



**HAL**  
open science

# Analyse multi-échelle de l'influence d'un sable de fonderie chimique sur les propriétés mécaniques de matériaux cimentaires

Paola Paul

► **To cite this version:**

Paola Paul. Analyse multi-échelle de l'influence d'un sable de fonderie chimique sur les propriétés mécaniques de matériaux cimentaires. Génie civil. Université de Strasbourg, 2021. Français. NNT : 2021STRAD039 . tel-03716618v2

**HAL Id: tel-03716618**

**<https://theses.hal.science/tel-03716618v2>**

Submitted on 16 Nov 2022

**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.

*ÉCOLE DOCTORALE 269*

*Mathématiques, Sciences de l'Information et de l'Ingénieur*

**Laboratoire ICube – Equipe Génie Civil et Energétique**

# THÈSE

présentée par :

**Paola PAUL**

soutenue le : **29 Septembre 2021**

pour obtenir le grade de : **Docteur de l'Université de Strasbourg**

Discipline/ Spécialité : **Sciences de l'Ingénieur / Génie Civil – Matériaux**

**Analyse multi-échelle de l'influence d'un sable  
de fonderie chimique sur les propriétés  
mécaniques de matériaux cimentaires**

**THÈSE dirigée par :**

**Mme Françoise FEUGEAS**

Professeur, INSA de Strasbourg

**RAPPORTEURS :**

**Mme Stéphanie BONNET**

**M. Boumediene NEDJAR**

Maître de conférences HDR, Université de Nantes

Chargé de recherches HDR, Université Gustave Eiffel

---

**AUTRES MEMBRES DU JURY :**

**M. Gilles ESCADEILLAS**

**M. Frédéric ANTONI**

**Mme Cécile DILIBERTO**

Professeur, Université Toulouse III - Paul Sabatier

Professeur, Université de Strasbourg

Maître de conférences HDR, Université de Lorraine



*A mon Pays Haïti,*

*A ma Famille,*

*A Toi*



« Je vais t'instruire, te montrer la route à suivre, te conseiller, veiller sur toi. »  
*Psaumes 32, 8*

« "N'ayez pas peur !"  
De quoi faut-il ne pas avoir peur ?  
Avant tout de faire la vérité sur nous-mêmes.»  
*Jean-Paul II*



# REMERCIEMENTS

---

L'aventure de la thèse touche à sa fin et elle n'aurait pas été possible sans toutes ces personnes qui m'ont inspirée et accompagnée aussi bien sur les plans professionnel que personnel.

Mes remerciements vont tout d'abord aux membres extérieurs qui ont composé mon jury de thèse : M. Boumediene NEDJAR, Mme Stéphanie BONNET, M. Gilles ESCADEILLAS, M. Frédéric ANTONI et Mme Cécile DILIBERTO. Je vous exprime ma gratitude pour avoir accepté d'évaluer ce travail et me faire profiter de votre expérience. Vos conseils me seront très utiles pour la suite.

J'exprime ma profonde gratitude à Françoise FEUGEAS qui a dirigé cette thèse et m'a ainsi donné l'opportunité de faire un pas de plus sur ce chemin pour être enseignant-chercheur. Durant les derniers jours de rédaction et de relecture de ce document, j'ai réalisé avec émerveillement à quel point vous avez été fidèle à deux choses tout au long de cette thèse ; vous avez toujours été exigeante et présente. Merci de m'avoir poussée à aller plus loin dans l'analyse de mes résultats et leur mise en forme. Cela a parfois été difficile mais nécessaire et j'ai toujours pu compter sur votre disponibilité pour discuter ou rediscuter de n'importe quel sujet. MERCI !

Je remercie chaleureusement Essia BELHAJ et Komla Lolonyo APEDO qui ont encadré cette thèse. Essia, je te remercie d'avoir monté le projet VALSABET qui a donné lieu à ce sujet de thèse. Merci aussi pour ton esprit de synthèse, ton tableau et tes feutres ainsi que ton amitié et ta simplicité qui m'ont aidée à avancer. Un grand merci à toi Komla qui m'a fait découvrir la CIN et profiter de tes connaissances et compétences. Tu as été présent à chaque étape pour développer le protocole expérimental et je te suis reconnaissante pour les nombreuses heures que tu as passées à discuter de code Matlab, installer et désinstaller le matériel. Enfin, je vous remercie tous les deux pour votre bienveillance et votre aide durant les différentes étapes de la rédaction.

Mes remerciements vont à tous les autres chercheurs qui m'ont conseillée depuis mes premiers pas dans la recherche jusqu'à aujourd'hui. Les membres du LMDC de Toulouse spécialement Martin Cyr, Thierry Vidal, Elsa Nguyen et Raphaëlle Pouhet qui m'ont encadrée durant mes stages en recherche ainsi que Jean-Paul Balayssac qui m'a encouragée à poursuivre en thèse malgré mes doutes ; M. Syed Yasir ALAM et Mme Nadia BAHLOULI qui ont accepté de participer à mes comités de suivi ; les membres de l'équipe GC-E de l'INSA de Strasbourg et de l'IUT Robert Schuman, qui m'ont aidée à avancer grâce à leurs conversations et à leurs conseils. Je remercie particulièrement la team des doctorants pour les activités « extra-thèse ».

Je ne pourrais parler de l'équipe GC-E sans mentionner le noyau composé de Calypso, Omary, Hashim et Sifat. Calypso, c'est après ton départ que j'ai compris à quel point tu m'apportais énormément par ta présence, nos conversations et nos déjeuners *healthy*... Un immense merci Bella ! Je te remercie sincèrement Omary pour ta gentillesse ainsi que ta disponibilité, particulièrement lorsqu'il a fallu me former pour les observations au MEB. Je remercie également Hashim et Sifat pour leur présence et nos discussions ! It was nice to speak in English and to discover another culture!

Durant ces années de thèse j'ai eu le plaisir et le privilège de confirmer mon goût pour le métier d'enseignant grâce à des missions de monitorat et de demi-ATER. Je remercie M. Marc Renner et M. Romuald Boné, les directeurs successifs de l'INSA de Strasbourg durant ma thèse ainsi que M. Mathieu KOEHL directeur du Département Génie Civil et Topographie de m'avoir reçue au sein de ce département. Je remercie également les étudiants que j'ai accompagnés, plus particulièrement ceux qui ont fait avec moi leurs premiers pas dans la recherche et m'ont aussi aidée à faire plusieurs pas dans mon apprentissage du métier d'enseignant-chercheur.

Je remercie tous les membres des laboratoires GC et Méca Flu de l'INSA de Strasbourg. Merci à Vincent pour sa convivialité, sa disponibilité et les conversations qui ont enrichi mes connaissances en génie civil et autres. Merci à Damien, avec qui j'ai réalisé les différentes séances de TP à l'INSA et préparé les séances à distance quand il le fallait. Je remercie également Alexandra et M. Regenass pour leur aide lors de la caractérisation des granulats ainsi que Walter pour sa gentillesse et sa positivité qui ont été très appréciées. J'exprime ma gratitude aux membres de la plateforme SMIS plus particulièrement aux supers techniciens Karine, Claude et Vincent toujours prêts à m'aider même quand je n'osais le demander ! J'ai apprécié la bonne ambiance que je retrouvais à votre étage.

J'adresse aussi mes remerciements aux différents membres du personnel de l'INSA et de l'Unistra qui ont rendu agréable cette expérience de la thèse. Un merci spécial à Vanessa pour son accueil, sa gentillesse et sa disponibilité, à Asvin et Sylvère pour leur patience lorsqu'il fallait trouver l'origine d'une panne informatique ou autres, à Patrice pour son assistance technique lors du montage du protocole expérimental de la CIN et à André pour son sourire et sa gentillesse.

J'exprime toute ma gratitude à ma *famille d'adoption* à Toulouse : Marie-Ange, Aziz, les Aceves, Marcelline, Max, Ninon, Célia... Vous avez toujours été présents pour m'écouter, me motiver, me changer les idées et m'aider par tous les moyens possibles. Votre affection est inestimable. Max tes conseils et mots de réconfort ont été une bénédiction ! Je remercie avec toute la chaleur des

Caraïbes mes amis du C.A.P : Wen, Cœur et Thélo qui ont parcouru comme moi les 7000 km qui séparent Haïti et la France, pour leur amitié qui tient dans la durée.

A mes amis d'un peu partout (Roseline, Danny, Auréliane, Laura-Line, Père Damin...) et à tous ceux de Strasbourg qui m'ont accueillie dans cette magnifique ville et m'ont accompagnée : Aurélie, Anne, Giulio, Bénédicte, Isabelle, Christelle, Nadège, Salomé, Adriana, Myrline, Josué, Amoce, Père François, Sœur Donata, les JCN et Jeunes Pros de la Communauté du Chemin Neuf, les membres du Groupe de Prière d'Ostwald dont Betty qui a rejoint le Père, mes chers colocs des Moulins... un immense MERCI. Merci à Pauline et à Matthieu qui m'ont accueillie dans la coloc ainsi qu'à Emmanuel, Henri et Marie-Lys qui ont vécu avec moi les derniers mois de cette aventure et pour Marie-Lys, un confinement en bonus ! Votre présence, votre patience ainsi que vos marques d'affection et d'attention m'ont permis de tenir bon ou de me relever selon les saisons de la thèse.

Je remercie vivement les membres de la famille Frédérique, ma *famille de cœur*. Vous m'avez accueillie parmi vous et depuis vous n'avez cessé de me montrer votre affection et d'être un soutien. Un merci particulier à Papi Jo, Suze et Yayi qui ont régulièrement pris de mes nouvelles, m'ont motivée et conseillée.

Aux membres de *ma famille de sang*, je n'aurai jamais assez de mots pour vous remercier. Par tout ce que vous êtes et tout ce que vous avez fait pour moi durant cette thèse et bien longtemps avant, vous me confirmez chaque jour que je suis riche grâce à votre amour. C'est un privilège de vous appeler Mom, Dad, Parrain, Tatie-Manmie, Grannys, oncles, tantes, cousins, cousines, frères, sœur... Comme le dit ce proverbe de chez nous « *Yon sèl dwèt pa manje kalalou* »<sup>1</sup> ; vous m'avez prouvé encore une fois que je peux toujours compter sur vous !

J'exprime ma profonde gratitude à toi « *Lu Anmore* » pour ton amour et ta présence malgré les nombreux kilomètres. Merci de m'avoir appris à parler de ce que je pouvais vivre durant cette aventure, particulièrement quand cela était plus difficile et que j'étais remplie de doutes. Thank you for being so supportive and patient. Yes indeed we make a good team my best friend; Stronger Together!

Mes derniers remerciements s'adressent à Celui sans qui rien n'est possible. Je suis prête à être plus attentive aux leçons de la vie et à continuer humblement ma route pour devenir une meilleure enseignante, une meilleure chercheuse, une meilleure personne !

---

<sup>1</sup> « L'Union fait la force »







# TABLE DES MATIERES

---

REMERCIEMENTS.....	7
TABLE DES MATIERES .....	13
LISTE DES FIGURES.....	17
LISTE DES TABLEAUX .....	23
INTRODUCTION .....	25
<b>I. SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE .....</b>	<b>29</b>
I.1. LES SABLES DE FONDERIE .....	29
I.1.1. Composition des sables de fonderie.....	29
I.1.2. Production des sables de fonderie usés .....	32
I.1.3. Propriétés chimiques des sables de fonderie usés .....	34
I.1.4. Propriétés physiques des sables de fonderie usés.....	37
I.1.5. Valorisation des sables de fonderie usés .....	41
I.2. LES SABLES DE FONDERIE USES DANS LE BETON.....	43
I.2.1. Le béton .....	43
I.2.2. Propriétés des bétons à base de sable de fonderie usé.....	50
I.2.3. Paramètres influents d'un sable de fonderie chimique.....	64
I.2.4. Conclusion.....	73
I.3. CORRELATION D'IMAGES NUMERIQUES ET ETUDE DES COMPORTEMENTS SOUS SOLLECITATIONS NUMERIQUES....	75
I.3.1. Principe .....	75
I.3.2. Qualité de mesure et paramètres influents .....	82
I.3.3. Etude du comportement sous sollicitations mécaniques par CIN .....	85
I.4. CONCLUSION .....	94
<b>II. MATERIAUX, PRINCIPES ET PROCEDURES DES ESSAIS EXPERIMENTAUX .....</b>	<b>95</b>
II.1. MATERIAUX.....	96
II.1.1. Matières premières : ciment et granulats.....	96
II.1.2. Matériaux formulés : mortiers et bétons .....	98
II.2. PRINCIPES ET PROCEDURES DE CARACTERISATION DES MATERIAUX .....	101
II.2.1. Procédure de préparation des échantillons de sable .....	101
Quantification des éléments métalliques présents dans le sable de fonderie .....	101
II.2.2. Caractérisation chimique des matériaux .....	103
II.2.3. Caractérisation physique des matériaux.....	108
II.2.4. Caractérisation de la rhéologie des mortiers et des bétons.....	113
II.2.5. Caractérisation de l'hydratation des mortiers .....	114
II.2.6. Détermination des résistances mécaniques des mortiers et des bétons.....	116
II.3. CIN ET SUIVI DES CHAMPS CINEMATIQUES .....	118

II.3.1.	<i>Préparation des éprouvettes et acquisition des données.....</i>	118
II.3.2.	<i>Détermination des paramètres de calculs .....</i>	120
II.3.3.	<i>Détermination du module d'élasticité en compression.....</i>	123
II.3.4.	<i>Etude de la réponse à la flexion .....</i>	124
<b>III.</b>	<b>CARACTERISATION PHYSIQUE ET CHIMIQUE DES GRANULATS .....</b>	<b>131</b>
III.1.	CARACTERISATION PHYSIQUE .....	132
III.1.1.	<i>Granulométrie.....</i>	132
III.1.2.	<i>Justification des mélanges de sables choisis.....</i>	133
III.1.3.	<i>Propreté des sables.....</i>	135
III.1.4.	<i>Masses volumiques et coefficient d'absorption d'eau .....</i>	135
III.1.5.	<i>Morphologie .....</i>	136
III.2.	CARACTERISATION CHIMIQUE.....	139
III.2.1.	<i>Essais recommandés pour une utilisation dans le béton .....</i>	139
III.2.2.	<i>Compositions chimique et cristallographique des sables.....</i>	140
III.3.	CARACTERISATION DES PARTICULES METALLIQUES .....	143
III.3.1.	<i>Quantification.....</i>	143
III.3.2.	<i>Distribution granulométrique .....</i>	143
III.3.3.	<i>Morphologie et composition chimique .....</i>	144
III.4.	CONCLUSION .....	146
<b>IV.</b>	<b>INFLUENCE DU SABLE DE FONDERIE SUR LES PROPRIETES MECANIQUES DES MORTIERS.....</b>	<b>147</b>
IV.1.	RESISTANCES MECANIQUES.....	148
IV.1.1.	<i>Résistances mécaniques à 28 jours des mortiers et des bétons.....</i>	148
IV.1.2.	<i>Evolution des résistances mécaniques de MN et MSF dans le temps .....</i>	152
IV.2.	RIGIDITE EN COMPRESSION DETERMINEE PAR CIN .....	155
IV.2.1.	<i>Présentation et validation de la procédure.....</i>	155
IV.2.2.	<i>Influence du sable de fonderie sur le module d'élasticité .....</i>	166
IV.3.	REPONSE A LA FLEXION DETERMINEE PAR CIN .....	169
IV.3.1.	<i>Déformations transversales <math>\epsilon_{xx}</math> et endommagement .....</i>	169
IV.3.2.	<i>Caractéristiques géométriques de la fissure principale.....</i>	178
IV.3.3.	<i>Flèche et énergie.....</i>	180
IV.4.	CONCLUSION .....	185
<b>V.</b>	<b>ANALYSE MULTI-EHELLE DES PARAMETRES INFLUENTS DU SABLE DE FONDERIE SUR CERTAINES PROPRIETES PHYSIQUES ET CHIMIQUES DES MORTIERS .....</b>	<b>189</b>
V.1.	DEMANDE EN EAU .....	190
V.1.1.	<i>Influence du module de finesse.....</i>	190
V.1.2.	<i>Influence de la granularité.....</i>	191
V.2.	HYDRATATION .....	192
V.3.	POROSIMETRIE.....	195

V.3.1.	<i>Porosité totale accessible à l'eau</i> .....	195
V.3.2.	<i>Porosimétrie au MEB-BSE</i> .....	196
V.4.	<b>MICROSTRUCTURE</b> .....	200
V.4.1.	<i>Eléments métalliques et enrobage des grains de sable de fonderie</i> .....	200
V.4.2.	<i>Liaison pâte-granulats</i> .....	204
V.4.3.	<i>Microfissuration</i> .....	206
V.5.	<b>CONCLUSION</b> .....	207
<b>CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES</b> .....		<b>211</b>
	CONCLUSIONS.....	211
	PERSPECTIVES.....	214
<b>VI.</b>	<b>BIBLIOGRAPHIE</b> .....	<b>215</b>
<b>VII.</b>	<b>PUBLICATIONS ET COMMUNICATIONS</b> .....	<b>229</b>
<b>VIII.</b>	<b>ANNEXES</b> .....	<b>231</b>
VIII.1.	FICHE TECHNIQUE DU CIMENT .....	231
VIII.2.	FICHE TECHNIQUE DE LA CAMERA.....	232
VIII.3.	CARACTERISATION DU MELANGE DE SABLES DE FONDERIE AVANT STOCKAGE : SABLE 1 (IKOS) .....	233
VIII.4.	CARACTERISATION DU MELANGE DE SABLES DE FONDERIE AVANT STOCKAGE : SABLE 2 (IKOS) .....	236
VIII.5.	CARACTERISATION DU MELANGE DE SABLES DE FONDERIE AVANT STOCKAGE : SABLE 3 (IKOS) .....	239



# LISTE DES FIGURES

---

FIGURE I.1 : IMAGE MEB D'UN SABLE DE FONDERIE CHIMIQUE USE [22] -----	37
FIGURE I.2 : COURBES GRANULOMETRIQUES POUR DEUX SABLES DE FONDERIE A VERT (WFS01 ET WFS03) ET TROIS SABLES DE FONDERIE CHIMIQUES (WFS02, WFS04 ET WFS05) [22] -----	38
FIGURE I.3 : SCHEMA DE L'HYDRATATION D'UNE PATE CIMENTAIRE EN FONCTION DE L'EVOLUTION DE LA CHALEUR DEGAGEE [58], [59] -----	44
FIGURE I.4 : DIFFERENTES GAMMES DE PORES ET LEUR ECHELLE DE DIMENSIONS [63], [67] -----	49
FIGURE I.5 : DIFFERENTS TYPES DE POROSITE DES MATRICES CIMENTAIRES [63], [68] -----	49
FIGURE I.6 : VARIATION DE L'AFFAISSEMENT DE DIFFERENTS BETONS A BASE DE SABLE DE FONDERIE EN COMPARAISON AVEC LEUR BETON DE REFERENCE (POUR CHAQUE SERIE DE TAUX D'INCORPORATION DE SABLE DE FONDERIE REPRESENTEE PAR UNE COULEUR, LE BETON DE REFERENCE, LE SABLE DE FONDERIE ET LE RAPPORT E/C SONT LES MEMES) -----	52
FIGURE I.7 : VARIATION DE LA RESISTANCE EN COMPRESSION A 28 JOURS POUR DIFFERENTES SERIES DE BETONS A BASE DE SABLE DE FONDERIE A VERT (SFV) OU DE TYPE INCONNU EN COMPARAISON AVEC LEUR BETON DE REFERENCE SANS SABLE DE FONDERIE -----	55
FIGURE I.8 : VARIATION DE LA RESISTANCE EN COMPRESSION A 28 JOURS DE BETONS A BASE DE SABLE DE FONDERIE CHIMIQUE (SFC) EN COMPARAISON AVEC UN BETON DE REFERENCE SANS SABLE DE FONDERIE -----	56
FIGURE I.9 : INFLUENCE DU RAPPORT E/C SUR LA VARIATION DE LA RESISTANCE EN COMPRESSION A 28 JOURS DE BETONS A BASE DE SABLE DE FONDERIE EN COMPARAISON AVEC LEUR BETON DE REFERENCE -----	58
FIGURE I.10 : EVOLUTION DANS LE TEMPS DE LA RESISTANCE EN COMPRESSION DE BETONS A BASE DE 0% ET DE 30 % DE SABLE DE FONDERIE -----	59
FIGURE I.11 : VARIATION DES RESISTANCES EN FLEXION OU EN TRACTION A 28 JOURS POUR DIFFERENTES SERIES DE BETONS A BASE DE SABLE DE FONDERIE EN COMPARAISON AVEC LEUR BETON DE REFERENCE SANS SABLE DE FONDERIE -----	61
FIGURE I.12 : VARIATION DU MODULE D'ELASTICITE A 28 JOURS POUR DIFFERENTES SERIES DE BETONS A BASE DE SABLE DE FONDERIE A VERT (SFV) OU DE TYPE INCONNU EN COMPARAISON AVEC LEUR BETON DE REFERENCE SANS SABLE DE FONDERIE -----	62
FIGURE I.13 : EVOLUTION DANS LE TEMPS DU MODULE D'ELASTICITE D'UN BETON SUIVANT LE TAUX DE SUBSTITUTION D'UN SABLE DE FONDERIE [13] -----	63
FIGURE I.14 : INFLUENCE DU LAVAGE DE DEUX SABLES DE FONDERIE (SF1 ET SF2) SUR LA VARIATION DE LA RESISTANCE EN COMPRESSION A 28 JOURS DE DEUX MORTIERS EN COMPARAISON AVEC UN MORTIER DE REFERENCE FORMULE SANS SABLE DE FONDERIE [33] -----	65
FIGURE I.15 : GONFLEMENT EN SURFACE D'UN MORTIER AVEC 25 % DE CENDRES VOLANTES DE MIOM (A) [79] ET EPAUFRURES EN SURFACE D'UN BETON (B) [82] -----	66
FIGURE I.16 : DIFFERENTS TYPES DE POROSITE DANS UN BETON FORMULE AVEC DES MIOM CONTENANT DE L'ALUMINIUM [82] ----	67
FIGURE I.17 : MISE EN EVIDENCE DE PORES ALVEOLAIRES DANS UNE PATE CIMENTAIRE CONTENANT 2 % DE PHENOL (B) EN COMPARAISON AVEC UNE PATE FORMULEE SANS PHENOL (A) [120] -----	72
FIGURE I.18 : MODELISATION D'UNE CHAINE D'ACQUISITION D'IMAGES POUR LA CIN [132] -----	76
FIGURE I.19 : DIFFERENTS TYPES DE TEXTURES DE SURFACE POUR LA CIN : (A) MOUCHETIS REALISE PAR LASER ; (B) MOUCHETIS PEINT ; (C) TEXTURE NATURELLE D'UNE SURFACE EN BOIS [133] -----	77

FIGURE I.20 : DETERMINATION DU VECTEUR DEPLACEMENT $U$ D'UNE IMAGETTE [137]	78
FIGURE I.21 : APPARIEMENT D'UNE IMAGETTE DE L'IMAGE DE REFERENCE A L'IMAGE DEFORMEE [141]	79
FIGURE I.22 : DETERMINATION DE LA RESOLUTION SPATIALE EN DEPLACEMENT ET EN DEFORMATION EN FONCTION DE $SS$ , $ST$ ET $SW$ [136]	84
FIGURE I.23 : SUIVI DU CHAMP DE DEFORMATION A DIFFERENTES ETAPES D'UN CHARGEMENT EN FLEXION (A A F) ET COURBE FORCE-FLECHE [127]	87
FIGURE I.24 : EVOLUTION DU DEGRE D'ENDOMMAGEMENT EN FLEXION $D_f$ EN FONCTION DE LA CHARGE [127]	88
FIGURE I.25 : IDENTIFICATION D'UNE FISSURE PAR LA DISCONTINUTE DU CHAMP DE DEPLACEMENT (GAUCHE) OU LA LOCALISATION DE LA DEFORMATION DANS LE CHAMP DE DEFORMATION $E_{xx}$ (DROITE) [170]	90
FIGURE I.26 : CHAMPS DE DEPLACEMENT AVEC DEFINITION DE LA LIGNE I-J DE MESURE DE L'OUVERTURE DE FISSURE (A) ET PROFIL DU DEPLACEMENT $E_{xx}$ SUR CETTE LIGNE (B) [170]	91
FIGURE II.1 : GRANULATS UTILISES DANS LA FABRICATION DES MORTIERS ET BETONS (SN : SABLE NORMALISE, SF : SABLE DE FONDERIE, SC : SABLE DE CONSTRUCTION, G : GRAVILLON)	97
FIGURE II.2 : PREPARATION DES ECHANTILLONS DE LABORATOIRE POUR SF 0/2	97
FIGURE II.3 : PREPARATION DES PRISES D'ESSAI POUR LES ESSAIS SUPPLEMENTAIRES DE CARACTERISATION PHYSICO-CHEMIE DES SABLES	101
FIGURE II.4 : SCHEMAS DU MONTAGE (A) ET DU DEPLACEMENT DE LA PLAQUE (B) POUR LA PROCEDURE D'AIMANTATION	102
FIGURE II.5 : ECHANTILLON D'EPROUVETTES DE SABLES ENROBES DANS DE LA RESINE AVEC DE LA POUDRE DE NICKEL POUR UNE ETUDE AU MEB-EDS	107
FIGURE II.6 : SCHEMA DE LA PROCEDURE POUR L'ANALYSE DE LA MICROSTRUCTURE DES MORTIERS (PROCEDURE POUR UNE FORMULATION)	107
FIGURE II.7 : MICROSCOPE OPTIQUE (HIROX) ET EXEMPLE DE MESURE DES DIMENSIONS DES PARTICULES AIMANTEES	109
FIGURE II.8 : PRINCIPE DE LA QUANTIFICATION DE PROPRETE DES SABLES PAR L'ESSAI D'EQUIVALENT DE SABLE [184]	111
FIGURE II.9 : INSTALLATION POUR UN ESSAI DE FLEXION COUPLE A LA CIN	118
FIGURE II.10 : EXEMPLES DE CHAMPS CINEMATIQUES OBTENUS PAR CIN : ESSAIS DE FLEXION (GAUCHE) ET DE COMPRESSION (DROITE)	119
FIGURE II.11 : EXEMPLES DE MOUCHETIS REALISES EN UNE COUCHE (A) ET EN DEUX COUCHES (B)	119
FIGURE II.12 : EVOLUTION DES ERREURS ALEATOIRES DE DEFORMATIONS $E_{yy}$ EN COMPRESSION EN FONCTION DE LA RESOLUTION SPATIALE	122
FIGURE II.13 : ETUDE PARAMETRIQUE POUR DETERMINER LES DIMENSIONS ET LA POSITION DE LA ZONE POUR LES CALCULS DE LA FLECHE EN FLEXION	124
FIGURE II.14 : EXEMPLES DE CHAMPS DE DEFORMATIONS $E_{xx}$ SOUS CHARGE MAXIMALE	125
FIGURE II.15 : ANALYSE STATISTIQUE (POUR UNE ZONE DE $80 \times 40 \text{ mm}^2$ ET SOUS CHARGE MAXIMALE) DES CHAMPS DE DEFORMATIONS $E_{xx}$ EN POURCENTAGE DE POINTS AUX DEFORMATIONS LES PLUS ELEVEES	125
FIGURE II.16 : SCHEMA DE L'ETUDE DU PROCESSUS DE FISSURATION EN FLEXION	127
FIGURE II.17 : DETERMINATION DE L'EMPLACEMENT DE LA FISSURE	128
FIGURE II.18 : DETERMINATION DE L'OUVERTURE DE FISSURE	129

FIGURE III.1 : COURBES GRANULOMETRIQUES DES SABLES (SN 0/2, SF 0/2, SC 0/4) ET DES GRAVILLONS (G 4/8, G 8/16) ET PRECISION DU FUSEAU POUR LES SABLES NORMALISES (NF EN 196-1) -----	132
FIGURE III.2 : COURBE GRANULOMETRIQUE DES SABLES MELANGES (SM 0/2 ET SMC 0/4) EN COMPARAISON DES SABLES DE REFERENCE (SN 0/2 ET SC 0/4) -----	134
FIGURE III.3 : MORPHOLOGIES ET COULEURS DE SN 0/2 (A) ET SF 0/2 (B, C ET D) OBSERVEES AU MICROSCOPE NUMERIQUE -----	137
FIGURE III.4 : OBSERVATION AU MICROSCOPE NUMERIQUE DE GRAINS DE SABLE DE FONDERIE ENROBES ET POLIS-----	138
FIGURE III.5 : OBSERVATION AU MEB-BSE DU SABLE DE FONDERIE ET DU SABLE NORMALISE -----	141
FIGURE III.6 : DIFFRACTOGRAMMES DES SABLES SN 0/2, SF 0/2 ET SF 0/0,5 -----	142
FIGURE III.7 : COURBE GRANULOMETRIQUE DES PARTICULES AIMANTEES COMPAREE A CELLE DE SF 0/2 -----	143
FIGURE III.8 : IMAGE MEB (MODE BSE) ET CARTOGRAPHIES EDS DE GRAINS DE SABLE DE FONDERIE ENROBES PUIS POLIS AVEC MISE EN EVIDENCE (EN ROUGE) D'UNE AGGLOMERATION DE FER ET DE SILICE -----	144
FIGURE III.9 : IMAGE MEB (MODE BSE) ET CARTOGRAPHIES EDS D'UN GRAIN DE SABLE DE FONDERIE NON ENROBE ET AGGLOMERE A DU FER-----	145
FIGURE III.10 : AGGLOMERATIONS DE GRAINS OBSERVEES AU MEB (MODE BSE) -----	145
FIGURE IV.1 : VARIATIONS DES RESISTANCES MECANIQUES DE MORTIERS ET BETONS A BASE DE SABLE DE FONDERIE EN COMPARAISON AVEC LEUR MATERIAU CIMENTAIRE DE REFERENCE -----	149
FIGURE IV.2 : RESISTANCE EN COMPRESSION A 28 JOURS DES BETONS (BR ET BSF)-----	150
FIGURE IV.3 : SCHEMA DE DIFFERENTES INTERACTIONS POSSIBLES ENTRE LES PARAMETRES INFLUENTS DES FORMULATIONS DE BETONS OU MORTIERS ET LES PROPRIETES PHYSIQUES, CHIMIQUES ET MECANIQUES DE CES MATERIAUX CIMENTAIRES-----	151
FIGURE IV.4 : EVOLUTION DANS LE TEMPS DE LA RESISTANCE EN COMPRESSION DE MN ET MSF-----	152
FIGURE IV.5 : CINETIQUE D'EVOLUTION DE LA RESISTANCE EN COMPRESSION DE MN ET MSF DANS LE TEMPS (EN POURCENTAGE DE LA RESISTANCE EN COMPRESSION A 2 ANS) -----	153
FIGURE IV.6 : EVOLUTION DANS LE TEMPS DE LA RESISTANCE EN FLEXION DE MN ET MSF-----	154
FIGURE IV.7 : EXIGENCES DE LA NORME NF EN 12390-13 [190] POUR LE CALCUL DU MODULE D'ELASTICITE SECANT DES BETONS	155
FIGURE IV.8 : METHODE DE CALCUL DU MODULE D'ELASTICITE SECANT DES BETONS SUIVANT LA NORME NF EN 12390-13 [190]	156
FIGURE IV.9 : ILLUSTRATION DE LA METHODE DEVELOPPEE POUR DETERMINER LE MODULE D'ELASTICITE -----	157
FIGURE IV.10 : LIMITES DU BATI ET ZONE DE REFERENCE POUR LE CALCUL DES DEFORMATIONS $\epsilon_{yy}$ MOYENNES EN COMPRESSION---	159
FIGURE IV.11 : INFLUENCE DES DIMENSIONS DE LA ZONE DE REFERENCE SUR LES VALEURS DU MODULE D'ELASTICITE (MN A 28 JOURS) -----	160
FIGURE IV.12 : COURBES $\sigma$ - $\epsilon_{yy}$ EN CHARGEMENT MONOTONE : CUBES ET DEMI-PRISMES -----	161
FIGURE IV.13 : INFLUENCE DES EFFETS DE BORDS SUR LES VALEURS DE RESISTANCE EN COMPRESSION ET DE MODULE D'ELASTICITE : CUBES ET DEMI-PRISMES -----	161
FIGURE IV.14 : COURBES $\sigma$ - $\epsilon_{yy}$ EN CHARGEMENT MONOTONE : CUBES ET PRISMES 4x4x16-----	162
FIGURE IV.15 : INFLUENCE DE L'ELANCEMENT SUR LES VALEURS DE RESISTANCE EN COMPRESSION ET DE MODULE D'ELASTICITE : CUBES ET PRISMES 4x4x16-----	163
FIGURE IV.16 : METHODOLOGIE DU CHARGEMENT CYCLIQUE EN COMPRESSION -----	164
FIGURE IV.17 : COURBES $\sigma$ - $\epsilon_{yy}$ : CUBES EN CHARGEMENT CYCLIQUE ET MONOTONE-----	164

FIGURE IV.18 : INFLUENCE DU CHARGEMENT SUR LES VALEURS DE RESISTANCE EN COMPRESSION ET DE MODULE D'ELASTICITE SELON LE MODE DE CHARGEMENT : CUBES EN CHARGEMENTS MONOTONE ET CYCLIQUE-----	165
FIGURE IV.19 : INFLUENCE DES MODIFICATIONS DE PARAMETRES SUR LES VALEURS DE MODULE D'ELASTICITE DE MN A 28 JOURS -	165
FIGURE IV.20 : MODULE D'ELASTICITE (E) DE MN ET DE MSF DETERMINE A DIFFERENTES ECHEANCES ENTRE $R_c/10$ ET $R_c/3$ -----	166
FIGURE IV.21 : MODULE D'ELASTICITE (E') DE MN ET DE MSF DETERMINE A DIFFERENTES ECHEANCES ENTRE 20 % $R_c$ ET 50 % $R_c$ -----	167
FIGURE IV.22 : EVOLUTION DES DEFORMATIONS $E_{xx}$ MAXIMALES DURANT LE CHARGEMENT A 28 JOURS POUR MN, MSF ET MSFT -----	169
FIGURE IV.23 : EVOLUTION DANS LE TEMPS DES CHARGES MAXIMALES (MN_Rf, MSF_Rf, MSFT_Rf) ET DES DEFORMATIONS $E_{xx}$ MAXIMALES OBTENUES SOUS CHARGE MAXIMALE (MN_EXX, MSF_EXX, MSFT_EXX)-----	170
FIGURE IV.24 : EVOLUTION DU DEGRE D'ENDOMMAGEMENT $D_f$ DURANT LE CHARGEMENT A 28 JOURS POUR MN, MSF ET MSFT	170
FIGURE IV.25 : EVOLUTION DU DEGRE D'ENDOMMAGEMENT $D_f$ EN FONCTION DU POURCENTAGE DE LA CHARGE MAXIMALE A 28 JOURS POUR MN, MSF ET MSFT AVEC DELIMITATION DES DIFFERENTES PHASES DU PROCESSUS D'ENDOMMAGEMENT -----	172
FIGURE IV.26 : COURBES MOYENNES DE L'EVOLUTION DU DEGRE D'ENDOMMAGEMENT $D_f$ EN FONCTION DU POURCENTAGE DE LA CHARGE MAXIMALE A 28 JOURS POUR MN, MSF ET MSFT-----	172
FIGURE IV.27 : EVOLUTION DU DEGRE D'ENDOMMAGEMENT $D_f$ AUX LIMITES DES DIFFERENTES PHASES DU PROCESSUS D'ENDOMMAGEMENT POUR MN, MSF ET MSFT A DIFFERENTS AGES-----	173
FIGURE IV.28 : REPRESENTATION SPATIALE DES 5 % DE POINTS DE DEFORMATIONS $E_{xx}$ LES PLUS ELEVEES AUX LIMITES DES DIFFERENTES PHASES DU PROCESSUS D'ENDOMMAGEMENT-----	174
FIGURE IV.29 : CHAMPS DE DEFORMATIONS $E_{xx}$ AUX LIMITES DES DIFFERENTES PHASES DU PROCESSUS D'ENDOMMAGEMENT POUR TROIS EPROUVETTES DE MN, MSF ET MSFT A 28 JOURS -----	175
FIGURE IV.30 : COURBES MOYENNES DE L'EVOLUTION DES DEFORMATIONS $E_{xx}$ MAXIMALES EN FONCTION DU POURCENTAGE DE LA CHARGE MAXIMALE (GAUCHE) ET EN FONCTION DE DE LA CHARGE (DROITE) POUR MN, MSF ET MSFT A 28 JOURS -----	176
FIGURE IV.31 : EVOLUTION DES DEFORMATIONS $E_{xx}$ AUX LIMITES DES DIFFERENTES PHASES DU PROCESSUS D'ENDOMMAGEMENT POUR MN, MSF ET MSFT A DIFFERENTS AGES-----	176
FIGURE IV.32 : EVOLUTION DANS LE TEMPS POUR MN, MSF ET MSFT DE LA CHARGE MAXIMALE (MN_Rf, MSF_Rf, MSFT_Rf), DE LA LONGUEUR (MN_LONG, MSF_LONG, MSFT_LONG) ET DE LA LONGUEUR TOTALE (MN_LONG TOT, MSF_LONG TOT, MSFT_LONG TOT) DE LA FISSURE PRINCIPALE SOUS CHARGE MAXIMALE -----	178
FIGURE IV.33 : EVOLUTION DANS LE TEMPS POUR MN, MSF ET MSFT DE L'OUVERTURE MAXIMALE DE LA FISSURE PRINCIPALE SOUS CHARGE MAXIMALE-----	179
FIGURE IV.34 : EVOLUTION SOUS CHARGE MAXIMALE DE L'OUVERTURE DE LA FISSURE PRINCIPALE DANS LA HAUTEUR DE L'EPROUVETTE POUR MN, MSF ET MSFT-----	180
FIGURE IV.35 : REPRESENTATION DES ZONES DE LOCALISATION DE FISSURE POUR MSFT A 28 JOURS (DIMENSIONS EN MM)-----	180
FIGURE IV.36 : COURBES FORCE-FLECHE EN FLEXION POUR MN, MSF ET MSFT A 28 JOURS-----	181
FIGURE IV.37 : EVOLUTION DE LA FLECHE AUX LIMITES DES DIFFERENTES PHASES DU PROCESSUS D'ENDOMMAGEMENT POUR MN, MSF ET MSFT A DIFFERENTS AGES -----	181
FIGURE IV.38 : EVOLUTION DE L'ENERGIE AUX LIMITES DES DIFFERENTES PHASES DU PROCESSUS D'ENDOMMAGEMENT POUR MN, MSF ET MSFT A DIFFERENTS AGES -----	182

FIGURE IV.39 : INFLUENCE DU SABLE DE FONDERIE SUR LES PROPRIETES MECANIQUES DES MORTIERS : SYNTHESE DES PRINCIPAUX RESULTATS A 28 JOURS ET SOUS CHARGE MAXIMALE-----	185
FIGURE V.1 : RESISTANCES EN FLEXION ET EN COMPRESSION DES MORTIERS : INFLUENCE DU MODULE DE FINESSE ET DU RAPPORT E/C -----	190
FIGURE V.2 : RESISTANCES EN FLEXION ET EN COMPRESSION A 28 JOURS DE MN, MSF, MN GRANULO ET MSF GRANULO : INFLUENCE DE LA GRANULARITE ET DU RAPPORT E/C-----	192
FIGURE V.3 : TEMPS DE DEBUT DE PRISE ET DUREE DE PRISE DE MN, MSF ET MSFT-----	193
FIGURE V.4 : EVOLUTION DE LA CHALEUR D'HYDRATATION DE MN ET MSF-----	193
FIGURE V.5 : ANALYSE DE LA POROSIMETRIE AU MEB (MODE BSE) DE MN (1 <sup>ERE</sup> RANGEE), MSF (2 <sup>E</sup> RANGEE) ET MSFT (3 <sup>E</sup> RANGEE) -----	197
FIGURE V.6 : DIFFERENTS TYPES DE POROSITES OBSERVES POUR MSFT AU MEB (MODE BSE)-----	198
FIGURE V.7 : AGGLOMERATION DE PARTICULES METALLIQUES DANS UN MORTIER A BASE DE SF : MICROSCOPIE OPTIQUE (A), MEB-BSE (B) ET CARTOGRAPHIES EDS DE LA SILICE, DU CALCIUM, DE L'ALUMINIUM, DU FER, DU CHROME ET DU MAGNESIUM----	200
FIGURE V.8 : ANALYSE EDS D'UNE PARTICULE DE CHROMITE DANS UN MORTIER A BASE DE SABLE DE FONDERIE -----	201
FIGURE V.9 : ANALYSE EDS D'UNE PARTICULE DE FER ROUILLE DANS UN MORTIER A BASE DE SABLE DE FONDERIE -----	202
FIGURE V.10 : PARTICULE D'ACIER INOX DANS UN MORTIER A BASE DE SABLE DE FONDERIE : MICROSCOPIE OPTIQUE (A), MEB-BSE (B) ET CARTOGRAPHIES EDS DE LA SILICE, DU CALCIUM, DU FER, DU CHROME, DE L'ALUMINIUM ET DU MAGNESIUM -----	202
FIGURE V.11 : ANALYSE EDS D'UNE PARTICULE DE FER ROUILLE DANS UN MORTIER A BASE DE SABLE DE FONDERIE-----	203
FIGURE V.12 : PARTICULE PARTIELLEMENT ENROBEE DE RESINE PHENOLIQUE DANS UN MORTIER A BASE DE SABLE DE FONDERIE : MICROSCOPIE OPTIQUE (A, B, C) ET MEB-BSE (D) -----	203
FIGURE V.13 : POROSITE REMPLIE DE RESINE EPOXY OBSERVEE EN MICROSCOPIE OPTIQUE (A, B, C) ET AU MEB-BSE (D)-----	204
FIGURE V.14 : AUREOLE DE TRANSITION AVEC UNE CONCENTRATION IMPORTANTE DE PORTLANDITE ET CARTOGRAPHIES EDS DU CALCIUM ET DE LA SILICE-----	205
FIGURE V.15 : EXEMPLES DE ZTI EN PRESENCE DE SILICE (MN, A) AINSI QUE DE PHENOL ET DE CHROMITE (MSFT, B) -----	205
FIGURE V.16 : EXEMPLE D'IMAGES DE MICROSTRUCTURE DE MN (1 <sup>ERE</sup> RANGEE), MSF (2 <sup>E</sup> RANGEE) ET MSFT (3 <sup>E</sup> RANGEE) : MISE EN EVIDENCE D'UNE MICROFISSURATION PLUS IMPORTANTE POUR MSF ET MSFT -----	206
FIGURE V.17 : EFFET DES PARAMETRES INFLUENTS DU SABLE DE FONDERIE SUR LES PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES DES MORTIERS : SYNTHESE DES PRINCIPAUX RESULTATS -----	207



# LISTE DES TABLEAUX

---

TABLEAU I.1 : COMPOSITION CHIMIQUE DES SABLES DE FONDERIE DANS LA LITTERATURE (EN POURCENTAGE MASSIQUE DES SABLES)	35
TABLEAU I.2 : ELEMENTS SOLUBLES DANS L'EAU ET DANS L'ACIDE D'UN SABLE DE FONDERIE (POURCENTAGE MASSIQUE DES SABLES)	
[27] .....	36
TABLEAU II.1 : COMPOSITION CHIMIQUE DU CIMENT CEM I 52,5 N .....	96
TABLEAU II.2 : FORMULATION DES MORTIERS ETUDIES .....	99
TABLEAU II.3 : FORMULATIONS DES BETONS BR ET BSF .....	100
TABLEAU II.4 : COMBINAISONS DE TAILLES D'IMAGETTES (SS) ET TAILLES DE PAS (ST) TESTEES LORS DE L'ETUDE PARAMETRIQUE REALISEE EN AMONT DES CALCULS DE CIN .....	121
TABLEAU III.1 : MASSES VOLUMIQUES ET COEFFICIENT D'ABSORPTION D'EAU DES GRANULATS .....	136
TABLEAU III.2 : RESULTATS DES ESSAIS NORMALISES DE CARACTERISATION CHIMIQUE DE SN 0/2, SF 0/2 ET SM 0/2 .....	139
TABLEAU III.3 : COMPOSITION CHIMIQUE DE SN 0/2, SF 0/2 ET SF 0/0,5 (VALEURS EN % MASSIQUE) .....	140
TABLEAU IV.1 : FORMULATIONS (SABLES, E/C) ET OUVRABILITE DES MORTIERS TESTES POUR L'ANALYSE DE L'INFLUENCE DU SABLE DE FONDERIE SUR LES RESISTANCES MECANIQUES DES MORTIERS ET VARIATIONS DE CES PROPRIETES PAR RAPPORT AU MORTIER NORMALISE .....	148
TABLEAU IV.2 : INFLUENCE DU SABLE DE FONDERIE SUR LA FORCE ET L'ENERGIE NECESSAIRE POUR OBTENIR UNE FLECHE DE 0,04 MM .....	184
TABLEAU V.1 : POROSITE TOTALE ACCESSIBLE A L'EAU ET MASSES VOLUMIQUES DE MN, MSF ET MSFT .....	196
TABLEAU V.2 : POROSITE SURFACIQUE DE MN, MSF ET MSFT DETERMINEE AU MEB-BSE .....	199



## INTRODUCTION

---

Le béton est un matériau de construction constitué essentiellement d'un mélange de ciment, d'eau et de granulats (sable et gravillons). Sa forte production à l'échelle mondiale entraîne une importante consommation de ces granulats : entre 25,9 et 29,6 milliards de tonnes par an [1] avec, en moyenne, 35 % de sable provenant majoritairement des littoraux et des carrières. Parallèlement, environ 100 millions de tonnes par an de sables de fonderie usés sont mises en décharge et disponibles pour une valorisation dans différents secteurs industriels [2]. Les sables de fonderie usés sont des déchets provenant de la fabrication de moules à usage unique dans lesquels des métaux en fusion de différents types (acier, aluminium, fonte...) sont coulés à des températures pouvant atteindre 1000°C. Ils sont généralement composés d'un sable fin siliceux et d'un liant minéral (« sables de fonderie à vert ») ou organique (« sables de fonderie chimiques »). Leur valorisation dans le béton répondrait à un double enjeu écologique en libérant l'espace dédié à leur stockage tout en préservant une partie des sables naturels généralement utilisés dans le béton.

Lors de l'incorporation de sables de fonderie en remplacement des sables naturels dans les matériaux cimentaires, dès 10 % de substitution, des gains ou pertes de résistances mécaniques sont constatées par rapport aux matériaux formulés sans le déchet. Au-delà du taux de 30 % qui apparaît à trois reprises comme un optimum, la tendance générale est à une diminution des résistances mécaniques. Les paramètres généralement mis en cause pour expliquer les modifications des propriétés mécaniques sont la granulométrie du déchet et sa composition chimique. En effet, la finesse ainsi que la forte teneur en fines de ce type de sable peuvent influencer sur la demande en eau des mortiers et bétons les contenant. Les impuretés organiques et éléments métalliques incorporés avec ces déchets sont également susceptibles de modifier les réactions d'hydratation et/ou d'altérer les liaisons pâte-granulats. L'analyse de l'influence de ces différents paramètres a fait l'objet de peu d'études approfondies. De même, l'influence des sables de fonderie usés sur le comportement des matériaux sous sollicitations mécaniques n'a pas été étudiée. La Corrélation d'Images Numériques (CIN) qui est une technique de mesure des champs cinématiques peut contribuer à cette étude du comportement des matériaux cimentaires notamment en compression et en flexion.

Dans ce contexte, pour une meilleure valorisation des sables de fonderie dans le béton, l'objectif de ce travail est double : déterminer l'influence d'un sable de fonderie chimique sur les résistances mécaniques des matériaux cimentaires ainsi que leur comportement sous sollicitations

mécanique puis analyser, à différentes échelles, les effets des paramètres influents du déchet sur ces propriétés. Il s'inscrit dans le cadre du projet VALSABET qui vise la VALorisation des SAbles de fonderie dans le BETon et a débuté suite à un appel à projets internes au sein du laboratoire ICube.

Le chapitre 1 de ce manuscrit est consacré à la synthèse bibliographique et est divisée en trois grandes parties. La première présente les sables de fonderie du point de vue de leurs origines et de leurs propriétés physico-chimiques. La deuxième partie est consacrée aux résultats des travaux traitant de l'effet de ce type de déchet sur les propriétés mécaniques des bétons et aux différents paramètres pouvant expliquer les variations de propriétés mécaniques lors de l'utilisation d'un sable de fonderie chimique dans les bétons. La troisième partie présente le principe de la CIN ainsi qu'une synthèse de différents travaux l'ayant utilisée dans le domaine du génie civil.

Le chapitre 2 décrit le protocole expérimental mis en place durant ces travaux. Afin de faciliter la mise en évidence des effets du sable de fonderie sur les matériaux cimentaires, le choix a été fait de s'affranchir de l'effet combiné des gravillons et d'étudier dans un premier temps l'incorporation du déchet dans les mortiers puis de déterminer son effet sur la résistance en compression des bétons. La première partie du chapitre est consacrée à la présentation des matières premières utilisés et des matériaux formulés. La deuxième partie regroupe les différentes procédures utilisées aux échelles microscopique et macroscopique pour la caractérisation physico-chimique des granulats et des mortiers ainsi que les essais réalisés pour la caractérisation de la rhéologie et des résistances mécaniques des matériaux cimentaires. La troisième partie du chapitre présente les méthodologies développées dans le cadre de ces travaux avec le couplage de la CIN aux essais de résistance en compression et en flexion pour l'étude de l'influence du sable de fonderie sur le comportement des mortiers sous ces sollicitations mécaniques. La méthodologie développée y est particulièrement détaillée pour l'étude du processus d'endommagement ainsi que la détermination de la flèche en flexion.

Le chapitre 3 du manuscrit est consacré aux résultats de la caractérisation physico-chimique des granulats utilisés dans la formulation des matériaux cimentaires. La conformité du sable de fonderie à la norme des granulats pour béton a été vérifiée par les essais recommandés par cette norme. Du fait des particularités du déchet, des essais complémentaires ont été réalisés afin d'étudier sa morphologie et de déterminer ses compositions chimique et cristallographique. Un sable siliceux normalisé appartenant au fuseau 0/2 mm a été utilisé comme référence et aussi caractérisé selon la majorité de ces essais. Les granulats naturels utilisés dans la fabrication des bétons ont été caractérisés uniquement selon les essais nécessaires à la formulation des bétons.

Le chapitre 4 traite de l'effet du sable de fonderie sur les propriétés mécaniques des mortiers et des bétons. La première partie est consacrée à l'étude de l'influence du taux d'incorporation du déchet sur les résistances mécaniques et à l'évolution, dans le temps, de ces propriétés pour le taux de 30 % en comparaison de celui de 0 %. L'effet du déchet sur le comportement en compression est discuté en partie 2 en terme de module d'élasticité. Cette partie présente aussi, de manière plus détaillée qu'au chapitre 2, la méthodologie développée pour la détermination de ce paramètre à partir du suivi des champs cinématiques par CIN ainsi que les adaptations réalisées notamment après analyse des premiers résultats. La troisième partie du chapitre concerne l'effet du sable de fonderie sur le comportement des mortiers en flexion. Les principales conclusions de l'effet du sable de fonderie sur les propriétés mécaniques sont résumées en une figure à la fin du chapitre.

Le chapitre 5 est consacré à l'analyse de l'effet des différents paramètres influents mis en évidence lors de la caractérisation des sables et sur la base des résultats de la littérature. Cette analyse réalisée aux échelles microscopique et macroscopique concerne l'influence de la granulométrie et des impuretés chimiques du sable de fonderie sur la demande en eau, l'hydratation, la porosimétrie et la microstructure des mortiers. Comme pour le chapitre précédent, une figure résume les principales conclusions à la fin du chapitre.

La conclusion reprend les principaux résultats de ces travaux en ce qui concerne la caractérisation du sable de fonderie, son effet sur les résistances et le comportement des matériaux cimentaires sous sollicitations mécanique ainsi que l'analyse de l'influence des différences constatées au niveau de certains de ses paramètres physico-chimiques en comparaison de ceux du sable normalisé. Cette analyse et l'étude du comportement mécanique des matériaux cimentaires incorporant le sable de fonderie représentent des enjeux scientifiques et environnementaux importants car elles contribuent à formuler des bétons plus éco-respectueux. Enfin, des perspectives sont présentées afin d'approfondir les connaissances permettant une meilleure valorisation du déchet.



# I. SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

---

## I.1. Les sables de fonderie

En métallurgie, la mise en forme des métaux peut se faire selon différents procédés dont le plus répandu est la fonderie. Le produit final y est obtenu par le moulage de métaux en fusion à des températures pouvant atteindre 1500°C [3]. En 2007, la production annuelle en fonderie a été estimée à 94,9 millions de tonnes de métaux dont 86 % provenaient d'une liste de 10 pays dominée par la Chine, les Etats-Unis et la Russie avec une production respective d'environ 31,3 ; 11,7 et 7,8 millions de tonnes [4]. La France se situait alors en neuvième position avec une production d'environ 2,5 millions de tonnes [4].

Les métaux coulés sont généralement le fer, l'acier, la fonte ainsi que les métaux non ferreux comme l'aluminium, les alliages à base de cuivre, le magnésium et le zinc [4], [5]. Le moule fini se compose en général d'une partie inférieure, d'une partie supérieure et d'un ou plusieurs noyaux, suivant la complexité de la pièce à réaliser. Les noyaux forment des passages internes ou des cavités dans le métal coulé. Le moulage au sable est le procédé le plus répandu en fonderie [6], [7]. Il est utilisé dans plus de 70 % des coulées de métaux [8]. La composition des principaux sables de fonderie utilisés pour le moulage, la production des « sables de fonderie usés » provenant de cette méthode ainsi que leurs propriétés principales sont présentées ci-après.

### I.1.1. Composition des sables de fonderie

Les sables de fonderie doivent posséder une bonne capacité de mise en forme au contact du modèle. Leur résistance mécanique doit pouvoir leur permettre de garder leur forme jusqu'à solidification des métaux en fusion en résistant à la pression sans toutefois empêcher le retrait des matériaux en cours de solidification [8], [9]. A ces exigences fondamentales s'ajoutent des propriétés supplémentaires de réfractarité, de perméabilité, de stabilité thermique, d'absence de réactions moule-métal pouvant créer des défauts dans le métal ainsi que des propriétés écologiques telles que l'absence d'émissions toxiques durant la mise en œuvre ainsi que la possibilité de recyclage des matériaux ou de mise en décharge sans risques de pollution des nappes phréatiques [8], [9].

Pour répondre à ces critères, les sables de moulage résultent généralement d'un mélange de sables de base propres et de liants. L'ajout de certains adjuvants peut s'avérer nécessaire pour améliorer leur comportement à la coulée et assurer leur stabilité mécanique.

### I.1.1.1. Sables de base

Les sables de base sont d'origines variées. Les sables siliceux naturels, très répandus dans les bassins sédimentaires [9] sont les plus utilisés. D'autres sables composés de chromite ( $\text{Cr}_2\text{O}_3+\text{FeO}$ ), d'olivine ( $\text{SiO}_4\text{Mg}_2 + \text{SiO}_4\text{Fe}_2$ ) et de zircon ( $\text{ZrSiO}_4$ ) sont aussi parfois utilisés pour plus de précision du fait de leur meilleure résistance à la dilatation [4], [9], [10]. La chromite est composée d'oxyde de fer et au moins de 50 % d'oxyde de chrome. On peut aussi y retrouver des traces d'aluminium et de magnésium. Les grains qui le composent sont de couleur noire ou brune et présentent en général une forme anguleuse plus ou moins sphérique.

Les sables de base siliceux utilisés en fonderie présentent généralement des propriétés meilleures que celles des sables naturels utilisés en construction [11]. A titre d'exemple, le Canada fixe la teneur en  $\text{SiO}_2$  entre 88 et 99 % pour leurs sables de base alors qu'un sable naturel ayant une teneur en  $\text{SiO}_2$  inférieure à 80 % peut être utilisé en construction [12]. Pour répondre à ces exigences, les sables de base utilisés en fonderie sont la plupart du temps lavés, ce qui permet de garantir une pureté pouvant atteindre jusqu'à 99,8 % de  $\text{SiO}_2$  [9] présent spécialement sous forme de quartz  $\alpha$  [4], [9]. Hormis la silice, les sables de base siliceux peuvent aussi contenir du fer et de l'aluminium en proportions variées [12].

Leurs propriétés physiques sont homogènes [13] et ils sont la plupart du temps obtenus par classification granulométrique après lavage et séchage [9]. Que la répartition soit serrée ou étalée, les sables de base utilisés en fonderie ont une granulométrie fine qui permet d'obtenir des pièces moulées présentant de bonnes qualités de surface. Les exigences au Canada fixent la répartition granulométrique entre 74 et 841  $\mu\text{m}$  [12] et le diamètre moyen est généralement compris entre 100 et 500  $\mu\text{m}$  [9]. Les grains peuvent être de formes arrondies, subangulaires, angulaires ou composées [7], [9], [12]. Leur masse volumique absolue doit être égale ou très proche de celle du quartz soit 2,65  $\text{g}/\text{cm}^3$ .

### I.1.1.2. Liants

Les liants sont des produits qui sont mélangés au sable de base pour permettre l'agglomération des grains entre eux et conférer aux sables de fonderie la plasticité nécessaire pour le moulage et une bonne résistance mécanique après durcissement. Ils peuvent être d'origine minérale ou organique suivant le procédé de moulage utilisé et la partie mise en forme (moule ou noyau) [9].

Les liants utilisés pour les fonderies de métaux ferreux, sont généralement inorganiques [4]. Le plus anciennement employé et le plus courant est l'argile, plus particulièrement la kaolinite et la

montmorillonite (bentonite) utilisées dans des proportions comprises entre 4 et 10 % de la masse du sable [7], [9]. Le sable de moulage qui en résulte est un sable silico-argileux aussi appelé « sable à vert » généralement utilisé pour le moulage de pièces de faibles dimensions [7]. Le terme « à vert » vient du fait qu'aucun étuvage ou autre technique n'a été employée pour augmenter la résistance et la rigidité du moule. Le liant ni polymérisé ni durci reste humide, « vert » [4]. Dans des cas plus rares, les liants minéraux peuvent aussi être du ciment utilisé pour la mise en forme de grosses pièces en alliages ferreux ou cuivreux, du plâtre pour des alliages légers et des petites pièces en alliages de cuivre ou encore des silices colloïdales ou du silicate de soude pour des procédés spéciaux [9], [14].

Les liants organiques sont utilisés à des faibles dosages variant entre 1 et 5 % de la masse du sable [7], [9], [14]. Dans certains cas ils peuvent être d'origine naturelle (amidon de maïs, huiles siccatives...) mais il s'agit majoritairement de résines synthétiques [9]. Aptes à durcir par réticulation et de préférence au contact du modèle, elles permettent de garantir une bonne précision dimensionnelle et confèrent au sable une meilleure résistance mécanique que les liants inorganiques [9]. Cette résistance mécanique se dégrade de manière plus ou moins accentuée à cause de la chaleur dégagée lors de la coulée des métaux en fusion [9]. Les résines sont utilisées dans la fabrication de certains moules mais surtout dans celle des noyaux pour lesquels une résistance élevée est nécessaire afin de résister à la chaleur du métal fondu [7]. Les sables de fonderie obtenus lors de l'utilisation de ces liants sont appelés « sables de fonderie chimiques ».

Suivant la température de durcissement, les résines peuvent être divisées en deux grandes familles : les thermodurcissables et les durcissables à froid [9].

Les résines thermodurcissables permettent un durcissement du couple sable-résine au contact d'outillages métalliques chauds. Elles sont utilisées pour des grandes séries de pièces de dimensions inférieures à 1 m du fait du coût élevé de l'outillage métallique et peuvent être de trois types :

- Les résines furaniques : elles peuvent être utilisées pures mais sont le plus souvent combinées avec les résines urée-formol ou phénoliques.
- Les résines urée-formol : leur utilisation est limitée à la coulée des métaux non ferreux car elles se décomposent au-delà de 250°C avec dégagement d'azote.
- Les résines phénoliques : elles résistent à de fortes températures et conviennent à la coulée des métaux ferreux. Ce sont des condensés de phénol et de formol. Suivant que le nombre de formol ou de phénol soit majoritaire, on distingue les novolaques et les résols. Les novolaques sont utilisés pour des sables secs pré-enrobés de 2 à 5 % de résine alors que les résols sont incorporés à des taux variant entre 1 et 2 %.

Pour les résines durcissables à froid, le durcissement se fait à température ambiante sous l'action de catalyseurs liquides, solides ou gazeux et les résines utilisées sont généralement de types furaniques ou phénoliques. On retrouve aussi des phénolates alcalin-ester et des polyuréthanes.

Les systèmes de moulages à base de liants chimiques impliquent donc l'utilisation d'un ou plusieurs liants en conjonction avec des catalyseurs et différents procédés de durcissement. En France, les résines phénoliques et furaniques correspondent à 40 % en masse des ventes de résines contre 25 % pour les résines polyuréthanes et phénolate alcalin ester [15]. Quoiqu'il en soit, le phénol demeure un composant utilisé dans la production des résines les plus répandues dans la formulation des sables de fonderie chimiques [4].

### I.1.1.3. Adjuvants

Les adjuvants sont des composés qui sont mélangés avec les liants en une couche uniforme très mince (1  $\mu\text{m}$  pour 1% de liant) à la surface des grains du sable de base [9] pour conférer au sable de fonderie d'autres propriétés que celles apportées par les liants et nécessaires à la réussite du moulage. Les plus courants sont les adjuvants générateurs d'atmosphère réductrice. Ils sont utilisés lors de la coulée de métaux ferreux pour prévenir la formation d'oxydes susceptibles de réagir avec les composants de base des sables. Les adjuvants peuvent aussi aider à améliorer la surface de finition des pièces en évitant la pénétration du métal entre les grains de sable. Ce sont la plupart du temps des produits carbonés dont le plus utilisé est le noir minéral au taux de 2 à 10 % [7], [9]. Dans le cas des sables siliceux, il existe des agents de débouillage qui facilitent la destruction des moules et des noyaux après la coulée ainsi que des agents anti-pénétration et anti-dilatation.

D'autres produits annexes ne rentrant pas dans la composition du sable de fonderie peuvent être utilisés pour assembler les moules et les noyaux (colles), reboucher certains défauts des noyaux (mastic) ou encore limiter les réactions moule-métal (enduits) [9].

Les moules fabriqués avec du sable de fonderie sont à usage unique. Après le démoulage des pièces et la destruction des moules, le stockage du sable de fonderie comme déchet dépend de ses différentes propriétés. La production de ce déchet, appelé « sable de fonderie usé », est présentée dans la partie suivante.

### I.1.2. Production des sables de fonderie usés

La quantité de sable de fonderie nécessaire pour la coulée des pièces métalliques est supérieure à la masse de métal coulé. Jasson [9] rapporte qu'il faut compter entre 1 et 15 fois la masse de métal alors que pour Devaux et Vecoven [14] elle représente entre 5 à 10 fois la masse des pièces produites. Quoiqu'il en soit, le tonnage annuel de métal coulé pouvant être estimé à plus de

90 millions de tonnes dans le monde [4], l'utilisation régulière de sable neuf représente un coût financier et écologique trop important. Dans ce contexte, le recyclage des sables en fonderie est primordial. Suivant la nature du liant, deux types de recyclage sont possibles en fonderie [9] : la régénération pour les sables argileux et la récupération pour les sables liés au silicate et tous les sables liés par des résines.

#### **I.1.2.1. Régénération des sables argileux**

Les sables argileux sont généralement composés de 85 à 95 % de sable propre siliceux, 4 à 10 % d'argile, 2 à 5 % d'eau pour assurer la plasticité et 2 à 10 % d'additif carboné [7]. La régénération de ces sables consiste en grande partie à compenser, par apport de sable de base neuf, d'argile, d'adjuvants et d'eau, les pertes difficilement quantifiables résultant de la coulée précédente.

Le décochage consiste à extraire du moule, la pièce métallique et tout ce qui a permis d'assurer une bonne coulée et solidification du métal. Après cette opération, le sable récupéré est très hétérogène en composition, température, humidité et morphologie (présence de mottes). Avant de recevoir les additions de régénération, il est donc reconditionné pour être transformé en matière première homogène. Le reconditionnement consiste dans un premier temps à briser les mottes puis à rejeter les éléments grossiers par criblage. Dans un second temps, le sable est refroidi à une température supérieure à la température ambiante de 10°C au maximum puis débarrassé du maximum de particules métalliques présentes par triage magnétique pour les métaux ferreux magnétisables et séparateurs à courant de Foucault pour les alliages non magnétiques.

#### **I.1.2.2. Récupération des autres sables**

Le processus de récupération consiste à débarrasser au maximum les sables de toute trace des liants utilisés lors de la précédente coulée et qui ont subi une transformation thermique irréversible. Les procédures de récupération varient suivant le liant.

La technique la plus économique et la plus répandue est la récupération par voie sèche utilisée dans le cas des sables liés au ciment, par des résines durcissant à froid et de certains sables liés au silicate de soude. Le sable est débarrassé des liants résiduels collés à la surface des grains par un traitement mécanique d'attrition suivi d'un dépoussiérage pour éliminer les impuretés libérées. Le plus difficile est d'enlever tout le liant résiduel sans broyer les grains. Une autre technique de récupération plus onéreuse et applicable à la majorité des sables est aussi possible. Il s'agit de la récupération par voie humide qui consiste aussi en un traitement d'attrition mais en phase humide avec environ 80 % de sable et 20 % d'eau. En lieu du dépoussiérage, une série de lavages à contre-courant permet d'éliminer les éléments fins. Après récupération, la teneur en eau du sable est

ramenée à 10 % par essorage et le sable est ensuite séché. Pour les sables agglomérés par des liants purement organiques, une récupération par calcination est possible. Il s'agit du procédé le plus efficace pour redonner aux sables les propriétés les plus proches des sables de base. Il consiste à assurer la combustion complète du liant en portant le sable à une température suffisante (en général 700°C) en atmosphère oxydante. Des systèmes combinés de récupération regroupant les méthodes par voie sèche et calcination peuvent être employés pour la récupération de mélanges de sables de natures différentes. Un essai de perte au feu permet en général de vérifier l'efficacité du traitement de récupération [9].

Le nombre d'utilisations des sables de fonderie varie en fonction du processus de récupération/régénération et de l'accumulation d'impuretés. Dans le cadre des travaux de Mavroulidou et Lawrence [16], les auteurs indiquent 3 à 4 utilisations alors que Guney *et al.* [3] en évoquent une dizaine. Lorsque les sables de fonderie ne peuvent plus être recyclés en fonderie, ils sont en général appelés « sables de fonderie usés » et sont stockés comme déchets disponibles pour une valorisation dans d'autres secteurs industriels. Selon Singh et Siddique [17], les sables de fonderie usés représentent 5 à 10 % des sables de moulages utilisés en fonderie alors que d'autres auteurs estiment leur proportion à 20% [16], [18]. La valorisation des stocks de sables de fonderie usés dans d'autres secteurs industriels permettrait de diminuer le coût économique et écologique des matières premières souvent naturelles utilisées dans ces industries et de réduire les problèmes d'élimination de ces déchets de fonderie.

Dans un but de valorisation, il convient de connaître au mieux les principales caractéristiques physico-chimiques de ces matériaux utilisés dans la coulée de métaux ou d'alliages métalliques variés et provenant de divers procédés de moulage et de traitement.

### I.1.3. Propriétés chimiques des sables de fonderie usés

#### I.1.3.1. Composition chimique

La détermination de la composition chimique des sables de fonderie usés permet d'identifier, dans certains cas, la présence d'éléments présentant un risque pour l'environnement et la santé lors de leur valorisation ou potentiellement néfastes aux propriétés des matériaux dans lesquels ces sables peuvent être valorisés. Elle est en général obtenue par fluorescence X après calcination de l'échantillon pour décomposer les phases hydratées et/ou carbonatées et ainsi éliminer les molécules d'eau et les oxydes de carbone. La teneur en éléments est généralement donnée sous formes d'oxydes et en pourcentage massique.

## Analyse multi-échelle de l'influence d'un sable de fonderie chimique sur les propriétés mécaniques de matériaux cimentaires

Les résultats relevés dans la littérature [3], [19]–[24] pour une dizaine de sables de fonderie usés sont synthétisés au Tableau I.1. Malgré la variabilité des teneurs en éléments retrouvés, il en ressort que pour une teneur moyenne d'environ 85 %, le principal composant des sables de fonderie usés reste la silice provenant du sable siliceux de haute qualité utilisé comme matériau de base. Tout comme pour le sable de base, la silice du sable de fonderie usé se présente sous forme de quartz [16], [18], [22]. Le fer et l'aluminium sont aussi généralement présents. Ils proviennent essentiellement de la coulée des métaux et parfois des argiles pour les sables de fonderie à vert. De manière moins régulière, certains déchets présentent des concentrations élevées en potassium ( $K_2O$ ), magnésium ( $MgO$ ) ou chrome ( $Cr_2O_3$ ) [19], [22], [24].

Tableau I.1 : Composition chimique des sables de fonderie dans la littérature (en pourcentage massique des sables)

	Minimum	Maximum	Moyenne
<b>SiO<sub>2</sub></b>	68,93	98	84,86
<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	0,8	11,9	5,85
<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	0,25	8,31	2,82
<b>CaO</b>	0,00	1,92	0,49
<b>MgO</b>	0,00	2,16	0,51
<b>SO<sub>3</sub></b>	0,00	1,26	0,23
<b>Na<sub>2</sub>O</b>	0,00	2,87	0,74
<b>K<sub>2</sub>O</b>	0,00	3,82	1,5
<b>TiO<sub>2</sub></b>	0,00	0,26	0,07
<b>P<sub>2</sub>O<sub>5</sub></b>	0,00	0,06	0,02
<b>MnO</b>	0,03	0,08	0,06
<b>Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	0,00	3,3	0,55
<b>PAF</b>	1,32	15,58	4,61

La perte au feu (PAF) est déterminée par la perte de masse suite à la calcination de l'échantillon réalisée en amont de l'essai de fluorescence X. Elle permet d'estimer le pourcentage massique des hydrates, des carbonates et des matières organiques du déchet. Ces dernières peuvent altérer la prise des matériaux cimentaires [25] et entraîner des pertes de résistances. Les résultats synthétisés au Tableau I.1 montrent que les valeurs de perte au feu sont souvent non négligeables avec une moyenne autour de 4,6 %. Ces valeurs comprises entre 1,3 % et 15,6 % sont aussi très variables. La valeur la plus faible a été obtenue pour un sable chimique [21] et la plus élevée pour un sable à vert [22].

### I.1.3.2. Éléments solubles dans l'eau et dans l'acide

Les ions chlorures et sulfates solubles dans l'eau et dans l'acide peuvent altérer les propriétés de prise et de durabilité du béton. La norme française des granulats pour béton [26] préconise de quantifier leurs teneurs lors de la caractérisation d'un sable destiné à être utilisé dans le béton. Peu de travaux ont été publiés concernant la quantification de ces éléments dans les sables de fonderie. Lors d'une étude de conformité à la norme européenne des granulats pour bétons, Basar et Deveci Aksoy [27] ont réalisé cette quantification pour un sable à vert et un sable naturel. Les résultats sont présentés dans le Tableau I.2 en pourcentage massique des sables. Une augmentation des teneurs en éléments solubles est constatée notamment en termes d'éléments à base de soufre dans les sables de fonderie à vert mais les résultats ne mettent pas en évidence un manque de conformité du matériau selon la norme des granulats pour bétons [26].

Tableau I.2 : Éléments solubles dans l'eau et dans l'acide d'un sable de fonderie (pourcentage massique des sables) [27]

	Sable à vert	Sable naturel
<b>Chlorures solubles dans l'eau (%)</b>	0,09	0,06
<b>Sulfites solubles dans l'acide (%)</b>	0,1	0,03
<b>Sulfates solubles dans l'acide (%)</b>	0,15	0,02-0,03
<b>Soufre total (%)</b>	0,11	0,04-0,06

### I.1.3.3. Éléments à risques environnementaux et sanitaires

Les réserves concernant la valorisation des sables de fonderie sont souvent liées à la présence possible d'éléments traces métalliques qui pourraient résulter des opérations de coulée des métaux et aussi des composés organiques provenant des résines synthétiques utilisées comme liants. La teneur totale de ces composants peut être déterminée par des essais de quantification massique. Des essais de lixiviation qui imitent le phénomène de lessivage des sols par les eaux de pluie sont le plus souvent utilisés pour estimer la possibilité qu'ils se retrouvent dans les sols et polluent l'environnement. Ces essais de quantification ou de lixiviation sont souvent réalisés en amont du stockage des sables de fonderie ou en vue de leur valorisation dans les secteurs de l'agriculture et de la géotechnique.

Dans les travaux de Miguel *et al.* [28], la teneur totale en métaux lourds (Al, Ba, Be, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Mo, Ni, Pb, Sb, V et Zn) a été quantifiée pour 14 sables naturels et 96 sables de

fonderie. Ces différents sables à vert et chimiques proviennent de 17 fonderies de fer, d'aluminium, d'acier et d'alliages de cuivre. Hormis la possibilité d'une teneur plus élevée en Co et Pb lors de l'utilisation de liant alkyde-uréthane, les concentrations en métaux lourds de la plupart des sables de fonderie sont semblables à celles des sables de silice vierges et des sols naturels quel que soit le type de liant utilisé ou le métal coulé.

Lors d'une étude concernant 36 sables à vert et 7 sables chimiques, Dungan et Dees [29] ont déterminé la teneur totale en Ag, Al, As, B, Ba, Be, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Mo, Ni, Pb, Sb, V et Zn et étudié le potentiel de lixiviation pour Ag, As, Ba, Be, Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Sb et Zn. Ils ont conclu que, pour les métaux quantifiés et les conditions dans lesquelles ils ont été testés, les sables de fonderie ont un faible potentiel de lixiviation et ne sont pas dangereux en ce qui concerne les teneurs en Ag, As, Ba, Cd, Cr et Pb.

D'autres auteurs ont aussi réalisé des essais de lixiviation de différents composants organiques et inorganiques lors d'une étude de valorisation d'un sable de fonderie à vert en sous-couche de route [30]. Leurs résultats ont montré des teneurs inférieures aux limites imposées par la réglementation française et ont permis de classer leur matériau comme déchet inerte.

## I.1.4. Propriétés physiques des sables de fonderie usés

### I.1.4.1. Granulométrie et morphologie

Tout comme le sable de base, le sable de fonderie usé est en général de forme subangulaire à ronde et parfois composée [3], [7], [22], [31]. Ces différentes formes sont visibles sur la Figure I.1 qui présente un exemple de sable de fonderie observé au microscope électronique à balayage (MEB).

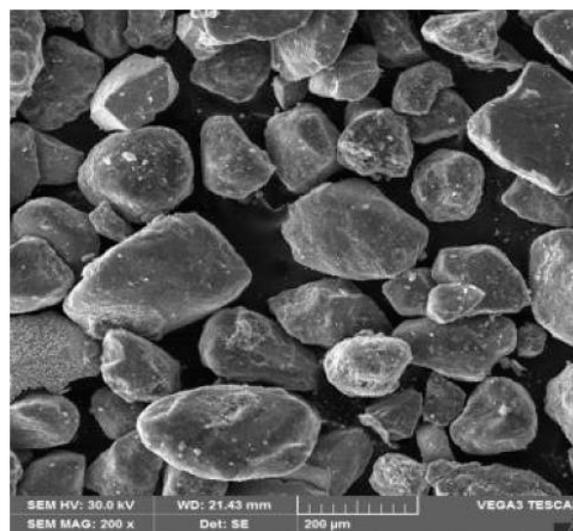
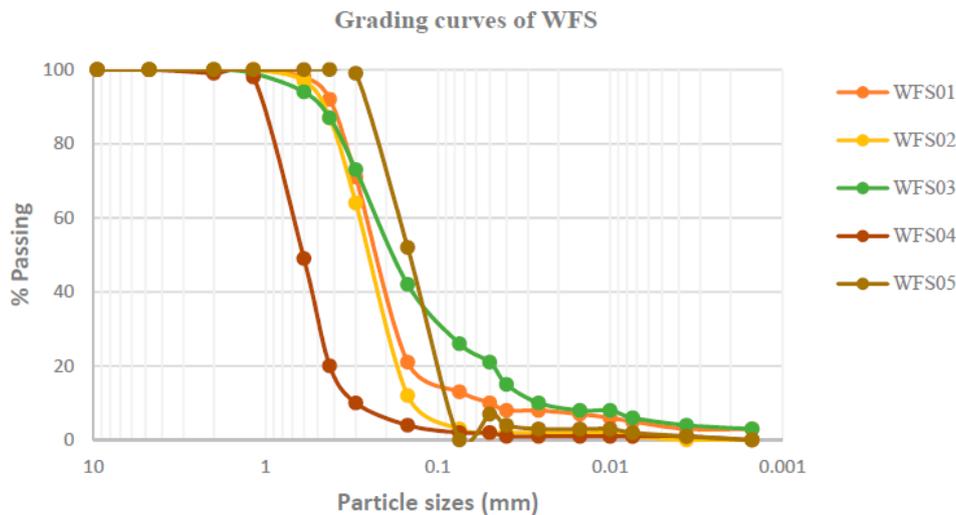


Figure I.1 : Image MEB d'un sable de fonderie chimique usé [22]

La granulométrie du déchet liée à celle du sable de base est fine et la graduation est uniforme [7], [16], [32], [33]. A titre d'exemple, les sables de fonderie propres et usés étudiés dans les travaux de Naik *et al.* [34] ont présenté des courbes granulométriques très similaires avec des grains de diamètres compris entre 0 et 600  $\mu\text{m}$ . D'autres études sur des sables à vert et des sables chimiques ont conduit à des résultats similaires [21], [22], [35], [36]. Les courbes obtenues par Iloh *et al.* [22] sont reportées à titre d'exemple en Figure I.2. Les auteurs ont observé, pour deux sables de fonderie chimiques, un diamètre maximal compris entre 300  $\mu\text{m}$  et 1 mm.



Cette observation d'une granulométrie fine est consolidée par la valeur du module de finesse (FM pour « *Fineness Modulus* » en anglais) qui permet de classer les sables en trois catégories :

- FM entre 0,6 et 2,1 : Sable fin
- FM entre 1,5 et 2,8 : Sable moyen (recommandé en construction)
- FM entre 2,4 et 4,0 : Sable grossier

Les résultats obtenus pour dix sables de fonderie différents situent le module de finesse sur une large plage de valeurs allant de 0,5 à 3,2 avec une moyenne d'environ  $1,7 \pm 0,6$  [13], [17], [22], [34], [38]–[43]. Pour des sables de construction, les valeurs de FM varient entre 1,7 et 3,6 avec une moyenne de  $2,7 \pm 0,6$  [13], [34], [38], [39], [41]–[44]. Ces résultats permettent de classer les sables de fonderie comme des sables fins.

En plus de la répartition granulométrique, la teneur en fines est une caractéristique importante pour l'étude de la granulométrie d'un sable en vue de son utilisation dans le béton. Ce paramètre déterminé en France en pourcentage de grains d'un diamètre inférieur à  $63 \mu\text{m}$  est en général retenu comme la teneur en grains passant au tamis à  $75 \mu\text{m}$  dans les normes américaines plus utilisées à l'international. Une forte teneur en fines signifie en général une plus grande demande en eau et parfois un retard d'hydratation du ciment ainsi qu'une altération de la liaison entre la pâte de ciment et les granulats qui peut entraîner une perte de résistance des bétons [3]. Elle est limitée à un seuil maximal de 5% dans la norme ASTM C33 [3] et à 3% dans la norme des granulats pour béton en France [26]. La teneur en fines des sables de fonderie varie suivant le procédé de moulage et de traitement et principalement dans le cas des sables liés aux argiles. Cette teneur en grains de dimensions inférieures à  $75 \mu\text{m}$  a été estimée à  $9,16 \pm 7,50 \%$  pour douze sables de fonderie [3], [13], [17], [22], [33], [34], [43], [45]. Ces résultats traduisent la possibilité d'une forte teneur en particules fines ainsi qu'une très grande variabilité des résultats. Cette variabilité est moins importante dans le cas de trois sables chimiques dont la teneur en fines est comprise entre 2 et 4 % [22].

