.

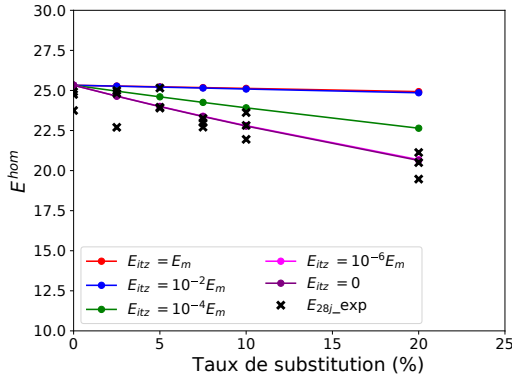


Figure. V.11 – Effet des propriétés de l'ITZ sur le module d'élasticité effectif du VER à 28 jours pour les différents taux de substitution.

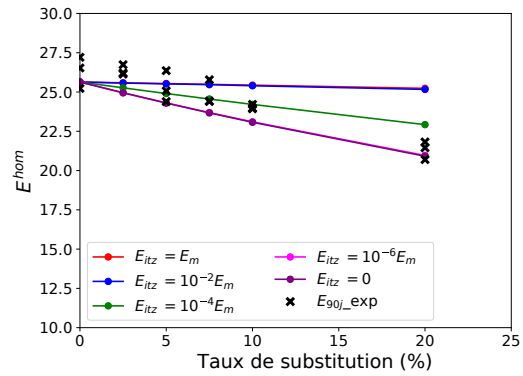


Figure. V.12 – Effet des propriétés de l'ITZ sur le module d'élasticité effectif du VER à 90 jours pour les différents taux de substitution.

V.4.4 Effet de l'incorporation des coquillages sur la résistance du matériau.

Dans cette section, on s'intéresse à l'effet de l'incorporation des coquillages sur la concentration des contraintes autour des inclusions. En effet, la contrainte principale de traction, dans la matrice autour de l'inclusion, est calculée selon l'équation (V.24). Afin de réduire la sensibilité aux erreurs de calcul, la valeur de la contrainte retenue pour définir la rupture de la matrice est $\sigma_{1\%}^I$ au lieu de la contrainte maximale ; $\sigma_{1\%}^I$ est telle que 1% du volume de la matrice présente une contrainte principale en traction supérieure à $\sigma_{1\%}^I$ (Figure V.13). Puisque le coquillage présente des angles finis, le maximum de la contrainte tend vers l'infini avec la finesse du maillage pour un calcul élastique. Ainsi, le choix de 1% rend les résultats numériques moins sensibles au maillage adopté.

V.4.4.1 Effet de l'orientation du coquillage sur la concentration des contraintes.

La figure V.14 représente l'évolution de la contrainte $\sigma_{1\%}^I$ autour du coquillage en fonction de la rigidité de l'ITZ. La contrainte $\sigma_{1\%}^I$ est calculée pour les angles θ de $0, \pi/8, \pi/4, 3\pi/8$ et $\pi/2$. Les résultats montrent que quelle que soit l'orientation du coquillage, une faible adhérence entre la matrice et le coquillage génère des concentrations de contraintes plus importantes qu'une interface parfaite. En outre, l'orientation du coquillage affecte également la concentration de contraintes. La contrainte $\sigma_{1\%}^I$ est plus importante quand le coquillage est parallèle au plan de chargement et l'effet de l'orientation devient de plus en plus important avec la diminution de la rigidité de l'ITZ.

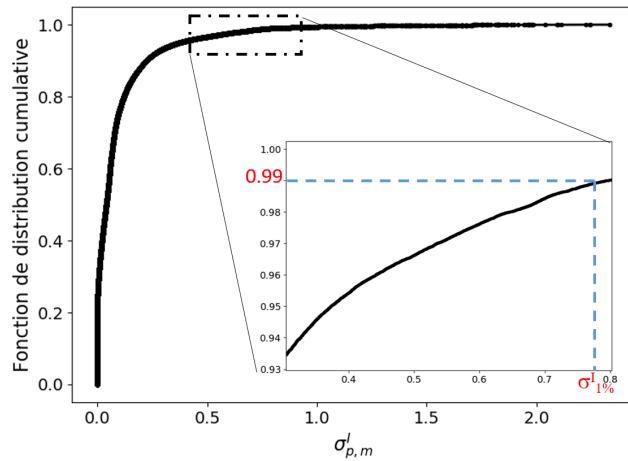


Figure. V.13 – Fonction de répartition de la contrainte $\sigma_{p,m}^I(x)$.

La différence entre le module de la matrice et celui du coquillage est très légère et donc une faible concentration de contraintes a été générée autour du coquillage pour une interface parfaite. Par conséquent, l'effet de l'orientation du coquillage est négligeable.

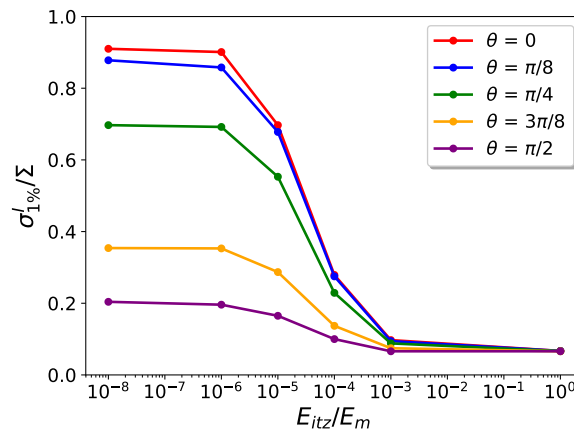


Figure. V.14 – Effet de l'orientation de coquillage sur la contrainte $\sigma_{1\%}^I$ ($\beta = 1$).

V.4.4.2 Effet de l'incorporation des coquillages sur la concentration des contraintes

Afin d'évaluer l'effet de l'incorporation des coquillages sur la résistance du béton, la contrainte $\sigma_{1\%}^I$ correspondante à chaque type d'inclusion (coquillage ou gravier) est calculée pour les différents taux de substitution (0%, 2,5%, 5%, 7,5%, 10% et 20%) et pour différentes propriétés de l'interphase coquillage/mortier ($E_{itz} = 0$, $E_{itz} = 10^{-4} E_m$ et $E_{itz} = 10^{-2} E_m$). L'augmentation de la concentration des contraintes autour des inclusions est le paramètre clé d'une rupture précoce du béton. La figure V.15 montre que, pour une interphase coquillage/mortier non-parfaite, l'incorporation des coquillages augmente la concentration de contraintes autour des inclusions. La substitution des graviers par des

coquillages diminue le module homogénéisé du matériau ce qui augmente la concentration de contraintes autour de l'inclusion (gravier ou coquillage) pour un chargement donné.

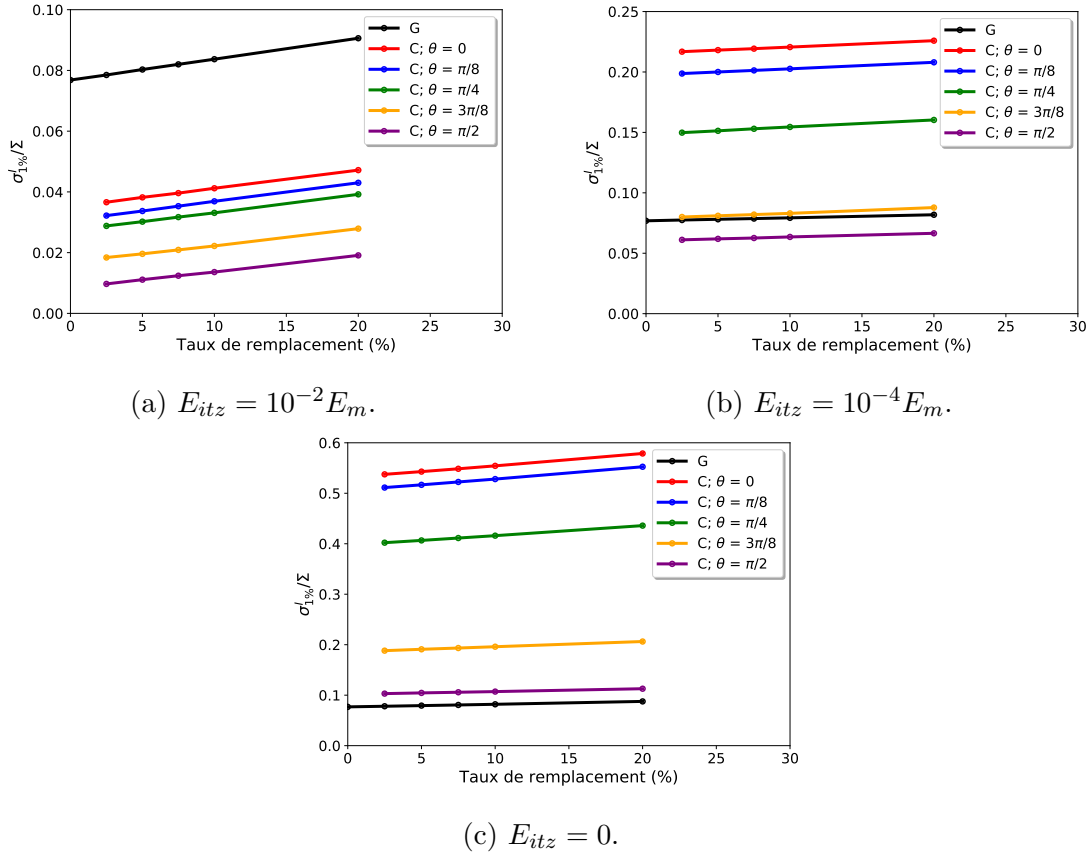


Figure. V.15 – Effet de l'incorporation des coquillages sur la concentration de contraintes autour des inclusions (coquillage et gravier)..

Sous l'hypothèse d'une distribution isotrope des orientations des coquillages, il y a beaucoup plus de coquillages pour $0 < \theta < \pi/8$ que pour $3\pi/8 < \theta < \pi/2$ (Figure V.16). Ainsi, on définit la résistance à la compression du matériau, pour un taux de substitution x , comme suit :

$$\Sigma_c(x) = \frac{\Sigma^I(0)}{\Sigma^I(x)} \Sigma_c(0) \quad ; \quad \Sigma^I(x) = (1 - x) \sigma_{1\%}^I(x, G) + x \sum_{i=0}^3 a_i \frac{\sigma_{1\%}^I(x, C, i\pi/8) + \sigma_{1\%}^I(x, C, (i+1)\pi/8)}{2} \quad (\text{V.30})$$

Avec :

$\sigma_{1\%}^I(x, G)$ est la contrainte $\sigma_{1\%}^I$ calculée autour du gravier pour un taux de substitution de x .

$\sigma^I(x, C, i\pi/8)$ est la contrainte $\sigma_{1\%}^I$ calculée autour d'un coquillage d'une orientation $i\pi/8$ pour un taux de substitution de x .

$a_i = [\sin((i+1)\pi/8) - \sin(i\pi/8)]$ est la fraction de l'air limité par $i\pi/8$ et $(i+1)\pi/8$.

La figure V.17 montre l'évolution de la résistance à la compression du béton en fonction du taux de substitution. Lorsqu'il est supposé un décollement entre le coquillage et

le mortier, la diminution de la résistance à la compression est surestimée. Cependant, les valeurs expérimentales de la résistance à la compression correspondent à une interphase coquillage/mortier d'une très faible rigidité ($E_{itz} = 10^{-4} E_m$). Par conséquent, la diminution des performances mécaniques des bétons à base de coquillages peut être expliquée par la faible adhérence entre le coquillage et le mortier.

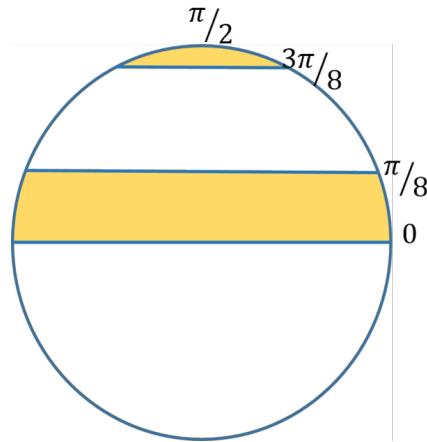


Figure. V.16 – Illustration des aires limitées par $0 < \theta < \pi/8$ et $3\pi/8 < \theta < \pi/2$

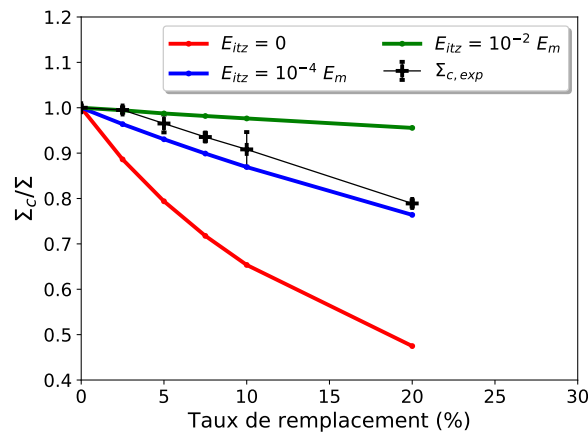


Figure. V.17 – Évolution de la résistance à la compression Σ_c en fonction du taux de substitution.

V.5 Propriété de diffusion

V.5.1 Présentation du Problème

On s'intéresse dans cette partie à la modélisation des propriétés de diffusion du VER comprenant une matrice homogène dans laquelle baignent des graviers et des coquillages. Le problème de l'estimation des propriétés de diffusion dans un milieu poreux est mathématiquement analogue à celui de l'élasticité présenté dans ce chapitre

[171; 192; 193; 194] (Tableau V.2). Cette approche permet de déterminer le coefficient de diffusion effectif du VER en s'appuyant sur les propriétés de diffusion de ses phases. Le problème est donc écrit comme suit [171] :

$$\begin{cases} \text{div} \mathbf{j}(\mathbf{x}) = \mathbf{0} & (V) \quad (a) \\ \mathbf{j}(\mathbf{x}) = -\mathbf{D}(\mathbf{x}) \cdot \mathbf{grad} \rho(\mathbf{x}) & (V) \quad (b) \\ \rho(\mathbf{x}) = \mathbf{H} \cdot \mathbf{x} & (\partial V) \quad (c) \end{cases} \quad (V.31)$$

Où les équations (V.31)-(a), (V.31)-(b) et (V.31)-(c) traduisent respectivement la conservation de la masse, la loi de Fick et la condition aux limites du gradient de concentration macroscopique homogène \mathbf{H} imposé au contour du VER. $\rho(\mathbf{x})$, $\mathbf{j}(\mathbf{x})$ et $\mathbf{D}(\mathbf{x})$ représentent respectivement la concentration en soluté, le flux de diffusion, et le tenseur de second ordre de la diffusion à la position \mathbf{x} .