#### I.1.4.2. Masses volumiques

Les masses volumiques sont calculées par le rapport de la masse du matériau sur un certain volume. Pour les sables, il convient en général de distinguer trois masses volumiques :

- La masse volumique absolue : le volume absolu prend en compte uniquement le volume de la phase solide des grains
- La masse volumique réelle : le volume réel prend en compte le volume occupé par la matière solide ainsi que le volume des pores intragranulaires qui conditionnent en

grande partie la capacité d'absorption d'eau des granulats. Il s'agit de la masse volumique la plus déterminée car c'est celle qui rend le mieux compte de la masse volumique du granulat dans le béton. Elle intervient dans certaines méthodes de formulation du béton dont celle de Dreux-Gorisse [46]. Elle peut être déterminée pour un granulat sec ou un granulat saturé en eau mais à surface sèche.

- La masse volumique apparente : le volume apparent (ou en vrac) prend en compte le volume de la matière solide additionné du volume des pores intra et intergranulaires (entre les grains).

Dans la littérature, les termes utilisés pour rapporter les valeurs de masses volumiques sont nombreux et le plus souvent les informations sur les masses volumiques sont données en termes de densité qui est le rapport entre la masse volumique d'un corps et la masse volumique d'un autre corps pris comme référence à une température donnée. Ce corps de référence est en général l'eau prise à 4°C et de masse volumique 1g/cm<sup>3</sup>. Du fait de l'ambiguïté des termes utilisés dans la littérature seules les valeurs de densité réelle, « *specific gravity* », explicitée clairement par les auteurs sont rapportées et discutées dans ce chapitre.

Les résultats des travaux réalisés par différentes équipes sur une vingtaine de sables de fonderie de provenance et de types variés illustrent la variabilité possible des valeurs en terme de densité réelle [17], [22], [31], [39], [43], [47]. Elles se situent entre 2,18 et 2,8 avec une densité d'au moins 2,6 pour les trois sables chimiques étudiés par Iloh *et al.* [22]. Cette même propriété déterminée pour des sables naturels utilisés en construction se situe sur une plage de valeurs allant de 2,43 à 2,69 [17], [39], [43]. La variation de la granulométrie, de la morphologie et de la minéralogie des sables de fonderie reportée plus haut ainsi que la présence des différents liants résiduels [22] et de diverses particules métalliques peuvent expliquer la plus grande variabilité de densité du déchet. Les valeurs de masses volumiques absolue et réelle ont été déterminées par Mavroulidou et Lawrence [16] pour un sable de fonderie chimique et sont respectivement de 2640 et 2610 kg/m<sup>3</sup>.

### I.1.4.3. Coefficient d'absorption d'eau

Lors de la formulation d'un béton, le coefficient d'absorption d'eau est l'une des propriétés les plus importantes des granulats car il permet d'estimer lors de l'ajout d'eau dans le béton, la quantité qui sera absorbée par ces matériaux et celle qui sera disponible pour hydrater le ciment. Plus le coefficient d'absorption d'eau augmente, plus la demande en eau sera importante entraînant en général une plus grande porosité du matériau cimentaire et de moins bonnes propriétés mécaniques

ou de durabilité. Les valeurs de coefficient d'absorption d'eau déterminées pour plus d'une vingtaine de sables de fonderie se situent entre 0,33 et 7,67 % [13], [16], [17], [21], [27], [31], [33], [43], [47], [48]. Cette même propriété a été étudiée pour des sables naturels utilisés en construction et les valeurs varient entre 0,89 et 4,94 [13], [17], [21], [33], [43], [48]. Les fines étant le plus souvent les particules qui régissent la demande en eau, la forte variabilité de leurs valeurs peut expliquer celle du coefficient d'absorption d'eau des sables de fonderie. Les sables de fonderie chimiques étudiés par Etxeberria *et al.* [21] ainsi que Mavroulidou et Lawrence [16] ont toutefois un coefficient d'absorption d'eau inférieur à 1 % et n'ont pas d'effets néfastes sur la demande en eau des bétons.

#### I.1.4.4. Propreté

La propreté d'un sable peut être déterminée comme le pourcentage réel de sable contenu dans un échantillon. Plus un sable sera propre, moins il représentera un risque de perturbation pour l'hydratation du ciment et l'adhérence entre la pâte cimentaire et les granulats. Un des essais les plus utilisés pour déterminer cette propriété est l'essai d'équivalent de sable (NF EN 933-8+A1, 2015). Il permet de quantifier le pourcentage en volume de sable réellement contenu dans un échantillon composé en général de sables et de fines, majoritairement argileuses. Les quelques résultats trouvés dans la littérature représentent un très large éventail de valeurs allant de 26 à 90 % [27], [50], [51]. Tikalsky *et al.* [52] ont signalé la difficulté d'estimer la propreté des sables de fonderie par la méthode de l'équivalent sable en raison des additifs qui pourraient biaiser l'essai.

Les résultats de la littérature traduisent une grande variabilité des propriétés des sables de fonderie usés en raison du liant utilisé, du procédé de coulée et des métaux coulés. Cette variabilité induit l'importance d'une caractérisation la plus complète possible d'un sable de fonderie usé avant sa valorisation dans d'autres secteurs industriels.

#### I.1.5. Valorisation des sables de fonderie usés

La quantité de sables de fonderie usés disponible pour une valorisation en dehors du secteur de la fonderie a été estimée à environ 100 millions de tonnes par an dans le monde [2]. Aux Etats-Unis, deuxième plus grand producteur de pièces métalliques coulées en fonderie, le stock de sables de fonderie usés a été estimé entre 9 et 13 millions de tonnes par an en 2002 dont 1 million seulement étaient réutilisés chaque année [53]. Un recyclage plus effectif des sables de fonderie usés permettrait de diminuer le coût économique et environnemental lié à leur élimination, de réduire l'exploitation des ressources naturelles ainsi que la consommation d'énergie et l'émission de gaz à effet de serre liée aux activités minières [28]. Les différents travaux menés dans ce sens concernent principalement des valorisations en agriculture et en travaux routiers.

Les sables de fonderie, en particulier les sables à vert des fonderies de fer et d'aluminium, sont utilisés dans l'agriculture en substitution de sable vierge pour les terreaux d'empotement, les sols supérieurs ou les mélanges pour gazon [29]. Les réserves concernant la valorisation du déchet dans ce secteur sont souvent liées à la présence possible d'éléments à trace métalliques. Les résultats de Dayton *et al.* [37] pour 39 sables de fonderie permettent de conclure que les teneurs totales en métaux lourds et en éléments solubles ne sont pas très élevées pour la plupart des matériaux. De plus ces déchets présentent des propriétés similaires à celles des sols et peuvent être considérés comme aptes à permettre la croissance des plantes.

Les possibilités de valorisation de sable de fonderie dans les travaux routiers sont variées : sous-couche d'autoroute, enrobés bitumineux, béton de remblais, asphalte, etc. La possibilité de l'utilisation de sable de fonderie dans les sous-couches d'autoroutes a été étudiée par Guney *et al.* [54]. Leurs résultats montrent que la présence de sable de fonderie permet une meilleure résistance des échantillons aux conditions hivernales et que la qualité de l'eau en contact avec ces échantillons et appelée à être drainée par la chaussée n'est pas affectée. L'influence de l'incorporation de 17 sables de fonderie différents dans les matériaux de remblayage à base de ciment et présentant une faible résistance en compression ( $< 10$  MPa) a aussi été analysée [31]. Les résultats reportés permettent de vérifier la conformité des propriétés géotechniques des matériaux formulés à l'état frais et à l'état durci par rapport aux spécifications en vigueur. Javed *et al.* [35] ont étudié la possibilité d'utiliser un sable de fonderie à vert dans l'asphalte. Ils ont mis en évidence qu'une substitution à hauteur de 15 % de la masse totale en granulats permet de rentrer dans le fuseau granulométrique recommandé et d'obtenir des performances similaires à celles d'un asphalte conventionnel. D'autres auteurs ont conclu qu'un mélange de sable de fonderie et de laitiers de conversion pouvait être satisfaisant en substitution complète de granulats naturels dans les liants hydrauliques utilisés pour les fondations de routes [23], [50]. Ces différents résultats ont mis en évidence la possibilité de recycler les sables de fonderie usés en agriculture et en travaux routiers.

Du fait de la meilleure qualité des sables siliceux utilisés en fonderie en comparaison des sables naturels de construction [7], différents travaux ont aussi été réalisés dans le but d'étudier la possibilité de valoriser les sables de fonderie usés en substitution du sable naturel dans le béton. Les résultats quant à l'effet de l'incorporation de ce type de déchet sur certaines propriétés des bétons sont synthétisés dans la partie qui suit.

## I.2. Les sables de fonderie usés dans le béton

### I.2.1. Le béton

Le béton est un matériau composite contenant principalement du ciment, de l'eau, des granulats et généralement des adjuvants. Ses qualités mécaniques sont directement liées aux qualités et aux quantités de ces composants.

#### I.2.1.1. Ciment

Le ciment contenant majoritairement du clinker est le CEM I essentiellement obtenu à partir d'un mélange de 80 % de calcaire et de 20 % d'aluminosilicates. Sa cuisson jusqu'à une température de 1450 °C permet d'obtenir le clinker composé de quatre grandes phases cristallines dans des proportions variées [55], [56] :

- L'alite ou silicate tricalcique de formule  $\text{Ca}_3\text{SiO}_5$  représentant environ 50 à 70 % de la masse du clinker
- La bélite ou silicate bicalcique de formule  $\text{Ca}_2\text{SiO}_4$  dont la proportion varie de 5 à 30 %
- L'aluminate ou aluminate tricalcique de formule  $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6$  estimé entre 0 et 12 %
- La ferrite ou ferro-aluminate tétracalcique de formule  $\text{Ca}_4\text{Al}_2\text{Fe}_2\text{O}_{10}$  dont la teneur varie entre 0 et 15 %

En représentant respectivement la molécule de chaux (CaO) ainsi que les oxydes de silicium ( $\text{SiO}_2$ ), d'alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) et de fer ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) par les lettres C, S, A et F, les notations en cimenterie de ces quatre phases deviennent respectivement :  $\text{C}_3\text{S}$ ,  $\text{C}_2\text{S}$ ,  $\text{C}_3\text{A}$  et  $\text{C}_4\text{AF}$ .

Certaines additions peuvent être apportées au ciment en substitution du clinker. Ces substitutions visent en général à favoriser l'économie circulaire en recyclant certains co-produits industriels et en diminuant la consommation des ressources naturelles. Suivant les additions utilisées (laitier de haut fourneau, fumée de silice, pouzzolanes, cendres volantes...) et leur pourcentage, la norme française classe les ciments courants en 27 produits regroupés en 5 types principaux [57] :

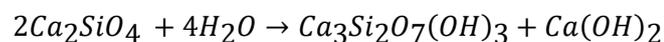
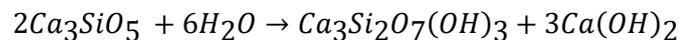
- CEM I : Ciment Portland avec 95 à 100 % de clinker
- CEM II : Ciment Portland composé contenant 65 à 94 % de clinker.
- CEM III : Ciment de haut fourneau avec 5 à 64 % de clinker
- CEM IV : Ciment pouzzolanique contenant 45 à 89 % de clinker
- CEM V : Ciment composé avec un taux de clinker entre 20 et 64 %

Hormis la classe de composition, le ciment est aussi classé suivant sa résistance. Trois types de classes existent : 32,5 ; 42,5 et 52,5. Un ciment de classe 52,5 signifie que lorsque ce ciment est utilisé en présence d'un sable normalisé et d'eau pour des proportions massiques respectives de 1 : 3 et 0,5, la résistance en compression à 28 jours de 95 % des éprouvettes testées est d'au moins 52,5 MPa.

Le mélange du ciment avec de l'eau entraîne des réactions d'hydratation donnant lieu à la formation de nouvelles phases appelées hydrates qui peuvent se combiner avec les phases initiales anhydres ou entre elles. Ces nouvelles phases dont les proportions augmentent avec le degré d'hydratation du matériau ont pour rôle d'assurer sa cohésion. On distingue :

- Les silicates de calcium hydratés (C-S-H) correspondant à environ 50 et 60 % du volume de la pâte et majoritairement responsable des propriétés du matériau dont sa résistance mécanique.
- L'hydroxyde de calcium ou portlandite ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) qui représente environ 20 à 25% du volume de la pâte [56].

Ces deux premières phases sont obtenues par l'hydrolyse de l'alite et de la bélite selon les réactions suivantes :



- Le trisulfoaluminate de calcium (ettringite) de formule  $\text{Ca}_6\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3(\text{OH})_{12} \cdot 26\text{H}_2\text{O}$  et obtenu par la dissolution du  $\text{C}_3\text{A}$  en présence de sulfate de calcium.
- Les monosulfoaluminates de calcium de formule  $\text{CaOAl}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{CaSO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$  obtenus parfois après transformation de l'ettringite suite à l'épuisement du sulfate de calcium

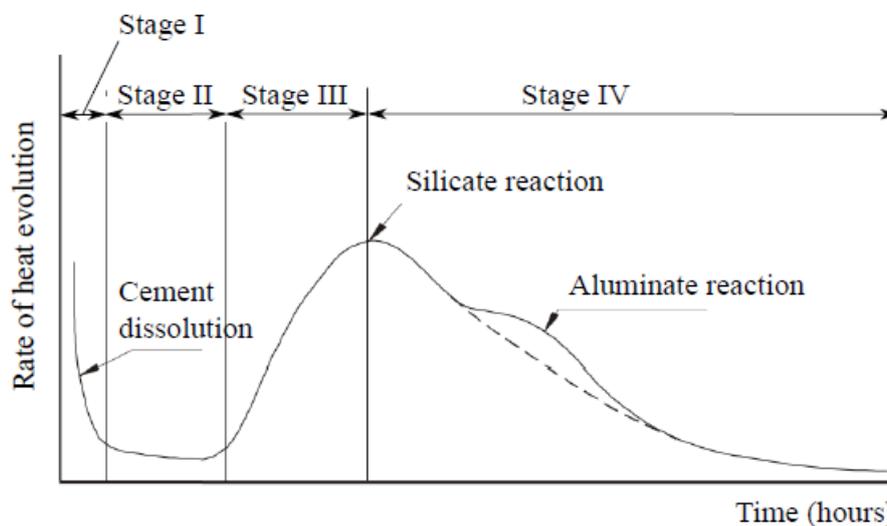


Figure 1.3 : Schéma de l'hydratation d'une pâte cimentaire en fonction de l'évolution de la chaleur dégagée [58], [59]

Ces réactions exothermiques sont initiées dès le contact du ciment avec l'eau et répondent à un mécanisme de dissolution-précipitation régit par le principe de Le Chatelier. On distingue généralement 4 phases principales mises en évidence sur la Figure I.3 en fonction de la chaleur dégagée [58] :

1. La phase de dissolution : elle concerne les réactions initiales du  $C_3S$  et du  $C_2S$  avec l'eau pour former le C-S-H et l'ettringite. Très exothermiques, elles durent quelques minutes et provoquent une alcalinisation de l'eau.
2. La période dormante : de faible flux thermique elle dure quelques heures et se caractérise par un ralentissement des réactions citées plus haut. Ce ralentissement est dû à l'enrobage des grains de ciment par le gel C-S-H et entraîne un faible dégagement de chaleur.
3. La phase de précipitation ou d'accélération : elle survient au bout de quelques heures et correspond à une précipitation en masse des hydrates. Les réactions des silicates de calcium avec l'eau se poursuivent après une rupture de l'enrobage des grains de ciment par le C-S-H. Durant cette période où il se produit de nouveau un fort dégagement de chaleur et où le pic de chaleur est atteint, la portlandite cristallise dans les pores du C-S-H et entraîne une rigidification du matériau. Le phénomène de prise a lieu avec formation d'un squelette cohésif. La période de durcissement qui peut durer jusqu'à plusieurs mois débute alors.
4. La période de ralentissement : elle correspond à une diminution de la diffusion des espèces réactionnelles car les grains sont enrobés d'une couche d'hydrates de plus en plus épaisse. Elle est caractérisée par une diminution de la chaleur dégagée.

Certains composés comme les matières organiques, le plomb, le cuivre ou le zinc peuvent avoir un effet retardateur sur les phénomènes de prise généralement observés [60]. La présence de  $Fe_2O_3$  peut aussi retarder la cinétique d'hydratation en augmentant les temps d'induction, de prise et de durcissement [61].

#### **I.2.1.2. Eau**

L'eau doit être présente en quantité suffisante dans un béton pour assurer l'hydratation du ciment ainsi qu'une bonne ouvrabilité du matériau cimentaire. Lorsqu'elle se trouve en quantité trop importante, elle peut augmenter la porosité des matériaux cimentaires et occasionner des pertes de résistances mécaniques. Une attention particulière est donc apportée à la quantité d'eau introduite lors de la formulation des bétons et caractérisée par le rapport Eau/Ciment (E/C). A cause de la quantité d'eau qui peut être contenue dans les granulats lorsqu'ils sont utilisés humides ou absorbée lorsqu'ils sont poreux et non saturés, la notion d'eau efficace permet de spécifier la quantité d'eau

réellement disponible pour l'hydratation et l'ouvrabilité des matériaux cimentaires. Elle est obtenue par la formule :

$$Eau\ efficace = Eau\ ajoutée + Eau\ des\ granulats - Eau\ absorbée\ par\ les\ granulats$$

### I.2.1.3. Granulats

La norme française des granulats pour bétons définit les granulats comme des matériaux granulaires utilisés en construction (NF EN 12620+A1, 2008). Ils peuvent être naturels, artificiels ou recyclés.

Les granulats naturels sont des grains minéraux qui n'ont subi aucune transformation autre que mécanique. On en distingue deux catégories : les roulés et les concassés. Les granulats roulés proviennent des rivières et sont de types siliceux, calcaires ou silico-calcaires. Ils sont de forme sphérique du fait de l'érosion. Les granulats concassés provenant des carrières ou de roches broyées présentent des formes moins régulières qui peuvent nuire à l'ouvrabilité du béton mais offrir une meilleure adhérence avec la matrice cimentaire.

Les granulats recyclés proviennent de la valorisation de matériaux cimentaires déjà utilisés en construction.

Les granulats artificiels sont des granulats d'origine minérale qui résultent de procédés industriels durant lesquels ils ont subi des modifications autres que mécaniques. Cette catégorie comprend des déchets industriels comme le sable de fonderie usé que nous désignerons par la suite sous le terme « sable de fonderie » par simplification d'écriture.

La variabilité des dimensions possibles des granulats donne lieu à différentes classes suivant la distribution dimensionnelle des grains. Cette distribution est déterminée en pourcentage massique par une analyse granulométrique à l'aide d'une série de tamis d'ouvertures variées. En considérant « d » comme la plus petite dimension du granulat et « D » comme la dimension supérieure, on distingue en général en construction [26] :

1. Les fillers dont la majorité des grains sont des fines (< 63 µm). Utilisés en quantité contrôlée, ils modifient le squelette granulaire du béton et améliorent la compacité du matériau (effet filler).
2. Les sables pour lesquels D est inférieur à 4 mm. Une étude de leur propreté permet en général de déterminer leur teneur en argiles gonflantes qui sont néfastes pour le béton. Une attention particulière est aussi apportée à leur teneur en fines. Ces dernières peuvent favoriser la compacité du matériau comme pour l'effet filler. Elles peuvent aussi causer une

augmentation de la demande en eau du béton et une dégradation de la liaison pâte-granulat ce qui peut avoir pour conséquence une altération de la durabilité du béton [3]. Dans les sables de fonderie la présence des fines est souvent liée à l'argile et la poussière présentes dans le matériau.

3. Les gravillons pour lesquels  $d$  est supérieur ou égal à 2 mm et  $D$  supérieur ou égal à 4 mm. Leur dimension maximale ( $D_{\max}$ ) détermine la dimension maximale du squelette granulaire du béton. Cette dimension doit être choisie selon la facilité de mise en œuvre recherchée pour le béton formulé.

Lors de la formulation d'un béton, il est essentiel de connaître la granulométrie des granulats qui le composent. En effet, en plus de la proportion de ciment et du rapport E/C discutés plus haut, les principales méthodes de formulation des bétons se basent sur une optimisation du squelette granulaire. Cette optimisation vise à garantir une compacité optimale du béton sans négliger sa maniabilité. Afin de travailler en eau efficace, une attention particulière doit aussi être apportée aux teneurs en eau des granulats ainsi qu'à leurs coefficients d'absorption d'eau. Les teneurs en composants chimiques pouvant altérer les propriétés du béton doivent aussi être prises en compte.

La plupart des bétons contiennent, en plus des éléments cités plus haut, des adjuvants incorporés au moment du malaxage. Ces composés chimiques sont ajoutés en quantités inférieures ou égales à 5 % en masse de la teneur en ciment selon la norme NF EN 934-2 [62]. Ils sont incorporés lorsque des propriétés spécifiques sont recherchées ou que certaines caractéristiques de base du matériau doivent être améliorées. Il n'en sera pas fait usage dans le cadre de ce travail.

#### 1.2.1.4. Microstructure

Le béton est une structure complexe composée d'hydrates, de grains de ciments anhydres, d'eau, de vides et de granulats.

- 1) Les hydrates, plus particulièrement le C-S-H et la portlandite contribuent à la résistance du matériau. Ils auront tendance à se dissoudre en milieu acide [56]. Ces deux phases cimentaires de masses volumiques variables suivant le degré d'hydratation mais proches de  $2,3 \text{ g/cm}^3$  présentent une densité moindre que celles des anhydres ( $\approx 3 \text{ g/cm}^3$ ) [63]. Il en va de même pour l'ettringite de masse volumique d'environ  $1,8 \text{ g/cm}^3$  [63]. Leur proportion volumique dans le matériau au fil de l'hydratation influera sur les masses volumiques du béton.
- 2) L'eau peut être présente dans le béton sous différentes formes [56], [63] :

- L'eau capillaire présente dans les pores de dimensions supérieures à 5 nm. Une partie de cette eau est retenue par tension capillaire dans les pores de dimensions comprises entre 5 et 50 nm. Son élimination entraîne en général un retrait de dessiccation responsable de la fissuration du matériau en amont de toute sollicitation mécanique. L'autre partie située dans les pores de dimensions supérieures à 50 nm est appelée eau libre car son élimination n'entraîne aucun changement de volume de la matrice cimentaire.
  - L'eau adsorbée physiquement retenue sur les surfaces solides par des forces attractives.
  - L'eau inter-feuillet associée à la structure des C-S-H.
  - L'eau chimiquement liée faisant partie intégrante de la structure des différents hydrates et ne pouvant être éliminée que par décomposition de ces derniers.
- 3) Les vides présents dans un matériau cimentaire peuvent être de différentes formes et dimensions. La porosimétrie, étude de la morphologie et de la proportion des vides, permet de distinguer différents types de pores présentés en Figure I.4 :
- Les macropores : il s'agit essentiellement de pores capillaires, de bulles d'air et éventuellement de fissures. Les dimensions des bulles d'air varient de quelques  $\mu\text{m}$  à quelques mm et correspondent à l'air occlus entraîné durant le malaxage ou provoqué par un agent spécifique [58]. La porosité capillaire d'environ 10 nm à quelques  $\mu\text{m}$  correspond aux espaces non occupés par les hydrates ou dus au retrait de dessiccation [58]. Elle diminue avec la diminution du rapport E/C et/ou l'augmentation du degré d'hydratation.
  - Les mésopores : il s'agit principalement de la porosité située dans les zones entre la matrice cimentaire et les granulats, dénommées « zones de transition interfaciale » (ZTI) ou « auréoles de transition ». Elles peuvent s'étendre sur une dizaine de  $\mu\text{m}$  [56], [63]. Certains auteurs considèrent ces zones comme des zones importantes de fragilité qui influent sur les propriétés mécaniques des matériaux cimentaires particulièrement les résistances en traction et la rigidité [56], [64]. Cependant, Diamond et Haung [65] ne considèrent pas que le peu de différence de structure de ces zones puisse justifier d'une influence significative sur les propriétés mécaniques.
  - Les micropores : il s'agit de vides situés dans les gels de C-S-H, complètement saturés et parfois dénommés « pores de gel ». Ils représentent environ 28 % de leur volume [66] et sont de trois types : les espaces interfeuillets, les espaces interlamellaires et les pores interparticulaires [63]

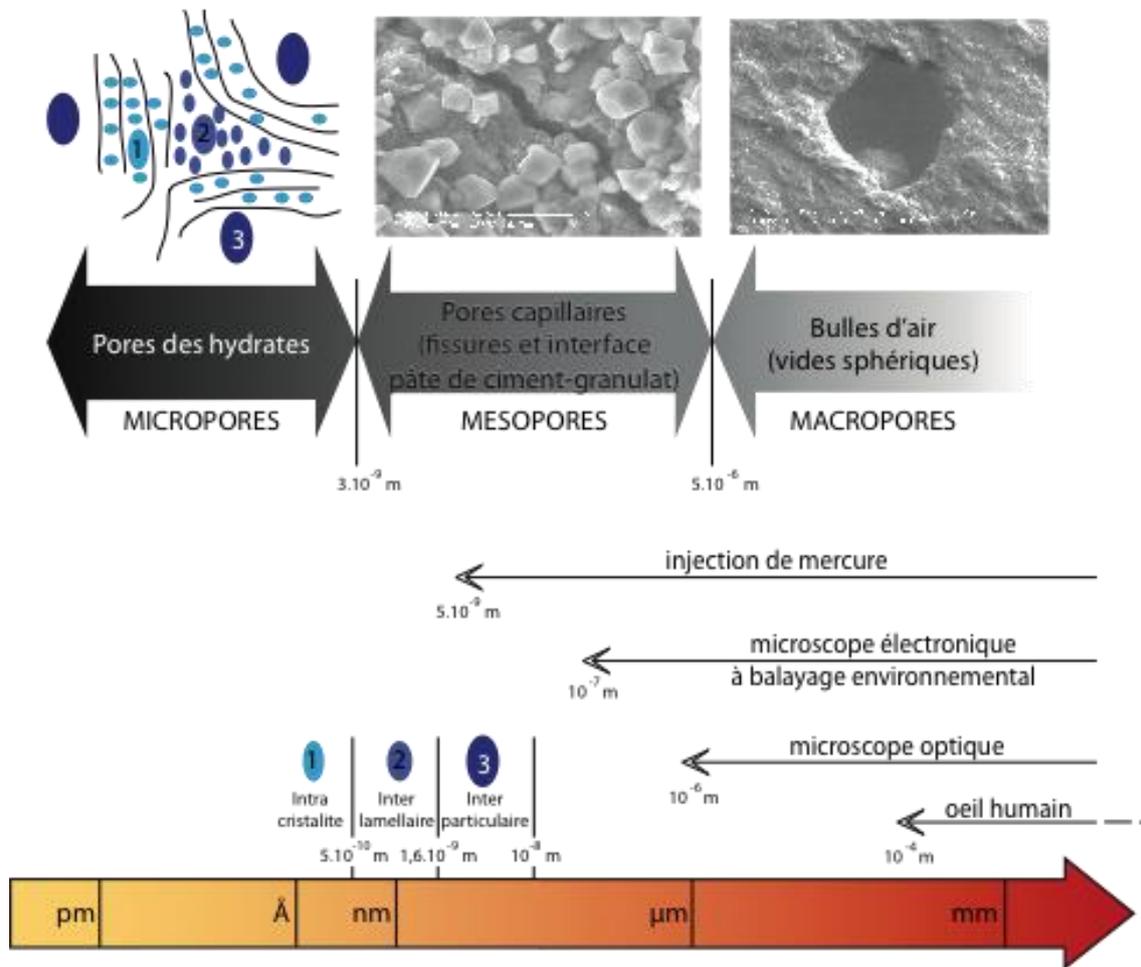


Figure 1.4 : Différentes gammes de pores et leur échelle de dimensions [63], [67]

Différentes techniques permettent d'étudier la porosimétrie des matériaux cimentaires. Il convient d'en associer plusieurs pour avoir une étude complète des dimensions, de la morphologie et de la répartition des pores, de leur connectivité et de la porosité (proportion volumique des pores).

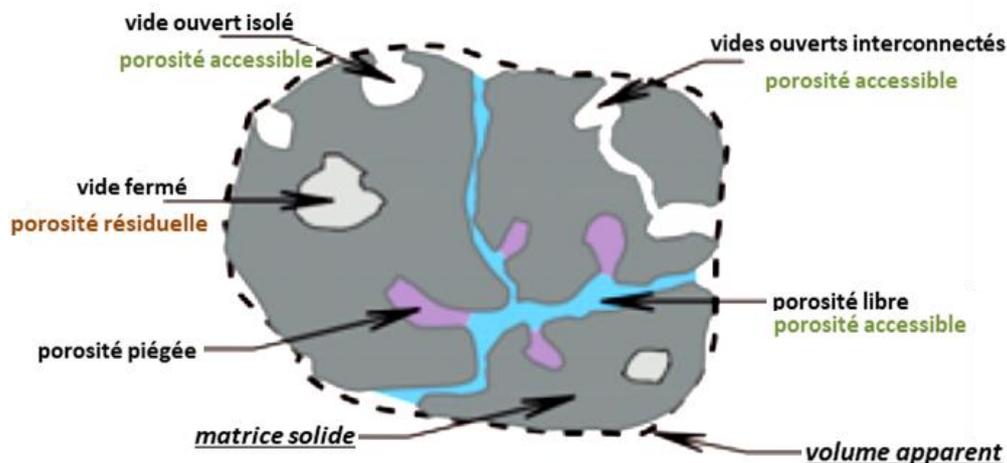


Figure 1.5 : Différents types de porosité des matrices cimentaires [63], [68]

La saturation à l'eau est la technique la plus répandue pour déterminer ce paramètre connu sous le nom de porosité totale accessible à l'eau. Comme son nom l'indique, elle ne rend compte que de la proportion de pores accessibles, c'est-à-dire ouverts, qu'ils soient interconnectés ou non (Figure I.5). Elle peut être associée à la technique d'analyse d'images obtenues au MEB [58] afin de considérer aussi la porosité résiduelle (pores fermés). Cette dernière, parfois négligée dans les bétons ordinaires, peut s'avérer importante pour des bétons formulés avec des entraîneurs d'air et/ou des déchets industriels.

### I.2.2. Propriétés des bétons à base de sable de fonderie usé

Une revue de vingt-quatre travaux concernant l'incorporation de sable de fonderie dans le béton est présentée ici. Pour la plupart des études, la nature du liant ainsi que les métaux coulés n'ont pas été précisés. Sept auteurs ont précisé travailler avec un sable de fonderie à vert [3], [17], [21], [27], [33], [47], [48] et trois avec un sable de fonderie chimique [16], [21], [69]. Un seul auteur a utilisé les deux types de sables et comparé leur influence sur les bétons, notamment sur leurs propriétés mécaniques [21].

Il a été précisé que le sable de fonderie provient de la coulée de métaux ferreux pour sept travaux [3], [16], [17], [27], [39], [40], [43] et deux auteurs ont indiqué qu'il s'agissait de métaux non ferreux [70], [71].

Dans la grande majorité des études, la substitution du sable naturel par du sable de fonderie est réalisée en pourcentage massique et l'influence des sables de fonderie sur les propriétés des matériaux cimentaires est étudiée en fonction de l'augmentation du taux de substitution. Pour treize de ces travaux, les pourcentages de sable de fonderie varient entre 5 et 30 % [3], [16], [27], [33], [39], [40], [43], [47], [48], [69], [71]–[73]. Dix études concernent des pourcentages plus importants allant jusqu'à 100 % [16], [27], [33], [42], [47], [48], [69], [70], [74], [75].

Dans les procédures utilisées pour ces études, les taux de substitution des sables varient mais les proportions massiques en matières sèches (ciment, mélange de sables et gravillons) restent similaires entre les bétons ou mortiers avec sable de fonderie et ceux sans sables de fonderie utilisés comme références. L'étude d'Etxeberria *et al.* [21] propose une procédure de formulation différente en appliquant la méthode de Bolomey. Pour chaque formulation définie par la masse de ciment et le rapport E/C constants, un seul pourcentage de substitution est testé et il varie pour chaque type de sable de fonderie. De ce fait, dans le cadre de ces travaux, l'effet de leurs déchets ne peut être étudié que pour un taux à chaque formulation et pour chaque type de sable de fonderie. Cette méthodologie de formulation rend difficile la comparaison entre les différentes formulations ou

types de sable de fonderie mais l'intérêt de cette étude réside dans le fait qu'elle présente l'effet possible des deux types de sables de fonderie (chimique ou à vert) pour deux formulations différentes.

La majorité des auteurs a utilisé les sables de fonderie pris dans leurs fuseaux d'origine en substitution des sables naturels présentant souvent des fuseaux différents. Dans le cadre des travaux d'Etxeberria *et al.* [21], les deux sables de fonderie étudiés ont été utilisés dans leur fuseau 0/0,5 mm en remplacement de la fraction 0/0,5 mm du sable naturel 0/4 mm.

Six auteurs ont travaillé avec un ciment Portland [3], [13], [21], [27], [43], [48] dont Etxeberria *et al.* [21] qui ont précisé utiliser la classe de résistance 52,5 (MPa).

La majorité des travaux ont été réalisés avec un rapport Eau/Ciment (E/C) constant pour toutes les formulations. Sept auteurs ont travaillé à E/C constant et sans ajout d'adjuvant de type superplastifiant [3], [16], [40], [47], [70], [74], [75]. Dix ont utilisé un superplastifiant pour obtenir l'ouvrabilité désirée [13], [17], [21], [33], [39], [43], [48], [71], [73], [76]. Deux autres ont travaillé à ouvrabilité constante en ajoutant la même quantité de superplastifiant et en faisant varier le rapport E/C [27], [42].

La synthèse de cette vingtaine d'articles est organisée en deux parties présentant l'influence des sables de fonderie sur l'ouvrabilité des bétons puis leurs effets sur les propriétés mécaniques.

#### **I.2.2.1. Ouvrabilité**

L'ouvrabilité des bétons à base de sable de fonderie a été déterminée majoritairement par l'essai normalisé d'affaissement au cône d'Abrams. Onze auteurs ont réalisé cet essai dans le cadre de leurs travaux [3], [13], [16], [21], [27], [39], [42], [43], [47], [71], [72]. Huit d'entre eux ont formulé leurs bétons à base de sable de fonderie et leurs bétons de référence sans sable de fonderie avec le même rapport E/C, la même masse de ciment et la même concentration en superplastifiant [3], [16], [21], [39], [43], [47], [71], [72]. Leurs résultats sont regroupés en Figure I.6 où la variation de l'affaissement de chaque béton à base de sable de fonderie est présentée en pourcentage de celui de son béton de référence. Chaque série de formulations est représentée par une couleur avec, en légende, la référence de la publication, le type de sable utilisé lorsque cela a été spécifié et le rapport E/C. Les sables de fonderie à vert sont signalés par « SFV » et les sables de fonderie chimiques par « SFC ». L'axe des abscisses présente les différents taux de substitution et l'axe des ordonnées présente le gain ou la perte d'affaissement en pourcentage suivant la formule :

$$\frac{A_{SF} - A_R}{A_R}$$

Avec :

- $A_{SF}$  : Affaissement du béton à base de sable de fonderie
- $A_R$  : Affaissement du béton de référence

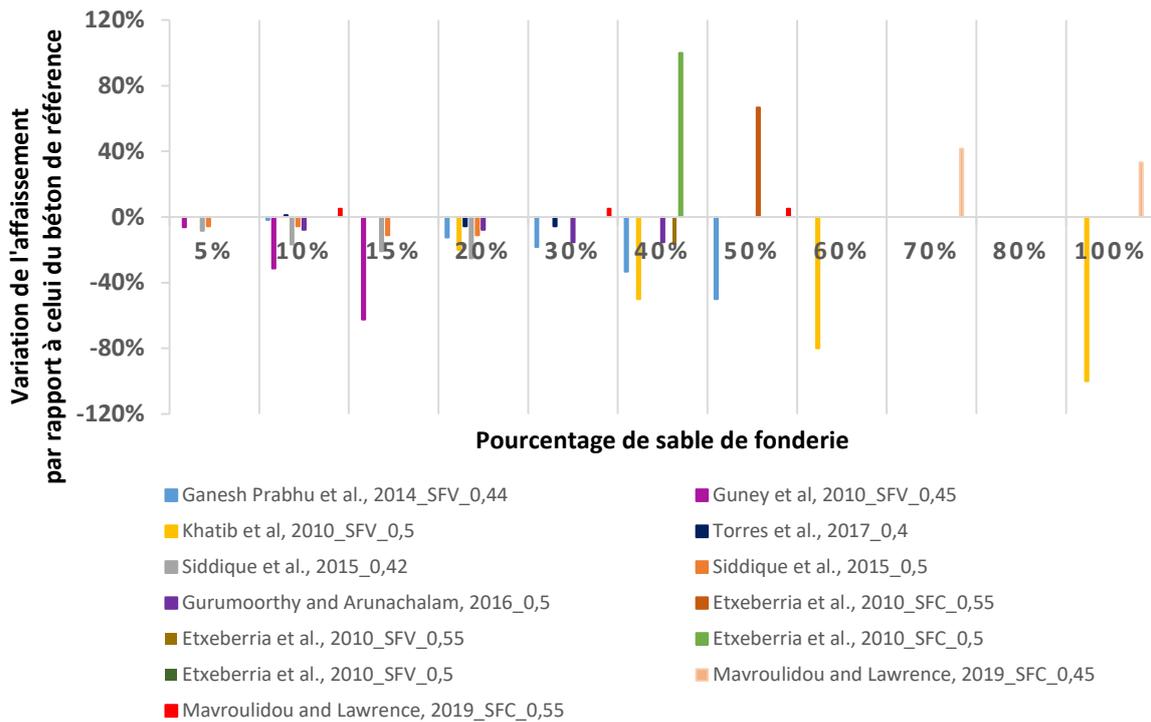


Figure 1.6 : Variation de l'affaissement de différents bétons à base de sable de fonderie en comparaison avec leur béton de référence (pour chaque série de taux d'incorporation de sable de fonderie représentée par une couleur, le béton de référence, le sable de fonderie et le rapport E/C sont les mêmes)

Différents comportements ont été constatés dans la variation de l'affaissement suivant le type de sable de fonderie utilisé. Pour les sables à vert ou de type inconnu (non spécifié), la tendance est une perte d'ouvrabilité se traduisant par une diminution de l'affaissement au cône de -6 % à -100 % par rapport à celui du béton de référence [3], [17], [21], [33], [43], [47], [70], [73], [75], [76]. Les pertes d'ouvrabilité constatées augmentent en général avec le pourcentage de sable de fonderie [3], [17], [39], [43], [47], [71], [73], [75]. Les résultats de trois autres études traduisent aussi une perte d'affaissement lors de l'incorporation de sables de fonderie dans le béton [13], [27], [42]. Ces résultats n'apparaissent pas sur la Figure 1.6 car les auteurs ont travaillé à ouvrabilité équivalente en faisant varier leurs rapports E/C ou leur teneur en superplastifiant lorsque cela était nécessaire. Dans le cadre des travaux de Siddique *et al.* [42] pour des taux de substitution variant entre 0 et 60 %, une diminution de l'affaissement a été constatée pour les taux de substitution supérieurs à 30 %.

Les pertes d'ouvrabilité constatées sont en général attribuées à la granulométrie différente des déchets. L'explication la plus fréquente est la présence des particules fines ( $< 75 \mu\text{m}$ ) dues à la poussière et à l'argile qui augmentent la demande en eau du béton [3], [27], [42], [47]. D'autres auteurs évoquent la finesse du déchet [33], [73].

Pour les deux équipes précisant utiliser des sables de fonderie chimiques (SFC), un affaissement équivalent ou plus important a été observé avec la substitution du sable naturel par du sable de fonderie [16], [21]. Il est à noter que dans les travaux de Mavroulidou et Lawrence [16], pour le rapport E/C le plus faible (0,45) et à des taux de substitution de 70 et 100 %, une augmentation de 42 % et 33 % est constatée dans les valeurs d'affaissement malgré une finesse du sable de fonderie beaucoup plus importante que celle du sable naturel. Les auteurs attribuent l'amélioration de l'ouvrabilité à la forme plus arrondie des grains de sable de fonderie en comparaison au sable naturel utilisé ainsi qu'à la plus petite valeur de coefficient d'absorption d'eau du déchet qui assure une quantité d'eau plus importante dans la matrice.

En conclusion, il apparaît que l'influence du type de sable de fonderie est importante pour l'ouvrabilité des bétons formulés à base de ce matériau. Pour les sables à vert, leur incorporation en substitution du sable naturel diminue l'ouvrabilité évaluée grâce à l'affaissement au cône et est corrélée avec l'augmentation du coefficient d'absorption d'eau des mélanges sable de fonderie à vert-sable naturel quel que soit le pourcentage de substitution. Par contre, pour les sables chimiques, leur incorporation en substitution du sable naturel peut améliorer l'ouvrabilité des bétons. L'augmentation de l'affaissement est, dans ce cas, corrélée avec la forme arrondie des grains et la diminution du coefficient d'absorption d'eau des mélanges sable de fonderie chimique-sable naturel, particulièrement pour des pourcentages de substitution élevés et un faible rapport E/C. Ces différences de comportement peuvent s'expliquer par les teneurs en fines principalement dues à la présence d'argile et généralement plus importantes dans les sables à vert que dans les sables chimiques.

### **I.2.2.2. Propriétés mécaniques**

L'influence des sables de fonderie sur les propriétés mécaniques des bétons étudiés dans la littérature est présentée ici en termes de variation de la résistance en compression, de la résistance en traction et du module d'élasticité.

#### **I.2.2.2.1. Résistance en compression**

Dans cette partie, ont été synthétisés les résultats de différents travaux traitant de l'influence des sables de fonderie sur la résistance maximale à la compression des bétons. Dans un premier

temps, l'influence des sables à vert ou de type inconnu sur la résistance en compression à 28 jours a été analysée pour différentes formulations de bétons retrouvées dans la littérature. Cette même analyse a aussi été effectuée pour des sables de fonderie chimiques. L'influence du rapport E/C sur les performances à la compression à 28 jours a ensuite été analysée pour tous les bétons à base de sable de fonderie sans distinction de type. Enfin, l'évolution dans le temps des résistances en compression de bétons incorporant 30 % du déchet a été comparée à celle de leurs bétons de référence.

Les Figure 1.7, Figure 1.8 et Figure 1.9 présentent les variations de résistance en compression à 28 jours lors de l'incorporation de sable de fonderie en substitution du sable naturel pour différents taux variant entre 5 et 100%. Les valeurs positives traduisent les gains de résistance par rapport aux bétons de référence formulés sans sable de fonderie et les valeurs négatives représentent les pertes. Sur chaque graphe, la méthodologie utilisée pour la légende est similaire à celle utilisée en Figure 1.6 pour la variation de l'affaissement. Lorsque le rapport E/C n'a pas été maintenu constant, cela est signalé par le mot « varié » [27], [42]. Dans le cadre des travaux de Coppio *et al.* [74] les auteurs ont étudié deux sables de fonderie de types inconnus qui sont désignés par SF1 et SF2.

### *Valeurs de la résistance en compression à 28 jours pour différents bétons contenant des pourcentages variables de sable à vert ou de type inconnu*

Pour tous rapports E/C et incorporation possible d'adjuvant, la Figure 1.7 montre, en comparaison avec leur béton de référence, les gains ou pertes de résistance en compression à 28 jours des bétons formulés avec des taux de 5 à 100 % de sable de fonderie à vert ou de type inconnu. Dans un premier temps, une interprétation du graphe est réalisée pour différentes plages de substitution. Les propriétés des sables de fonderie pouvant expliquer les gains ou pertes de résistances sont ensuite analysées.

Pour les taux de substitution entre 5 et 15 %, les résultats traduisent en général un gain de résistance de 0,3 à 27 % [13], [17], [39], [40], [43], [47], [71], [73]. Une tendance contraire est constatée pour quatre études avec une perte de résistance entre 2 et 14 % [3], [27], [40], [42].

Pour le taux de substitution de 20 % de sable de fonderie, les résultats sont plus variés. Pour six travaux, des gains de résistances sont constatés entre 4 et 23 % [13], [17], [39], [43], [71], [73] alors que résultats obtenus pour cinq autres études montrent des pertes entre 2 et 16 % [27], [33], [40], [42], [47].

Pour le taux de 30 %, quatre équipes de chercheurs ont constaté un léger gain de résistance entre 5 et 11 % [13], [39], [42], [43] alors que pour cinq autres travaux, les résultats traduisent une

perte de résistance entre 6 et 32 % [21], [27], [33], [47], [75]. Siddique *et al.* [42] ont constaté, pour un rapport E/C de 0,50, une diminution de la résistance pour 10 et 20 % de sable de fonderie puis une augmentation à 30 %. Ce taux de substitution apparaît comme un optimum dans leurs travaux et ceux de Gurumoorthy et Arunachalam [39], [42].

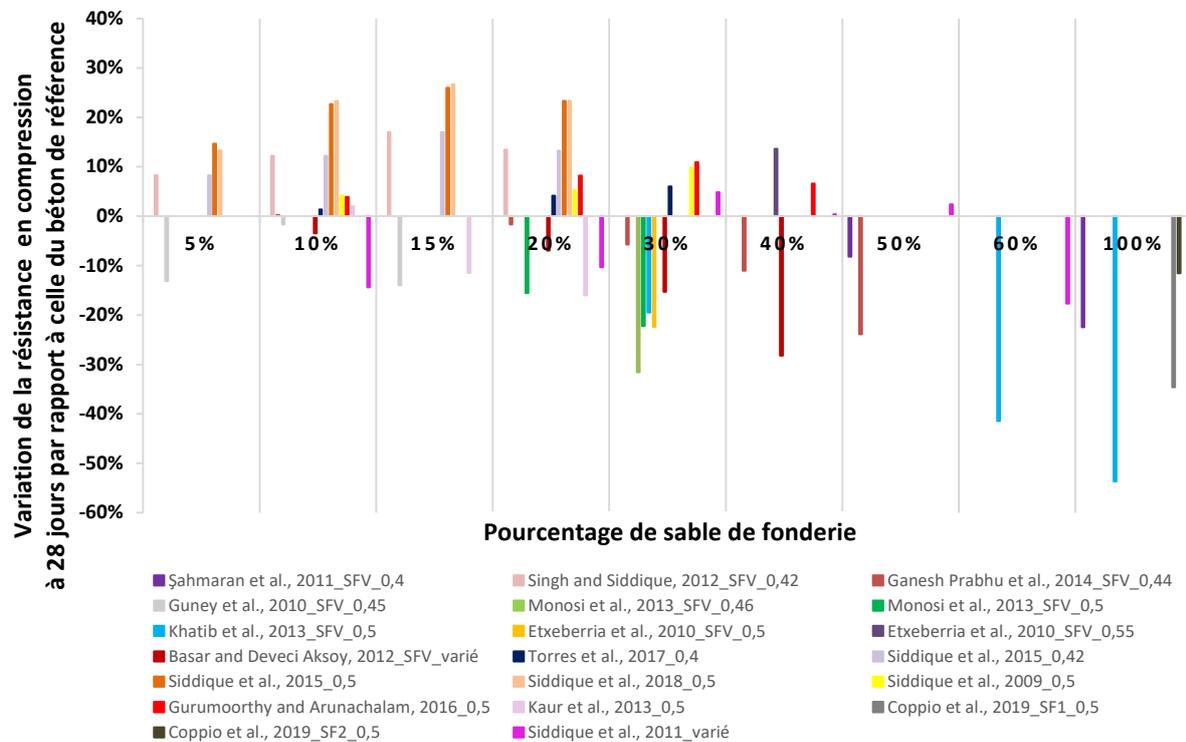


Figure I.7 : Variation de la résistance en compression à 28 jours pour différentes séries de bétons à base de sable de fonderie à vert (SFV) ou de type inconnu en comparaison avec leur béton de référence sans sable de fonderie

Sept auteurs ont travaillé à des taux de substitution de sable de fonderie supérieurs à 30 %. Les résultats présentés en Figure I.7 montrent une tendance à la diminution avec des pertes de résistance variant entre 8 et 54 % et en général supérieures à 10 % [27], [47], [48], [74], [75]. Une augmentation de la résistance pour 40 % de sable de fonderie est constatée dans le cadre de deux travaux où les auteurs ont formulé leurs bétons avec la méthode de Bolomey [21] ou un sable de fonderie traité à l'acide pour réduire la teneur en fer [39]. Siddique *et al.* [42] ont aussi obtenu une légère augmentation de la résistance en compression pour les bétons formulés avec 40 et 50 % de sable de fonderie et des rapports E/C majorés par rapport à celui du béton de référence.

La variation de la résistance en compression à 28 jours liée à l'utilisation de sable de fonderie à vert ou de type inconnu, est généralement associée à la granulométrie du déchet. La plupart des auteurs considèrent que les gains de résistance observés sont dus à la granulométrie plus fine du matériau qui permet d'obtenir des bétons plus denses [13], [17], [39], [42], [71], [73].

Les pertes de résistances sont attribuées par certains auteurs à la forte teneur en fines qui absorbent une partie de l'eau nécessaire à l'hydratation du ciment augmentant ainsi la porosité du matériau et empêchant un enrobage suffisant des granulats [27], [33], [47], [74], [75]. L'influence de ces fines a été vérifiée pour des teneurs particulièrement élevées dans le cadre des travaux de Guney *et al.* [3] et de Basar et Deveci Aksoy [27] avec respectivement 24 % des particules ayant un diamètre inférieur à 75 µm et 13 % ayant un diamètre inférieur à 63 µm.

D'autres auteurs attribuent la perte de résistance à la présence d'impuretés organiques qui pourraient modifier les réactions d'hydratation [48], ou à celle des résidus de liant (argile), de produit carboné utilisés lors de la préparation des sables de moulage [27], [33] et d'éléments métalliques (fer, aluminium) [74] qui altèreraient la liaison entre la pâte de ciment et les granulats.

*Valeurs de la résistance en compression à 28 jours pour différents bétons contenant des pourcentages variables de sable de fonderie chimiques*

Deux auteurs ont précisé travailler avec des sables de fonderie chimiques pour des taux de substitution de 10, 30, 40, 50 et 100 % [16], [21]. La Figure I.8 résume l'effet de ces sables sur l'évolution de la résistance en compression à 28 jours des différents bétons formulés.

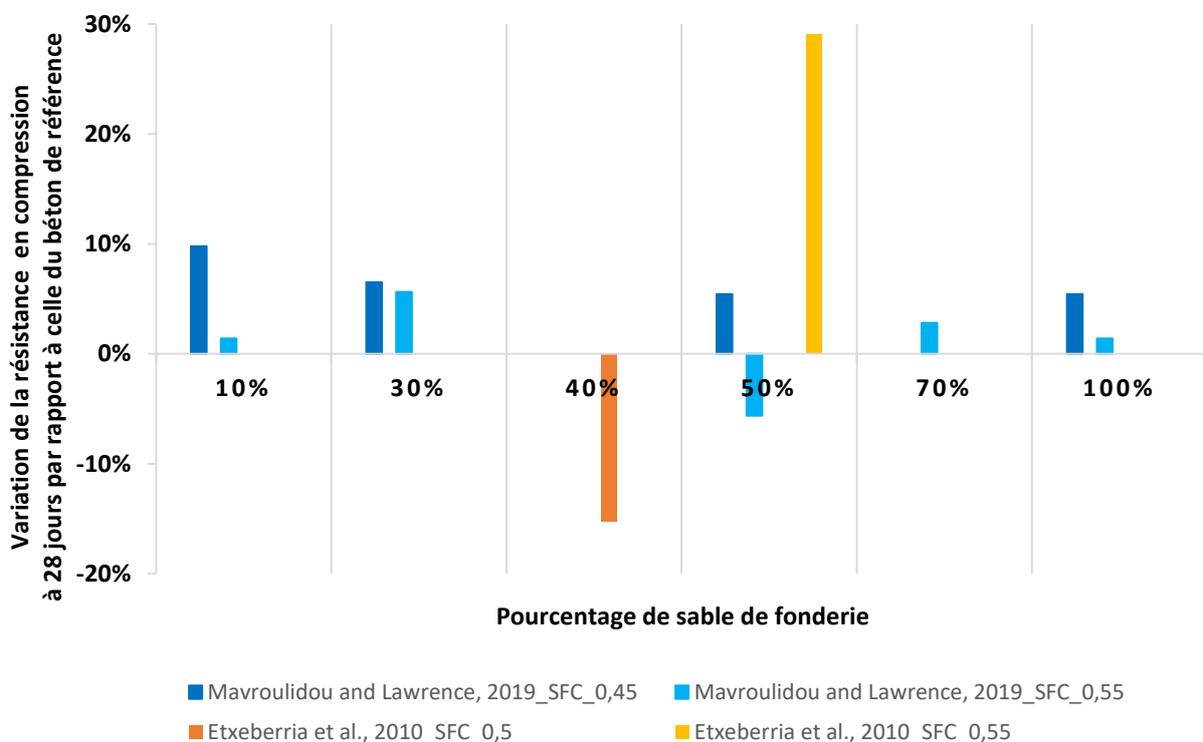


Figure I.8 : Variation de la résistance en compression à 28 jours de bétons à base de sable de fonderie chimique (SFC) en comparaison avec un béton de référence sans sable de fonderie

Pour les travaux de Mavroulidou et Lawrence [16], les résultats montrent de légères variations (<10%) dans les valeurs de résistance en compression des bétons formulés avec un CEM II/A-L et des taux de substitution allant jusqu'à 100 %. Les auteurs considèrent que ces variations n'ont pas de valeurs significatives d'un point de vue statistique et qu'elles correspondent à la variabilité des résultats constatée en général lors d'essais de résistance en compression sur du béton. Dans le cadre de ces travaux avec des taux de substitution pouvant aller jusqu'à 100 %, le sable de fonderie chimique n'a donc pas d'effet significatif sur la résistance en compression du béton. Les auteurs attribuent cette tendance à l'effet filler de leur déchet du fait de sa granulométrie plus fine et uniforme et de la forme arrondie de ses particules. De plus, contrairement aux observations générales pour les sables à vert, le coefficient d'absorption d'eau de leur sable chimique était inférieur à celui du sable naturel substitué.

Dans le cadre de leurs travaux, Etxeberria *et al.* [21] ont formulé leurs bétons avec la méthode de Bolomey. Ils ont étudié l'effet de leur sable de fonderie chimique pour deux formulations de base : une avec 350 kg de ciment pour un m<sup>3</sup> de béton, un rapport E/C de 0,50, sans superplastifiant et l'autre avec 300 kg de ciment par m<sup>3</sup> de béton, un rapport E/C de 0,55 et un superplastifiant pour un taux de 0,50 % en masse du ciment. Les auteurs ont constaté une perte de résistance de 15 % pour la première formulation avec un taux de substitution de 40% alors qu'un gain de 29 % est observé pour la seconde formulation avec un taux de substitution de 50%. Ces observations sont similaires à celles qui peuvent être faites pour le sable de fonderie à vert dont les effets ont aussi été étudiés par les mêmes auteurs (Figure I.7). Ces différents résultats montrent que pour une même nature de granulats naturels et un même ciment, l'effet de l'introduction du sable de fonderie chimique peut être différent suivant la formulation de base : quantité de ciment par m<sup>3</sup> de béton, présence ou non de superplastifiant et valeur du rapport E/C.

*Influence du rapport E/C sur la variation des valeurs de résistance en compression à 28 jours pour différents bétons contenant des pourcentages variables de sable de fonderie*

Trois équipes de recherche ont étudié l'influence du sable de fonderie pour deux rapports E/C différents et des taux de superplastifiant pouvant varier [16], [33], [71]. Les résultats de leurs études sont présentés en Figure I.9.

Dans le cadre des trois études, une augmentation du rapport E/C entraîne une diminution des résistances mécaniques des bétons avec ou sans sable de fonderie. En comparaison avec leurs bétons de référence respectifs, les résultats obtenus pour les bétons formulés par Mavroulidou et Lawrence [16] ne montrent pas d'effet significatif de la variation du rapport E/C. Pour les deux autres

travaux [33], [71], lorsque le rapport E/C augmente, il est constaté une amélioration dans la variation de la résistance en compression des bétons à base de sable de fonderie en comparaison des bétons de référence [33], [71]. Monosi *et al.* [33] ont précisé que la teneur en fines de leurs déchets était de 4 % contre 0,6 % pour le sable naturel. Leurs résultats et données pourraient corroborer l'hypothèse que les pertes de résistance sont essentiellement dues à une demande en eau plus importante des fines présentes dans les sables de fonderie. L'apport supplémentaire en eau permettrait d'atténuer ces effets néfastes lorsque la teneur en fines et les valeurs de coefficient d'absorption d'eau augmentent avec l'incorporation de sable de fonderie.

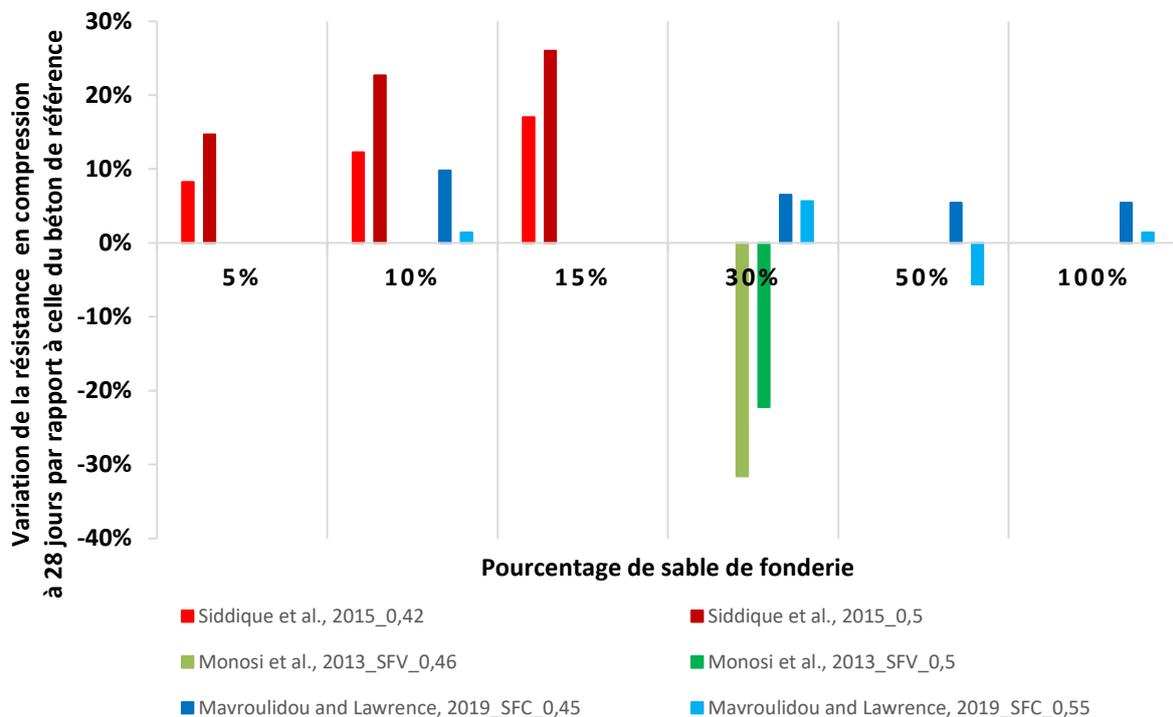


Figure I.9 : Influence du rapport E/C sur la variation de la résistance en compression à 28 jours de bétons à base de sable de fonderie en comparaison avec leur béton de référence

La synthèse des travaux concernant l'influence des sables de fonderie sur la résistance en compression des matériaux cimentaires a été présentée pour la valeur de cette résistance à 28 jours. Afin de rendre compte de la variation de cette propriété dans le temps, l'évolution de la résistance en compression de bétons à base de sable de fonderie comparée à celle de leurs bétons de référence a été étudiée.

#### *Evolution dans le temps de la résistance en compression des bétons à base de sable de fonderie en comparaison à leurs bétons de référence*

La Figure I.10 présente l'évolution des résistances dans le temps pour des bétons à base de sable de fonderie et leurs bétons de référence. Pour une meilleure clarté dans la représentation

graphique, l'évolution n'est donnée que pour le taux de substitution de 30 % correspondant au taux le plus étudié. Comme pour les graphes précédents, chaque étude est identifiée par la référence de la publication, le rapport E/C ainsi que le type de sable lorsqu'il a été donné. A cette désignation, s'ajoute, dans la légende, le pourcentage de sable de fonderie pour chaque béton (0 % ou 30 %). La dénomination « SF » correspond aux sables de fonderie de type inconnu. Pour chaque étude, les âges auxquels les essais ont été réalisés sont signalés par des croix reliées entre elles par une droite afin de faciliter la lecture. Cette droite est en trait pointillé dans le cas des bétons de référence et en trait plein pour les bétons avec 30 % de sable de fonderie.

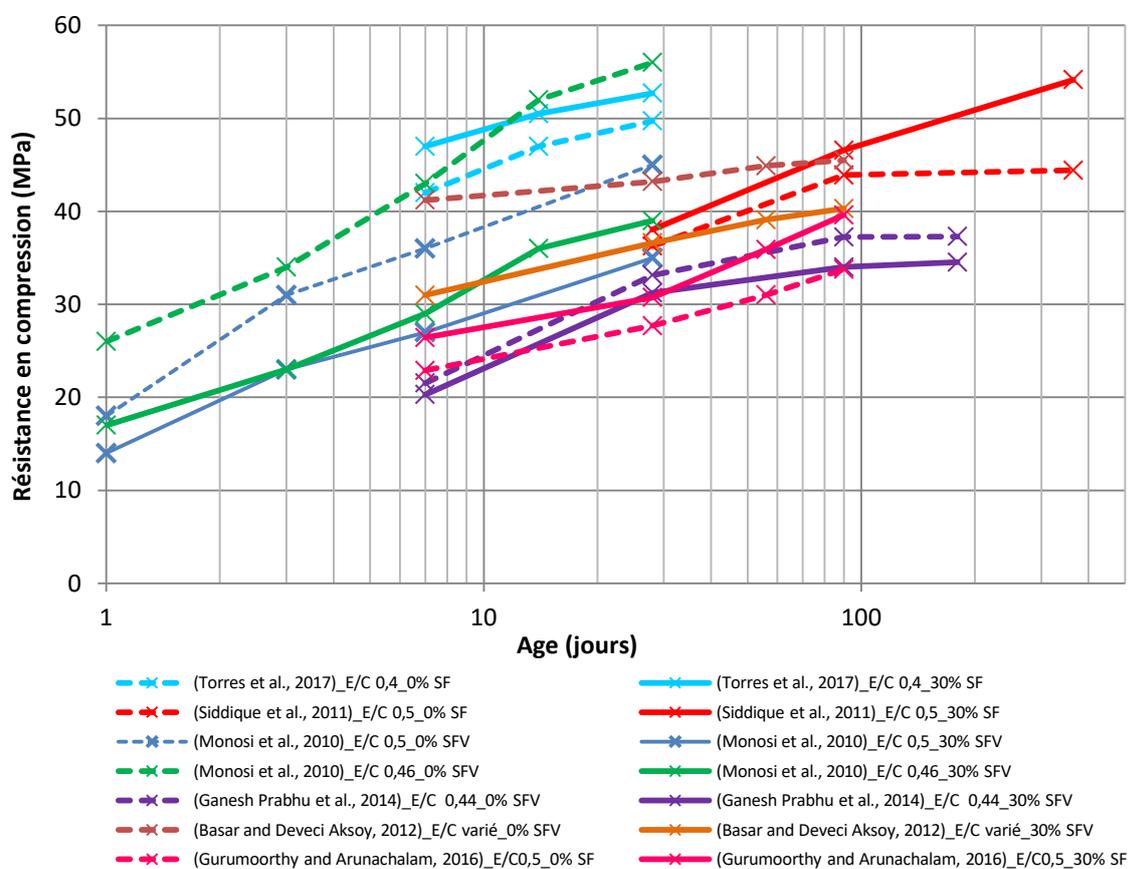


Figure I.10 : Evolution dans le temps de la résistance en compression de bétons à base de 0% et de 30% de sable de fonderie

Les résultats des sept travaux synthésés sur la Figure I.10 montrent que, pour une même étude, la résistance en compression des bétons formulés avec 0 % et 30 % de sable de fonderie augmente entre 1 jour et 90 jours. Pour chaque étude, malgré des valeurs de résistances différentes pour les bétons à base de sable de fonderie en comparaison avec leurs bétons de référence, des pentes similaires entre deux échéances de mesure indiquent une même cinétique d'évolution. Les résultats de Mavroulidou et Lawrence [16] avec le sable de fonderie chimique ne sont pas présentés

ici mais la même observation a été faite entre 7 et 28 jours dans le cadre de leurs travaux. Deux équipes ont étudié l'évolution de la résistance en compression au-delà de 90 jours et une stabilisation est constatée pour les bétons de référence dans le cadre des deux travaux [42], [47]. En ce qui concerne les bétons à base de sable de fonderie, la résistance en compression semble se stabiliser entre 90 et 180 jours dans le cadre des travaux de Ganesh Prabhu *et al.* [47]. Toutefois, dans le cadre des travaux de Siddique *et al.* [42], un gain de résistance de 16% est constaté entre 90 et 365 jours pour le béton contenant 30 % de sable de fonderie. Ces résultats soulignent la possibilité de réactions tardives entre 90 et 365 jours.

Cette synthèse d'une vingtaine de travaux traitant de l'influence des sables de fonderie sur la résistance en compression des bétons permet de conclure que pour des taux entre 5 et 30 %, l'évolution de la résistance des bétons peut varier d'une formulation à une autre. Pour les taux de substitution supérieurs à 30 %, les résultats traduisent en général une diminution de la résistance en compression. La variation dans les valeurs de résistance est en général associée à la granulométrie du déchet très différente de celle des sables naturels utilisés en construction et qui varie d'un sable à un autre, particulièrement entre un sable à vert et un sable chimique. D'autres facteurs tels que la teneur en résidus métalliques ont été évoqués et partiellement étudiés [76]. L'étude de la résistance en compression à différentes échéances montre en général une cinétique similaire pour les bétons avec ou sans sable de fonderie avec une stabilisation à 90 jours pour les bétons sans sable de fonderie. Une étude réalisée jusqu'à 365 jours montre un gain de résistance entre 90 et 365 jours pour un béton formulé avec un sable de fonderie au taux de 30 % [71]. Ce résultat laisse supposer une évolution des propriétés mécaniques de ces matériaux sur des périodes plus longues que pour les bétons formulés uniquement avec des granulats naturels.

### 1.2.2.2. Résistance en traction

La résistance en traction des bétons a été déterminée par des mesures indirectes grâce à des essais de traction par fendage ou de flexion. Les résultats des différents travaux traitant de l'influence du sable de fonderie sur ces résistances mécaniques sont présentés en Figure I.11 en termes de variations par rapport au béton de référence suivant le même raisonnement que pour les variations de résistance en compression. Les variations suivent la même tendance que celle de la résistance en compression.

Certains auteurs qui avaient constaté une perte de résistance en compression avec l'utilisation de sable de fonderie rapportent aussi une diminution pour les résistances en traction et en flexion [16], [21], [27], [47]. De même les augmentations de résistance en compression obtenues pour

certaines formulations sont observées pour les résistances en traction ou en flexion avec les mêmes tendances à l'optimum [13], [16], [17], [21], [39], [43], [73].

Les résistances en traction à 28 jours déterminées par des essais de traction par fendage représentent entre 6 % et 12 % des résistances en compression pour tous les pourcentages de substitution confondus [16], [21], [27], [39], [43], [47], [73]. Celles obtenues en flexion correspondent entre 9 et 14 % [16], [39], [43], [47]. L'utilisation du sable de fonderie semble n'avoir aucune incidence sur ces rapports.

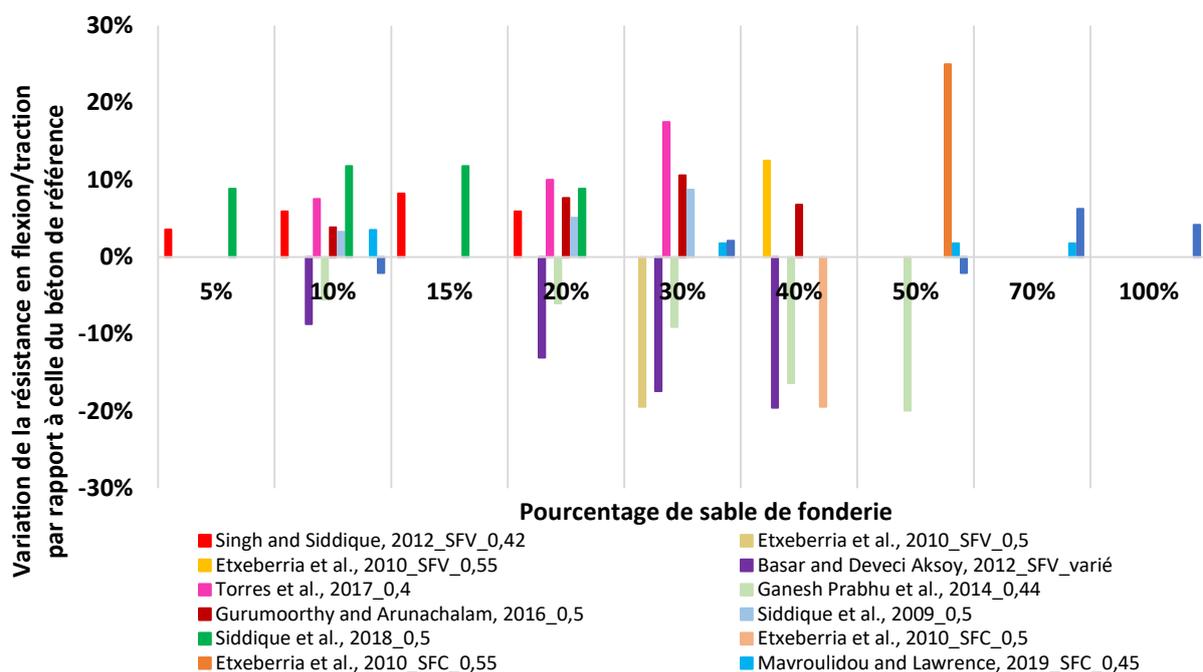


Figure I.11 : Variation des résistances en flexion ou en traction à 28 jours pour différentes séries de bétons à base de sable de fonderie en comparaison avec leur béton de référence sans sable de fonderie

Les résistances en flexion et en traction augmentent entre 7 et 90 jours mais de manière moins importante que pour les résistances en compression [27], [39], [47]. Toutefois, les variations (perte ou gain) des résistances en flexion et en traction des bétons à base de sable de fonderie en comparaison à celles des bétons de référence sont en général équivalentes à 28 et 90 jours et légèrement plus importantes à 7 jours [27], [39], [47].

#### 1.2.2.2.3. Module d'élasticité

Le module d'élasticité d'un matériau rend compte de sa rigidité. Il renseigne sur sa capacité à se déformer sous sollicitation mécanique dans son domaine d'élasticité. Cinq auteurs [13], [16], [21], [43], [71] ont déterminé expérimentalement le module d'élasticité statique en fonction du taux de substitution du sable de fonderie. Les résultats obtenus et rapportés en Figure I.12 sont présentés selon le même modèle que pour les résistances mécaniques.

L'évolution du module d'Young suit la même tendance que celle de la résistance en compression pour une même formulation mais présente en général des écarts moins significatifs [16], [17], [21], [71]. Deux auteurs ont trouvé une variation du module plus importante que celle de la résistance en compression [13], [43]. Les diminutions ou augmentations du module dépassant rarement les 10 %, il peut être considéré que le sable de fonderie a très peu d'influence sur la rigidité des matériaux cimentaires à 28 jours et ce pour des taux de substitution allant jusqu'à 100 % de sable de fonderie dans le cadre des travaux de Mavroulidou et Lawrence [16] avec un sable de fonderie chimique.

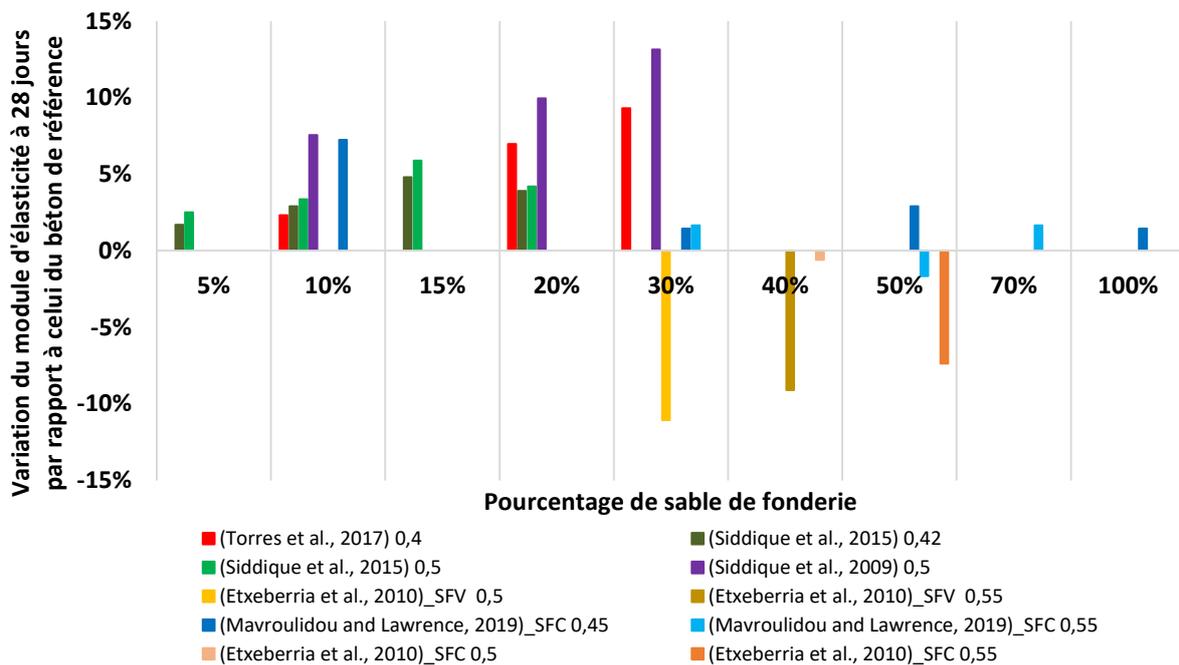


Figure I.12 : Variation du module d'élasticité à 28 jours pour différentes séries de bétons à base de sable de fonderie à vert (SFV) ou de type inconnu en comparaison avec leur béton de référence sans sable de fonderie

Des essais réalisés à 7, 14, 28, 56 et 365 jours par différents auteurs traduisent une augmentation du module d'élasticité avec l'âge pour tous les taux de substitution de sable de fonderie à vert ou de type inconnu [13], [17], [43], [71]. Cette augmentation plus importante entre 7 et 28 jours s'atténue avec l'âge comme cela peut être observé par exemple pour les résultats de Siddique *et al.* [73] présentés en Figure I.13.

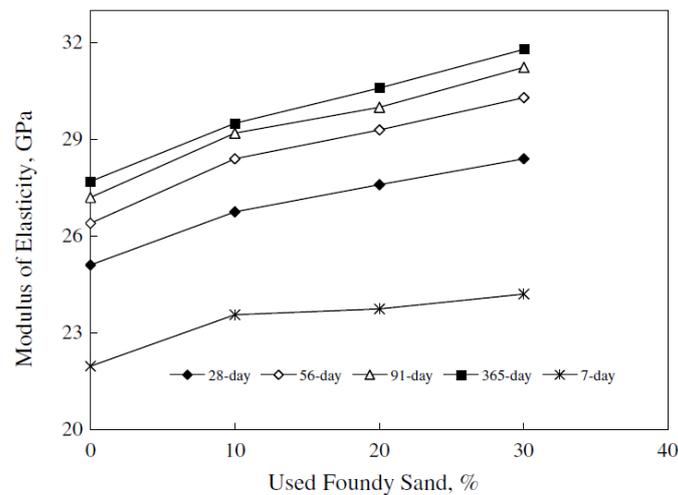


Figure I.13 : Evolution dans le temps du module d'élasticité d'un béton suivant le taux de substitution d'un sable de fonderie [13]

### I.2.2.3. Conclusion

La synthèse de la vingtaine de travaux présentant l'influence des sables de fonderie sur l'ouvrabilité et les caractéristiques mécaniques des bétons a permis d'aboutir à ces conclusions :

- L'utilisation du sable de fonderie à vert ou de type inconnu entraîne une diminution de l'ouvrabilité des bétons dès un taux de substitution de 5 %. En ce qui concerne les résistances mécaniques, l'influence est variable entre 5 % et 30 % et la tendance générale est à la diminution pour les taux supérieurs à 30 %.
- Les essais de compression, de flexion et de traction à différents âges traduisent une augmentation des résistances dans le temps lors de l'utilisation de sable de fonderie et la possibilité d'un retard de durcissement. Cette augmentation est plus significative pour les résistances en compression.
- Les bétons à base de sables de fonderie chimiques offrent en général une meilleure ouvrabilité et des résistances plus importantes que les bétons à base de sables de fonderie à vert ou de type inconnu. Ils peuvent parfois être incorporés dans un béton au taux maximal sans modifier ses résistances mécaniques.
- Si l'influence des sables de fonderie sur les résistances mécaniques et l'ouvrabilité des bétons semble assez importante, elle est moins significative en ce qui concerne leur rigidité.

Malgré les nombreuses études qui ont permis de déterminer l'influence des sables de fonderie sur les propriétés mécaniques des matériaux cimentaires, peu d'auteurs ont étudié l'influence du déchet sur leurs capacités de déformation. Quelques-uns ont déterminé l'évolution de la rigidité lors de l'utilisation de sable de fonderie mais à ce jour, aucun travail n'a été trouvé traitant du processus

d'endommagement des matériaux. De plus, peu d'études ont permis l'analyse des causes de gains ou pertes de résistances, particulièrement dans le cas de sables de fonderie chimiques.

Comme pour tous les matériaux utilisés en génie civil, les effets des sables de fonderie sur les matériaux cimentaires sont liés à leurs propriétés physico-chimiques différentes de celles des sables naturels et variant suivant l'origine du sable de base, le liant utilisé, les métaux coulés et les traitements réalisés. Les résultats de Mavroutidou et Lawrence [16] ainsi que ceux d'Etxeberria [21] ne mettent pas en évidence un effet néfaste systématique de leurs sables de fonderie chimiques sur les propriétés mécaniques des bétons. Cependant, l'hétérogénéité de ces déchets implique la nécessité d'analyser l'effet des paramètres physico-chimiques d'un sable de fonderie chimique utilisé qui peuvent influencer sur les propriétés des matériaux cimentaires et plus précisément leurs résistances mécaniques.

### I.2.3. Paramètres influents d'un sable de fonderie chimique

Dans le cadre de la valorisation de sables de fonderie, la granulométrie de ces déchets semble être la première cause soulevée par les différents auteurs pour expliquer les variations de résistances mécaniques. Cette propriété commune à tous les sables de fonderie peut être aussi associée à la présence d'éléments métalliques provenant de la coulée des métaux et susceptibles de modifier l'hydratation et la structure des matériaux cimentaires. Dans le cadre des sables de fonderie chimiques, la présence éventuelle d'une résine fraîche ou thermiquement dégradée peut également modifier les propriétés mécaniques des bétons. Les études traitant de l'influence de ces différents paramètres (granulométrie, éléments métalliques et résines chimiques) dans les travaux de valorisation de sable de fonderie chimique dans le béton sont encore peu nombreuses. Pour ces raisons, l'étude bibliographique a été élargie à d'autres travaux en plus de ceux relatifs à la valorisation de sable de fonderie.

#### I.2.3.1. Granulométrie

Comme cela a été rapporté précédemment, les sables de fonderie sont des déchets présentant une granulométrie fine, peu étalée, un module de finesse de 1,70 en moyenne contre 2,65 pour les sables de construction et une majorité de grains ne dépassant pas les 500  $\mu\text{m}$ . Certains auteurs considèrent que leur forte proportion en éléments de faibles diamètres peut favoriser la densification des bétons et les gains de résistances par un effet filler [13], [17], [39], [42], [71], [73].

Cependant, la faible valeur du module de finesse des granulats peut aussi induire une plus grande demande en eau pour obtenir une bonne ouvrabilité des bétons [77], [78]. L'augmentation

du rapport E/C pour pallier la perte d'ouvrabilité entraîne en général une augmentation de la porosité des matériaux cimentaires et de ce fait une dégradation de leurs résistances mécaniques.

Une forte teneur en fines (< 63 ou 75  $\mu\text{m}$ ) des sables de fonderie peut aussi expliquer une augmentation de la demande en eau et une perte de résistances mécaniques [27], [33], [47], [74], [75]. Plus abondantes dans les sables de fonderie à vert, elles proviennent essentiellement des liants utilisés ainsi que de la fragmentation du sable liée aux chocs thermiques et mécaniques lors de la coulée, du décochage et des traitements de régénération et de récupération.

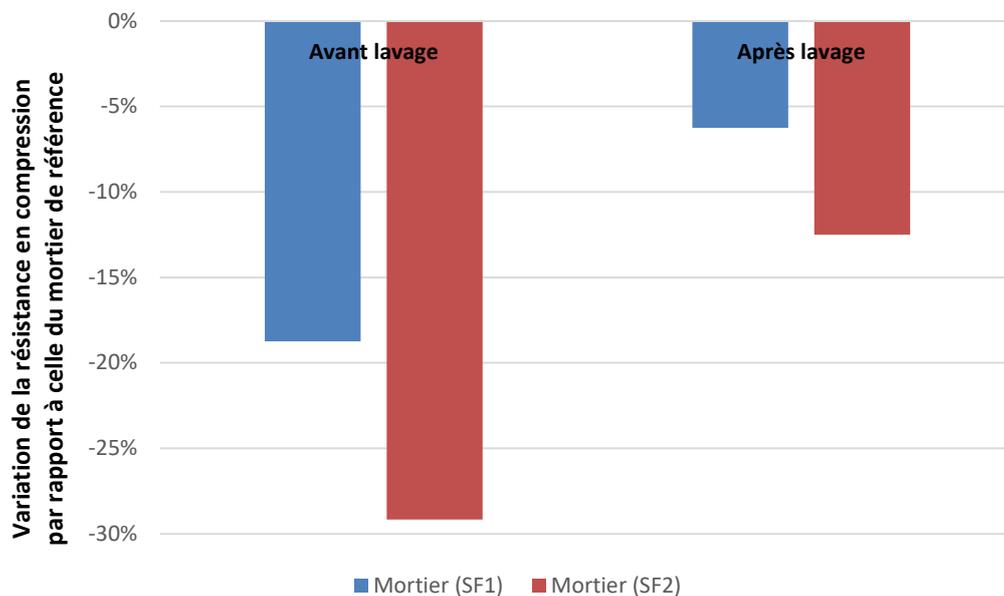


Figure I.14 : Influence du lavage de deux sables de fonderie (SF1 et SF2) sur la variation de la résistance en compression à 28 jours de deux mortiers en comparaison avec un mortier de référence formulé sans sable de fonderie [33]

Monosi *et al.* [33] ont étudié plus précisément l'importance des fines dans les pertes de résistances mécaniques de mortiers formulés avec 20 % de sable de fonderie à vert. La résistance en compression des mortiers a été déterminée pour l'utilisation de deux sables à vert dans leur état d'origine et après lavage. Un mortier formulé uniquement avec un sable naturel ayant un coefficient d'absorption d'eau de 1,8 % a aussi été testé en référence. Dans son état d'origine, le second sable de fonderie étudié est celui qui présente la plus forte teneur en fines avec 9% de particules de diamètre inférieur à 75  $\mu\text{m}$  contre 4 % pour le premier. Son coefficient d'absorption d'eau de 5,4 % est aussi plus élevé que celui du premier sable qui est de 3,3 %. Les sables ont été lavés au tamis à 75  $\mu\text{m}$  puis séchés à 90°C. Les résultats estimés à partir du graphique publié par les auteurs et reportés en Figure I.14, permettent de constater qu'un lavage préalable des sables pour les débarrasser des particules de dimensions inférieures à 75  $\mu\text{m}$  atténue la perte de résistance en compression, particulièrement pour le mortier à base du sable de fonderie qui présente le plus de fines.

Cependant, malgré ce lavage, une légère perte de résistance est toujours constatée et atteste de l'importance d'évaluer l'influence d'autres paramètres tels que la présence de résidus métalliques ou d'impuretés organiques qui pourraient modifier les réactions d'hydratation, les liaisons pâte-granulats ainsi que la microstructure des matériaux [48], [74].

### I.2.3.2. Eléments métalliques

Les sables usés contiennent en général des billes de métal qui peuvent être éliminées par séparateurs magnétiques ou à courant de Foucault [15]. Compte tenu de la variabilité des métaux coulés et des traitements réalisés, les éléments métalliques présents dans les sables de fonderie usés peuvent être de différents types et leurs répercussions variées. Dans le cadre de ces travaux, l'attention a été portée sur trois métaux : l'aluminium, le fer et le chrome.

#### I.2.3.2.1. Aluminium

L'aluminium est le métal dont l'influence sur les matériaux cimentaires a été la plus étudiée, particulièrement lors de la valorisation de Mâchefers d'Incinération d'Ordures Ménagères (MIOM) dans les bétons. Lorsqu'il est présent dans une matrice cimentaire, il peut réagir avec la portlandite pour former de l'aluminate de calcium et du dihydrogène gazeux [79]–[83] suivant l'équation :

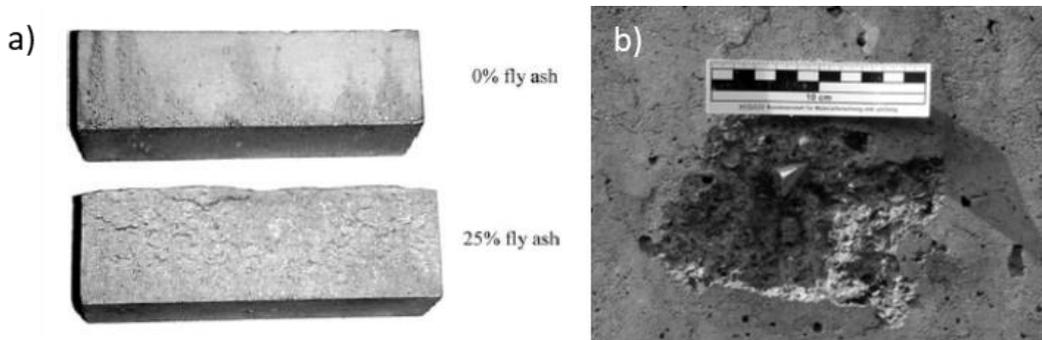
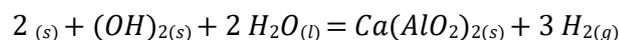


Figure 1.15 : Gonflement en surface d'un mortier avec 25 % de cendres volantes de MIOM (a) [79] et épaufures en surface d'un béton (b) [82]

La présence du dihydrogène entraîne, dès les premières 24h d'hydratation, des gonflements qui peuvent s'observer à l'œil nu par le manque de planéité de la surface des éprouvettes (Figure 1.15a) ou la présence d'épaufures (Figure 1.15b) [79]. L'analyse des matrices cimentaires au MEB-EDS (Microscope Electronique à Balayage (MEB) équipé d'un spectromètre à dispersion d'énergie (EDS pour «Energy Dispersive Spectroscopy » en anglais )) et par DRX (Diffraction des Rayons X) a confirmé que les gonflements sont dus à la présence de l'aluminium et non à la formation d'ettringite secondaire [79], [80]. La conséquence de ce phénomène est une augmentation de la porosité des matériaux cimentaires et une apparition de fissures à l'origine de l'augmentation de la perméabilité

et de la diminution des résistances mécaniques [79]–[81], [83]. Les pores observés pour des bétons à base de MIOM peuvent être de trois types : sphériques comme pour les bétons ordinaires (Figure I.16a), plus allongés à cause de la présence du dihydrogène (Figure I.16b) ou encore entourant les grains, particulièrement les grains d'aluminium (Figure I.16c) [82].

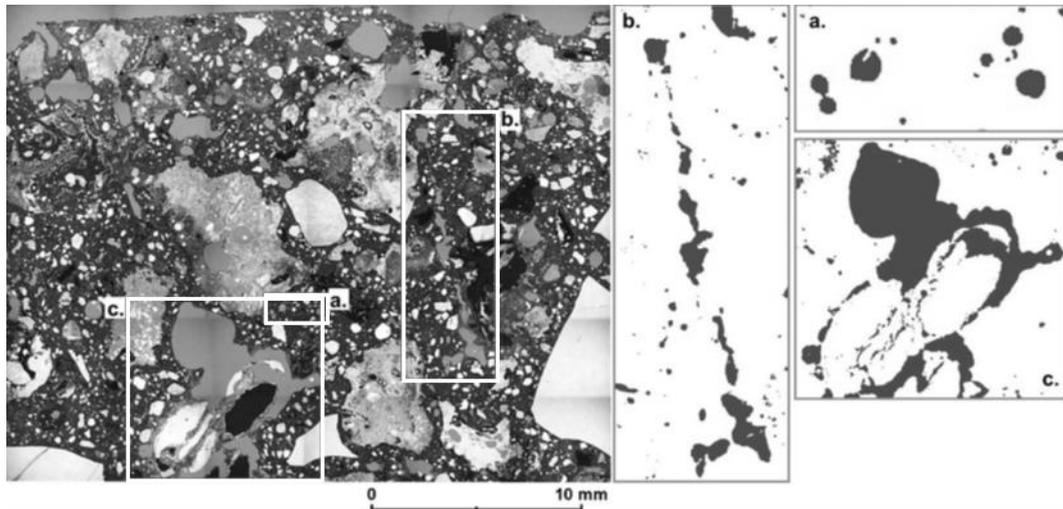


Figure I.16 : Différents types de porosité dans un béton formulé avec des MIOM contenant de l'aluminium [82]

La résistance mécanique des matériaux cimentaires dépend, entre autres, de la bonne qualité de la liaison pâte-granulat qui se réalise par le phénomène d'adhérence [84]. Il peut être induit par des réactions chimiques, un ancrage mécanique ou encore des forces capillaires [85]. Les travaux de Spitz *et al.* [85] traitant de l'adhérence entre un béton et des banches ont montré que l'aluminium offrait en général une bonne adhérence au béton frais du fait des réactions chimiques entre les ions  $Al^+$  du métal et les ions  $OH^-$  et  $Ca_2^+$  du béton pour former de l'hydroxyde d'aluminium puis de l'aluminate de calcium. Toutefois, Müller et Rübner [82] ont rapporté la présence de porosités autour de grains d'aluminium. Ces différents résultats laissent supposer qu'un enrobage total ou partiel des grains de sables de fonderie par une couche d'aluminium peut favoriser l'adhérence par réactions chimiques. En parallèle, la présence plus importante de porosités au voisinage des grains recouverts par ce métal peut altérer les liaisons.

#### 1.2.3.2.2. Fer

Différents travaux de valorisation de déchets provenant des industries de fer et d'acier ont été analysés afin de déterminer l'effet possible du fer sur les propriétés des matériaux cimentaires [86]–[93]. Ces travaux portent sur la valorisation de laitiers, de MIOM ou de résidus de minerai de fer en substitution des granulats dans le béton. Ces différents matériaux de substitution peuvent contenir du fer dans des proportions estimées jusqu'à 30,8 % de  $Fe_2O_3$  par Fluorescence X [87]. Malgré ces fortes teneurs en fer, la présence de cet élément a très rarement été avancée comme une cause

pouvant expliquer les gains ou pertes de résistances mécaniques lors de la valorisation des MIOM, laitiers et résidus de minerai de fer dans le béton.

En ce qui concerne l'adhérence acier-béton, la couche d'oxyde de fer est réputée pour améliorer l'adhérence ciment-acier [85] et participer de ce fait à la bonne résistance mécanique de l'ensemble. Après observation au MEB des faciès de rupture d'éprouvettes de béton, une seule équipe a rapporté que la présence d'oxyde de fer hydrophobe autour de granulats de laitiers pouvait entraîner une dégradation de la ZTI autour de ces granulats corrélée avec une perte de résistances mécaniques [91]. Gurumoorthy et Arunachalam [39] ont associé la présence de fer dans les sables de fonderie avec l'altération des résistances mécaniques.

Lorsque des nanoparticules d'oxydes de fer dans des proportions comprises entre 0,5 et 5 % en masse du ciment [94], [95] ont été incorporées, Sikora *et al.* [95] ont constaté que leur présence à des taux allant jusqu'à 5 % en masse du ciment ne modifie pas les phases d'hydrates formées. Ils ont aussi reporté que la présence des nanoparticules ne modifie pas l'hydratation ni en cinétique ni en quantité de chaleur dégagée. Dans sa revue de plusieurs articles, Rashad [94] a mis en évidence que la présence de nanoparticules de fer en remplacement du ciment entraîne en général une diminution des pics de chaleur avec la plupart du temps une augmentation des résistances et parfois une accélération du processus d'hydratation.

La présence du fer sous différentes formes dans les bétons peut donc entraîner une modification des liaisons pâte-granat, une diminution des pics de chaleur ainsi qu'une accélération de l'hydratation [76], [91], [94].

### 1.2.3.2.3. Chrome

En ce qui concerne la présence de chrome dans les matériaux cimentaires, aucune étude à propos de l'effet de sa présence dans la composition chimique des granulats n'a été trouvée. Il est cependant associé à une réduction du temps de prise des matériaux cimentaires [96], [97]. Peysson [97] rapporte que selon les résultats de différentes études, l'accélération de la prise a lieu sans distinction aucune de la spéciation du chrome en présence. Les travaux de Murat et Sorrentino [96] ont montré qu'un ajout de chrome dans le cru d'un ciment contribue à l'accélération de la prise et à une perte des résistances mécaniques à 28 jours. Lors des travaux de Pandey [98] sur des boues de chrome activées par des alcalins et utilisées pour fabriquer une pâte de ciment à un dosage de 0,029 mol/kg de matrice, l'ajout de chrome a entraîné une perte de résistance de 17 % pour le chrome III et de 28 % pour le chrome VI. Les différentes interactions qui ont lieu dans les phases aqueuses et solides des matériaux cimentaires peuvent être à l'origine de ces pertes de résistances [99]. Elles

semblent dépendre de la spéciation du chrome en présence. Macphee et Glasser [99] rapportent que dans les phases aqueuses, le chrome III aura tendance à précipiter et le chrome VI à se dissoudre. En ce qui concerne les phases solides, l'ettringite et le gel C-S-H sont les deux phases sur lesquelles la présence de chrome semble avoir le plus d'effet. Trois auteurs rapportent qu'il peut s'introduire dans la structure de l'ettringite qui est modifiée en présence du chrome III et du chrome VI [96], [99], [100]. Kindness *et al.* [101] soulignent que de nombreux sels de chrome entraînent une inhibition de la formation d'ettringite. Le chrome peut être immobilisé dans le gel C-S-H, modifier la formation du gel et dans certains cas entraîner son acidification suivi d'une dégradation de la matrice [99]–[101].

En ce qui concerne l'influence du chrome sur la liaison pâte-granulat, les travaux de Thonnard rapportés par Phan [102] ont montré que l'adhérence par mécanisme d'adhésion chimique est moins importante dans le cas de l'acier inoxydable en comparaison avec l'acier au carbone. Cette altération de l'adhésion chimique peut éventuellement s'expliquer par la présence du chrome comme élément d'alliage du fer mais ne suppose pas une dégradation de la ZTI en comparaison de celle des granulats naturels.

#### **1.2.3.2.4. Synthèse**

La synthèse de ces différentes études a permis de souligner que lors de la valorisation de sables de fonderie provenant des industries de l'aluminium et de l'acier, une attention particulière devrait être apportée à la présence de l'aluminium qui entraîne une perte de résistances mécaniques du fait de la formation du dihydrogène gazeux ou de l'altération de la liaison pâte-granulats [79]–[83]. La présence de fer dans les granulats ne semble provoquer aucune réaction physico-chimique néfaste pour les résistances mécaniques des matériaux cimentaires [85], [86], [88]–[90], [90]–[95], [102], [103]. Deux auteurs soulignent qu'elle peut altérer la qualité des liaisons pâte-granulats [39], [91]. Lorsqu'il est introduit sous forme de nanoparticules, une accélération de la cinétique d'hydratation peut être observée avec une diminution des pics de chaleur et une augmentation des résistances mécaniques [94]. En ce qui concerne le chrome, il accélère l'hydratation des matériaux cimentaires, modifie la structure des phases formées et peut aussi être une cause de diminution des résistances mécaniques [96]–[101].

#### **1.2.3.3. Résines chimiques**

Les sables de fonderies chimiques sont préparés à partir de résines thermodurcissables qui sont introduites dans des dosages variant entre 1 à 5 % de la masse de sable [7], [9], [14]. Lors de la coulée des métaux en fusion à des températures pouvant atteindre 1500°C, ces résines sont soumises à une forte sollicitation thermique et les sables de fonderie usés qui sont récupérés sont

composés de grains enrobés de résine fraîche ou dégradée suivant leur position dans le moule par rapport au métal coulé [104]. Les résines phénoliques, furaniques, polyuréthanes, phénolates alcalin-ester formulés à base de phénol sont les principaux liants chimiques retrouvés en fonderie. Leur dégradation thermique amorcée entre 150° et 300°C entraîne d'importantes pertes de masse à partir de 400°C pour les résines phénoliques et 500°C pour les résines phénolates [6], [105]–[107]. Lorsque la durée de sollicitation est suffisante, cette dégradation est complète dès 500°C pour les résines phénoliques, entre 700 et 800°C pour les polyuréthanes et entre 700 et 1000°C pour les phénolates [6], [105]–[107].

Du fait de la dégradation complète constatée à 1000°C, il est possible de réaliser une mesure de perte au feu pour estimer la part de résine fraîche ou dégradée dans les sables de fonderie usés [9], [104], [108]. Cette valeur de perte au feu peut augmenter avec le nombre de régénérations en fonderie. Les travaux de Svidró *et al.* [104] ont montré des pertes au feu de 1,1 % pour un sable de fonderie fraîchement lié par une résine chimique contre 2,5 % pour un sable de fonderie chimique usé. La valeur plus importante dans le sable de fonderie usé est liée au surplus de couche de résine provenant des premières coulées. Pour les résines phénoliques, furaniques et phénolates alcalin-ester, la perte de masse constatée après soustraction de la somme de l'humidité correspond à environ 50 % de la masse réelle de la résine [6], [107].

Les travaux de Svidró *et al.* [104] montrent que la sollicitation thermique dues à la coulée des métaux en fusion participe à la dégradation des résines mais ne permet pas de les éliminer complètement.

### 1.2.3.3.1. Résines thermodurcissables

Les résines thermodurcissables sont des polymères et selon les travaux de Spitz *et al.* [85], l'inertie chimique et la texture de surface assez lisse des polymères ne permettent pas une bonne adhérence au béton.

Dans le cadre des travaux de Popovics [109] l'enrobage a été réalisé par une résine époxy et les résultats obtenus mettent en évidence d'importantes pertes de résistances en compression lorsque la liaison pâte-granulats se fait en présence de ce revêtement résineux. Lorsque les granulats enrobés de résines sont recouverts d'une fine couche de ciment Portland ou de poudre de silice, les résistances sont équivalentes à celles d'un béton de référence sans granulats enrobés. Ces résultats montrent qu'un manque d'adhérence entre la pâte et la résine peut entraîner une diminution des résistances mécaniques. Si ce manque d'adhérence est lié à la texture de la résine, on pourrait supposer un résultat similaire pour les résines utilisées en fonderie.

Lee *et al.* [110] ont étudié l'effet d'un enrobage en résine polyuréthane de granulats incorporés dans un béton. La proportion de résine nécessaire pour enrober ces granulats correspond à 15 % de leur masse. Une chute de 64 % de la résistance en compression a été constatée dans le cadre de bétons formulés avec ces granulats enrobés en comparaison à un béton formulé avec des granulats non enrobés. L'auteur attribue cette perte de résistance au faible module d'élasticité et au fort coefficient de Poisson de la couche de polyuréthane plutôt qu'à une perte d'adhérence. En effet, les pertes de résistance en flexion étant uniquement de 6 %, ils ont conclu que la liaison polyuréthane-granat ou polyuréthane-ciment n'est pas forcément plus faible que la liaison granulat-ciment. Toutefois, cette perte non significative dans la résistance en flexion peut aussi s'expliquer par le fait que les polymères offrent de bonnes résistances en flexion comme cela a été constaté pour les bétons à matrice polymère [111], [112].

Reis et Jurumena [113] ont travaillé sur des mortiers à matrices polymères dans lesquels les sables siliceux ont été remplacés par des sables de fonderies chimiques à base de résine phénolique. Les résultats en flexion traduisent une perte de résistance lors de l'utilisation des sables de fonderie. Elle est associée à une augmentation des déformations et une rupture moins brutale des éprouvettes. Ces modifications dans le comportement ne sont pas dues à une réaction chimique entre les granulats et la matrice mais probablement à une perte de liaison matrice-granulats ou une perte de résistance des granulats.

Ces différents travaux mettent en évidence une perte de résistance en compression lors de l'utilisation de granulats enrobés de résine. Toutefois, aucun des auteurs n'a mis en évidence une altération des liaisons pâte-granat pouvant expliquer cette perte de résistance.

#### 1.2.3.3.2. Phénol et autres composants phénoliques

Six auteurs [114]–[120] indiquent que la présence de phénol ou de composants phénoliques provenant des résines pourrait entraîner des réactions physico-chimiques à l'origine des pertes de résistances mécaniques, de retard ou inhibition de la prise des liants hydrauliques ainsi que de la modification de la microstructure des matériaux cimentaires.

Dans le cadre de leurs études sur la possibilité de stabiliser le phénol dans les matrices cimentaires, Vipulanandan et Krishnan [119], [120] ont montré son influence sur la prise, les résistances mécaniques et la microstructure d'une pâte cimentaire. La pâte a été formulée avec un ciment Portland de Type I, un rapport E/C de 0,5 et le phénol a été ajouté en petits granulés directement dans la pâte aux taux de 0,5, 2 et 6 % en masse du ciment. L'ajout du phénol a eu pour conséquence de retarder le début de prise et d'augmenter la durée de la prise en comparaison avec

une pâte sans phénol. La prise débutant à 3,8 h et s'arrêtant à 5h pour la pâte de ciment sans phénol commence à 22h et dure 7,2h pour la pâte de ciment avec 6% de phénol [120]. Pour des taux de 0,5 et 2 % de phénol, les résistances en compression diminuent respectivement d'environ 20 % et 40 % à 28 jours puis 15 % et 35 % à 180 jours [119]. Des porosités de types alvéolaires ont été mises en évidence en observant une pâte contenant 2 % de phénol au MEB (Figure I.17) [120]. Cette modification de la microstructure du matériau pourrait expliquer les pertes de résistances mécaniques constatées. Ces résultats sont en accord avec ceux d'une autre étude qui a également mis en évidence de larges porosités dans des produits stabilisés à base de ciment et de sable de fonderie chimique contenant du phénol [118]. Les auteurs ont formulé des mortiers avec un rapport E/C de 1 et des taux de sables de fonderie de 0, 25, 50, 75 et 100 % en remplacement d'un sable siliceux. En plus de l'augmentation de la porosité observée au MEB, une perte de résistance en compression a également été constatée avec l'augmentation du taux de substitution du sable de fonderie.

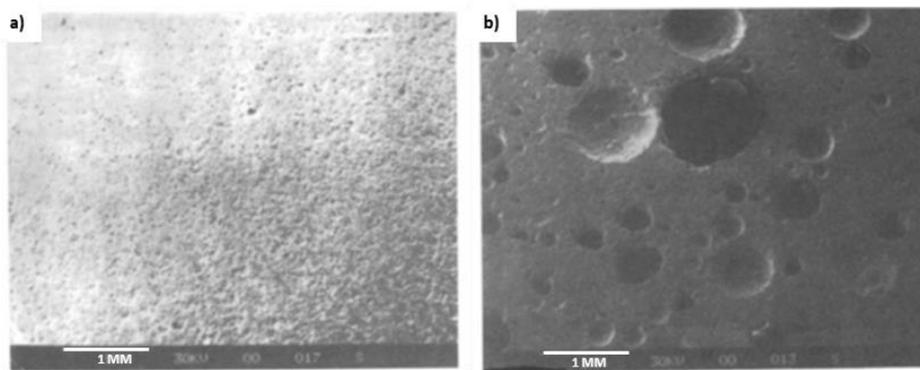


Figure I.17 : Mise en évidence de pores alvéolaires dans une pâte cimentaire contenant 2 % de phénol (b) en comparaison avec une pâte formulée sans phénol (a) [120]

Des essais de lixiviation réalisés sur des matériaux cimentaires contenant du phénol lors de ces différentes études ont d'abord amené les auteurs à conclure que le phénol ne se liait pas chimiquement avec le ciment [118], [120]. Toutefois, en étudiant la solution interstitielle, Vipulanandan et Krishnan émettent aussi l'hypothèse d'une réaction possible à température ambiante entre la portlandite et le phénol et qui surviendrait avant la précipitation du gel C-S-H pour former une nouvelle phase suivant l'équation :



Ce n'est qu'une fois la solution saturée en ce qui concerne le complexe calcium-phénol que le calcium libéré ultérieurement au cours de l'hydratation commencerait à réagir avec les hydrates de silicate pour former le gel C-S-H qui enrobe les grains de ciment [119]. Cette modification des réactions chimiques qui conditionnent le phénomène d'hydratation et de prise des matériaux

cimentaires pourraient expliquer les retards d'hydratation constatés. Le gel C-S-H est aussi l'hydrate majoritairement responsable de la résistance mécanique des matériaux cimentaires. Une diminution dans la proportion de ce gel pourrait expliquer les pertes de résistances en compression.

Les résultats de ces différents travaux traitant de la présence de phénol et de matériaux à base de résine dans les matrices cimentaires mettent en évidence un retard dans le phénomène d'hydratation et une augmentation de la porosité qui entraîne des pertes de résistances mécaniques. La possibilité d'une altération de la liaison pâte-granulats n'est pas certaine car les pertes de résistances mécaniques ne sont pas plus importantes en flexion qu'en compression.

#### **I.2.4. Conclusion**

Cette synthèse bibliographique a mis en évidence l'influence de la formulation de base du béton et du type de sable de fonderie sur l'effet du déchet sur les propriétés des matériaux cimentaires. Dans le cadre de la valorisation d'un sable de fonderie chimique contenant des résidus de résines et des éléments métalliques tels que le fer, l'aluminium ou le chrome, il apparaît qu'une attention doit être apportée en particulier à la granulométrie du matériau ainsi qu'à la présence de résidus de résine, de chrome et d'aluminium. La finesse ainsi qu'une forte teneur en fines des sables de fonderie peuvent être source d'une demande en eau plus importante des granulats s'accompagnant d'une augmentation de la porosité et d'une perte des résistances mécaniques. En ce qui concerne les résines, une diminution importante de la résistance est observée en compression lors de l'enrobage de granulats par de la résine. La présence du phénol est souvent associée à un retard ou inhibition de prise, une modification de la microstructure de la matrice, une chute des résistances mécaniques et éventuellement une modification des phases cimentaires formées. Le chrome peut aussi entraîner une modification de la microstructure des matériaux cimentaire ainsi que des hydrates formés. Son effet sera plutôt accélérateur en ce qui concerne la cinétique de prise. La présence de l'aluminium est généralement associée à du dégagement de dihydrogène gazeux qui conduit aussi à une augmentation de la porosité, une fissuration de la matrice cimentaire ainsi qu'une chute des résistances mécaniques.

Ces différentes spécificités des sables de fonderie chimiques peuvent donc entraîner des modifications de propriétés des matériaux cimentaires en termes de cinétique d'hydratation, porosité, qualité des hydrates, qualité des liaisons pâte-granulats et création de microfissures. Celles-ci peuvent influencer le comportement des matériaux cimentaires sous sollicitations mécaniques notamment en termes de déformation et de processus d'endommagement et de fissuration.

Sur la vingtaine de travaux traitant de l'influence des sables de fonderie sur les propriétés mécaniques des bétons, six uniquement se sont intéressés à l'effet du déchet sur les valeurs du module d'Young [16], [17], [21], [71] aucune étude plus approfondie n'a été trouvée en ce qui concerne son influence sur le comportement des matériaux sous sollicitations mécaniques, notamment leur processus d'endommagement et de fissuration.

## I.3. Corrélation d'Images Numériques et étude des comportements sous sollicitations numériques

Différentes méthodes peuvent être utilisées pour étudier le processus de fissuration en cours de sollicitation : l'émission acoustique pour la localisation des défauts qui se développent au cœur du matériau [121]–[123], les extensomètres et jauges de déformation pour une mesure des ouvertures de fissures de manière ponctuelle [124] ou encore la corrélation d'images numériques (CIN) pour une mesure plus globale des caractéristiques géométriques des fissures [58], [124]–[126]. Cette dernière technique présente aussi l'avantage de permettre une mesure des champs de déformation ce qui rend possible la détermination du module d'élasticité ainsi que l'étude du processus d'endommagement des matériaux [127], [128]. Moins encombrante que celle des extensomètres, elle offre la possibilité de travailler aussi bien sur des grandes surfaces comme celles des poutres en bétons que sur des surfaces plus petites comme celles des éprouvettes de mortier utilisées dans le cadre de ces travaux.

### I.3.1. Principe

La CIN est une technique de mesure optique ayant été introduite en mécanique des solides au début des années 80 [129]–[131]. Elle permet de suivre, à distance, le champ de déplacement et de déformation sur toute une surface dont on acquiert des images à différents stades de sollicitation.

Lorsque le procédé est basé sur une seule caméra comme c'est le cas dans ces travaux, l'observation est réalisée pour une surface plane et le suivi du déplacement d'un point n'est possible que s'il a lieu dans le plan de la surface observée (2D). Pour observer une surface non plane et assurer le suivi cinématique dans les trois directions de l'espace (3D), il faut opter pour de la stéréo corrélation et utiliser une deuxième caméra.

Pour un calcul de champs de déformation, le principe général des essais peut se résumer en trois étapes :

1. Acquisition des images numériques de la surface ou d'une même zone au cours de sa sollicitation
2. Détermination des champs de déplacement par corrélation des images
3. Détermination des champs de déformation par dérivation numérique

### I.3.1.1. Acquisition des images numériques

Une image numérique est composée d'unités élémentaires de formes carrées appelées pixels. Leurs dimensions uniformes sur toute l'image dépendent de différents paramètres tels que la distance de travail, la résolution de la caméra utilisée ou encore la distance focale de l'objectif utilisé. Pour une image monochrome, chacun des pixels se différencie par son niveau de gris qui dépend de son intensité lumineuse et qui peut prendre une teinte se situant entre le noir et le blanc avec différentes nuances de gris entre ces deux couleurs extrêmes. Dans le cas des images numériques, le nombre de niveaux de gris est limité à  $2^n$  et  $n$  est le nombre de bits utilisés pour encoder l'image sur le support numérique où il sera stocké [132].

L'acquisition des images peut être réalisée par un appareil photo classique ou par une caméra offrant une vitesse d'acquisition plus élevée et une synchronisation plus aisée avec les données de sollicitations acquises aussi durant des essais mécaniques. La Figure I.18 modélise la chaîne d'acquisition des images numériques. On y retrouve l'objet à observer, le système optique (objectif) composé de lentilles et de diaphragmes qui permet d'obtenir une image de l'objet, la caméra dont le capteur est une grille de photosites qui permet d'obtenir une image numérique et l'ordinateur dans lequel l'image numérique sera stockée sous forme de fichier [132].

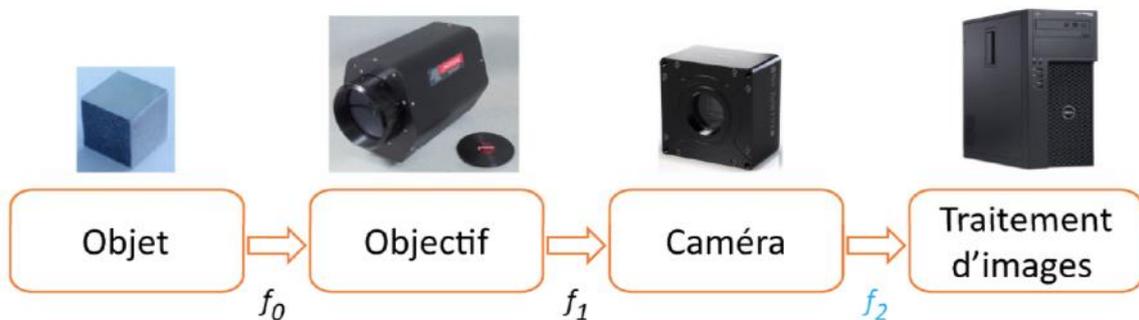


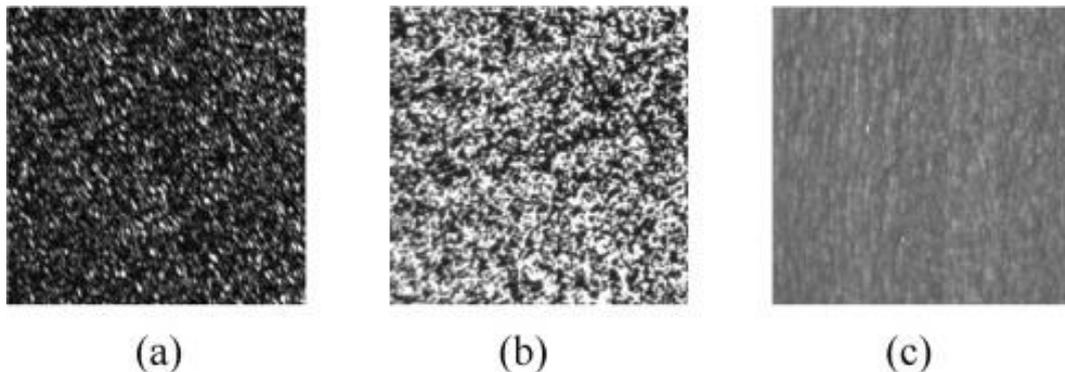
Figure I.18 : Modélisation d'une chaîne d'acquisition d'images pour la CIN [132]

L'objet de départ contient la fonction réelle de variation de niveaux de gris des pixels ( $f_0$ ). Elle est retranscrite par le système optique ( $f_1$ ) puis par le capteur. C'est la dernière fonction obtenue par le capteur de la caméra ( $f_2$ ) qui sera utilisée lors du calcul par le logiciel de corrélation d'images.

### I.3.1.2. Détermination du champ de déplacement

La CIN est généralement réalisée sur une zone d'étude ou région d'intérêt (ROI pour « *Region of Interest* » en anglais) sélectionnée après l'acquisition des images et pour laquelle le champ de déplacement sera calculé. Elle est basée sur la variation des niveaux de gris des pixels qui composent les images numériques. Cette variation de niveaux de gris ainsi que la facilité d'identification d'un pixel dépendent du contraste entre ce pixel et son voisinage. Lorsqu'il n'est pas suffisant, il peut être

accentué, en amont de l'essai, par la réalisation d'un mouchetis composé de taches réparties sur la surface de l'objet. La Figure I.19 illustre différentes textures de surface pour un calcul par CIN. L'éclairage de la surface doit aussi être suffisant pour accentuer la luminosité et le contraste et le plus constant possible pour atténuer les variations de luminosité qui peuvent engendrer des bruits et des erreurs de corrélation.



*Figure I.19 : Différents types de textures de surface pour la CIN : (a) mouchetis réalisé par laser ; (b) mouchetis peint ; (c) texture naturelle d'une surface en bois [133]*

La technique de corrélation consiste à apparier dans une image déformée, le motif dont la variation du niveau de gris correspond le mieux à celle du motif considéré dans une image de référence [134]–[136]. Une image déformée correspond à une image de la surface observée prise dans une configuration déformée et varie au fur et à mesure de l'essai suivant l'état de chargement étudié. L'image de référence quant à elle correspond à une image prise dans la configuration non déformée de la surface. Dans les cas de sollicitations entraînant de petits déplacements, elle est généralement identique sur toute la durée de la sollicitation.

D'un point de vue statistique, il est plus difficile d'assurer l'unicité d'un pixel pris au hasard que celui d'un ensemble de pixels présentant un nombre d'informations plus important. De ce fait, la zone d'étude est généralement divisée en imageries (subsets) de dimensions identiques contenant quelques tâches de mouchetis et plusieurs pixels. Ces sous-domaines sont aussi appelées fenêtres de corrélation et ont pour rôle de faciliter la corrélation en constituant les motifs à apparier. De forme carrée, leur dimension (SS : pour « *Subset Size* » en anglais) est choisie en amont de la corrélation et leurs positions sont déterminées en leurs centres qui deviennent alors des « points » de calcul.

#### I.3.1.2.1. Corrélation des images

Pour une imagerie ayant comme coordonnées le vecteur position  $\underline{X}$  (X, Y) dans l'image de référence (Figure I.20), le but de la corrélation est de déterminer, après avoir obtenu sa position  $\underline{x}$  (x, y) dans l'image déformée, les composantes de son vecteur déplacement  $\underline{U}$  (u,v) suivant l'équation :

$$\underline{x} = \underline{X} + \underline{U}(\underline{X})$$

Dans le cas d'une translation de l'imagette, ce vecteur déplacement correspond au déplacement du centre de l'imagette. Toutefois, une telle hypothèse amène à négliger les déformations du sous-domaine comme nous pouvons le voir en Figure I.20. De ce fait, pour chaque imagette, le mouvement subi et considéré uniforme est approximé par une transformation matérielle  $\underline{\phi}$  spécifique. La transformation  $\underline{\phi}$  rend compte du déplacement et de la déformation subis par chaque pixel de position  $\underline{X}_p$  de l'imagette. L'approximation est réalisée au centre (de l'imagette) de position  $\underline{X}_0$  par le développement limité de  $\underline{U}$ . Son équation générale est la suivante :

$$\begin{aligned} \underline{\phi}(\underline{X}_p) = \underline{X}_p + \underline{U}(\underline{X}_0) + \frac{\partial \underline{U}}{\partial \underline{X}_p}(\underline{X}_0) \times (\underline{X}_p - \underline{X}_0) + \dots + \frac{1}{(n-1)!} \frac{\partial^n \underline{U}}{\partial \underline{X}_p^n}(\underline{X}_0) (\underline{X}_p - \underline{X}_0)^n \\ + o((\underline{X}_p - \underline{X}_0)^n) \end{aligned}$$

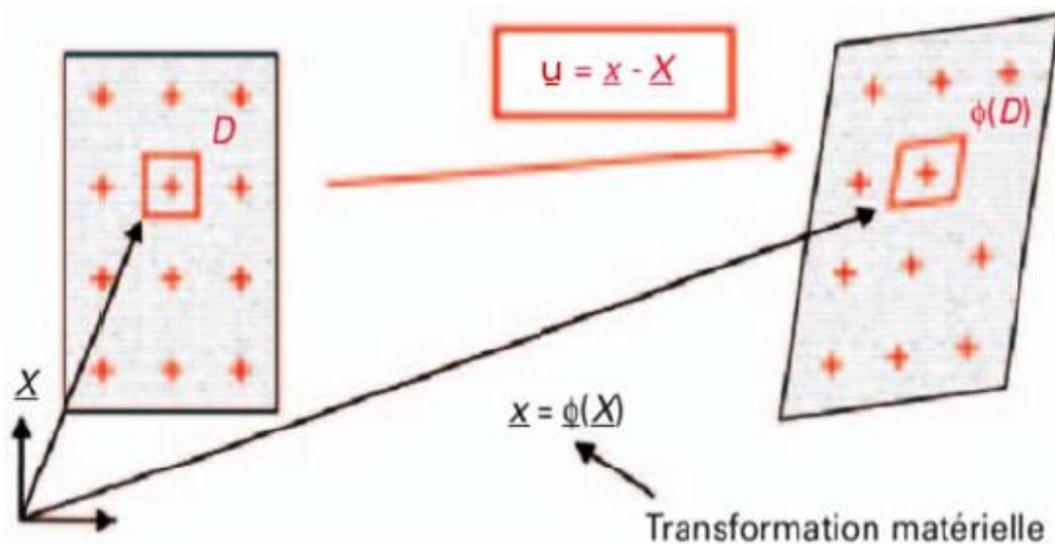


Figure I.20 : Détermination du vecteur déplacement  $\underline{U}$  d'une imagette [137]

L'ordre de développement dépend du système étudié et des mécanismes de déformation mis en jeu [132], [136] :

- A l'ordre 0, la transformation correspond à un mouvement de corps rigide (translation) représenté par le vecteur  $\underline{U}$  et les variations de déplacement dans l'imagette sont supposées nulles [138].
- A l'ordre 1, elle correspond à une translation et une variation linéaire du champ de déplacement sur la fenêtre de corrélation. Il s'agit de l'ordre de développement limité le plus utilisé dans les applications courantes.

Le vecteur déplacement  $\underline{U}(\underline{X})$  de l'imagette exprimé en son centre correspond généralement à la moyenne pondérée des déplacements de chacun de ses pixels [132], [136], [139], [140]. La relation entre  $\underline{\phi}(\underline{X})$  et  $\underline{U}(\underline{X})$  est traduite par l'équation :

$$\underline{x} = \underline{\phi}(\underline{X}) = \underline{X} + \underline{U}(\underline{X})$$

La nouvelle position  $\underline{x}$  est déterminée après la mise en correspondance de l'imagette de référence avec son homologue dans l'image déformée (Figure I.21). Les niveaux de gris des motifs de l'imagette de référence et de l'imagette déformée sont respectivement représentés par les fonctions  $f(\underline{X})$  et  $g(\underline{x})$  et l'appariement des imagettes réalisé dans une zone de recherche suppose, d'une image à une autre, l'égalité :

$$f(\underline{X}) = g(\underline{x})$$

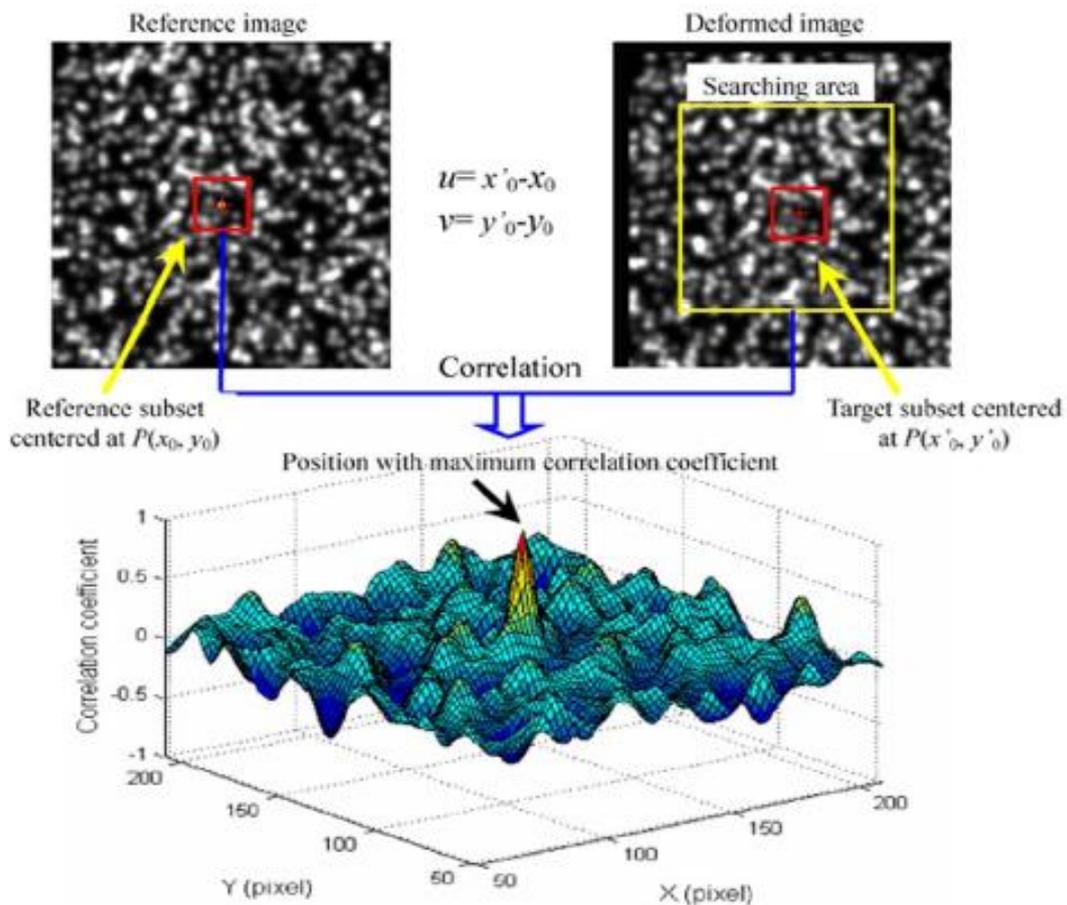


Figure I.21 : Appariement d'une imagette de l'image de référence à l'image déformée [141]

Cependant, cette égalité ne peut être parfaite du fait des variations des niveaux de gris liées entre autres aux variations de l'éclairage lors de l'acquisition, au bruit du capteur, à l'interpolation ou encore aux changements de réflectivité de l'échantillon dus à la déformation ou à des changements

d'orientation de celui-ci [136], [140]. De ce fait, il convient de trouver la meilleure correspondance possible entre les imagettes (Figure I.21).

En considérant les pixels de position  $X_p$  et  $x_p$  appartenant respectivement à l'imagette de référence et à son homologue présumé, cette optimisation est réalisée via un coefficient de corrélation qui dépend de la fonction de corrélation choisie. Parmi les différents critères de corrélation on retrouve les critères CC qui consistent à maximiser les coefficients de « cross-correlation » et qui ont donné leur nom à la technique CIN. Suivant leur sensibilité aux variations de luminosité, on peut distinguer quatre fonctions de corrélation (CC, ZCC, NCC et ZNCC) dont les formules sont détaillées dans le document publié par Pan *et al.* [141].

D'autres critères de corrélation, les SSD, peuvent aussi être utilisés et ce sont ceux proposés par le logiciel utilisé dans le cadre de ces travaux. Ils consistent en une minimisation des différences entre l'imagette de référence et l'imagette déformée. Ils peuvent être aussi déclinés en quatre formulations.

- Dans un premier temps, on retrouve la fonction SSD (squared sum of differences) qui est la plus simple et la plus classique [136], [141].

$$C_{SSD} = \sum \left( f(X_p) - g(x_p) \right)^2 dx$$

Toutefois pour des essais au cours desquels il peut se produire une variation de la luminosité, l'utilisation de cette fonction peut engendrer des erreurs de calcul. Dans ce cas, une fonction de corrélation qui prend en compte les variations locales d'intensité lumineuse est préférable. Elle est obtenue par des transformations photométriques et on distingue trois fonctions suivant le type de variation [141] :

- La fonction ZSSD (zero-mean sum of squared difference) qui convient pour les variations de l'intensité lumineuse uniquement due à un décalage.

$$C_{ZSSD} = \sum \left( \left( f(X_p) - \bar{f} \right) - \left( g(x_p) - \bar{g} \right) \right)^2$$

- La fonction NSSD (normalized sum of squared difference) qui prend en compte les variations de l'intensité lumineuse uniquement dues à une variation d'échelle dans la luminosité. Il s'agit de la fonction utilisée dans le cadre de ces travaux.

$$C_{\text{NSSD}} = \sum \left( \frac{f(X_p)}{\sqrt{\sum f(X_p)^2}} - \frac{g(x_p)}{\sqrt{\sum g(x_p)^2}} \right)^2$$

- La dernière fonction ZNSSD (zero-mean normalized sum of squared difference) convient pour les variations de l'intensité lumineuse dues à un décalage et à une variation d'échelle. En introduisant  $\overline{f_i(X_p)} = f(X_p) - \bar{f}$  ainsi que  $\overline{g_i(x_p)} = g(x_p) - \bar{g}$  cette fonction s'écrit :

$$C_{\text{ZNSSD}} = \sum \left( \frac{\overline{f(X_p)}}{\sqrt{\sum (\overline{f(X_p)})^2}} - \frac{\overline{g(x_p)}}{\sqrt{\sum (\overline{g(x_p)})^2}} \right)^2$$

#### 1.3.1.2.2. Calcul du champ de déplacement

Une fois la fonction de corrélation appliquée et le minimum trouvé, le déplacement  $\underline{U}(X_0)$  ainsi que les valeurs optimales des paramètres de  $\underline{\phi}(X_p)$  sont déterminés [138]. Le déplacement de chaque pixel de l'imagette et le déplacement moyen peuvent alors être calculés.

En procédant ainsi sur toute la surface du matériau virtuellement constituée d'un ensemble d'imagettes, le champ de déplacement est déterminé point par point pour l'étape de sollicitation représentée par l'image déformée. La distance d'un point de calcul à un autre dépend de la taille du pas (ST : pour « *STep size* » en anglais) renseignée en amont du calcul. Ce pas doit permettre un chevauchement des imagettes afin d'avoir un nombre de points de mesure suffisant pour assurer une bonne continuité du calcul du champ tout en conservant des imagettes de tailles assez grandes pour éviter les erreurs de corrélation. Une interpolation permet en général d'estimer les valeurs de déplacements entre deux pixels pour une résolution inférieure à 1 pixel et une cartographie plus lissée du champ de déplacement. Les informations sont données en pixels puis converties par la suite en unités physiques grâce à une calibration. Cette méthode de corrélation par imagettes qui sera utilisée dans le cadre de ces travaux est appelée corrélation locale en opposition à la corrélation globale qui prend en compte toute la zone d'intérêt sélectionnée et qui a été présentée par Segouin [132].

### I.3.1.3. Détermination du champ de déformation

Le champ de déformation dans le plan de surface est obtenu par dérivation numérique des déplacements. Pour les calculs de déformations de Green-Lagrange, comme ce sera le cas durant ces travaux, les composantes du tenseur des déformations sont obtenues par l'équation généralisée :

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1}{2} \left( \frac{\partial u_i}{\partial X_j} + \frac{\partial u_j}{\partial X_i} + \sum_{k=1}^2 \frac{\partial u_k}{\partial X_i} \times \frac{\partial u_k}{\partial X_j} \right)$$

Avec :

- $\varepsilon_{ij}$  : composante du tenseur de déformations symétrique  $\underline{\varepsilon}$  d'ordre 2 et de rang 2
- $u_i$  et  $u_j$  : composantes du vecteur déplacement  $\underline{U}$  dans les directions  $\underline{e}_i$  et  $\underline{e}_j$
- $i, j, k = 1, 2$
- $X_i$  et  $X_j$  : coordonnées du vecteur position  $\underline{X}$  d'un point matériel dans la configuration de référence

Dans le cas des petites déformations en 2D, cette équation peut être simplifiée comme suit :

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1}{2} \left( \frac{\partial u_i}{\partial X_j} + \frac{\partial u_j}{\partial X_i} \right)$$

La dérivation est réalisée par un calcul matriciel sur une fenêtre de calcul de la zone d'étude. Cette fenêtre qui peut être assimilée à une mini-jauge détermine le voisinage immédiat dans lequel les dérivées du champ de déplacement sont calculées. Sa taille (SW : « *Strain Window* » en anglais), donnée en nombre de points de calcul a un impact direct sur le lissage des cartes de déformations [142].

### I.3.2. Qualité de mesure et paramètres influents

Comme cela peut être déduit des informations données précédemment, de nombreux paramètres entrent en compte lors de l'utilisation de la CIN. Certains de ces paramètres sont liés aux critères de corrélation et de calcul des déformations alors que d'autres sont plus en lien avec la préparation et la réalisation des essais. Chacun a une influence plus ou moins importante et bien qu'aucune norme ne régit l'utilisation de la CIN, l'application de certaines recommandations permet de limiter les effets néfastes de ces paramètres sur la résolution de mesure, la résolution spatiale et l'incertitude de mesure.

### I.3.2.1. Résolution de mesure

La résolution de mesure a été définie comme « la plus petite variation de la grandeur mesurée qui produit une variation perceptible de l'indication correspondante » [136]. Il s'agit donc du plus petit déplacement qu'il est possible de mesurer. Dans le cas des techniques de mesure de champs comme la CIN, le bruit induit par l'éclairage, le système optique ou encore la méthode de corrélation sont les facteurs qui limitent cette résolution [136]. Pour les mesures de déplacements, certains auteurs définissent la résolution de mesure comme l'écart-type du bruit [58], [136], [143] qui peut correspondre à l'erreur aléatoire [144]–[146]. Il est aussi possible de déterminer l'erreur systématique qui correspond à la moyenne des écarts entre les déplacements mesurés et un déplacement réel imposé à l'ensemble de l'éprouvette dont la surface est observée [145], [146]. Ghorbani *et al.* [146] ont déterminé les deux erreurs, systématique et aléatoire, sur la base de 30 images prises avant toute sollicitation et en gardant une des images comme image de référence. Dans le cadre de leurs travaux, Verstryngne *et al.* [143] ont déterminé uniquement l'erreur aléatoire sur la base de deux images en configuration non déformée dont l'une est considérée comme une image déformée. Ils ont tracé une loi normale de la distribution des déplacements puis déterminé leur erreur comme l'écart-type de cette distribution.

Pour améliorer la résolution de mesure, il convient donc de diminuer le bruit de mesure. Cela peut être possible en limitant les variations de l'éclairage, en augmentant la taille des imagerie, ou encore en améliorant la qualité du mouchetis [132], [136], [147]. Des études menées pour différentes tailles d'imagerie montrent en effet une diminution dans les écart-types de mesures de déplacement lorsque la taille des fenêtres de corrélation augmente [148], [149]. Le calcul de corrélation est alors moins sensible au bruit de fond comme cela a été illustré dans les travaux de Besnard *et al.* [148]. La corrélation est aussi dépendante du mouchetis qui influence la variation des niveaux de gris. Pour améliorer la qualité d'un mouchetis, il convient que les taches soient aléatoirement réparties sur la surface et qu'il n'y ait pas de bavure. Lors de l'estimation de la résolution de mesure, le nombre de bits d'encodage ne doit pas non plus être négligé. Pour un encodage de  $n$  bits, le capteur du système d'acquisition ne sera sensible qu'aux déplacements supérieurs à  $2^{-n}$  pixels [132].

### I.3.2.2. Résolution spatiale

La résolution spatiale est la plus petite distance entre deux points de calcul indépendants [58]. Elle permet de quantifier la capacité d'une technique de mesure à détecter les déplacements ou déformations localisés. La Figure I.22 donne le principe de sa détermination en fonction de SS, ST et SW. Dans le cas des déplacements, elle dépend essentiellement de la taille de l'imagerie (SS). Pour

les calculs de déformations, elle dépend de SW, ST et SS et peut être obtenue par la formule suivante [136], [150] :

$$\text{Résolution spatiale} = ((SW - 1) \times ST) + SS .$$

Pour obtenir une meilleure résolution spatiale, il convient de diminuer sa valeur en diminuant SW, ST ou SS. Toutefois, cela entraîne une dégradation de la résolution de mesure du fait de l'augmentation du bruit de calculs.

L'amélioration de la résolution spatiale se faisant au détriment de la résolution de mesure et inversement, il convient généralement de faire un compromis en fonction de l'objectif premier du calcul.

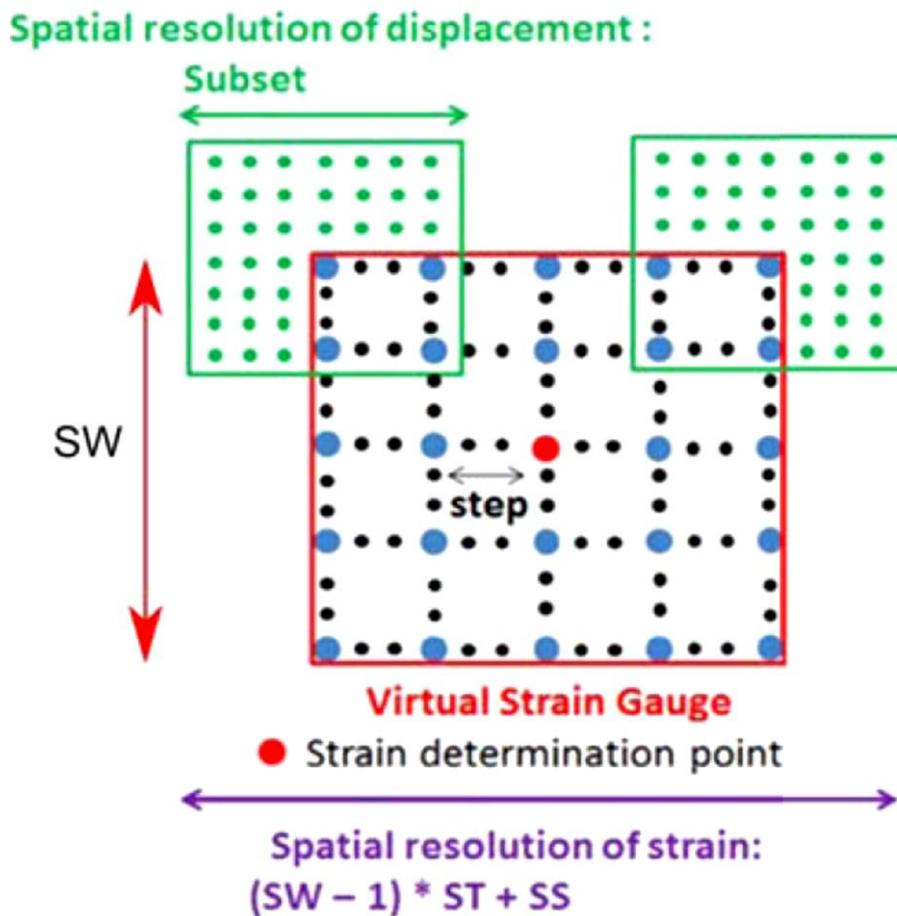


Figure I.22 : Détermination de la résolution spatiale en déplacement et en déformation en fonction de SS, ST et SW [136]

### I.3.2.3. Exactitude de mesure

La plupart des auteurs mettent en avant qu'il n'est pas aisé d'estimer l'exactitude de mesure de la CIN. Toutefois en étant vigilant sur quelques points, il est possible de l'améliorer en réduisant les erreurs qui peuvent être classées en deux types : les erreurs dues aux conditions de réalisation de l'essai (système optique, qualité et taille du mouchetis, éclairage, vibrations, mise en chargement...)

et les erreurs liées aux paramètres de calcul utilisés lors de la corrélation (fonction de transformation matérielle, taille des imagettes, type d'interpolation...) [138], [144].

Pour une mesure en 2D, afin d'éviter les mouvements de corps rigide hors plan par rapport au système d'imagerie, la caméra doit être placée sur un support fixe et l'axe optique de l'objectif doit être perpendiculaire à la surface de l'éprouvette. De plus, la surface observée doit demeurer plane et dans le même plan parallèle au capteur durant toute la sollicitation [136], [140]. Les mouvements hors plan sont à éviter car ils peuvent introduire des variations de déplacement dans le plan d'image. Lorsqu'elles sont suffisamment grandes ces variations altèrent les mesures de déplacement rendant difficile de différencier les vrais déplacements des pseudos-déplacements d'images [151].

En ce qui concerne la réalisation du mouchetis, Paegle *et al.* [152] rapportent que pour optimiser l'exactitude des mesures, la taille des taches doivent correspondre entre un tiers et la moitié de la taille de l'imagette. Il convient aussi de prendre en compte la distance entre chaque tache qui n'est pas toujours la même. Ceci reste possible avec les recommandations de Sutton *et al.* [140] qui spécifient que pour avoir une corrélation qui offre une bonne exactitude dans la mesure, chaque imagette doit contenir au moins 3 x 3 taches de mouchetis avec une taille de mouchetis minimale de 3 x 3 pixels<sup>2</sup>.

Pour ce qui est de l'éclairage, il doit permettre d'obtenir une luminosité suffisante sans effet réfléchissant et demeurer le plus uniforme possible [132]. Les vibrations doivent être évitées au maximum.

En ce qui concerne les imagettes, il a été constaté qu'augmenter leur taille permet de réduire les erreurs de mesure [148]. En effet une imagette plus grande présente une amplitude de variation des niveaux de gris plus importante ce qui facilite la mise en correspondance d'une image de référence à une image déformée.

Lorsque toutes les précautions nécessaires ont été prises, une comparaison avec les méthodes de mesures classiques telles que les jauges de déformation ou les capteurs LVDT peut aussi permettre une validation de la mesure [153]–[155].

### **I.3.3. Etude du comportement sous sollicitations mécaniques par CIN**

#### **I.3.3.1. Comportement en compression**

Généralement pour obtenir la courbe contrainte-déformation à partir de la CIN, les auteurs utilisent le mode extensomètre optique/numérique qui prend en compte la variation de la distance

entre deux petites zones virtuelles pour le calcul de la déformation [142], [154], [156], [157]. La distance initiale entre ces deux zones correspond à la longueur initiale d'un extensomètre physique dans le cadre de mesure directe. Deux auteurs l'ont fixée à 2/3 de la hauteur de l'échantillon testé [154], [156]. La courbe contrainte-déformation peut être aussi obtenue à partir de la déformation moyenne pour une fenêtre située au centre de la surface observée. Caduff and Van Mier [158] qui ont travaillé en 3D ont opté pour cette méthode avec une fenêtre faisant toute la largeur de l'éprouvette et une hauteur correspondant à la moitié de celle de l'éprouvette.

Une fois les déformations déterminées, le module d'élasticité peut être calculé soit par approximation linéaire d'une portion de la courbe située dans le domaine de comportement élastique [142], [157], [159] soit par la relation  $\frac{\Delta\sigma}{\Delta\varepsilon}$  pour deux points pris sur cette portion de courbe [160].

### I.3.3.2. Réponse à la flexion

Le suivi du champ cinématique par CIN permet la détection des discontinuités dans le champ de déplacement sur la surface observée. Ces discontinuités se traduisent en général par une localisation de la déformation et permettent le suivi du processus d'endommagement du matériau ainsi que la détermination de l'énergie dissipée et des caractéristiques géométriques des fissures [127], [128], [155], [161]–[163].

#### I.3.3.2.1. Processus d'endommagement

Le processus d'endommagement des éprouvettes peut être analysé, en flexion, en suivant l'évolution des champs de déformations durant le chargement [127], [164]. La Figure I.23 présente un exemple de ce suivi réalisé par Zhao *et al.* [127]. Elle met en évidence les différentes étapes de l'évolution des localisations de déformations qui sont à l'origine de l'endommagement du matériau et de la rupture de l'éprouvette. Elle les situe aussi dans le tracé de la courbe force-flèche qui présente l'évolution du déplacement longitudinal (suivant  $y$ ) déterminé à mi-travée en fonction de la charge appliquée. En dehors des zones de localisation, les valeurs de déformations  $\varepsilon_{xx}$  obtenues pour les autres points de calculs restent négligeables. De ce fait, pour étudier l'endommagement des matériaux, une analyse de l'évolution des déformations  $\varepsilon_{xx}$  en fonction du chargement n'est pertinente que pour les zones de localisation de déformations. Dans le cas d'une éprouvette pré-fissurée, il n'existe en général qu'une zone située au voisinage de la pré-fissure. Par contre, lorsque l'éprouvette n'est pas pré-fissurée, plusieurs zones de localisation apparaissent généralement du fait de l'hétérogénéité du matériau. De plus elles se déplacent au début du chargement, ce qui rend difficile le suivi de l'évolution des déformations pertinentes. Il est possible

de pallier ce problème en réalisant une segmentation qui ne prend en compte que les points de calcul pour lesquels les déformations  $\epsilon_{xx}$  sont les plus élevées et permet ainsi de sélectionner ceux présentant un intérêt pour l'étude du processus d'endommagement du matériau [127], [128].

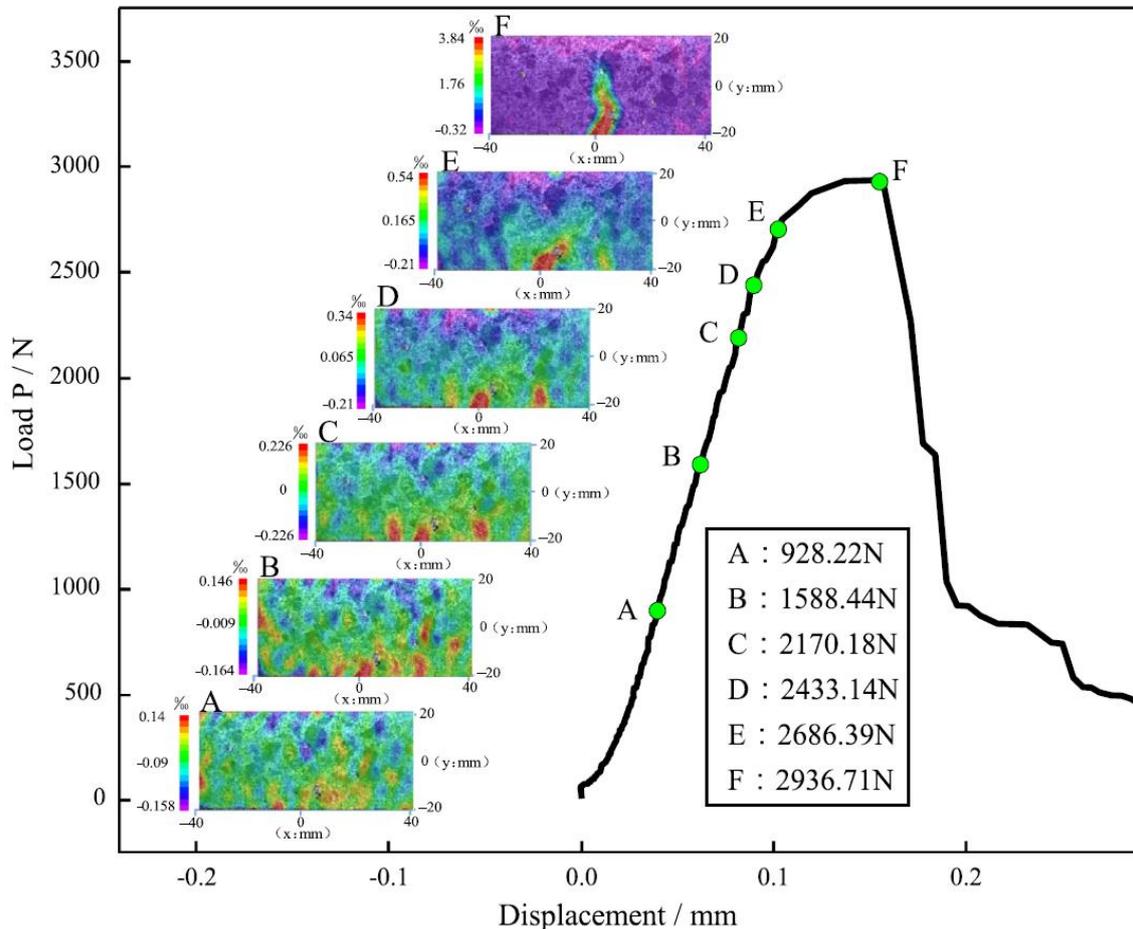


Figure 1.23 : Suivi du champ de déformation à différentes étapes d'un chargement en flexion (A à F) et courbe force-flèche [127]

L'étude du processus d'endommagement a été réalisée en calculant le degré d'endommagement  $D_f$  qui caractérise l'évolution des déformations  $\epsilon_{xx}$  dans les zones de concentration de contrainte [128]. Il permet de rendre compte des discontinuités préexistantes ou qui apparaissent dans les mortiers pendant leur déformation et entraînent sa rupture (porosités et microfissures) [165]. Le degré d'endommagement  $D_f$  est compris entre 0 pour un matériau sain et 1 pour un matériau rompu. Il a été défini pour chaque cas de charge par la formule :

$$D_f = \frac{\bar{\epsilon}}{\epsilon_{max}} [127], [128]$$

Avec :

$$\bar{\epsilon} = \frac{1}{m} \sum_{i=1}^m (\epsilon_{xx})_i - \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (\epsilon_{xx})_i \text{ pour les images obtenues pour chaque cas de charge}$$

- où  $m$  correspond au nombre de points de calcul sur la surface de calcul
  - et  $n$  au nombre de points équivalant au 5% de points de déformations les plus élevées.
- $\overline{\varepsilon_{max}} = \bar{\varepsilon}$  pour le cas de charge maximale

Le suivi de l'évolution de ce degré  $D_f$  avec le chargement a permis aux auteurs de mettre en évidence les trois phases du processus d'endommagement des matériaux [127], [164] comme indiqué par exemple dans le cadre des travaux de Zhao *et al.* [127] en Figure I.24:

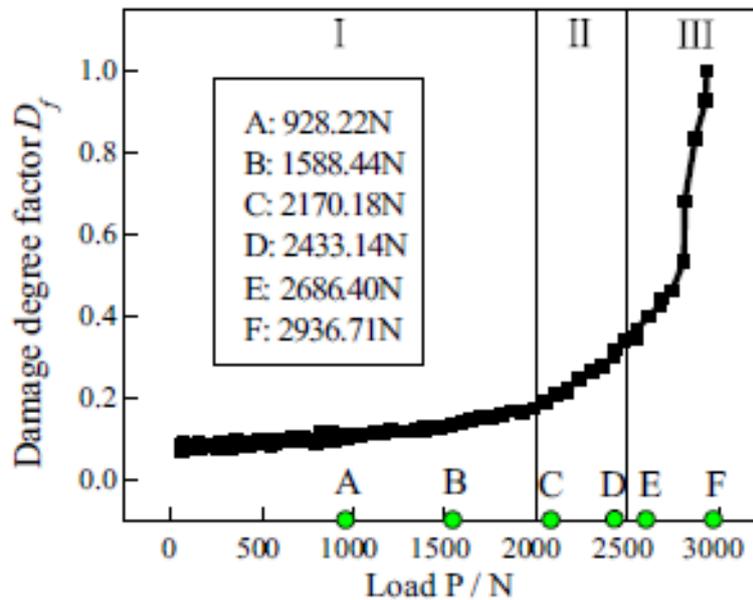


Figure I.24 : Evolution du degré d'endommagement en flexion  $D_f$  en fonction de la charge [127]

- Phase I : Initiation des microfissures

Au début du chargement, l'échantillon est complètement soumis à de la compression en partie haute de l'éprouvette et à de la traction en partie basse. Les déformations dues à ces contraintes sont faibles pour le matériau. Zhao *et al.* [127] situent la fin de cette étape au point A de sa courbe force-déplacement et le champ de déformation associé est donné en Figure I.23. Avec l'augmentation de la charge (jusqu'au point B), des localisations de déformations  $\varepsilon_{xx}$  dues à des concentrations de contrainte de traction apparaissent en partie basse de l'éprouvette. Les concentrations de contraintes apparaissent aléatoirement dans les zones les plus faibles du matériau qui, selon certains auteurs, se situent de manière prépondérante au niveau des ZTI [166]–[168]. Avec l'augmentation de la charge, ces concentrations de contrainte atteignent localement une contrainte supérieure à la résistance du matériau ce qui entraîne l'apparition de microfissures ou la propagation de celles formées durant la cure du matériau. Avec l'apparition ou la propagation de ces microfissures, la contrainte de traction se relâche, la déformation se rétracte et d'autres zones de

localisation se forment ailleurs pour donner lieu à une diffusion des microfissures dans le matériau. Durant cette phase d'initiation des microfissures qui dépend principalement de la résistance de la matrice cimentaire et des ZTI, on observe un ajustement constant de la relation contrainte-déformation dans le matériau. Liu *et al.* [164] situent la limite supérieure de cette première phase d'endommagement à environ 35 % de la résistance en flexion de leur béton ordinaire alors que Zhao *et al.* [127] le placent à 66% pour leur micro-béton. Le degré  $D_f$  y est très faible ( $< 0,1$ ) car la grande majorité d'énergie apportée par le chargement est accumulée à l'intérieur de l'éprouvette sous forme d'énergie de déformation élastique et que seule une petite partie est dissipée sous forme d'énergie d'endommagement et de déformation plastique responsable de la perte de résistance du matériau.

- Phase II : Evolution des macro-fissures

Au début de cette phase, l'ajustement contrainte-déformation a eu lieu dans toutes les zones faibles de l'éprouvette. Des zones de concentration de contrainte plus étendues, en nombre plus réduit, apparaissent dans des zones faibles situées en partie basse de l'éprouvette où les microfissures se développent pour devenir des macro-fissures (point C). Ces zones supportent la contrainte et dissipent l'énergie ce qui entraîne un relâchement des contraintes et une diminution des déformations dans le reste de l'éprouvette. L'augmentation de la charge entraîne une augmentation des déformations dans les zones de concentration de contrainte. L'expansion des macro-fissures est empêchée dans un premier temps par la résistance de la matrice et des granulats mais avec l'augmentation de la charge, ces dernières finissent par s'ouvrir [128] et se propager en suivant le chemin des zones les plus faibles [127], [128]. Cette propagation n'est donc pas en ligne droite mais comporte des bifurcations plus ou moins importantes et de ce fait une tortuosité plus ou moins élevée. Cette phase d'évolution des macro-fissures correspond au début de l'endommagement de l'éprouvette et dépend donc principalement de la résistance de la matrice cimentaire et des granulats. Le rapport de conversion de l'énergie de chargement en énergie de déformation élastique y diminue alors que celui de conversion de l'énergie dissipée sous forme d'énergie thermique de friction, de surface de rupture et de déformation plastique augmente [127]. Zhao *et al.* [127] ainsi que Liu *et al.* [128] situent la limite supérieure de cette phase respectivement à 84 % et 91 % de la résistance en flexion pour un degré d'endommagement d'environ 0,35. Il s'agit du stade transitoire de la déformation élastique-plastique [127].

- Phase III : Propagation de la fissure principale

La zone de localisation de la fissure principale responsable de la rupture est définie au début de cette phase (point E). Le degré d'endommagement augmente alors rapidement du fait de l'augmentation de la proportion d'énergie dissipée. A ce stade, la capacité de stockage de l'énergie élastique de l'éprouvette diminue et lorsqu'elle devient égale à l'énergie de chargement pour la force maximale, l'éprouvette est rompue (Point F). Cette phase se situe dans la portion de courbe correspondant aux déformations plastiques. Une fois la résistance maximale atteinte, une chute est observée dans le chargement, les déformations s'annulent dans le reste de l'éprouvette et la fissure principale continue de se propager sur toute la hauteur de l'éprouvette [128].

### I.3.3.2.2. Dissipation d'énergie

Le résumé du processus d'endommagement implique que ce phénomène soit lié à celui de la dissipation de l'énergie. Durant la phase I de comportement élastique, la majorité de l'énergie apportée par la charge est absorbée sous forme d'énergie élastique. Au cours de la phase II de comportement élastique-plastique, le taux d'énergie absorbée sous forme d'énergie de déformation élastique diminue tandis qu'une partie de l'énergie de chargement est dissipée notamment sous forme d'énergie de déformation plastique. Durant la dernière phase de comportement plastique, le taux d'énergie dissipée augmente rapidement tandis que celui de l'énergie élastique stockée continue de diminuer.

L'énergie apportée par le chargement peut être déterminée comme l'aire située sous la courbe force-flèche [128], [169].

### I.3.3.2.3. Caractéristiques géométriques des fissures

A partir des champs de déplacements ou de déformations transversaux, une présentation visuelle du motif de fissuration peut être obtenue en jouant sur l'échelle de couleurs illustrant ces champs (Figure I.25). Une étude combinée de ces deux champs cinématiques permet d'étudier les caractéristiques géométriques des fissures.

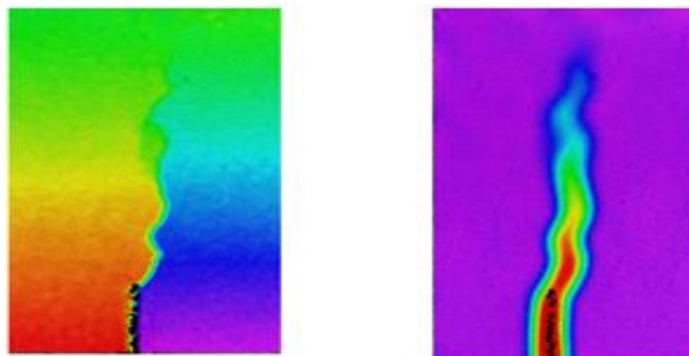
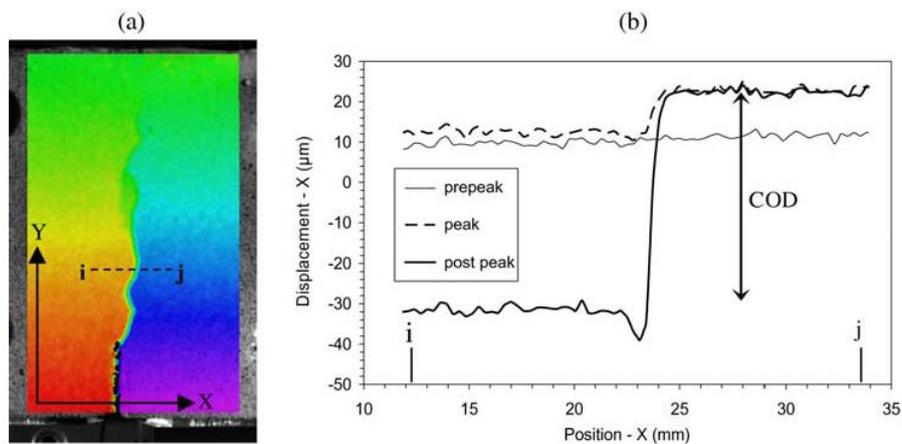


Figure I.25 : Identification d'une fissure par la discontinuité du champ de déplacement (gauche) ou la localisation de la déformation dans le champ de déformation  $\epsilon_{xx}$  (droite) [170]

Une fissure est identifiée lorsqu'un saut supérieur à une valeur seuil apparaît dans la répartition des déplacements transversaux sur une ligne donnée [58], [171]. Un exemple en est donné en Figure I.26. Ces sauts correspondent à des pics dans le tracé des déformations principales ou des déformations transversales par rapport à la direction de chargement [161], [162]. Les fissures n'étant pas linéaires et n'ayant pas une largeur uniforme sur toute leur longueur, leurs positions et leurs ouvertures sont en général déterminées en des points spécifiques dans la hauteur de l'éprouvette.



*Figure I.26 : Champs de déplacement avec définition de la ligne i-j de mesure de l'ouverture de fissure (a) et profil du déplacement  $\epsilon_{xx}$  sur cette ligne (b) [170]*

Les méthodes choisies pour déterminer l'emplacement des fissures sont en général celles plus visuelles de l'observation des discontinuités dans la cartographie des champs de déplacement [121], [143], [154] ou de déformation [126], [155] (Figure I.25). Certains auteurs le déterminent aussi grâce au tracé de la courbe du déplacement dans la direction de fissuration en fonction de la coordonnée suivant cette même direction (Figure I.26) [155], [170].

Muller *et al.* [58] ont déterminé les positions de leurs fissures par une méthode numérique. Ils ont calculé sur une même ligne et de pixel à pixel la différence entre deux déplacements voisins suivant la direction de fissuration. Ils ont ensuite déterminé la position de chaque fissure comme l'abscisse à laquelle cette différence est maximale. Deux auteurs ont déterminé l'emplacement de leurs fissures en identifiant les pics de déformation pour des zones données. Ils ont considéré que tous les points pour lesquels les valeurs de déformations principale ou transversale sont supérieures à une valeur seuil donnée se trouvent dans une zone fissurée [161], [162]. Le point où cette valeur est maximale a été considéré comme celui de l'emplacement de la fissure. La détermination de la valeur seuil n'est pas évidente et la plupart des auteurs ne présentent pas la méthode utilisée pour la trouver. Deux auteurs ont présenté leurs méthodes dans le cadre de travaux sur des corps d'épreuve

de dimensions importantes (plusieurs dizaines de cm) fissurés [161], [162]. Dans le cadre des travaux de Ruocci *et al.* [162] la valeur seuil est définie par zones de mesure comme la somme du bruit de fond et de la valeur moyenne des déformations sur la zone concernée. Pour Gehri *et al.* [161], cette valeur seuil dépend du bruit de fond et de la valeur de déformation maximale élastique mesurée au préalable pour le même matériau sollicité en traction.

Une fois l'emplacement de fissure obtenu, la détermination de son ouverture peut aussi se faire de différentes manières. En général, elle est considérée comme équivalente à l'amplitude du saut de déplacements [155], [170] comme illustré en Figure I.26. En général, le saut n'est pas parfaitement défini du fait des erreurs de corrélation plus importantes aux lèvres de la fissure. De ce fait, deux points de mesure situés de part et d'autre de la fissure doivent être déterminés pour le mesurer. Il convient de les placer en dehors de la fissure à des endroits où les erreurs de corrélation sont moindres tout en évitant qu'ils ne se situent dans les autres fissures se trouvant à proximité [161], [162], [170]. Malgré une acceptation de ce raisonnement dans la plupart des travaux étudiant l'ouverture des fissures par CIN, la méthodologie de détermination des deux points de mesure varie d'une étude à une autre.