Tableau. V.2 – Analogie entre les paramètres de l'élasticité et ceux de la diffusion

Élasticité	Diffusion
Déplacement \mathbf{u}	Concentration ρ
Déformation ε	$\mathbf{grad} \rho$
Contrainte σ	flux \mathbf{j}
Tenseur de rigidité \mathbb{C}	Tenseur de diffusion \mathbf{D}
Équilibre $\text{div} \sigma = 0$	Conservation de masse $\text{div} \mathbf{j} = 0$
Loi de Hook $\sigma(\mathbf{x}) = \mathbb{C}(\mathbf{x}) : \varepsilon(\mathbf{x})$	Loi de Fick $\mathbf{j}(\mathbf{x}) = -\mathbf{D}(\mathbf{x}) \cdot \mathbf{grad} \rho(\mathbf{x})$

V.5.2 Homogénéisation des propriétés de diffusion

Pour un VER constitué d'une matrice caractérisée par un coefficient de diffusion \mathbf{D}_0 et une fraction volumique c_m , et des inclusions p qui occupent des fractions volumiques c_p ($p = 1, \dots, n$), le coefficient de diffusion effectif peut être estimé en utilisant un schéma classique de Mori-Tanaka [171; 194].

$$\mathbf{D}^{MT} = \left(c_m \mathbf{D}_0 + \sum_{p=1}^n c_p \mathbf{B}_p \right) : \left(c_m \mathbf{1} + \sum_{p=1}^n c_p \mathbf{A}_p \right)^{-1} \quad (V.32)$$

Où \mathbf{A}_p et \mathbf{B}_p sont les tenseurs d'ordre 2 vérifiant les relations suivantes

$$\begin{aligned} \langle \mathbf{grad} \rho \rangle_{\mathbf{p}} &= \mathbf{A}_p \cdot \mathbf{H} \\ \langle \mathbf{j} \rangle_{\mathbf{p}} &= -\mathbf{B}_p \cdot \mathbf{H} \end{aligned} \quad (V.33)$$

Pour le cas des inclusions sphériques, les tenseurs de concentrations peuvent être calculés analytiquement [171; 194]. Cependant pour le cas des inclusions complexes, un recours aux éléments finis est souvent privilégié pour le calcul des tenseurs \mathbf{A}_p et \mathbf{B}_p .

V.5.3 Correction de la condition aux limites

Nous considérons le problème d'Eshelby en diffusion pour une inclusion p de forme arbitraire incorporée dans une matrice infinie caractérisée par un tenseur de diffusion \mathbf{D}_0 et soumise à un gradient de concentration uniforme à l'infini \mathbf{H} . L'approche numérique basée sur la méthode des éléments finis est souvent utilisée pour estimer la solution du problème mais en utilisant une matrice finie. En équivalence avec le problème d'Eshelby en élasticité, une correction de la condition aux limites du problème d'Eshelby en diffusion est également apportée par Adessina et al. [194] afin d'obtenir une convergence rapide de la solution numérique vers celle du problème d'Eshelby avec une matrice infinie. Cette correction permet donc d'obtenir les tenseurs corrigés \mathbf{A}_p et \mathbf{B}_p associés à l'inclusion p :

$$\begin{aligned}\mathbf{A}_p &= \mathbf{A}_p^H \cdot (\mathbf{1} + \gamma \mathbf{W}) \\ \mathbf{B}_p &= \mathbf{B}_p^H \cdot (\mathbf{1} + \gamma \mathbf{W})\end{aligned}\tag{V.34}$$

Où : $\gamma = V_p / (4\pi D_0 R_m^3)$; avec V_p et R_m sont respectivement le volume de l'inclusion p et le rayon de la matrice. Pour un milieu de diffusivité isotrope $\mathbf{D}_0 = D_0 \mathbf{1}$ (avec $\mathbf{1}$: le tenseur d'unité du second ordre).

$$\mathbf{W} = (\mathbf{1} + \gamma(\mathbf{B}_p^H - \mathbf{D}_0 \cdot \mathbf{A}_p^H))^{-1} \cdot (\mathbf{D}_0 \cdot \mathbf{A}_p^H - \mathbf{B}_p^H).\tag{V.35}$$

\mathbf{A}_p^H et \mathbf{B}_p^H sont les tenseurs de localisation calculés numériquement pour un problème d'Eshelby avec le gradient de concentration \mathbf{H} fixant la concentration sur le contour :

$$\langle \mathbf{grad} \rho \rangle_p^H = \mathbf{A}_p^H \cdot \mathbf{H} \quad \langle \mathbf{j} \rangle_p^H = -\mathbf{B}_p^H \cdot \mathbf{H}\tag{V.36}$$

V.5.4 Effet de l'ITZ sur la diffusion

Afin de prendre en compte l'effet de l'ITZ sur les propriétés de diffusion pour une modélisation par des éléments finis, une interface diffusive autour de l'inclusion est considérée. En raison de l'analogie entre le problème de la diffusion et celui de la conductivité thermique [194], nous pouvons utiliser les résultats de Yvonnet et al. [195] pour établir une relation entre les propriétés de l'interphase et celles de l'interface équivalente. Quand les tenseurs de diffusion \mathbf{D}_{itz} , \mathbf{D}_m et \mathbf{D}_p respectivement de l'ITZ, de la matrice et de l'inclusion sont tels que $\|\mathbf{D}_{itz}\| \gg \|\mathbf{D}_p\|$ et $\|\mathbf{D}_{itz}\| \gg \|\mathbf{D}_m\|$, l'interphase est donc imparfaite. Dans ce cas, le tenseur de diffusion surfacique \mathbf{d} de l'interface équivalente Γ peut être exprimé en fonction du tenseur de diffusion \mathbf{D}_{itz} et de l'épaisseur e de l'ITZ [195] :

$$\mathbf{d} = e \mathbf{S}_{itz} \quad \text{avec} \quad \mathbf{S}_{itz} = \mathbf{D}_{itz} - \frac{(\mathbf{D}_{itz} \cdot \mathbf{n}) \otimes (\mathbf{D}_{itz} \cdot \mathbf{n})}{\mathbf{D}_{itz} : (\mathbf{n} \otimes \mathbf{n})}\tag{V.37}$$

Où \mathbf{n} est le vecteur normal à Γ . Quand \mathbf{D}_{itz} est isotrope, c'ad $\mathbf{D}_{itz} = D_{itz} \mathbf{1}$, l'équation

(V.37) peut être simplifiée :

$$\mathbf{d} = d(\mathbf{1} - \mathbf{n} \otimes \mathbf{n}), \quad d = eD_{itz}. \quad (\text{V.38})$$

V.5.5 Résolution numérique

Pour le cas d'interface très diffuse, la formulation faible nécessaire pour la modélisation numérique peut s'écrire [195] :

$$\int_{\Omega_p} (\mathbf{D}_p \nabla \rho) \cdot \nabla (\delta \rho) d\Omega + \int_{\Omega_m} (\mathbf{D}_m \nabla \rho) \cdot \nabla (\delta \rho) d\Omega + \int_{\mathbf{S}} (\mathbf{d} \nabla_s \rho) \cdot \nabla_s (\delta \rho) dS = \int_{\partial\Omega} \mathbf{j}_n \delta \rho dS \quad (\text{V.39})$$

Où : $\delta \rho$ tout champ de concentration en soluté sur Ω , qui est différentiable partout sauf sur l'interface Γ et vérifie $\delta \rho = 0$ sur $\partial\Omega$.

$$\begin{aligned} \nabla_s &= (\mathbf{1} - \mathbf{n} \otimes \mathbf{n}) \cdot \nabla \\ \mathbf{j}_n &= -\mathbf{j} \cdot \mathbf{n} \quad \text{sur } \partial\Omega. \end{aligned} \quad (\text{V.40})$$

Les tenseurs de localisation \mathbf{A}_p et \mathbf{B}_p sont calculés en résolvant trois problèmes indépendants d'Eshelby en diffusion correspondants aux conditions aux limites $\rho_i = \mathbf{H}_i \cdot \mathbf{x}$ ($\mathbf{H}_i = \mathbf{e}_i$; $i = 1, 2$ ou 3). Pour chaque problème, la moyenne du gradient de concentration sur l'inclusion p est calculée à l'aide de GetFEM++ [176] comme suit :

$$\langle \mathbf{grad} \rho \rangle_p = \frac{1}{V_p} \int_{\partial V_p} \rho \cdot \mathbf{n} dS \quad (\text{V.41})$$

La moyenne du flux de la diffusion sur l'inclusion p est calculée en utilisant le principe des travaux virtuels :

$$\forall \hat{\mathbf{H}}, \langle \mathbf{j} \rangle_p \cdot \hat{\mathbf{H}} = \frac{1}{V_p} \int_{V_p} \mathbf{j} \cdot \hat{\mathbf{H}} dV = \frac{1}{V_p} ({}^t \mathbf{q} \cdot (\mathbf{K}_p + \mathbf{K}_s) \cdot \hat{\mathbf{q}}) \quad (\text{V.42})$$

Où \mathbf{K}_p et \mathbf{K}_s tiennent compte respectivement de la restriction aux domaines de l'inclusion et de l'interface de la matrice de diffusivité assemblée du problème numérique. \mathbf{q} et $\hat{\mathbf{q}}$ sont la restriction au domaine d'inclusion des vecteurs contenant respectivement la concentration en chaque nœud (la solution numérique du problème) celle du champ virtuel imposé ($\hat{\rho} = \hat{\mathbf{H}} \cdot \mathbf{x}$).

V.5.6 Résultats

Pour cette étude nous considérons le cas d'un VER comprenant deux types d'inclusions imperméables (les graviers et les coquillages; $D_p = 0$) avec une interphase fortement diffuse autour des inclusions de coefficient de diffusion D_{itz} . L'ensemble est incorporé dans une matrice d'un coefficient de diffusion D_m .

V.5.6.1 Erreur du calcul numérique

La convergence de la solution numérique (corrigée et non corrigée) en fonction de la taille de la matrice est étudiée. Comme les problèmes d'inclusion sont axisymétriques de la direction \mathbf{e}_1 (Figure V.3), la résolution du problème donne des tenseurs de localisation diagonaux dans la base $(\mathbf{e}_1, \mathbf{e}_2, \mathbf{e}_3)$. L'erreur relative commise sur le calcul des composantes d'un tenseur \mathbf{X} est donc calculée sous la forme :

$$erreur(R_m/R_p) = \frac{|tr(\mathbf{X}(R_m/R_p) - \mathbf{X}(R_m/R_p = 20))|}{|tr(\mathbf{X}(R_m/R_p = 20))|} \quad (\text{V.43})$$

Où $tr(\mathbf{X})$ est la trace du tenseur \mathbf{X} .

Tout comme en élasticité, la figure V.18 montre que la précision des résultats numériques dépend du rapport R_m/R_p . La correction des conditions aux limites permet d'avoir une convergence plus rapide de la solution, et par conséquent, d'économiser de la mémoire et le temps de calcul.

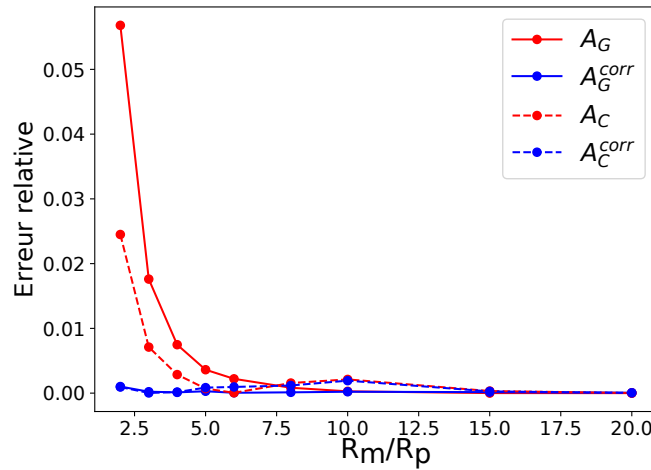


Figure. V.18 – Évolution de l'erreur relative en fonction de la taille de la matrice pour $D_{itz} = D_m$.

V.5.6.2 Effet de la forme de l'inclusion sur la diffusion

Afin d'étudier l'effet de la forme de l'inclusion sur la diffusion du béton, deux différents VER sont considérés ; un correspond à un béton avec 100% de graviers ($B0$) et l'autre correspond à un béton avec 100% de coquillages ($B100$). L'isotropie de la forme des graviers et par conséquent l'isotropie du béton $B0$ permet d'écrire le tenseur de diffusion homogénéisé \mathbf{D}^{hom} sous la forme :

$$\mathbf{D}^{hom} = D^0(\mathbf{e}_1 \otimes \mathbf{e}_1 + \mathbf{e}_2 \otimes \mathbf{e}_2 + \mathbf{e}_3 \otimes \mathbf{e}_3) = D^0 \mathbf{1} \quad (\text{V.44})$$

Étant donné que l'échantillon dédié à l'essai de diffusion est d'une épaisseur de 5 cm alors que le diamètre du coquillage est de l'ordre de 2 cm, l'isotropie de la distribution des différentes orientations du coquillage dans cet échantillon ne peut pas être considérée. Ainsi, on suppose que l'inclusion de type coquillage adopte une seule orientation ($\mathbf{e}_\theta = \mathbf{e}_1$) afin de simplifier le calcul. Dans ce cas et grâce à l'axisymétrie de la forme de l'inclusion, le tenseur de diffusion homogénéisé de $B100$ peut s'écrire sous la forme :

$$\mathbf{D}^{hom} = D_1^{100}(\mathbf{e}_1 \otimes \mathbf{e}_1) + D_2^{100}(\mathbf{e}_2 \otimes \mathbf{e}_2 + \mathbf{e}_3 \otimes \mathbf{e}_3) \quad (\text{V.45})$$

La figure V.19 représente l'évolution des coefficients de diffusion homogénéisés en fonction de la diffusivité de l'ITZ autour des inclusions. Les résultats montrent qu'une interphase diffusant jusqu'à 100 fois plus que la matrice n'a aucun effet sur le coefficient de diffusion homogénéisé. Concernant la forme de l'inclusion, les résultats montrent que le coefficient de diffusion du béton $B0$ se situe entre les deux coefficients diffusion D_1^{100} et D_2^{100} . Ceci veut dire que le béton à base de coquillages diffuse moins si le gradient de concentration est perpendiculaire aux coquillages ($\mathbf{grad}\rho // \mathbf{e}_1$); dans ce cas les coquillages jouent le rôle d'un obstacle qui freine la diffusion. Dans le cas contraire où le gradient de concentration est parallèle aux coquillages ($\mathbf{grad}\rho \perp \mathbf{e}_1$), le béton à base de coquillages est plus diffusif puisque cette orientation de coquillages favorise la diffusion en présentant moins d'obstacles devant le flux de diffusion.

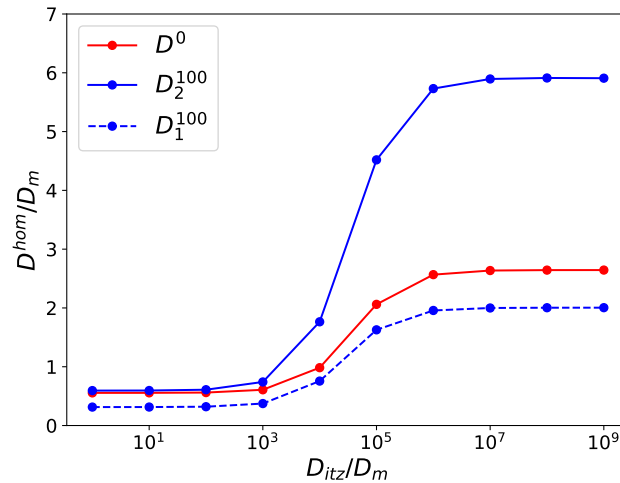


Figure. V.19 – Effet de l'ITZ sur le coefficient de diffusion pour différentes formes d'inclusion.

V.5.6.3 Effet de l'incorporation des coquillages sur le coefficient de diffusion homogénéisé

Le modèle basé sur le schéma de Mori-Tanaka permet de prédire l'évolution du coefficient de diffusion avec l'augmentation du taux de remplacement des graviers par des

coquillages. Le calcul est réalisé également pour différents coefficients de diffusion de l'interphase autour du coquillage (D_{itz}) alors que l'interphase autour des graviers est considérée comme parfaite.

Les figures V.20 et V.21 représentent respectivement l'évolution de D_1^{hom} et D_2^{hom} ($\mathbf{D}^{hom} = D_1^{hom}(\mathbf{e}_1 \otimes \mathbf{e}_1) + D_2^{hom}(\mathbf{e}_2 \otimes \mathbf{e}_2 + \mathbf{e}_3 \otimes \mathbf{e}_3)$). Pour une interphase parfaite ($D_{itz} = D_m$), les résultats indiquent que D_1^{hom} diminue avec l'incorporation des coquillages ce qui confirme l'effet barrière des coquillages. Avec l'augmentation de la diffusivité de l'interphase, D_1^{hom} augmente jusqu'à ce que le béton à base de coquillages devienne plus diffusif que le béton de référence. Par ailleurs D_2^{hom} augmente avec l'incorporation des coquillages quelque que soit la diffusivité de l'ITZ.

Les figures V.20 et V.21 représentent également les valeurs expérimentales du coefficient de diffusion et celles prédites par le schéma de Mori-Tanaka pour $D_m = 1,05 \cdot 10^{-11} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$. Comme D_1^{hom} et D_2^{hom} correspondent respectivement à la valeur minimale et la valeur maximale du coefficient de diffusion, la valeur expérimentale minimale et maximale sont respectivement représentées dans les figures V.20 et V.21. Les résultats montrent que les valeurs expérimentales correspondent à une interphase diffusive entre le coquillage et le mortier d'un coefficient de diffusion de $D_{itz} = 10^4 D_m$. Cette qualité d'interphase correspond à une augmentation du coefficient de diffusion homogénéisé de 8% à 38% (selon l'orientation des coquillages) pour un taux de substitution de 20%.

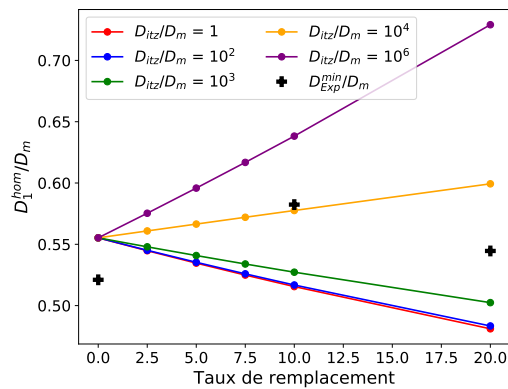


Figure. V.20 – Variation du coefficient D_1^{hom} en fonction du taux de substitution et de la diffusivité de l'ITZ.

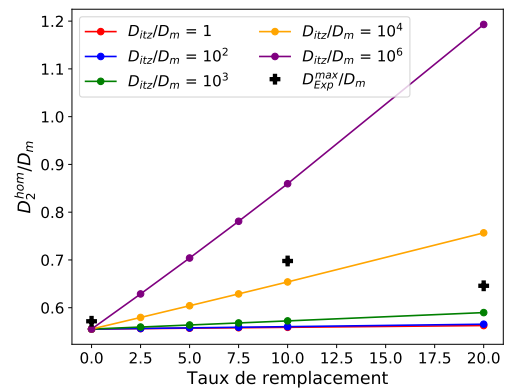


Figure. V.21 – Variation du coefficient D_2^{hom} en fonction du taux de substitution et de la diffusivité de l'ITZ.

V.6 Conclusion

Dans ce chapitre, la résolution numérique du problème d'Eshelby est utilisée afin d'évaluer l'effet de l'incorporation des coquillages sur les propriétés mécaniques et de diffusion des bétons. Le cas d'une inclusion d'une forme géométrique semblable à celle du

coquillage est considéré et les propriétés mécaniques et de diffusion sont étudiées en prenant en compte l'effet des propriétés de l'ITZ. Il a été démontré que les propriétés du béton peuvent être considérablement affectées par la forme de l'inclusion et la qualité de l'adhérence entre le mortier et le coquillage. La substitution des graviers par des coquillages ayant une interface rigide n'a aucun effet sur le module élastique homogénéisé. Cependant, la diminution du module mesurée expérimentalement peut être retrouvée si le coquillage est considéré comme décollé du mortier. Par ailleurs, l'effet des coquillages sur la rupture du béton est évalué grâce au calcul de concentration de contraintes autour des inclusions dans un chargement de compression uniaxiale. Les résultats de la résolution numérique ont montré que la résistance du béton à la compression dépend non seulement de la rigidité de l'ITZ mais aussi de l'orientation du coquillage par rapport au plan de chargement. Enfin, le coefficient de diffusion homogénéisé augmente significativement pour une interphase mortier/coquillage très diffusive. En revanche, pour une interphase parfaite (non-diffusive) et lorsque le coquillage est orienté perpendiculairement au gradient de concentration, le coefficient de diffusion homogénéisé diminue.

Conclusion générale

Les travaux de recherche présentés dans ce manuscrit s'inscrivent dans le cadre du projet régional SEDIFLUV, qui traite de la valorisation des sédiments franciliens dans le béton (structurel et non-structurel). Cette thèse porte sur l'étude de la faisabilité technique d'un béton structurel à base de sédiments franciliens.

Le potentiel de valorisation des sédiments franciliens est évalué en s'appuyant sur la base de données des propriétés des points de dragage fournie par la Direction Territoriale du Bassin de la Seine (DTBS). La compilation de ces informations permet de classer les sédiments franciliens en trois groupes, selon leurs propriétés (les teneurs en fines, en matière organique et en hydrocarbures totaux). Les résultats montrent que 30 % du volume du gisement pourrait être considéré comme une source propre et stable de granulats. Le tamisage du volume restant permet d'éliminer efficacement l'argile et la matière organique responsables du retard d'hydratation, de la diminution de la résistance et de l'augmentation du retrait et, par conséquent, de récupérer un volume important de granulats propres. La fraction non inerte (mais non dangereuse) des sédiments ne représente que 6% du volume total.

Par ailleurs, les essais de calorimétrie semi-adiabatique, de la résistance à la compression et du retrait linéique, menés sur des échantillons de béton à base de 30% de sédiments, montrent que ses propriétés ne sont que légèrement affectées. En revanche, nous avons démontré que la substitution de 30% de sable conventionnel par la fraction fine des sédiments retarde la prise de béton, réduit largement la résistance à la compression et augmente les déformations de retrait. Afin de mieux valoriser les sédiments fins sans affecter considérablement les propriétés du béton, nous les avons incorporés en substitution partielle du ciment. Les résultats ont montré que la substitution de 10% en volume de ciment par des sédiments fins n'affecte pas l'ouvrabilité de béton. Le retard d'hydratation, la résistance à la compression et le retrait ne sont que légèrement affectés.

Le retard de prise du béton à base de sédiments est principalement dû à la matière organique et plus précisément aux substances humiques. L'effet de ces substances sur la rhéologie, l'hydratation et la résistance à la compression d'une pâte cimentaire a été comparé à celui des lignosulfonates de calcium. Dans une large mesure, les substances humiques se sont avérées similaires aux lignosulfonates de calcium ; les deux additifs améliorent la maniabilité, prolongent la période dormante et diminuent la résistance à la compression d'une manière similaire. La contrainte de cisaillement de pâte fraîche diminue significativement avec l'ajout des substances humiques ou des lignosulfonates de calcium pour un taux de 0,5% par masse de ciment, alors qu'une addition retardée de 0,2% suffit à induire une chute de cette contrainte. Ce comportement dispersif des plastifiants est attribué par plusieurs auteurs [121; 122; 119] à leur adsorption sur les particules

de ciment ce qui réduit les forces d'attraction interparticulaires et empêche le contact étroit entre les particules. La période dormante induite par la présence des substances humiques dure de plus en plus longtemps avec l'augmentation du taux d'incorporation. En effet, elle dure 1 jour, 4 jours et plus de 20 jours respectivement pour des fractions massiques de 1%, 2% et 3% des substances humiques. Ce retard d'hydratation est dû principalement à l'adsorption des substances humiques sur les particules de ciment, formant une couche protectrice autour des particules. En outre, l'ajout des substances humiques diminue le retrait endogène surtout pour des rapports Eau/Liant élevés (0,42 et 0,50). Cette diminution a été attribuée au ressuage qui diminue le rapport Eau/Ciment de la pâte et par conséquent la prise peut se produire pour un degré d'hydratation plus faible. Pour des taux très élevés de substances humiques, le ressuage devient plus remarquable et un décalage de prise est observé entre le haut et le bas de l'échantillon. Le durcissement précoce de la partie inférieure peut être à l'origine d'un retrait empêché de la partie supérieure, générant par conséquent des fissures.

Par ailleurs, la diminution significative de la résistance des pâtes au jeune âge avec l'augmentation de la teneur en substances humiques est principalement due au retard d'hydratation. À 90 jours, les résultats de l'ATG montrent un taux d'hydratation similaire pour tous les échantillons fabriqués avec le même rapport Eau/Liant. Néanmoins, la diminution de la résistance est toujours détectable. Un changement de la microstructure de la pâte avec l'incorporation des substances humiques est donc possible par un changement des hydrates produits et/ou une augmentation de la porosité.

D'un point de vue opérationnel, il est donc nécessaire de connaître la teneur en substances humiques d'un sédiment afin de prédire son effet sur les propriétés du béton. L'adaptation de la méthode colorimétrique, décrite dans la norme européenne EN 1744+A1, permet de déduire jusqu'à quel taux un sédiment sableux peut être incorporé sans qu'il ait un effet significatif sur les propriétés du béton.

Outre la matière organique, les sédiments franciliens contiennent également une fraction importante de coquillages centimétriques intacts, qui peuvent impacter les propriétés du béton. Les résultats expérimentaux ont montré qu'une substitution des graviers par des coquillages, de type *Corbicula*, jusqu'à 20% n'a aucun effet (ou un léger effet) sur les propriétés physiques (l'affaissement et la densité), le retrait et les propriétés de durabilité (la porosité, la diffusion des ions chlore et la carbonatation) du béton. Ces propriétés sont principalement liées à celles du mortier qui ne sont pas affectées par l'incorporation des coquillages. Par ailleurs, des images MEB ont montré une faible adhérence entre le mortier et les coquillages ce qui semble être le facteur principal à l'origine de la diminution des propriétés mécaniques; la résistance à la compression, le module d'élasticité et la résistance à la traction. La compensation de la baisse des performances mécaniques peut être effectuée en réduisant le rapport Eau/Ciment (en gardant le même dosage en

ciment). Toutefois, un ajout de plastifiant (par exemple des substances humiques) serait indispensable pour assurer une certaine maniabilité du béton.