Muller *et al.* [58] ont déterminé les ouvertures de manière numérique, en partant des fissures et en faisant de part et d'autre des différences de déplacement de pixel à pixel jusqu'aux pixels où ces différences sont inférieures à une valeur seuil (5  $\mu\text{m}$  dans leurs cas). Ils ont alors considéré que l'ouverture de la fissure correspond à la différence dans le déplacement de ces deux points. Dans le cadre des travaux de Michou [172], des régressions linéaires  $f$  et  $g$  ont été construites de part et d'autre de la fissure  $i$ , en un point  $x_i$  et l'ouverture  $\omega_i$  a été déterminée comme la différence  $\omega_i = f(x_i) - g(x_i)$ .

Pour des fissures occasionnées par des sollicitations inclinées d'environ  $45^\circ$ , Gehri *et al.*, [161] ont déterminé les points de mesure en fonction de la taille de leurs imagettes ( $ss$ ). Ils les ont placé à égale distance  $d/2$  de l'emplacement de la fissure avec  $d = \sqrt{2} \times ss$ . Dans le cadre des travaux de Ruocci *et al.* [162], ces deux points ont été choisis le plus proche possible de la position de la fissure et en fonction de leurs déformations qui doivent être équivalentes à la déformation moyenne de la zone d'étude concernée. L'ouverture de fissure déterminée dans le cadre de ces deux dernières études pour des corps d'épreuve de dimensions importantes est considérée comme un vecteur prenant en compte l'ouverture dans le plan normal au plan de fissuration (mode I de rupture) et le glissement dans le plan parallèle au plan de fissuration (mode II) [161], [162]. Gehri *et al.* [161] ont aussi pris en compte les rotations localisées au voisinage des fissures. Pour les essais réalisés sur des

éprouvettes de petites dimensions (quelques dizaines de mm) dans le cadre de ces travaux de thèse, ces différentes considérations ne seront pas nécessaires.

La caractérisation de la fissuration peut se faire en déterminant d'autres paramètres moins étudiés comme le nombre de fissures, l'espacement entre les fissures et leurs longueurs [121], [155]. Ces derniers critères sont généralement déterminés par observation des champs cinématiques. Pour une étude plus directe du processus de fissuration, certains auteurs déterminent aussi les ouvertures de fissure moyennes, maximales et totales [172]. Ces différentes valeurs peuvent aussi faciliter une comparaison entre deux matériaux.

Les différents critères de caractérisation sont la plupart du temps déterminés dans une configuration de fissuration stabilisée correspondant généralement au chargement maximal. En partant de cette configuration considérée comme la référence, une observation de l'évolution de ces paramètres en fonction de la contrainte reste possible pour un suivi plus complet du processus de fissuration du matériau testé, des petits chargements jusqu'à la rupture. La détermination de la charge précise qui correspond à la formation de chaque fissure reste toutefois difficile. Elle peut être réalisée en déterminant des valeurs seuils d'ouverture de fissure, de déformation principale ou de déformation transversale par rapport à la direction de chargement. Ruocci *et al.* [162] ont déterminé les charges de début de fissuration en étudiant la cinématique de chaque fissure en partant de la charge maximale et en fixant des valeurs seuils de nombre minimal de points dans une fissure et de distance maximale entre deux points caractérisant une fissure. Les critères de détermination de ces valeurs seuils n'ont pas été précisés.

La CIN est une technique de mesure âgée d'une quarantaine d'années et qui offre des possibilités intéressantes dans les domaines de recherche pour lesquels des mesures cinématiques sont nécessaires. La résolution et l'exactitude de ces mesures dépendent des conditions de réalisation des essais et des paramètres de calculs choisis comme le SS, le ST et le SW. Dans le domaine du génie civil, la détermination des champs de déplacement et de déformation offre la possibilité entre autres de tracer les courbes contrainte-déformation et d'en déduire le module d'élasticité des matériaux cimentaires ou encore d'étudier leur processus d'endommagement et de fissuration.

## I.4. Conclusion

Les sables de fonderie usés sont majoritairement composés de silice sous forme de quartz. D'autres éléments métalliques et des résidus de résines chimiques peuvent aussi y être présents en proportions variées. Leur granulométrie est plus fine que celle des sables naturels.

La possibilité de valoriser ces déchets, dans les matériaux cimentaires, en substitution des sables naturels a fait l'objet d'une vingtaine d'études. Elles ont mis en évidence une diminution de l'affaissement des bétons lors de l'utilisation de sables de fonderie à vert et une augmentation de ce paramètre pour un sable de fonderie chimique. L'influence des sables à vert sur les résistances mécaniques varie pour les taux de substitution entre 5 et 30 % selon les études. Au-delà de ce taux qui représente un optimum pour trois études, la tendance est généralement à la diminution. Les variations du module d'élasticité constatées pour des bétons contenant du sable de fonderie en comparaison aux bétons de référence sont inférieures à 15 %.

La plupart des auteurs considèrent la différence de granulométrie comme cause principale des modifications d'ouvrabilité et de propriétés mécaniques. La présence d'impuretés chimiques (aluminium métallique, chrome, résidus de résine phénolique), peu évoquée comme cause dans la littérature, pourrait aussi expliquer les pertes de résistance. En effet ces éléments chimiques peuvent influencer sur les réactions d'hydratation, les liaisons pâte-granulat, la porosimétrie ou encore la microfissuration des matériaux cimentaires. Dans le cadre de la valorisation des sables de fonderie dans les bétons, peu de travaux ont été trouvés concernant l'étude de l'effet de ces différents paramètres physico-chimiques de ces déchets sur les propriétés des matériaux cimentaires. De plus, l'effet des sables de fonderie sur les capacités de déformation et le processus de fissuration des matériaux cimentaires est encore peu étudié.

Dans ce contexte, l'objectif de ce travail de recherche est d'analyser l'influence d'un sable de fonderie chimique usé sur les propriétés des matériaux cimentaires. De ce fait une caractérisation physico-chimique exhaustive du sable de fonderie a été réalisée pour vérifier sa conformité comme granulat pour béton et mettre en évidence des paramètres influents potentiels. L'analyse de l'effet de ces différents paramètres et de certaines propriétés physico-chimiques des matériaux cimentaires a été réalisée à différentes échelles. Une attention particulière a été apportée à l'étude de l'évolution des résistances mécaniques et plus particulièrement des réponses sous sollicitations mécaniques de matériaux cimentaires avec l'incorporation du déchet.

## II. MATERIAUX, PRINCIPES ET PROCEDURES DES ESSAIS EXPERIMENTAUX

---

Ce chapitre est divisé en trois grandes parties. La première est consacrée à la présentation des matières premières utilisées ainsi qu'à celle des matériaux cimentaires formulés. La deuxième détaille les essais réalisés dans le but de caractériser les granulats utilisés et de déterminer l'influence du sable de fonderie étudié sur les propriétés mécaniques des matériaux cimentaires. Cinq propriétés sous sollicitations mécaniques ont particulièrement été déterminées lors d'essais normalisés couplés au suivi des champs cinématiques par CIN : la résistance en compression, la résistance en flexion, le module d'élasticité en compression, le processus d'endommagement en flexion ainsi que la morphologie de la fissuration. D'autres procédures expérimentales sont décrites. Elles sont destinées à mettre en évidence l'influence du sable de fonderie sur des propriétés physico-chimiques des mortiers à différentes échelles. La troisième partie de ce chapitre présente la méthodologie complète de la CIN pour obtenir et analyser les champs cinématiques.

## II.1. Matériaux

### II.1.1. Matières premières : ciment et granulats

Le ciment utilisé dans le cadre de ces travaux est un CEM I 52,5 N fourni par l'entreprise EQIOM du Groupe CRH. Son besoin en eau est de 30,2 % sur pâte pure et sa composition chimique est donnée en Tableau II.1. Sa fiche complète est aussi donnée en annexe (page 231).

Tableau II.1 : Composition chimique du ciment CEM I 52,5 N

Composant	Pourcentage massique	Composant	Pourcentage massique
<b>SiO<sub>2</sub></b>	20	<b>CO<sub>2</sub></b>	0,7
<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	4,8	<b>S--</b>	0,03
<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	3,1	<b>Cl-</b>	0,07
<b>CaO</b>	61,3	<b>CaO libre</b>	1,6
<b>MgO</b>	4,9	<b>Na<sub>2</sub>O éq actif</b>	1
<b>SO<sub>3</sub></b>	3,7	<b>Perte au feu</b>	0,8
<b>K<sub>2</sub>O</b>	1,12	<b>INS</b>	0,2
<b>Na<sub>2</sub>O</b>	0,26		

Les cinq granulats utilisés dans le cadre de ces travaux pour la fabrication des mortiers et des bétons sont présentés en Figure II.1. Leurs propriétés physico-chimiques sont données en chapitre 3 (page 131)

Le sable normalisé (SN) de classe granulaire 0/2 certifié NF EN 196-1 a été utilisé pour la fabrication de mortiers normalisés. Il a aussi été utilisé en association avec le Sable de Fonderie (SF) pour la fabrication de mortiers à base de sable de fonderie. Pour la formulation des bétons, le sable normalisé a été remplacé par un sable siliceux roulé (SC) de classe granulaire 0/4. Ce nouveau fuseau a permis d'assurer une continuité entre la granulométrie du sable et celle des deux gravillons siliceux roulés utilisés pour la formulation des bétons. Ces deux gravillons sont respectivement de classe granulaire 4/8 et 8/16.

Le sable de fonderie usé valorisé dans le cadre de ces travaux et utilisé dans la fabrication des mortiers et des bétons a été fourni par IKOS, une entreprise de traitement de sol. Il correspond à un mélange de trois sables de fonderie chimiques usés utilisés à l'origine pour diverses coulées de métaux au sein d'une entreprise d'aérospatial. Il a été traité afin de réduire sa teneur en phénol et en métaux lourds et de permettre son stockage comme déchet inerte selon l'annexe 2 de l'arrêté du 12 décembre 2014 [173]. Les résultats des essais de lixiviation réalisés avant le stockage de ce déchet sont présentés en annexes 2, 3 et 4 page 233. Ils ont aussi permis de montrer que sa teneur maximale en phénol est de 0,1 mg/kg de sable rapporté à la masse sèche sur lixiviat. L'article 14 de

l'arrêté du 16 juillet 1991 fixant la teneur maximale en phénol lixivié à 5 mg/kg pour une valorisation dans un produit à base de liants hydrauliques, ces résultats montrent la possibilité d'une valorisation du déchet dans le béton [174].



Figure II.1 : Granulats utilisés dans la fabrication des mortiers et bétons (SN : sable normalisé, SF : sable de fonderie, SC : sable de construction, G : gravillon)

Le sable de fonderie reçu dans un big bag et mélangé à différents autres éléments provenant du site de stockage tels que des cailloux, des vis et des déchets plastiques a été stocké en extérieur. La Figure II.2 présente la procédure régulièrement réalisée afin de préparer des échantillons de laboratoire homogénéisés nécessaires pour les essais de caractérisation physico-chimique du déchet ainsi que la fabrication des matériaux cimentaires. Dans un premier temps, une partie de ce sable a été prélevée en différents endroits du big bag puis mise à sécher au soleil dans un bac réservé à ce seul effet. Après séchage, différents prélèvements en des endroits variés du bac ont permis de constituer les échantillons de laboratoire d'environ 10 kg. Les échantillons de laboratoire ont été tamisés au tamis d'ouverture 2 mm afin d'écartier les éléments indésirables et de travailler avec un sable de fonderie appartenant au même fuseau que le sable normalisé.

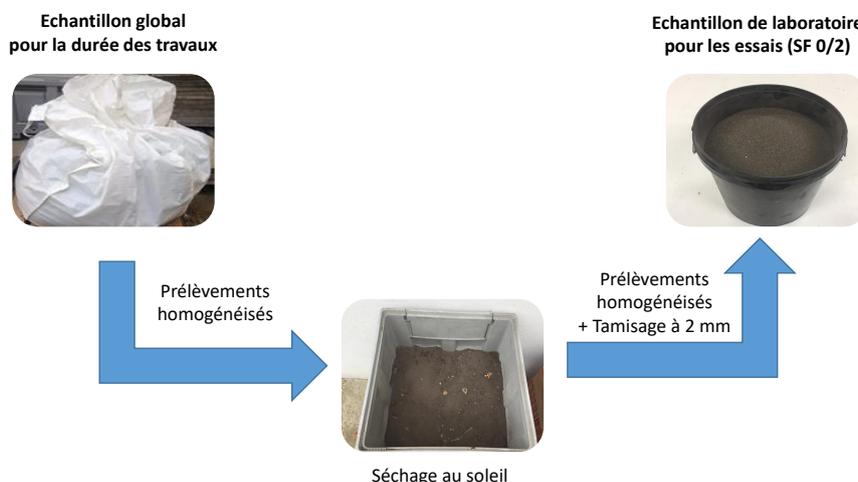


Figure II.2 : Préparation des échantillons de laboratoire pour SF 0/2

## II.1.2. Matériaux formulés : mortiers et bétons

Dans la formulation des bétons, le sable de fonderie est introduit uniquement en substitution du sable naturel. Afin de faciliter la mise en évidence de son influence sur les propriétés des matériaux cimentaires le choix a été fait, dans un premier temps, de s'affranchir de l'effet combiné des gravillons et d'étudier principalement l'effet de son incorporation sur des mortiers.

Dans le cadre de ces travaux, douze mortiers ont été réalisés. Trois formulations ont été étudiées en priorité et de manière approfondie afin de déterminer l'influence des sables de fonderie sur les propriétés des matériaux cimentaires :

- MN : mortier normalisé formulé selon la norme NF EN 196-1 [175] avec 100 % de SN 0/2 et un rapport E/C de 0,50 permettant d'obtenir une consistance normalisée selon la définition de la norme NF EN 413-2 [176] : enfoncement du plongeur de  $35 \pm 3$  mm. Ce mortier a été utilisé comme mortier de référence.
- MSF : mortier formulé avec un rapport E/C de 0,48 et un mélange de sables optimisé (SM) composé de 30 % en masse de sable de fonderie pris dans le fuseau 0/0,5 mm (SF 0/0,5) et de 70 % de sable normalisé pris dans le fuseau 0,5/2 mm (SN 0,5/2). Les raisons justifiant ce taux de substitution et ce choix de fuseaux granulométriques sont données au chapitre 3 dans la partie présentant les caractéristiques physiques des sables (page 133). Le choix a été fait de travailler à consistance normalisée car elle garantit une quantité d'eau suffisante pour une hydratation optimale des ciments et des formulations à ouvrabilité équivalente.
- MSFT : mortier formulé avec un rapport E/C de 0,60 à base de 100 % de SF 0/2 pour étudier les effets d'une substitution complète de SN 0/2.

Quatre autres mortiers ont été formulés afin d'étudier l'évolution de leurs résistances mécaniques en fonction du taux de substitution et du module de finesse du mélange de sables. Le rapport E/C a été ajusté pour chaque formulation afin d'obtenir une consistance normalisée sans ajout de superplastifiant. Ces quatre mortiers sont :

- MSF10 : mortier formulé avec 10 % de SF 0/0,5, 90 % de SN 0,5/2 et un E/C de 0,45
- MSF50 : mortier formulé avec 50 % de SF 0/0,5, 50 % de SN 0,5/2 et un E/C de 0,50
- MSF80 : mortier formulé avec 80 % de SF 0/0,5, 20 % de SN 0,5/2 et un E/C de 0,56
- MSF100 : mortier formulé avec 100 % de SF 0/0,5 et un E/C de 0,62

Deux mortiers ont été formulés à consistance et courbe granulométrique équivalentes pour déterminer l'influence de la granularité du sable de fonderie sur les variations de propriétés mécaniques des mortiers :

## Analyse multi-échelle de l'influence d'un sable de fonderie chimique sur les propriétés mécaniques de matériaux cimentaires

- MSF Granulo : mortier formulé avec un mélange de 30 % SF 0/0,5 et 70 % SN 0,5/2 ayant une courbe granulométrique équivalente à celle de SN 0/2 et un rapport E/C de 0,50. La correction a été réalisée en modifiant la granularité de SF 0/0,5 pour avoir une courbe granulométrique similaire à celle de SN 0/0,5.
- MN Granulo : mortier formulé avec 100 % de SN 0/2, un rapport E/C de 0,53 et une consistance équivalente à celle de MSF Granulo.

Les trois derniers mortiers ont permis de déterminer l'influence de la variation du rapport E/C et du fuseau de SF sur les résistances mécaniques pour un même taux de substitution :

- MSF\_0,50 : mortier formulé avec le même mélange de sables optimisé (SM) que MSF mais un rapport E/C de 0,50.
- MSF\_0/2 : mortier formulé à consistance normalisée avec un mélange de 30 % de SF 0/02 et 70 % de SN 0/2 et un rapport E/C de 0,52.
- MSFT : mortier formulé à consistance normalisée, un rapport E/C de 0,62 et 100 % de SF 0/2

La détermination de l'influence du rapport E/C et du fuseau de SF a été réalisée en comparant les valeurs obtenues pour ces trois mortiers à celles de MSFT, MSF100 ou MSF suivant le taux de substitution concerné.

*Tableau II.2 : Formulation des mortiers étudiés*

Mortiers	Ciment (g)	E/C	Consistance (mm)	SF 0/0,5 (g)	SN 0,5/2 (g)	SF 0/2 (g)	SN 0/2 (g)
<b>MN</b>	450	0,50	35	-	-	-	1350
<b>MSF</b>	450	0,48	38	405	945	-	-
<b>MSFT</b>	450	0,60	30	-	-	1350	-
<b>MSF10</b>	450	0,45	33	135	1215	-	-
<b>MSF50</b>	450	0,50	38	675	675	-	-
<b>MSF80</b>	450	0,56	34	1080	270	-	-
<b>MSF100</b>	450	0,62	34	1350	-	-	-
<b>MSF_0,50</b>	450	0,50	44	405	945	-	-
<b>MSF_0/2</b>	450	0,52	35	-	-	405	945
<b>MSFT_0,62</b>	450	0,62	34	-	-	1350	-
<b>MSF Granulo</b>	450	0,50	46	405*	945	-	-
<b>MN Granulo</b>	450	0,53	49	-	-	-	1350

\*Avec modification de la granularité

Les formulations et consistances des mortiers étudiés sont données au Tableau II.2. Hormis les modifications des courbes granulométriques des sables et les ajustements du rapport E/C précisés plus haut, les mortiers ont été fabriqués suivant les recommandations de la norme NF EN 196-1 avec

des sables secs [175]. Pour les essais réalisés à l'état durci, les éprouvettes ont été conservées en chambre humide pour une humidité relative supérieure à 90 %, puis démoulées à 24h. Après le démoulage, elles ont été conservées en cure normalisée pour une humidité relative de 100 % obtenue par immersion sous eau jusqu'aux échéances des différents essais.

Un béton de référence (BR) sans sable de fonderie de classes d'exposition XC3, d'affaissement S3 et de résistance C 30/37 a été formulé selon la méthode de Dreux-Gorisse [46]. A partir de cette formulation, 30 % du sable de construction a été substitué par du sable de fonderie pour produire un deuxième béton (BSF). Le rapport E/C est de 0,53 pour les deux matériaux cimentaires. Une correction granulométrique a été apportée au mélange de sables utilisé dans le BSF pour se rapprocher de la courbe granulométrique du sable de construction SC 0/4. Comme pour SM, cette correction est justifiée au chapitre 3 (page 133). Les formulations et affaissements des deux bétons sont donnés au Tableau II.3.

*Tableau II.3 : Formulations des bétons BR et BSF*

	<b>BR</b>	<b>BSF</b>
<b>SF 0/0,5</b>	/	221
<b>SC 0/0,5</b>	/	147
<b>SC 0,5/4</b>	/	368
<b>SC 0/4</b>	737	/
<b>G 4/8</b>	357	357
<b>G 8/16</b>	702	702
<b>Ciment</b>	390	390
<b>Eau</b>	206	206
<b>E/C</b>	0,53	0,53
<b>Affaissement</b>	14	16,5

## II.2. Principes et procédures de caractérisation des matériaux

### II.2.1. Procédure de préparation des échantillons de sable

Les échantillons utilisés pour la caractérisation des sables ont été prélevés selon deux méthodes inspirées de la norme NF EN 932-2 [177]. Pour la première méthode, une prise d'essai est obtenue directement à partir de l'échantillon de laboratoire (Figure II.3) par prélèvement homogénéisé et quartage. Cette méthode a été utilisée pour étudier la conformité des sables selon des essais de caractérisation recommandés par la norme NF EN 12620+A1 des granulats pour béton [26] (granulométrie, masse volumique, équivalent de sable, éléments solubles dans l'eau et dans l'acide et composés organiques).

Pour la deuxième méthode, un sous-échantillon de laboratoire d'une masse équivalente à 600 fois la masse de la prise d'essai et obtenu par prélèvements homogénéisés est réduit par quartage pour obtenir la prise d'essai. Cette procédure de préparation des prises d'essais a été utilisée uniquement pour les essais de caractérisation physico-chimiques nécessitant l'utilisation de prises d'essai de faible masse et réalisés en complément de ceux recommandés par la norme NF EN 12620+A1 [26].



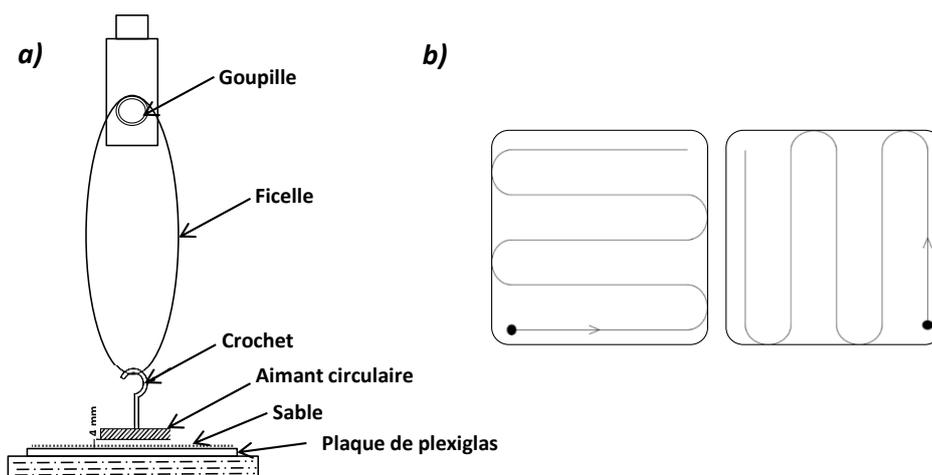
Figure II.3 : Préparation des prises d'essai pour les essais supplémentaires de caractérisation physico-chimique des sables

### Quantification des éléments métalliques présents dans le sable de fonderie

Le sable de fonderie contient généralement des éléments métalliques provenant majoritairement d'alliages de fer. Une méthodologie de caractérisation physico-chimique de ces particules métalliques ou des grains de sable agglomérés à ces particules métalliques a été mise en place dans le cadre de ces travaux. Elle consiste à séparer ces éléments particuliers de tous les grains composant un échantillon donné de sable de fonderie, à quantifier leur pourcentage par différence de masses et à déterminer leur distribution granulométrique ainsi que les différentes morphologies et compositions chimiques qu'ils peuvent avoir. Cette partie présente la procédure mise en place

pour la séparation physique de ces particules par aimantation et leur quantification. La caractérisation physico-chimique de ces particules a été réalisée grâce à différentes techniques présentées ci-après.

La procédure de séparation physique et de quantification a été réalisée sur une prise d'essai de 20 g de SF 0/2 par essai unitaire sur dix éprouvettes d'environ 2 g testées séparément. La prise d'essai a été obtenue par la procédure de réduction présentée en Figure II.3 et la séparation des particules magnétisables a été réalisée selon le schéma présenté en Figure II.4.



*Figure II.4 : Schémas du montage (a) et du déplacement de la plaque (b) pour la procédure d'aimantation*

Cette séparation a été réalisée pour chaque éprouvette d'environ 2 g en disposant le sable de fonderie en une fine couche répartie sur une plaque de plexiglas et en maintenant un aimant au-dessus. La plaque de plexiglas de forme carrée est de 98 mm de cotés afin de lui permettre de passer par l'ouverture de la balance de précision de  $10^{-3}$  g utilisée. C'est cette contrainte ainsi que la nécessité d'étaler le sable en une fine couche qui ont déterminé la masse maximale de 2 g retenue pour les éprouvettes. L'aimant utilisé est circulaire avec un diamètre de 36 mm et un crochet situé à son extrémité et accroché à une ficelle placée autour d'un support fixe permet de le maintenir suspendu au-dessus de l'échantillon. Il a été recouvert d'une couche de papier aluminium dans le but d'avoir une surface lisse et d'éviter que des particules ne restent coincées dans les rainures. Afin de ne pas modifier la capacité d'aimantation à chaque essai, l'aimant a été maintenu à une distance constante pour tous les essais. Des essais préliminaires ont permis d'optimiser cette distance à 4 mm afin de garantir une proximité suffisante pour attirer un maximum de particules tout en évitant de toucher les grains de sable. La plaque de plexiglas a été déplacée sous l'aimant de manière à couvrir toute la surface de l'échantillon. Le schéma d'aimantation est fourni en Figure II.4.b. Les particules magnétisées ont été régulièrement enlevées de la surface du papier aluminium et stockées dans un récipient préalablement pesé. L'aimantation a été considérée complète lorsqu'après plusieurs

passages successifs de l'aimant au-dessus de l'éprouvette de sable remaniée, aucun gain de particules n'était plus constaté.

La quantification totale de la proportion des particules magnétisables contenue dans la prise d'essai a été obtenue en réalisant une somme des masses de particules magnétisables pour chaque éprouvette d'environ 2 g et en exprimant cette somme en pourcentage de la masse initiale de la prise d'essai (20 g).

## II.2.2. Caractérisation chimique des matériaux

### II.2.2.1. Eléments solubles dans l'eau et dans l'acide présents dans les sables

En raison de leur influence sur la durabilité des matériaux cimentaires, la norme NF EN 12620+A1 [26] recommande de déterminer les teneurs en chlorures et en sulfates dans les sables.

La teneur en ions chlorures solubles dans l'eau a été déterminée suivant la méthode de Mohr décrite dans l'article 9 de la norme NF EN 1744-1 [178]. Pour chaque sable étudié, l'essai a été réalisé sur trois éprouvettes. Le principe consiste à extraire à l'eau les ions chlorures présents dans une prise d'essai puis à titrer le chlorure avec une solution de nitrate d'argent ( $\text{AgNO}_3$ ) en utilisant du chromate de potassium ( $\text{K}_2\text{CrO}_4$ ) comme indicateur. Au début du titrage, les ions  $\text{Ag}^+$  sont consommés pour réagir avec les ions  $\text{Cl}^-$ . Une fois l'équivalence atteinte, les ions  $\text{Ag}^+$  réagissent alors avec les ions  $\text{CrO}_4^{2-}$  pour donner un précipité de couleur rouge brique. La formule permettant de déterminer la teneur en ions chlorures solubles dans l'eau (C) est :

$$C = 0,01 \times 0,03545 \times V_g \times W \times 4$$

Avec :

- $V_g$  : Volume de  $\text{AgNO}_3$  0,01 mol/l (en ml)
- $W$  : Rapport eau/sable

L'essai de détermination de la teneur en soufre total a été réalisé sur deux éprouvettes pour SN 0/2, SF 0/2 et SM 0/2 selon la procédure décrite en l'article 11.1 de la norme NF EN 1744-1 [178]. Le principe consiste à oxyder en sulfates tous les composés du soufre présents dans le sable en traitant une prise d'essai au peroxyde d'hydrogène et à l'acide chlorhydrique. Les ions sulfates sont ensuite identifiés en ajoutant quelques gouttes de chlorure de baryum pour former un précipité blanc de sulfate de baryum  $\text{BaSO}_4$ . La teneur en soufre est déterminée par gravimétrie et exprimée en pourcentage massique du sable à 0,1 % près. La formule permettant cette détermination est :

$$S = \frac{m_5}{m_4} \times 13,74$$

Avec :

- $m_5$  : la masse du précipité (en grammes)
- $m_4$  : la masse de la prise d'essai (en grammes)

#### II.2.2.2. Composés organiques des sables affectant la prise et le durcissement du ciment

Lorsqu'ils sont en quantités trop importantes, certains constituants des granulats peuvent porter préjudice au taux d'hydratation du ciment et modifier les temps de prise résultant alors en une perte de résistance du béton. Deux de ces constituants sont des composés organiques dont l'importance de leurs teneurs a été déterminée comme cela est recommandé par la norme des granulats pour béton [26]. Cette détermination qualitative a été réalisée pour trois éprouvettes de SN 0/2, SF 0/2 et SM 0/2 suivant l'article 15 de la norme NF EN 1744-1 [178].

Les matières humiques résultent de la décomposition des résidus animaux et végétaux dans les sols. Leur teneur dans les granulats est estimée de manière qualitative par la couleur qui se forme lorsque le sable est agité dans une solution de NaOH et mis à reposer 24h. Un mélange sable-solution NaOH peu coloré ou moins coloré que la solution étalon spécifiée signifie alors que la teneur en matières humiques dans le sable est peu considérable.

Certains constituants des matières humiques, les acides fulviques ont un effet retardateur sur l'hydratation du ciment [178]. En se dissolvant dans de l'acide chlorhydrique, ces acides présentent une couleur particulière. Le principe de la méthode de détermination de leur teneur dans le sable se base sur la comparaison de l'intensité de la couleur de ce mélange d'acides à celle d'une solution étalon.

#### II.2.2.3. Fluorescence X

La technique de fluorescence X consiste à exciter les atomes présents dans l'échantillon à analyser à l'aide d'un faisceau de rayons X. Afin de revenir à leur état fondamental stable, ces atomes libèrent de l'énergie notamment sous forme de photons X de longueurs d'onde et d'énergie spécifiques. Ce phénomène d'émission secondaire de rayons X caractéristiques des atomes de l'échantillon est ce qu'on appelle la fluorescence X. Son analyse en comparaison avec un étalon permet de déterminer la composition chimique élémentaire en concentration massique de l'échantillon. Cette technique permet de déterminer la présence d'un grand nombre d'éléments du tableau périodique avec un seuil de détection de quelques ppm soit environ 0,0001 % [179]. Les éléments chimiques recherchés ne pouvant se lier à aucune molécule d'eau ou de carbone, la composition est donnée sous forme d'oxydes avec une précision de 0,1 %.

Cette technique a été utilisée pour déterminer les compositions chimiques de SN 0/2, SF 0/0,5 et SF 0/2 après détermination de la perte au feu à 1000°C. Les échantillons testés obtenus par la procédure de réduction présentée en Figure II.3 (page 101) ont été broyés à 80 µm. Les analyses ont été réalisées à l'aide du spectromètre à dispersion de longueur d'onde S4 Explorer de la marque Bruker avec une précision de 0,1%.

#### II.2.2.4. Diffraction des rayons X

L'interaction entre un faisceau de rayons X et un composé cristallin donne lieu à des interférences constructives ou destructives entre les ondes diffusées (déviées) par chaque atome constituant la matière. Suivant la direction de l'espace, ces interférences donnent lieu à des flux de photons X d'intensité plus ou moins élevées. Ces variations forment le phénomène de diffraction de rayons X. Les directions de diffraction dans lesquelles les interférences sont constructives du fait de l'alignement des phases sont déterminées par la loi de Bragg [180].

$$2d \sin(\theta) = n\lambda$$

Avec :

- d : distance interréticulaire (entre deux plans cristallographiques)
- $\theta$  : angle entre le faisceau et la surface de l'échantillon
- n : nombre entier représentant l'ordre de diffraction
- $\lambda$  : longueur d'onde de radiation

Les résultats des flux détectés dans ces directions sont retranscrits sous forme de diffractogrammes qui présentent les pics de l'intensité du signal diffracté en fonction de  $2\theta$ . La position et l'intensité relative de chaque pic est caractéristique de la structure atomique de la matière ce qui permet la détermination de la composition cristallographique du matériau. Pour un matériau composé de plusieurs phases cristallines, la procédure d'identification des différentes phases se fait en comparant les pics obtenus avec ceux contenus dans une base de données. Il convient par la suite de valider les différentes phases selon la composition chimique du matériau.

Les compositions cristallographiques des sables ont été déterminées sur poudre après broyage et tamisage à 80 µm. L'équipement utilisé est le diffractomètre D8 Advance du groupe Bruker avec un rayonnement au cuivre ( $\text{Cu K}\alpha$ ,  $\lambda=1.54506 \text{ \AA}$ ). Les acquisitions ont été effectuées avec un pas d'environ  $0,0175^\circ$  et un temps de comptage de 2 secondes par pas. Les résultats obtenus ont été exploités en utilisant le logiciel Diffrac EVA<sup>®</sup>. Le sable de fonderie a été étudié dans les fuseaux 0/2

et 0/0,5 mm et le sable normalisé dans son fuseau 0/2 mm. Trois échantillons ont été testés pour chaque sable pris dans son fuseau d'étude.

### II.2.2.5. Microscopie électronique à balayage

La microscopie électronique à balayage repose sur l'interaction électrons-échantillon. Les électrons provenant d'un faisceau électronique balayent la surface de l'échantillon qui réémet un signal composé entre autres d'électrons secondaires, d'électrons rétrodiffusés et de rayons X. La détection des électrons secondaires réémis par la matière lors de l'impact des électrons du faisceau est le mode classique pour obtenir des informations sur la topographie et la morphologie de la zone observée. La détection des électrons rétrodiffusés (BSE pour « *BackScattered Electron* » en anglais) offre des informations supplémentaires grâce au contraste chimique lié au poids atomique. Les zones contenant des atomes lourds (numéro atomique élevé) comme les atomes d'éléments métalliques apparaissent plus claires que celles contenant des atomes plus légers comme ceux de la silice ou du carbone.

Lorsqu'elle est associée à la spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie, la microscopie électronique à balayage permet de déterminer les éléments chimiques en présence grâce à la détection des rayons X dont l'énergie est caractéristique de la nature chimique des atomes. Grâce au balayage du faisceau d'électrons, une cartographie est alors possible.

Le microscope électronique à balayage utilisé dans le cadre de ces travaux est un microscope électronique à pression contrôlée Philips XL30 ESEM équipé d'un canon à électrons à filament de tungstène et associé à un module de spectroscopie à dispersion d'énergie (MEB-EDS). Des échantillons de sables et de mortiers ont été analysés avec un détecteur BSE et sous vide poussé (« *High Vacuum* » en anglais) pour une pression inférieure à  $4 \times 10^{-5}$  mbar. La qualité des images ainsi que la fiabilité des analyses chimiques obtenues au MEB-EDS dépendent de la qualité de surface de l'échantillon qui doit être de préférence plat et conducteur afin de pouvoir évacuer les électrons. Une préparation des surfaces observées a donc été effectuée.

Pour la caractérisation des sables, deux types d'échantillons ont été analysés. Pour SN, SF et les particules aimantées, les grains ont été enrobés dans de la résine qui a été polie après durcissement. L'appareil de polissage utilisé est la machine automatique Mecatech 234 de la marque Presi et les papiers abrasifs sont les papiers de classes FEPA 180 à 1200. La conductivité des échantillons a été garantie en mélangeant préalablement la résine avec de la poudre de nickel. La Figure II.5 présente une image des échantillons après polissage. L'enrobage dans de la résine et le polissage des grains permet une meilleure fiabilité des déterminations chimiques en mode électrons

rétrodiffusés (BSE) mais l'analyse chimique n'est réalisée que sur un volume réduit des particules dont on ne voit que la surface qui a été modifiée par le polissage. Pour une caractérisation plus complète du sable de fonderie, des essais complémentaires ont été réalisés sur des échantillons de particules aimantées attachés à un scotch de carbone puis analysés sur presque tout leur volume directement après avoir été métallisés par un flash d'or. Aucun enrobage ni polissage n'a été appliqué.



Figure II.5 : Echantillon d'éprouvettes de sables enrobés dans de la résine avec de la poudre de nickel pour une étude au MEB-EDS

La caractérisation chimique, au MEB-EDS, des mortiers MN et MSF représente une partie de la procédure illustrée en Figure II.6 et mise en place pour la caractérisation de la microstructure de ces matériaux.

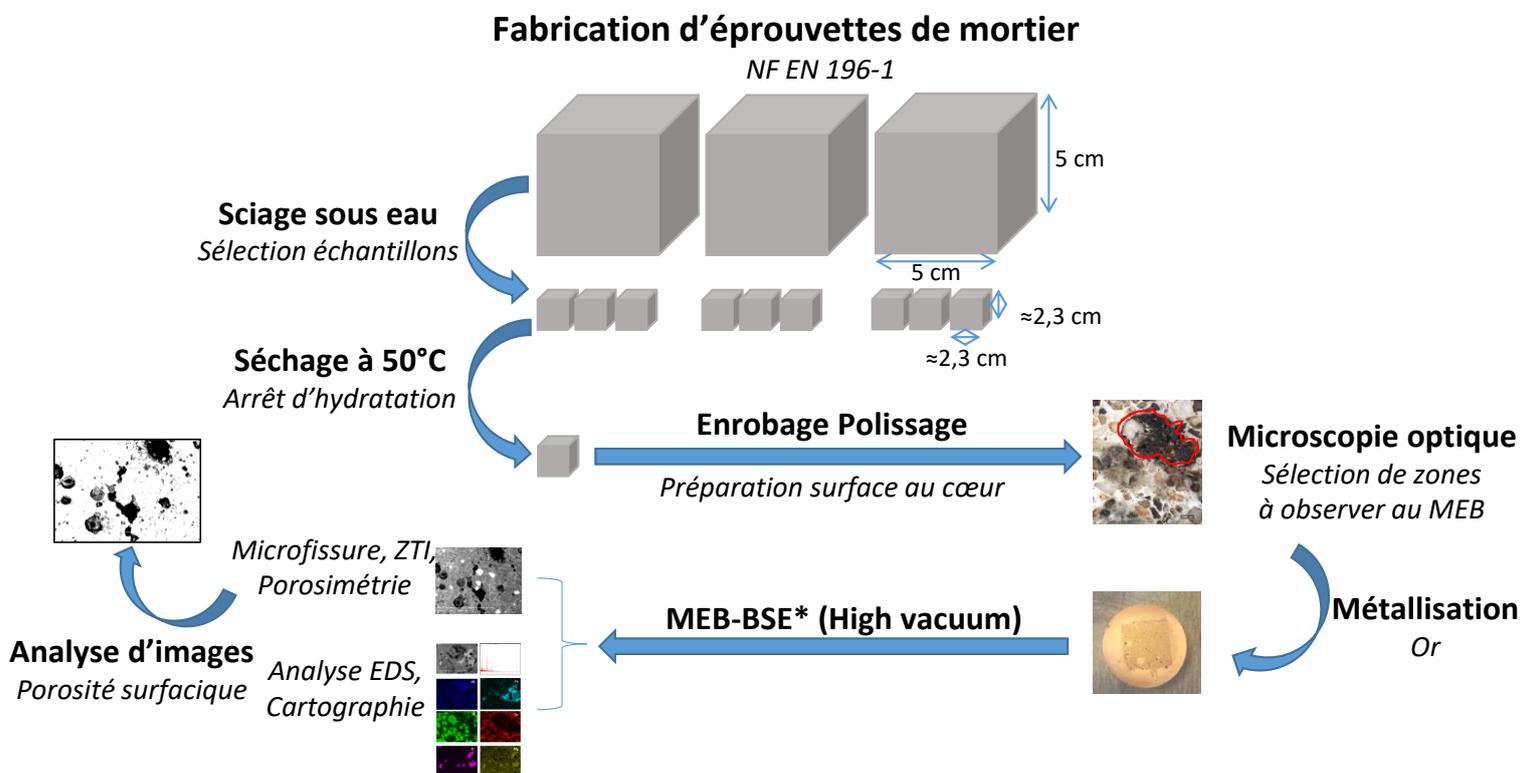


Figure II.6 : Schéma de la procédure pour l'analyse de la microstructure des mortiers (procédure pour une formulation)

Pour chaque formulation, trois éprouvettes de mortier de 5 cm de côté et âgées de 100 jours ont été sciées sous eau pour obtenir huit échantillons d'environ 2,3 cm de côté. Pour chacune de ces éprouvettes de 5 cm de côté, deux des huit échantillons ont été sélectionnés puis enrobés dans une résine époxy. Un polissage similaire à celui des échantillons de sables a été réalisé sur une des surfaces situées au cœur du matériau et retenue pour l'observation au MEB. De l'acétone a été utilisé comme lubrifiant afin d'éviter toute hydratation involontaire des matériaux. Pour chaque échantillon une observation préalable de la surface polie, sous microscope optique, a permis de sélectionner des zones d'intérêt à observer pour la caractérisation chimique des grains de sable et celle des ZTI entre la pâte de ciment et ces grains. La surface a ensuite été métallisée par un flash d'or. Les zones d'intérêt sélectionnées ont été observées pour différents grossissements et des cartographies des éléments chimiques en présence ont été réalisées.

### II.2.3. Caractérisation physique des matériaux

#### II.2.3.1. Morphologie des sables

La morphologie des matériaux a été étudiée par observations microscopiques. Le microscope numérique HIROX a été utilisé en complément du MEB. Il s'agit d'un microscope optique équipé d'une caméra qui affiche l'image acquise numériquement sur un écran. Il permet l'enregistrement de photos en couleurs, l'observation en 3D ainsi que la mesure directe de dimensions avec affichage et enregistrement des valeurs. L'étude de la morphologie et de la teinte des sables et des particules aimantées a été réalisée pour des échantillons enrobés dans de la résine puis polis ainsi que des échantillons bruts non-enrobés et observés sur tous leurs volumes. Les échantillons de mortiers observés ont tous été enrobés dans la résine puis polis.

#### II.2.3.2. Granulométrie

Les essais de granulométrie sur les sables et les gravillons ont été réalisés par tamisage selon la norme NF EN 933-1 [181]. Les ouvertures des tamis utilisés ont été de :

- 0,063 - 0,080 - 0,125 - 0,160 - 0,250 - 0,50 - 1 - 1,6 - 2 mm pour SN 0/2, SF 0/2 et SM 0/2
- 0,063 - 0,80 - 0,125 - 0,250 - 0,50 - 1 - 2 - 4 - 5,6 mm pour SC 0/4 et SMC 0/4
- 4 - 5,6 - 8 - 11,2 - 16 - 20 mm pour les gravillons.

La teneur en fines des sables a été déterminée par lavage au tamis à 63 µm. Leur module de finesse a également été calculé suivant la formule donnée par la norme NF EN 12620+A1 [26] :

$$FM = \frac{1}{100} \sum Refus\ cumulés\ en\ \% \text{ des tamis } (0,125 - 0,25 - 0,5 - 1 - 2 - 4)$$

Les résultats présentés correspondent aux moyennes obtenues pour trois échantillons dans le cas de SN 0/2, SF 0/2, SM 0/2 et des granulats utilisés dans les bétons.

Les courbes et le module de finesse des mélanges de sables utilisés dans les mortiers MSF10, MSF50, MSF80 et MSF100 ont été obtenus de manière théorique par un calcul basé sur les résultats obtenus pour SN 0/2 et SF 0/2. La validité du calcul a été confirmée en comparant les résultats expérimentaux obtenus pour SM 0/2 aux résultats théoriques obtenus par le même procédé.

La granulométrie des particules aimantées a été déterminée par mesure directe sur les particules. Pour chaque éprouvette de 2 g, les particules magnétisées retenues ont été observées au microscope numérique. Une étude des différentes morphologies des grains retenus ainsi qu'une mesure statistique de leur dimension a été réalisée. La dimension a été déterminée sur la diagonale de 200 particules par éprouvette soit un total de 2000 mesures pour la prise d'essai de 20 g. Un exemple de quelques mesures est présenté en Figure II.7 avec une photo du microscope optique. La détermination de la granularité a été réalisée grâce à cette méthode car au vu de la quantité de particules aimantées pour la prise d'essais de 20 g, cette détermination était difficilement envisageable par les moyens classiques de tamisage ou de granulométrie laser.



Figure II.7 : Microscope optique (HIROX) et exemple de mesure des dimensions des particules aimantées

### II.2.3.3. Masses volumiques et coefficient d'absorption d'eau des granulats

Trois types de masses volumiques ont été déterminées pour les granulats suivant la norme NF EN 1097-6 [182] : la masse volumique absolue, la masse volumique saturée surface sèche et la masse volumique réelle. Le coefficient d'absorption d'eau des granulats a aussi été déterminé suivant cette norme afin de calculer la quantité d'eau absorbée par ces derniers et celle réellement disponible pour l'hydratation du ciment. Le principe consiste à immerger les granulats dans un pycnomètre rempli d'eau pendant 24h afin qu'ils atteignent un état supposé saturé. Les granulats saturés sont ensuite séchés en surface puis totalement. Pour les sables, l'état saturé surface sèche est obtenu à

l'aide d'un sèche-cheveux et estimé en observant l'affaissement des grains après soulèvement d'un cône dans lequel ils ont été préalablement tassés. Pour les gravillons, il est obtenu en les séchant d'abord doucement en surface à l'aide de deux chiffons puis en les laissant sécher à l'air libre tout en gardant un aspect humide. L'état sec est obtenu après mise à l'étuve à 110 °C et suivi de l'évolution de la masse jusqu'à une masse constante. Les masses volumiques et le coefficient d'absorption sont déterminés suivant les formules données par la norme [182] :

Masse volumique absolue  $\rho_a = \rho_w \frac{M_4}{M_4 - (M_2 - M_3)}$

Masse volumique réelle séchée à l'étuve  $\rho_{rd} = \rho_w \frac{M_4}{M_1 - (M_2 - M_3)}$

Masse volumique réelle saturée surface sèche  $\rho_{ssd} = \rho_w \frac{M_1}{M_1 - (M_2 - M_3)}$

Coefficient d'absorption d'eau :  $WA_{24} = \frac{100 \times (M_1 - M_4)}{M_4}$

Avec :

- $M_1$  : Masse dans l'air des granulats saturés et superficiellement secs (en grammes)
- $M_2$  : Masse du pycnomètre contenant l'échantillon de granulats saturés et l'eau (en grammes)
- $M_3$  : Masse du pycnomètre rempli d'eau uniquement (en grammes)
- $M_4$  : Masse de la prise d'essai séchée à l'étuve dans l'air (en grammes)
- $\rho_w$  : Masse volumique de l'eau

Contrairement au fuseau 0,063/4 mm spécifié par la norme, le fuseau étudié pour les sables est compris entre 0 et 4 mm pour SC 0/4 et entre 0 et 2 mm pour SN 0/2, SF 0/2 et SM 0/2. Ces modifications justifiées par la norme de codification des granulats NF P 18-545 [183] ont été réalisées afin d'étudier les sables dans les mêmes fuseaux que ceux utilisés pour la fabrication des bétons et des mortiers. Afin de ne pas perdre les fines lors de l'immersion du sable, l'échantillon a été introduit par fractions successives dans une petite quantité d'eau déjà présente dans le pycnomètre puis ce dernier a été rempli en rajoutant la quantité d'eau nécessaire. Les calculs de masses volumiques et de coefficient d'absorption d'eau ont été vérifiés conformément à la formule donnée par la norme NF EN 1097-6 [182]. Les résultats correspondent aux moyennes de trois valeurs.

#### II.2.3.4. Propreté des sables

La propreté des sables SF 0/2, SM 0/2 et SN 0/2 a été vérifiée en réalisant l'essai d'équivalent de sable conformément à la norme NF EN 933-8+A1 [49]. Le principe consiste à agiter dans un cylindre gradué une éprouvette de sable 0/2 mm avec une solution lavante et défloculante afin de

séparer les éléments argileux des grains de sables plus gros. L'éprouvette de sable est ensuite irriguée afin de mettre en suspension les éventuelles fines qu'il contient. Après décantation, la propreté du sable est quantifiée comme le pourcentage en volume de sable effectivement contenu dans l'éprouvette suivant la formule :

$$SE = \frac{h_2}{h_1} \times 100$$

Avec :

- $h_1$  : Hauteur atteinte par la totalité de l'éprouvette (sable + fines) dans le cylindre
- $h_2$  : Hauteur atteinte par le volume de sable contenu dans le cylindre

Le principe de cette quantification est illustré en Figure II.8. Pour chaque essai sur un échantillon de sable, deux éprouvettes sont testées. Les résultats obtenus pour SN 0/2, SF 0/2 et SM 0/2 correspondent aux moyennes des valeurs obtenues pour trois essais.

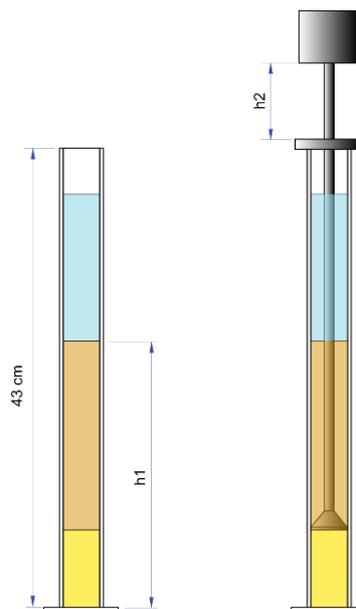


Figure II.8 : Principe de la quantification de propreté des sables par l'essai d'équivalent de sable [184]

### II.2.3.5. Porosimétrie des mortiers

La porosimétrie des mortiers a été caractérisée par deux types de méthodes pour deux échelles différentes :

- à l'échelle centimétrique, la saturation à l'eau par l'essai de porosité totale accessible à l'eau [185] pour une quantification volumique des pores ouverts

- à l'échelle micrométrique, l'analyse d'image MEB-BSE (MEB avec détecteur BSE) pour une caractérisation de la morphologie des macropores ouverts et fermés et la détermination de leur pourcentage surfacique

L'essai de porosité totale accessible à l'eau a été réalisé à 28 jours pour les mortiers MN, MSF et MSFT. Par définition, cet essai permet de calculer le rapport du volume total des pores ouverts d'un matériau par rapport à son volume apparent. La méthode consiste dans un premier temps à saturer les réseaux poreux avec de l'eau et à peser les échantillons dans l'air ( $M_{air}$ ) puis dans l'eau ( $M_{eau}$ ). Par la suite, une pesée de l'échantillon sec ( $M_{sec}$ ) permet de calculer la porosité accessible à l'eau et la masse volumique apparente. L'essai a été inspiré de la norme NF P 18-459 [185] relative au béton et il a été réalisé à 28 jours sur des éprouvettes de mortier d'un volume de  $28 \pm 3 \text{ cm}^3$  obtenues par sciage d'éprouvettes cubiques de 5 cm de côté. La saturation des éprouvettes a été réalisée par un maintien en eau sous vide pendant une durée de 20h. La norme préconise un séchage en étuve à 105°C jusqu'à stabilisation de la masse des éprouvettes. Cette température de séchage a été réduite à 50°C afin d'éviter toute dégradation de la microstructure du matériau qui pourrait altérer les résultats. En plus des deux paramètres de porosité totale accessible à l'eau et de masse volumique apparente définie dans la norme, la masse volumique spécifique de la matrice a aussi été déterminée [63]. Contrairement à la masse volumique apparente qui prend en compte les pores ouverts et fermés, elle ne prend en compte que les pores fermés. Il existe une incertitude commune dans la détermination des deux masses volumiques du fait de la porosité résiduelle non accessible à l'eau et dont le volume est difficilement quantifiable. Pour chaque mortier, les valeurs aux moyennes des valeurs obtenues pour six éprouvettes selon les formules suivantes :

$$\varepsilon = \frac{M_{air} - M_{sec}}{M_{air} - M_{eau}} \times 100$$

$$\rho_{app} = \frac{M_{sec}}{M_{air} - M_{eau}} \times \rho_{eau}$$

$$\rho_{spé} = \frac{M_{sec}}{M_{sec} - M_{eau}} \times \rho_{eau}$$

Où :

- $\varepsilon$  : porosité accessible à l'eau (%)
- $\rho_{app}$  : masse volumique apparente de l'échantillon ( $\text{kg/m}^3$ )
- $\rho_{spé}$  : masse volumique spécifique de la matrice cimentaire ( $\text{kg/m}^3$ )
- $M_{eau}$  : masse du corps d'épreuve immergé dans l'eau (kg)
- $M_{air}$  : masse du corps d'épreuve imbibé pesé dans l'air (kg)

- $M_{\text{sec}}$  : masse du corps d'épreuve sec pesé dans l'air (kg)
- $\rho_{\text{eau}}$  : masse volumique de l'eau utilisée pour la pesée hydrostatique ( $\text{kg/m}^3$ )

La caractérisation de la porosimétrie des mortiers par observation au MEB-BSE et analyse d'images s'inscrit dans la procédure de caractérisation de la microstructure des mortiers présentée illustrée en Figure II.6 (page 107). Pour chaque éprouvette, la détermination de la porosité surfacique a été réalisée à un grossissement  $\times 50$ . La résolution obtenue pour ce grossissement ne permet pas de prendre en compte des pores de dimensions inférieures à  $10 \mu\text{m}$  mais offre l'avantage de permettre la caractérisation de la totalité de la surface de chaque éprouvette grâce à une trentaine d'images. La proportion de surface occupée par ces pores a été déterminée par un seuillage réalisé avec le logiciel Image J et qui prend en compte le niveau de gris très faibles (couleur noire) de ces pores en comparaison à ceux de la matrice cimentaire ou des granulats. Pour chaque éprouvette, la porosité surfacique correspond au rapport entre la somme de la surface occupée par ces pores pour chaque image de l'éprouvette et la surface totale observée de cette dernière.

#### II.2.4. Caractérisation de la rhéologie des mortiers et des bétons

Deux essais ont été retenus pour la caractérisation de la rhéologie des mortiers : l'essai de consistance et l'essai d'affaissement.

La méthode retenue pour l'essai de consistance réalisé immédiatement après la fin du malaxage des mortiers est celle du plongeur suivant la norme NF EN 413-2 [176]. Le principe consiste à remplir un récipient avec deux couches de mortier compactées par 10 coups légers de tige de compactage puis à libérer un plongeur maintenu à 10 cm au-dessus de la surface arasée. Le plongeur doit être libéré  $150 \pm 15$  s après la fin du malaxage. Sa profondeur de pénétration renseigne sur la consistance du matériau. Les résultats correspondent aux moyennes de trois valeurs pour MN, MSF et MSFT et à celles de deux valeurs pour les neuf autres formulations. Les variations constatées entre les deux valeurs étant inférieures à 2% de la valeur moyenne, d'autres essais supplémentaires n'ont pas été réalisés.

L'essai d'affaissement au cône d'Abrams est l'essai le plus utilisé pour estimer la capacité de mise en œuvre des bétons. Il a été réalisé sur les bétons suivant la norme NF EN 12350-2 [186]. Le principe consiste à remplir un cône creux, maintenu fermement sur une plaque, en trois couches compactées par 25 coups. Le cône est ensuite soulevé en 2 à 5 s après avoir arasé la surface. L'affaissement du matériau est mesuré en déterminant la différence entre la hauteur du cône et le point le plus haut de l'échantillon affaissé.

## II.2.5. Caractérisation de l'hydratation des mortiers

L'étude de l'influence des sables de fonderie sur les premières phases d'hydratation des mortiers a été réalisée grâce à deux essais normalisés : l'essai de prise et l'essai de chaleur d'hydratation.

### II.2.5.1. Temps de prise

Les essais de début et de fin de prise ont été réalisés sur un appareil multiposte piloté par le logiciel Prisolab. Le principe consiste à observer l'évolution de la profondeur de pénétration d'une aiguille dans un échantillon de mortier coulé dans un moule tronconique et placé sur une plaque de base. Les essais ont été inspirés de la norme NF EN 480-2 [187] qui fixe le début de prise pour une distance de 4,0 mm entre la plaque de base et l'aiguille et la fin de prise pour une distance de 37,5 mm. La procédure de malaxage spécifique à ces essais n'a pas été retenue mais remplacée par celle de la norme NF EN 196-1 [175] utilisée pour les essais d'ouvrabilité et de résistances mécaniques. L'essai de prise ne peut être réalisé que pour une vingtaine de pénétrations afin de ne pas repiquer dans un même trou tout en respectant une distance suffisante entre les différentes positions de pénétrations et le bord du moule. Des essais préliminaires ont été réalisés afin d'adapter au mieux le temps de début des pénétrations ainsi que les intervalles de temps entre chacune d'elles et permettre ainsi de déterminer le début et la fin de prise lors d'un même essai. Le temps de début des pénétrations a été fixé à 3,5 h pour un intervalle de 10 mn entre chaque pénétration. Les éprouvettes ont été conservées dans une eau dont la température a été maintenue à 20 °C durant tout l'essai. Les temps de début et de fin de prise ont été déterminés au moyen du tracé des courbes caractéristiques des distances en fonction du temps. Les résultats obtenus pour les formulations MN, MSF et MSFT correspondent aux moyennes obtenues pour six éprouvettes provenant de deux gâchées différentes.

### II.2.5.2. Chaleur d'hydratation

L'essai de chaleur d'hydratation a été réalisé sur trois éprouvettes des formulations MN et MSF suivant la méthode normalisée du calorimètre semi-adiabatique [188]. Le principe consiste en un suivi de l'évolution de la température d'un mortier fraîchement préparé qui permet la détermination, à différentes échéances, de la quantité de chaleur dégagée par le matériau lors de l'hydratation du ciment. Durant ce suivi de température, le mortier est introduit dans une boîte à mortier fermée puis dans un calorimètre également fermé. Afin de ne pas prendre en compte un éventuel échauffement dû à une variation de la température extérieure, l'évolution de la température du mortier testé est comparée à celle d'un mortier inerte utilisé comme référence et placé dans un calorimètre dit de référence. Dans le cadre de ces travaux le mortier inerte est un

mortier normalisé âgé de plus d'un an et concassé afin de pouvoir remplir la boîte à mortier. Les formulations des matériaux sont identiques à celles utilisées pour les mortiers étudiés lors des autres études. Le temps de malaxage a été réduit afin de respecter les recommandations de la norme et d'éviter les déperditions thermiques. Cette réduction ayant été réalisée pour les deux mortiers, une analyse de l'influence du déchet reste possible. Les relevés de températures ont été réalisés moins de 15 mn après la mise en contact de l'eau et du ciment pour le premier relevé puis toutes les 15 minutes jusqu'à stabilisation. Pour chaque échéance, la chaleur d'hydratation correspond à la somme de la chaleur accumulée dans le calorimètre et de la chaleur dissipée depuis le début de l'essai. La formule de calcul est la suivante :

$$Q = \frac{c}{m_c} \theta_t + \frac{1}{m_c} \sum_{i=1}^n \bar{\alpha}_i \times \bar{\theta}_i \times \Delta t_i$$

Avec :

- $m_c$  : masse de ciment contenu dans l'échantillon d'essai (en grammes)
- $\theta_t$  : échauffement de l'échantillon d'essai considéré comme la différence de température entre le calorimètre d'essais et le calorimètre de référence (en Kelvins)
- $\Delta t_i$  : temps écoulé entre la mesure de température à l'instant  $t_{(i-1)}$  et la mesure suivante à l'instant  $t_{(i)}$  (en heures)
- $\bar{\theta}_i$  : valeur moyenne de la différence de température entre le calorimètre d'essais et le calorimètre de référence pendant la période  $\Delta t_i$  (en Kelvins)
- $\bar{\alpha}_i$  : valeur moyenne du coefficient de déperdition thermique entre le calorimètre d'essais et le calorimètre de référence pendant la période  $\Delta t_i$  (en joules par heure et par kelvin). Elle est déterminée par la formule :  $\bar{\alpha}_i = a + b \times \bar{\theta}_i$  où a et b sont des constantes d'étalonnage du calorimètre d'essais
- $c$  : capacité thermique totale du calorimètre en joules par kelvin et déterminée par la formule :

$$c = 0,8 \times (m_c + m_s) + 3,8 m_w + 0,5m_b + \mu$$

Avec :

- 0,8 : capacité thermique massique du ciment et du sable (en joules par kelvin et par grammes)
- 3,8 : capacité thermique massique moyenne de l'eau (en joules par kelvin et par grammes)
- 0,5 : capacité thermique massique de la boîte à mortier (en joules par kelvin et par grammes)
- $\mu$  : capacité thermique du calorimètre vide (en joules par kelvin)
- $m_c, m_s, m_w, m_b$  : masses du ciment, du sable, de l'eau et de la boîte à mortier vide avec le couvercle (en grammes)

## II.2.6. Détermination des résistances mécaniques des mortiers et des bétons

Les essais de détermination des résistances mécaniques des mortiers ont été réalisés à 2, 7, 14, 21, 28, 56, 120 et 731 jours suivant la norme NF EN 196-1 [175]. Les essais de flexion trois points ont été réalisés sur trois éprouvettes prismatiques de dimensions 40 x 40 x 160 mm<sup>3</sup> et les six demi-prismes obtenus ont été testés en compression. A chaque échéance et pour chaque formulation étudiée, les résistances mécaniques correspondent aux moyennes des valeurs obtenues pour chaque essai.

Dans le cadre de cette thèse, une procédure originale a été mise en place pour déterminer d'autres propriétés mécaniques à partir de la même série d'éprouvettes. A chaque échéance et pour chaque formulation testée, les essais de flexion et de compression ont été couplés à la technique de corrélation d'images numériques (CIN) pour déterminer le module d'élasticité et étudier le processus de fissuration grâce au suivi des champs cinématiques.

Le principe de la technique ainsi que la méthodologie mise en place pour le suivi des champs cinématiques, l'étude du processus d'endommagement et le calcul de la flèche en flexion ainsi que la détermination du module d'élasticité en compression sont présentés dans la suite du document en partie II.3 de ce chapitre (page 118) ainsi qu'au chapitre 4 (page 155). Les deux mortiers principalement étudiés, MN et MSF, ont été testés à différentes échéances (28, 56 et 190 jours). Le mortier, MSFT formulé avec 100 % de sable de fonderie a aussi été testé à 28 jours.

Les éprouvettes ont été maintenues en cure sous eau jusqu'à l'âge retenu pour l'essai. Pour les essais couplés à la CIN, un temps de séchage d'une journée à température ambiante a été observé après la sortie de cure afin de faciliter l'évaporation d'une partie de l'eau contenue dans les pores des matériaux et éviter ainsi d'altérer la préparation de surface (mouchetis) nécessaire à la corrélation d'images. La machine d'essais utilisée de marque INSTRON est équipée d'un capteur de force et présente une capacité de 150 kN. Contrairement aux recommandations de la norme NF EN 196-1 [175], elle a été pilotée en déplacement à une vitesse de 0,3 mm/mn pour les essais de flexion et de 1,3 mm/mn pour ceux de compression. La modification du mode de pilotage a été nécessaire afin de permettre la synchronisation entre l'acquisition des images nécessaires à la CIN et celle des données de force fournies par la machine d'essai.

Les formulations (MSF10, MSF50, MSF80 et MSF100) étudiées uniquement dans le but d'analyser l'influence du module de finesse du mélange de sables sur les résistances mécaniques des

mortiers ont été testées conformément à la norme NF EN 196-1 et sans modification du mode de pilotage sur une machine d'essai de la société 3R. Afin d'éviter toute mauvaise interprétation due à une différence entre les machines, les résultats obtenus pour ces quatre formulations ont été comparés à ceux obtenus pour des MN et MSF testés sur la même machine 3R. Certaines éprouvettes de MN et MSF ont aussi été testées à 2, 7, 14 et 21 jours pour compléter l'étude de l'influence du sable de fonderie sur les résistances mécaniques par des essais au jeune âge.

Les bétons BR et BSF formulés pour déterminer l'effet de la substitution du sable de fonderie au taux de 30 % sur les résistances mécaniques des bétons ont été testés en compression. Trois éprouvettes cubiques  $15 \times 15 \times 15 \text{ cm}^3$  ont été sollicitées par une machine d'essai de capacité 5000 kN pilotée en force à une vitesse de 10 kN/s.

## II.3. CIN et suivi des champs cinématiques

La résolution et l'exactitude des mesures CIN dépendent des conditions de réalisation des essais et des paramètres de calculs choisis comme la taille des imageries (SS), la taille de pas (ST) et les dimensions de la fenêtre de calcul des déformations (SW). Le suivi des champs de déplacement et de déformation lors des essais mécaniques offre, entre autres, la possibilité d'étudier le processus d'endommagement et de fissuration des matériaux cimentaires, de tracer les courbes contrainte-déformation et d'en déduire les modules d'élasticité.

### II.3.1. Préparation des éprouvettes et acquisition des données

L'acquisition des images nécessaires à la CIN a été réalisée par une caméra équipée d'un capteur CMOS d'une résolution de 4096 x 2160 pixels, la taille d'un pixel sur le capteur est égale à 3,45  $\mu\text{m}$ . La fiche technique de la caméra est disponible en annexe (page 232). Elle offre une vitesse d'acquisition maximale de 43 images par seconde pour un temps d'exposition pouvant varier entre 0,01 ms et 32 secondes. Les images ont été acquises en continu durant les essais grâce à la version 9 du logiciel de capture d'images VIC Snap à une vitesse de 5 images/seconde pour un temps d'exposition de 23  $\mu\text{s}$ . Au début de chaque série d'essais, la netteté des images (mise au point) a été réglée manuellement directement sur l'objectif de distance focale 28 mm. De types monochromes, les images ont été encodées sur 8 bits ce qui permet une quantification de la luminance des pixels sur 256 niveaux de gris. Deux lampes LED 50W, 4000 LUMENS, 4500K ont permis d'assurer un éclairage suffisant.



Figure II.9 : Installation pour un essai de flexion couplé à la CIN

Deux ordinateurs ont été utilisés en supplément. Le premier étant le seul équipé du logiciel nécessaire au pilotage de la machine d'essai mais n'offrant pas assez de capacité pour permettre l'enregistrement des images à la bonne vitesse, il a été utilisé uniquement pour démarrer et arrêter

les sollicitations mécaniques. Le deuxième ordinateur, équipé du logiciel VIC Snap et d'un boîtier d'acquisition de type National Instruments, permet le pilotage de la caméra pour l'acquisition des images ainsi que la synchronisation de ces images avec les données de charges. La Figure II.9 présente l'installation pour un essai de flexion avec la machine d'essai, la caméra, les ordinateurs et l'éclairage.

Les suivis de champ cinématique ont été réalisés sur les surfaces des éprouvettes situées en fond de moule afin de travailler sur une des trois surfaces les plus planes des éprouvettes tout en conservant les deux autres pour la mise en contact avec les plateaux de chargement du bâti. La totalité de la surface située entre les appuis a été représentée sur l'image pour les essais de flexion et toute la surface située sous le bâti pour les essais de compression (Figure II.10).

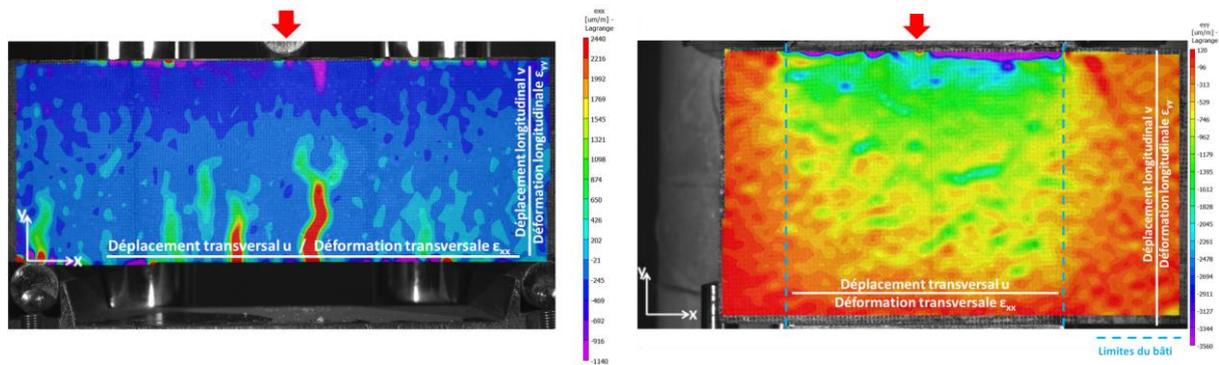


Figure II.10 : Exemples de champs cinématiques obtenus par CIN : essais de flexion (gauche) et de compression (droite)

La préparation de la texture de surface a été réalisée directement sur la surface brute des éprouvettes grâce au recouvrement de deux couches de mouchetis composés de taches noires présentant un diamètre d'origine de 178  $\mu\text{m}$  et espacées de 300 à 400  $\mu\text{m}$  environ.

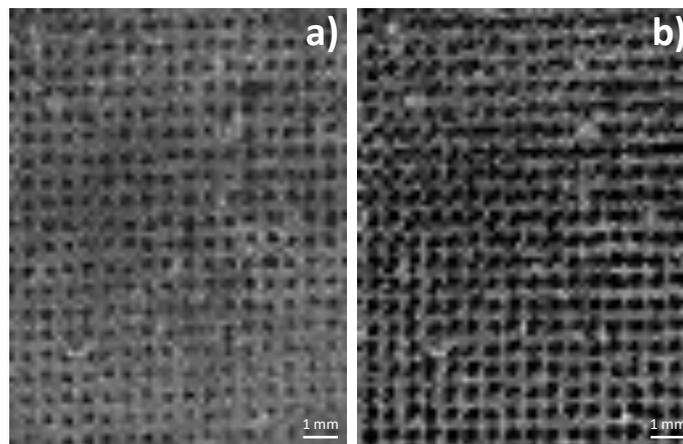


Figure II.11 : Exemples de mouchetis réalisés en une couche (a) et en deux couches (b)

L'empreinte utilisée pour la réalisation de ces mouchetis a été fournie par l'entreprise Kilonewton et le diamètre de 178  $\mu\text{m}$  représente le plus petit diamètre disponible. Il a été retenu

dans le but de permettre un choix de taille d'images la plus petite possible et d'assurer ainsi une meilleure résolution spatiale tout en conservant une bonne résolution de mesure. Le choix de la réalisation du mouchetis en deux couches a été fixé après un suivi de l'évolution du bruit de mesure obtenu pour différentes méthodes de réalisation. La Figure II.11 présente deux exemples de mouchetis respectivement en une couche et en deux couches.

La version 6 du logiciel VIC 2D a été utilisée pour le calcul des déplacements et des déformations. L'acquisition des images a été directement synchronisée à celle des données de forces fournies par INSTRON dès la mise en marche de la machine d'essai et ce grâce au boîtier d'acquisition. L'image de référence nécessaire au calcul des champs cinématiques a été définie, pour chaque essai, comme l'image à partir de laquelle le chargement commence. Elle est en général obtenue pour des valeurs de force comprises entre 35 et 84 N provoquant des déformations de l'ordre du bruit de mesure. Les images qui précèdent cette image de référence ainsi que les charges correspondantes ont été supprimées afin d'éviter de biaiser les calculs de champs cinématiques avec d'éventuels mouvements de corps rigide de l'éprouvette qui peuvent avoir lieu lors de la mise en place du bâti.

### II.3.2. Détermination des paramètres de calculs

Avant tout calcul par corrélation d'images, il convient de déterminer le critère de corrélation, les paramètres de calcul SS, ST, SW ainsi que la méthode de détermination de la moyenne des déplacements d'une image et des déformations d'une fenêtre de calcul des déformations. Comme cela a été présenté dans le chapitre bibliographique, le choix des trois paramètres SS, ST et SW influe sur la résolution de mesure, la résolution spatiale et l'exactitude de mesure.

Le logiciel VIC 2D utilisé propose le choix entre trois critères de corrélation de type SSD. Le critère de corrélation retenu dans le cadre de ces travaux est le critère NSSD qui prend en compte les variations d'intensité lumineuse dues à une variation d'échelle dans la luminosité. La méthode retenue pour le calcul du déplacement moyen de chaque image est celle de la moyenne gaussienne. Cela implique que dans le calcul du déplacement d'une image, il est accordé plus d'importance aux valeurs de déplacement des pixels centraux qu'à celles des pixels situés en périphérie de l'image.

Une étude paramétrique a permis de fixer les valeurs de SS, ST et SW pour les essais de compression et de flexion. Elles correspondent à des nombres impairs afin de faciliter la détermination du centre des images comme étant un point. Différentes combinaisons de SS et ST ont été testées et sont résumées au Tableau II.4. Dans un premier temps, quatre SS ont été fixées en

se basant sur les différentes recommandations de VIC 2D, pour une vingtaine d'essais. En effet, pour chaque calcul de champs cinématiques, le logiciel recommande toujours un SS au moment où l'opérateur définit les paramètres SS et ST. Dans le cadre de ces travaux, ces recommandations de SS sont données pour correspondre à un intervalle de confiance fixé en moyenne au 100° de pixel soit moins de 0,3 µm pour la corrélation des imagerie. Les quatre SS choisies pour l'étude paramétriques sont 51, 81, 107 et 125 px. Pour chaque SS sélectionnée, ST a été fixée au quart de SS en suivant les recommandations spécifiques à l'algorithme de calculs utilisé dans VIC 2D [189]. Toutefois, pour le cas de SS de 125 px, la taille de pas de 31 px étant supérieure à la taille maximale de 27 px proposée par le logiciel, la taille de 27 px a été retenue. Les premières ST étudiées sont donc respectivement de 13, 21, 27 et 27 px pour des SS de 51, 81, 107 et 125 px.

*Tableau II.4 : Combinaisons de tailles d'imagerie (SS) et tailles de pas (ST) testées lors de l'étude paramétrique réalisée en amont des calculs de CIN*

Tailles des imagerie (SS)	Tailles des pas (ST)
51	7, 13 et 27
81	11, 21, 27
107	13 et 27
125	13 et 27

Comme nous l'avons vu dans la synthèse bibliographique, afin de travailler avec une résolution spatiale suffisante pour les calculs de déformations, il peut être nécessaire de diminuer ST au détriment de la résolution de mesure. La résolution spatiale en déformations étant importante pour les calculs réalisés dans ces travaux, une étude paramétrique a aussi été réalisée pour ST. Pour chaque SS, une deuxième série de ST a été testée en réduisant la ST initiale de moitié ce qui implique des combinaisons supplémentaires avec un ST respectivement de 7, 11, 13 et 13 px pour les SS de 51, 81, 107 et 125 px. La ST de 27 px a aussi été maintenue constante et utilisée pour les SS de 51 et 81 px en complément de celles de 107 et 125 px. Pour les essais de flexion et de compression, l'étude paramétrique a donc été réalisée avec dix combinaisons de SS et ST et ce pour trois éprouvettes différentes. Pour chacune de ces combinaisons, SW a été choisie comme la plus petite valeur proposée par le logiciel VIC 2D (5 points) et maintenue constante.

Pour chacune des trois éprouvettes, les erreurs systématiques et aléatoires ont été calculées sur une série de deux images avant toute sollicitation. Ces erreurs correspondent respectivement à la moyenne et à l'écart-type des valeurs de déplacement ou de déformations pour l'éprouvette non sollicitée et de ce fait non déformée. La première image est utilisée comme l'image de référence et la

seconde comme l'image supposée déformée. Les résultats obtenus ont traduit de faibles erreurs systématiques et aléatoires ( $< 2 \mu\text{m}$ ) pour les mesures de déplacement et peu d'influence des variations de SS et ST pour les combinaisons étudiées. Pour les mesures de déformations, les résultats mettent en évidence de faibles valeurs d'erreurs systématiques ( $< 32 \mu\text{m}/\text{m}$ ) avec une faible variation de ces erreurs ( $\leq 3,5 \mu\text{m}/\text{m}$ ) en fonction de la combinaison étudiée. En revanche, les résultats obtenus pour les erreurs aléatoires ont traduit une influence significative de la combinaison choisie et une diminution des erreurs aléatoires avec l'augmentation de SS, ST ou SW comme cela est généralement reporté dans la littérature. Il a été clair, qu'au-delà des variations de SS, ST ou SW prises séparément, c'est principalement la variation de la résolution spatiale  $((SW - 1) \times ST + SS)$  qui influe sur les valeurs d'erreurs aléatoires pour les calculs de déformation. De ce fait, l'évolution ces erreurs aléatoires a été étudiée en fonction de celle de la résolution. Un exemple est présenté en Figure II.12 pour les déformations longitudinales ( $\epsilon_{yy}$ ) dans les configurations d'essais de compression pour trois cas différents.

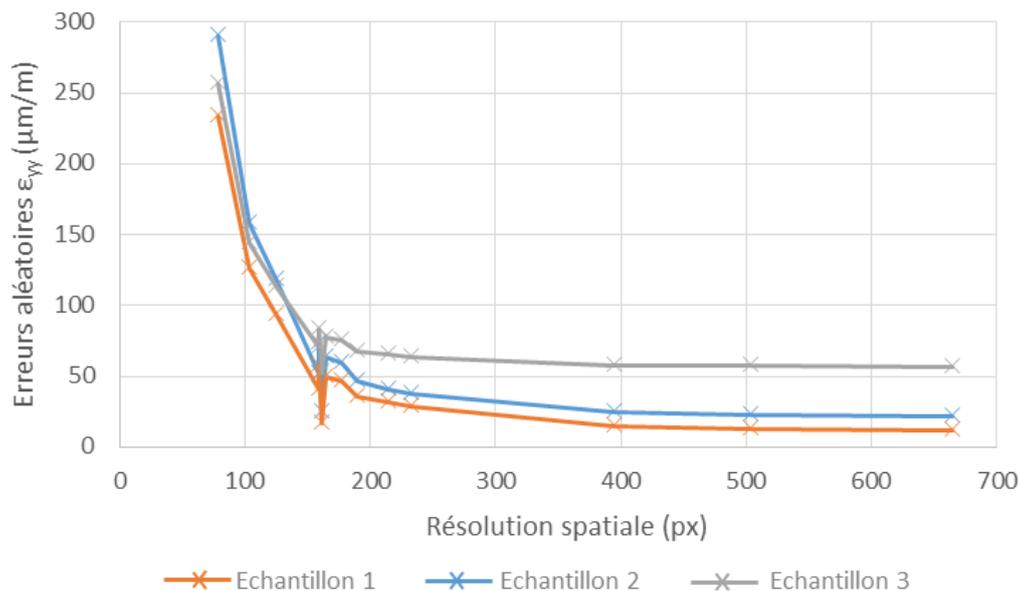


Figure II.12 : Evolution des erreurs aléatoires de déformations  $\epsilon_{yy}$  en compression en fonction de la résolution spatiale

Les résultats montrent une diminution des erreurs aléatoires avec l'augmentation de la résolution spatiale. Cette diminution est moins significative au-delà d'une résolution spatiale de 160 px. Une observation similaire a été faite lors des calculs d'erreurs aléatoires pour les déformations transversales ( $\epsilon_{xx}$ ) dans les configurations d'essais de flexion. Cette valeur de résolution spatiale de 160 px a été considérée comme la valeur optimale et les paramètres de calcul SS, ST et SW ont été déterminés dans le but de se rapprocher le plus possible de cette valeur avec toutefois une résolution spatiale la plus faible possible mais supérieure à la taille des granulats ( $D_{\text{max}}$ ) pour les

calculs de déplacement en flexion (équivalente à SS). L'unité de référence pour les images étant le pixel, la conversion en unités physiques a été possible grâce à la fonction « *calibrate scale* » de VIC 2D. Pour une ligne tracée en amont sur la surface observée et mesurée au 100<sup>e</sup> de mm, il effectue la correspondance entre la dimension physique renseignée et sa valeur en pixel sur l'image. Après calibration, la valeur d'un pixel est d'environ 28±2 µm pour les essais de flexion et 21±1 µm pour les essais de compression. La valeur retenue pour SS est de 81 px, ce qui correspond à environ 2,3 mm pour la résolution spatiale pour les calculs de déplacement lors des essais de flexion. La ST, égale au quart de SS, est de 21 px et SW de 5 points, ce qui donne une résolution spatiale pour les calculs de déformations d'environ 4,6±0,3 mm pour les essais de flexion et 3,5±0,2 mm pour les essais de compression.

Malgré l'étude paramétrique préalable, les erreurs aléatoires ont été déterminées pour chaque essai avant sollicitation par un calcul effectué avec la combinaison de SS, ST et SW retenue après l'étude paramétrique. Les valeurs obtenues pour les erreurs aléatoires sont de 0,25±0,08 µm pour les déplacements transversaux et longitudinaux (u et v) et de 57±11 µm/m pour les déformations  $\varepsilon_{xx}$  en flexion. En compression, elles sont de 65±14 µm/m pour les déformations  $\varepsilon_{yy}$ .

### II.3.3. Détermination du module d'élasticité en compression

Le module d'élasticité des mortiers a été déterminé par une procédure mise en place dans le cadre de ces travaux. Pour chaque éprouvette, la courbe contrainte-déformation a été obtenue grâce au suivi du champ de déformation  $\varepsilon_{yy}$  et le calcul de la valeur moyenne des déformations obtenues pour un carré central situé sous le bâti. En considérant la résistance en compression ( $R_c$ ) de l'éprouvette, son module d'élasticité a été calculé comme la pente de la portion de courbe située entre 20 et 50 % de  $R_c$ . Cette procédure est basée sur la norme NF EN 196-1 [175] en ce qui concerne la géométrie des éprouvettes et leur mode de sollicitation. Elle s'inspire aussi des essais de la norme NF EN 12390-13 [190] de détermination du module d'élasticité des bétons pour ce qui concerne le calcul de ce paramètre. Du fait de l'utilisation de la CIN ainsi que des différences inhérentes aux deux normes, des adaptations ont été apportées à cette procédure. Elles seront présentées et discutées en partie IV.2.1 (page 155) de ce document avec le détail de la procédure. Les essais ont été réalisés à 28, 56 et 190 jours pour MN et MSF et à 28 jours pour MSFT. Les résultats obtenus correspondent aux moyennes de 6 valeurs.

## II.3.4. Etude de la réponse à la flexion

### II.3.4.1. Flèche et énergie

Le déplacement longitudinal (suivant l'axe de chargement  $y$ ) appelé aussi flèche a été déterminé à mi-travée lors d'essais de flexion 3 points inspirés de la norme NF EN 196-1 [175]. La Figure II.13 présente les différentes courbes Force-Flèche obtenues pour des zones de dimensions variant entre  $2 \times 2 \text{ mm}^2$  et  $12 \times 12 \text{ mm}^2$ , positionnées à mi-travée en partie haute et en partie basse des éprouvettes. Pour chaque zone, la flèche a été calculée comme la moyenne des déplacements longitudinaux. On observe qu'à partir de  $10 \times 10 \text{ mm}^2$ , les courbes sont similaires quelles que soient les dimensions et la position de la zone. Cette taille de zone a donc été choisie comme représentative et utilisée pour la détermination de la flèche en partie basse des éprouvettes.

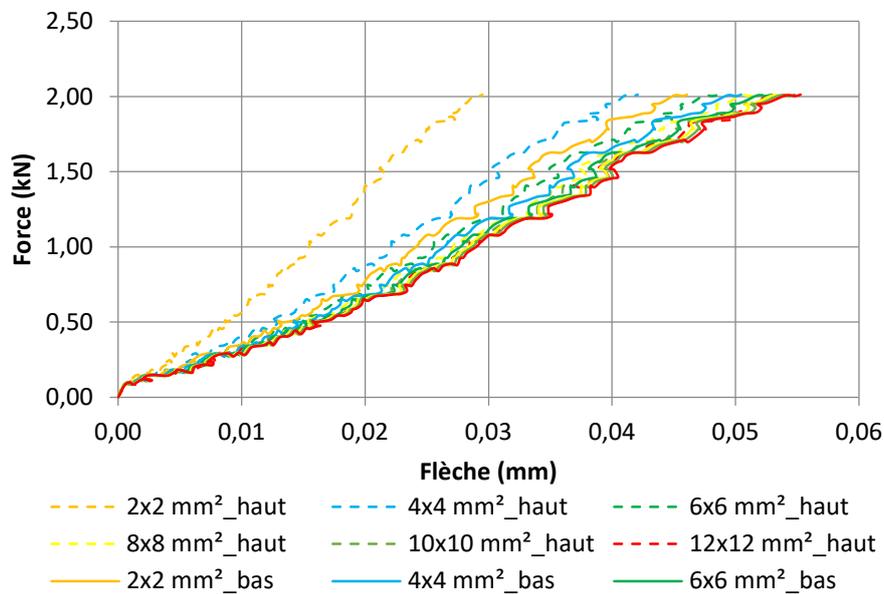


Figure II.13 : Etude paramétrique pour déterminer les dimensions et la position de la zone pour les calculs de la flèche en flexion

L'énergie a été déterminée à partir de la courbe force-flèche en calculant l'aire sous la courbe pour un chargement donné comme cela est aussi réalisé dans la littérature [163], [169], [191]. Les courbes n'étant pas parfaitement linéaires, le calcul de l'aire sous la courbe a été réalisé sous Matlab par la méthode des trapèzes. L'évolution de l'énergie a été déterminée en fonction de la charge et des valeurs spécifiques ont été extraites pour différentes étapes de chargement.

### II.3.4.2. Déformations transversales $\epsilon_{xx}$ et endommagement

Une observation des champs de déformations  $\epsilon_{xx}$  obtenues sous charge maximale a mis en évidence plusieurs zones de localisation des déformations du fait de l'hétérogénéité des mortiers et de l'absence de préfissure (Figure II.14).

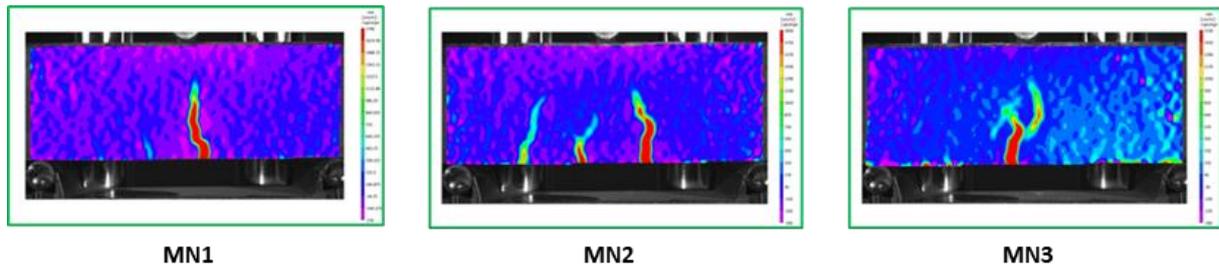


Figure II.14 : Exemples de champs de déformations  $\epsilon_{xx}$  sous charge maximale

Une segmentation inspirée des travaux de Zhao *et al.* [127] et de Liu *et al.* [128] a permis un suivi de l'évolution des déformations pour l'étude du processus d'endommagement des matériaux. Une analyse statistique pour différents pourcentages de points (2,5, 5 et 10%) [127] a montré que le nombre de points de mesure nécessaires pour représenter correctement les zones de localisation sous charge maximale correspond à 5% de l'ensemble des points de calcul présents sur la zone de dimensions 80x40 mm<sup>2</sup> située au centre de l'éprouvette observée (Figure II.15). Par exemple, pour une zone contenant 10000 points de mesure, en sélectionnant pour chaque cas de charge, les 500 premières valeurs de déformation les plus élevées, il est possible de mettre en évidence les zones de localisation de déformation  $\epsilon_{xx}$  sous  $R_f$ . En calculant la moyenne des 5% de déformations  $\epsilon_{xx}$  les plus élevées pour chaque cas de charge, un tracé pertinent de l'évolution des déformations avec le chargement est possible.

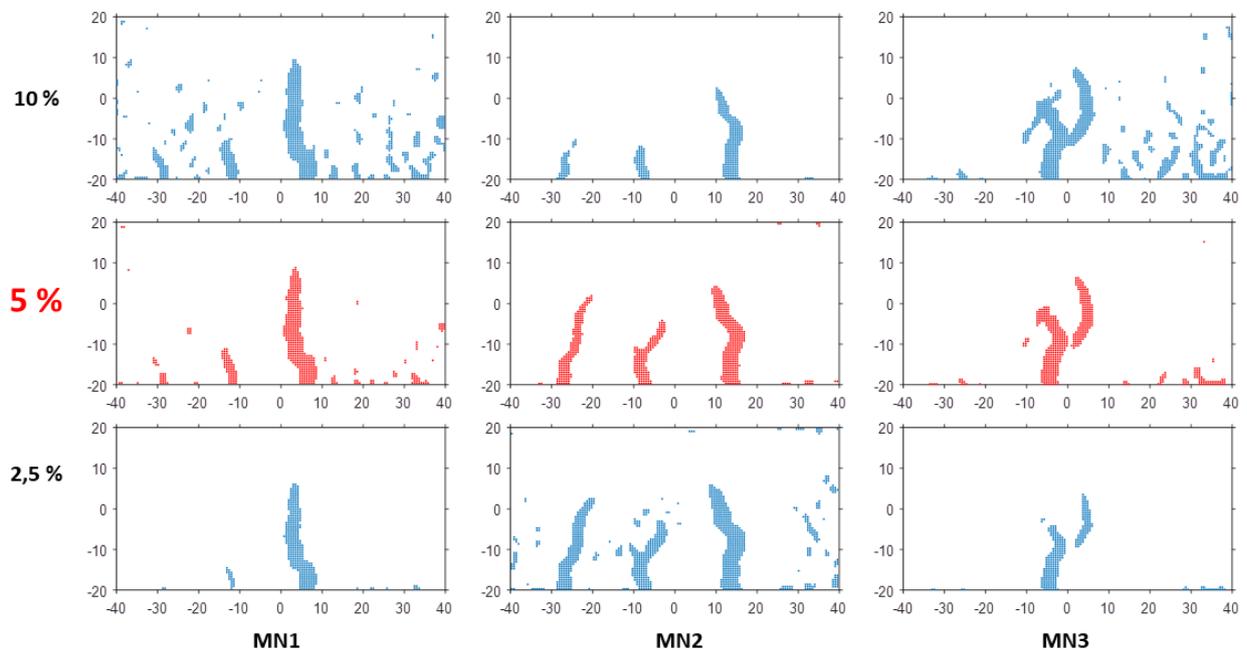


Figure II.15 : Analyse statistique (pour une zone de 80x40 mm<sup>2</sup> et sous charge maximale) des champs de déformations  $\epsilon_{xx}$  en pourcentage de points aux déformations les plus élevées

Le processus d'endommagement des matériaux a été étudié en calculant le degré d'endommagement  $D_f$  par la formule utilisée dans les travaux de Liu *et al.* [128] et de Zhao *et al.*

$$[127] : D_f = \frac{\bar{\varepsilon}}{\bar{\varepsilon}_{max}}$$

Avec :

- $\bar{\varepsilon} = \frac{1}{m} \sum_{i=1}^m (\varepsilon_{xx})_i - \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (\varepsilon_{xx})_i$  pour les images obtenues pour chaque cas de charge
  - o où  $m$  correspond au nombre de points de mesure sur toute la surface de calcul
  - o et  $n$  au nombre de points équivalant au 5% de points de déformations les plus élevées.
- $\bar{\varepsilon}_{max} = \bar{\varepsilon}$  pour le cas de charge maximale

### II.3.4.3. Processus de fissuration

Le phénomène de fissuration et de propagation des fissures lors d'une sollicitation mécanique est lié au fait que des microfissures préexistantes ou développées durant le chargement se propagent et forment des macro-fissures par coalescence. Dans le cadre de ces travaux, pour les essais de flexion 3 points sur les éprouvettes de mortier, l'étude se porte sur la fissure responsable de la rupture de l'éprouvette et dénommée « fissure principale ». Son emplacement n'a été favorisé par aucune pré-fissure contrairement à ce qui est pratiqué en mécanique de la rupture. Le comportement réel du matériau est alors observé. L'étude du processus de fissuration réalisée comporte deux parties.

La première partie concerne l'analyse des champs de déformations  $\varepsilon_{xx}$  comme présenté en amont mais sans analyse statistique. La deuxième partie ne concerne que la fissure principale. Son étude a été inspirée par différentes méthodes utilisées dans la littérature [58], [155], [162], [170] et réalisée numériquement sur Matlab à partir des matrices de champs cinématiques exportées de VIC 2D. Pour chaque image correspondant à une charge donnée, ces matrices traduisent les champs de déplacement et de déformation transversaux ( $u$  et  $\varepsilon_{xx}$ ) en valeurs numériques spécifiques à chaque point de calcul. Pour une matrice de déplacement, les valeurs relevées dans chaque cellule correspondent au déplacement d'un point donné sur la surface observée. La distance entre deux points de mesure voisins et situés sur une même ligne ou sur une même colonne est égale à la taille du pas de calcul ST. Il en va de même pour les matrices traduisant les champs de déformations quelle que soit l'image sélectionnée. L'étude est divisée en 6 phases présentées en Figure II.16.



### 1) Détermination de l'emplacement de la fissure

Comme cela a été présenté dans le chapitre bibliographique, en CIN, lorsque l'éprouvette est sollicitée suivant l'axe  $y$ , pour une ligne de points de même ordonnée  $y_i$ , une fissure peut être identifiée par un saut dans la courbe représentant le déplacement suivant  $x$  ( $u$ ) en fonction de la coordonnée suivant l'abscisse  $x$  [58], [170], [171]. Cela suppose une différence importante dans les valeurs de déplacement de deux points voisins. Elle est maximisée à l'emplacement de la fissure. Pour une ligne de points de même ordonnée ( $y_i$ ), la position de la fissure a été déterminée sur la base de ce raisonnement, comme l'emplacement pour lequel la différence de déplacement  $u$  suivant  $x$  entre deux points voisins est maximale ( $\Delta u_{\max}$ ) (Figure II.17).

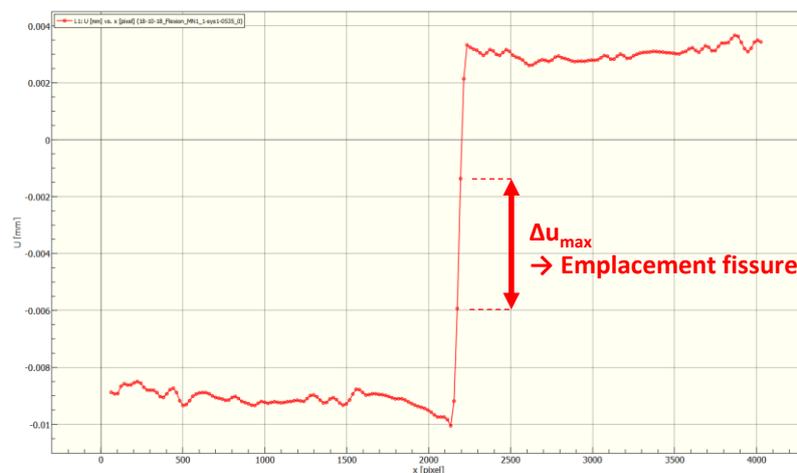


Figure II.17 : Détermination de l'emplacement de la fissure

### 2) Détermination des lèvres de la fissure

La détermination des lèvres de la fissure est essentielle pour calculer son ouverture. Pour les déterminer, il convient de s'écarter suffisamment des bords de la fissure afin d'éviter les éventuelles erreurs de corrélation [170] dues à la modification importante des champs cinématiques au voisinage de la fissure sans toutefois trop s'éloigner et prendre en compte les effets dus aux zones de localisation de déformations voisines. La position de la lèvre droite de chaque fissure a été déterminée, en partant de l'emplacement de la fissure et en allant vers la droite. Elle a été considérée comme l'abscisse du point à partir duquel la différence (en valeur absolue) entre sa déformation  $\varepsilon_{xx}$  et celle du point le plus proche sur la gauche est inférieure au bruit de fond. La lèvre de gauche a été déterminée de façon similaire en partant de l'emplacement de la fissure, en allant vers la gauche et en faisant la différence avec le point le plus proche sur la droite.

### 3) Détermination de l'ouverture de la fissure

A chaque détermination de l'emplacement de la fissure, son ouverture a été calculée comme la différence entre les déplacements transversaux de ses deux lèvres, ce qui correspond à l'amplitude

du saut dans le déplacement  $u$  suivant  $x$  [58], [170], [171]. Cette méthodologie numérique plus rapide qu'une méthode graphique a été validée en comparant les valeurs obtenues pour les premiers essais avec celles obtenues graphiquement en mesurant l'amplitude du saut dans la courbe de déplacement (Figure II.18).

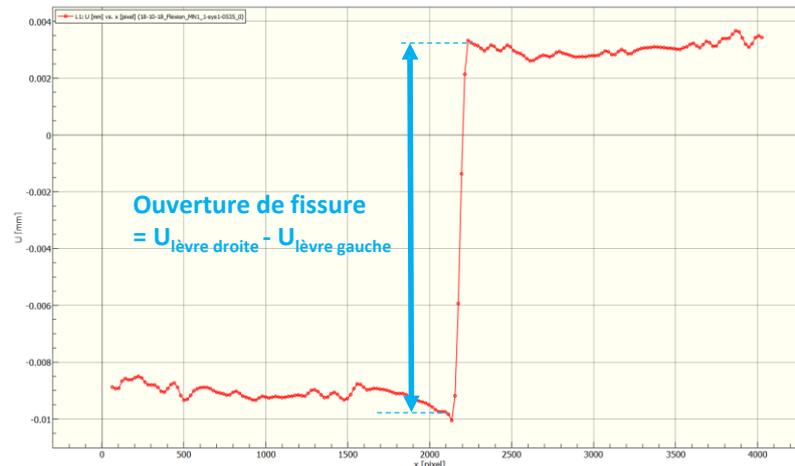


Figure II.18 : Détermination de l'ouverture de fissure

#### 4) Détermination de la pointe de fissure

A cause de l'hétérogénéité du matériau, l'emplacement de la fissure varie sur la hauteur de l'éprouvette. Il a donc été déterminé sur toute la hauteur pour des lignes de points espacés de ST (21 px) soit tous les 0,6 mm environ. Il en va de même pour la position des lèvres de fissures ainsi que l'ouverture de la fissure. Cette ouverture est maximale en partie inférieure de l'éprouvette. En utilisant les emplacements  $|\Delta u_{\max}|$  déterminés sur toute la hauteur de l'éprouvette, la position de la pointe de la fissure a été déterminée comme le point à partir duquel, il n'y avait plus de continuité entre les emplacements pour deux lignes voisines. Dans le cadre de ces travaux, ce critère de continuité a été déterminé comme un décalage supérieur à 84 px (environ 2 mm) entre les deux emplacements obtenus pour deux lignes successives.

#### 5) Détermination de la longueur de la fissure

Une fois la pointe de fissure déterminée, la longueur de la fissure a été calculée dans la hauteur de l'éprouvette comme la distance entre la pointe de fissure et la partie inférieure de l'éprouvette.

#### 6) Détermination de la longueur totale de la fissure et de la tortuosité

La longueur totale de la fissure a ensuite été calculée comme la somme de la longueur et des différentes bifurcations de la fissure. Les bifurcations ont été déterminées par la distance entre l'emplacement de la fissure pour une ligne et son emplacement pour la ligne qui suit. La tortuosité

de la fissure a été considérée comme le rapport entre cette longueur totale qui prend en compte toutes les bifurcations dues à l'hétérogénéité du matériau (pores, granulats, ZTI fragile...) et la longueur de la fissure.

### III. CARACTERISATION PHYSIQUE ET CHIMIQUE DES GRANULATS

---

Ce chapitre présente les résultats de caractérisation des granulats, et principalement ceux de SF 0/2 et SM 0/2 en comparaison de SN 0/2 et en vue de la valorisation du déchet dans le béton. Certaines propriétés physiques et chimiques nécessaires pour étudier la conformité des granulats, suivant la norme NF EN 12620+A1 des granulats pour béton [26], ont été déterminées par des essais normalisés. Des essais supplémentaires ont été réalisés pour une meilleure connaissance de la composition chimique et cristallographique du sable de fonderie ainsi que la morphologie des particules qui le composent. Les granulats naturels utilisés dans le béton et déjà conformes du point de vue de la norme NF EN 12620+A1 [26] ont été caractérisés uniquement selon les essais dont les résultats étaient nécessaires pour la formulation des bétons, c'est-à-dire, les essais physiques normalisés de granulométrie, masse volumique et coefficient d'absorption d'eau.

La première partie de ce chapitre concerne les caractéristiques physiques des granulats déterminées principalement par des essais normalisés recommandés par la norme NF EN 12620+A1 [26]. Des observations aux microscopes ont permis d'apporter des informations supplémentaires sur la morphologie et la couleur des sables utilisés dans les mortiers.

La deuxième partie concerne les caractéristiques chimiques des sables utilisés dans les mortiers : celles recommandées par la norme pour l'utilisation dans le béton (éléments solubles et composés altérant la prise et le durcissement) puis celles concernant la composition chimique et cristallographique de ces sables.

Une attention particulière a été apportée aux éléments métalliques généralement absents dans les granulats pour béton mais présents dans le sable de fonderie du fait de son utilisation dans la coulée des métaux. La troisième partie de ce chapitre est consacrée aux résultats associés à l'étude de ces particules métalliques.

## III.1. Caractérisation physique

### III.1.1. Granulométrie

Les résultats des essais de granulométrie réalisés sur SN 0/2, SF 0/2, SC 0/4, G 4/8 et G 8/16 sont donnés sous forme de courbes granulométriques, en Figure III.1. Ils correspondent, pour chaque sable étudié, à la moyenne des valeurs de trois essais. Les premiers résultats obtenus pour SN 0/2 et SF 0/2 ont permis de mettre en évidence la conformité de SN 0/2 avec le fuseau recommandé par la norme NF EN 196-1 [175] alors que la courbe de SF 0/2 en est très éloignée [192], [193]. La discontinuité constatée dans le tracé de la courbe de SN 0/2 est due aux ouvertures de tamis supplémentaires rajoutés pour obtenir une plus grande précision en ce qui concerne la continuité des courbes granulométriques et le calcul du module de finesse suivant la norme NF EN 12620+A1 [26]. La courbe du sable de fonderie quant à elle est uniforme et traduit une finesse importante du déchet avec 95 % des grains d'un diamètre inférieur à 500  $\mu\text{m}$ . Ces résultats sont conformes avec ceux obtenus dans la littérature. En effet, pour plus d'une cinquantaine de sables de fonderie usés, le diamètre maximal ne dépasse généralement pas 2 mm et les tailles de grains sont majoritairement compris entre 0 et 500  $\mu\text{m}$  [3], [21], [22], [30], [33], [34], [37].

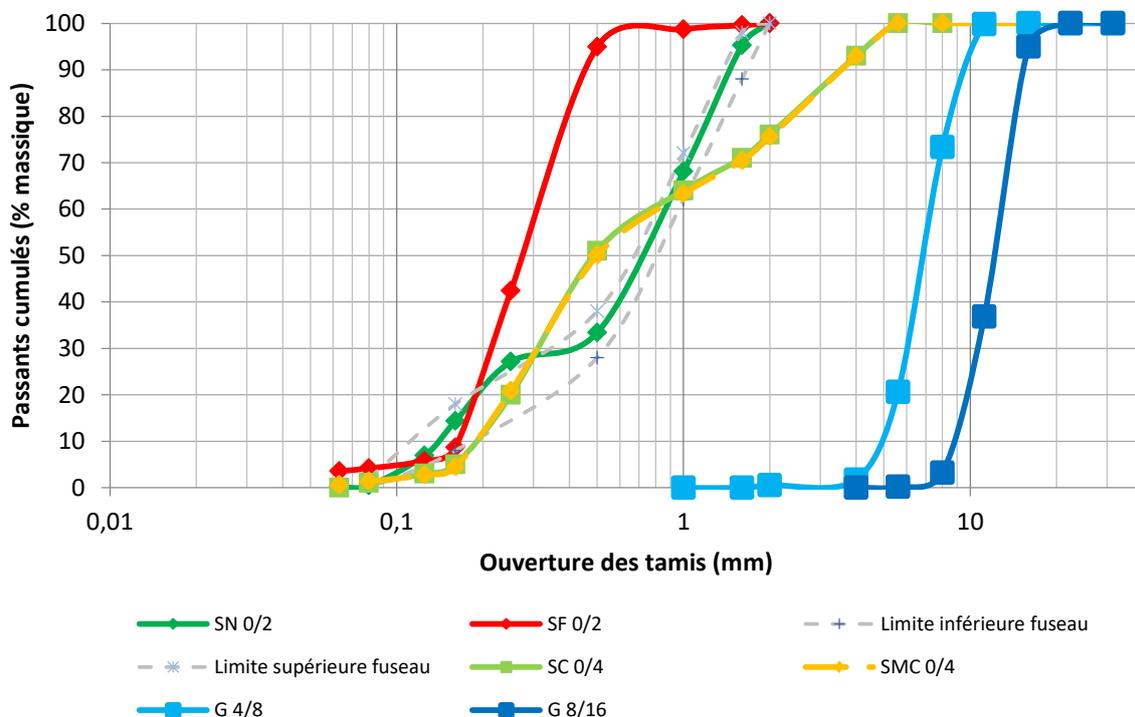


Figure III.1 : Courbes granulométriques des sables (SN 0/2, SF 0/2, SC 0/4) et des gravillons (G 4/8, G 8/16) et précision du fuseau pour les sables normalisés (NF EN 196-1)

La finesse de SF 0/2 constatée par le tracé de la courbe granulométrique est confirmée par son module de finesse de 1,6 contre 2,6 pour SN 0/2. Il se situe dans la plage de variation observée dans

la littérature pour une moyenne de  $1,7 \pm 0,62$  [13], [17], [22], [34], [38]–[43]. Cette finesse des sables de fonderie est la première cause retenue dans la littérature pour expliquer les gains de résistances mécaniques grâce à une densification de la matrice [13], [17], [39], [42], [71], [73]. Elle peut aussi être associée à une demande en eau plus importante pour travailler à ouvrabilité équivalente et de ce fait à une perte de résistances [77], [78].

La teneur en fines des sables a aussi été déterminée par lavage au tamis à  $63 \mu\text{m}$ . Les valeurs obtenues sont de 0,0 % en masse pour SN 0/2 et 3,0 % pour SF 0/2. Parmi les différents critères retenus dans la norme des granulats pour béton pour considérer la présence de fines comme non nocive pour le béton, cette valeur de 3 % correspond à une valeur seuil en dessous de laquelle les fines présentes peuvent être considérées comme non nocives. La teneur en fines de SF 0/2 ne permet donc pas de classer les fines présentes comme non nocives dans le cas d'une substitution complète, dans le béton, d'un sable naturel par ce sable de fonderie.

Les résultats de teneur en fines reportés dans la littérature concernent les éléments de diamètre inférieurs à  $75 \mu\text{m}$ . Afin de permettre une meilleure comparaison avec le sable de fonderie étudié, les résultats de la littérature pour ce diamètre ont été comparés à ceux des passants au tamis à  $80 \mu\text{m}$  utilisé dans le cadre de ces travaux. Ils montrent que ces éléments fins absents dans le sable normalisé (0 %) sont présents pour un taux de 4 % dans le sable de fonderie. Ce pourcentage se situe dans la large plage de variation des teneurs en éléments de diamètre inférieur à  $75 \mu\text{m}$  retrouvées dans la littérature pour douze sables de fonderie ( $9,16 \pm 7,50$  %) [3], [13], [17], [22], [33], [34], [43], [45]. Lors de l'utilisation du déchet dans les matériaux cimentaires, cette teneur en fines plus importante a souvent été retenue comme cause d'une plus grande demande en eau des matériaux cimentaires, de la diminution de l'ouvrabilité et des résistances mécaniques [3], [27], [33], [42], [47], [74], [75].

Comme le sable normalisé, le sable de construction SC 0/4 présente une courbe granulométrique étalée avec une teneur en fines nulle. Son module de finesse de 2,8 est conforme aux plages de valeurs retrouvées dans la littérature [13], [38], [43]. La fraction 0/0,5 représente 50 % de ses grains. Les gravillons 4/8 et 8/16 présentent une granulométrie plus serrée.

### III.1.2. Justification des mélanges de sables choisis

L'objectif de ces travaux de thèse est une meilleure compréhension de l'influence du sable de fonderie sur les propriétés mécaniques des bétons. Les pertes de résistances constatées dans la littérature étant généralement associées à la granulométrie du déchet, plus précisément sa finesse,

le choix a été fait de s'affranchir au mieux de son influence pour mettre ainsi en évidence d'autres causes possibles de ces variations. La réalisation d'un mélange tout à fait conforme en termes de granulométrie pour les mortiers entrainerait une consommation importante du sable de fonderie fourni pour la durée de la thèse. C'est pourquoi un mélange de sables dont la granulométrie se rapproche le plus possible de celle du sable normalisé a été réalisé en optimisant l'utilisation du sable de fonderie [192], [193].

Comme cela peut être observé en Figure III.1, environ 30 % du sable normalisé se situe dans le fuseau 0/0,5 mm alors que ce fuseau représente 95 % du sable de fonderie. De plus, la revue de la littérature présentée en amont a permis de constater que le taux de substitution du sable de fonderie le plus utilisé est de 30 % et que peu d'études ont été menées pour des taux supérieurs [13], [21], [27], [33], [39], [42], [43], [47], [75]. Ce taux de substitution correspond aussi au taux optimal, constaté lors de trois études de l'évolution de la résistance en compression à 28 jours en fonction du pourcentage de sable de fonderie [39], [42], [43].

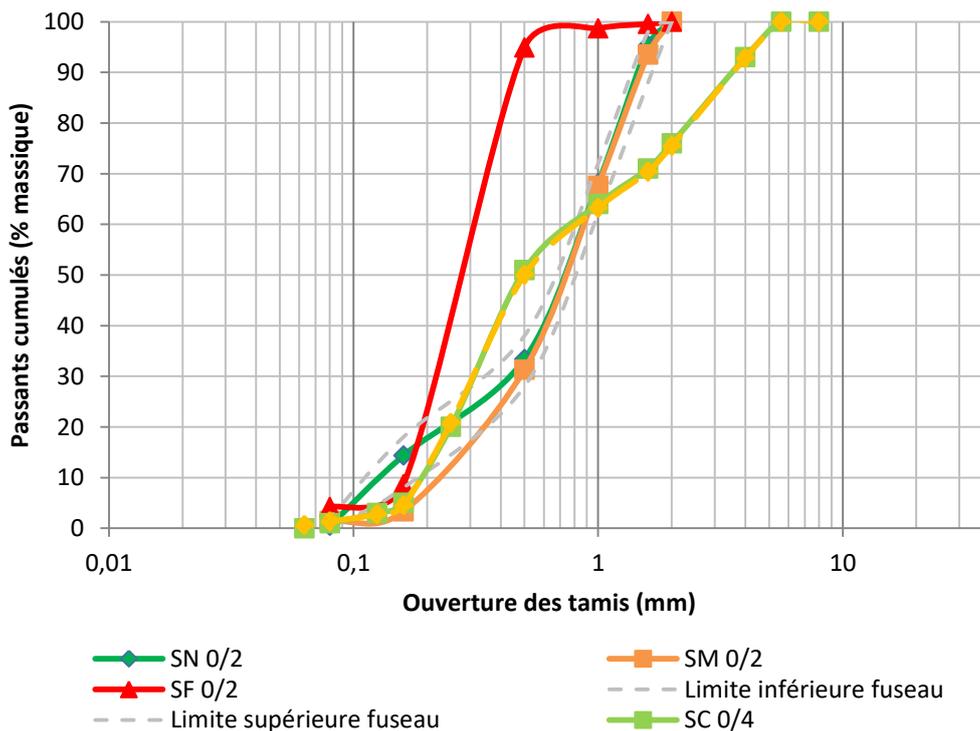


Figure III.2 : Courbe granulométrique des sables mélangés (SM 0/2 et SMC 0/4) en comparaison des sables de référence (SN 0/2 et SC 0/4)

En prenant en compte les différentes courbes granulométriques obtenues pour SF 0/2 et SN 0/2 ainsi que les résultats de la littérature, le choix a été fait d'analyser l'influence du sable de fonderie pour le seul taux de substitution de 30 % avec un mélange (SM 0/2) de 30 % de sable de fonderie pris dans son fuseau 0/0,5 et 70 % de sable normalisé pris dans le fuseau 0,5/2. La courbe

granulométrique de SM 0/2 présentée en Figure III.2 traduit une diminution de la finesse ce qui est confirmée par un module de finesse de 2,8. Cette valeur plus importante que celle du sable normalisé est due à une granulométrie plus serrée du sable de fonderie avec la majorité des grains d'un diamètre compris entre 250 et 500  $\mu\text{m}$ . La teneur en fines de 0,9 % de SM 0/2 est supérieure à celle de SN 0/2. Toutefois elle est inférieure à la valeur seuil de 3 % et permet de classer, sur ce critère, les fines présentes dans ce mélange comme non nocives pour le béton [26].

Une correction basée sur le même principe et pour un même taux de substitution a été réalisée pour le mélange de sables (SMC 0/4) utilisé dans la fabrication du béton à base de sable de fonderie de 30 % de sable de fonderie. Le sable de construction SC 0/4 est composé de 50 % de sable de dimensions inférieures à 0,5 mm. Dans le sable mélangé SMC 0/4, cette fraction de sable a été remplacée par du SF 0/0,5 et du SC 0/0,5. La composition finale de ce mélange est de 30 % de SF 0/0,5 + 20 % de SC 0/0,5 + 50 % SC 0,5/4 et a permis d'obtenir un SMC 0/4 d'une granularité similaire à celle de SC 0/4.

### III.1.3. Propreté des sables

L'essai d'équivalent de sable a donné des valeurs de SE (Sand Equivalent) respectivement de  $95\pm 1$ ,  $92\pm 1$  et  $94\pm 1$  pour SN 0/2, SF 0/2 et SM 0/2. Ces valeurs similaires et élevées traduisent une très grande propreté des sables en ce qui concerne les fines argileuses qui peuvent faire augmenter la demande en eau lors de la fabrication des matériaux cimentaires et perturber leur processus d'hydratation [192]. Ces résultats permettent de confirmer le caractère non nocif des fines présentes dans SN 0/2 et SM 0/2 et de déterminer qu'il en va de même pour SF 0/2, malgré son taux de fines égal à la valeur seuil de 3 %.

### III.1.4. Masses volumiques et coefficient d'absorption d'eau

Les résultats des essais de masses volumiques et de coefficient d'absorption d'eau obtenus pour les différents granulats utilisés dans la fabrication des mortiers et des bétons sont présentés en Tableau III.1.

Les valeurs de masses volumiques du sable normalisé de  $2,64 \text{ t/m}^3$  sont équivalentes à celle de la silice ( $2,65 \text{ t/m}^3$ ) [192], [193]. Le peu de variation entre la masse volumique réelle et la masse volumique absolue traduit quant à elle une faible porosité ouverte des grains. Cette observation est confirmée par le coefficient d'absorption d'eau qui est inférieur à 0,1 %.

*Tableau III.1 : Masses volumiques et coefficient d'absorption d'eau des granulats*

	$\rho_a^*$ (t/m <sup>3</sup> )	$\rho_{rd}^*$ (t/m <sup>3</sup> )	$\rho_{ssd}^*$ (t/m <sup>3</sup> )	WA <sub>24</sub> * (%)
<b>SN 0/2</b>	2,65 ± 0,00	2,64 ± 0,01	2,64 ± 0,01	0,07 ± 0,06
<b>SF 0/2</b>	2,72 ± 0,01	2,69 ± 0,02	2,70 ± 0,01	0,48 ± 0,14
<b>SM 0/2</b>	2,63 ± 0,00	2,61 ± 0,01	2,62 ± 0,01	0,28 ± 0,06
<b>SC 0/4</b>	2,66 ± 0,01	2,59 ± 0,02	2,62 ± 0,02	1,05 ± 0,14
<b>SMC 0/4</b>	2,63 ± 0,01	2,60 ± 0,02	2,61 ± 0,02	0,40 ± 0,20
<b>G 4/8</b>	2,65 ± 0,01	2,54 ± 0,01	2,58 ± 0,00	1,67 ± 0,27
<b>G 8/16</b>	2,66 ± 0,01	2,57 ± 0,00	2,61 ± 0,00	1,25 ± 0,13

*$\rho_a$  : masse volumique absolue ;  $\rho_{rd}$  : masse volumique réelle séchée*

*$\rho_{ssd}$  : masse volumique réelle saturée surface sèche ; WA<sub>24</sub> : Coefficient d'absorption d'eau*

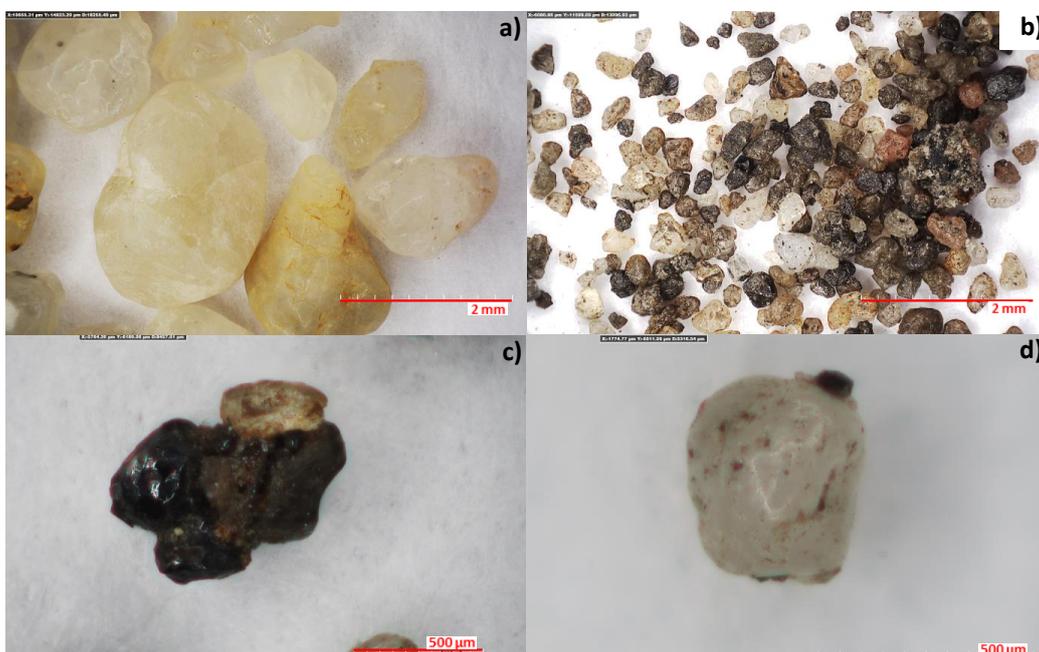
Les valeurs de masses volumiques de SF 0/2 sont plus élevées et présentent une variation plus importante. L'augmentation des valeurs peut être due à la présence d'impuretés métalliques ou d'autres éléments présentant une masse volumique plus importante que celle de la silice [192], [193]. La variation entre les valeurs de masses volumiques absolue et réelle traduit quant à elle une porosité légèrement plus importante que celle de SN 0/2 et confirmée par la valeur de 0,39 % pour le coefficient d'absorption d'eau. Ce coefficient d'absorption reste toutefois faible. Il correspond à la partie basse de la plage de variation (0,33 à 7,67 %) obtenue pour les sables de fonderie de la littérature [13], [16], [17], [21], [27], [31], [33], [43], [47], [48]. Il est inférieur à certaines valeurs qui peuvent être obtenues pour les sables naturels (0,89 à 4,94) [13], [17], [21], [33], [43], [48]. Ce faible coefficient d'absorption d'eau va dans le sens de la faible valeur de teneurs en fines et peut être dû au fait que le sable de fonderie utilisé dans le cadre de ces travaux est un sable de fonderie chimique et non un sable à vert lié avec de l'argile. Malgré une masse volumique absolue plus élevée pour SF 0/2, la masse volumique de SM 0/2 reste équivalente à celle de SN 0/2 [192]. Cela peut être dû au fait que certaines impuretés plus denses présentes dans le sable de fonderie le sont majoritairement dans la fraction 0,5 à 2 mm.

Les deux sables utilisés dans le béton présentent des masses volumiques équivalentes et conformes aux valeurs retrouvées dans la littérature [13], [17], [38], [43]. Le coefficient d'absorption d'eau est légèrement plus important pour SC 0/4 en comparaison des autres sables. Les deux gravillons ont une densité équivalente et un coefficient d'absorption d'eau équivalent à celui de SC 0/4.

### III.1.5. Morphologie

Différentes observations du sable de fonderie au microscope numérique ont permis de rendre compte que les grains pouvaient être de formes arrondies et subangulaires comme ceux du sable normalisé (Figure III.3). Les couleurs varient pour certains grains entre les différents tons de beige et

jaune généralement retrouvées pour des grains de sables siliceux comme ceux du sable normalisé. D'autres grains présentent une couleur plus sombre. Cette différence de coloration peut être due à une composition minéralogique différente de ces grains ou encore à la présence de résidus de résines utilisées dans la formulation du sable de fonderie chimique et dégradées par la chaleur durant la coulée des métaux (Figure III.3c). La présence des résidus de cette résine nécessaire à la liaison des grains de sables pour la mise en forme des moules en fonderie favorise aussi l'agglomération de certains grains de sable après la coulée. D'autres particules peuvent aussi être agglomérées aux grains de sables de fonderie comme cela est présenté en Figure III.3d.



*Figure III.3 : Morphologies et couleurs de SN 0/2 (a) et SF 0/2 (b, c et d) observées au microscope numérique*

Les observations réalisées au microscope numérique sur des grains de sable enrobés ont mis en évidence, pour le sable de fonderie, la présence de grains de couleur gris métallique ainsi que celles de particules enrobées par de la résine chimique dégradée d'une couleur noire autour des grains (Figure III.4).

La nature des différents minéraux présents dans les sables de fonderie ainsi que celle des particules agglomérées à des grains de sables est étudiée dans la partie III.2.2 de ce chapitre (page 140).

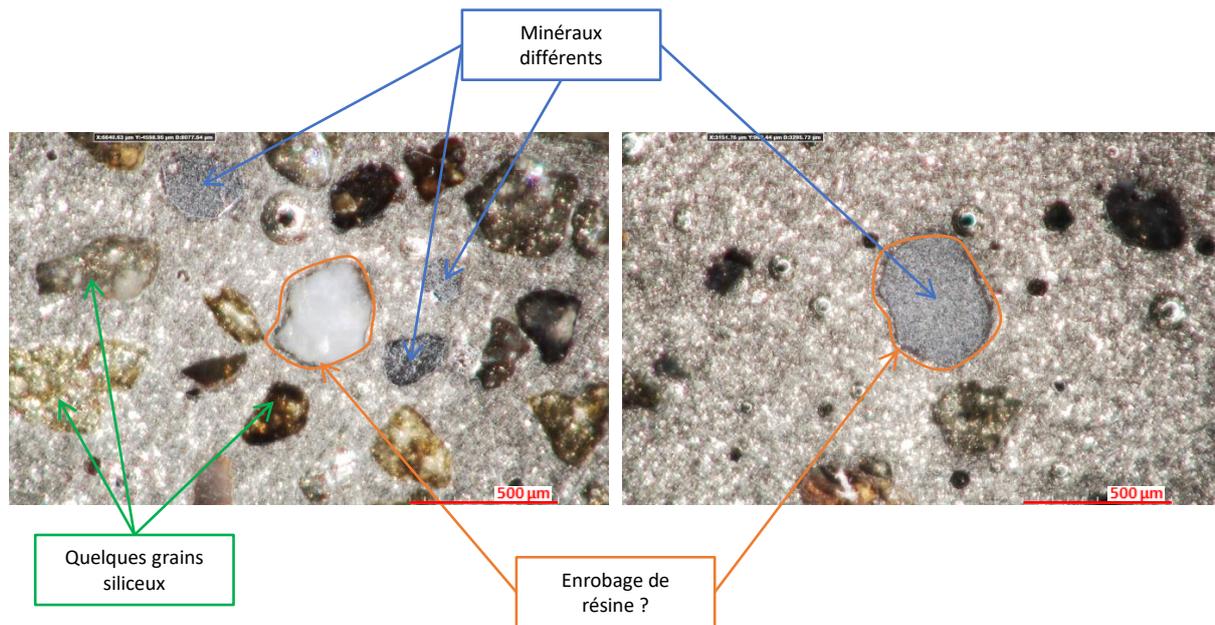


Figure III.4 : Observation au microscope numérique de grains de sable de fonderie enrobés et polis

La caractérisation physique des sables a mis en évidence la finesse du sable de fonderie par rapport au sable normalisé et la possibilité d'une teneur en fines du sable de fonderie potentiellement nocive pour le béton. L'étude de la granulométrie des deux sables a permis d'aboutir à la formulation d'un mélange optimisé dont la granularité se rapproche de celle du sable normalisé et dont la teneur en fines est inférieure au seuil de nocivité pour le béton. Les essais d'équivalent de sable ont permis de conclure que les différents sables présentent une propriété équivalente avec des valeurs de SE très élevées et une présence de fines non nocives pour les bétons. Considérant ces résultats ainsi que les faibles coefficients d'absorption d'eau, le mélange SM 0/2 présente donc des propriétés physiques conformes pour une utilisation dans le béton. La conformité des propriétés chimiques de ces sables sera déterminée par les essais de teneurs en éléments solubles et en composés organiques néfastes pour la prise.

Les essais de masses volumiques ont mis en évidence une masse volumique plus élevée pour le sable de fonderie lorsqu'il est testé seul et dans le fuseau 0/2. Cette différence de densité ainsi que les particules d'une coloration particulière retrouvées dans ce sable traduisent la présence d'impuretés dont la nature sera analysée grâce aux essais de détermination de la composition chimique et cristallographique des sables.

## III.2. Caractérisation chimique

### III.2.1. Essais recommandés pour une utilisation dans le béton

#### III.2.1.1. Eléments solubles dans l'eau et dans l'acide

Les résultats des essais d'éléments solubles dans l'eau et dans l'acide réalisés selon la norme NF EN 1744-1 [178] sont donnés en Tableau III.2.

*Tableau III.2 : Résultats des essais normalisés de caractérisation chimique de SN 0/2, SF 0/2 et SM 0/2*

	SN 0/2	SF 0/2	SM 0/2
<b>Chlorures solubles dans l'eau (% massique)</b>	0,002 ± 0,0001	0,002 ± 0,0001	0,002 ± 0,0001
<b>Soufre total (% massique)</b>	Aucun précipité	Aucun précipité	Aucun précipité
<b>Matières humiques</b>	Test négatif	Test négatif	Test négatif
<b>Acide fulvique</b>	Test négatif	Test négatif	Test négatif

L'essai de détermination des ions chlorures solubles dans l'eau a mis en évidence que les teneurs en chlorures solubles étaient très faibles pour les trois sables avec des valeurs oscillant autour de 0,002 % en masse. La norme recommande de présenter les valeurs à 0,01 % près. Les résultats obtenus étant inférieurs à 0,01 %, cette dernière valeur pourra être utilisée comme la teneur en chlorure du sable de fonderie étudié pour tout calcul de la teneur en chlorures du béton. La conformité des sables de fonderie par rapport à ce critère a été très peu étudiée. Le sable de fonderie étudié par Basar et Deveci Aksoy [27] présente une teneur plus élevée (0,09 %).

Lors des essais de détermination de soufre total, l'ajout de chlorure de baryum dans la solution extraite des différents sables n'a donné lieu à aucun précipité de sulfate de baryum. Ces observations ont permis de conclure à l'absence de composés soufrés dans les différents sables étudiés.

#### III.2.1.2. Composés organiques altérant la prise et le durcissement du ciment

Les essais qualitatifs de détermination des matières humiques et de l'acide fulvique présents dans les sables permettent d'estimer s'ils sont présents en quantité suffisante pour altérer la prise et le durcissement des matériaux cimentaires. Les différents essais réalisés suivant la norme NF EN 1744-1 [178] ont donné lieu à des résultats négatifs pour les trois sables. Les composés organiques dissous par la solution de NaOH pour les matières humiques et la solution de HCl pour les acides fulviques n'étaient pas en quantités suffisantes pour provoquer la coloration nécessaire pour qualifier les teneurs en composés organiques comme des teneurs critiques pour l'hydratation des matériaux cimentaires.

## III.2.2. Compositions chimique et cristallographique des sables

### III.2.2.1. Composition chimique

La composition chimique des sables déterminée par fluorescence X est donnée avec la valeur de perte au feu pour SN 0/2 et SF 0/2 au Tableau III.3. Elle a aussi été déterminée pour SF 0/0,5 afin de vérifier s'il existe une différence importante dans la composition chimique de SF 0/2 utilisé pour MSFT et SF 0/0,5 utilisé lors de la fabrication des mortiers formulés avec une substitution partielle du sable.

Tableau III.3 : Composition chimique de SN 0/2, SF 0/2 et SF 0/0,5 (valeurs en % massique)

	SN 0/2	SF 0/2	SF 0/0,5
<b>SiO<sub>2</sub></b>	97,7	84,0	85,7
<b>Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	/	4,6	4,3
<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	/	3,6	3,1
<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	0,7	3,1	2,7
<b>MgO</b>	/	0,7	0,7
<b>K<sub>2</sub>O</b>	0,2	0,4	0,4
<b>NiO</b>	0,3	0,3	0,3
<b>CaO</b>	0,1	0,3	0,2
<b>TiO<sub>2</sub></b>	0	0,1	0,1
<b>As<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	0	0,1	0
<b>ZrO<sub>2</sub></b>	0	0,1	0,1
<b>Perte au feu</b>	0,3	1,6	1,5
<b>Total</b>	99,3	98,9	99

Les résultats mettent en évidence des pertes au feu de 1,6 % et 1,5 % pour SF 0/2 et SF 0/0,5. Elles sont supérieures à celle de SN (0,3 %) mais restent dans la fourchette basse des valeurs retrouvées dans la littérature.

Les différents sables sont majoritairement composés de silice. Sa teneur est plus élevée pour le sable normalisé (97,7 %) comparé au sable de fonderie pris dans les deux fuseaux de 0/2 mm et 0/0,5 mm (84,0 % et 85,7 %). Les teneurs en aluminium, en fer et en chrome presque nulles pour le sable normalisé sont plus importantes dans le déchet. La concentration en fer et en aluminium est généralement retrouvée dans la littérature [3], [19], [21] et peut être attribuée à la coulée des alliages de fer et d'aluminium dans les moules. Les alliages métalliques comprenant des éléments secondaires (chrome, magnésium, zinc, vanadium, titane), ces derniers peuvent aussi être présents dans des proportions moins importantes à l'échelle de traces. Le sable de fonderie étudié dans le cadre de ces travaux présente toutefois une forte teneur en chrome dans les deux fractions

granulaires 0/2 et 0/0,5 mm. La présence de cet élément dans une proportion aussi élevée que celle du fer indique qu'il ne provient pas uniquement de la coulée d'un acier inoxydable. Elle traduit la présence éventuelle d'autres minéraux tels que la chromite utilisée dans certaines fonderies en remplacement du sable siliceux ou encore dans la production de chrome.

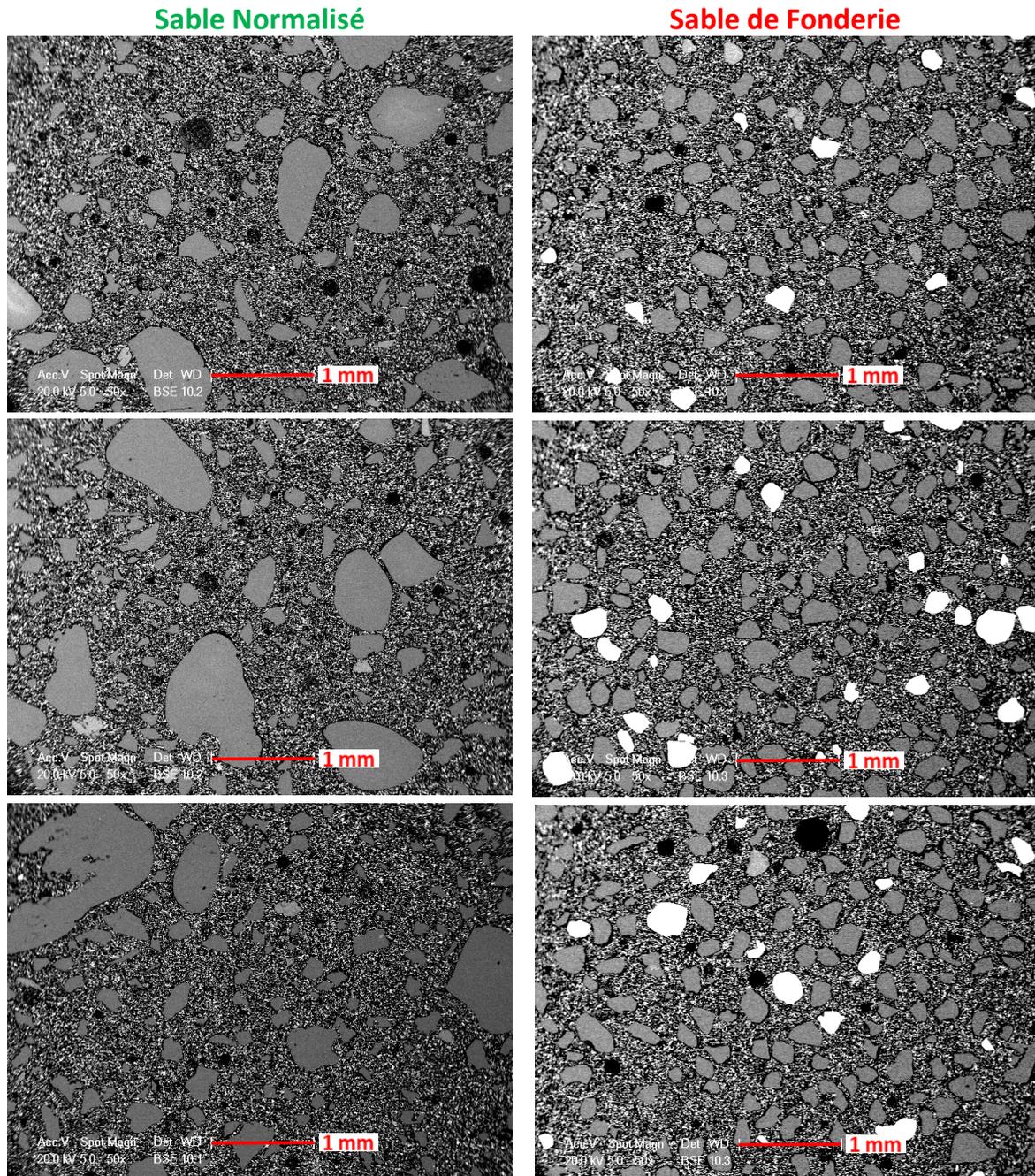


Figure III.5 : Observation au MEB-BSE du sable de fonderie et du sable normalisé

Les observations réalisées au MEB-BSE sur des grains de sables de fonderie enrobés indiquent également la présence majoritaire de la silice ainsi que celle d'autres éléments présentant un poids atomique plus élevé. La Figure III.5 regroupe différentes images qui donnent une idée de la

proportion de ces grains plus lourds (blancs) par rapport aux grains de silice (gris). Les fines particules blanches dispersées correspondent à des particules de nickel introduites dans la résine pour assurer la conductivité des échantillons. Des cartographies réalisées sur certaines particules de sable de fonderie sélectionnées pour mettre en évidence les différentes compositions d'éléments chimiques possibles sont présentées en partie III.3.3 de ce chapitre (page 144).

### III.2.2.2. Composition cristallographique

La composition cristallographique des sables déterminée par diffraction des rayons X confirme que l'élément principal pour SN 0/2, SF 0/2 et SF 0/0,5 est la silice présente sous forme de quartz [192]. La Figure III.6 présente un exemple de diffractogramme pour chaque sable étudié. Elle met en évidence les pics de quartz ainsi que d'autres pics moins importants dans les échantillons de sable de fonderie mais caractéristiques d'autres phases secondaires. L'une des phases identifiée est la donathite aussi connue sous le nom de chromite.

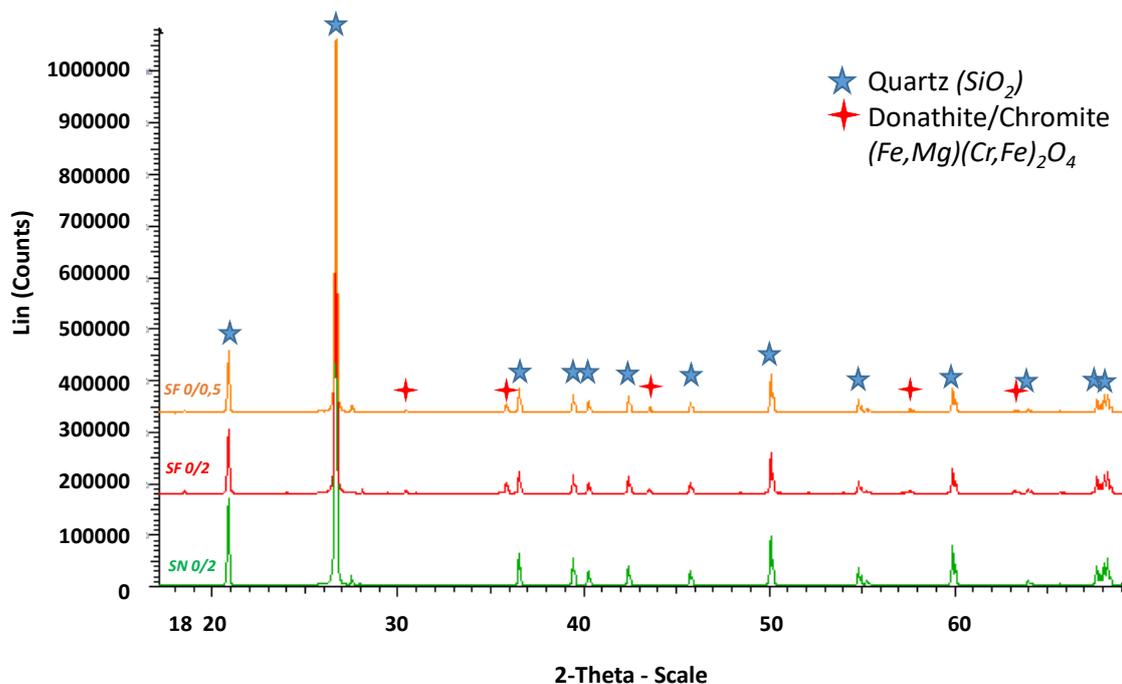


Figure III.6 : Diffractogrammes des sables SN 0/2, SF 0/2 et SF 0/0,5

Les essais normalisés de caractérisation chimique des sables ont confirmé qu'ils étaient conformes pour une utilisation dans le béton avec des teneurs en éléments solubles équivalentes et des teneurs très faibles en matières organiques néfastes pour la prise. La composition chimique du sable de fonderie a mis en évidence la présence de divers éléments métalliques et la DRX a permis de constater que certains de ces éléments pouvaient s'expliquer par la présence de minéraux spécifiques contenant du fer et du chrome. Ce sable de fonderie étant utilisé pour la coulée de métaux, il est possible qu'une partie de ces éléments métalliques proviennent aussi de la coulée.

### III.3. Caractérisation des particules métalliques

Une partie des travaux de caractérisation du sable de fonderie a consisté en la quantification des particules aimantées ainsi que l'étude de leur répartition granulométrique, de leur morphologie et de leur composition chimique.

#### III.3.1. Quantification

La sélection de particules par aimantation a permis de constater que les particules aimantées représentent 6,85 % en masse de sable de fonderie. Cette quantification des particules aimantées met en évidence une proportion non négligeable de particules contenant du fer magnétisable ou des grains de sables agglomérés à des particules contenant du fer magnétisable. La proportion de particules aimantées varie peu pour les 10 éprouvettes testées car elle est en moyenne de  $6,79 \pm 0,95$  % par éprouvette.

#### III.3.2. Distribution granulométrique

La Figure III.7 représente la courbe granulométrique déterminée par mesure à l'HIROX pour les particules aimantées (Figure III.7a) et rappelle celle obtenue par tamisage pour SF 0/2 (Figure III.7b). On observe, au début, pour les grains de dimensions inférieures à 150  $\mu\text{m}$ , une différence entre les deux courbes. Les particules aimantées mesurées ne présentent pas de grains de dimensions inférieures à 150  $\mu\text{m}$  alors qu'ils représentent 6 % en masse des grains de SF 0/2. Par la suite les deux courbes présentent une distribution granulométrique similaire. Les particules de dimensions inférieures à 500  $\mu\text{m}$  qui représentent 95 % de la masse de SF 0/2 représentent 90 % de la totalité des particules aimantées mesurées. En se basant sur le pourcentage de 6,85 % de particules aimantées obtenu pour SF 0/2, la proportion des particules aimantées peut donc être estimée à 6,17 % ( $0,9 \times 6,85$  %) pour SF 0/0,5 et 1,85 % pour SM 0/2 ( $0,3 \times 6,17$  %)

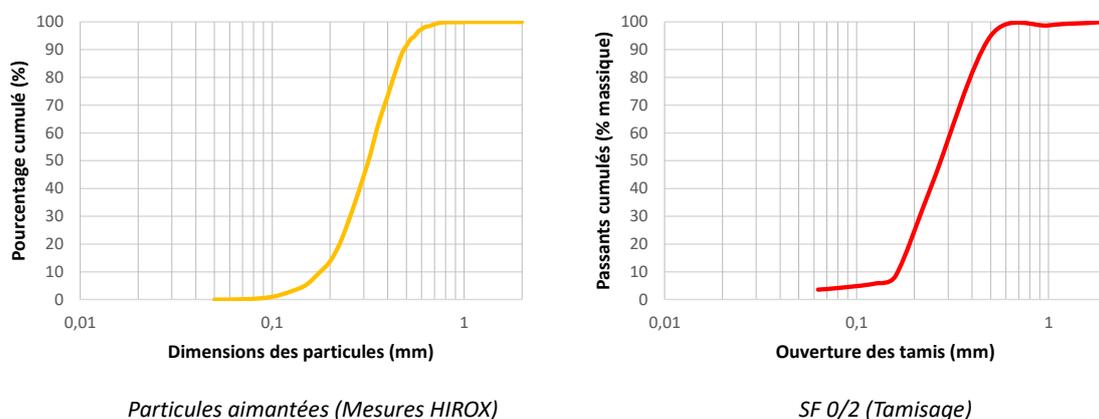


Figure III.7 : Courbe granulométrique des particules aimantées comparée à celle de SF 0/2

### III.3.3. Morphologie et composition chimique

L'observation de ces particules aimantées au microscope numérique et au MEB-BSE a permis de mettre en évidence que les particules aimantées pouvaient présenter des formes similaires à celles observées pour SN 0/2 et SF 0/2 pris dans sa globalité. Il a aussi été noté la présence de résidus de résine en surface des grains et l'agglomération de différentes particules entre elles.

Différentes cartographies, au MEB, de certains grains magnétisés et enrobés ont permis de constater la présence majoritaire de silice ainsi que celle d'autres éléments métalliques présents sous forme de composés. La Figure III.8 présente un exemple de cartographies avec un grain composé d'un mélange contenant majoritairement du chrome puis du fer, de l'aluminium et du magnésium, fréquemment retrouvé et associé à la chromite. Sur cette même figure est mise en évidence (contour rouge) la possibilité d'une agglomération entre les grains de silice et une particule de fer provenant de la coulée des métaux.

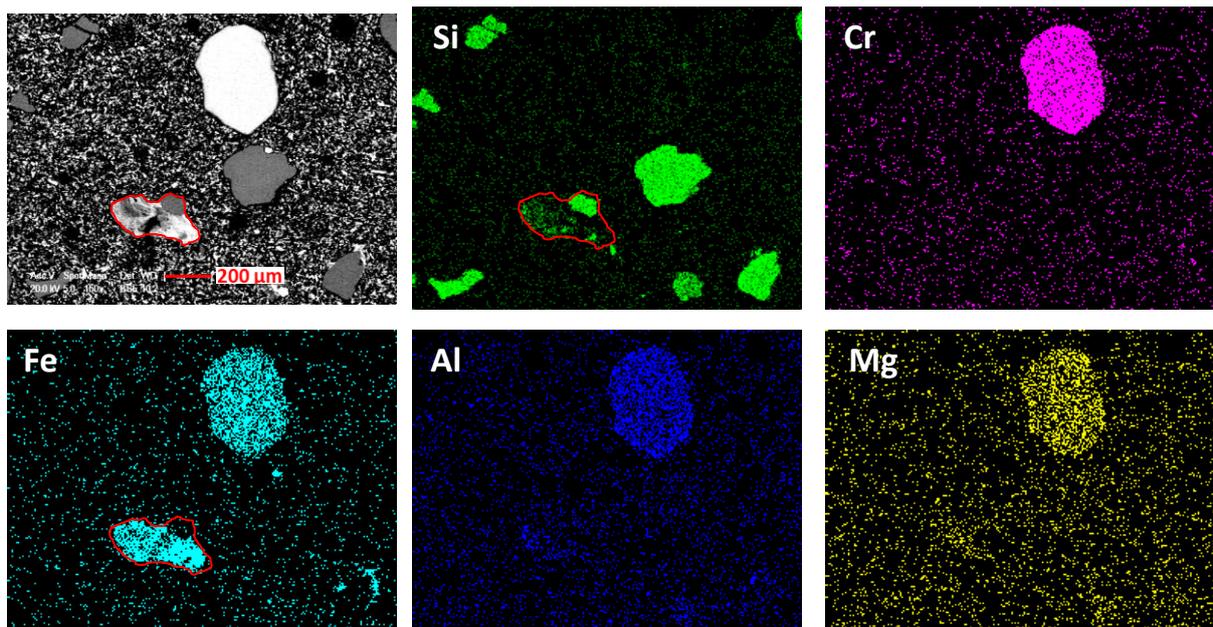


Figure III.8 : Image MEB (mode BSE) et cartographies EDS de grains de sable de fonderie enrobés puis polis avec mise en évidence (en rouge) d'une agglomération de fer et de silice

Des observations et cartographies sur des grains non enrobés ont permis de vérifier cette hypothèse de la présence de particules métalliques agglomérées sur les grains de silice ou d'une agglomération de différentes particules siliceuses entre elles. La Figure III.9 montre un exemple d'une agglomération de petites particules de fer sur une partie d'un grain de silice.

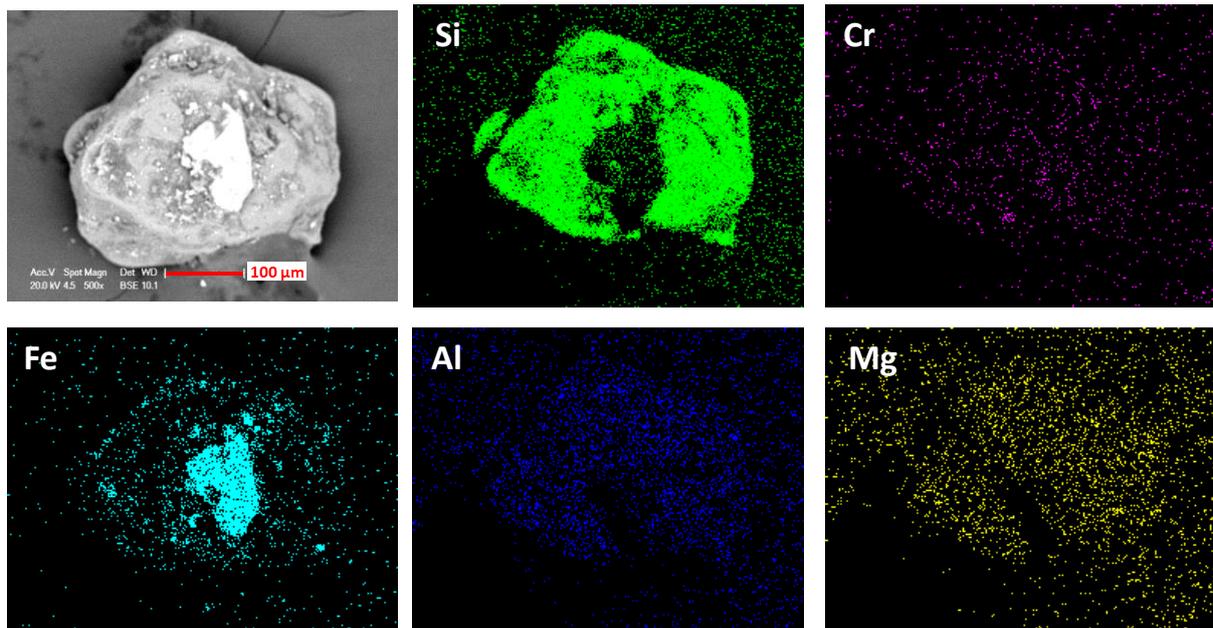


Figure III.9 : Image MEB (mode BSE) et cartographies EDS d'un grain de sable de fonderie non enrobé et aggloméré à du fer

Différentes agglomérations de grains siliceux sont aussi présentées en Figure III.10. Les différentes observations ont mis en évidence le caractère parfois fragile de la liaison entre ces grains qui peut être rompue par une simple pression comme celle exercée par la pointe d'un stylo pour vérifier l'attache entre les particules et le scotch en carbone. Cette fragilité de la liaison peut entraîner une modification de la granulométrie du sable lors du malaxage des mortiers ainsi que celle des propriétés de ces matériaux cimentaires.

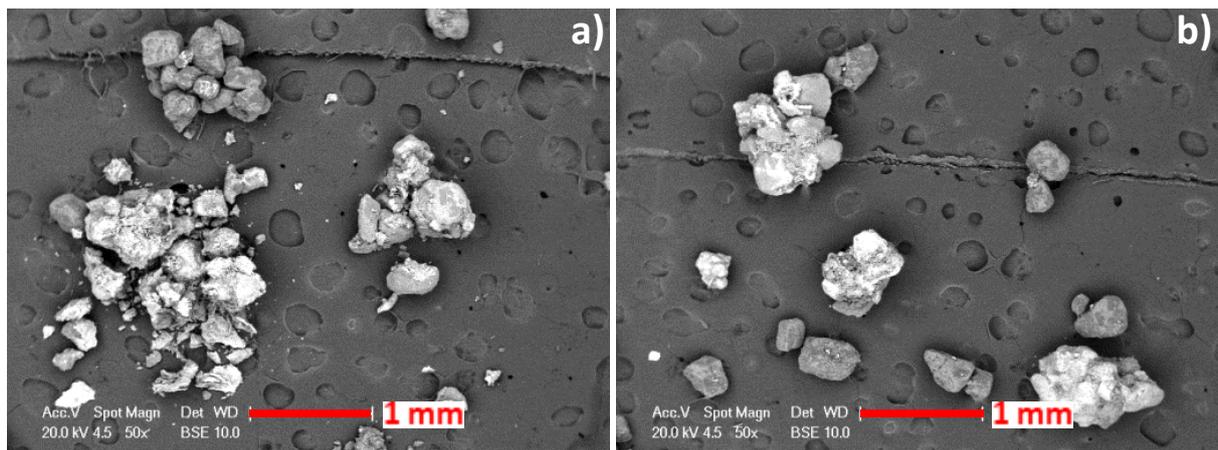


Figure III.10 : Agglomérations de grains observées au MEB (mode BSE)

La caractérisation des particules magnétisables présentes dans le sable de fonderie a mis en évidence qu'elles n'étaient pas uniquement composées d'un métal ou d'un alliage métallique mais qu'elles pouvaient être des agglomérations de grains de silice, de chromite et de particules métalliques provenant de la coulée des métaux en fusion. La présence de ces éléments présentant

une dureté de 5 à 6 sur l'échelle de Mohs et donc plus faible que celle de la silice (7) peut entraîner une baisse des résistances mécaniques des matériaux cimentaires. Leur distribution granulométrique similaire à celle de SF 0/2 pris dans sa globalité ne permet pas un traitement du sable par simple tamisage. L'observation de ces différentes particules a aussi permis de conclure que lors du malaxage des matériaux cimentaires, une modification de la granulométrie des sables est à envisager car certains grains agglomérés présentent entre eux une liaison fragile.

### III.4. Conclusion

La caractérisation physico-chimique des sables étudiés dans le cadre de ces travaux a permis de conclure en une conformité du sable de fonderie pour une utilisation dans le béton au regard de la norme des granulats pour béton. Une attention particulière doit tout de même être apportée à sa granulométrie plus fine que celle du sable normalisé. Dans le cadre de ces travaux, l'influence éventuelle de ce paramètre a été prise en compte dans la formulation d'un sable mélangé à granulométrie optimisée. Les essais supplémentaires de caractérisation de la morphologie des sables et de détermination de leur compositions chimique et cristallographique ont mis en évidence la présence, dans le sable de fonderie, d'impuretés sous formes d'agglomérats de métal sur les grains siliceux, de particules essentiellement composées de chrome et de fer ou encore de résidus de résine dégradée enrobant les grains. L'influence possible de la chimie et de la qualité de surface de ces particules impures et de dimensions équivalentes à celles des grains de silice est analysée au chapitre 5 de ce document (page 189).

## IV. INFLUENCE DU SABLE DE FONDERIE SUR LES PROPRIETES MECANIQUES DES MORTIERS

---

Ce chapitre concerne l'étude de l'influence du sable de fonderie sur les propriétés mécaniques des matériaux cimentaires.

La première partie est consacrée à l'étude de cette influence sur les résistances en compression et en flexion à 28 jours de mortiers formulés avec différents taux de substitution du déchet et testés suivant la norme NF EN 196-1 [175]. L'évolution dans le temps de ces résistances mécaniques a aussi été étudiée pour le mortier MSF formulé avec 30 % de sable de fonderie en comparaison au mortier normalisé MN. De plus, la résistance à la compression d'une formulation de béton incorporant du sable de fonderie a été comparée à celle d'un béton aux granulats naturels.

La deuxième partie concerne l'étude de l'influence du déchet sur la rigidité en compression des mortiers. L'étude a été réalisée par une méthode originale basée sur le couplage de la CIN aux essais normalisés de détermination de la résistance en compression des mortiers. Cette méthodologie s'inspire aussi des essais normalisés de détermination du module d'élasticité en compression des bétons [190]. Grâce aux premiers résultats obtenus, des ajustements ont été réalisés pour optimiser la méthode de détermination des modules d'élasticité. Ils sont présentés et discutés en amont de l'analyse des résultats obtenus pour MN, MSF et MSFT.

La troisième et dernière partie traite de l'analyse de la réponse à la flexion des mortiers avec une étude du processus d'endommagement des éprouvettes, une détermination des caractéristiques géométriques de la fissure principale ainsi qu'une évaluation de la flèche et de l'énergie au pic de chargement. Comme pour l'étude de la rigidité, cette analyse concerne MN, MSF et MSFT

## IV.1. Résistances mécaniques

### IV.1.1. Résistances mécaniques à 28 jours des mortiers et des bétons

Dix mortiers ont été formulés et testés à 28 jours suivant les essais normalisés de résistances en flexion ( $R_f$ ) et en compression ( $R_c$ ) [175] pour déterminer l'effet de l'incorporation du sable de fonderie dans le matériau. Les compositions des mortiers ont été présentées au chapitre 2 (page 98) mais les informations essentielles relatives aux mélanges de sables, au rapport E/C et à leur consistance sont données au Tableau IV.1. Ce tableau présente aussi les valeurs de résistances mécaniques et le rapport  $R_f/R_c$  des différents mortiers. Les deux dernières lignes sont consacrées aux variations des résistances mécaniques des mortiers formulés avec le sable de fonderie par rapport au mortier normalisé (MN).

Tableau IV.1 : Formulations (sables, E/C) et ouvrabilité des mortiers testés pour l'analyse de l'influence du sable de fonderie sur les résistances mécaniques des mortiers et variations de ces propriétés par rapport au mortier normalisé

	MN	MSF10	MSF (30)	MSF_0,5	MSF_0/2	MSF50	MSF80	MSF100	MSFT	MSFT_0,62
<b>SN 0/0,5 (%)</b>	32	/	/	/	22,4	/	/	/	/	/
<b>SN 0,5/2 (%)</b>	68	90	70	70	47,6	50	20	/	/	/
<b>SF 0/0,5 (%)</b>	/	10	30	30	/	50	80	100	/	/
<b>SF 0/2 (%)</b>	/	/	/	/	30	/	/	/	100	100
<b>Module de finesse</b>	2,6	3,3	2,8	2,8	2,5	2,5	1,9	1,5	1,6	1,6
<b>E/C</b>	0,5	0,45	0,48	0,5	0,52	0,5	0,56	0,62	0,6	0,62
<b>Consistance (mm)</b>	35	33	38	44	35	38	34	34	30	34
<b><math>R_f</math> (MPa)</b>	7,0 ± 0,4	6,4 ± 0,6	5,5 ± 0,5	5,7 ± 0,3	6,1 ± 0,1	5,4 ± 0,1	4,8 ± 0,2	4,1 ± 0,3	3,7 ± 0,5	4,0 ± 0,9
<b><math>R_c</math> (MPa)</b>	58,7 ± 1,4	54,5 ± 1,0	49,3 ± 1,0	47,7 ± 1,4	45,4 ± 1,0	42,6 ± 1,3	31,3 ± 1,9	26,0 ± 0,8	26,9 ± 1,0	25,1 ± 1,6
<b><math>R_f/R_c</math></b>	12%	12%	11%	12%	13%	13%	15%	16%	14%	16%
<b>Variation <math>R_f</math></b>	/	-8%	-21%	-19%	-13%	-23%	-31%	-41%	-47%	-43%
<b>Variation <math>R_c</math></b>	/	-7%	-16%	-19%	-23%	-27%	-47%	-56%	-54%	-57%

Les mortiers MN, MSF10, MSF (30), MSF50, MSF80 et MSF100 ont été formulés à consistance normalisée pour des taux de sables de fonderie SF 0/0,5 variant de 0 à 100 %. L'augmentation du taux de substitution implique celle des impuretés chimiques incorporées avec le déchet, une diminution du module de finesse des mélanges de sables ainsi qu'une augmentation du rapport E/C pour travailler à consistance normalisée. Les variations de résistances mécaniques obtenues pour ces mortiers en comparaison du mortier normalisé sont présentées en Figure IV.1. Cette figure présente

aussi les variations pour une formulation de béton. Les résultats obtenus pour les mortiers mettent en évidence que l'incorporation du déchet entraîne des pertes de résistances d'environ 8 % dès un taux de substitution de 10 %. Ces pertes s'accroissent avec l'augmentation du taux d'incorporation et sont respectivement de 41 % en flexion et 56 % en compression pour le taux de 100 %.

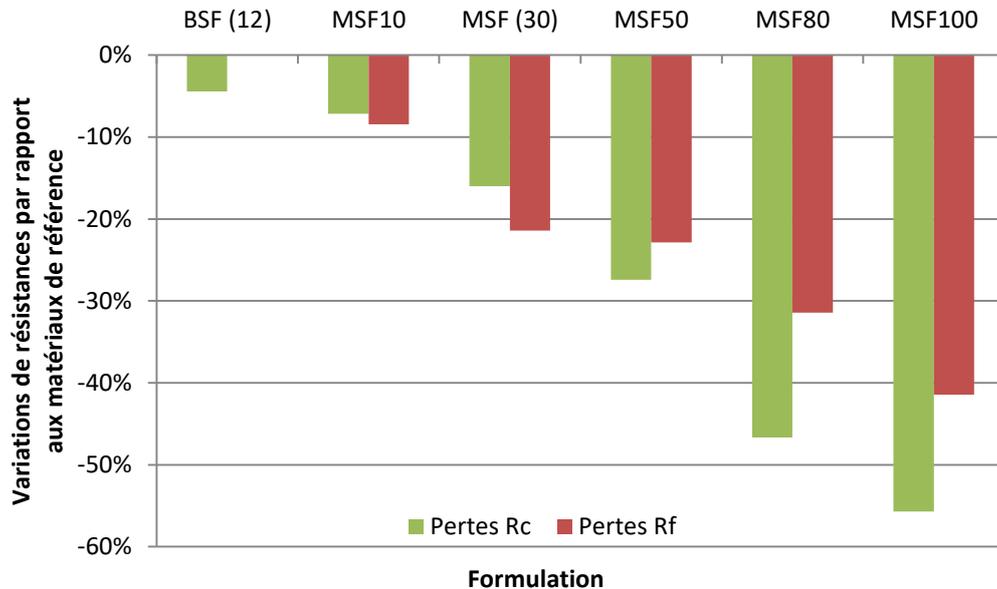


Figure IV.1 : Variations des résistances mécaniques de mortiers et bétons à base de sable de fonderie en comparaison avec leur matériau cimentaire de référence

Le rapport  $R_f/R_c$  varie peu (11 à 13 %) pour les taux de substitution inférieurs à 50 % et augmente ensuite légèrement avec leur augmentation (14 à 16 % pour un taux supérieur à 50 %). Cette augmentation de  $R_f/R_c$  semble toutefois être davantage liée à l'augmentation du rapport E/C. En effet, avec le taux de substitution de 100 %,  $R_f/R_c$  est plus important pour le rapport E/C de 0,62 comparé au rapport E/C de 0,60 et le fait que le sable de fonderie soit utilisé dans son fuseau 0/0,5 ou 0/2 ne semble avoir aucune influence sur ce résultat. Il en va de même pour MSF, MSF\_0,50 et MSF\_0/2 formulés avec trois rapports E/C différents mais le même taux de substitution de 30 %. Ces deux groupes de mortiers formulés avec 30 ou 100% de sable de fonderie mettent en évidence que pour un même taux d'incorporation du déchet, les valeurs moyennes de résistances en flexion augmentent légèrement avec l'augmentation du rapport E/C alors que ces valeurs diminuent pour les résistances en compression. Bien qu'une évolution significative (en prenant en compte les écarts-types) des valeurs n'apparaisse que pour une variation du rapport E/C supérieure à 0,02, ces faibles variations de moyenne des résistances mécaniques expliquent la légère augmentation de  $R_f/R_c$ . L'évolution de ce rapport laisse supposer qu'il n'y a pas de diminution significative au niveau des forces d'adhérence existantes entre la pâte cimentaire et les grains du sable normalisé ou du sable de fonderie. En effet, ces forces d'adhérence influant davantage sur la résistance en traction et donc

la résistance en flexion des matériaux cimentaires que sur leur résistance en compression [56], une diminution de leur intensité entraînerait une diminution du rapport  $R_f/R_c$ . Or pour tous les mortiers formulés avec du sable de fonderie, le rapport  $R_f/R_c$  est équivalent ou légèrement supérieur à celui de MN.