Sur le plan de la modélisation, la résolution numérique du problème d'Eshelby est utilisée afin d'évaluer l'effet de l'incorporation des coquillages sur les propriétés mécaniques (module élastique et la rupture) et de diffusion des bétons. Il est démontré que ces propriétés dépendent principalement de la qualité de l'interface entre le mortier et le coquillage. Les résultats expérimentaux du module élastique (en fonction du taux de coquillages) pourraient être reproduits si on considère un décollement entre le mortier et le coquillage. La forme géométrique aplatie des coquillages peut rendre l'effet de la faible qualité de l'ITZ sur le module élastique plus prononcé. Concernant l'effet des coquillages sur la rupture du béton, la concentration de contraintes autour des inclusions induites par un chargement de compression uniaxial est évaluée pour différentes propriétés de l'ITZ. En effet, nous avons démontré que la résistance à la compression du béton dépend étroitement de la rigidité de l'ITZ. L'orientation du coquillage par rapport au plan de chargement peut également affecter la résistance du matériau. Elle atteint son minimum/maximum quand le coquillage est parallèle/perpendiculaire au plan de chargement. Enfin, le coefficient de diffusion calculé numériquement, augmente significativement pour une interphase mortier/coquillage très diffusive. En revanche, pour une interphase parfaite (non-diffusive) et lorsque le coquillage est orienté perpendiculairement à la direction du gradient de concentration, le coefficient de diffusion homogénéisé diminue avec l'incorporation des coquillages.

D'une manière générale, les différents résultats de ce travail de thèse montrent que la fabrication de bétons à base de sédiments franciliens est presque toujours faisable à condition que leur taux d'incorporation soit bien choisi en fonction de la fraction de la matière organique et de celle de coquillages. En connaissant le taux des coquillages et en appliquant une hypothèse sur la qualité de l'ITZ entre le coquillage et le mortier, nous pourrions prédire les propriétés mécaniques et de diffusion du béton grâce à une approche micromécanique.

Il semble pertinent de suivre ce travail par un certain nombre de pistes afin d'assurer une meilleure valorisation des sédiments franciliens. Pour ce qui concerne les sédiments fins, il serait adéquat de s'intéresser aux phases minéralogiques notamment leur teneur en argile. Connaître la quantité d'argile dans les sédiments fins nous permettra de mieux comprendre leur effet néfaste sur les propriétés du béton. Concernant la fraction granulaire des sédiments, il serait intéressant d'évaluer l'effet de l'incorporation de ces sédiments après un prétraitement (soufflage ou flottaison par exemple) permettant d'éliminer les éléments légers (bois, scories et coquillages légers) qui sont à l'origine de la diminution de la performance des bétons. Par ailleurs, les deux autres types de coquillages (Dreissina et

Viviparus), que nous n'avons pas étudié dans ce travail de thèse, peuvent être isolés par un processus industriel tirant profit de leur faible densité. Ainsi, nous souhaitons évaluer l'effet de l'incorporation de ces coquillages en tant que sable sur les propriétés du béton. Leur forte porosité et leur faible densité favorisent également leur utilisation dans les bétons non structurels drainants.

Annexe

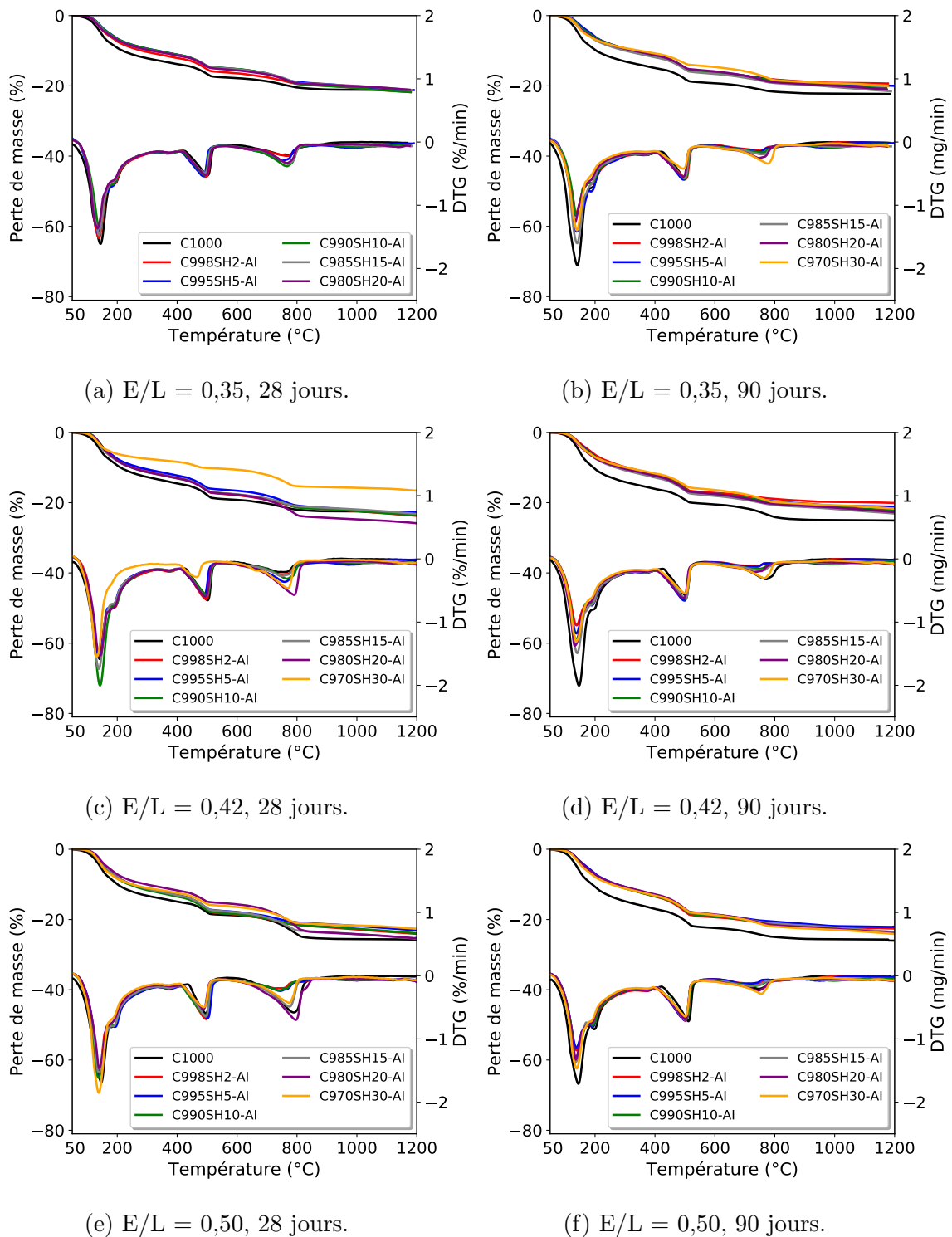


Figure. V.22 – Courbes de perte de masse et de DTG des pâtes de ciment à base de substances humiques.

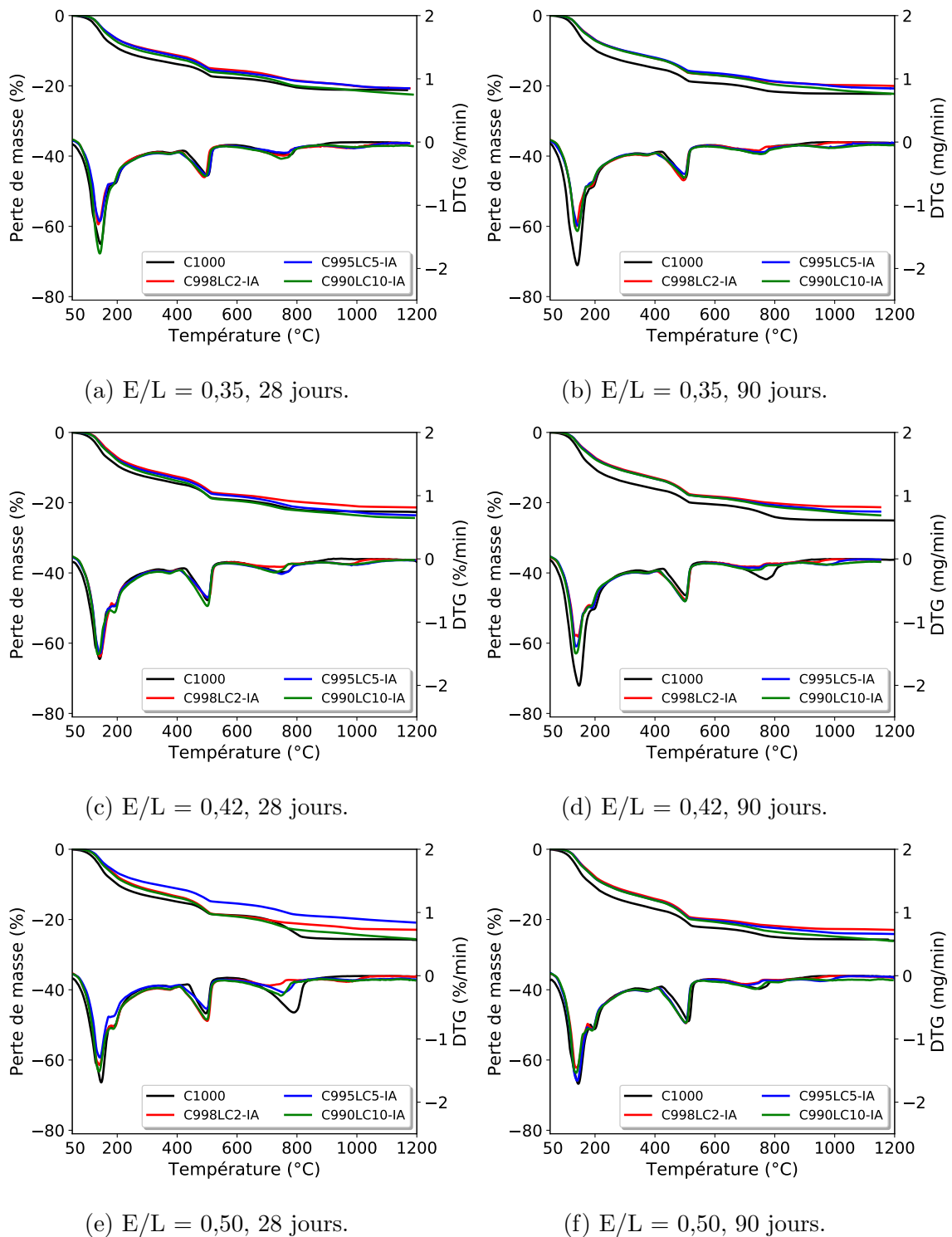


Figure. V.23 – Courbes de perte de masse et de DTG des pâtes de ciment à base de lignosulfonates de calcium.

Liste des figures

1	Objectifs de la thèse.	10
I.1	Techniques de dragage mécanique [7; 8]	14
I.2	Techniques de dragage hydraulique [7; 9]	15
I.3	Protocole établi par le groupe de travail « dangerosité des sédiments » du MEEDDM pour la mesure de l'écotoxicité (paramètre H14) des sédiments [22].	19
I.4	Modalités d'évaluation de la dangerosité et du caractère inerte de sédiments gérés à terre [20].	20
I.5	Carte du réseau de la DTBS [47].	24
I.6	Classification des sédiments selon leur qualité.	25
I.7	Filières de valorisation pour les sédiments dragués par la DTBS [47]	26
II.1	Fonctions de distribution des différents paramètres des sédiments.	34
II.2	Partition des sédiments en trois groupes en fonction de la teneur en HCT, en fines et en matière organique.	37
II.3	Échantillons des sédiments dragués.	38
II.4	Courbes granulométriques des échantillons de sédiments et des granulats conventionnels.	40
II.5	Familles de coquillages.	40
II.6	Protocole de fabrication des bétons.	41
II.7	Essai d'affaissement au cône d'Abrams.	42
II.8	Essai de la calorimétrie semi-adiabatique.	43
II.9	Essai de la résistance à la compression.	44
II.10	Mesure de retrait.	44
II.11	Résultats de l'essai de calorimétrie semi-adiabatique des différents bétons.	47
II.12	Résistance à la compression à 3 et 28 jours.	49
II.13	Différents graviers utilisés.	49
II.14	Différents sables utilisés.	50

II.15	Résistance à la compression vs. densité des bétons BSs.	50
II.16	La variation du retrait total et la perte de masse en fonction de temps. . .	52
II.17	Retrait total des BSs à 90 jours vs. eau totale dans le mélange.	53
II.18	Retrait total des BFs à 90 jours vs. eau totale dans le mélange.	53
II.19	Méthode de substitution.	53
II.20	Résultats de l'essai de calorimétrie semi-adiabatique des différents bétons. .	55
II.21	Résistance à la compression des différents bétons à 3 et 28 jours.	56
II.22	La variation du retrait total et de la perte de masse des différents bétons en fonction de temps.	56
III.1	Substances humiques.	61
III.2	Lignosulfonates de calcium.	61
III.3	Protocole de fabrication.	62
III.4	Essai au mini-cône.	64
III.5	Essai au cône de Marsh.	64
III.6	Essai de prise Vicat.	65
III.7	Micro-calorimètre isotherme.	66
III.8	Essais du retrait.	68
III.9	Essai de compression.	68
III.10	Contrainte de cisaillement vs. taux d'incorporation des SH et des LC. Les barres d'erreur sont générées selon une approche de Monte Carlo sur l'étalement D	71
III.11	Viscosité vs. taux d'incorporation des SH et des LC. Les barres d'erreur sont générées selon une approche de Monte Carlo sur l'étalement D et le temps d'écoulement t_{500}	71
III.12	Résultats de la calorimétrie isotherme pour différents taux des SH ajoutés en addition immédiate (AI).	73
III.13	Résultats de la calorimétrie isotherme pour différents taux des LC ajoutés en addition immédiate (AI).	74
III.14	Résultats de la calorimétrie isotherme pour différents taux des SH et LC ajoutés en addition retardée (AR).	75
III.15	Résultats de la calorimétrie isotherme pour C970SH30.	76
III.16	Résultats de l'essai de retrait chimique.	79
III.17	Variation du volume apparent.	80
III.18	Décalage de temps de prise entre la partie supérieure et la partie inférieure.	81
III.19	Apparition de fissures juste après la prise (C980SH20-AI et $E/L = 0,42$). .	81
III.20	Variation du volume apparent vs. chaleur cumulée.	82
III.21	Retrait endogène.	83