L'effet du déchet sur les résistances mécaniques des bétons a été étudié à 28 jours pour un taux d'incorporation de 30 % en remplacement du sable naturel. Pour la formulation étudiée, ce taux de substitution implique que le déchet représente 12 % de la masse totale des granulats incorporés dans le béton. Le rapport E/C utilisé est de 0,53 pour les deux bétons qui présentent respectivement un affaissement de 14 cm pour le béton de référence (BR) et 16,50 cm pour le béton à base de sable de fonderie (BSF). Comme cela peut être observé en Figure IV.1, BSF ne présente qu'une perte de résistance en compression de 4 % en comparaison à BR. La Figure IV.2 met en évidence que BSF a une résistance supérieure au minimum requis (37 MPa) pour correspondre à la classe de résistance C 30/37. Ce résultat pris en comparaison des résultats des mortiers formulés avec 10 % ou 30 % de sable de fonderie montre que le remplacement du sable naturel par ce déchet (30 %) permet d'obtenir des bétons satisfaisant au minimum normatif (C 30/37 par exemple). Ceci est probablement dû à la présence, en plus grande proportion, des gravillons qui assurent en partie la résistance du matériau. De plus le sable de construction utilisé dans le béton est de moins bonne qualité que le sable normalisé utilisé dans le mortier. De ce fait l'effet du sable de fonderie en remplacement de ces sables est moins accentué pour le béton.

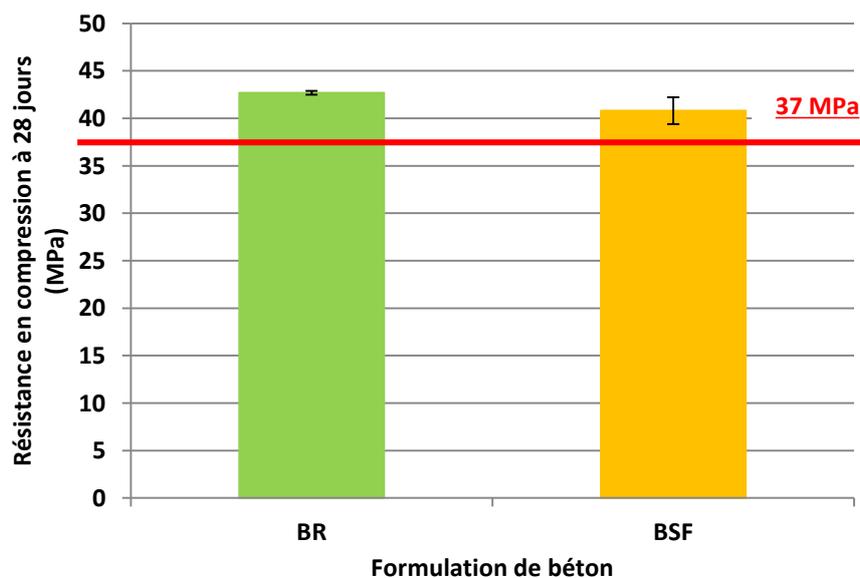
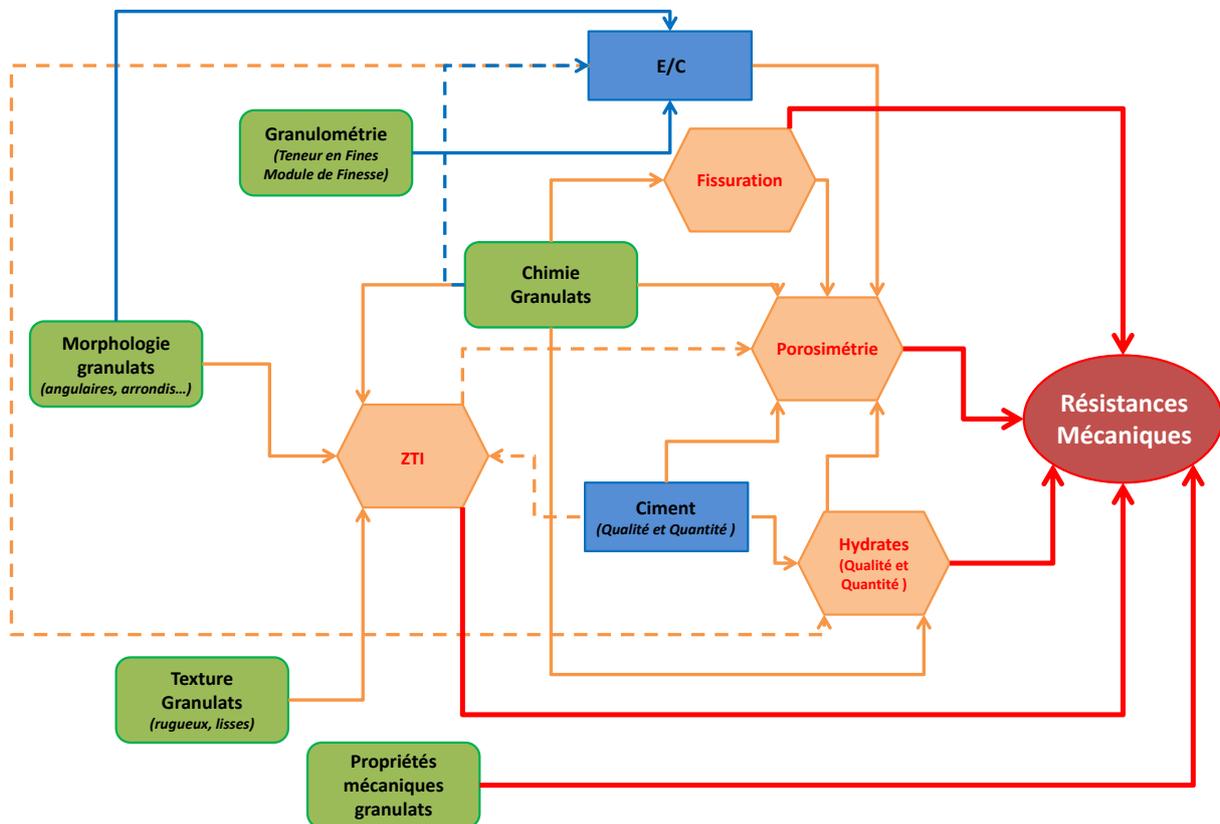


Figure IV.2 : Résistance en compression à 28 jours des bétons (BR et BSF)

La synthèse bibliographique a mis en évidence l'effet combiné de différents paramètres liés aux granulats et à la formulation de base des matériaux cimentaires sur les propriétés physico-

chimiques de ces derniers et de ce fait sur leurs propriétés mécaniques. La Figure IV.3 présente un schéma de différentes interactions possibles entre ces paramètres et les résistances mécaniques des mortiers. Les propriétés physico-chimiques des matériaux cimentaires sont représentées dans des hexagones de couleur orange. Les paramètres liés directement à la formulation des matériaux cimentaires sont notés dans des rectangles. Les sommets de ces rectangles sont arrondis pour les paramètres liés aux granulats (dont les sables) et à angles droits pour les autres paramètres. Les flèches sont orientées des paramètres influents aux propriétés ou paramètres susceptibles d'être impactés et leurs couleurs sont liées aux propriétés ou paramètres potentiellement influencés. Cette orientation facilite la compréhension du schéma qui se lit principalement des rectangles vers la bulle associée aux propriétés mécaniques en passant par les hexagones. Les styles de trait de certaines flèches ont été modifiés uniquement pour améliorer la lecture.



*Figure IV.3 : Schéma de différentes interactions possibles entre les paramètres influents des formulations de bétons ou mortiers et les propriétés physiques, chimiques et mécaniques de ces matériaux cimentaires*

Comme cela a été présenté au chapitre 1 de ce document, la majorité des travaux traitant de la valorisation des sables de fonderie dans les bétons ont été réalisés pour des sables de fonderie à vert ou de types inconnus. Mavroulidou et Lawrence [16] ainsi qu'Etcheberria *et al.* [21] ont précisé étudier l'influence de sables de fonderie chimiques sur les propriétés mécaniques de leurs formulations de bétons. Dans le cadre des travaux de Mavroulidou et Lawrence, bien que la quantité

de ciment ( $400 \text{ kg/m}^3$ ) et le rapport E/C (0,55) utilisés pour l'une de leurs formulations se rapprochent des valeurs retenues pour ces travaux de thèse ( $390 \text{ kg/m}^3$  et 0,53), les qualités de ciment, les proportions de sable par rapport à la masse totale de granulats et la physico-chimie des déchets demeurent très différents et rendent difficile une analyse comparative de leurs résultats avec ceux de ce travail. Pour la formulation de béton d'Etcheberria *et al.* [21] qui se rapproche le plus de celle réalisée dans le cadre de ces travaux, les différences sont essentiellement liées à la composition chimique des déchets, leur teneur en fines ainsi que leur densité.

Du fait des différences constatées au niveau de la physico-chimie des sables de fonderie et de la formulation des bétons de référence, une analyse entre les résultats de la littérature et ceux obtenus dans le cadre de ces travaux est difficilement réalisable. Pour le sable de fonderie chimique utilisé, l'influence des différents paramètres physico-chimiques du déchet mis en avant sera analysée au chapitre 5 de ce document (page 189).

## IV.1.2. Evolution des résistances mécaniques de MN et MSF dans le temps

### IV.1.2.1. Résistance en compression

L'évolution dans le temps de la résistance en compression de MN et MSF est présentée en Figure IV.4.

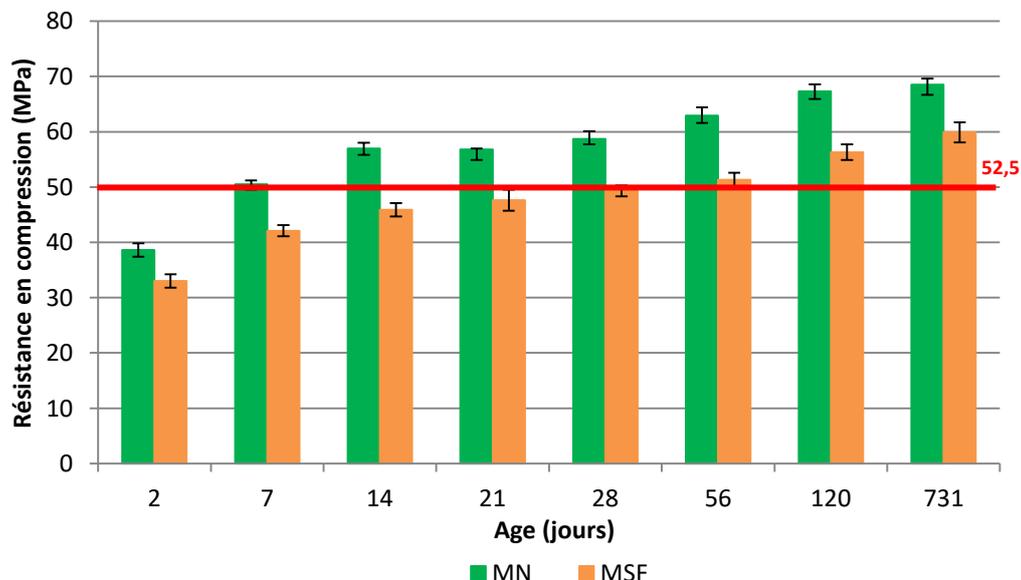


Figure IV.4 : Evolution dans le temps de la résistance en compression de MN et MSF

Les résultats mettent en évidence un gain de résistance dans le temps pour MN similaire aux résultats retrouvés dans la littérature pour des bétons et mortiers ne contenant pas de sable de fonderie [27], [36], [43], [47], [194], [195]. Le gain de résistance est plus important entre 2 et 7 jours.

Il devient moins significatif par la suite et la résistance se stabilise à environ 67 MPa après 120 jours. Les valeurs obtenues à 2, 7 et 28 jours correspondent aux valeurs caractéristiques reportées sur la fiche fournie avec le ciment utilisé (annexe VIII.1, page 231) et qui sont respectivement de 37,5 MPa, 48 MPa et 58,5 MPa. La valeur de résistance à 28 jours obtenue est conforme à la classe de résistance du ciment utilisé et représente plus de 80 % de la résistance finale du matériau comme cela est généralement admis et retrouvé dans la littérature [27], [39], [42], [47], [195].

La résistance en compression de MSF augmente aussi avec le temps et le matériau atteint, entre 56 et 120 jours, une résistance conforme à la classe de résistance du ciment (52,5 MPa). Comme cela peut être constaté en Figure IV.4, cette évolution dans le temps de la résistance en compression de MSF est similaire à celle de MN jusqu'à l'échéance de 120 jours. Entre 120 jours et 2 ans, on constate un gain de résistance plus important pour MSF. Ces résultats, en conformité avec ceux de Siddique *et al.* [42], confortent l'hypothèse d'un gain possible de résistance en compression à des échéances plus tardives pour les bétons à base de sable de fonderie en comparaison des bétons ordinaires. Ce gain tardif de résistance mécanique peut être dû à un processus de durcissement retardé des matériaux cimentaires du fait de la composition chimique particulière des déchets.

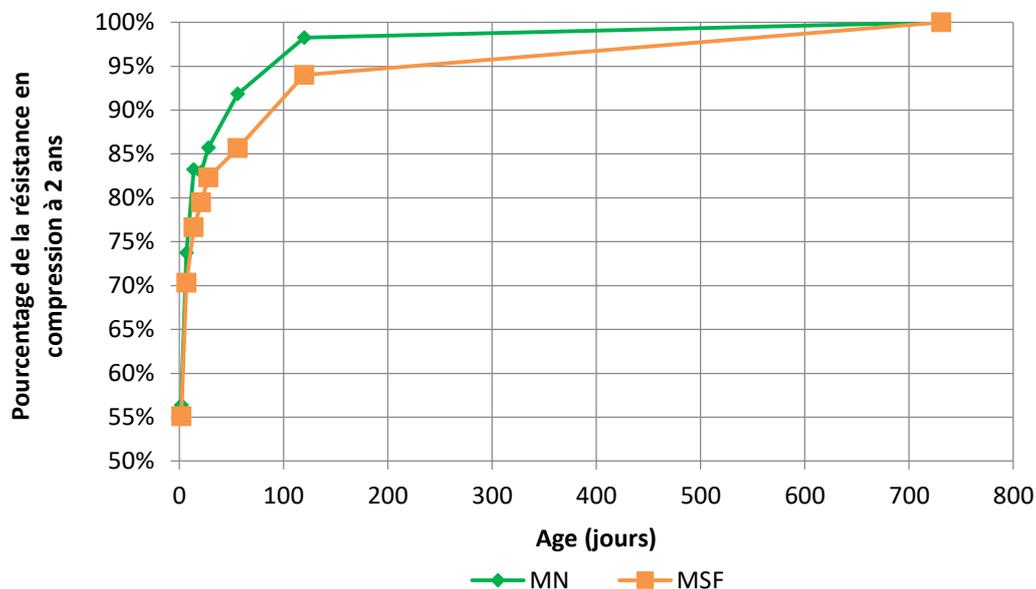


Figure IV.5 : Cinétique d'évolution de la résistance en compression de MN et MSF dans le temps (en pourcentage de la résistance en compression à 2 ans)

L'incorporation de 30 % de sable de fonderie entraîne une perte de résistance en compression du mortier à tout âge [193]. Cette perte de résistance varie entre 13 % et 19 % suivant les échéances et la valeur de 13 % correspond à la diminution constatée à 2 ans.

#### IV.1.2.2. Résistance en flexion

La Figure IV.6 présente l'évolution, dans le temps, de la résistance en flexion de MN et MSF.

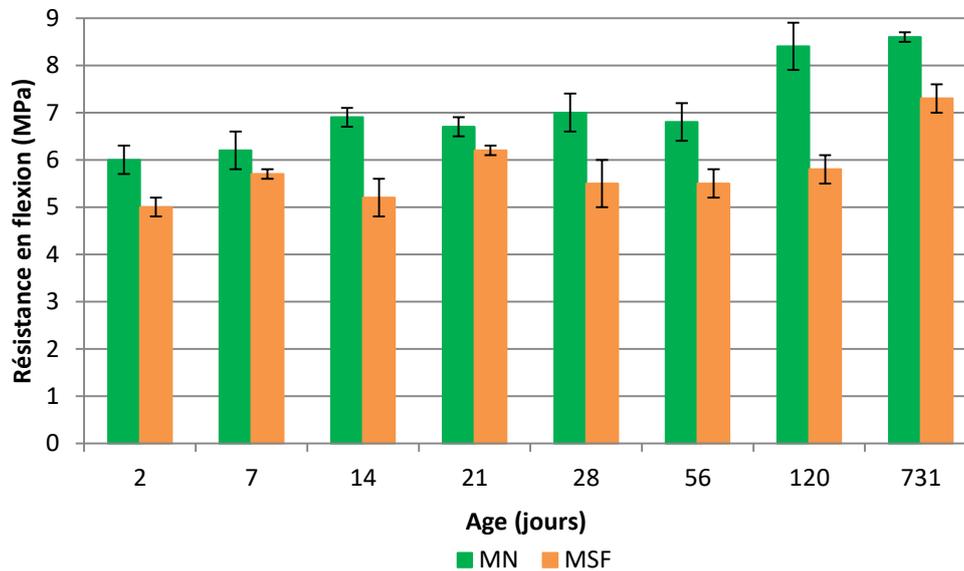


Figure IV.6 : Evolution dans le temps de la résistance en flexion de MN et MSF

Ils mettent en évidence que, pour une même série d'éprouvettes testées à la même échéance, la résistance en flexion peut fortement varier d'une éprouvette à une autre comme cela est retrouvé dans la littérature [16], [196], [197]. En prenant en compte l'écart-type des résultats, la résistance en flexion du MN reste constante entre 2 et 56 jours puis augmente de 19 % entre 56 et 120 jours pour se stabiliser à 8,4 MPa environ.

Malgré une évolution plus fluctuante des moyennes obtenues pour MSF, la résistance en flexion est constante entre 2 et 120 jours en considérant l'écart-type. On constate ensuite une augmentation de 21 % des valeurs moyennes de résistance entre 120 jours et 2 ans. Comme pour la résistance en compression, ces valeurs indiquent une amélioration de la performance en flexion avec le temps, particulièrement au-delà de 120 jours.

Il apparaît clairement que l'influence du sable de fonderie sur la résistance en flexion des mortiers est la même que celle observée pour la résistance en compression à tout âge. Le rapport  $R_f/R_c$  est respectivement de 16 % et 15 % pour MN et MSF, à 2 jours puis de  $12 \pm 1$  % et  $11 \pm 1$  %, aux autres échéances. Ces résultats corroborent l'hypothèse qu'il n'y a pas de diminution significative au niveau des forces d'adhérence existantes entre la pâte cimentaire et les granulats lors de l'incorporation du déchet.

## IV.2. Rigidité en compression déterminée par CIN

### IV.2.1. Présentation et validation de la procédure

La norme NF EN 12390-13 [190] spécifie la méthode de détermination du module d'élasticité statique en compression des bétons. Les conditions sur la géométrie des éprouvettes, la réalisation des essais, la mesure des déformations, et le calcul du module sont présentées en Figure IV.7. Les éprouvettes doivent être de formes cylindriques ou prismatiques et la dimension  $d$  de la largeur (ou du diamètre) doit être supérieure ou égale à 3,5 fois le diamètre du plus gros granulats ( $D_{max}$ ). La longueur  $L$ , doit être de telle sorte que le rapport  $L/d$  se situe dans la plage  $2 < L/d < 4$ . Un exemple d'éprouvette est aussi donné en Figure IV.7.

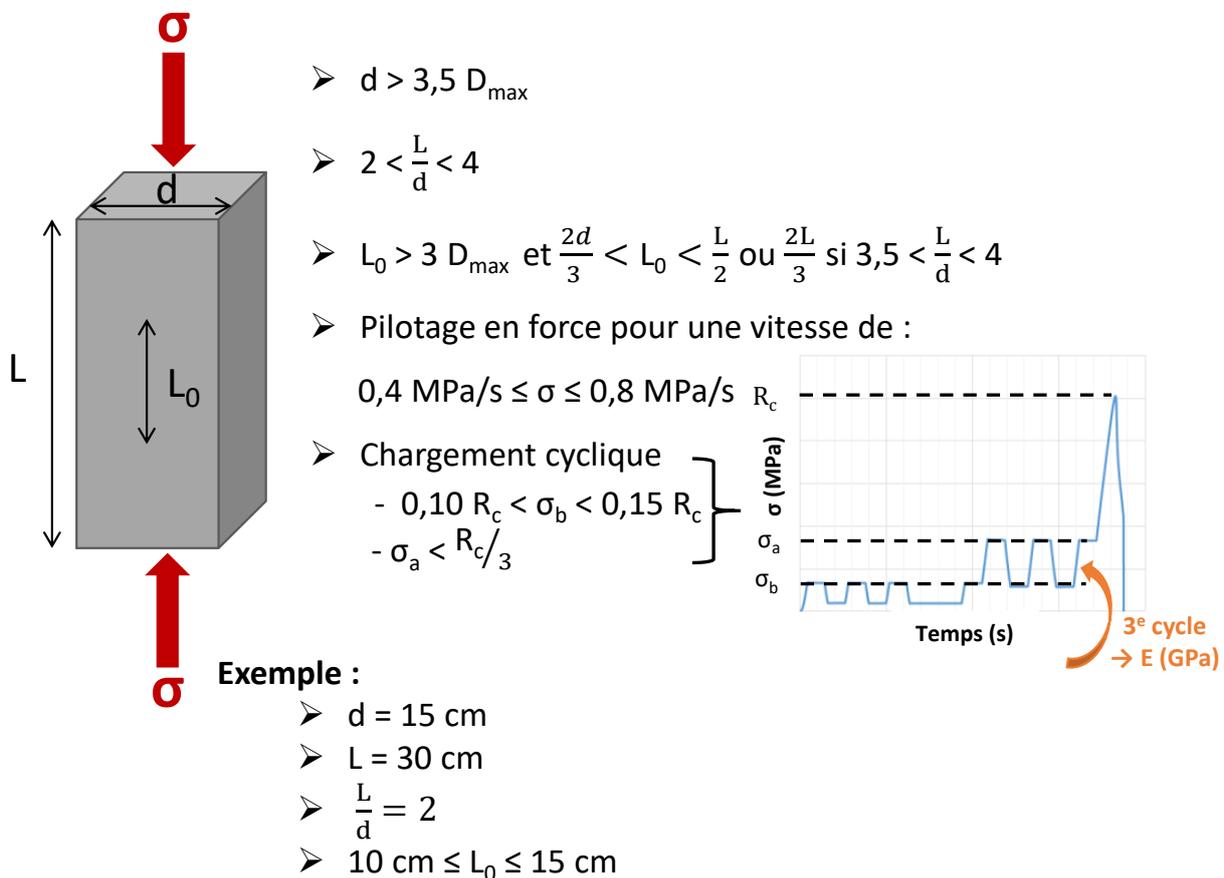
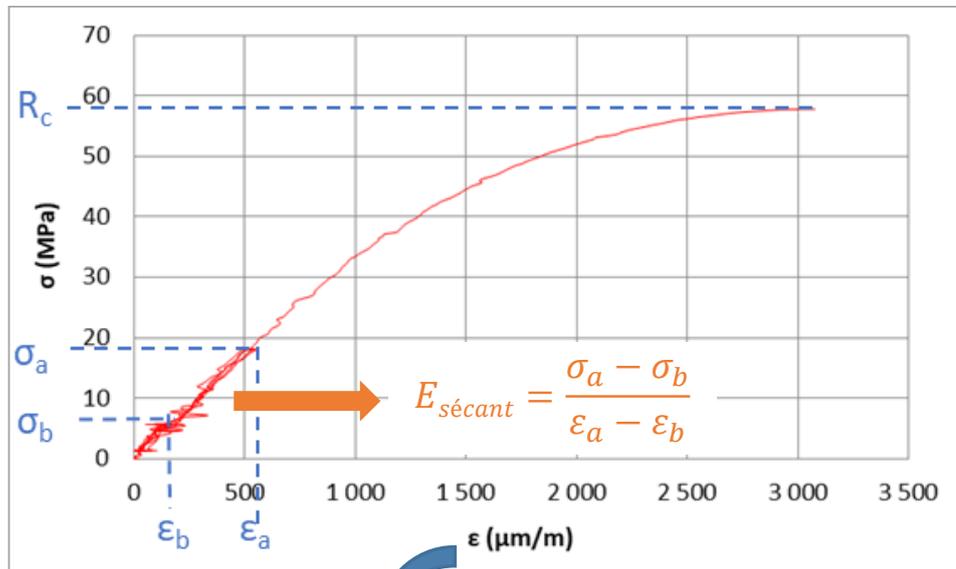


Figure IV.7 : Exigences de la norme NF EN 12390-13 [190] pour le calcul du module d'élasticité sécant des bétons

En ce qui concerne les appareillages de mesure des déformations  $\epsilon_{yy}$ , il s'agit généralement d'extensomètres qui permettent des mesures ponctuelles. Ils doivent être centrés par rapport aux faces d'extrémités des éprouvettes. Leur longueur initiale  $L_0$  doit être supérieure à 3 fois la valeur de  $D_{max}$  et se situer dans la plage  $\frac{2d}{3} < L_0 < \frac{L}{2}$  ou dans la plage  $\frac{2d}{3} < L_0 < \frac{2L}{3}$  si  $\frac{L}{d}$  est compris entre 3,5 et 4. L'essai de compression doit être réalisé suivant un pilotage en force avec un chargement

cyclique entre  $\sigma_b$  et  $\sigma_a$  avec  $0,10R_c < \sigma_b < 0,15R_c$  et  $\sigma_a = R_c/3$ . Le module d'élasticité est déterminé comme le module sécant obtenu lors du troisième cycle de chargement par la formule :

$$E_{sécant} = \frac{\sigma_a - \sigma_b}{\varepsilon_a - \varepsilon_b}, \text{ avec } \varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0} \text{ (Figure IV.8).}$$



$\varepsilon$  déterminée par :

- extenso :  $\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0}$
- jauges de déformations
- ou autres

Figure IV.8 : Méthode de calcul du module d'élasticité sécant des bétons suivant la norme NF EN 12390-13 [190]

Dans le cadre de ces travaux, le module d'élasticité des mortiers a été déterminé lors des essais de compression inspirés de la norme NF EN 196-1 [175]. Les demi-prismes obtenus suite aux essais de flexion et de dimensions  $d_1=4\text{cm}$ ,  $d_2\approx 8\text{cm}$  et  $L=4\text{ cm}$  et d'élanement  $L/d_1 = 1$  (Figure IV.9a) ont été partiellement sollicités en compression par un chargement monotone pour une vitesse de 1,3 mm/mn avec un bâti de surface  $4\times 4\text{ cm}^2$  (Figure IV.9b et c). La mesure des déformations a été réalisée de manière globale grâce au suivi des champs cinématiques par la CIN (Figure IV.9c). Le tracé des courbes contrainte-déformation a été réalisé en calculant l'évolution, durant le chargement, de la déformation moyenne obtenue pour une zone centrale de dimensions  $l_0\times l_0=2\times 2\text{ cm}^2$  (Figure IV.9c et d). Le module d'élasticité est déterminé comme le coefficient directeur de la droite obtenue par approximation linéaire de la portion de courbe située entre  $R_c/10$  et  $R_c/3$  (Figure IV.9e).

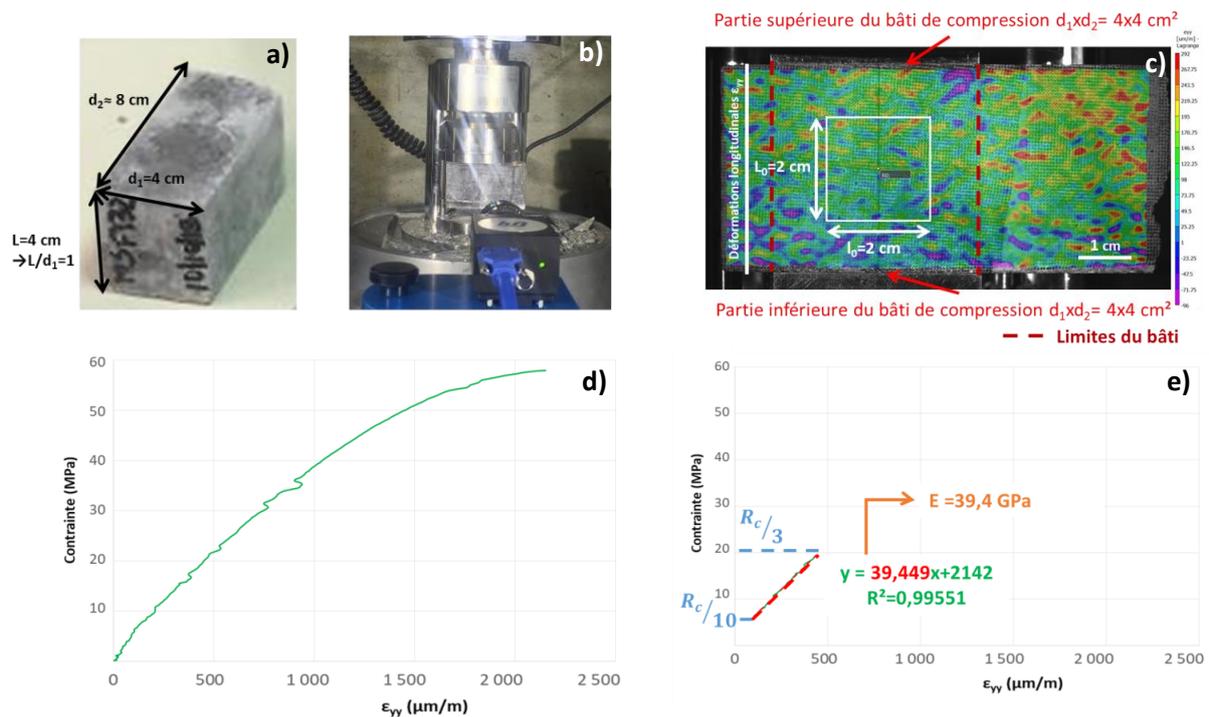


Figure IV.9 : Illustration de la méthode développée pour déterminer le module d'élasticité

En comparaison aux essais normalisés permettant de déterminer le module d'élasticité des bétons [190], la procédure utilisée pour comparer MN et MSF comporte quelques différences en termes de géométrie des éprouvettes, de capteurs de déformations, de mode de chargement des éprouvettes et de calcul du module d'élasticité.

Les différences apportées à cette procédure ainsi que les étapes de l'étude de leur influence sur les propriétés déterminées sont décrites ci-après. L'étude a été réalisée pour MN à 28 jours et en modifiant un paramètre à la fois.

#### IV.2.1.1. Capteurs de déformations

Lors de la détermination du module d'élasticité des bétons, les déformations sont généralement obtenues localement par des jauges de déformations, des extensomètres de longueur de référence  $L_0$  ou encore en réalisant la différence de déplacements ( $\Delta L$ ) entre deux capteurs LVDT (Linear Variable Differential Transducers) initialement distants de  $L_0$  [152], [198]–[202]. Lors de l'utilisation de l'une de ces techniques, une moyenne est en général réalisée grâce aux valeurs obtenues pour deux ou trois couples de capteurs ou jauges répartis autour de l'éprouvette afin de réduire les erreurs dues à des mesures ponctuelles. Dans le cadre de ces travaux sur des éprouvettes de petites dimensions, l'utilisation de l'une ou l'autre de ces techniques s'est avérée compliquée du fait de la taille trop importante des différents capteurs par rapport aux dimensions des éprouvettes. Les premiers essais avec des jauges de déformations ont mis en évidence que la présence de la

protection nécessaire à la jauge est trop grande pour la taille de l'éprouvette et modifie le processus de fissuration des éprouvettes ce qui résulte en une majoration des résistances de plus de 20 %. Dans ces conditions, une technique sans contact comme la CIN est d'une grande importance car elle permet une étude de toute la surface sollicitée sans apporter de modification à la sollicitation de l'éprouvette. De plus, contrairement aux autres capteurs cités plus haut qui n'offrent que la possibilité d'une mesure ponctuelle de la différence de déplacements ( $\Delta L$ ) puis un calcul de la déformation par la relation  $\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0}$ , la CIN offre la possibilité de déterminer les champs cinématiques en différents points de la totalité de la surface et de mieux rendre compte de l'hétérogénéité du matériau.

### IV.2.1.2. Méthode de calcul

Le module d'élasticité est généralement déterminé comme le module sécant par la relation  $\Delta\sigma/\Delta\varepsilon$  où  $\Delta\sigma$  correspond à la différence entre deux valeurs de contraintes et  $\Delta\varepsilon$  représente la variation de déformation due à cette variation de contrainte [190], [203]. Il est aussi parfois déterminé comme la pente de la partie linéaire de la courbe contrainte-déformation lorsqu'une approximation linéaire est représentative [159]. Cette dernière méthode permet de mieux retranscrire le comportement du matériau sur le domaine d'élasticité et d'éviter d'éventuelles erreurs dues à une fausse mesure à un instant T [192], [193]. C'est la méthode retenue dans le cadre de ces travaux. Pour des raisons de facilité de représentation graphique et afin de s'affranchir des signes (-), les déformations obtenues après compression sont multipliées par un facteur (-1). Après une approximation linéaire, le module d'élasticité est calculé comme la pente de la courbe située entre  $R_c/10$  et  $R_c/3$  [192], [193].

### IV.2.1.3. Mode de pilotage

Une machine d'essai électromécanique INSTRON 3384 a été utilisée dans le cadre de cette procédure. La sortie INSTRON des données de force a été reliée à un boîtier permettant la synchronisation des données de forces à celles des images nécessaires à la CIN. Les données de force n'étant plus lisibles par la machine d'essai pour un pilotage en force, un pilotage en déplacement a été réalisé à une vitesse de déplacement de la traverse de 1,3 mm/mn. Cette vitesse de déplacement a été validée car elle a permis d'obtenir les mêmes résistances mécaniques à 28 jours que pour le pilotage normalisé en force.

### IV.2.1.4. Zone de référence pour le calcul des déformations

La norme de détermination du module d'élasticité des bétons [190] recommande que les capteurs de mesure des déformations soient centrés sur l'éprouvette afin de s'affranchir de

l'influence du frettage sur les valeurs mesurées. Elle concerne des éprouvettes présentant un élancement compris entre 2 et 4 et spécifie dans les cas d'utilisation d'extensomètres, des limites inférieures et supérieures rappelées plus haut pour la longueur de référence initiale  $L_0$ . Les demi-prismes testés dans le cadre de ces travaux présentent une hauteur de 4 cm et un élancement de 1. Les valeurs de déformations utilisées pour le calcul du module d'élasticité ont été déterminées comme la moyenne de la déformation  $\epsilon_{yy}$  de tous les points de mesure d'un carré central (zone de référence) situé sous le bâti (Figure IV.10).

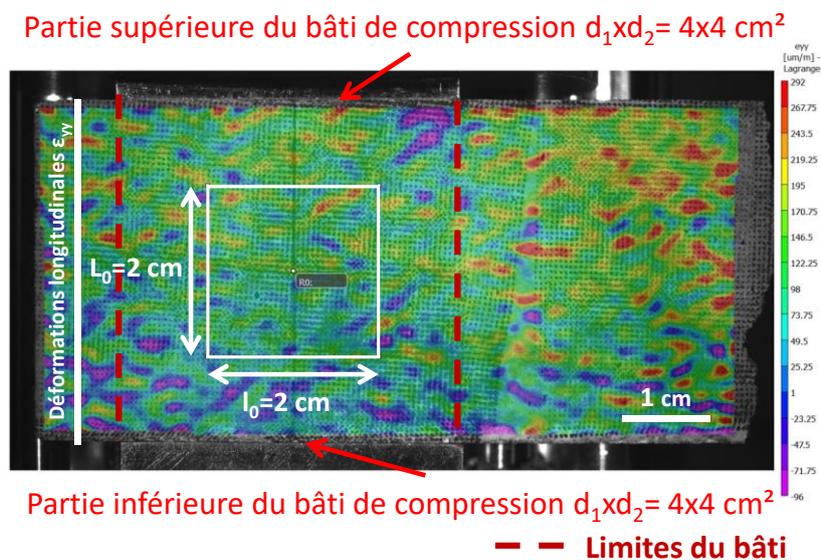


Figure IV.10 : Limites du bâti et zone de référence pour le calcul des déformations  $\epsilon_{yy}$  moyennes en compression

Le calcul de la moyenne sur toute cette zone centrale permet une mesure plus globale que celles réalisées par les capteurs LVDT ou les extensomètres uniquement en déterminant l'évolution de la distance entre deux points. Malgré le fait que l'élancement des éprouvettes soit inférieur à 2, les dimensions des côtés de cette zone de référence ont été choisies dans le souci de se rapprocher au mieux des recommandations de la norme des bétons concernant  $L_0$  [190]. En tenant compte du diamètre maximal des granulats utilisés, cette longueur de référence doit être supérieure à 0,6 cm et les exigences de la norme par rapport aux dimensions des éprouvettes la fixent entre 2 et 2,66 cm. La dimension de 2 cm a été retenue afin d'éviter au mieux les effets du frettage sur les valeurs obtenues. Une étude paramétrique supplémentaire a permis de vérifier la pertinence de ce choix en comparant des valeurs obtenues pour des zones de dimensions comprises entre  $0,5 \times 0,5 \text{ cm}^2$  et  $2,5 \times 2,5 \text{ cm}^2$ . Les résultats de cette étude sont présentés en Figure IV.11 pour six éprouvettes. Ils montrent que les valeurs de module d'élasticité augmentent avec les dimensions de la zone et qu'en même temps la variabilité des résultats s'atténue. Tout est stabilisé à partir de la zone de dimensions  $2 \times 2 \text{ cm}^2$ .

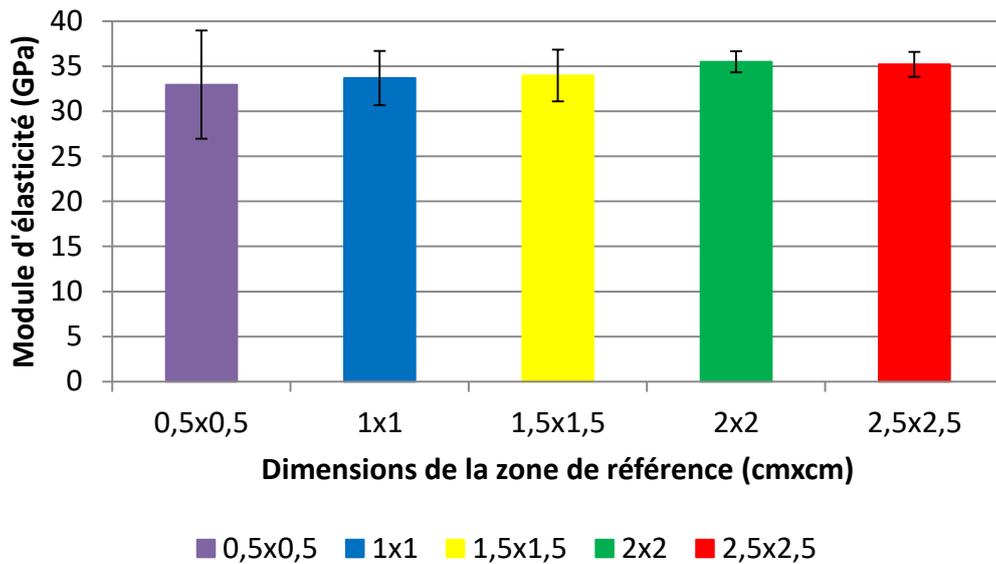


Figure IV.11 : Influence des dimensions de la zone de référence sur les valeurs du module d'élasticité (MN à 28 jours)

#### IV.2.1.5. Géométrie des éprouvettes

##### IV.2.1.5.1. Effets de bords

Pour la détermination des modules d'élasticité des bétons, l'éprouvette est directement sollicitée sur tout son volume comme cela est aussi le cas pour la détermination des résistances en compression des bétons [204]. Dans le cadre de cette procédure tout comme pour les travaux de Signorini [205], les demi-prismes obtenus suite aux essais de flexion sur des éprouvettes de 4x4x16 cm<sup>3</sup> sont sollicités partiellement pour une surface de 4x4 cm<sup>2</sup> et une hauteur de 4 cm. Une étude a été réalisée pour déterminer l'influence de cette différence de géométrie et de volume directement sollicité sur les valeurs de module d'élasticité. Des cubes de dimensions 4x4x4 cm<sup>3</sup> ont été sollicités suivant la même procédure mise en place pour les demi-prismes.

La Figure IV.12 présente un exemple des différentes courbes contrainte-déformation (sur la plage de contraintes 0 à  $R_c$ ) utilisées pour calculer le module d'élasticité dans le cas des cubes (bleu) ou des demi-prismes (vert). Cette figure met en évidence la linéarité des courbes pour des contraintes au-delà de  $R_c/3$  ce qui peut favoriser la détermination du module d'élasticité au-delà de cette valeur préconisée par la norme [190].

## Analyse multi-échelle de l'influence d'un sable de fonderie chimique sur les propriétés mécaniques de matériaux cimentaires

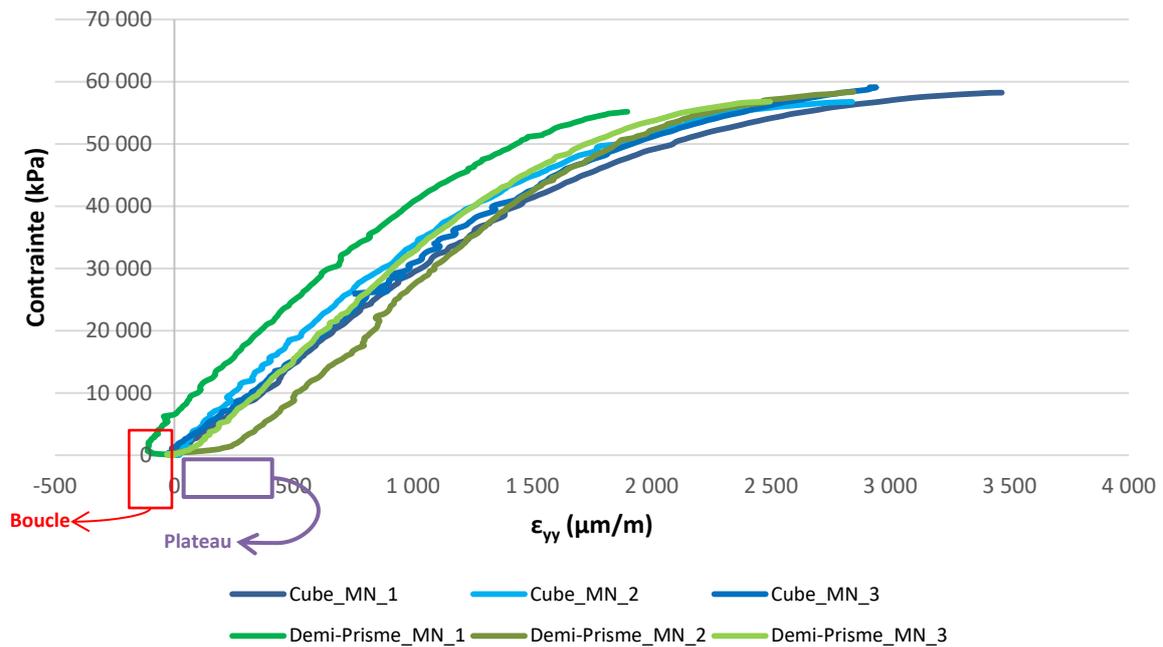


Figure IV.12 : Courbes  $\sigma$ - $\epsilon_{yy}$  en chargement monotone : cubes et demi-prismes

On observe aussi, dans le cas des prismes, la possibilité d'une modification de la courbe dans les petites déformations avec la présence soit d'un « plateau » dû à une forte augmentation de la déformation pour de faibles chargements ou encore celle d'une « boucle » due à des variations de signe contraire dans les déformations. Ce décalage dans les courbes peut décaler la valeur réelle de déformation pour une contrainte donnée. Toutefois, le comportement du matériau étant élastique dans les petits chargements, cela n'affecte pas les valeurs du coefficient directeur de la droite qui correspondent aux modules d'élasticité.

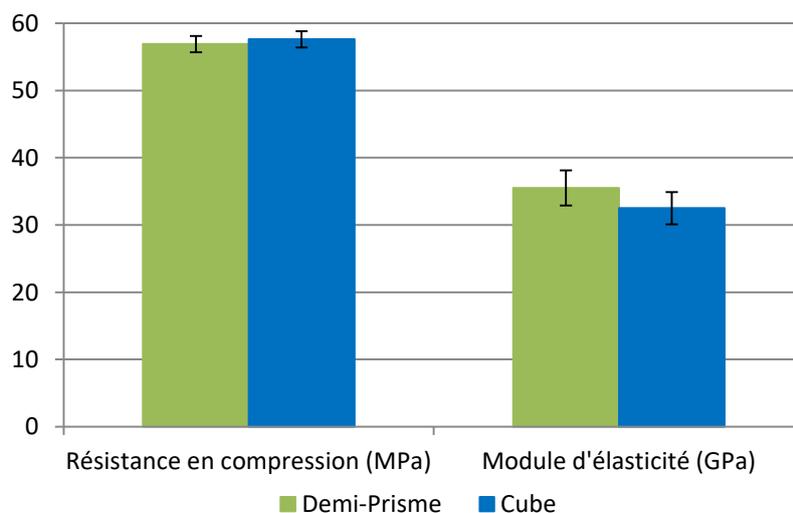


Figure IV.13 : Influence des effets de bords sur les valeurs de résistance en compression et de module d'élasticité : cubes et demi-prismes

Les résultats présentés en Figure IV.13 confirment bien que cette différence de géométrie ne modifie pas de manière significative les valeurs de module d'élasticité. Les essais sur le prisme peuvent surestimer d'environ 10 % les valeurs moyennes, toutefois cette différence reste dans les limites des variations dues à l'hétérogénéité du matériau et aux conditions de l'essai. En ce qui concerne la résistance en compression, elle reste équivalente pour les deux géométries d'éprouvettes.

#### IV.2.1.5.2. Elancement

La norme des bétons fixe l'élancement des éprouvettes entre 2 et 4, alors que dans le cas de ces travaux de thèse elle est de 1 pour les demi-prismes. L'effet de cette modification a été déterminé en comparant les résultats obtenus pour les cubes à ceux obtenus pour des prismes de dimensions 4x4x16 et d'élancement 4.

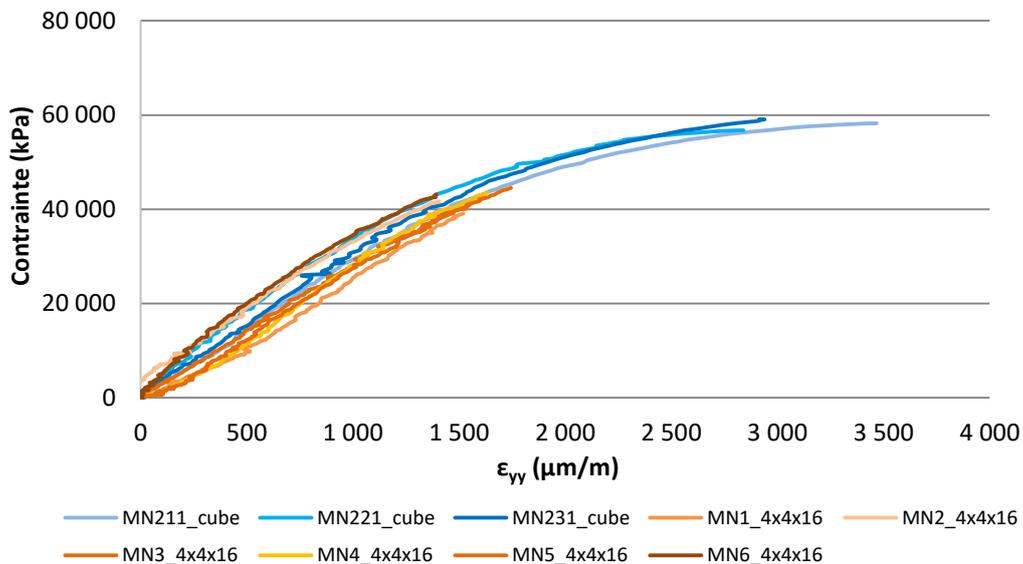


Figure IV.14 : Courbes  $\sigma$ - $\epsilon_{yy}$  en chargement monotone : cubes et prismes 4x4x16

La Figure IV.14 présente l'allure des courbes obtenues. Elle met en évidence une diminution de  $R_c$  avec l'augmentation de l'élancement (4x4x16 en gris). Cette diminution est confirmée par les valeurs obtenues (Figure IV.15) et conforme aux tendances généralement admises dans la littérature [56]. Toutefois le tracé des différentes courbes reste similaire pour les faibles valeurs de contrainte (Figure IV.14) et la différence d'élancement a une influence peu significative sur les valeurs de modules d'élasticité (Figure IV.15).

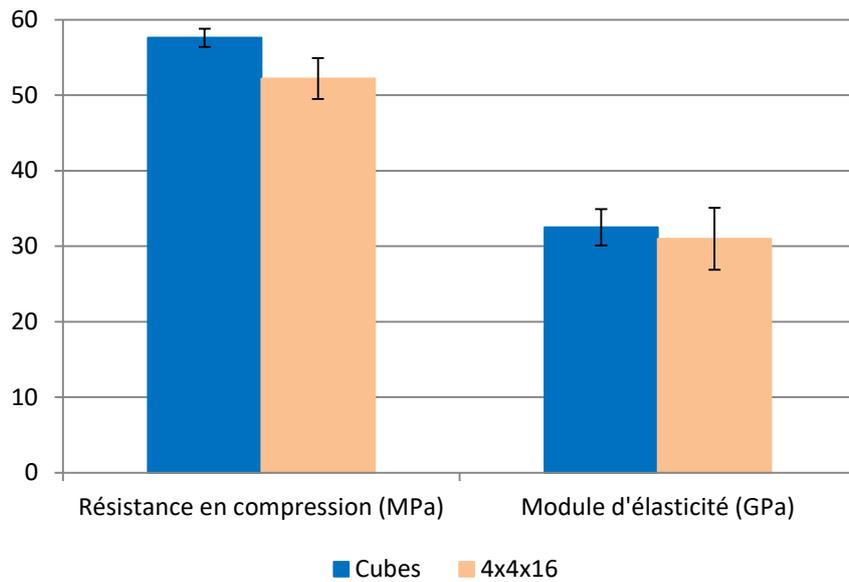


Figure IV.15 : Influence de l'élançement sur les valeurs de résistance en compression et de module d'élasticité : cubes et prismes 4x4x16

#### IV.2.1.6. Fréquence du chargement

Selon la norme NF EN 12390-13 [190], le module d'élasticité des bétons est déterminé dans son comportement élastique stabilisé en sollicitant les éprouvettes par une précharge puis des cycles de chargement-déchargement réalisés entre deux valeurs de contraintes constantes [190]. Certains auteurs déterminent toutefois le module d'élasticité de leurs matériaux à partir des courbes contrainte-déformation obtenues lors d'un chargement monotone ou lors du premier chargement sans précharge [152], [158], [202], [206]–[208].

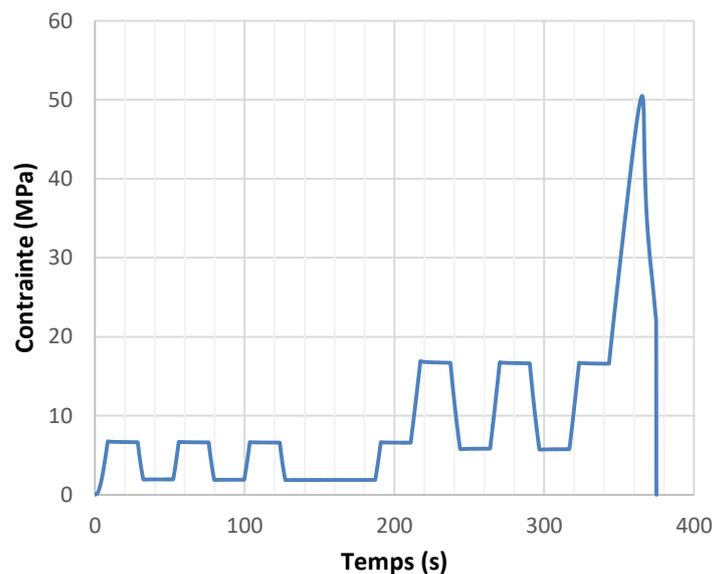


Figure IV.16 : Méthodologie du chargement cyclique en compression

La procédure développée dans le cadre de ces travaux détermine le module d'élasticité pour des éprouvettes sollicitées par un chargement monotone. Une comparaison a été réalisée entre les valeurs obtenues pour des éprouvettes sollicitées par ce chargement monotone et celles obtenues pour des éprouvettes sollicitées par un chargement cyclique inspiré de la norme pour les bétons [190]. La méthodologie de ce chargement cyclique est présentée en Figure IV.16. Elle comporte trois cycles de précharge entre 2 MPa et  $\sigma_b$  puis un chargement cyclique entre  $\sigma_b$  et  $\sigma_a$  avec  $0,10R_c < \sigma_b < 0,15R_c$  et  $\sigma_a = \frac{R_c}{3}$ .

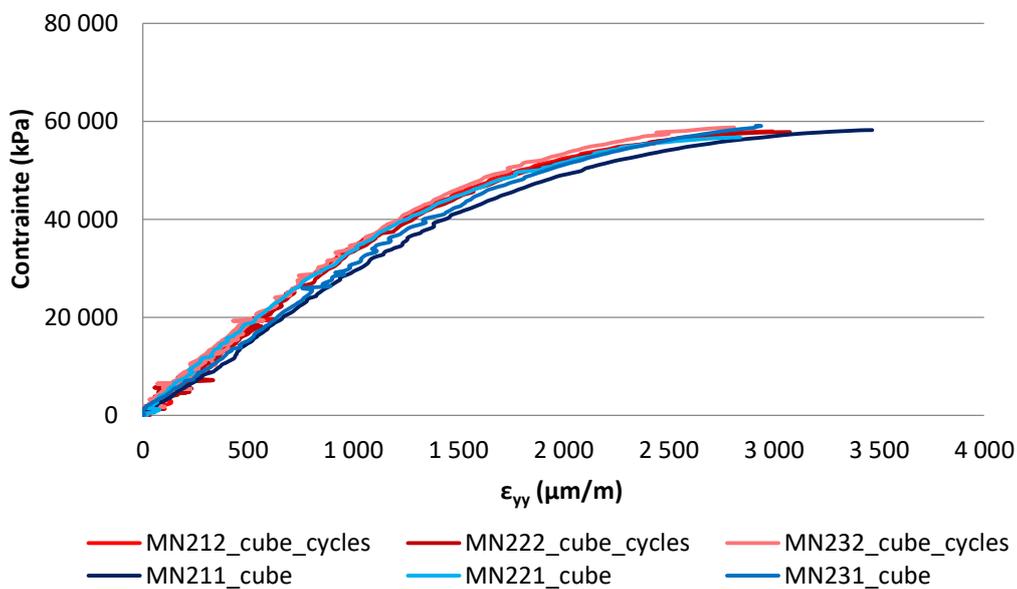


Figure IV.17 : Courbes  $\sigma$ - $\varepsilon_{yy}$  : cubes en chargement cyclique et monotone

Les courbes  $\sigma$ - $\varepsilon_{yy}$  obtenues pour des cubes sollicités en chargement cyclique et monotone sont similaires (Figure IV.17). Les résultats de cette étude de l'influence du chargement sur les valeurs de module d'élasticité et de résistance en compression sont présentés en Figure IV.18 pour des cubes. Ils mettent en évidence des résistances équivalentes et un gain du module d'élasticité pour les valeurs moyennes obtenues durant la troisième phase de chargement pour les essais cycliques. Les premières phases de chargement peuvent avoir densifié le matériau. Toutefois, les variations observées restent dans la limite des écart-types obtenus. Ces résultats montrent également que les valeurs de résistance en compression sont équivalentes pour les deux modes de chargement.

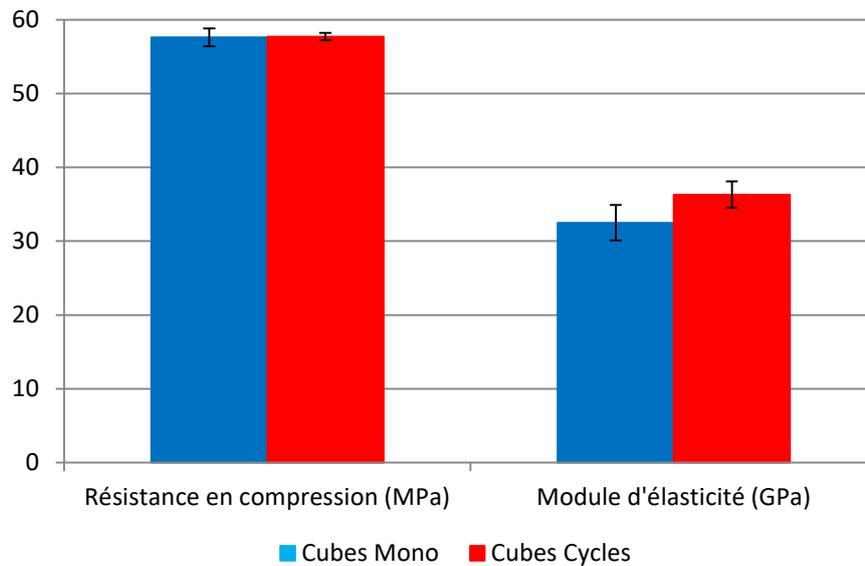


Figure IV.18 : Influence du chargement sur les valeurs de résistance en compression et de module d'élasticité selon le mode de chargement : cubes en chargements monotone et cyclique

#### IV.2.1.7. Conclusion

L'étude de l'influence des différentes modifications entre la procédure mise en place pour déterminer le module d'élasticité des mortiers et celles des essais normalisés a mis en évidence que les différences observées dans les valeurs du module d'élasticité ne dépassaient pas les variations dues à l'hétérogénéité du mortier normalisé et aux conditions de l'essai (Figure IV.19).

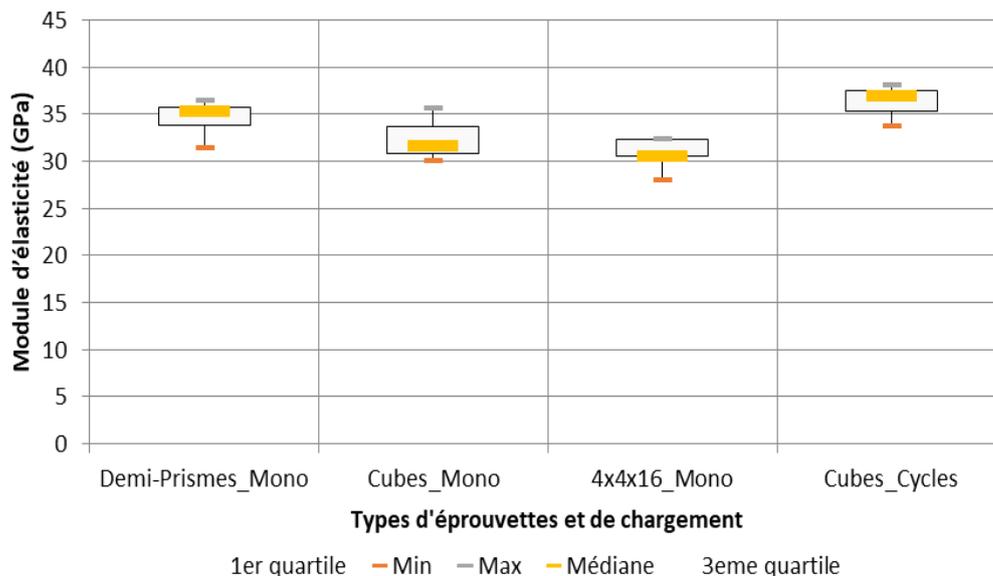


Figure IV.19 : Influence des modifications de paramètres sur les valeurs de module d'élasticité de MN à 28 jours

Elle a confirmé la pertinence de la procédure de détermination du module d'élasticité des mortiers sur des demi-prismes soumis à une sollicitation monotone pour une vitesse de chargement de 1,3 mm/mn. Cette procédure sera appliquée pour déterminer l'influence du sable de fonderie sur

le comportement du mortier en phase élastique en comparant les modules d'élasticité de MN, MSF et MSFT.

#### IV.2.2. Influence du sable de fonderie sur le module d'élasticité

Les modules d'élasticité de MN et de MSF ont été déterminés à 28, 56 et 190 jours. Les résultats obtenus sont présentés en Figure IV.20. Ils montrent que, comme pour les résistances mécaniques, la substitution de 30 % de sable normalisé par le sable de fonderie entraîne une diminution du module d'élasticité des mortiers. En effet, quel que soit l'âge des éprouvettes les valeurs moyennes du module sont moins importantes pour MSF comparées à MN. En ce qui concerne l'évolution dans le temps, les valeurs moyennes du module d'élasticité de MN varient très peu : 34,8 – 35,5 GPa comme cela a été rapporté pour des bétons sans sable de fonderie [27], [47], [71]. Une diminution est constatée dans le temps pour les valeurs de MSF : 32,3 – 27,7 GPa. Cependant, les résultats obtenus pour ce matériau présentent une grande variabilité, ce qui rend difficile leur interprétation.

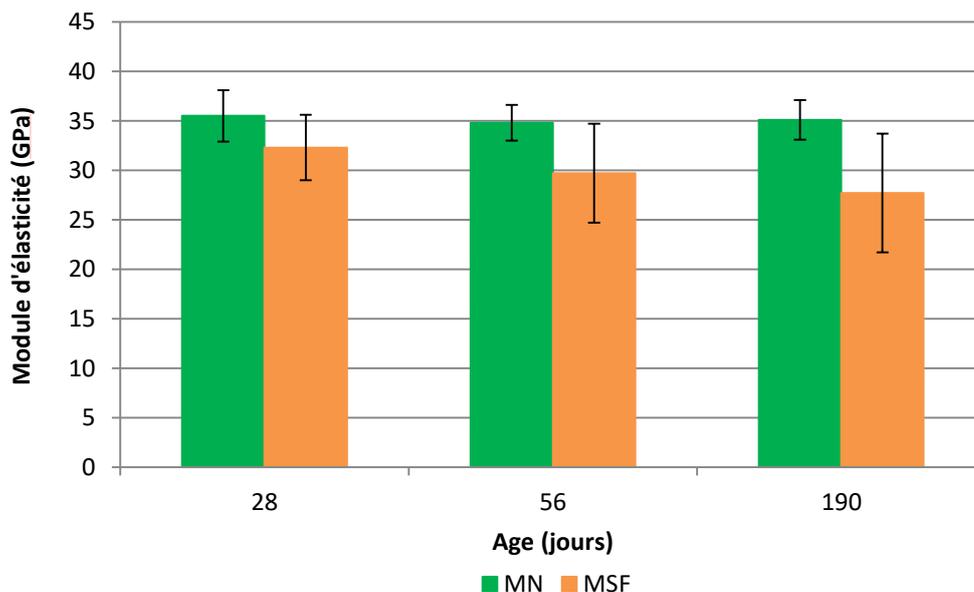


Figure IV.20 : Module d'élasticité (E) de MN et de MSF déterminé à différentes échéances entre  $R_c/10$  et  $R_c/3$

L'observation des courbes contraintes-déformation obtenues à tout âge pour MN et MSF a aussi mis en évidence que la linéarité de la courbe n'est garantie qu'à partir de 20 % de  $R_c$  pour MSF et que des changements de pente peuvent subvenir avant cette valeur. Les irrégularités observées pour certaines éprouvettes de MSF pourraient expliquer la plus forte variation dans les valeurs de module de MSF s'il est calculé à partir de  $R_c/10$  (10 %  $R_c$ ). Il est admis dans la littérature que la linéarité peut être obtenue jusqu'à 30 à 50% de  $R_c$  [56], [166], [168] et il a été constaté que la portion linéaire des courbes obtenues pour MN et MSF peut s'étendre jusqu'à 50%  $R_c$ . De ce fait un

deuxième module d'élasticité nommé  $E'$  a été déterminé par approximation linéaire entre 20 % et 50 % de  $R_c$  avec un coefficient linéaire ( $R^2$ ) de  $0,98 \pm 0,02$ .

Les nouvelles valeurs obtenues pour ces portions de courbes sont données en Figure IV.21. Ce calcul réadapté du module ne modifie pas de manière significative les valeurs moyennes pour MN et MSF mais permet de réduire les écart-types pour les valeurs de MSF. Ces nouveaux résultats mettent en évidence que le comportement de MSF est plus hétérogène dans les petites déformations. Ils confirment que le module d'élasticité de MN reste constant entre 28 et 190 jours pour une valeur d'environ 35 GPa. En ce qui concerne MSF, une perte de rigidité est constatée avec l'âge. En effet, on observe une diminution de 15 % entre les valeurs moyennes du module d'élasticité  $E'$  de ce mortier à 28 et 190 jours.

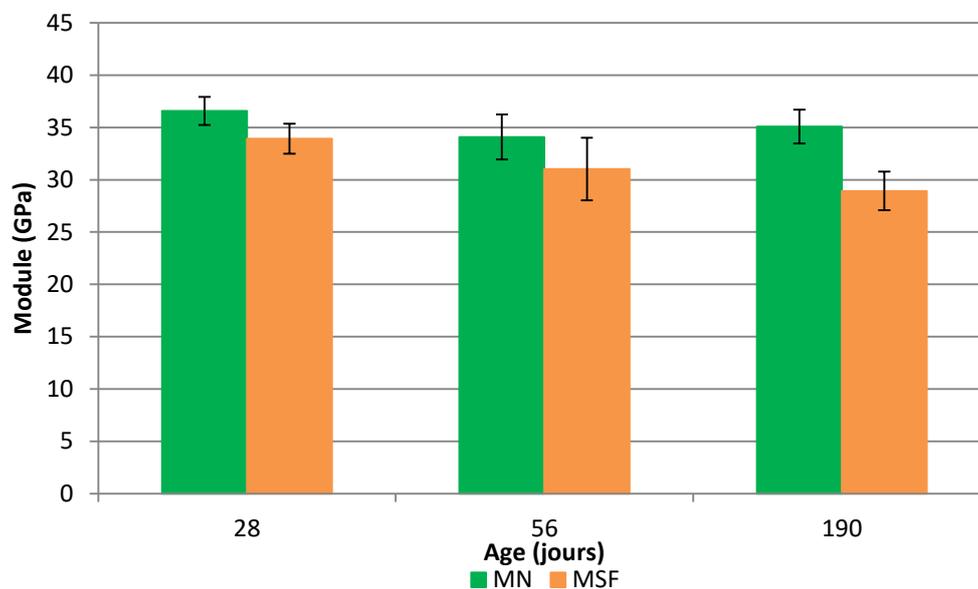


Figure IV.21 : Module d'élasticité ( $E'$ ) de MN et de MSF déterminé à différentes échéances entre 20 %  $R_c$  et 50 %  $R_c$

La diminution du module d'élasticité des mortiers pour ce taux de substitution est aussi retrouvée à 56 et 190 jours. La diminution constatée varie entre 7 et 18 % pour les valeurs moyennes du module d'élasticité  $E'$ . Ceci correspond aux différentes variations retrouvées dans la littérature dans le cas d'une perte [21] ou d'un gain [13], [16], [43], [71] de rigidité avec l'ajout de sable de fonderie. En prenant en compte les écart-types des valeurs, cette perte de module ne semble être significative qu'à 190 jours. Tout comme pour les résultats de la bibliographie, l'influence du sable de fonderie sur la rigidité des matériaux est conforme à son effet sur les résistances mécaniques [13], [16], [21], [43], [71]. Il n'en est pas de même en ce qui concerne la perte de module dans le temps qui n'est pas corrélée aux gains de résistances mécaniques constatées pour MSF entre 28 et 190 jours. D'après Mehta et Monteiro [56], lorsque la résistance des bétons dépend principalement de

celle de la matrice, le module d'élasticité des matériaux cimentaires peut être plus impacté que la résistance en compression par l'augmentation des microfissures présentes dans les ZTI. Dans le cas de MSF, une augmentation, dans le temps, du nombre de microfissures pourraient expliquer les pertes de module d'élasticité du matériau alors que sa résistance mécanique continue de s'améliorer du fait de l'hydratation progressive de la matrice cimentaire dont la résistance mécanique augmente.

Le module d'élasticité a aussi été déterminé à 28 jours pour le mortier formulé avec 100 % de sable de fonderie et est de  $18,2 \pm 1,5$  GPa. La substitution totale du sable de fonderie entraîne une diminution importante de la rigidité (50 %) équivalente à celle constatée pour la résistance en flexion (47 %).

## IV.3. Réponse à la flexion déterminée par CIN

La réponse à la flexion des éprouvettes de mortier a été déterminée lors d'essais de flexion 3 points couplés à la CIN et réalisés sans préfissuration [127], [128], [163] à une vitesse de 0,3 mm/mn pour MN et MSF à 28, 56 et 190 jours ainsi que pour MSFT à 28 jours. Le suivi des champs cinématiques durant les essais a permis d'étudier le processus d'endommagement des éprouvettes et de déterminer les caractéristiques géométriques de la fissure principale ainsi que la flèche des matériaux et l'énergie consommée aux différentes phases de ce processus d'endommagement.

### IV.3.1. Déformations transversales $\epsilon_{xx}$ et endommagement

Le suivi de l'évolution des déformations  $\epsilon_{xx}$  avec le chargement a été réalisé en calculant la moyenne des 5 % de déformations  $\epsilon_{xx}$  les plus élevées pour chaque cas de charge. Les courbes obtenues pour les éprouvettes de MN, MSF et MSFT testées à 28 jours (Figure IV.22) mettent en évidence des comportements similaires pour les trois matériaux en début de chargement. Cependant, à partir d'une certaine charge située pour MSFT entre 300 et 500 N et pour MSF entre 1300 et 1700 N, ces deux mortiers se déforment plus que le mortier normalisé ce qui peut s'expliquer par une accélération de l'endommagement pour les mortiers formulés avec le sable de fonderie. A notre connaissance, aucun travail n'a été consacré à l'étude de l'endommagement de ces matériaux, dans la littérature.

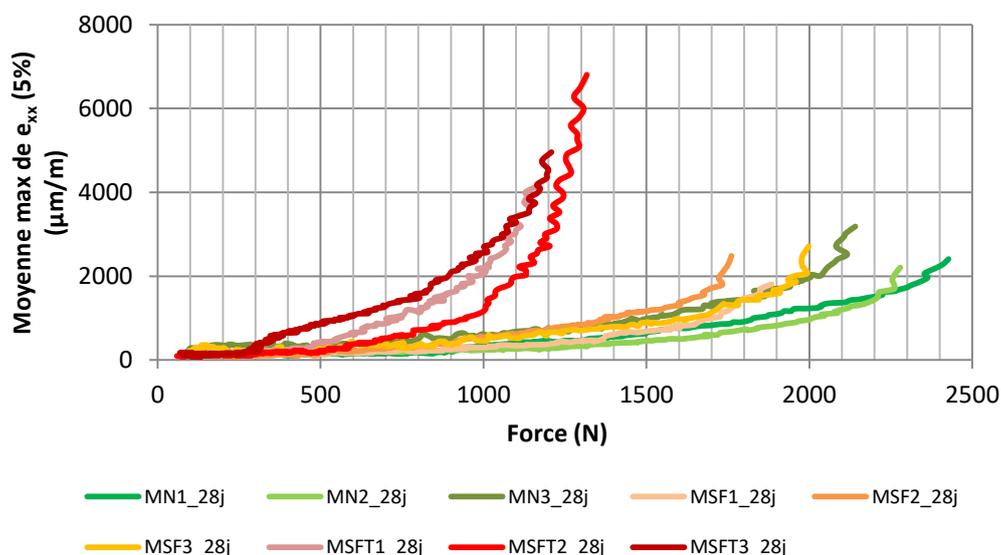


Figure IV.22 : Evolution des déformations  $\epsilon_{xx}$  maximales durant le chargement à 28 jours pour MN, MSF et MSFT

En ce qui concerne les valeurs de déformations  $\epsilon_{xx}$  sous charges maximales, elles sont équivalentes et d'environ 2500 et 2300  $\mu\text{m/m}$  en valeurs moyennes pour MN et MSF à 28 jours (Figure IV.23). Elles correspondent à plus du double pour MSFT.

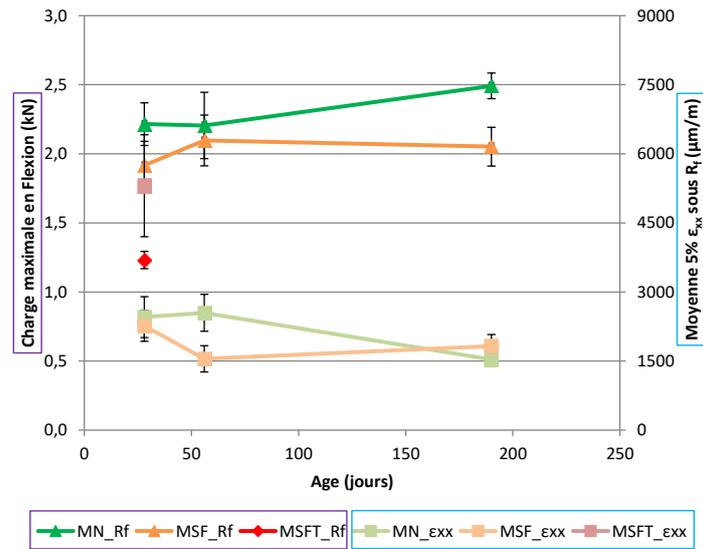


Figure IV.23 : Evolution dans le temps des charges maximales (MN\_Rf, MSF\_Rf, MSFT\_Rf) et des déformations  $\epsilon_{xx}$  maximales obtenues sous charge maximale (MN\_εxx, MSF\_εxx, MSFT\_εxx)

Le processus d'endommagement en cours de chargement des matériaux a été étudié en calculant le degré d'endommagement  $D_f$ .

Les résultats obtenus à 28 jours pour MN, MSF et MSFT sont présentés en Figure IV.24. On observe une hétérogénéité des résultats mais, comparés à MN, les matériaux à base de sable de fonderie s'endommagent plus rapidement. Pour exemple, le degré d'endommagement de 0,6 est obtenu entre 1 et 1,2 kN pour MSFT, entre 1,5 et 2,2 kN pour MSF et entre 1,9 et 2,3 kN pour MN. Ces résultats peuvent être corrélés aux pertes de résistances constatées pour MSF et MSFT à 28 jours car l'endommagement rapide peut entraîner une ruine anticipée du matériau. La tendance est similaire à 56 jours et 190 jours pour MSF en comparaison à MN.

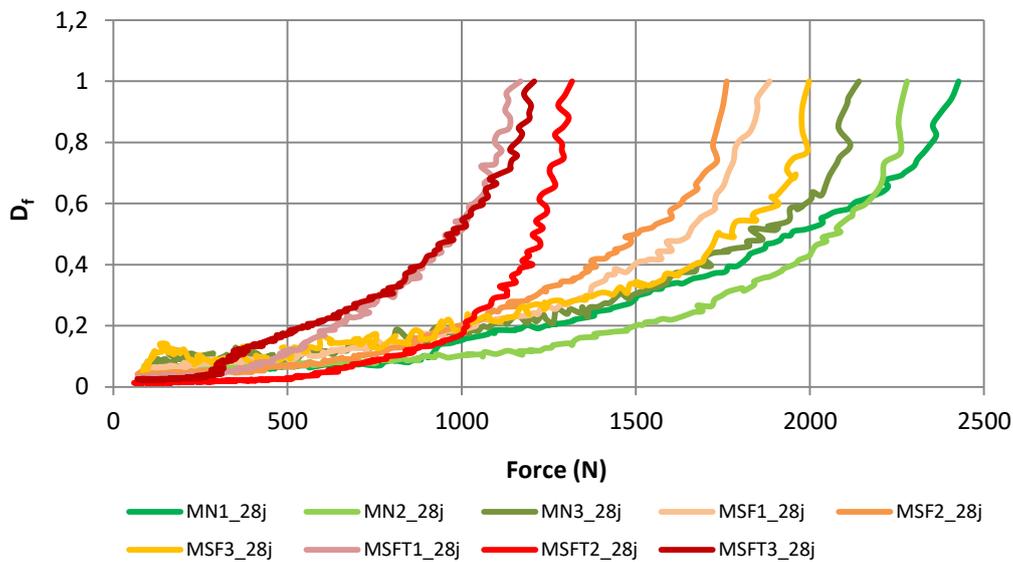


Figure IV.24 : Evolution du degré d'endommagement  $D_f$  durant le chargement à 28 jours pour MN, MSF et MSFT

L'évolution du degré d'endommagement a aussi été déterminée pour chaque éprouvette en fonction du pourcentage de sa charge maximale dans le but d'étudier la variation du degré d'endommagement des matériaux au cours de leur processus de chargement respectif. En analysant les courbes et en repérant les changements de vitesse dans l'évolution de  $D_f$  par rapport à la charge, les différentes phases du processus d'endommagement ont été déterminées à 28 jours comme cela est habituellement réalisé dans la littérature [127], [128] :

- La phase 1 qui correspond à la dispersion des zones de concentrations de contrainte dans les différentes zones faibles de l'éprouvette, particulièrement les ZTI. Ces phénomènes de concentration sont responsables de l'initiation des microfissures et de leur propagation. Ils peuvent aussi favoriser la propagation de microfissures initiées durant la cure.
- La phase 2 durant laquelle se forment quelques macro-fissures localisées. Leur propagation est retardée par la rigidité des granulats ou celle de la pâte cimentaire.
- La phase 3 qui correspond à la formation d'une fissure principale responsable de la rupture de l'éprouvette et à sa propagation dans les zones fragiles en contournant les granulats.

L'analyse des courbes a mis en évidence que la phase présentée comme la phase 1 par Zhao *et al.* [127] peut être divisée en deux phases distinctes :

- La phase 1a pour laquelle le degré d'endommagement varie très peu avec le chargement. Elle correspond à la dispersion des zones de concentration de contrainte qui se forment aléatoirement dans les zones faibles du mortier, créent des microfissures puis se relâchent pour se former ailleurs.
- La phase 1b durant laquelle le degré d'endommagement commence à augmenter légèrement avec la charge du fait de la propagation des microfissures [127], [168].

La Figure IV.25 présente un exemple des courbes obtenues à 28 jours pour MN, MSF et MSFT avec les différentes délimitations des quatre phases en pourcentage de la charge maximale.

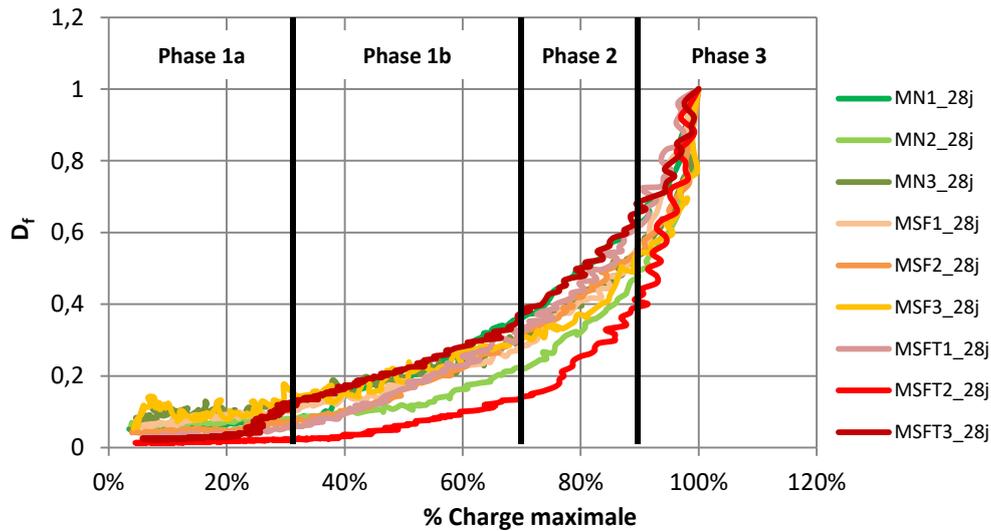


Figure IV.25 : Evolution du degré d'endommagement  $D_f$  en fonction du pourcentage de la charge maximale à 28 jours pour MN, MSF et MSFT avec délimitation des différentes phases du processus d'endommagement

Les valeurs de force, de degré d'endommagement et de moyenne des 5 % de déformations  $\epsilon_{xx}$  les plus élevées correspondant à chacune des limites de ces quatre phases ((1a, 1b ; 2 et 3) ont été déterminées pour chaque éprouvette. Une moyenne de ces valeurs a été réalisée pour chaque série de mortiers MN, MSF et MSFT et des « courbes moyennes » ont été reproduites à 28 jours pour montrer l'évolution de  $D_f$  en fonction du pourcentage de la force maximale (Figure IV.26).

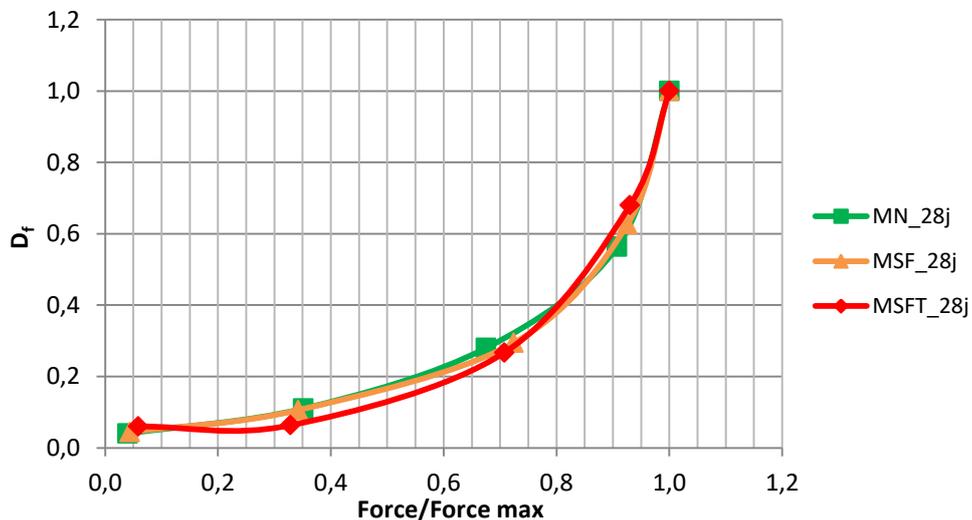


Figure IV.26 : Courbes moyennes de l'évolution du degré d'endommagement  $D_f$  en fonction du pourcentage de la charge maximale à 28 jours pour MN, MSF et MSFT

Les quatre phases d'endommagement se situent dans des limites équivalentes, en pourcentage de  $R_f$ , pour les trois mortiers. Le constat est le même à 56 et 190 jours. Ces limites sont similaires, à partir de la phase 1b, à celles obtenues par Zhao *et al.* [127] pour un micro-béton testé en flexion 3 points avec des éprouvettes résistant à une charge maximale de 3 kN et de mêmes dimensions que celles utilisées dans le cadre de ces travaux.

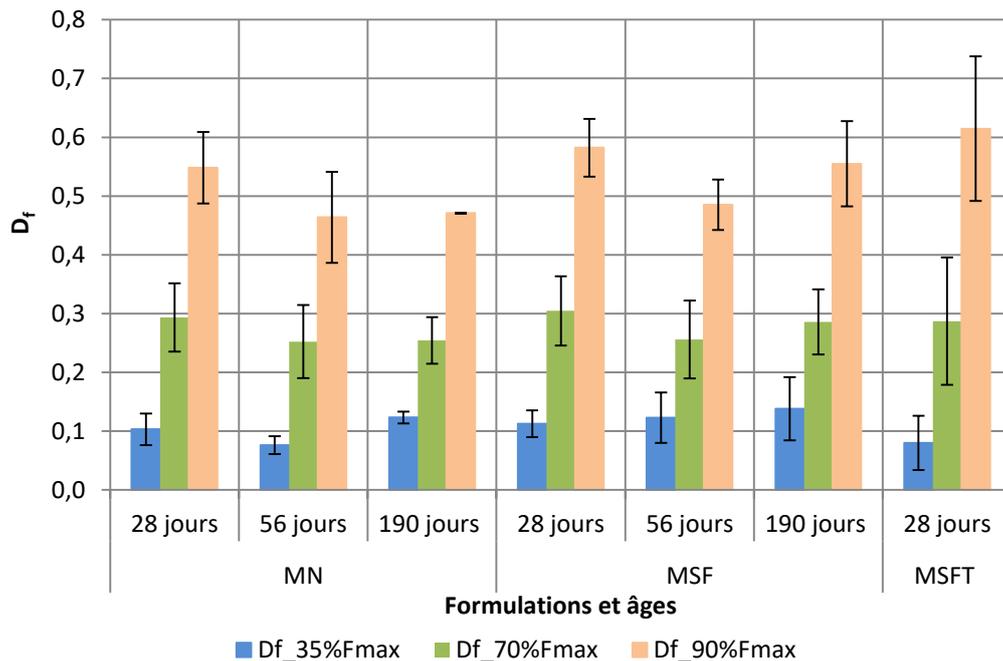


Figure IV.27 : Evolution du degré d'endommagement  $D_f$  aux limites des différentes phases du processus d'endommagement pour MN, MSF et MSFT à différents âges

En ce qui concerne les valeurs du degré d'endommagement  $D_f$  correspondant à ces limites, elles sont présentées en Figure IV.27, à 35 %, 70 % et 90 % de la charge maximale et pour les trois échéances. Les valeurs peuvent présenter une grande variabilité, particulièrement pour MSFT. En prenant en compte les écart-types, elles sont équivalentes à tout âge pour les trois matériaux.

A la fin de la phase 1a et donc à 35 % de la force maximale, le degré d'endommagement très faible est de  $0,11 \pm 0,04$  pour tous les matériaux confondus et à tous les âges. Il augmente légèrement à  $0,28 \pm 0,07$  pour 70 % de  $R_f$ . Il est de  $0,54 \pm 0,09$  à la fin de la phase 2 correspondant à l'initiation et à la propagation des macro-fissures (90 % de  $F_{max}$ ). Cependant, si nous considérons à 28 jours la valeur moyenne spécifique à chaque mortier, une légère augmentation de ce degré est constatée pour MSF (0,58) et MSFT (0,62) en comparaison à MN (0,55). Le même constat est fait pour MSF à 56 jours et 190 jours. Cette accélération possible de l'endommagement de ces mortiers dès la phase 2 peut être due à une diminution de la résistance de la matrice et/ou dans les zones fragiles ce qui faciliterait la transformation des microfissures en macro-fissures.

La Figure IV.28 présente les points de déformations  $\epsilon_{xx}$  les plus élevées aux différentes étapes de chargement correspondant aux limites des quatre phases du processus d'endommagement pour trois éprouvettes de mortier MN, MSF et MSFT à 28 jours. Elle met en évidence une localisation spécifique de la fissure principale dès 35 % de  $F_{max}$  pour MSFT ce qui correspond en moyenne à 400 N

environ. Cette localisation apparaît plutôt à la fin de la phase 1b pour MN et MSF soit à 70 % de  $F_{max}$  et à environ 1400 N pour MSF et 1500 N pour MN. Cela peut être dû à la présence de microfissures plus importante dans la matrice et les ZTI moins résistantes de MSFT dont le rapport E/C de 0,62 est supérieur à ceux de MN (0,50) et MSF (0,48). Une propagation plus rapide de cette zone est aussi constatée dans la hauteur de l'éprouvette. Elle peut aussi s'expliquer par la fragilité de la matrice cimentaire ainsi que la présence d'un nombre d'interfaces pâte-granulat plus important [166] pour MSFT formulé avec un sable plus fin que ceux utilisés pour MN et MSF.

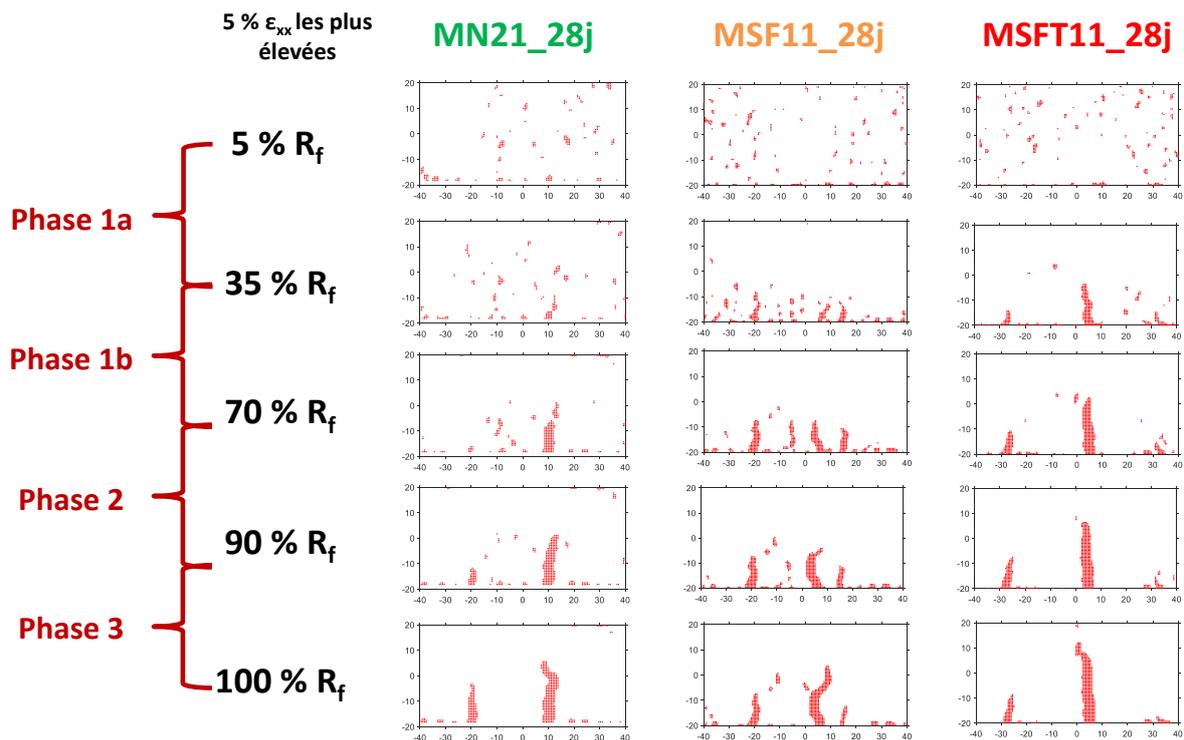
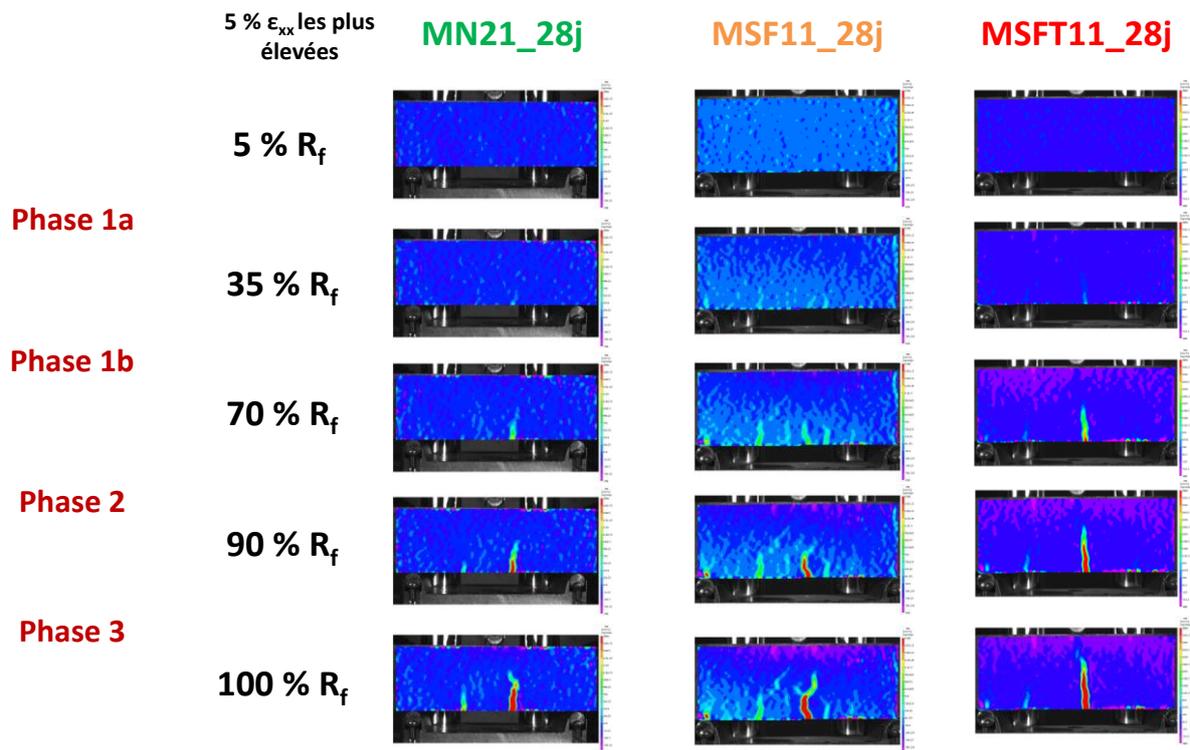


Figure IV.28 : Représentation spatiale des 5% de points de déformations  $\epsilon_{xx}$  les plus élevées aux limites des différentes phases du processus d'endommagement

La Figure IV.29 présente les champs de déformations  $\epsilon_{xx}$  pour chaque éprouvette avec une échelle fixée de manière à s'adapter au mieux aux valeurs de déformations obtenues à  $R_f$ . Cette échelle varie du violet au rouge, le rouge représentant les valeurs de déformations les plus élevées. La figure met en évidence une évolution plus rapide des valeurs de déformations pour MSFT entre 70 et 90 % de  $F_{max}$  alors que l'évolution la plus rapide a lieu à partir entre 90 et 100 % de  $F_{max}$  pour MN et MSF. Cette augmentation plus rapide des valeurs de déformations renforce l'hypothèse de la faible résistance de la matrice de MSFT.



*Figure IV.29 : Champs de déformations  $\epsilon_{xx}$  aux limites des différentes phases du processus d'endommagement pour trois éprouvettes de MN, MSF et MSFT à 28 jours*

Les « courbes moyennes » de l'évolution des déformations en fonction de la charge et du pourcentage de la charge maximale obtenues à 28 jours (Figure IV.30) confirment ces observations. Elles sont similaires pour les trois mortiers au début du chargement avec des déformations qui sont de l'ordre du bruit de mesure et qui augmentent très peu. A partir de 35 % de la charge maximale, les courbes changent de pente et on rentre dans la phase 1b avec une augmentation plus rapide des déformations particulièrement pour MSFT à partir de 400 N. La phase 1a plus courte de MSFT signifie que les déformations élastiques sont moins significatives et suggère un endommagement plus important du matériau [127] probablement dû à une forte présence de microfissures formées durant la cure qui rendent le matériau plus poreux dans son ensemble et entraînent un endommagement plus rapide. Selon les travaux de Zhao *et al.*, [127], durant le chargement de ce type de matériau moins dense, la structure interne dissipe plus d'énergie notamment pour les déformations plastiques. Cette dissipation progressive de l'énergie stockée peut être due à la plus forte présence de macro-fissures dans le matériau [209]. Elle a pour conséquence une libération d'énergie fortement réduite sous chargement maximal ce qui entraîne une rupture moins fragile de l'éprouvette. Ceci est confirmé par la phase adoucissante inexistante dans les courbes force-flèche de MN et MSF mais observée pour MSFT au-delà du pic de chargement (page 181).

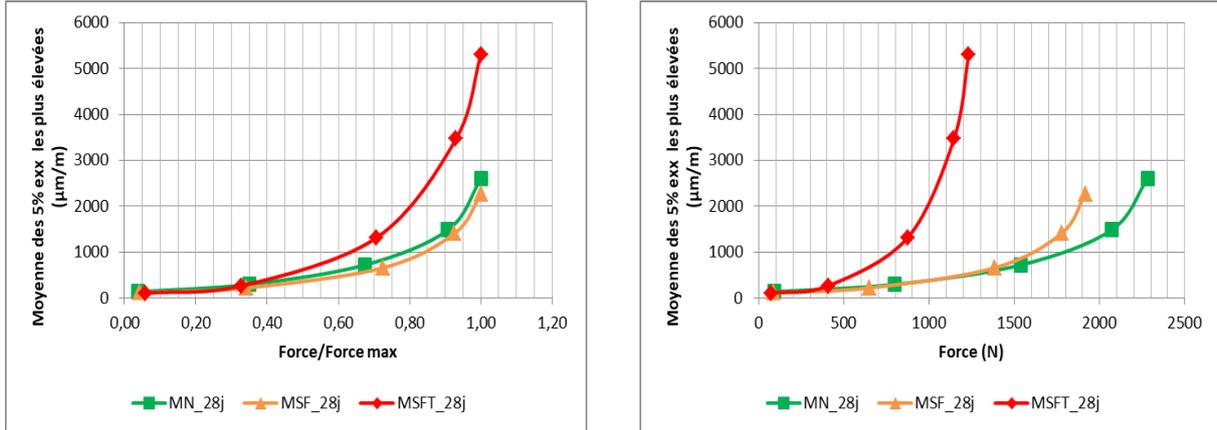


Figure IV.30 : Courbes moyennes de l'évolution des déformations  $\epsilon_{xx}$  maximales en fonction du pourcentage de la charge maximale (gauche) et en fonction de de la charge (droite) pour MN, MSF et MSFT à 28 jours

La phase 1b est similaire pour MN et MSF et s'étend jusqu'à 70 % de  $F_{max}$  et 1400 N environ. Au-delà de 1400 N, l'augmentation de la déformation est plus rapide pour MSF dont la phase élastique plastique est réduite. Son comportement accéléré à partir de cette phase peut s'expliquer par une fragilité de la matrice. Ceci est confirmé par le fait que, malgré une plus faible résistance de ce mortier à base de 30 % de sable de fonderie, sa déformation sous charge maximale reste équivalente à celle de MN.

La Figure IV.31 présente les valeurs de déformations  $\epsilon_{xx}$  correspondant aux limites des différentes phases du processus d'endommagement des matériaux pour toutes les échéances.

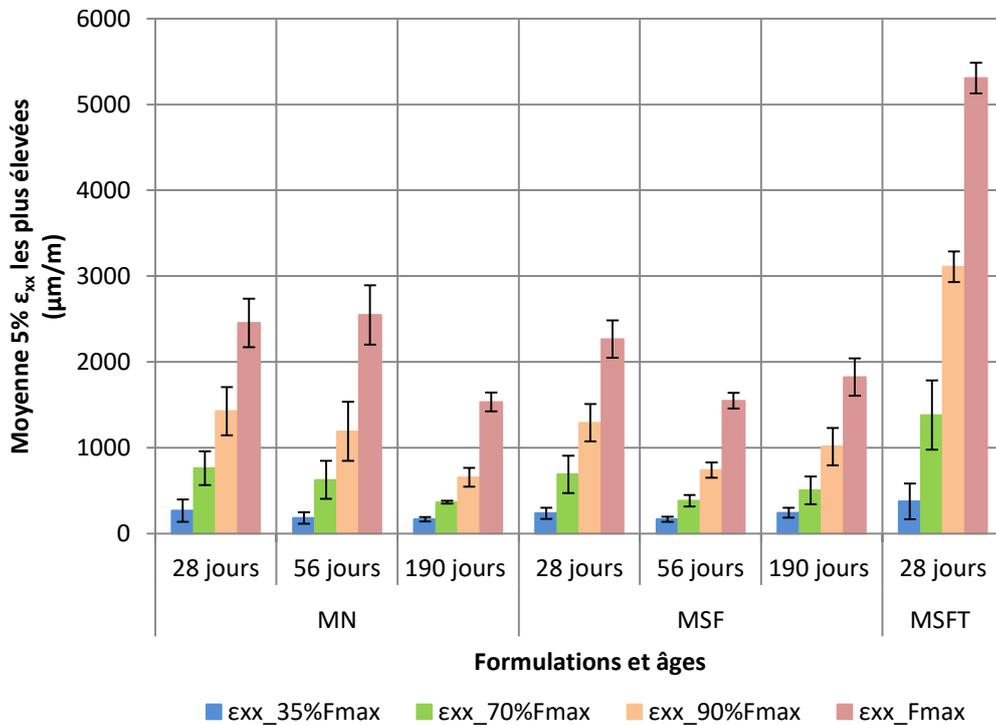


Figure IV.31 : Evolution des déformations  $\epsilon_{xx}$  aux limites des différentes phases du processus d'endommagement pour MN, MSF et MSFT à différents âges

On observe que l'équivalence constatée à 28 jours dans les déformations de MN et MSF en fin de phases 1a et 1b est valable aussi à 56 jours et 190 jours. En ce qui concerne la phase 2, la valeur de déformation à 56 jours de MSF est légèrement inférieure à celle de MN. A 190 jours, c'est l'observation inverse qui est faite car les déformations sont moins importantes pour MN comparées à MSF. Les valeurs plus faibles de déformations de MN peuvent être associées à une meilleure résistance de la matrice et/ou de la ZTI qui entraîne un retard dans l'apparition et la propagation des macro-fissures ainsi qu'un gain de résistance du mortier. Pour MN, cette amélioration de la résistance à 190 jours est observée dès la phase 1b avec une nette diminution des déformations. Elle peut être associée au gain de résistance en flexion constaté à cet âge. En ce qui concerne MSF, la diminution des déformations à 56 jours est moins significative et ne se retrouve pas à 190 jours. Les éprouvettes de MSF testées à 56 jours peuvent éventuellement présenter une meilleure résistance mais cela peut être associé à une hétérogénéité de ce matériau du fait de la présence du sable de fonderie.

L'étude de l'évolution des déformations  $\varepsilon_{xx}$  de MN et MSF entre 28 et 190 jours a mis en évidence que les trois mortiers ont un processus d'endommagement qui peut se diviser en quatre phases limitées par des valeurs de force d'environ 35 %, 70 %, 90 % et 100 % de la charge maximale. L'utilisation de 30% de sable de fonderie affecte peu les valeurs de déformations mesurées aux limites des différentes phases. Une exception est constatée dans les valeurs obtenues à 56 jours mais cela est associé à l'hétérogénéité du matériau car la diminution de déformations observée n'est pas suivie dans le temps. En ce qui concerne MN, le gain de résistance constaté à 190 jours est traduit par une diminution significative des déformations dès le début du chargement.

Les résultats obtenus à 28 jours pour MSFT ont mis en évidence que la substitution totale du sable entraîne une forte augmentation des déformations dans le matériau. Cette différence est constatée dès la phase d'initiation des microfissures et quoique les quatre phases du processus d'endommagement soient observées, le comportement de MSFT est différent de celui des deux autres mortiers. L'apparition, dès la fin de la phase 1a, de la macro-fissure responsable de la rupture de l'éprouvette ainsi que l'augmentation des déformations durant les deux premières phases peuvent être associées à une augmentation du nombre des zones de fragilité développées durant la cure du matériau. L'augmentation des déformations durant les dernières phases laisse aussi supposer une plus grande fragilité de la matrice cimentaire. Les caractéristiques géométriques de la fissure principale ont été déterminées afin de quantifier l'influence du sable de fonderie sur ces paramètres.

### IV.3.2. Caractéristiques géométriques de la fissure principale

L'étude des caractéristiques géométriques de la fissure principale a été réalisée sous charge maximale. Elle concerne son ouverture, sa longueur, sa longueur totale ainsi que sa tortuosité. L'ouverture d'une fissure est une propriété importante à prendre en compte dans l'étude de la durabilité des matériaux [170]. La détermination de sa longueur permet de suivre sa propagation dans la hauteur de l'éprouvette. La longueur totale et la tortuosité prennent en compte les différentes bifurcations de cette fissure et leur détermination permet d'évaluer l'influence de l'hétérogénéité des matériaux sur le chemin de fissuration.

La Figure IV.32 présente les valeurs de longueur et de longueur totale de la fissure principale à 28, 56 et 190 jours. Les valeurs de longueur sont équivalentes à 28 jours pour les trois mortiers avec une plus grande hétérogénéité pour MSFT. En ce qui concerne l'évolution dans le temps pour MN et MSF, une légère diminution est constatée entre 56 et 190 jours pour MN et les valeurs restent constantes pour MSF malgré une légère diminution en valeur moyenne à 56 jours. L'évolution de la longueur de la fissure correspond à l'inverse de la résistance en flexion, ce qui peut être associée à une inhibition de la propagation des macro-fissures pour une matrice plus résistante. La tortuosité déterminée comme le rapport de la longueur totale sur la longueur de la fissure principale reste équivalente à tout âge pour les trois mortiers. Les valeurs moyennes sont comprises entre 1,3 et 1,4 et ne permettent pas de traduire une influence significative du sable de fonderie sur l'hétérogénéité des mortiers en termes de zones faibles.

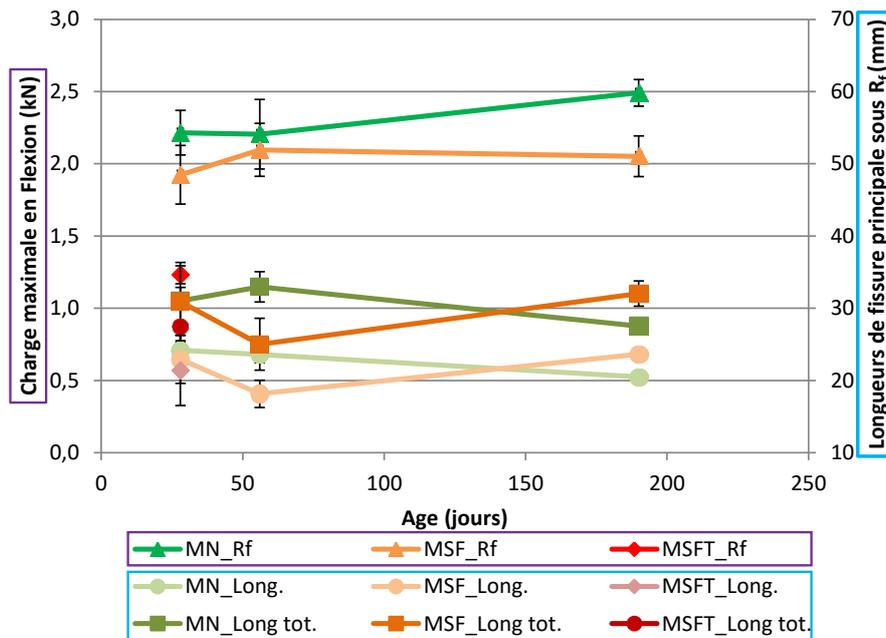


Figure IV.32 : Evolution dans le temps pour MN, MSF et MSFT de la charge maximale (MN\_Rf, MSF\_Rf, MSFT\_Rf), de la longueur (MN\_Long, MSF\_Long, MSFT\_Long) et de la longueur totale (MN\_Long tot, MSF\_Long tot, MSFT\_Long tot) de la fissure principale sous charge maximale

Les valeurs d'ouverture maximale déterminée en partie inférieure de l'éprouvette sont données en Figure IV.33. Celles obtenues à 28 jours sont équivalentes pour MN et MSF et d'environ 15  $\mu\text{m}$  avec des écarts-types de 2  $\mu\text{m}$ . Pour MSFT, cette ouverture est de  $35 \pm 8 \mu\text{m}$ , ce qui traduit une augmentation de plus du double de l'ouverture en comparaison à MN et MSF et une plus grande hétérogénéité des valeurs. Cette augmentation est associée à une perte de près de 50 % de la résistance en flexion et une augmentation de plus de 100 % des déformations  $\epsilon_{xx}$  maximales. Tout comme pour la longueur de fissure et les déformations  $\epsilon_{xx}$ , l'évolution de l'ouverture de fissure suit une tendance inverse de celle de la résistance en flexion, elle diminue lorsque la résistance en flexion augmente. Une diminution de l'ouverture est constatée entre 56 et 190 jours pour MN avec une valeur de 10  $\mu\text{m}$  à la dernière échéance. Une constance des valeurs est observée dans le temps pour MSF à environ 12  $\mu\text{m}$ .

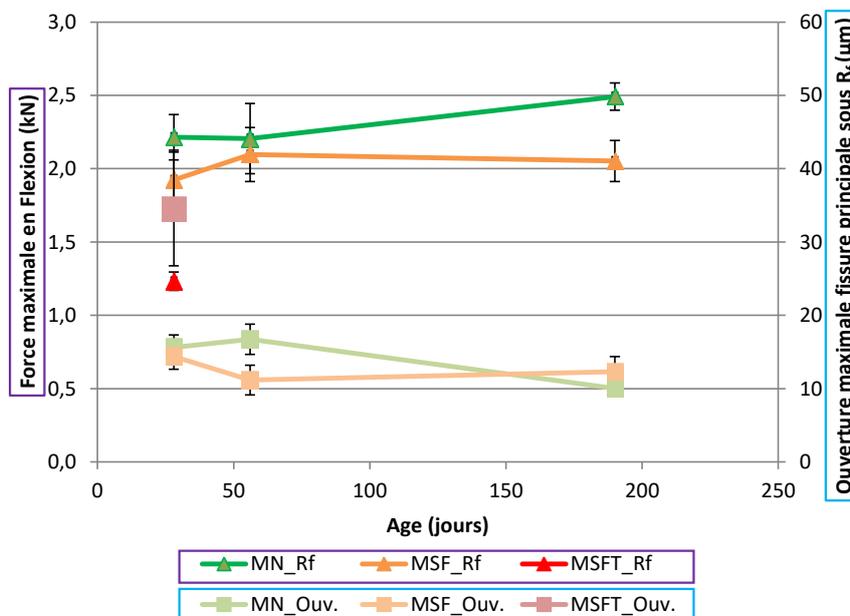


Figure IV.33 : Evolution dans le temps pour MN, MSF et MSFT de l'ouverture maximale de la fissure principale sous charge maximale

La Figure IV.34 présente l'évolution des ouvertures de la fissure principale sur la hauteur de l'éprouvette au pic de chargement pour MN, MSF et MSFT. Les courbes traduisent une évolution linéaire de ce paramètre pour MN. Cette linéarité est parfois légèrement perturbée pour MSF et plus fortement pour deux éprouvettes de MSFT.

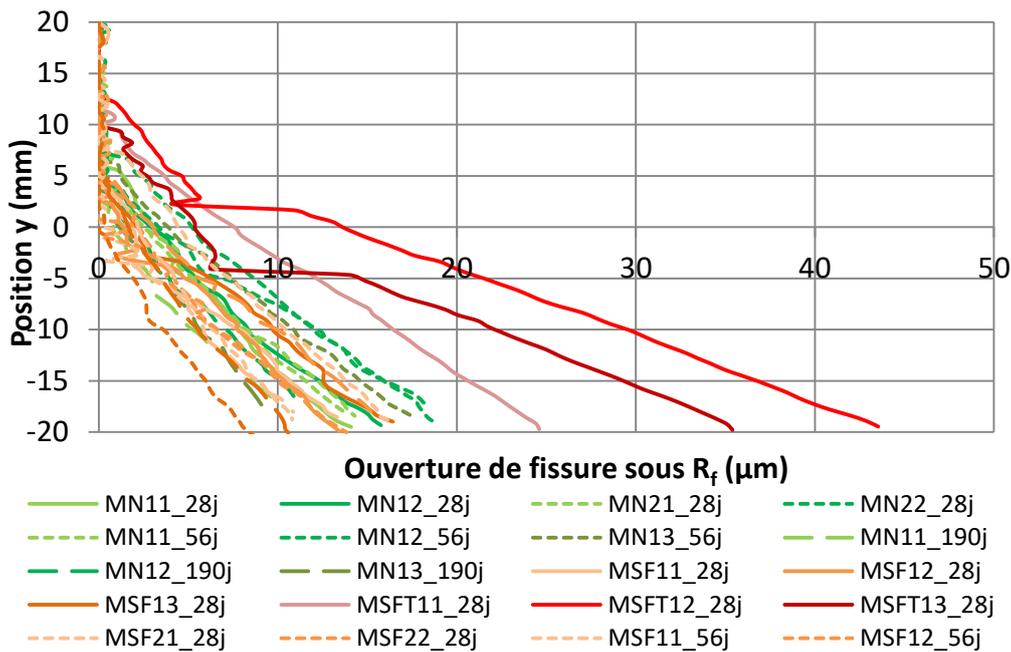


Figure IV.34 : Evolution sous charge maximale de l'ouverture de la fissure principale dans la hauteur de l'éprouvette pour MN, MSF et MSFT

La diminution soudaine de l'ouverture de fissure pour ces deux éprouvettes de MSFT est due à l'apparition de nouvelles fissures secondaires issues de la fissure principale et à une redistribution de l'énergie en partie haute (Figure IV.35).

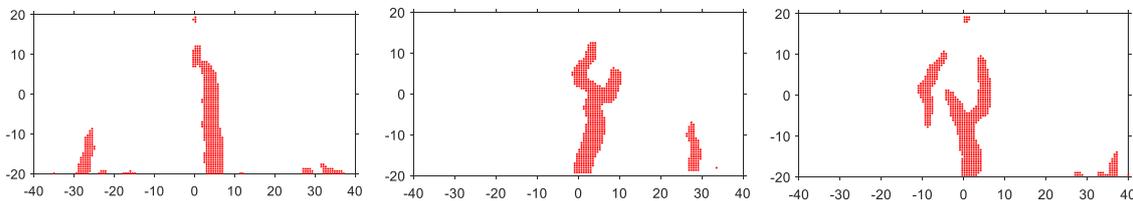


Figure IV.35 : Représentation des zones de localisation de fissure pour MSFT à 28 jours (dimensions en mm)

### IV.3.3. Flèche et énergie

#### IV.3.3.1. Flèche

La flèche a été déterminée à mi-travée et en partie basse de la poutre comme la moyenne du déplacement longitudinal (suivant  $y$ ) obtenu pour une zone de  $10 \times 10 \text{ mm}^2$  située sous la charge. La Figure IV.36 présente un exemple de courbes force-flèche obtenues pour MN, MSF et MSFT à 28 jours. On peut observer une chute rapide de la force après le chargement maximal pour MN et MSF alors que MSFT présente un comportement plus ductile. Les résultats indiquent aussi un comportement linéaire ou approximativement linéaire pour MN, ce qui correspond aux résultats de la littérature pour les bétons ordinaires [127], [128], [163]. En ce qui concerne MSF et MSFT, l'évolution est non linéaire et le comportement des éprouvettes plus varié dès le début du chargement. Les courbes se situent dans des fuseaux qui se superposent partiellement. A charge

égale les flèches obtenues peuvent être plus importantes en moyenne pour MSF et MSFT. Par exemple, pour 1 kN, les valeurs sont de  $0,03 \pm 0,01$  mm pour MN,  $0,05 \pm 0,01$  pour MSF et  $0,06 \pm 0,02$  mm pour MSFT. Ces observations peuvent être corrélées aux diminutions des valeurs de module d'élasticité constatées pour MSF et MSFT en compression.

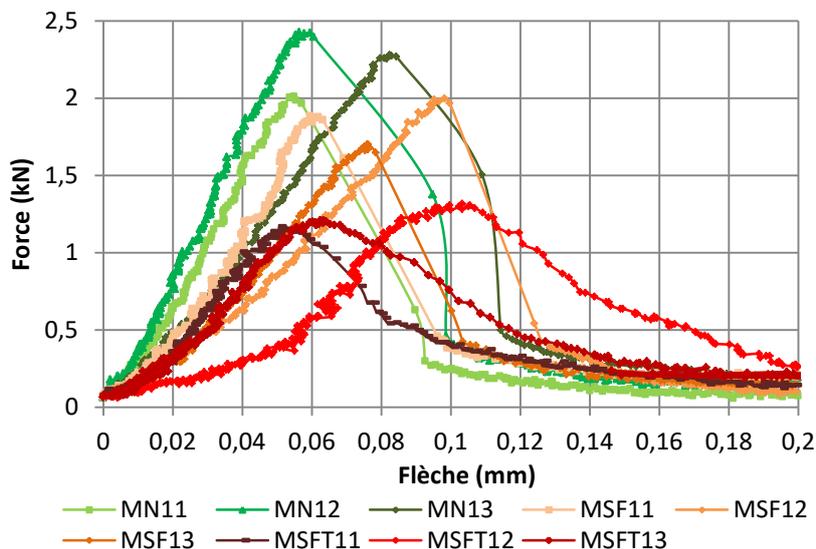


Figure IV.36 : Courbes force-flèche en flexion pour MN, MSF et MSFT à 28 jours

Les flèches obtenues aux différentes étapes du processus d'endommagement ont été déterminées pour les trois mortiers et les résultats sont présentés en Figure IV.37.

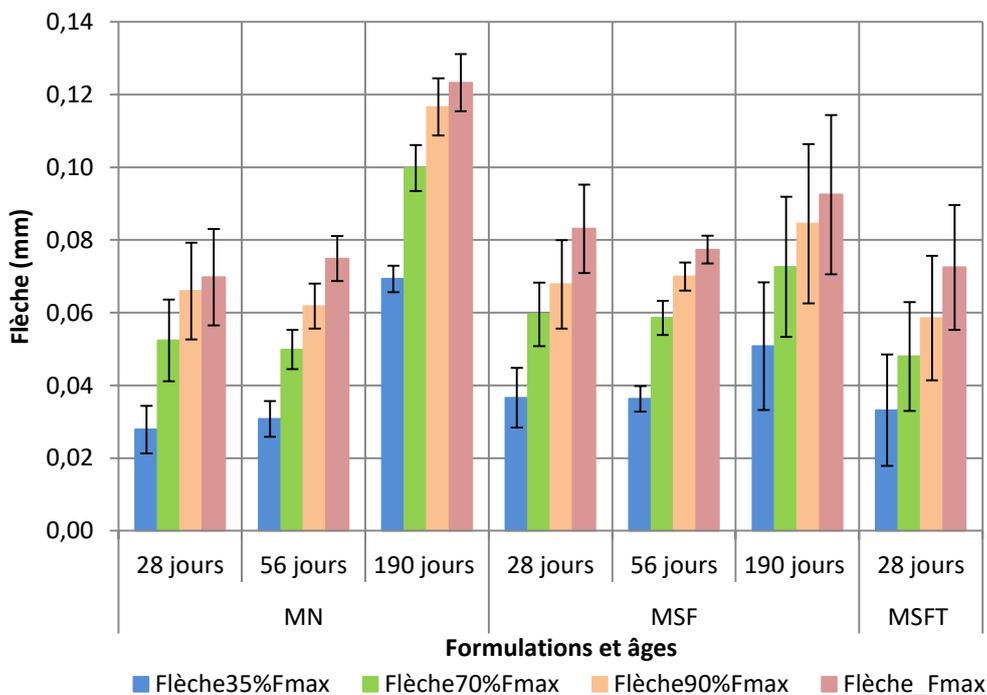


Figure IV.37 : Evolution de la flèche aux limites des différentes phases du processus d'endommagement pour MN, MSF et MSFT à différents âges

En prenant en compte les écarts-types, les valeurs de flèches maximales obtenues à 28 jours sont similaires et comprises entre 0,07 et 0,08 mm pour les trois mortiers malgré la perte de résistance de 13 % et de 44 % constatée avec l'utilisation du sable de fonderie pour un taux de substitution de 30 % et 100 %. Les valeurs de flèches maximales obtenues pour MN sont similaires à celles obtenues pour une éprouvette de micro-béton de dimensions 4x4x16 cm<sup>3</sup> [127]. L'évolution de la flèche dans le temps suit la même tendance que celle de la résistance en flexion pour MN avec une augmentation entre 56 et 190 jours. Pour MSF, l'évolution de la flèche est aussi similaire à celle de la résistance avec des valeurs stabilisées autour de 0,08 mm entre 28 et 190 jours.

#### IV.3.3.2. Energie

L'énergie a été calculée comme l'aire sous la courbe force-flèche. Comme pour les déformations  $\epsilon_{xx}$  et la flèche, elle a été déterminée aux limites des différentes phases du processus d'endommagement des trois mortiers aux différentes échéances. Les résultats sont présentés en Figure IV.38.

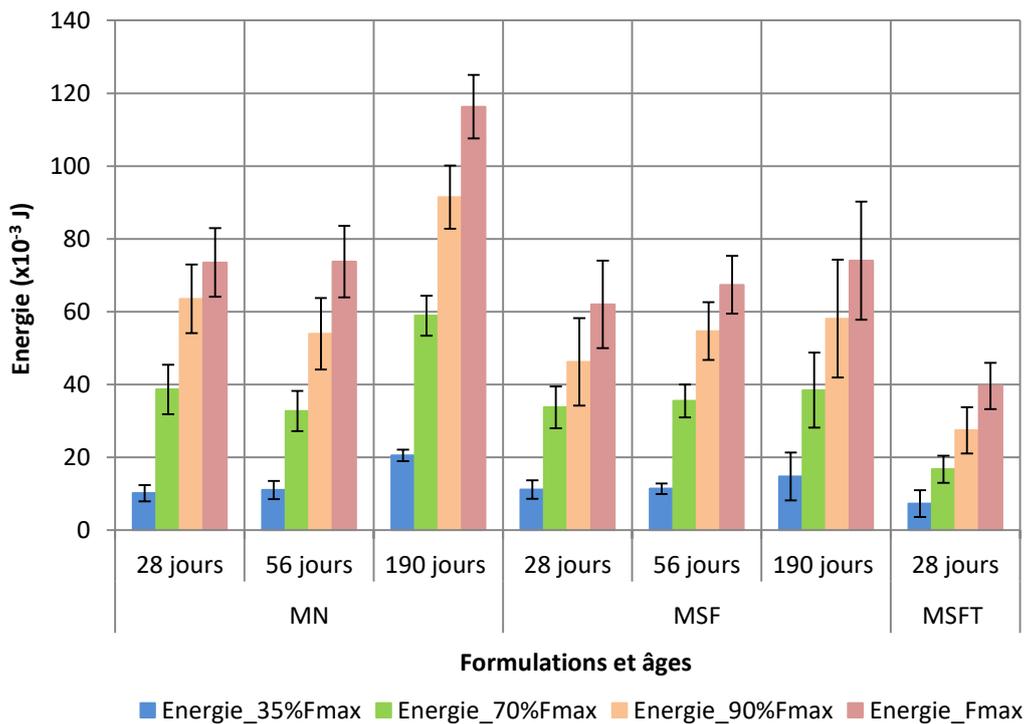


Figure IV.38 : Evolution de l'énergie aux limites des différentes phases du processus d'endommagement pour MN, MSF et MSFT à différents âges

Ils mettent en évidence une consommation d'énergie d'environ  $10 \times 10^{-3}$  J en fin de phase 1a pour toutes les formulations. Pour MSFT, l'énergie est légèrement plus faible à ce stade du processus d'endommagement (diminution de 20 %) pour une charge équivalente à 54 % de celle enregistrée pour MN.

En fin de phase 1b, à 70 % de  $F_{max}$ , l'énergie consommée est d'environ  $35 \times 10^{-3}$  J pour MN à 28 jours et 56 jours ainsi que MSF aux différentes échéances. La valeur obtenue pour MN à 190 jours demeure relativement plus importante et celle de MSFT à 28 jours plus faible. De plus, l'écart s'est creusé entre les valeurs de MN, MSF et MSFT à 28 jours car l'énergie consommée à ce stade pour MSFT représente moins de 50 % de l'énergie consommée par MN et MSF. Cette diminution plus importante peut être associée à l'évolution plus rapide des déformations  $\epsilon_{xx}$  de MSFT au cours de cette phase du processus d'endommagement.

En fin de phase 2, phase des déformations élastiques-plastiques, la consommation d'énergie est plus variée pour MN et MSF et il est difficile d'observer une tendance claire. Cette variation peut être associée à un comportement plus aléatoire des deux mortiers durant cette phase où apparaissent les microfissures et où ils commencent à être endommagés. Toutefois l'énergie calculée pour MN à 190 jours continue d'être plus élevée et celle de MSFT à 28 jours, plus faible que toutes les autres valeurs.

L'énergie totale à la rupture a été déterminée en fin de chargement à 100 % de la charge maximale. Les valeurs observées pour MN sont équivalentes à 28 et 56 jours et d'environ  $75 \times 10^{-3}$  J. Le gain constaté à 190 jours demeure effectif et est d'environ 58 %. Malgré une légère augmentation dans le temps des valeurs moyennes de l'énergie à la rupture pour MSF, elles demeurent inférieures à celles observées pour MN et ce à tout âge. Pour ce qui est de MSFT, la substitution totale de sable a entraîné une diminution de 46 % de l'énergie totale à la rupture en comparaison à MN à 28 jours.

Cette étude sur la consommation de l'énergie s'est attachée en priorité à son évolution en fonction des différentes phases d'endommagement. Elle a mis en évidence une diminution de l'énergie consommée par les mortiers à base de sable de fonderie : dès la phase 1b dans le domaine des déformations élastiques pour MSFT et à partir de la phase 2, avec l'apparition des déformations inélastiques pour MSF.

Une étude supplémentaire a été menée à 28 jours pour une flèche constante atteinte par tous les mortiers dans la phase élastique et fixée à 0,04 mm soit  $L/2500$  avec L, la distance entre les deux appuis. Les résultats obtenus sont présentés au Tableau IV.2. Les valeurs moyennes de force et d'énergie nécessaires pour atteindre la flèche de 0,04 mm diminuent d'environ 40 % pour MSF et 50 % pour MSFT en comparaison à MN. La diminution constatée pour MSFT est similaire à celle observée en résistance et en module d'élasticité. Elle est cependant plus importante pour MSF car la perte en résistance de ce matériau n'est que de 13 % et le module d'élasticité de MSF est équivalent

à celle de MN. La présence de fissures en nombre plus important notamment dans les ZTI pour le MSFT est une explication plausible à la diminution de l'énergie nécessaire pour les différentes phases d'endommagement. Cette hypothèse est cohérente avec la diminution du module d'élasticité et des résistances mécaniques.

Tableau IV.2 : Influence du sable de fonderie sur la force et l'énergie nécessaire pour obtenir une flèche de 0,04 mm

	MN	MSF	MSFT
<b>Force/Fmax</b>	0,56±0,13	0,45±0,13	0,55±0,23
<b>Force (kN)</b>	1,32±0,37	0,82±0,22	0,66±0,26
<b>Energie (x10<sup>-3</sup> J)</b>	24±6	15±4	12±4

## IV.4. Conclusion

L'étude de l'influence d'une substitution partielle ou totale du sable normalisé par le sable de fonderie chimique sur les propriétés mécaniques des mortiers peut se résumer en trois points :

- Etude de son influence sur l'évolution de la résistance en flexion et en compression
- Etude de son influence sur l'évolution du module d'élasticité
- Etude de son influence sur l'évolution de la réponse à la flexion avec détermination de la flèche, de l'énergie, des déformations  $\epsilon_{xx}$  et des caractéristiques géométriques de la fissure principale et du processus d'endommagement

Les principaux résultats de cette étude sont synthétisés dans le graphe en Figure IV.39 avec une présentation des variations des valeurs moyennes sous charge maximale à 28 jours.

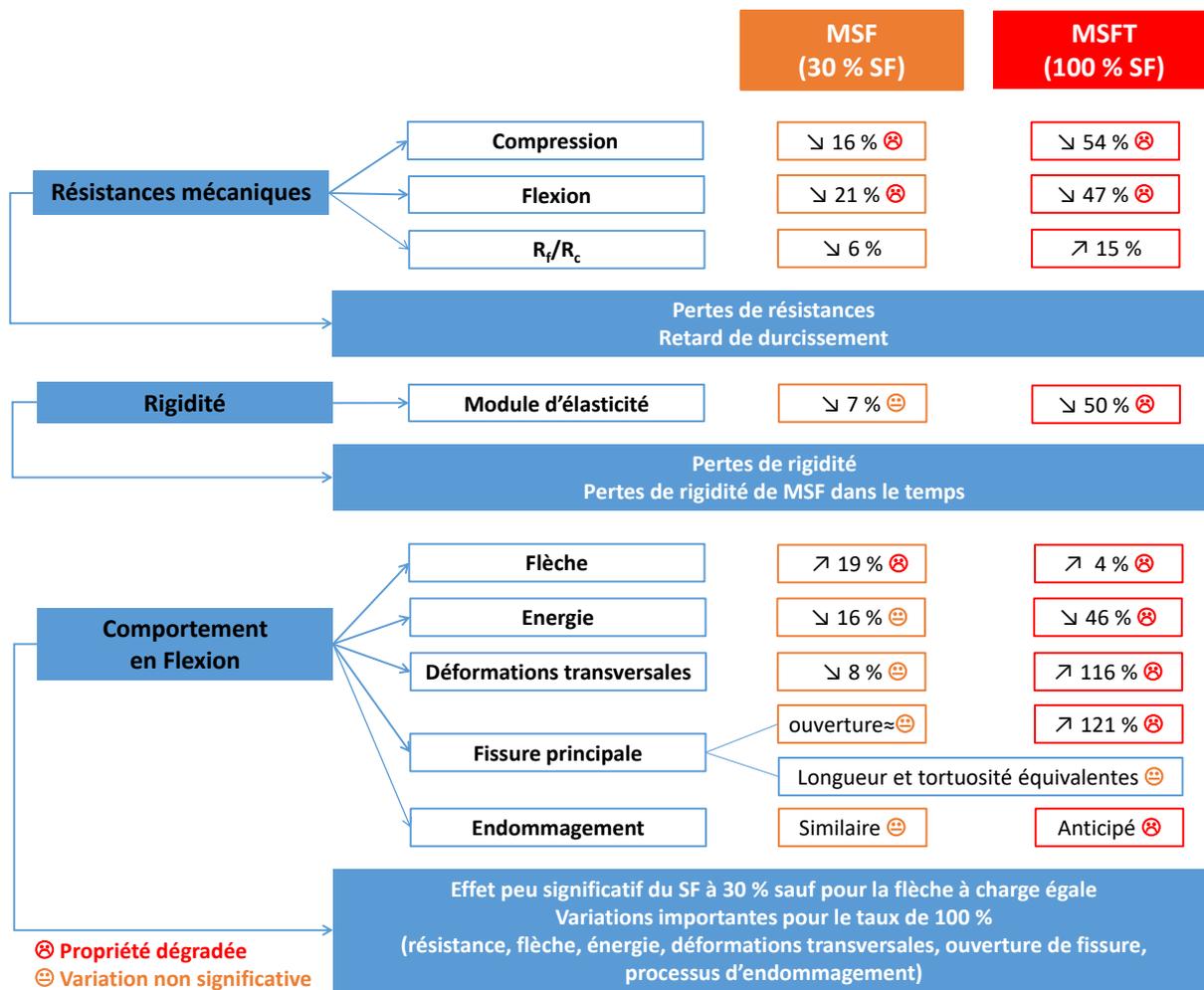


Figure IV.39 : Influence du sable de fonderie sur les propriétés mécaniques des mortiers : synthèse des principaux résultats à 28 jours et sous charge maximale

L'incorporation du déchet entraîne des pertes de résistance qui s'accroissent avec l'augmentation du taux de substitution. Les pertes enregistrées en compression pour MSF entre 2 jours et deux ans sont assez stables ( $16 \pm 2\%$ ) en moyenne et varient un peu plus pour la résistance en flexion ( $18 \pm 7\%$ ). En ce qui concerne MSFT à 28 jours, les pertes sont de 56 % en compression et 47 % en flexion. L'incorporation du sable de fonderie n'entraîne pas de diminution significative du rapport  $R_f/R_c$  mais une légère augmentation est observée au-delà du taux de 50 %. Un retard de durcissement est constaté pour MSF.

Le module d'élasticité diminue de 7 à 18 %, pour MSF entre 28 et 190 jours, et de 50 % pour MSFT, à 28 jours. La rigidité demeure constante entre 28 et 190 jours pour MN alors qu'elle diminue dans le temps pour MSF.

L'incorporation du sable de fonderie entraîne une augmentation entre 3 et 19 % de la flèche maximale pour MSF et MSFT à 28 et 56 jours. Une diminution de 25 % est constatée à 190 jours pour MSF. Ces variations dépendent à la fois de la résistance à la flexion et de la rigidité du matériau puisqu'on considère généralement que la flèche augmente lorsque la charge augmente et/ou que le module d'élasticité diminue. Le tracé des courbes force-flèche a mis en évidence que, pour une même charge, l'incorporation du sable de fonderie entraîne une augmentation de la flèche enregistrée. L'étude de l'énergie associée à la détermination de la flèche a permis de conclure en une diminution de l'énergie à la rupture, particulièrement pour MSFT. Une importante augmentation des déformations  $\epsilon_{xx}$  sous charge maximale est aussi constatée pour ce matériau à 28 jours alors que l'influence du sable de fonderie est moins nette pour le taux de substitution de 30 %. Les courbes force-  $\epsilon_{xx}$  ont mis en évidence que les mortiers à base de sable de fonderie se déforment plus que le mortier normalisé : à partir de 1300-1700 N pour MSF et 300-500 N pour MSFT. Elles ont également permis d'identifier quatre phases dans le processus d'endommagement des matériaux. L'utilisation du sable de fonderie au taux de 30 % n'influe pas sur ce processus d'endommagement alors qu'il est accéléré pour le taux de 100 % avec une apparition anticipée de la fissure principale. Les caractéristiques géométriques de cette fissure semblent être peu impactées par l'incorporation du déchet exception faite de l'ouverture maximale qui augmente pour MSFT.

L'influence du sable de fonderie sur les propriétés mécaniques des mortiers se résume donc en une perte de résistances et de rigidité accentuée avec le taux de substitution. Le processus d'endommagement et l'ouverture de fissure, liés à l'évolution des déformations  $\epsilon_{xx}$  sont fortement impactés par une substitution totale alors que l'effet d'une incorporation de 30 % du déchet est moins important. La variation importante constatée pour MSFT peut s'expliquer par la présence de

nombreuses zones de fragilités (fissures, porosités) et une modification de la qualité de la matrice cimentaire.

La perte de résistance en compression constatée sur les mortiers n'est pas retrouvée dans les bétons pour le taux de substitution de 30 % du sable naturel par le sable de fonderie. Ceci peut s'expliquer par une atténuation de l'effet du déchet qui est en proportion plus réduite dans le béton (12 %) par rapport à la masse totale des granulats ainsi qu'à la différence de qualité entre le sable de construction et le sable normalisé.

L'analyse des causes possibles pouvant expliquer ces différentes modifications de comportement mécanique implique celle des paramètres influents du sable de fonderie. Ils correspondent essentiellement à la présence d'impuretés métalliques et phénoliques dans la composition chimique du sable de fonderie et à deux caractéristiques physiques particulières : sa granulométrie fine et l'enrobage des grains par de la résine phénolique ou du métal. L'analyse de l'influence de ces paramètres fait l'objet du chapitre suivant.



## **V. ANALYSE MULTI-ECHELLE DES PARAMETRES INFLUENTS DU SABLE DE FONDERIE SUR CERTAINES PROPRIETES PHYSIQUES ET CHIMIQUES DES MORTIERS**

---

Ce chapitre concerne l'étude de l'effet du sable de fonderie sur la demande en eau des mortiers, leur cinétique d'hydratation, leur porosimétrie et leur microstructure. Elle a été réalisée à différentes échelles (macroscopique et microscopique). L'analyse des différents résultats incluant les propriétés mécaniques vise à mettre en évidence l'influence relative de certains paramètres sur les modifications de propriétés physico-chimiques des mortiers et celles de leurs propriétés mécaniques.

## V.1. Demande en eau

La perte de résistance des matériaux cimentaires à base de sable de fonderie est généralement associée à une augmentation de leur demande en eau due à la granulométrie fine du déchet ou à une forte teneur en fines [27], [33], [47], [74]. Deux études ont permis d'analyser l'influence de la granulométrie du sable de fonderie sur cette propriété physique. La première étude concerne l'influence du module de finesse de différents mélanges de sables sur le rapport E/C permettant de travailler à consistance égale. La deuxième étude a permis de déterminer l'effet d'une correction complète de la granularité d'un mélange composé de 30 % de sable de fonderie sur l'évolution de la résistance en compression des mortiers.

### V.1.1. Influence du module de finesse

Les mortiers MSF10, MSF50, MSF80 et MSF100, formulés à consistance normalisée pour différents taux de sable de fonderie, ont été étudiés en complément de MN et de MSF. La variation des taux de substitution a permis de travailler avec des mélanges de sables aux modules de finesse variés.

Comme nous l'avons vu précédemment, le module de finesse diminue avec l'augmentation du pourcentage de sable de fonderie. Le module de finesse du sable associé à MN ne suit pas cette tendance du fait de la différence de granularité entre SN 0/0,5 et SF 0/0,5. Les valeurs du rapport E/C pour les mortiers à base de sable de fonderie montrent que, comme reporté dans la littérature [47], la variation de demande en eau est inversement proportionnelle à celle du module de finesse.

Les résultats de résistances en flexion et en compression des différents mortiers sont rappelés en Figure V.1.

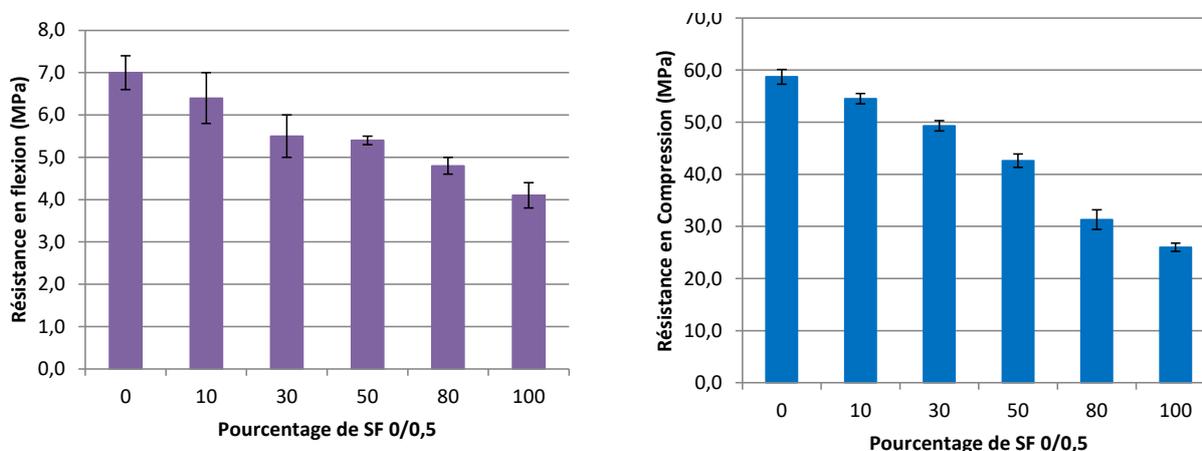


Figure V.1 : Résistances en flexion et en compression des mortiers : influence du module de finesse et du rapport E/C

Les résistances mécaniques diminuent de manière quasi-linéaire avec l'augmentation du taux de substitution du déchet. Pour les mortiers à base de sable de fonderie, les résistances mécaniques diminuent avec la diminution du module de finesse et l'augmentation du rapport E/C. Cependant, la variation de ces deux paramètres ne suffit pas à expliquer les pertes de résistance dues à l'incorporation du sable de fonderie. En effet les résistances mécaniques de MN sont supérieures à celles de MSF10 et MSF alors que son module de finesse est inférieur et son rapport E/C supérieur à ceux de ces deux mortiers. De même pour un rapport E/C égal à celui de MN, les mortiers MSF\_0,50 et MSF50 formulés respectivement avec 30 % et 50 % de sable de fonderie présentent des résistances mécaniques plus faibles que celles de MN (Tableau IV.1, page 148). De plus, les pertes de résistances constatées pour ces deux mortiers augmentent avec le taux d'incorporation du déchet.

Pour vérifier l'influence de la différence de granularité du fuseau 0/0,5 observée entre SN et SF sur le module de finesse, le rapport E/C et par conséquent, les résistances mécaniques, une étude complémentaire est réalisée.

### V.1.2. Influence de la granularité

Deux autres mortiers ont été formulés en complément de MN et MSF pour étudier l'influence de la granularité du SF 0/0,5 sur les propriétés mécaniques des mortiers à 28 jours. Le premier mortier « MSF Granulo » est composé d'un mélange de 30 % de SF 0/0,5 et 70 % de SN 0,5/2 ayant une granularité identique à celle de SN 0/2. Son rapport E/C de 0,50 est égal à celui de MN mais il présente une consistance plus fluide (46 mm) ce qui traduit une demande en eau moins élevée. Pour s'affranchir de l'effet de la consistance, un mortier « MN Granulo » a été formulé avec 100 % de SN 0/2 et une consistance équivalente à celle de MSF Granulo. Cette consistance (49 mm) a été obtenue avec un rapport E/C de 0,53.

La Figure V.2 présente les résistances mécaniques de ces deux mortiers en comparaison avec celles de MN et de MSF.

Les résistances mécaniques de MSF Granulo sont plus faibles que celles de MN et MN Granulo. Ces résultats montrent qu'une correction de la granularité de SF (module de finesse et teneur en fines) ne suffit pas à pallier les pertes de résistances mécaniques de MSF. De ce fait, la granulométrie différente de SF n'est pas la seule cause des pertes de résistances mécaniques.

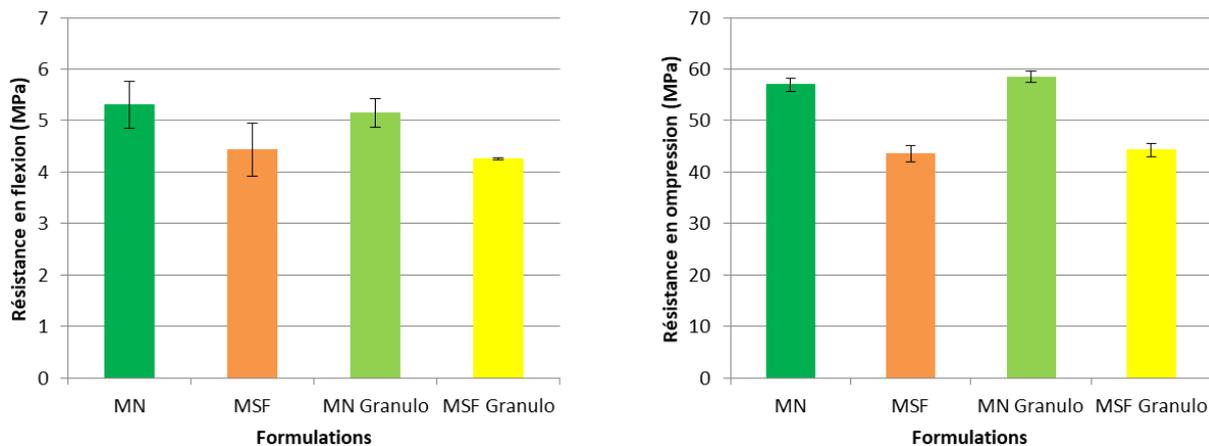


Figure V.2 : Résistances en flexion et en compression à 28 jours de MN, MSF, MN Granulo et MSF Granulo : influence de la granularité et du rapport E/C

Les résistances mécaniques de MSF Granulo sont équivalentes à celles de MSF. Ces deux mortiers composés de 30 % de SF 0/0,5 présentent des valeurs différentes de granularité, module de finesse, rapport E/C et consistance. L'équivalence de leurs résistances malgré ces différences de propriétés physiques ainsi que les pertes de résistances constatées avec l'incorporation du sable de fonderie malgré une correction granulométrique impliquent donc que la quantité de sable de fonderie incorporée influence plus le comportement mécanique des mortiers que la granularité, le module de finesse, le rapport E/C ou encore la consistance.

## V.2. Hydratation

Différents travaux retrouvés dans la littérature ont traité de l'influence de certaines impuretés présentes dans le sable de fonderie sur l'hydratation du ciment : chrome, fer et phénol [94], [96], [97], [119], [120]. Alors que le chrome apparaît pour certains auteurs comme un accélérateur de prise [96], [97], le phénol est associé à un retard ou une inhibition de prise [119], [120] et le fer à une diminution du pic de chaleur [94]. Une étude a été réalisée pour déterminer si l'incorporation du sable de fonderie dans les mortiers entraîne effectivement une modification du processus d'hydratation des matériaux cimentaires. Des essais de prise ont été réalisés pour les mortiers MN, MSF et MSFT afin de déterminer l'influence de la substitution partielle ou totale du déchet sur le temps de début ainsi que la durée de prise. Ils ont été corrélés aux résultats obtenus pour des essais de calorimétrie. Malheureusement ce dernier type d'essai n'a pas été concluant pour MSFT à cause d'une perte de masse de l'échantillon supérieure aux valeurs maximales autorisées par la norme, entre le début et la fin de l'essai. Cette importante perte de masse a été associée à une évaporation trop importante de l'eau contenue dans ce mortier de rapport E/C élevé.

## Analyse multi-échelle de l'influence d'un sable de fonderie chimique sur les propriétés mécaniques de matériaux cimentaires

La Figure V.3 présente le temps de début de prise et la durée de prise pour les trois mortiers. Elle met en évidence que l'incorporation du sable de fonderie entraîne un retard de 54 et 134 mn pour le temps de début de prise de MSF et MSFT. Une augmentation de 42 et 73 mn est aussi constatée dans la durée de prise de ces deux mortiers.

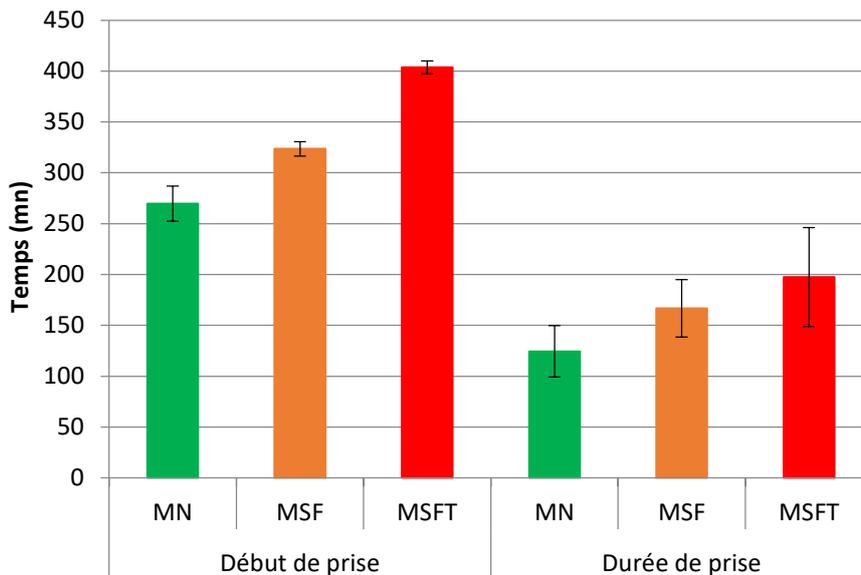


Figure V.3 : Temps de début de prise et durée de prise de MN, MSF et MSFT

Les résultats obtenus suite aux essais de calorimétrie réalisés pour MN et MSF sont présentés en Figure V.4.

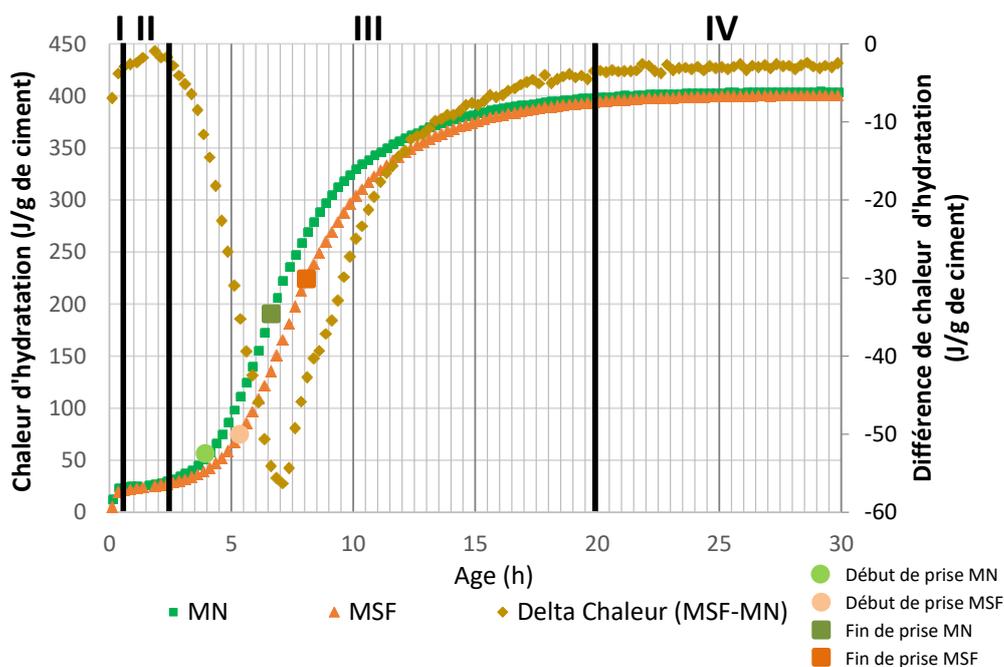


Figure V.4 : Evolution de la chaleur d'hydratation de MN et MSF

Les deux courbes représentant l'évolution de la chaleur dans le temps pour MN et MSF correspondent aux courbes moyennes obtenues pour trois échantillons. Les chaleurs correspondant aux temps de début et fin de prise y sont mises en évidence pour chaque mortier. La courbe « Delta chaleur (MSF-MN) » représente la différence entre la chaleur dégagée par MSF et MN, dans le temps.

Cette figure met en évidence les quatre phases du processus d'hydratation des deux matériaux [63], [210] :

- 1) La phase de dissolution des composés anhydres avec formation rapide et exothermique des premiers C-S-H. Elle a lieu durant les 30 premières minutes. On y constate une diminution d'environ 5 J/g pour la chaleur dégagée par MSF en comparaison à celle de MN.
- 2) La phase d'induction de faible flux thermique durant laquelle l'eau est sursaturée en portlandite et la précipitation de C-S-H est ralentie. Elle a lieu entre 30 mn et 2h30. La diminution de chaleur constatée pour MSF y est atténuée par rapport à celle de la première phase.
- 3) La phase d'accélération avec précipitation en masse des hydrates durant laquelle a lieu la prise des matériaux. Elle se situe entre 2h30 et 20h. Les deux courbes d'évolution de la chaleur en fonction du temps suivent la même tendance avec une différence au niveau de la chaleur dégagée pour un même temps d'hydratation. La courbe de chaleur différentielle de MSF par rapport MN varie en passant par deux pentes différentes. Au début, la diminution de chaleur s'accroît pour atteindre 56 J/g à 7h. Ensuite, elle s'atténue pour se stabiliser, à la fin de la phase, à 3 J/g. Le pic de chaleur observé à ce stade est respectivement de  $404 \pm 8$  et  $401 \pm 5$  J/g pour MN et MSF.
- 4) La phase de ralentissement durant laquelle la couche d'hydrates qui enrobe les grains de ciment ralentit la diffusion des espèces réactionnelles est observée à partir de 20h. La différence de chaleur dégagée entre MSF et MN y est constante (- 3 J/g).

Le retard constaté dans l'hydratation de MSF a lieu principalement durant le début de la phase d'accélération, qui peut être associé à la phase de prise du mortier. Les résultats observés pour cet essai de calorimétrie sont en accord avec ceux de l'essai de prise. En ce qui concerne le dégagement de chaleur associé aux temps de début et de fin de prise, il augmente au début de prise et est accentué durant la fin de prise pour MSF.

Les essais d'hydratation réalisés au cours de ces travaux ont mis en évidence que l'incorporation du sable de fonderie dans les mortiers entraîne un retard d'hydratation qui s'accroît avec le taux de sable de fonderie. Si le chrome joue un rôle d'accélérateur de

l'hydratation, l'effet du phénol demeure prépondérant. Le retard d'hydratation observé s'initie dès le début de l'hydratation pour s'accroître durant la phase de précipitation en masse des hydrates. Le retard observé pourrait s'expliquer par une dissolution moindre de l'alite et de la bélite qui entraînerait une production ralentie des hydrates (C-S-H et portlandite). La différence constatée au niveau de la chaleur dégagée peut aussi être associée à la formation d'autres hydrates dont les réactions chimiques sont moins exothermiques. Vipulanandan et Krishnan [119], [120] ont aussi observé un retard d'hydratation provoqué par le phénol qui ralentit la production de portlandite dans leur pâte cimentaire. Ils ont considéré que le phénol s'associait avec l'hydrate pour former un nouveau complexe. Le retard d'hydratation et la différence de chaleur dégagée pourraient expliquer en partie les pertes de résistance de MSF et MSFT à 28 jours ainsi que le possible retard de durcissement constaté pour MSF avec l'évolution des résistances mécaniques dans le temps (Figure IV.4, page 152).

## V.3. Porosimétrie

Les différences de porosimétrie sont l'une des causes avancées pour expliquer les pertes de résistances mécaniques des matériaux cimentaires dans la littérature, particulièrement l'augmentation du volume poreux [47], [56], [63], [74], [79], [82], [210]. Pour les matériaux à base de déchets industriels, les fines et impuretés présents dans ces matériaux peuvent augmenter la porosité et accentuer ainsi les pertes de résistances. Dans le cas du sable de fonderie chimique étudié, trois paramètres physico-chimiques ont été identifiés comme causes possibles d'une augmentation de la porosité des matériaux cimentaires : la finesse lorsqu'elle entraîne une demande en eau importante [33], [74], [77], l'aluminium qui entraîne des dégagements de dihydrogène [79], [82] et le phénol qui provoque l'apparition de bulles d'air sphériques lorsqu'il réagit avec le ciment [119], [120]. L'influence du sable de fonderie sur la porosimétrie des mortiers a été étudiée grâce à deux méthodes : la saturation à l'eau par l'essai de porosité totale accessible à l'eau, la microscopie électronique à balayage avec quantification par analyse d'images. Ces deux méthodes ont été utilisées pour comparer la porosimétrie de MN, MSF et MSFT.

### V.3.1. Porosité totale accessible à l'eau

L'essai de porosité totale accessible à l'eau réalisé à l'échelle macroscopique a permis de déterminer le volume total des pores accessibles à l'eau en proportion du volume total des mortiers, leur masse volumique apparente et la masse volumique spécifique de leurs matrices solides. Les résultats obtenus pour les trois mortiers étudiés sont présentés au Tableau V.1.

*Tableau V.1 : Porosité totale accessible à l'eau et masses volumiques de MN, MSF et MSFT*

	E/C	Porosité Eau (%)	$\rho_{spé}^*$ (kg/m <sup>3</sup> )	$\rho_{app}^*$ (kg/m <sup>3</sup> )
<b>MN</b>	0,5	15,0 ± 0,2	2550 ± 6	2167 ± 9
<b>MSF</b>	0,48	14,7 ± 0,6	2533 ± 2	2159 ± 14
<b>MSFT</b>	0,6	19,6 ± 0,4	2389 ± 5	1921 ± 10

*$\rho_{spé}$  : masse volumique spécifique ;  $\rho_{app}$  : masse volumique apparente*

Ils mettent en évidence que la porosité totale accessible à l'eau est équivalente pour MN et MSF malgré la légère diminution du rapport E/C de ce dernier. Elle augmente de 31 % pour MSFT dont le rapport E/C est plus élevé. En ce qui concerne la masse volumique spécifique de la matrice, elle diminue légèrement de 1 % pour MSF et de 6 % pour MSFT. Elle dépend fondamentalement de la masse volumique et de la proportion de ses différents composants : sable, hydrates, anhydres, eau et pores isolés. Une augmentation de la proportion de ces pores isolés entraîne une diminution de cette masse volumique. La masse volumique apparente est équivalente pour MN et MSF alors qu'une diminution de 11 % est constatée pour MSFT. Cette diminution va dans le sens de la diminution de la masse volumique spécifique et de l'augmentation de la porosité totale accessible à l'eau.

Les différents résultats de masse volumique et de porosité totale accessible à l'eau permettent de conclure que l'incorporation du sable de fonderie influe sur la porosité du mortier principalement pour une substitution totale. Son effet est retrouvé au niveau de la porosité accessible et des masses volumiques de MSFT formulé avec un rapport E/C élevé. L'incorporation du déchet au taux de 30 % n'influe pas de manière significative sur ces propriétés.

### V.3.2. Porosimétrie au MEB-BSE

La seconde méthode d'étude de la porosimétrie est basée sur une observation de la microstructure des mortiers pour différentes surfaces avec une étude qualitative de la géométrie des pores et une quantification de la porosité. Cette quantification surfacique de la porosité par analyse des images obtenues au MEB ne permet pas d'évaluer précisément la porosité totale accessible à l'eau puisqu'elle n'analyse pas tout le volume de l'échantillon et ne permet pas de quantifier les micropores [210], [211]. Cependant, contrairement à la première méthode qui ne permet de déterminer que la porosité accessible, cette deuxième méthode quantifie aussi bien la porosité accessible (pores ouverts) que la porosité résiduelle (pores fermés) ainsi que la morphologie de ces pores.

Pour chaque mortier, l'analyse a été réalisée pour plus de 250 images représentant des zones différentes de 5,0x3,8 mm<sup>2</sup>. Ces zones sont observées sur des surfaces des mortiers après sciage des échantillons (Figure II.6 page 107) et représentent la porosité au cœur de ceux-ci. La Figure V.5 regroupe un exemple d'images présentant la microstructure de MN, MSF et MSFT.

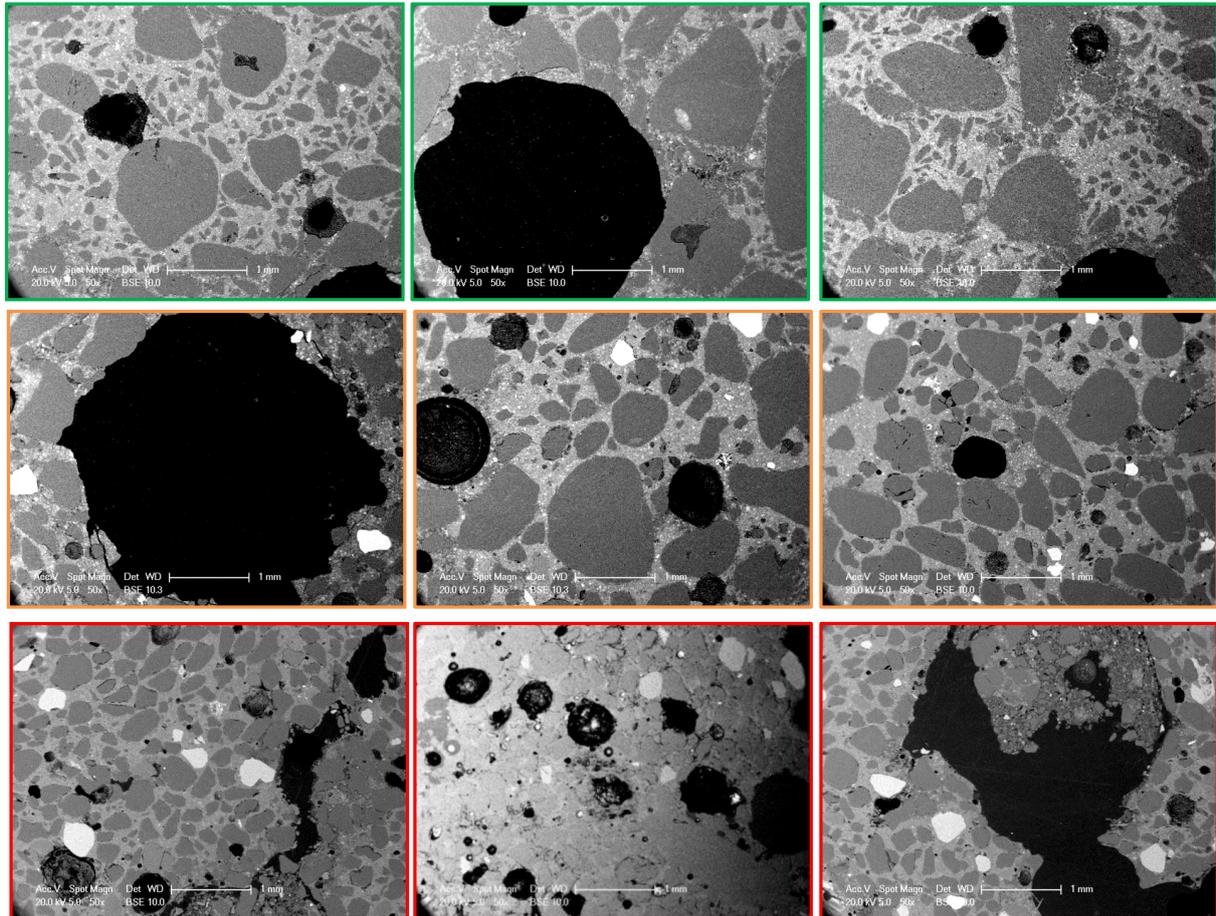


Figure V.5 : Analyse de la porosimétrie au MEB (mode BSE) de MN (1<sup>ère</sup> rangée), MSF (2<sup>e</sup> rangée) et MSFT (3<sup>e</sup> rangée)

L'analyse de ces différentes images a mis évidence des pores de formes relativement sphériques et de dimensions variant de quelques centaines de micromètres à quelques millimètres pour MN. Dans les mortiers à base de sable de fonderie, les dimensions des pores et leurs formes diffèrent par rapport à celles de MN. Certains pores sphériques et de dimensions équivalentes à ceux de MN sont observés pour MSF. Cependant, on y retrouve aussi d'autres pores de plus faibles dimensions (< 100 µm) non observés pour MN et similaires à ceux observés dans la littérature avec l'ajout de phénol [119]. Ces pores de faibles dimensions sont en nombre encore plus important pour MSFT et en tailles encore plus réduites (< 50 µm). Ce matériau présente aussi des pores allongés et de largeurs variées (quelques centaines à quelques milliers de microns) non retrouvés dans MN ni

MSF et associés, dans la littérature, à la présence d'aluminium [82]. La Figure V.6 regroupe quelques exemples de ces pores de dimensions et morphologies variées.