III.22	Résistance à la compression vs. temps, pour différentes pâtes mélangées avec une addition immédiate des SH ou des LC.	84
III.23	Résistance à la compression vs. degré d'hydratation.	85
III.24	Résistance à la compression vs. temps, pour différentes pâtes mélangées avec une addition retardée des SH ou des LC.	86
III.25	Les résultats des tests colorimétriques : a), b) et c) Classement des différents échantillons en fonction de leurs couleurs résultantes.	88
IV.1	coquillages de type Corbicula	94
IV.2	Répartition granulométrique	94
IV.3	Dispositif de l'essai de module d'élasticité.	95
IV.4	Dispositif d'essai de fendage.	95
IV.5	Échantillons pour les essais de durabilité.	96
IV.6	Essai de diffusion des ions chlore.	97
IV.7	Résistance à la compression à 28 et 90 jours vs. taux de substitution.	100
IV.8	Module d'élasticité à 28 et 90 jours vs. taux de substitution.	100
IV.9	Observations des interfaces mortier/gravier et mortier/coquillage.	100
IV.10	Observations au MEB de la microstructure du béton.	100
IV.11	Résistance à la traction par fendage à 28 jours vs. taux de substitution.	101
IV.12	Retrait total vs. temps.	102
IV.13	Perte de masse vs. temps.	102
IV.14	Porosité vs. taux de substitution.	103
IV.15	Concentration cumulée de NaCl vs. temps.	103
IV.16	Coefficient de diffusion vs. taux de substitution.	103
IV.17	Épaisseur de la partie carbonatée des différents bétons après un mois dans une enceinte à 3% CO_2	104
IV.18	Résistance à la compression	106
IV.19	Module d'élasticité	106
V.1	Coquillages de type Corbicula.	111
V.2	Équivalence entre interface et interphase.	114
V.3	Coquillage noyé dans une matrice soumise à un champ de contraintes uniaxial.	117
V.4	Micro-indenteur.	117
V.5	Courbes d'indentation des coquillages.	118
V.6	Représentation schématique du problème d'Eshelby résolu numériquement.	119
V.7	Maillage du domaine pour un problème d'inclusion (gravier à gauche et coquillage à droite).	120
V.8	Évolution de l'erreur relative des tenseurs de localisation pour une inclusion de type gravier.	120

V.9	Évolution de l'erreur relative des tenseurs de localisation pour une inclusion de type coquillage.	120
V.10	Effet de l'ITZ sur le module pour différentes formes d'inclusion.	121
V.11	Effet des propriétés de l'ITZ sur le module d'élasticité effectif du VER à 28 jours pour les différents taux de substitution.	122
V.12	Effet des propriétés de l'ITZ sur le module d'élasticité effectif du VER à 90 jours pour les différents taux de substitution.	122
V.13	Fonction de répartition de la contrainte $\sigma_{p,m}^I(x)$	123
V.14	Effet de l'orientation de coquillage sur la contrainte $\sigma_{1\%}^I (\beta = 1)$	123
V.15	Effet de l'incorporation des coquillages sur la concentration de contraintes autour des inclusions (coquillage et gravier)..	124
V.16	Illustration des aires limités par $0 < \theta < \pi/8$ et $3\pi/8 < \theta < \pi/2$	125
V.17	Évolution de la résistance à la compression Σ_c en fonction du taux de substitution.	125
V.18	Évolution de l'erreur relative en fonction de la taille de la matrice pour $D_{itz} = D_m$	129
V.19	Effet de l'ITZ sur le coefficient de diffusion pour différentes formes d'inclusion.	130
V.20	Variation du coefficient D_1^{hom} en fonction du taux de substitution et de la diffusivité de l'ITZ.	131
V.21	Variation du coefficient D_2^{hom} en fonction du taux de substitution et de la diffusivité de l'ITZ.	131
V.22	Courbes de perte de masse et de DTG des pâtes de ciment à base de substances humiques.	138
V.23	Courbes de perte de masse et de DTG des pâtes de ciment à base de lignosulfonates de calcium.	139

Liste des tableaux

I.1	Classes granulométriques des sédiments.	16
I.2	Niveaux N1 et N2 relatifs aux éléments et composés traces (mg/kg de sédiment sec analysé sur la fraction inférieure à 2 mm) [18].	17
I.3	Seuil S1 relatifs aux éléments et composés traces (en mg/kg de sédiment sec analysé sur la fraction inférieure à 2 mm) [19].	18
I.4	Paramètres à analyser lors du test de lixiviation et valeurs limites à respecter (en mg/kg de sédiment sec analysé sur la fraction inférieure à 2 mm) [23].	20
I.5	Paramètres à analyser en contenu total et valeurs limites à respecter (en mg/kg de sédiment sec analysé sur la fraction inférieure à 2 mm) [23].	20
I.6	Répartition des volumes dragués [47].	24
I.7	Qualité des sédiments dragués sur la période 2014-2018 [47; 48; 49; 50; 51].	25
II.1	Paramètres caractérisant un sédiment.	30
II.2	Paramètres des distributions ajustées.	33
II.3	Matrice de corrélation.	35
II.4	Les fractions des différentes classes granulaires dans les sédiments sableux.	38
II.5	Caractérisation chimique des sédiments fins.	39
II.6	Caractérisation chimique des sédiments sableux.	39
II.7	Coefficient d'absorption et densité des sédiments et des granulats conventionnels.	39
II.8	Coefficient d'aplatissement et la teneur en coquillages des graviers.	41
II.9	Composition chimique et propriétés physiques du ciment.	42
II.10	Quantités des ingrédients en kg pour un m^3 de béton.	43
II.11	Masse volumique des différents bétons à l'état frais et à 28 jours (g/cm^3).	45
II.12	La chaleur totale dégagée après 5 jours (J/g de ciment), le flux maximal (mW/g de ciment) et son temps d'apparition (heures).	46
II.13	Quantités des ingrédients en kg pour un m^3 de béton.	54

II.14 Propriétés des bétons frais.	54
III.1 Propriétés des substances humiques.	61
III.2 Propriétés des lignosulfonates de calcium.	62
III.3 Formules fabriquées.	62
III.4 Résultats expérimentaux des essais du mini-cône et du cône de Marsh.	69
III.5 Début, fin et durée de la prise en heures.	72
III.6 La densité des pâtes du ciment.	81
III.7 Sables testés selon la norme européenne EN 1744-1+A1.	85
III.8 Formules de bétons.	87
III.9 Le retard de l'apparition du pic du flux par rapport à celui du béton de référence (BR).	88
III.10 La teneur en matière organique avant et après un test de lixiviation.	89
IV.1 Propriétés physiques des granulats et coquillages	93
IV.2 Compositions des différents bétons pour $1m^3$	94
IV.3 Propriétés physiques du béton frais.	98
IV.4 Masse volumique des différents bétons à 28 et 90 jours, mesurée sur les éprouvettes des essais de la résistance à la compression.	99
IV.5 Profondeur de carbonatation.	104
IV.6 Compositions des bétons à différents E/C pour $1m^3$	105
IV.7 Propriétés physiques.	106
V.1 Module d'élasticité des différents phases de la microstructure.	118
V.2 Analogie entre les paramètres de l'élasticité et ceux de la diffusion	126

Bibliographie

- [1] IAU, L'environnement en ile-de-france - memento (2012) 84 pages.
- [2] L. Ancioppi, A. Benard, P. Hennebert, B. Hazebrouck, Sédiments de dragage : variabilité des sédiments, retour d'expérience sur les pratiques de dragage et sur la valorisation à terre en France, in : 1. Conférence méditerranéenne côtière et maritime, Hammamet, Tunisia, 2009, p. NC.
URL <https://hal-ineris.archives-ouvertes.fr/ineris-00973374>
- [3] VNF, Panorama : tendances et chiffres clés du transport fluvial, consulté en Août 2020.
URL <https://www.vnf.fr/vnf/accueil/logistique-fluviale/economie-du-secteur-logistique/panorama-tendances-et-chiffres-cles-du-transport->
- [4] VNF, Le réseau fluvial (2019).
URL <https://www.ecologique-solidaire.gouv.fr/generalites-sur-transport-et-reseau-fluvial-en-france>
- [5] PlanèteTP, Dragues mécaniques (2007).
URL <http://www.planete-tp.com/dragues-mecaniques-a345.html>
- [6] PlanèteTP, Dragues hydrauliques (2007).
URL <http://www.planete-tp.com/dragues-hydrauliques-a343.html>
- [7] MACS, Concertation relative au projet de dragage du port de capbreton (2019).
URL https://www.cc-macs.org/fileadmin/Portail/4-Economie/Le_Port/desensablement/190605_Concertation_projet_dragage_Port_de_Capbreton_-_images_et_schema_complementaires_au_CR_du_2eme_atelier.pptx.pdf
- [8] C. Gardner, Clamshell dredging in new york and new jersey harbor (2010).
URL https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Clamshell_dredging_in_New_York_and_New_Jersey_Harbor_-a.jpg

-
- [9] M. Nolte, Drague à disque désagrégateur (2012).
URL https://fr.wikipedia.org/wiki/Drague_%C3%A0_disque_d%C3%A9sagr%C3%A9gateur
- [10] V. Dubois, Etude du comportement physico-mécanique et caractérisation environnementale des sédiments marins : valorisation en technique routière, Ph.D. thesis, thèse de doctorat dirigée par Abriak, Nor-Edine Génie civil Artois 2006 (2006).
URL <http://www.theses.fr/2006ART00201>
- [11] O. Geffard, Toxicité potentielle des sédiments marins et estuariens contaminés : évaluation chimique et biologique, biodisponibilité des contaminants sédimentaires, Ph.D. thesis, thèse de doctorat dirigée par Garrigues, Philippe Sciences du vivant, géosciences et sciences de l'environnement. Écotoxicologie Bordeaux 1 2001 (2001).
URL <http://www.theses.fr/2001BOR12437>
- [12] A. Gosselin, C. E. C. R. du Québec. Direction de la protection de l'environnement. Section éco-innovation technologique, Protocole d'évaluation de la traitabilité des sédiments, des sols et des boues à l'aide des technologies minéralurgiques [ressource électronique] : document, Environnement Canada, Direction de la protection de l'environnement, Section éco-innovation technologique, 1999.
URL https://books.google.fr/books?id=Kp_otAEACAAJ
- [13] G. Shneider, Le curage des sédiments des cours d'eau. courrier de l'environnement de l'inra, 2001 .43. 146-147 (2001).
URL <http://www7.inra.fr/dpenv/curage.htm>
- [14] Humatex, Les substances humiques.
URL <http://www.humatex.cz/fr/information-generale/les-substances-humiques>
- [15] P. LIFE, Inventaire détaillé des techniques de curage, transport, traitement et usages des sédiments 126 pages.
URL <https://docplayer.fr/3915217-Inventaire-detaille-des-techniques-de-curage-t.html>
- [16] C. Alzieu, Dragages et environnement marin, Ifremer, 1999.
URL <https://archimer.ifremer.fr/doc/1999/rapport-1040.pdf>
- [17] F. Marot, Caractérisation et traitement de sédiments de dragage contenant des polluants métalliques, Ph.D. thesis (1997).
URL <http://www.theses.fr/1997LEHA0009>

-
- [18] Legifrance, Arrêté du 14 juin 2000, relatif aux niveaux de référence à prendre en compte lors d'une analyse de sédiments marins ou estuariens présents en milieu naturel ou portuaire. (2000).
URL <https://www.legifrance.gouv.fr/affichTexte.do?cidTexte=JORFTEXT000000219350&dateTexte=20080731>
- [19] Legifrance, Arrêté du 9 août 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 relevant respectivement des rubriques 2.2.3.0, 4.1.3.0 et 3.2.1.0 de la nomenclature annexée à l'article r. 214-1 du code de l'environnement.
URL <https://www.legifrance.gouv.fr/affichTexte.do?cidTexte=JORFTEXT0000000423497>
- [20] P. Geretto, Caractérisations et analyses réglementaires sur les sédiments de dragage (2020).
URL <http://doc.lerm.fr/caracterisations-et-analyses-reglementaires-sur-les-sediments-de-dragage>
- [21] Legifrance, Arrêté du 18 avril 2002, relatif à la classification des déchets.
URL <https://www.legifrance.gouv.fr/affichTexte.do?cidTexte=JORFTEXT0000000594802>
- [22] BRGM, Test du protocole d'écotoxicologie (critère h14) pour l'évaluation du caractère dangereux de sédiments destinés à une gestion à terre (2013).
URL <http://infoterre.brgm.fr/rapports/RP-61420-FR.pdf>
- [23] Legifrance, 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.
URL <https://www.legifrance.gouv.fr/affichTexte.do?cidTexte=JORFTEXT000029893828&categorieLien=id>
- [24] F. Roussel, Sédiments de dragage : le casse-tête de leur valorisation n'est plus (2019).
URL <https://www.actu-environnement.com/ae/news/sediment-dragage-dechets-vnf-stockage-valorisation-sedilab-34197.php4>
- [25] A. Kasmi, N.-E. Abriak, M. Benzerzour, H. Azrar, Environmental impact and mechanical behavior study of experimental road made with river sediments: recycling

-
- of river sediments in road construction, *Journal of Material Cycles and Waste Management* (2017). doi:[10.1007/s10163-016-0529-5](https://doi.org/10.1007/s10163-016-0529-5).
URL <https://doi.org/10.1007/s10163-016-0529-5>
- [26] S. Kamali, F. Bernard, N. Abriak, P. Degrugilliers, Marine dredged sediments as new materials resource for road construction, *Waste Management* 28 (5) (2008) 919 – 928. doi:<https://doi.org/10.1016/j.wasman.2007.03.027>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0956053X07001328>
- [27] P.-Y. Scordia, Caractérisation et valorisation des sédiments fluviaux pollués et traités dans les matériaux routiers. école centrale de lille, Ph.D. thesis (2008).
URL <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00339371v2/document>
- [28] H. Ez-zaki, A. Diouri, Microstructural and physicomechanical properties of mortars-based dredged sediment, *Asian Journal of Civil Engineering* (2019). doi:<https://doi.org/10.1007/s42107-018-0084-6>.
- [29] R. Snellings, L. Horckmans, C. Van Bunderen, L. Vandewalle, Cizer, Flash-calcined dredging sediment blended cements : effect on cement hydration and properties, *Materials and Structures* (2017). doi:<https://doi.org/10.1617/s11527-017-1108-5>.
- [30] H. Du, S. D. Pang, Value-added utilization of marine clay as cement replacement for sustainable concrete production, *Journal of Cleaner Production* 198 (2018) 867 – 873. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.07.068>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0959652618320419>
- [31] C. Van Bunderen, R. Snellings, L. Vandewalle, Cizer, Early-age hydration and autogenous deformation of cement paste containing flash calcined dredging sediments, *Construction and Building Materials* 200 (2019) 104 – 115. doi:<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.12.090>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061818330708>
- [32] T. A. Dang, S. Kamali-Bernard, W. A. Prince, Design of new blended cement based on marine dredged sediment, *Construction and Building Materials* 41 (2013) 602 – 611. doi:<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2012.11.088>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061812009245>

-
- [33] M. Benzerzour, M. Amar, N.-E. Abriak, New experimental approach of the reuse of dredged sediments in a cement matrix by physical and heat treatment, *Construction and Building Materials* 140 (2017) 432 – 444. doi:<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.02.142>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061817303446>
- [34] A. e. M. Safhi, P. Rivard, A. Yahia, M. Benzerzour, K. H. Khayat, Valorization of dredged sediments in self-consolidating concrete: Fresh, hardened, and microstructural properties, *Journal of Cleaner Production* 263 (2020) 121472. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.121472>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0959652620315195>
- [35] J. L. Dalton, K. H. Gardner, T. P. Seager, M. L. Weimer, J. C. Spear, B. J. Magee, Properties of portland cement made from contaminated sediments, *Resources, Conservation and Recycling* 41 (3) (2004) 227 – 241. doi:<https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2003.10.003>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921344903001642>
- [36] G. Aouad, A. Laboudigue, N. Gineys, N. Abriak, Dredged sediments used as novel supply of raw material to produce portland cement clinker, *Cement and Concrete Composites* 34 (6) (2012) 788 – 793. doi:<https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2012.02.008>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0958946512000352>
- [37] A. Ben Fraj, M. Miraoui, F. Boinski, P. Mounanga, Early age and durability properties of dredged marine sand mortars, *American Concrete Institute, ACI Special Publication* 289 (2012) 437–451.
URL <https://www.concrete.org/publications/internationalconcreteabstractsportal/m/details/id/51684282>
- [38] J. Limeira, L. Agullo, M. Etxeberria, Dredged marine sand in concrete: An experimental section of a harbor pavement, *Construction and Building Materials* 24 (6) (2010) 863 – 870. doi:<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2009.12.011>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S095006180900422X>
- [39] J. Limeira, M. Etxeberria, L. Agulló, D. Molina, Mechanical and durability properties of concrete made with dredged marine sand, *Construc-*

-
- tion and Building Materials 25 (11) (2011) 4165 – 4174. doi:<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.04.053>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061811001930>
- [40] K. Millrath, S. Kozlova, S. Shimanovich, C. Meyer., Beneficial use of dredge material progress report prepared for echo environmental, Columbia University (2001).
URL https://www.google.com/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=4&ved=2ahUKEwjRqYP29I7pAhXC5eAKHet8CmcQFjADegQIBRAB&url=http%3A%2F%2Fwww.columbia.edu%2Fcu%2Fcivileng%2Fmeyer%2Fpublications%2Fpublications%2F2001_02_CU_dm-rep1.pdf&usg=AOvVaw04iZPXVjLmTN0TwSXRSC1
- [41] I. Said, A. Missaoui, Z. Lafhaj, Reuse of tunisian marine sediments in paving blocks: factory scale experiment, Journal of Cleaner Production 102 (2015) 66 – 77. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2015.04.138>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0959652615005326>
- [42] L. Wang, L. Chen, D. C. Tsang, J.-S. Li, K. Baek, D. Hou, S. Ding, C.-S. Poon, Recycling dredged sediment into fill materials, partition blocks, and paving blocks: Technical and economic assessment, Journal of Cleaner Production 199 (2018) 69 – 76. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.07.165>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0959652618321541>
- [43] R. Bucher, P. Diederich, G. Escadeillas, M. Cyr, Service life of metakaolin-based concrete exposed to carbonation: Comparison with blended cement containing fly ash, blast furnace slag and limestone filler, Cement and Concrete Research 99 (2017) 18 – 29. doi:<https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2017.04.013>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008884616310924>
- [44] M. Cyr, M. Trinh, B. Husson, G. Casaux-Ginestet, Effect of cement type on metakaolin efficiency, Cement and Concrete Research 64 (2014) 63 – 72. doi:<https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2014.06.007>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008884614001240>
- [45] S. Kranthi Vijaya, K. Jagadeeswari, K. Srinivas, Behaviour of m60 grade concrete by partial replacement of cement with fly ash, rice husk ash

-
- and silica fume, *Materials Today : Proceedings* (2020). doi:<https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.07.523>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2214785320356339>
- [46] A. Mehta, D. K. Ashish, Silica fume and waste glass in cement concrete production: A review, *Journal of Building Engineering* 29 (2020) 100888. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jobe.2019.100888>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2352710219303493>
- [47] DTBS, Bilan des opérations de dragage de l'année 2018 (2019).
- [48] DTBS, Bilan des opérations de dragage de l'année 2014 (2015).
- [49] DTBS, Bilan des opérations de dragage de l'année 2015 (2016).
- [50] DTBS, Bilan des opérations de dragage de l'année 2016 (2017).
- [51] DTBS, Bilan des opérations de dragage de l'année 2017 (2018).
- [52] ADEME, Étude sur le prix d'élimination des déchets inertes du btp (2012).
URL <https://www.ademe.fr/etude-prix-delimitation-dechets-inertes-btp>
- [53] H. Beddaa, I. Ouazi, A. Ben Fraj, F. Lavergne, J.-M. Torrenti, Reuse potential of dredged river sediments in concrete: Effect of sediment variability, *Journal of Cleaner Production* (2020) 121665 doi:<https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.121665>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0959652620317121>
- [54] H. Chen, Q. Wang, The behaviour of organic matter in the process of soft soil stabilization using cement, *Bulletin of Engineering Geology and the Environment* 65 (4) (2006) 445–448. doi:[10.1007/s10064-005-0030-1](https://doi.org/10.1007/s10064-005-0030-1).
URL <https://doi.org/10.1007/s10064-005-0030-1>
- [55] E. Clare, T. Sherwood, The effect of organic matter on the setting of soil-cement mixtures, Vol. 4, 2007.
- [56] S. Saride, A. J. Puppala, S. R. Chikyala, Swell-shrink and strength behaviors of lime and cement stabilized expansive organic clays, *Applied Clay Science* 85 (2013) 39 – 45. doi:<https://doi.org/10.1016/j.clay.2013.09.008>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0169131713003049>

-
- [57] H. Tremblay, J. Duchesne, J. Locat, S. Leroueil, Influence of the nature of organic compounds on fine soil stabilization with cement, *Canadian Geotechnical Journal* 39 (3) (2002) 535–546. arXiv:<https://doi.org/10.1139/t02-002>, doi:10.1139/t02-002.
URL <https://doi.org/10.1139/t02-002>
- [58] C. Martínez-García, B. González-Fontebo, F. Martínez-Abella, D. Carro-López, Performance of mussel shell as aggregate in plain concrete, *Construction and Building Materials* 139 (2017) 570 – 583. doi:<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.09.091>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061816315318>
- [59] D. H. Nguyen, M. Boutouil, N. Sebaibi, F. Baraud, L. Leleyter, Durability of pervious concrete using crushed seashells, *Construction and Building Materials* 135 (2017) 137 – 150. doi:<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.12.219>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061816321419>
- [60] H. C. Rica, P.h.D : Study of the behavior of shellfish co-product concretes for use in artificial reefs. Normandie university (2017) 211 pages.
- [61] E.-I. Yang, M.-Y. Kim, H.-G. Park, S.-T. Yi, Effect of partial replacement of sand with dry oyster shell on the long-term performance of concrete, *Construction and Building Materials* 24 (5) (2010) 758 – 765. doi:<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2009.10.032>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061809003699>
- [62] E. Buth, Clay, aggregate, and concrete, Texas Transportation institute (1967) 34 pages.
URL <https://static.tti.tamu.edu/tti.tamu.edu/documents/71-3F.pdf>
- [63] J. K. Norvell, J. G. Stewart, M. C. Juenger, D. W. Fowler, Influence of clays and clay-sized particles on concrete performance, *Journal of Materials in Civil Engineering* 19 (12) (2007) 1053–1059. doi:10.1061/(ASCE)0899-1561(2007)19:12(1053).
- [64] P. Yalley, A. Sam, Effect of sand fines and water/cement ratio on concrete properties, *Civil Engineering Research Journal* 4 (04 2018). doi:10.19080/CERJ.2018.04.555636.

-
- [65] Scikit-learn, K-means clustering (2019).
URL https://scikit-learn.org/stable/auto_examples/cluster/plot_cluster_iris.html
- [66] Decree-December12, On the conditions of admission of inert waste in installations falling under heading 2515, 2516 and 2517 and in inert waste storage facilities falling under heading 2760 of the classification of classified installations. (2014).
URL <https://www.legifrance.gouv.fr/affichTexte.do?cidTexte=JORFTEXT000029893828&categorieLien=id>
- [67] Decree-August9, Concerning the levels to be taken into account when analyzing discharges into surface waters or marine sediments, estuarine or stream extracts or channels. (2006).
URL <https://www.legifrance.gouv.fr/affichTexte.do?cidTexte=JORFTEXT000000423497>
- [68] J. F. Ontiveros-Cuadras, A. C. Ruiz-Fernández, J.-A. Sanchez-Cabeza, J. Sericano, L. H. Pérez-Bernal, F. Páez-Osuna, R. B. Dunbar, D. A. Mucciarone, Recent history of persistent organic pollutants (pahs, pcbs, pbdes) in sediments from a large tropical lake, *Journal of Hazardous Materials* 368 (2019) 264 – 273. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2018.11.010>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S030438941831029X>
- [69] Scipy, `scipy.stats.kstest`. perform the kolmogorov-smirnov test for goodness of fit. (2014).
URL <https://docs.scipy.org/doc/scipy-0.14.0/reference/generated/scipy.stats.kstest.html>
- [70] Scipy, `scipy.stats.pearsonr`. calculate a pearson correlation an the p-value for testing non correlation (2019).
URL <https://docs.scipy.org/doc/scipy/reference/generated/scipy.stats.pearsonr.html>
- [71] J. MacQueen, Some methods for classification and analysis of multivariate observations, in : *Proceedings of the Fifth Berkeley Symposium on Mathematical Statistics and Probability, Volume 1 : Statistics*, University of California Press, Berkeley, Calif., 1967, pp. 281–297.
URL <https://projecteuclid.org/euclid.bsmsp/1200512992>
- [72] H. Steinhaus, Sur la division des corps matériels en partie, *Bulletin de l'académie Polonaise des science* (1956).

-
- URL http://www.laurent-duval.eu/Documents/Steinhaus_H_1956_j-bull-acad-polon-sci_division_cmp-k-means.pdf
- [73] N. S. Altman, An introduction to kernel and nearest-neighbor nonparametric regression, *The American Statistician* 46 (3) (1992) 175–185.
URL <http://www.jstor.org/stable/2685209>
- [74] W. Kurdowski, *Cement and Concrete Chemistry*, 2014, p. 699. doi:10.1007/978-94-007-7945-7_6.
- [75] VDZ, Association of German Cement Works e.V. *Cement* paperback. 50th edition, 2002, p. 792.
- [76] C. Lorgeoux, R. Moilleron, J. Gasperi, S. Ayrault, P. Bonté, I. Lefèvre, B. Tassin, Temporal trends of persistent organic pollutants in dated sediment cores: Chemical fingerprinting of the anthropogenic impacts in the seine river basin, paris, *Science of The Total Environment* 541 (2016) 1355 – 1363. doi:<https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2015.09.147>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0048969715308081>
- [77] EN12620, *Granulats pour béton* (2008) 61 pages.
- [78] EN12457-2, *Caractérisation des déchets - lixiviation - essai de conformité pour la lixiviation des déchets granulaires et des boues - partie 2 : Essai discontinu en une étape avec un rapport liquide-solide de 10 l/kg pour les matériaux dont la taille des particules est inférieure à 4 mm (sans ou avec réduction de taille)* (2002).
- [79] XP-X33-012, *Caractérisation des boues - Dosage des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) et des polychlorobiphényles (PCB)* (2000).
- [80] EN15308, *Characterization of waste - determination of selected polychlorinated biphenyls (pcb) in solid waste by gas chromatography with electron capture or mass spectrometric detection* (2017).
- [81] EN-ISO10304-1, *Water quality - determination of dissolved anions by liquid chromatography of ions - part 1 : determination of bromide, chloride, fluoride, nitrate, nitrite, phosphate and sulfate* (2009).
- [82] XP-P94-047, *Sols : reconnaissance et essais - Détermination de la teneur pondérale en matières organiques d'un matériau - Méthode par calcination*. (1998).
- [83] EN933-1, *Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats - partie 1 : détermination de la granularité - analyse granulométrique par tamisage* (2012).

-
- [84] EN1097-6, Essais des propriétés mécaniques et physiques des granulats - partie 6 : Détermination de la densité des particules et de l'absorption d'eau (2014).
- [85] EN933-7, Essais pour déterminer les propriétés géométriques des granulats - partie 7 : détermination de la teneur en éléments coquilliers - pourcentage des coquilles dans les gravillons (1998).
- [86] J. Bouquerel, Les canaux : des milieux privilégiés pour les macroinvertébrés invasifs. Etude de la région Nord-Pas-de-Calais. Rapport d'études. Agence de l'Eau Artois-Picardie et Université des Sciences et Technologies de Lille I, laboratoire d'Ecologie Numérique et d'Ecotoxicologie, 81 pages (2008).
- [87] J. Marescaux, K. Doninck, New records of corbicula clams in french rivers, *Aquatic Invasions* 5 (2010) 35–39.
- [88] H. Tachet, P. Richoux, M. Bournaud, P. Usseglio-Polatera, *Invertébrés d'eau douce : systématique, biologie, écologie*. 588 pages, 2000.
- [89] EN933-3, Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats - partie 3 : détermination de la forme des granulats - coefficient d'aplatissement (2012).
- [90] EN12350-2, Essai de béton frais - partie 2 : essai d'affaissement (2012).
- [91] EN196-9, Méthodes d'essai des ciments - partie 9 : Chaleur d'hydratation - méthode semi-adiabatique (2010).
- [92] EN12390-3, Essais sur béton durci - partie 3 : Résistance à la compression des éprouvettes d'essai (2012).
- [93] D. Nguyen, N. Sebaibi, M. Boutouil, L. Leleyter, F. Baraud, The use of seashell by-products in pervious concrete pavers, *World Academy of Science, Engineering and Technology ; International Journal of Civil Science and Engineering* 7 (2013) 384–392.
- [94] D. H. Nguyen, M. Boutouil, N. Sebaibi, L. Leleyter, F. Baraud, Valorization of seashell by-products in pervious concrete pavers, *Construction and Building Materials* 49 (2013) 151 – 160. doi:<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.08.017>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061813007472>
- [95] E. Rozière, S. Granger, P. Turcry, A. Loukili, Influence of paste volume on shrinkage cracking and fracture properties of self-compacting

-
- concrete, *Cement and Concrete Composites* 29 (8) (2007) 626 – 636.
doi:<https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2007.03.010>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0958946507000601>
- [96] M. Aslam, P. Shafiq, M. Z. Jumaat, Drying shrinkage behaviour of structural lightweight aggregate concrete containing blended oil palm bio-products, *Journal of Cleaner Production* 127 (2016) 183 – 194.
doi:<https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2016.03.165>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0959652616302591>
- [97] W. Wongkeo, P. Thongsanitgarn, A. Chaipanich, Compressive strength and drying shrinkage of fly ash-bottom ash-silica fume multi-blended cement mortars, *Materials Design (1980-2015)* 36 (2012) 655 – 662, sustainable Materials, Design and Applications. doi:<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2011.11.043>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S026130691100803X>
- [98] T. Fujiwara, Effect of aggregate on drying shrinkage of concrete, *Journal of Advanced Concrete Technology* 6 (1) (2008) 31–44. doi:[10.3151/jact.6.31](https://doi.org/10.3151/jact.6.31).
- [99] M. Amar, M. Benzerzour, N.-E. Abriak, Y. Mamindy-Pajany, Study of the pozzolanic activity of a dredged sediment from dunkirk harbour, *Powder Technology* 320 (2017) 748 – 764. doi:<https://doi.org/10.1016/j.powtec.2017.07.055>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0032591017305909>
- [100] H. Beddaa, A. Ben Fraj, F. Lavergne, J.-M. Torrenti, Effect of potassium humate as humic substances from river sediments on the rheology, the hydration and the strength development of a cement paste, *Cement and Concrete Composites* 104 (2019) 103400. doi:<https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2019.103400>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0958946518311508>
- [101] M. KONONOVA, Chapter 1 - the main stages in the history of soil humus study, in : M. KONONOVA (Ed.), *Soil Organic Matter (Second Edition)*, second edition Edition, Pergamon, 1966, pp. 13 – 45.
doi:<https://doi.org/10.1016/B978-0-08-011470-5.50004-6>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780080114705500046>

-
- [102] M. Hampton, T. Edil, Strength gain of organic ground with cement-type binders, Geotechnical Special Publication (1998) 135–148.
- [103] Y. Pan, J. Rossabi, C. Pan, X. Xie, Stabilization/solidification characteristics of organic clay contaminated by lead when using cement, Journal of Hazardous Materials 362 (2019) 132 – 139. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2018.09.010>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0304389418307970>
- [104] D. Maclean, P. Sherwood, Study of the occurrence and effects of organic matter in relation to the stabilization of soils with cement (1962).
- [105] O. Harvey, J. Harris, B. Herbert, E. Stiffler, S. Haney, Natural organic matter and the formation of calcium-silicate-hydrates in lime-stabilized smectites: A thermal analysis study, Thermochemica Acta 505 (1) (2010) 106 – 113. doi:<https://doi.org/10.1016/j.tca.2010.04.007>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0040603110001346>
- [106] K. Clare, P. Sherwood, The effect of organic matter on the setting of soil-cement mixtures, Journal of Applied Chemistry 4 (1954) 625 – 630.
- [107] A. J. Puppala, S. P. Pokala, N. Intharasombat, R. Williammee, Effects of organic matter on physical, strength, and volume change properties of compost amended expansive clay, Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering 133 (11) (2007) 1449–1461. doi:10.1061/(ASCE)1090-0241(2007)133:11(1449).
- [108] F. Stenvenson, Humus chemistry: Genesis, composition, reactions, second edition, Journal of Chemical Education 72 (4) (1995) A93. arXiv:<https://doi.org/10.1021/ed072pA93.6>, doi:10.1021/ed072pA93.6.
URL <https://doi.org/10.1021/ed072pA93.6>
- [109] M. Schnitzer, S. U. Khan, Humic substances in the environment, Marcel Dekker New York (1972) vii, 327 p. .:
- [110] M. Eshwar, M. Srilatha, K. B. Rekha, S. H. K. Sharma, Characterization of humic substances by functional groups and spectroscopic methods, International Journal of Current Microbiology and Applied Sciences 6 (10) (2017) 1768–1774.
- [111] R. MacFarlane, Molecular weight distribution of humic and fulvic acids of sediments from a north florida estuary, Geochimica et Cosmochimica Acta 42 (10) (1978) 1579 – 1582. doi:[https://doi.org/10.1016/0016-7037\(78\)90028-5](https://doi.org/10.1016/0016-7037(78)90028-5).
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0016703778900285>

-
- [112] Y. Saito, S. Hayano, Distribution of oxygen-containing functional groups and elements in humic acids from marine sediments, *Journal of the Oceanographical Society of Japan* 36 (1) (1980) 59–67. doi:[10.1007/BF02209356](https://doi.org/10.1007/BF02209356).
URL <https://doi.org/10.1007/BF02209356>
- [113] M. Rashid, L. King, Major oxygen-containing functional groups present in humic and fulvic acid fractions isolated from contrasting marine environments, *Geochimica et Cosmochimica Acta* 34 (2) (1970) 193 – 201. doi:[https://doi.org/10.1016/0016-7037\(70\)90006-2](https://doi.org/10.1016/0016-7037(70)90006-2).
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0016703770900062>
- [114] D. Marchon, U. Sulser, B. Eberhardt, R. Flatt, Molecular design of comb-shaped polycarboxylate dispersants for environmentally friendly concrete, *Soft Matter* 9 (2013) 10719. doi:[10.1039/c3sm51030a](https://doi.org/10.1039/c3sm51030a).
- [115] K. Yamada, T. Takahashi, S. Hanehara, M. Matsuhisa, Effects of the chemical structure on the properties of polycarboxylate-type superplasticizer, *Cement and Concrete Research* 30 (2) (2000) 197 – 207. doi:[https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(99\)00230-6](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(99)00230-6).
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008884699002306>
- [116] D. Jansen, J. Neubauer, F. Goetz-Neunhoeffler, R. Haerzschel, W.-D. Hergeth, Change in reaction kinetics of a portland cement caused by a superplasticizer — calculation of heat flow curves from xrd data, *Cement and Concrete Research* 42 (2) (2012) 327 – 332. doi:<https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2011.10.005>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008884611002699>
- [117] T. Sowoidnich, T. Rachowski, C. Rößler, A. Völkel, H.-M. Ludwig, Calcium complexation and cluster formation as principal modes of action of polymers used as superplasticizer in cement systems, *Cement and Concrete Research* 73 (2015) 42 – 50. doi:<https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2015.01.016>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008884615000290>
- [118] M. Bishop, S. G. Bott, A. R. Barron, A new mechanism for cement hydration inhibition: solid-state chemistry of calcium nitrilotris(methylene)triphosphonate, *Chemistry of Materials* 15 (16) (2003) 3074–3088. arXiv:<https://doi.org/10.1021/cm0302431>, doi:[10.1021/cm0302431](https://doi.org/10.1021/cm0302431).
URL <https://doi.org/10.1021/cm0302431>

-
- [119] D. Marchon, R. Flatt, 12 - impact of chemical admixtures on cement hydration, in : P.-C. Aïtcin, R. J. Flatt (Eds.), Science and Technology of Concrete Admixtures, Woodhead Publishing, 2016, pp. 279 – 304. doi:<https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100693-1.00012-6>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780081006931000126>
- [120] P. Suraneni, R. J. Flatt, Use of micro-reactors to obtain new insights into the factors influencing tricalcium silicate dissolution, Cement and Concrete Research 78 (2015) 208 – 215. doi:<https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2015.07.011>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008884615002082>
- [121] J. Cheung, A. Jeknavorian, L. Roberts, D. Silva, Impact of admixtures on the hydration kinetics of portland cement, Cement and Concrete Research 41 (12) (2011) 1289 – 1309, conferences Special : Cement Hydration Kinetics and Modeling, Quebec City, 2009 CONMOD10, Lausanne, 2010. doi:<https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2011.03.005>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008884611000664>
- [122] R. Flatt, I. Schober, 7 - superplasticizers and the rheology of concrete, in : N. Roussel (Ed.), Understanding the Rheology of Concrete, Woodhead Publishing Series in Civil and Structural Engineering, Woodhead Publishing, 2012, pp. 144 – 208. doi:<https://doi.org/10.1533/9780857095282.2.144>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780857090287500078>
- [123] A. Colombo, M. Geiker, H. Justnes, R. Lauten, K. D. Weerdt, On the effect of calcium lignosulfonate on the rheology and setting time of cement paste, Cement and Concrete Research 100 (2017) 435 – 444. doi:<https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2017.06.009>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008884616312042>
- [124] S. Arel, E. Aydin, Effects of ca-, mg-, k-, and na-lignosulfonates on the behavior of fresh concrete, Construction and Building Materials 157 (2017) 1084 – 1091. doi:<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.09.190>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061817320226>

-
- [125] D. Nagrockiene, I. Pundienė, A. Kicaite, The effect of cement type and plasticizer addition on concrete properties, *Construction and Building Materials* 45 (2013) 324 – 331. doi:<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.03.076>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061813002869>
- [126] D. Yang, X. Qiu, Y. Pang, M. Zhou, Physicochemical properties of calcium lignosulfonate with different molecular weights as dispersant in aqueous suspension, *Journal of Dispersion Science and Technology* 29 (9) (2008) 1296–1303. arXiv:<https://doi.org/10.1080/01932690701866534>.
URL <https://doi.org/10.1080/01932690701866534>
- [127] R. Flatt, Y. Houst, A simplified view on chemical effects perturbing the action of superplasticizers, *Cement and Concrete Research* 31 (8) (2001) 1169 – 1176. doi:[https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(01\)00534-8](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(01)00534-8).
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008884601005348>
- [128] R. Van Eijk, H. Brouwers, Prediction of hydroxyl concentrations in cement pore water using a numerical cement hydration model, *Cement and Concrete Research* 30 (11) (2000) 1801 – 1806. doi:[https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(00\)00413-0](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(00)00413-0).
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008884600004130>
- [129] EN445, Coulis pour câble de précontrainte - méthodes d'essai (2007) 19 pages.
- [130] N. Roussel, A. Lemaître, R. J. Flatt, P. Coussot, Steady state flow of cement suspensions: A micromechanical state of the art, *Cement and Concrete Research* 40 (1) (2010) 77 – 84. doi:<https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2009.08.026>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008884609002385>
- [131] N. Roussel, P. Coussot, Fifty-cent rheometer” for yield stress measurements : From slump to spreading flow, *Journal of Rheology* 49 (05 2005).
- [132] N. Roussel, R. LeRoy, The marsh cone: a test or a rheological apparatus?, *Cement and Concrete Research* 35 (5) (2005) 823 – 830. doi:<https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2004.08.019>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008884604004041>

-
- [133] EN196-3, Méthodes d'essai des ciments - partie 3 : détermination du temps de prise et de la stabilité (2017) 17 pages.
- [134] EN196-11, Méthodes d'essais des ciments - partie 11 : chaleur d'hydratation - méthode par calorimétrie à conduction isotherme (2016) 32 pages.
- [135] I. Pane, W. Hansen, Investigation of blended cement hydration by isothermal calorimetry and thermal analysis, *Cement and Concrete Research* 35 (6) (2005) 1155 – 1164. doi:<https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2004.10.027>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008884604004818>
- [136] EN196-1, Méthodes d'essais des ciments - partie 1 : détermination des résistances (2016) 41 pages.
- [137] M. Cyr, C. Legrand, M. Mouret, Study of the shear thickening effect of superplasticizers on the rheological behaviour of cement pastes containing or not mineral additives, *Cement and Concrete Research* 30 (9) (2000) 1477 – 1483. doi:[https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(00\)00330-6](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(00)00330-6).
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008884600003306>
- [138] R. J. Flatt, Dispersion forces in cement suspensions, *Cement and Concrete Research* 34 (3) (2004) 399 – 408. doi:<https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2003.08.019>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008884603002989>
- [139] R. Flatt, Y. Houst, P. Bowen, H. Hofmann, Electrostatic repulsion induced by superplasticizers between cement particles - an overlooked mechanism? (01 2000).
- [140] ASTM1679-08, Standard practice for measuring hydration kinetics of hydraulic cementitious mixtures using isothermal calorimetry, 2008 (2008).
- [141] V. Ramachandran, Interaction of calcium lignosulfonate with tricalcium silicate, hydrated tricalcium silicate, and calcium hydroxide, *Cement and Concrete Research* 2 (2) (1972) 179 – 194. doi:[https://doi.org/10.1016/0008-8846\(72\)90040-3](https://doi.org/10.1016/0008-8846(72)90040-3).
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0008884672900403>
- [142] L. Stefan, C. Boulay, J.-M. Torrenti, B. Bissonnette, F. Benboudjema, Influential factors in volume change measurements for cementitious materials at early ages and in isothermal conditions, *Cement and Concrete Composites* 85 (2018) 105 –

-
121. doi:<https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2017.10.007>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0958946517301051>
- [143] G. Sant, B. Lothenbach, P. Juilland, G. L. Saout], J. Weiss, K. Scrivener, The origin of early age expansions induced in cementitious materials containing shrinkage reducing admixtures, *Cement and Concrete Research* 41 (3) (2011) 218 – 229. doi:<https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2010.12.004>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008884610002772>
- [144] V. Baroghel-Bouny, P. Mounanga, A. Khelidj, A. Loukili, N. Rafai, Autogenous deformations of cement pastes: Part ii. w/c effects, micro–macro correlations, and threshold values, *Cement and Concrete Research* 36 (1) (2006) 123 – 136. doi:<https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2004.10.020>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008884604004570>
- [145] M. Bouasker, P. Mounanga, A. Khelidj, R. Coué, Free autogenous strain of early-age cement paste: metrological development and critical analysis, *Advances in Cement Research* 20 (2) (2008) 75–84. arXiv:<https://doi.org/10.1680/adcr.2008.20.2.75>, doi:10.1680/adcr.2008.20.2.75.
URL <https://doi.org/10.1680/adcr.2008.20.2.75>
- [146] P. Mounanga, V. Baroghel-Bouny, A. Loukili, A. Khelidj, Autogenous deformations of cement pastes: Part i. temperature effects at early age and micro–macro correlations, *Cement and Concrete Research* 36 (1) (2006) 110 – 122. doi:<https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2004.10.019>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008884604004569>
- [147] J. Plank, H. Keller, P. R. Andres, Z. Dai, Novel organo-mineral phases obtained by intercalation of maleic anhydride–allyl ether copolymers into layered calcium aluminum hydrates, *Inorganica Chimica Acta* 359 (15) (2006) 4901 – 4908, protagonist in Chemistry : Wolfgang Herrmann. doi:<https://doi.org/10.1016/j.ica.2006.08.038>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0020169306005822>
- [148] C. Jolicoeur, M. Simard, Chemical admixture-cement interactions: Phenomenology and physico-chemical concepts, *Cement and Concrete Composites* 20 (2) (1998) 87 – 101. doi:[https://doi.org/10.1016/S0958-9465\(97\)00062-0](https://doi.org/10.1016/S0958-9465(97)00062-0).

-
- URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0958946597000620>
- [149] G. Claire, J. D. D. Lacaillerie, S. Zied, A. Nonat, R. Flatt, Surface and intercalation chemistry of polycarboxylate copolymers in cementitious systems, *Journal of the American Ceramic Society* 92 (11) 2471–2488. arXiv:<https://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1111/j.1551-2916.2009.03413.x>, doi:[10.1111/j.1551-2916.2009.03413.x](https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2009.03413.x).
URL <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1111/j.1551-2916.2009.03413.x>
- [150] EN1744-1+A1, Essais visant à déterminer les propriétés chimiques des granulats - partie 1 : analyse chimique (2014) 66 pages.
- [151] F. Falade, An investigation of periwinkle shells as coarse aggregate in concrete, *Building and Environment* 30 (4) (1995) 573 – 577. doi:[https://doi.org/10.1016/0360-1323\(94\)00057-Y](https://doi.org/10.1016/0360-1323(94)00057-Y).
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S036013239400057Y>
- [152] W.-T. Kuo, H.-Y. Wang, C.-Y. Shu, D.-S. Su, Engineering properties of controlled low-strength materials containing waste oyster shells, *Construction and Building Materials* 46 (2013) 128 – 133. doi:<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.04.020>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061813003437>
- [153] H. Nahushananda, T. Mutusva, Investigation of properties of concrete with seashells as a coarse aggregate replacement in concrete, *MATTER : International Journal of Science and Technology* 1 (2015) 285–295. doi:[10.20319/mijst.2016.s11.285295](https://doi.org/10.20319/mijst.2016.s11.285295).
- [154] E.-I. Yang, M.-Y. Kim, H.-G. Park, S.-T. Yi, Effect of partial replacement of sand with dry oyster shell on the long-term performance of concrete, *Construction and Building Materials* 24 (5) (2010) 758 – 765. doi:<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2009.10.032>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061809003699>
- [155] A. E. Richardson, T. Fuller, Sea shells used as partial aggregate replacement in concrete, *Structural Survey* 31 (5) (2013) 347–354. doi:[10.1108/SS-12-2012-0041](https://doi.org/10.1108/SS-12-2012-0041).
URL <https://doi.org/10.1108/SS-12-2012-0041>

-
- [156] H. Cuadrado-Rica, N. Sebaibi, M. Boutouil, B. Boudart, Properties of ordinary concretes incorporating crushed queen scallop shells, *Materials and Structures* 49 (5) (2016) 1805–1816. doi:[10.1617/s11527-015-0613-7](https://doi.org/10.1617/s11527-015-0613-7).
URL <https://doi.org/10.1617/s11527-015-0613-7>
- [157] B. Safi, M. Saidi, A. Daoui, A. Bellal, A. Mechekak, K. Toumi, The use of seashells as a fine aggregate (by sand substitution) in self-compacting mortar (scm), *Construction and Building Materials* 78 (2015) 430 – 438. doi:<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.01.009>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061815000227>
- [158] EN12390-6, Essais pour béton durci-partie 6 : Détermination de la résistance en traction par fendage d'éprouvettes (2012).
- [159] N. P18-459, Concrete-testing hardened concrete-testing porosity and density (2010).
- [160] EN12390-11, Essais pour béton durci - partie 11 : détermination de la résistance du béton à la pénétration des chlorures, diffusion unidirectionnelle (2015).
- [161] C. Andrade, Calculation of chloride diffusion coefficients in concrete from ionic migration measurements, *Cement and Concrete Research* 23 (3) (1993) 724 – 742. doi:[https://doi.org/10.1016/0008-8846\(93\)90023-3](https://doi.org/10.1016/0008-8846(93)90023-3).
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008884693900233>
- [162] X. P18-458, Essai pour béton durci - essai de carbonatation accélérée - mesure de l'épaisseur de béton carbonaté (2008).
- [163] P. Vargas, O. Restrepo-Baena, J. I. Tobón, Microstructural analysis of interfacial transition zone (itz) and its impact on the compressive strength of lightweight concretes, *Construction and Building Materials* 137 (2017) 381 – 389. doi:<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.01.101>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061817301320>
- [164] C. Poon, Z. Shui, L. Lam, Effect of microstructure of itz on compressive strength of concrete prepared with recycled aggregates, *Construction and Building Materials* 18 (6) (2004) 461 – 468. doi:<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2004.03.005>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061804000388>

-
- [165] C. Q. Li, J. J. Zheng, X. Z. Zhou, M. J. McCarthy, A numerical method for the prediction of elastic modulus of concrete, *Magazine of Concrete Research* 55 (6) (2003) 497–505. arXiv:<https://doi.org/10.1680/macrc.2003.55.6.497>, doi:10.1680/macrc.2003.55.6.497.
URL <https://doi.org/10.1680/macrc.2003.55.6.497>
- [166] C. C. Yang, Effect of the interfacial transition zone on the transport and the elastic properties of mortar, *Magazine of Concrete Research* 55 (4) (2003) 305–312. arXiv:<https://doi.org/10.1680/macrc.2003.55.4.305>, doi:10.1680/macrc.2003.55.4.305.
URL <https://doi.org/10.1680/macrc.2003.55.4.305>
- [167] B. Bourdette, J. Ollivier, E. Revertegat, Transfer properties of interfacial transition zones and mortars, *MRS Proceedings* 370 (01 2011). doi:10.1557/PROC-370-449.
- [168] A. Zaoui, Continuum micromechanics : Survey, *Journal of Engineering Mechanics* (2002) 808–816.
- [169] P. Suquet, *Continuum micromechanics*, 1997.
URL <https://www.springer.com/gp/book/9783211829028>
- [170] B. Pichler, C. Hellmich, Upscaling quasi-brittle strength of cement paste and mortar: A multi-scale engineering mechanics model, *Cement and Concrete Research* 41 (5) (2011) 467 – 476. doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2011.01.010>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008884611000111>
- [171] L. Dormieux, D. Kondo, F.-J. Ulm, *Microporomechanics*, 2006. doi:10.1002/0470032006.
- [172] J. D. Eshelby, The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion and related problems, *Proc. R. Soc. London A* 241 (1957) 376–396.
- [173] T. Mori, K. Tanaka, Average stress in matrix and average elastic energy of materials with misfitting inclusions, *Acta Metallurgica* 21 (5) (1973) 571 – 574. doi:10.1016/0001-6160(73)90064-3.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0001616073900643>
- [174] T. Mura, *Micromechanics of Defects in Solids, Mechanics of Elastic and Inelastic Solids*, Springer Netherlands, 1987.

-
- [175] C. Geuzaine, J.-F. Remacle, Gmsh: A three-dimensional finite element mesh generator with built-in pre- and post-processing facilities.
URL <https://gmsh.info/>
- [176] Y. Renard, K. Poulios, Getfem: Automated fe modeling of multiphysics problems based on a generic weak form language (2020).
URL <https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-02532422/document>
- [177] A. Adessina, J.-F. Barthélémy, F. Lavergne, A. Ben Fraj, Effective elastic properties of materials with inclusions of complex structure, *International Journal of Engineering Science* 119 (2017) 1 – 15. doi:<https://doi.org/10.1016/j.ijengsci.2017.03.015>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0020722517304809>
- [178] J. Nadeau, Water–cement ratio gradients in mortars and corresponding effective elastic properties, *Cement and Concrete Research* 32 (3) (2002) 481 – 490. doi:[http://dx.doi.org/10.1016/S0008-8846\(01\)00710-4](http://dx.doi.org/10.1016/S0008-8846(01)00710-4).
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008884601007104>
- [179] A. Adessina, Caractérisation expérimentale et modélisation multi-échelle des propriétés mécaniques et de durabilité des bétons à base de granulats recyclés., Ph.D. thesis, Université Paris-Est (2018).
- [180] J. Sanahuja, Impact de la morphologie structurale sur les performances mécaniques des matériaux de construction : application au plâtre et à la pâte de ciment, Ph.D. thesis, L'École nationale des ponts et chaussées. (2008).
- [181] K. Scrivener, A. Crumbie, P. Laugesen, The interfacial transition zone (itz) between cement paste and aggregate in concrete, *Interface Science* 12 (2004) 411–421. doi:10.1023/B:INTS.0000042339.92990.4c.
- [182] M. Königsberger, B. Pichler, C. Hellmich, Micromechanics of itz–aggregate interaction in concrete part i : Stress concentration, *Journal of the American Ceramic Society* 97 (10 2013). doi:10.1111/jace.12591.
- [183] H. Lie, I. Nurhuda, Y. Setiawan, The effect of aggregate shape and configuration to the concrete behavior, *Smart Science* 2 (2014) 85–90. doi:10.6493/SMARTSCIENCE.
- [184] R. Jones, M. F. Kaplan, The effect of coarse aggregate on the mode of failure of concrete in compression and flexure, *Magazine of Concrete Research* 9 (26) (1957) 89–94. arXiv:<https://doi.org/10.1680/macr.1957.9.26.89>, doi:10.

1680/macr.1957.9.26.89.

URL <https://doi.org/10.1680/macr.1957.9.26.89>

- [185] G. Prokopski, J. Halbiniak, Interfacial transition zone in cementitious materials, *Cement and Concrete Research* 30 (4) (2000) 579 – 583. doi:[https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(00\)00210-6](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(00)00210-6).
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008884600002106>
- [186] T. D. Nguyen, Étude de la zone d'interphase « granulates calcaires poreux-pâte de ciment » : Influence des propriétés physico-mécaniques des granulates; conséquence sur les propriétés mécaniques du mortier., Ph.D. thesis, thèse de doctorat dirigée par Garcia-Diaz, Eric Sciences et Génie des Matériaux Saint-Etienne, EMSE 2013 (2013).
URL <http://www.theses.fr/2013EMSE0690>
- [187] W. L. Bond, The mathematics of the physical properties of crystals, *The Bell System Technical Journal* 22 (1) (1943) 1–72.
- [188] I. Nidal, Caractérisation des propriétés mécaniques des géomatériaux par technique de micro indentation, Ph.D. thesis, Université Lille 1 - Sciences et Technologies (2008).
- [189] J. Boussinesq, Applications des potentiels à l'étude de l'équilibre et du mouvement des solides élastiques, *Gauthier-Villars A* 241 (1885) 376–396.
- [190] M. Chalhoub, Massifs rocheux: Homogénéisation et classification numériques, Paris : Presses des Mines, 2010.
URL <https://www.eyrolles.com/Sciences/Livre/massifs-rocheux-9782911256264/>
- [191] G. Mavko, T. Mukerji, J. Dvorkin, *The Rock Physics Handbook : Tools for Seismic Analysis of Porous Media*, 2nd Edition, Cambridge University Press, 2009. doi: 10.1017/CB09780511626753.
- [192] L. Dormieux, L. Jeannin, N. Gland, Homogenized models of stress-sensitive reservoir rocks, *International Journal of Engineering Science* 49 (5) (2011) 386 – 396. doi:<https://doi.org/10.1016/j.ijengsci.2010.12.010>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0020722510002776>
- [193] A. Adessina, A. Ben Fraj, J.-F. Barthélémy, C. Chateau, D. Garnier, Experimental and micromechanical investigation on the mechanical and durability properties of

-
- recycled aggregates concrete, *Cement and Concrete Research* 126 (2019) 105900.
doi:<https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2019.105900>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008884619307811>
- [194] A. Adessina, J.-F. Barthélémy, A. Ben Fraj, Micromechanical model for the diffusion properties of materials embedding complex structures, *Mechanics of Materials* 146 (2020) 103404. doi:<https://doi.org/10.1016/j.mechmat.2020.103404>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0167663619310919>
- [195] J. Yvonnet, Q.-C. He, C. Toulemonde, Numerical modelling of the effective conductivities of composites with arbitrarily shaped inclusions and highly conducting interface, *Composites Science and Technology* 68 (13) (2008) 2818 – 2825, directions in *Damage and Durability of Composite Materials*, with regular papers. doi:<https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2008.06.008>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0266353808002406>