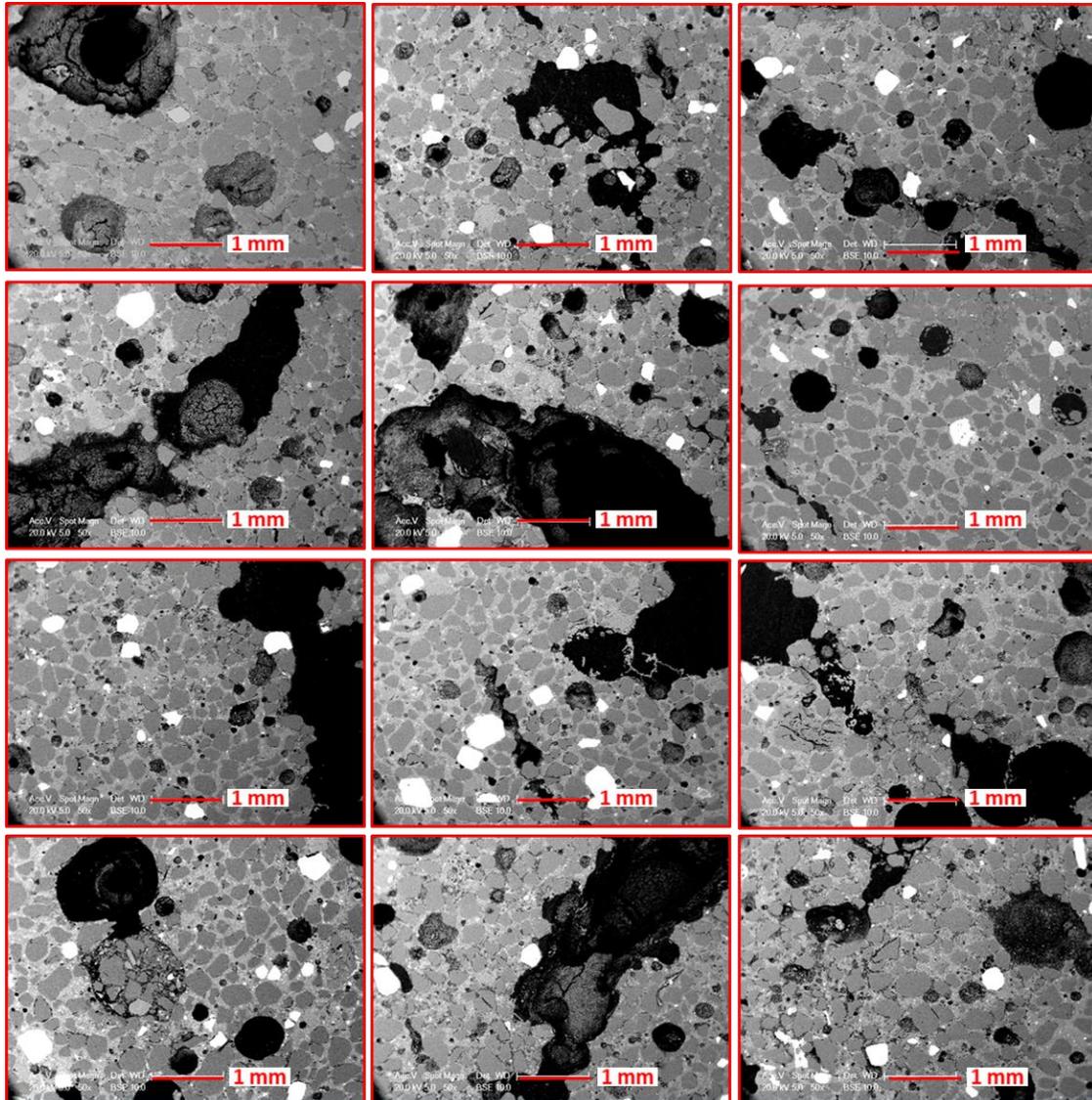


Figure V.6 : Différents types de porosités observés pour MSFT au MEB (mode BSE)

Les résultats de quantification de la porosité de MN, MSF et MSFT par analyse d'images sont présentés au Tableau V.2. Ils mettent en évidence une nette augmentation de cette porosité avec l'incorporation du sable de fonderie et ce dès 30 % de substitution. Combinés aux résultats de porosité totale accessible à l'eau qui ne rend compte que de l'effet du sable de fonderie sur la porosité ouverte, ces augmentations importantes laissent supposer qu'une grande proportion des macropores de MSF et MSFT sont des pores fermés. La présence de porosité fermée en forte proportion devrait entraîner une diminution significative de la masse volumique spécifique. Cependant les résultats obtenus ne montrent qu'une légère diminution de cette dernière. Ce manque de corrélation peut s'expliquer par une augmentation de la masse de la matrice du fait de la

présence d'une plus grande proportion d'anhydres et/ou d'une diminution de la masse volumique des hydrates formés. Ceci est en accord avec le retard de prise et de durcissement observé pour MSF et MSFT et la possibilité émise par certains auteurs d'une modification de la matrice cimentaire en présence de phénol [119], [120] ou de chrome [99]–[101].

*Tableau V.2 : Porosité surfacique de MN, MSF et MSFT déterminée au MEB-BSE*

	MN	MSF	MSFT
<b>Porosité MEB (%)</b>	3,1 ± 1,3	5,4 ± 0,9	13,6 ± 2,9
<b>Augmentation par rapport à MN (%)</b>	/	74	339

Les faibles valeurs de porosité déterminée au MEB en comparaison à celles obtenues par l'essai de saturation à l'eau peuvent s'expliquer par le fait que la méthode au MEB ne permet pas de quantifier la porosité volumétrique des échantillons puisqu'elle résulte de l'observation de quelques surfaces analysées alors que l'essai de porosité totale accessible à l'eau prend en compte tous les macropores ouverts ainsi que les micropores de dimensions supérieures à 0,03 µm [211].

L'étude de l'influence du sable de fonderie sur la porosimétrie des matériaux cimentaires a mis en évidence que le déchet n'influe que très peu sur la porosité totale accessible à l'eau du matériau pour le taux de 30 % de substitution. La substitution totale entraîne quant à elle une augmentation importante de cette porosité ouverte influencée en partie par le rapport E/C élevé [66] de MSFT. L'analyse des images obtenues au MEB-BSE a mis en évidence une nette augmentation de la porosité totale des deux mortiers à base de sable de fonderie. Cette augmentation non retrouvée pour MSF en porosité accessible est associée à la présence d'une plus grande porosité fermée dans les matériaux à base de sable de fonderie. Les observations au MEB ont aussi mis en évidence une grande différence dans la morphologie des pores observés dans les différents mortiers. Alors que MN présente généralement des pores sphériques de grandes dimensions et en nombre relativement faible, plusieurs pores de petits diamètres sont observés dans les mortiers à base de sable de fonderie, particulièrement pour MSFT. L'augmentation de la porosité résiduelle et la présence de ces nombreux pores de petites tailles peuvent être associées aux impuretés chimiques présentes dans le déchet (aluminium et phénol). De larges pores capillaires sont aussi observés dans le MSFT et sont principalement associés à la présence de l'aluminium [82].

L'augmentation de la porosité des mortiers à base de sable de fonderie et cette présence de nombreux pores dispersés constituent une cause possible de la diminution des résistances mécaniques et de la rigidité de MSF et de MSFT.

## V.4. Microstructure

Comme cela a été présenté au chapitre 3 de ce document, la caractérisation du sable de fonderie étudié a mis en évidence la présence de grains particuliers composés d'un ou de plusieurs métaux tels que le fer, le chrome et l'aluminium ainsi que celle d'un enrobage métallique ou résineux autour des grains de sable de fonderie. Dans cette partie, un échantillon de ces différents grains incorporé dans les mortiers est présenté avec des résultats d'analyses EDS ainsi que les cartographies des principaux éléments présents dans le déchet. L'influence de ces grains et de l'enrobage sur la liaison pâte-granulats connu sous le nom de ZTI a été analysée. Dans le cadre de cette étude de la microstructure des différents mortiers, une attention particulière a aussi été accordée à l'analyse des microfissures. Ces dernières peuvent résulter principalement du retrait de dessiccation [56] mais aussi de la production de dihydrogène engendrée par la présence d'aluminium [79].

### V.4.1. Éléments métalliques et enrobage des grains de sable de fonderie

La Figure V.7 présente un exemple d'agglomération de grains de sable de fonderie de différentes teintes (beige, gris foncé, roux) observés au microscope optique (a).

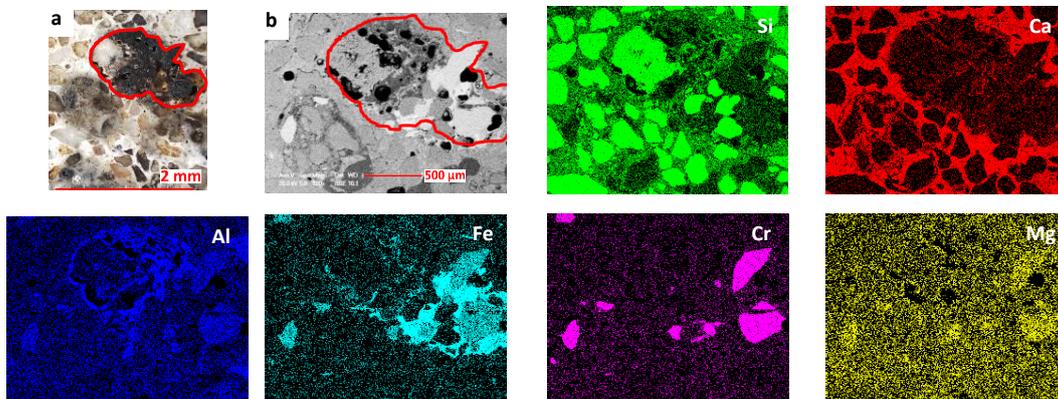


Figure V.7 : Agglomération de particules métalliques dans un mortier à base de SF : microscopie optique (a), MEB-BSE (b) et cartographies EDS de la silice, du calcium, de l'aluminium, du fer, du chrome et du magnésium

Cette agglomération de grains et son voisinage ont été observés au MEB-BSE (b). Les parties de couleurs gris foncé et roux au microscope optique (a) y présentent des teintes plus claires que celles du reste de l'agglomération de grains (b). Ces teintes plus claires sont le signe d'un poids atomique plus important. Les différentes cartographies réalisées ont mis en évidence que les parties concernées sont essentiellement composées d'éléments métalliques tels que l'aluminium, le fer, le chrome et le magnésium.

Pour les parties de couleurs noires au microscope optique (a), il s'agit d'une phase composée de ces quatre éléments métalliques comme cela est mis en évidence par les cartographies de la Figure V.7.

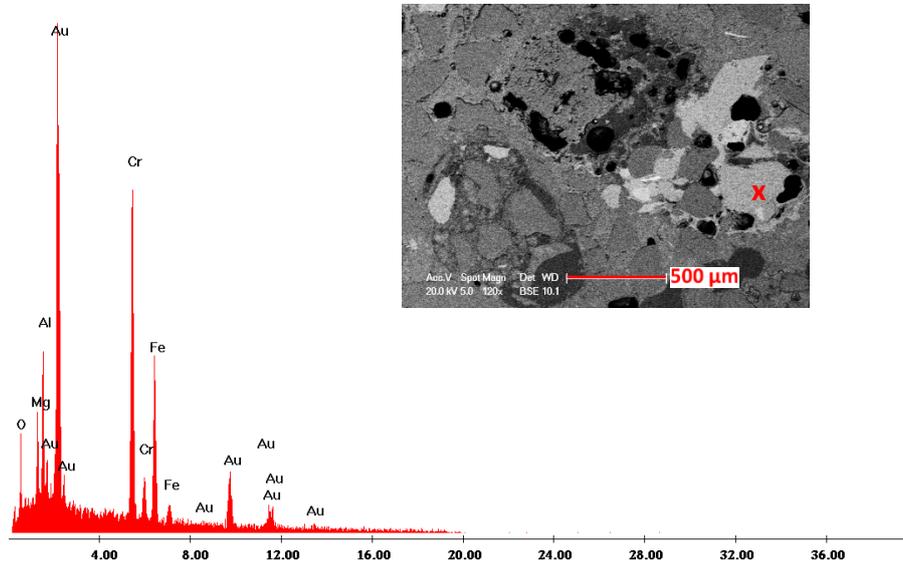


Figure V.8 : Analyse EDS d'une particule de chromite dans un mortier à base de sable de fonderie

Des analyses EDS ponctuelles ont mis en évidence que l'élément majoritaire de ces phases est le chrome (Figure V.8), le signal de l'or venant de la couche de métallisation préalablement déposée sur l'échantillon. Les phases contenant majoritairement du chrome sont associées à la chromite composée essentiellement de  $(Cr_2O_3+FeO)$  avec des traces d'aluminium et de magnésium. Les particules de couleur rouille au microscope optique (a) et de la teinte la plus claire au MEB-BSE (b) sont composées principalement de fer d'après les cartographies (Figure V.7) et les analyses EDS (Figure V.9). Elles résultent probablement de la coulée de métaux ferreux dans les moules préalablement réalisés avec ce sable de fonderie.

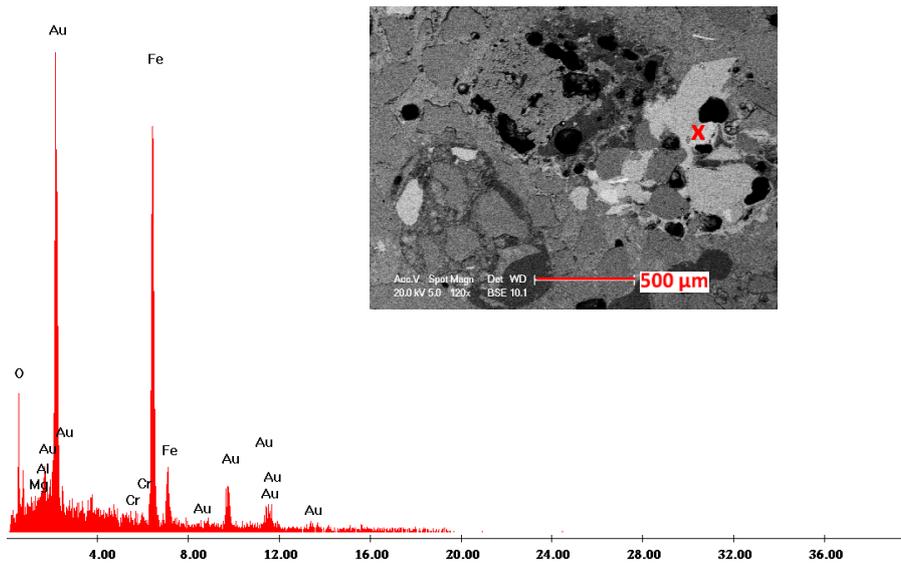


Figure V.9 : Analyse EDS d'une particule de fer rouillé dans un mortier à base de sable de fonderie

La Figure V.10 présente un exemple de grain composé de fer et de chrome avec une plus forte proportion de fer (Figure V.11). Il s'agit vraisemblablement d'une particule d'acier inox. Ces types de grains présentent aussi une couleur noire au microscope optique et une teinte plus claire au MEB-BSE.

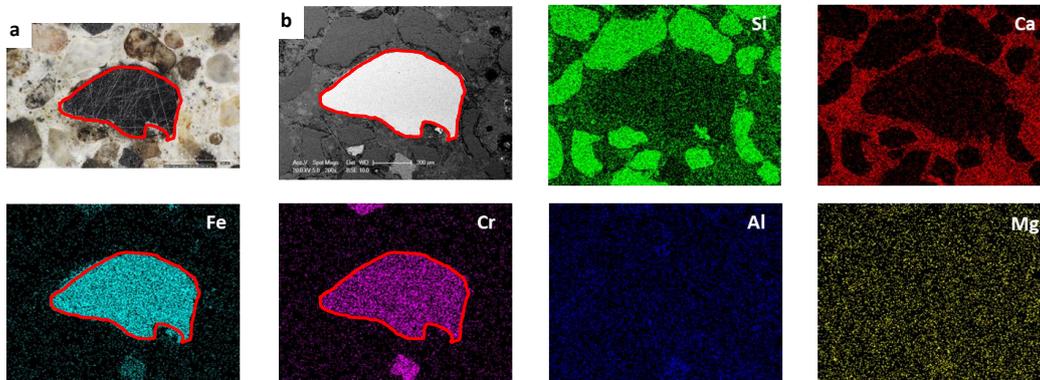


Figure V.10 : Particule d'acier inox dans un mortier à base de sable de fonderie : microscopie optique (a), MEB-BSE (b) et cartographies EDS de la silice, du calcium, du fer, du chrome, de l'aluminium et du magnésium

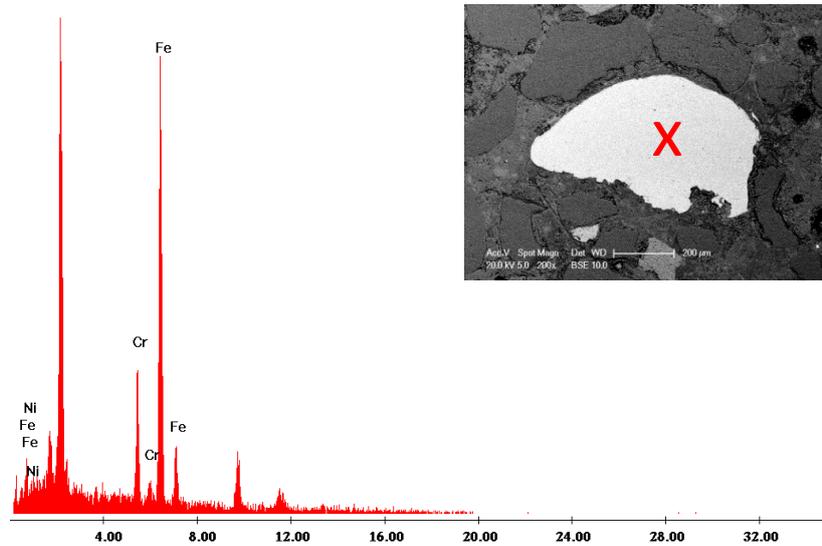


Figure V.11 : Analyse EDS d'une particule de fer rouillé dans un mortier à base de sable de fonderie

Les grains enrobés de résine phénolique présentent un pourtour noir en microscopie optique comme cela a été présenté en amont (Figure III.4, page 138). Un exemple est donné en Figure V.12a pour un mortier à base de sable de fonderie. Ces enrobages ont aussi été observés au MEB-BSE (Figure V.12d) et du fait du faible poids atomique de la résine composée principalement de carbone et d'oxygène, une teinte plus sombre est aussi obtenue.

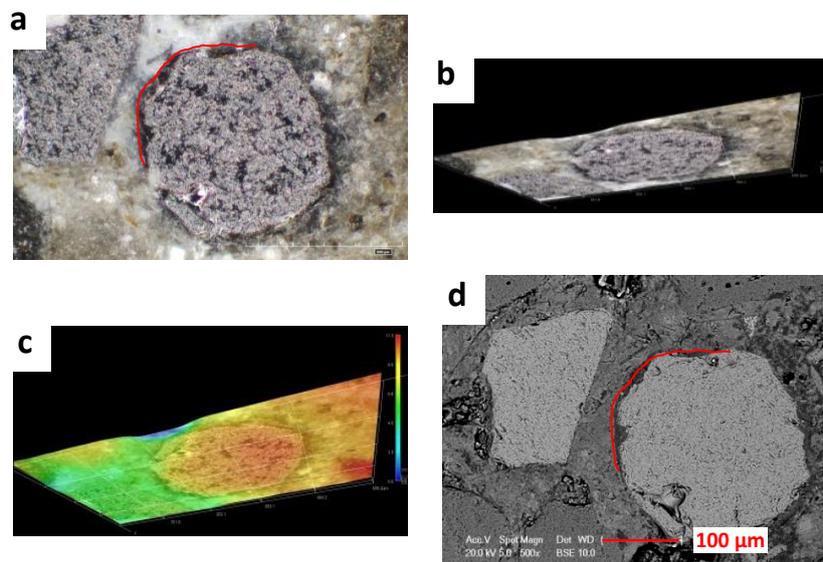


Figure V.12 : Particule partiellement enrobée de résine phénolique dans un mortier à base de sable de fonderie : microscopie optique (a, b, c) et MEB-BSE (d)

Une observation de ces différents pourtours à l'aide des deux méthodes de microscopie permet de distinguer cet enrobage de résine phénolique d'une éventuelle porosité remplie de la

résine époxy utilisée pour préparer les éprouvettes. En effet, cette dernière présente aussi une teinte sombre au MEB-BSE (Figure V.13d) et est représentée au même niveau que les grains de sable en vue 3D (Figure V.13b et c). Toutefois, observée en microscopie optique, sa couleur est beige (Figure V.13a). L'observation en 3D au microscope optique (Figure V.12b et c) permet aussi de distinguer les pourtours noirs dus à la résine phénolique et situés à la même hauteur que le reste des grains des porosités non remplis de résine époxy qui présentent un creux.

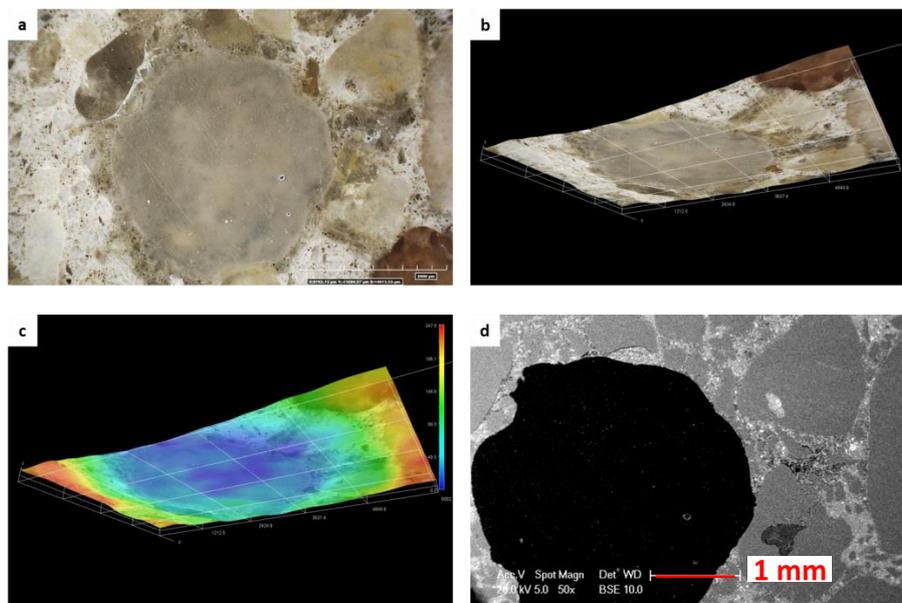
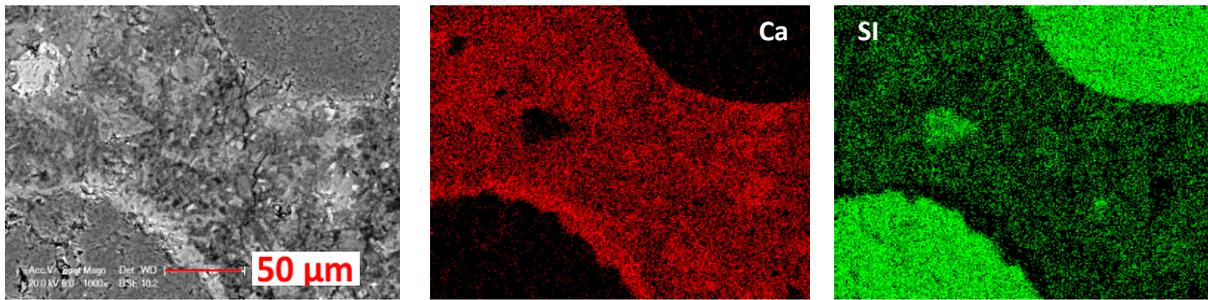


Figure V.13 : Porosité remplie de résine époxy observée en microscopie optique (a, b, c) et au MEB-BSE (d)

#### V.4.2. Liaison pâte-granulats

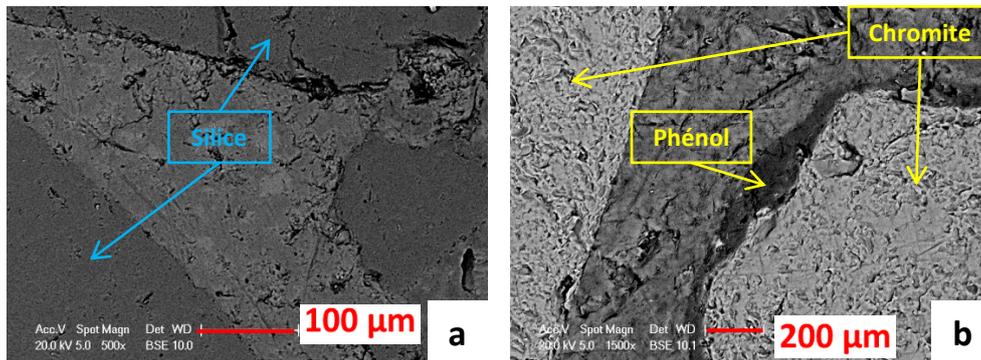
Dans la littérature, il est généralement admis qu'au voisinage des granulats il existe une zone où la composition chimique et la porosité de la pâte cimentaire est différente de celle de la matrice située au cœur du matériau [56]. Cette zone est souvent représentée comme une zone composée de gros cristaux de portlandite orientés de manière préférentielle et où la porosité est nettement plus importante. Elle est alors généralement considérée comme une zone de faiblesse dans les matériaux cimentaires qui influe énormément sur la rigidité de ces derniers ainsi que leurs résistances mécaniques, particulièrement lors des essais de traction [56], [166], [167]. Diamond et Huang [65] ont toutefois émis quelques réserves par rapport à ces conclusions généralisées.

L'observation de la microstructure des différents mortiers a permis d'identifier quelques ZTI composées majoritairement de portlandite mise en évidence par des analyses chimiques au niveau de ces zones. Elles forment généralement une auréole blanche sur tout ou partie du contour des granulats (Figure V.14).



*Figure V.14 : Auréole de transition avec une concentration importante de portlandite et cartographies EDS du Calcium et de la Silice*

Ces ZTI ont été observées sur quelques rares images et uniquement autour de certains grains de sable normalisé. Cette préférence pourrait être associée à la composition chimique du sable normalisé différente de celle des grains de sable de fonderie particulièrement ceux à base de métaux ou encore ceux enrobés de résine ou de métal. Cependant, pour le sable normalisé, les grains entourés d'une ZTI blanche présentent en général un grand diamètre ce qui laisse supposer que cette différence est plutôt due à la finesse du sable de fonderie dont 100 % des grains présentent un diamètre inférieur à 500 µm pour MSF et 95 % pour MSFT [65].



*Figure V.15 : Exemples de ZTI en présence de silice (MN, a) ainsi que de phénol et de chromite (MSFT, b)*

D'autres images et analyses chimiques de différentes ZTI ont mis en évidence que certaines présentent une porosité plus importante identifiable par leur couleur plus noire même pour un faible grossissement alors que pour d'autres, la transition pâte-granulats est plus continue. Aucune différence n'a été mise en évidence entre ces ZTI observées pour MN et celles observées pour les grains de sables de fonderie présents dans MSF et MSFT qu'ils soient composés de métaux ou encore enrobés de résine phénolique ou de métal (Figure V.15).

Une différence de ZTI ne semble donc pas expliquer les pertes de rigidité et de résistances mécaniques observées pour les mortiers à base de sable de fonderie. Ceci est en accord avec le fait que le rapport  $R_f/R_c$  ne diminue pas avec l'incorporation de sable de fonderie. En effet si la ZTI influe

sur les résistances mécaniques, une ZTI plus fragile altérerait davantage la résistance à la traction qu'à la compression et entraînerait donc une diminution du rapport  $R_f/R_c$ .

### V.4.3. Microfissuration

L'analyse de la microstructure des mortiers pour un grandissement plus important a particulièrement mis en évidence la présence de différentes microfissures plus nombreuses dans les mortiers à base de sable de fonderie (Figure V.16). Du fait de la finesse des grains de sable de fonderie, ces fissures situées au voisinage des ZTI ou des pores sont moins longues pour ce mortier.

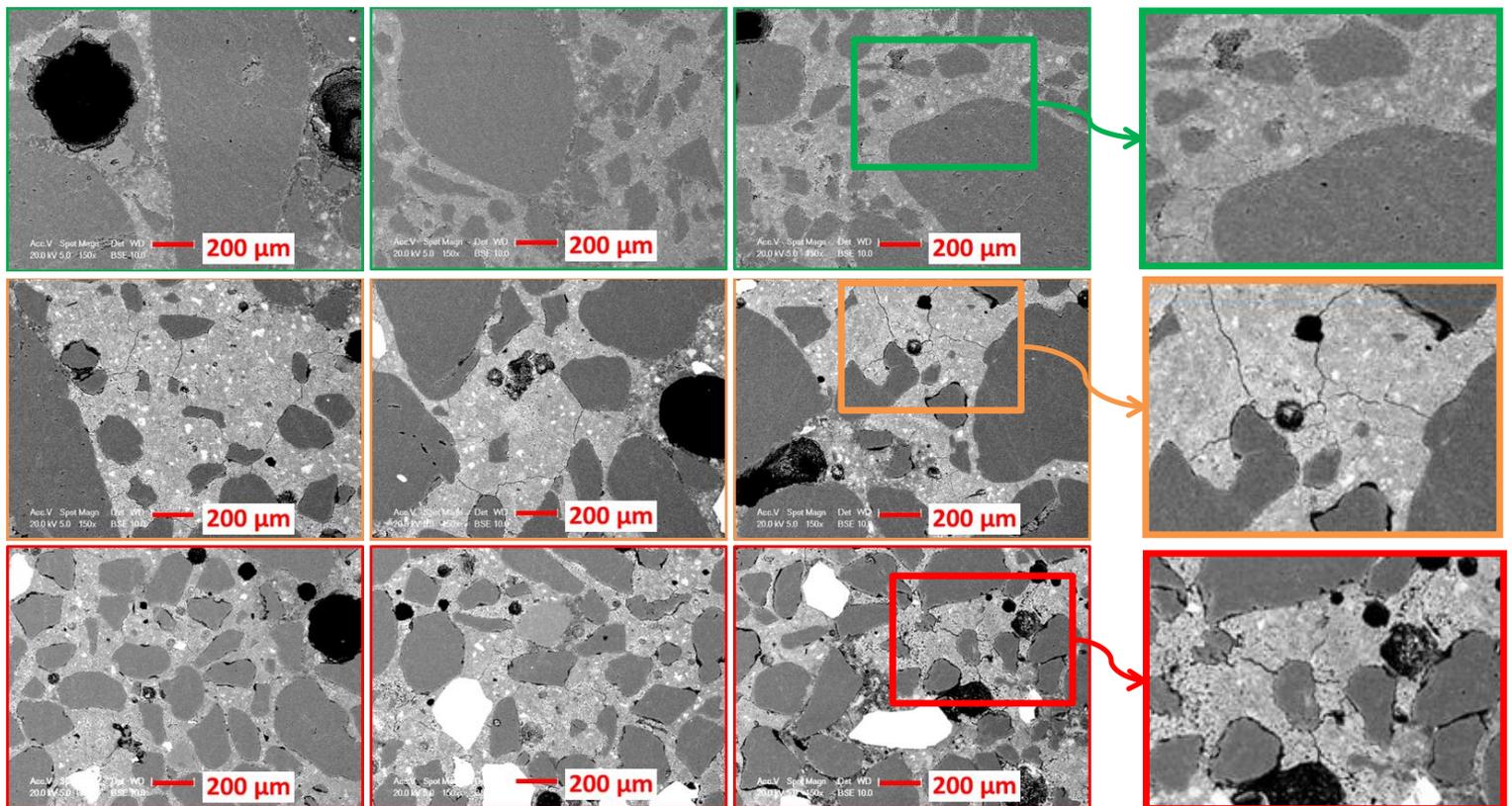


Figure V.16 : Exemple d'images de microstructure de MN (1<sup>ère</sup> rangée), MSF (2<sup>e</sup> rangée) et MSFT (3<sup>e</sup> rangée) : Mise en évidence d'une microfissuration plus importante pour MSF et MSFT

Ces fissures pourraient expliquer les pertes de résistances et de rigidité observées pour MSF et MSFT. De plus, l'augmentation de leur nombre dans le temps pour MSF pourrait aussi expliquer la perte de rigidité constatée avec l'âge.

## V.5. Conclusion

La Figure V.17 présente les principaux résultats de ce chapitre traitant de l'effet des paramètres influents du sable de fonderie sur les propriétés physico-chimiques des mortiers. Les principales conclusions relatives aux corrélations possibles entre les variations de ces propriétés et celles des propriétés mécaniques y sont aussi reportées.

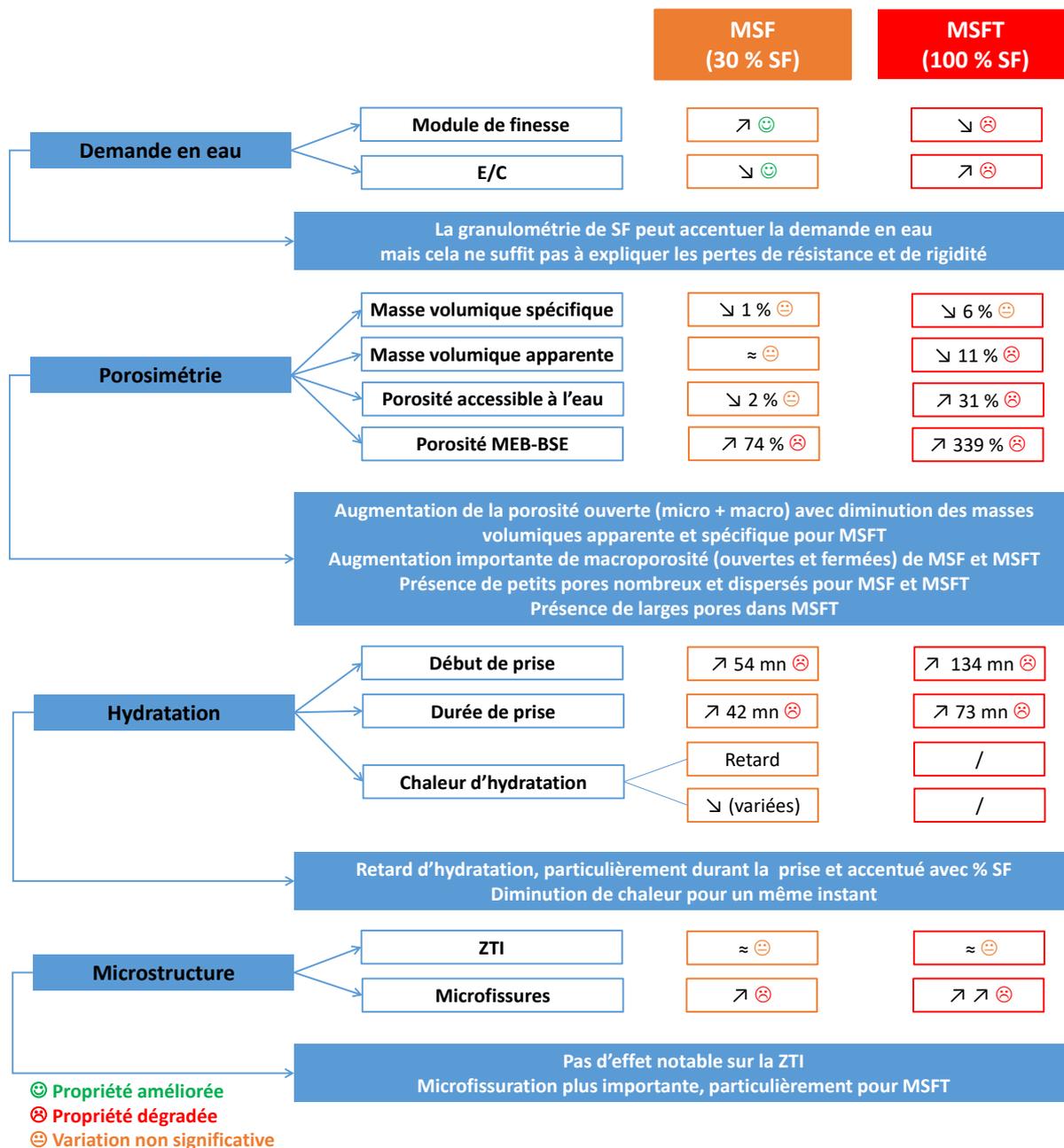


Figure V.17 : Effet des paramètres influents du sable de fonderie sur les propriétés physico-chimiques des mortiers : synthèse des principaux résultats

L'étude de l'influence de la granulométrie sur la demande en eau et les propriétés mécaniques a mis en évidence que la diminution de la finesse peut accentuer la demande en eau des mortiers à base de sable de fonderie. Cependant, elle ne suffit pas à expliquer les pertes de résistances de ces mortiers par rapport au mortier normalisé.

L'incorporation du sable de fonderie entraîne une modification de la porosimétrie des mortiers. Pour le taux de substitution à 30 %, elle se traduit par la présence d'un nombre important de pores de faibles dimensions répartis dans toute la matrice et créant des zones de fragilité en plus grand nombre que dans le mortier normalisé. Bien que la porosité totale accessible à l'eau soit identique à celle de MN, l'analyse d'images MEB-BSE a mis en évidence une augmentation des macropores ouverts et fermés avec l'augmentation de sable de fonderie dans les mortiers. Ces modifications sont particulièrement accentuées pour une substitution totale avec une présence de larges pores, une augmentation de la porosité totale accessible à l'eau et une diminution des masses volumiques. Cette différence de porosimétrie peut expliquer en partie les pertes de résistances mécaniques constatées pour les mortiers à base de sable de fonderie.

Un retard d'hydratation accentué avec le taux de substitution est observé pour les mortiers à base de sable de fonderie. Particulièrement important durant la phase prise, il se traduit, pour MSF, par une diminution de la chaleur dégagée à un instant T. Une diminution moins importante est aussi observée après la fin de prise du matériau. Cette modification du processus d'hydratation peut être associée à une modification des phases cimentaires formées, particulièrement en présence du phénol et du chrome et expliquer les pertes de résistances ainsi que le retard de durcissement.

L'observation de la microstructure n'a pas mis en évidence d'effet du sable de fonderie sur la qualité des ZTI observées. Cette observation est en accord avec le fait que le rapport  $R_f/R_c$  des mortiers ne diminue pas significativement pour les mortiers à base de sable de fonderie en comparaison au mortier normalisé. Des microfissures en nombre plus important ont été observées dans les mortiers incorporant le déchet, particulièrement dans le cas de MSFT. Elles représentent des zones de fragilité qui peuvent expliquer les pertes de rigidité des matériaux ainsi que le processus d'endommagement particulièrement accéléré de MSFT. Une augmentation du nombre de ces microfissures à un âge plus avancé des matériaux pourraient aussi expliquer les pertes de rigidité constatées, dans le temps, pour MSF.

Cette analyse multi-échelle a permis de mettre en évidence que dans le cas de ce sable de fonderie, les paramètres les plus influents en ce qui concerne l'effet du déchet sur les propriétés des mortiers sont essentiellement liés à sa composition chimique différente particulièrement lors d'une

substitution partielle pour un taux de 30 %. Les impuretés présentes modifient l'hydratation du matériau, sa porosité et induisent des microfissures. Les effets constatés sont significatifs essentiellement pour MSFT dont les résistances mécaniques et la rigidité diminuent considérablement. Cette diminution est associée à la cinétique d'hydratation différente résultant de l'effet inhibiteur de prise du phénol et éventuellement d'une modification des phases cimentaires en présence du chrome et des résidus de résine phénolique. L'effet de la modification de la porosimétrie est aussi à prendre en compte car l'augmentation de la porosité totale accessible à l'eau et la présence de vides en plus grand nombre et de dimensions variées fragilisent la matrice. La présence des nombreuses microfissures peut expliquer les valeurs importantes de déformations  $\epsilon_{xx}$  de MSFT dès la fin de la phase 1a et la modification du processus d'endommagement et de fissuration de ce dernier. En effet les microfissures déjà présentes peuvent plus facilement coalescer et former des macro-fissures qui vont, de plus, présenter une plus grande ouverture du fait de la fragilité de la matrice cimentaire.



## CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

---

### Conclusions

Cette étude s'inscrit dans le cadre du projet VALSABET (VALorisation des SABLEs de fonderie dans le BETon) et avait pour objectif d'analyser l'influence de l'incorporation d'un sable de fonderie chimique sur les propriétés mécaniques des matériaux cimentaires afin de favoriser le recyclage du déchet dans ces derniers. Elle a été motivée par les problématiques de développement durable et les considérations environnementales liées à la forte consommation de ressources naturelles pour la production de béton ainsi que le manque de valorisation du déchet industriel après son utilisation en fonderie.

Les différents travaux de la littérature ont mis en évidence l'hétérogénéité des différents types de sable de fonderie du fait des différents alliages métalliques moulés ainsi que des nombreux processus de coulées des métaux et de traitement du sable après démoulage. Cependant, il a été confirmé que le déchet est majoritairement composé de silice avec la présence éventuelle d'impuretés métalliques et/ou chimiques. Sa granulométrie est plus fine et plus serrée que celle des sables naturels et les sables de fonderie à vert peuvent présenter une forte teneur en fines. Les différentes études réalisées quant à sa valorisation dans les bétons ont mis en évidence une variation des effets suivant le type de sable utilisé et les formulations de base des matériaux cimentaires. La plupart des travaux ont été réalisés pour un taux de substitution de 30 % ou moins. Ce taux apparaît comme un optimum dans trois travaux et au-delà, la tendance est à une diminution des résistances mécaniques avec l'incorporation du déchet. Les différentes variations constatées sont liées à la différence de granulométrie de ce type de sable et à la présence d'impuretés.

Le sable de fonderie chimique (SF) étudié a été caractérisé suivant les essais recommandés par la norme des granulats pour bétons. Ils ont permis de conclure en une conformité du déchet pour une valorisation dans le béton et ont aussi mis en évidence sa plus forte densité en comparaison de deux sables naturels (SN et SC) ainsi que sa granulométrie fine avec 95 % des grains présentant un diamètre inférieur à 500  $\mu\text{m}$ . La caractérisation de la granulométrie de ces sables a aussi permis de réaliser deux mélanges de sables (SM) optimisés pour les mortiers (SM) et les bétons (SMC) et composé de 30 % de sable de fonderie pris dans le fuseau 0/0,5 mm. Ces optimisations permettraient de recycler plus de 90 % du déchet tout en optimisant la granularité des mélanges et en travaillant avec le taux de substitution de 30 % présenté comme un optimum dans la littérature.

Les essais complémentaires de caractérisation physico-chimique de SN et SF ont mis en évidence que les deux sables sont majoritairement composés de quartz. On retrouve aussi du chrome, du fer et de l'aluminium dans le déchet du fait de la présence d'autres minéraux tels que la chromite ou de la coulée des alliages métalliques. Sa perte au feu légèrement supérieure à celle de SN est associée à la présence de résidus de résine mis en évidence lors de l'analyse des différentes particules aux microscopes optique et électronique. Les résultats de la littérature concernant la valorisation ou la stabilisation de déchets industriels dans les matériaux cimentaires ont permis de déterminer les effets possibles de ces différents paramètres sur la porosimétrie, l'hydratation, la microstructure de ces matériaux et de ce fait sur leurs résistances mécaniques. Ces différentes observations ont donc été prises en compte dans la suite des travaux.

L'effet du sable de fonderie sur les propriétés mécaniques a été étudié en termes de résistances en compression et en flexion des mortiers mais aussi du point de vue de l'évolution de leur rigidité en compression et de leur réponse à la flexion (flèche, endommagement, fissuration). L'incorporation de ce sable entraîne une diminution des résistances dès 10 % de substitution et cette diminution s'accroît avec le taux de substitution du déchet. Le rapport  $R_f/R_c$  n'en est pas diminué ce qui a amené à l'hypothèse que la présence du déchet n'altère pas les liaisons pâte-granulats. L'étude de l'évolution des résistances dans le temps a mis en évidence une perte de résistances à tout âge pour le mortier MSF formulé avec le sable mélangé SM comparé au mortier normalisé (MN) ainsi qu'un gain de résistances tardif pour MSF.

L'incorporation du déchet influe aussi sur la rigidité des matériaux qui diminue avec l'augmentation du taux de substitution. Son évolution dans le temps diffère pour MSF car le module d'élasticité de ce dernier diminue entre 28 et 190 jours alors que celui de MN demeure constant. En ce qui concerne la réponse à la flexion, les mortiers à base de sable de fonderie se déforment plus que MN mais le processus d'endommagement et l'ouverture de fissure, liés à l'évolution des déformations  $\varepsilon_{xx}$ , sont similaires pour MN et MSF. Un impact important du déchet est constaté pour le mortier MSFT formulé avec 100 % de SF et dont le processus d'endommagement est accéléré.

L'analyse des causes pouvant expliquer ces différentes modifications de comportement mécanique est basée sur les effets possibles des paramètres influents du sable de fonderie sur la demande en eau, la porosimétrie, l'hydratation et la microstructure des mortiers. Les résultats ont mis en évidence que sa finesse peut entraîner une demande en eau plus importante pour travailler à ouvrabilité équivalente et de ce fait une perte de résistances mécaniques lorsque le module de finesse des mélanges de sables est inférieur à celui de SN. Cependant, ce paramètre seul ne suffit pas à expliquer les variations de propriétés mécaniques car pour des mortiers formulés avec deux sables

de même granularité et à même rapport Eau/Ciment ou même consistance, le mortier à base de sable de fonderie est moins résistant que les mortiers sans sable de fonderie. L'analyse de la porosimétrie a mis en évidence une augmentation de la porosité, plus particulièrement la porosité résiduelle avec l'augmentation du taux de sable de fonderie. Cette augmentation de la porosité ainsi que la modification de la géométrie et de la répartition des pores sont associées à la présence de l'aluminium et de résidus de résines phénoliques dans le déchet. La présence d'aluminium peut être aussi corrélée à la microfissuration plus importante des mortiers formulés avec le déchet. En plus de l'augmentation de la porosité, la présence de phénol est aussi associée au retard d'hydratation constaté pour MN et MSFT. Les différences de porosimétrie et de cinétique d'hydratation pourraient expliquer les modifications constatées au niveau des propriétés mécaniques ainsi que le gain tardif de résistances pour MSF. Aucune modification significative n'a été constatée au niveau des ZTI pour les mortiers à base de sable de fonderie ce qui a confirmé l'hypothèse que la présence du déchet n'altère pas les liaisons pâte-granulats.

A 28 jours, le béton (BSF) formulé avec 30 % de sable de fonderie en substitution du sable naturel (SC) présente une résistance proche de celle du béton (BR) formulé sans le déchet et est conforme à la classe de résistance C 30/37. De plus, son ouvrabilité supérieure à celle de BR en fait un bon candidat pour une utilisation en préfabrication.

Les enjeux de cette thèse étaient scientifiques et environnementaux. Pour ce qui est des enjeux scientifiques, une procédure originale basée sur la CIN a été développée pour permettre l'étude de la rigidité de différentes formulations de mortier et approfondir l'analyse de leur processus d'endommagement en flexion. De plus, l'influence des paramètres physico-chimiques du sable de fonderie chimique a été analysée à différentes échelles.

En ce qui concerne les enjeux environnementaux, une formulation de béton incorporant un déchet industriel peu exploité est validée pour sa résistance mécanique en compression et son ouvrabilité et constitue ainsi une alternative plus éco-respectueuse que les bétons traditionnels.

### Perspectives

Les résultats obtenus dans le cadre de ces travaux justifient l'intérêt de développer et d'approfondir les connaissances concernant l'influence des sables de fonderie sur le comportement des bétons. L'étude de l'influence du sable de fonderie sur le comportement sous sollicitations mécaniques réalisée grâce à la CIN pour les mortiers pourrait être élargie à ces matériaux et complétée par une analyse des déformations différées (retrait et fluage). La CIN pourrait être également utilisée pour étudier l'influence du déchet sur le comportement des matériaux sous sollicitations thermiques.

Une analyse des hydrates formés pour MN, MSF et MSFT permettrait de déterminer si le retard d'hydratation constaté lors de l'incorporation du déchet est dû à une modification de la quantité et/ou de la qualité de ces hydrates. Des observations microscopiques supplémentaires à différentes échéances permettraient de vérifier si la perte de rigidité de MSF est due à une évolution de la microstructure dans le temps.

Des études supplémentaires avec une maîtrise de la granulométrie pour différents taux de substitution pourraient être envisagées afin de mieux comprendre l'influence de ce paramètre en comparaison à celle des impuretés présentes dans le déchet. En ce qui concerne l'analyse de l'influence de ces dernières, différents traitements pourraient permettre de l'approfondir. Par exemple :

- un traitement par aimantation puis attrition pour les métaux ferreux,
- un traitement par courant de Foucault puis attrition pour les alliages d'aluminium,
- une calcination suivie d'une attrition et d'un tamisage des éléments fins pour les résines chimiques

Pour valider la notion d'éco-respect de la formulation de béton proposée, des essais mécaniques normalisés (traction, flexion, module d'élasticité) doivent compléter les informations à court et long termes. De plus, des analyses de cycle de vie (ACV) complètes doivent permettre d'évaluer l'intérêt écologique de cette formulation. D'autres formulations de bétons peuvent être envisagées en associant le sable de fonderie avec d'autres déchets ou co-produits industriels pour une production de bétons encore plus éco-respectueux.

## VI. BIBLIOGRAPHIE

---

- [1] P. Peduzzi, « Sand, rarer than one thinks », *Environmental Development*, vol. 11, p. 208-218, juill. 2014, doi: 10.1016/j.envdev.2014.04.001.
- [2] R. L. P. Carnin, M. V. Folgueras, R. R. Luvizão, S. L. Correia, C. J. da Cunha, et R. S. Dungan, « Use of an integrated approach to characterize the physicochemical properties of foundry green sands », *Thermochimica Acta*, vol. 543, p. 150-155, sept. 2012, doi: 10.1016/j.tca.2012.05.018.
- [3] Y. Guney, Y. D. Sari, M. Yalcin, A. Tuncan, et S. Donmez, « Re-usage of waste foundry sand in high-strength concrete », *Waste Management*, vol. 30, n° 8-9, p. 1705-1713, août 2010, doi: 10.1016/j.wasman.2010.02.018.
- [4] D. M. Trinowski, « Foundry », in *Phenolic Resins: A Century of Progress*, L. Pilato, Éd. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2010, p. 451-502. doi: 10.1007/978-3-642-04714-5\_18.
- [5] R. Siddique, « Foundry Sand », in *Waste materials and by-products in concrete*, Berlin: Springer, 2008, p. 381-406.
- [6] A. Kmita, C. Fischer, K. Hodor, M. Holtzer, et A. Rocznik, « Thermal decomposition of foundry resins: A determination of organic products by thermogravimetry–gas chromatography–mass spectrometry (TG–GC–MS) », *Arabian Journal of Chemistry*, vol. 11, n° 3, p. 380-387, mars 2018, doi: 10.1016/j.arabjc.2016.11.003.
- [7] R. Siddique, G. Kaur, et A. Rajor, « Waste foundry sand and its leachate characteristics », *Resources, Conservation and Recycling*, vol. 54, n° 12, p. 1027-1036, oct. 2010, doi: 10.1016/j.resconrec.2010.04.006.
- [8] P. Hackney et R. Wooldridge, « Optimisation of Additive Manufactured Sand Printed Mould Material for Aluminium Castings », *Procedia Manufacturing*, vol. 11, p. 457-465, janv. 2017, doi: 10.1016/j.promfg.2017.07.136.
- [9] P. Jasson, « Sables et matériaux de moulage de fonderie », p. 2-23, déc. 1999.
- [10] F. Maubert, « La silice pour l'industrie », févr. 1989.
- [11] R. Siddique et A. Noumowe, « Utilization of spent foundry sand in controlled low-strength materials and concrete », *Resources, Conservation and Recycling*, vol. 53, n° 1-2, p. 27-35, déc. 2008, doi: 10.1016/j.resconrec.2008.09.007.
- [12] H.-L. Jacob, *Les ressources québécoises en silice*. Gouvernement du Québec, 2000.
- [13] R. Siddique, G. de Schutter, et A. Noumowe, « Effect of used-foundry sand on the mechanical properties of concrete », *Construction and Building Materials*, vol. 23, n° 2, p. 976-980, févr. 2009, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2008.05.005.
- [14] P. Devaux et J. Vecoven, « Les déchets de sables de fonderie en technique routière », *Bulletin of the International Association of Engineering Geology*, vol. 30, n° 1, p. 375-378, déc. 1984, doi: 10.1007/BF02594344.
- [15] Cerema, *Acceptabilité environnementale de matériaux alternatifs en technique routière : guide d'application : les sables de fonderie*. 2019.
- [16] M. Mavroulidou et D. Lawrence, « Can waste foundry sand fully replace structural concrete sand? », *J Mater Cycles Waste Manag*, vol. 21, n° 3, p. 594-605, mai 2019, doi: 10.1007/s10163-018-00821-1.
- [17] G. Singh et R. Siddique, « Effect of waste foundry sand (WFS) as partial replacement of sand on the strength, ultrasonic pulse velocity and permeability of concrete », *Construction and Building Materials*, vol. 26, n° 1, p. 416-422, janv. 2012, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2011.06.041.

- [18] N. Hossiney, P. Das, M. K. Mohan, et J. George, « In-plant production of bricks containing waste foundry sand—A study with Belgaum foundry industry », *Case Studies in Construction Materials*, vol. 9, déc. 2018, doi: 10.1016/j.cscm.2018.e00170.
- [19] R. Alonso-Santurde *et al.*, « Technological behaviour and recycling potential of spent foundry sands in clay bricks », *Journal of Environmental Management*, vol. 92, n° 3, p. 994-1002, mars 2011, doi: 10.1016/j.jenvman.2010.11.004.
- [20] A. Arulrajah, E. Yaghoubi, M. Imteaz, et S. Horpibulsuk, « Recycled waste foundry sand as a sustainable subgrade fill and pipe-bedding construction material: Engineering and environmental evaluation », *Sustainable Cities and Society*, vol. 28, p. 343-349, janv. 2017, doi: 10.1016/j.scs.2016.10.009.
- [21] M. Etxeberria, C. Pacheco, J. M. Meneses, et I. Berridi, « Properties of concrete using metallurgical industrial by-products as aggregates », *Construction and Building Materials*, vol. 24, n° 9, p. 1594-1600, sept. 2010, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2010.02.034.
- [22] P. Iloh, G. Fanourakis, et A. Ogra, « Evaluation of Physical and Chemical Properties of South African Waste Foundry Sand (WFS) for Concrete Use », *Sustainability*, vol. 11, n° 1, janv. 2019, doi: 10.3390/su11010193.
- [23] M. Pasetto et N. Baldo, « Recycling of waste aggregate in cement bound mixtures for road pavement bases and sub-bases », *Construction and Building Materials*, vol. 108, p. 112-118, avr. 2016, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2016.01.023.
- [24] N. Quijorna, A. Coz, A. Andres, et C. Cheeseman, « Recycling of Waelz slag and waste foundry sand in red clay bricks », *Resources, Conservation and Recycling*, vol. 65, p. 1-10, août 2012, doi: 10.1016/j.resconrec.2012.05.004.
- [25] N. Cabane, « Sols traités à la chaux et aux liants hydrauliques : Contribution à l'identification et à l'analyse des éléments perturbateurs de la stabilisation », Université Jean Monnet et Ecole Nationale Supérieure des Mines de St-Etienne, 2004.
- [26] NF EN 12620+A1, « Granulats pour béton », *AFNOR*, juin 2008, [En ligne]. Disponible sur: <https://viewer.afnor.org/Pdf/Viewer/?token=DLfpPzofwEg1>
- [27] H. M. Basar et N. Deveci Aksoy, « The effect of waste foundry sand (WFS) as partial replacement of sand on the mechanical, leaching and micro-structural characteristics of ready-mixed concrete », *Construction and Building Materials*, vol. 35, p. 508-515, oct. 2012, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2012.04.078.
- [28] R. E. Miguel, J. A. Ippolito, A. B. Leytem, A. A. Porta, R. B. Banda Noriega, et R. S. Dungan, « Analysis of total metals in waste molding and core sands from ferrous and non-ferrous foundries », *Journal of Environmental Management*, vol. 110, p. 77-81, nov. 2012, doi: 10.1016/j.jenvman.2012.05.025.
- [29] R. S. Dungan et N. H. Dees, « The characterization of total and leachable metals in foundry molding sands », *Journal of Environmental Management*, vol. 90, n° 1, p. 539-548, janv. 2009, doi: 10.1016/j.jenvman.2007.12.004.
- [30] O. Yazoghli-Marzouk, N. Vulcano-greullet, L. Cantegrit, L. Friteyre, et A. Jullien, « Recycling foundry sand in road construction—field assessment », *Construction and Building Materials*, vol. 61, p. 69-78, juin 2014, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2014.02.055.
- [31] A. Deng et P. J. Tikalsky, « Geotechnical and leaching properties of flowable fill incorporating waste foundry sand », *Waste Management*, vol. 28, n° 11, p. 2161-2170, nov. 2008, doi: 10.1016/j.wasman.2007.09.018.
- [32] S. Javed, « Use of Waste Foundry Sand in Highway Construction : Final Report », Purdue University, mai 1994. doi: 10.5703/1288284316152.
- [33] S. Monosi, F. Tittarelli, C. Giosuè, et M. L. Ruello, « Effect of two different sources and washing treatment on the properties of UFS by-products for mortar and concrete production », *Construction and Building Materials*, vol. 44, p. 260-266, juill. 2013, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2013.02.029.

- [34] T. R. Naik, S. S. Singh, et B. W. Ramme, « Performance and Leaching Assessment of Flowable Slurry », *Journal of Environmental Engineering*, vol. 127, n° 4, p. 359-368, avr. 2001, doi: 10.1061/(ASCE)0733-9372(2001)127:4(359).
- [35] S. Javed, C. W. Lovell, et L. E. Wood, « Waste Foundry Sand in Asphalt Concrete », *Transportation Research Board*, n° 1437, p. 27-34, sept. 1994.
- [36] S. Monosi, D. Sani, et F. Tittarelli, « Used Foundry Sand in Cement Mortars and Concrete Production », *The Open Waste Management Journal*, vol. 3, n° 1, p. 18-25, juill. 2010, doi: 10.2174/1876400201003010018.
- [37] E. A. Dayton, S. D. Whitacre, R. S. Dungan, et N. T. Basta, « Characterization of physical and chemical properties of spent foundry sands pertinent to beneficial use in manufactured soils », *Plant and Soil*, vol. 329, n° 1-2, p. 27-33, avr. 2010, doi: 10.1007/s11104-009-0120-0.
- [38] Y. Aggarwal et R. Siddique, « Microstructure and properties of concrete using bottom ash and waste foundry sand as partial replacement of fine aggregates », *Construction and Building Materials*, vol. 54, p. 210-223, mars 2014, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2013.12.051.
- [39] N. Gurumoorthy et K. Arunachalam, « Micro and mechanical behaviour of Treated Used Foundry Sand concrete », *Construction and Building Materials*, vol. 123, p. 184-190, oct. 2016, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2016.06.143.
- [40] G. Kaur, R. Siddique, et A. Rajor, « Micro-structural and metal leachate analysis of concrete made with fungal treated waste foundry sand », *Construction and Building Materials*, vol. 38, p. 94-100, janv. 2013, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2012.07.112.
- [41] T. R. Naik, R. N. Kraus, B. W. Ramme, et F. Canpolat, « Effects of Fly Ash and Foundry Sand on Performance of Architectural Precast Concrete », *Journal of Materials in Civil Engineering*, vol. 24, n° 7, p. 851-859, juill. 2012, doi: 10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0000432.
- [42] R. Siddique, Y. Aggarwal, P. Aggarwal, E.-H. Kadri, et R. Bennacer, « Strength, durability, and micro-structural properties of concrete made with used-foundry sand (UFS) », *Construction and Building Materials*, vol. 25, n° 4, p. 1916-1925, avr. 2011, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2010.11.065.
- [43] A. Torres, L. Bartlett, et C. Pilgrim, « Effect of foundry waste on the mechanical properties of Portland Cement Concrete », *Construction and Building Materials*, vol. 135, p. 674-681, mars 2017, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2017.01.028.
- [44] J. Tharrini et V. Ramasamy, « Properties of Foundry Sand, Ground Granulated Blast Furnace Slag and Bottom Ash Based Geopolymers under Ambient Conditions », *Periodica Polytechnica Civil Engineering*, vol. 60, n° 2, p. 159-168, 2016, doi: 10.3311/PPci.8014.
- [45] G. Ganesh Prabhu, J. W. Bang, B. J. Lee, J. H. Hyun, et Y. Y. Kim, « Mechanical and Durability Properties of Concrete Made with Used Foundry Sand as Fine Aggregate », *Advances in Materials Science and Engineering*, vol. 2015, p. 1-11, 2015, doi: 10.1155/2015/161753.
- [46] G. Dreux et J. Festa, *Nouveau guide du béton et de ses constituants*, 8e éd. édition. Paris: Eyrolles, 1998.
- [47] G. Ganesh Prabhu, J. H. Hyun, et Y. Y. Kim, « Effects of foundry sand as a fine aggregate in concrete production », *Construction and Building Materials*, vol. 70, p. 514-521, nov. 2014, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2014.07.070.
- [48] M. Şahmaran, M. Lachemi, T. K. Erdem, et H. E. Yücel, « Use of spent foundry sand and fly ash for the development of green self-consolidating concrete », *Materials and Structures*, vol. 44, n° 7, p. 1193-1204, août 2011, doi: 10.1617/s11527-010-9692-7.
- [49] NF EN 933-8+A1, « Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats - Partie 8 : Évaluation des fines - Équivalent de sable », *AFNOR*, juill. 2015, [En ligne]. Disponible sur: <https://viewer.afnor.org/Pdf/Viewer/?token=vCIm8Jr6ox81>
- [50] M. Pasetto et N. Baldo, « Experimental analysis of hydraulically bound mixtures made with waste foundry sand and steel slag », *Materials and Structures*, vol. 48, n° 8, p. 2489-2503, août 2015, doi: 10.1617/s11527-014-0333-4.

- [51] I. Rodríguez-Fernández, P. Lastra-González, I. Indacochea-Vega, et D. Castro-Fresno, « Recyclability potential of asphalt mixes containing reclaimed asphalt pavement and industrial by-products », *Construction and Building Materials*, vol. 195, p. 148-155, janv. 2019, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2018.11.069.
- [52] P. J. Tikalsky, H. U. Bahia, A. Deng, et T. Snyder, « Excess foundry sand characterization and experimental investigation in controlled low-strength material and hot-mixing asphalt », Pennsylvania Transportation Institute, Pennsylvania, oct. 2004.
- [53] U.S EPA, « Beneficial Reuse of Foundry Sand : A Review of State Practices and Regulations », déc. 2002.
- [54] Y. Guney, A. H. Aydilek, et M. M. Demirkan, « Geoenvironmental behavior of foundry sand amended mixtures for highway subbases », *Waste Management*, vol. 26, n° 9, p. 932-945, janv. 2006, doi: 10.1016/j.wasman.2005.06.007.
- [55] A. Bourchy, « Relation chaleur d'hydratation du ciment: montée en température et contraintes générées au jeune âge du béton », Université Paris-Est, 2018.
- [56] P. K. Mehta et P. J. M. Monteiro, « Concrete, Microstructure, Properties and Materials », p. 239, oct. 2001.
- [57] NF EN 197-1, « Ciment Partie 1 : Composition, spécifications et critères de conformité des ciments courants », *AFNOR*, avr. 2012, [En ligne]. Disponible sur: <https://viewer.afnor.org/Pdf/Viewer/?token=FOKwb1iKsdQ1>
- [58] M. Muller, E. Toussaint, J.-F. Destrebecq, et M. Grédiac, « Experimental and numerical study of reinforced concrete specimens strengthened with composite plates », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 35, n° 7-8, p. 885-893, juill. 2004, doi: 10.1016/j.compositesa.2004.01.009.
- [59] S. Mindess et J. F. Young, *Concrete*. Englewood Cliffs, N.J.: Prentice-Hall, 1981.
- [60] A. Zambon, « Formulation et caractérisation physique d'un béton léger de mousse et à base d'argile: valorisation des sédiments fins de dragage », Université de Bordeaux, 2018.
- [61] J. O. Odigure, « Hydration of cement paste and concrete from raw mix containing metallic particles », *Cement and Concrete Research*, vol. 24, n° 8, p. 1549-1557, janv. 1994, doi: 10.1016/0008-8846(94)90169-4.
- [62] NF EN 934-2+A1, « Adjuvants pour béton, mortier et coulis Partie 2 : Adjuvants pour bétons — Définitions, exigences, conformité, marquage et étiquetage », *AFNOR*, août 2012, [En ligne]. Disponible sur: <https://viewer.afnor.org/Pdf/Viewer/?token=moG29VgjFC01>
- [63] N. Bur, « Etude des caractéristiques physico-chimiques de nouveaux bétons éco-respectueux pour leur résistance à l'environnement dans le cadre du développement durable », Université de Strasbourg, 2012.
- [64] G. Escadeillas et J. C. Maso, « Approach of the initial state in cement paste, mortar, and concrete », *Advances in Cementitious Materials*, vol. 16, p. 169-184, janv. 1991.
- [65] S. Diamond et J. Huang, « The ITZ in concrete - a different view based on image analysis and SEM observations », p. 179-188, 2001.
- [66] T. C. Powers, « Structure and Physical Properties of Hardened Portland Cement Paste », *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 41, n° 1, p. 1-6, 1958, doi: 10.1111/j.1151-2916.1958.tb13494.x.
- [67] L. Delmas, « La porosité des bétons : Influence de la formulation et de la cure sur la porosité de peau des bétons. », INSA de Strasbourg, Projet de fin d'études, juin 2006.
- [68] Ollivier Jean-Pierre et Vichot Angélique, *La durabilité des bétons: bases scientifiques pour la formulation de bétons durables dans leur environnement*. Presses de l'École nationale des ponts et chaussées, 2008.
- [69] M. A. Mastella *et al.*, « Mechanical and toxicological evaluation of concrete artifacts containing waste foundry sand », *Waste Management*, vol. 34, n° 8, p. 1495-1500, août 2014, doi: 10.1016/j.wasman.2014.02.001.

- [70] Í. Navarro-Blasco, J. M. Fernández, A. Duran, R. Sirera, et J. I. Álvarez, « A novel use of calcium aluminate cements for recycling waste foundry sand (WFS) », *Construction and Building Materials*, vol. 48, p. 218-228, nov. 2013, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2013.06.071.
- [71] R. Siddique, G. Singh, R. Belarbi, K. Ait-Mokhtar, et Kunal, « Comparative investigation on the influence of spent foundry sand as partial replacement of fine aggregates on the properties of two grades of concrete », *Construction and Building Materials*, vol. 83, p. 216-222, mai 2015, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2015.03.011.
- [72] J. M. Khatib, S. Baig, A. Bougara, et C. Booth, « Foundry sand utilisation in concrete production », présenté à Second International Conference on Sustainable Construction Materials and Technologies, Italie, juin 2010.
- [73] R. Siddique, G. Singh, et M. Singh, « Recycle option for metallurgical by-product (Spent Foundry Sand) in green concrete for sustainable construction », *Journal of Cleaner Production*, vol. 172, p. 1111-1120, janv. 2018, doi: 10.1016/j.jclepro.2017.10.255.
- [74] G. J. L. Coppio, M. G. de Lima, J. W. Lencioni, L. S. Cividanes, P. P. O. L. Dyer, et S. A. Silva, « Surface electrical resistivity and compressive strength of concrete with the use of waste foundry sand as aggregate », *Construction and Building Materials*, vol. 212, p. 514-521, juill. 2019, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2019.03.297.
- [75] J. M. Khatib, B. A. Herki, et S. Kenai, « Capillarity of concrete incorporating waste foundry sand », *Construction and Building Materials*, vol. 47, p. 867-871, oct. 2013, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2013.05.013.
- [76] N. Gurumoorthy et K. Arunachalam, « Durability Studies on Concrete Containing Treated Used Foundry Sand », *Construction and Building Materials*, vol. 201, p. 651-661, mars 2019, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2019.01.014.
- [77] A. Lootvoet, « Angularité et maniabilité des sables à béton », *Association internationale de géologie de l'ingénieur*, n° 30, 1984.
- [78] L. Zeghichi, A. Lahmadi, et Z. Benghazi, « Contribution à l'étude des caractéristiques du sable de dune et de son effet sur le comportement des bétons autoplaçants », Fès, Maroc, mai 2012, p. 7.
- [79] J. E. Aubert, B. Husson, et A. Vaquier, « Metallic aluminum in MSWI fly ash: quantification and influence on the properties of cement-based products », *Waste Management*, vol. 24, n° 6, p. 589-596, janv. 2004, doi: 10.1016/j.wasman.2004.01.005.
- [80] M. V. A. Florea, « Secondary materials applied in cement-based products: treatment, modelling and environmental interaction », Eindhoven University of Technology, 2014. [En ligne]. Disponible sur: <https://research.tue.nl/en/publications/secondary-materials-applied-in-cement-based-products-treatment-mo>
- [81] N. Lopez Ferber, « Experimental validation of a pilot-scale air/ceramic thermocline thermal storage – Development of a thermal energy storage ceramic based on industrial sub-products », Université de Perpignan Via Domitia, 2018. [En ligne]. Disponible sur: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-02052245>
- [82] U. Müller et K. Rübner, « The microstructure of concrete made with municipal waste incinerator bottom ash as an aggregate component », *Cement and Concrete Research*, vol. 36, n° 8, p. 1434-1443, août 2006, doi: 10.1016/j.cemconres.2006.03.023.
- [83] J. Pera, L. Coutaz, J. Ambroise, et M. Chababbet, « Use of incinerator bottom ash in concrete », *Cement and Concrete Research*, vol. 27, n° 1, p. 1-5, janv. 1997, doi: 10.1016/S0008-8846(96)00193-7.
- [84] F. de Larrard, « L'influence du granulats sur la résistance à la compression des bétons », Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, févr. 1999.
- [85] N. Spitz, N. Coniglio, M. El Mansori, A. Montagne, et S. Mezghani, « Quantitative and representative adherence assessment of coated and uncoated concrete-formwork », *Surface and Coatings Technology*, vol. 352, p. 247-256, oct. 2018, doi: 10.1016/j.surfcoat.2018.07.098.

- [86] O. G. F. Adegoloye, « Valorisation des laitiers issus de l'élaboration d'aciers inoxydables dans le béton », Université de Cergy Pontoise, 2014.
- [87] I. Arribas, A. Santamaría, E. Ruiz, V. Ortega-López, et J. M. Manso, « Electric arc furnace slag and its use in hydraulic concrete », *Construction and Building Materials*, vol. 90, p. 68-79, août 2015, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2015.05.003.
- [88] L. Muraz, « Valorisation de scories cristallines dans le béton de ciment », Université de Sherbrooke, janv. 2015.
- [89] C. R. Panda, K. K. Mishra, K. C. Panda, B. D. Nayak, et B. B. Nayak, « Environmental and technical assessment of ferrochrome slag as concrete aggregate material », *Construction and Building Materials*, vol. 49, p. 262-271, déc. 2013, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2013.08.002.
- [90] J. T. San-José, I. Vegas, I. Arribas, et I. Marcos, « The performance of steel-making slag concretes in the hardened state », *Materials & Design*, vol. 60, p. 612-619, août 2014, doi: 10.1016/j.matdes.2014.04.030.
- [91] A. Santamaría, A. Orbe, M. M. Losañez, M. Skaf, V. Ortega-Lopez, et J. J. González, « Self-compacting concrete incorporating electric arc-furnace steelmaking slag as aggregate », *Materials & Design*, vol. 115, p. 179-193, févr. 2017, doi: 10.1016/j.matdes.2016.11.048.
- [92] A. U. Shettima, M. W. Hussin, Y. Ahmad, et J. Mirza, « Evaluation of iron ore tailings as replacement for fine aggregate in concrete », *Construction and Building Materials*, vol. 120, p. 72-79, sept. 2016, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2016.05.095.
- [93] M. Yellishetty, V. Karpe, E. H. Reddy, K. N. Subhash, et P. G. Ranjith, « Reuse of iron ore mineral wastes in civil engineering constructions: A case study », *Resources, Conservation and Recycling*, vol. 52, n° 11, p. 1283-1289, sept. 2008, doi: 10.1016/j.resconrec.2008.07.007.
- [94] A. M. Rashad, « A synopsis about the effect of nano-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, nano-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, nano-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> and nano-clay on some properties of cementitious materials – A short guide for Civil Engineer », *Materials & Design*, vol. 52, p. 143-157, déc. 2013, doi: 10.1016/j.matdes.2013.05.035.
- [95] P. Sikora, E. Horszczaruk, K. Cendrowski, et E. Mijowska, « The Influence of Nano-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> on the Microstructure and Mechanical Properties of Cementitious Composites », *Nanoscale Res Lett*, vol. 11, avr. 2016, doi: 10.1186/s11671-016-1401-1.
- [96] M. Murat et F. Sorrentino, « Effect of large additions of Cd, Pb, Cr, Zn, to cement raw meal on the composition and the properties of the clinker and the cement », *Cement and Concrete Research*, vol. 26, n° 3, p. 377-385, mars 1996, doi: 10.1016/S0008-8846(96)85025-3.
- [97] S. Peysson, « Contribution à l'étude de la stabilisation de déchets par du ciment sulfo-alumineux. », Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2005.
- [98] B. Pandey, S. D. Kinrade, et L. J. J. Catalan, « Effects of carbonation on the leachability and compressive strength of cement-solidified and geopolymer-solidified synthetic metal wastes », *Journal of Environmental Management*, vol. 101, p. 59-67, juin 2012, doi: 10.1016/j.jenvman.2012.01.029.
- [99] D. E. Macphee et F. P. Glasser, « Immobilization Science of Cement Systems », *MRS Bull.*, vol. 18, n° 3, p. 66-71, mars 1993, doi: 10.1557/S0883769400043931.
- [100] O. B. Maaouia, « Aptitude des granulats issus des bétons de déconstruction à la réutilisation, vis-à-vis du CrVI: Impact des propriétés de la matrice cimentaire et identification des mécanismes de relargage », Université Paris-Est, 2018. [En ligne]. Disponible sur: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-02469324>
- [101] A. Kindness, A. Macias, et F. P. Glasser, « Immobilization of chromium in cement matrices », *Waste Management*, vol. 14, n° 1, p. 3-11, janv. 1994, doi: 10.1016/0956-053X(94)90016-7.
- [102] T. S. Phan, « Numerical modelisation of steel-concrete interface : application to the behaviour of concrete structures reinforced by the ribbed flat steel », Université Paris-Est, 2012. [En ligne]. Disponible sur: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00788282>
- [103] M. Oltulu et R. Şahin, « Effect of nano-SiO<sub>2</sub>, nano-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and nano-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> powders on compressive strengths and capillary water absorption of cement mortar containing fly ash: A

- comparative study », *Energy and Buildings*, vol. 58, p. 292-301, mars 2013, doi: 10.1016/j.enbuild.2012.12.014.
- [104] J. T. Svidró, A. Diószegi, J. Svidró, et T. Ferenczi, « Thermophysical aspects of reclaimed moulding sand addition to the epoxy-SO<sub>2</sub> coremaking system studied by Fourier thermal analysis », *J Therm Anal Calorim*, vol. 130, n° 3, p. 1779-1789, déc. 2017, doi: 10.1007/s10973-017-6612-x.
- [105] CPI, « Polyurethane and Thermal Degradation French », American Chemistry Council, févr. 2008.
- [106] S. Duquesne *et al.*, « Thermal degradation of polyurethane and polyurethane/expandable graphite coatings », *Polymer Degradation and Stability*, vol. 74, n° 3, p. 493-499, janv. 2001, doi: 10.1016/S0141-3910(01)00177-X.
- [107] S. Irie et J. Rappolt, « Phenolic Resin for Refractories », in *Phenolic Resins: A Century of Progress*, L. Pilato, Éd. Berlin, Heidelberg: Springer, 2010, p. 503-515. doi: 10.1007/978-3-642-04714-5\_19.
- [108] M. Jacques, « Développement d'une méthode de conception de moules et noyaux hybrides en fonderie », Université de Reims Champagne-Ardenne, 2019. [En ligne]. Disponible sur: <http://www.theses.fr/2019REIMS021>
- [109] S. Popovics, « Attempts to improve the bond between cement paste and aggregate », *Materials and Structures*, vol. 20, n° 1, p. 32-38, janv. 1987, doi: 10.1007/BF02472724.
- [110] K. S. Lee, J.-I. Choi, S. E. Park, J.-S. Hwang, et B. Y. Lee, « Damping property of prepacked concrete incorporating coarse aggregates coated with polyurethane », *Cement and Concrete Composites*, vol. 93, p. 301-308, oct. 2018, doi: 10.1016/j.cemconcomp.2018.06.018.
- [111] N. Benzannache, A. Bezazi, H. Bouchelaghem, M. Boumaaza, S. Amziane, et F. Scarpa, « Statistical Analysis of 3-Point Bending Properties of Polymer Concretes Made From Marble Powder Waste, Sand Grains, and Polyester Resin », *Mech Compos Mater*, vol. 53, n° 6, p. 781-790, janv. 2018, doi: 10.1007/s11029-018-9703-2.
- [112] K. S. Lee, J.-I. Choi, S.-K. Kim, B.-K. Lee, J.-S. Hwang, et B. Y. Lee, « Damping and mechanical properties of composite composed of polyurethane matrix and preplaced aggregates », *Construction and Building Materials*, vol. 145, p. 68-75, août 2017, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2017.03.233.
- [113] J. M. L. Reis et M. A. G. Jurumena, « Investigation on the effects of polymer impregnated aggregate on polymer mortars properties », *Mater Struct*, vol. 46, n° 8, p. 1383-1388, août 2013, doi: 10.1617/s11527-012-9980-5.
- [114] J. M. Cullinane et R. M. Bricka, « An Evaluation of Organic Materials that Interfere with Stabilization/Solidification Processes », in *Petroleum Contaminated Soils: Remediation Techniques, Environmental Fate, and Risk Assessment*, Lewis Publishers., CRC Press, 1988.
- [115] A. Govin, « Aspects physico-chimiques de l'interaction bois-ciment. Modification de l'hydratation du ciment par le bois », Ecole Nationale Supérieure des Mines de St-Etienne et Université Jean Monnet, 2004. [En ligne]. Disponible sur: <http://www.theses.fr/2004EMSE0008>
- [116] T. Mahmoud, « Etude de matériaux minéraux renforcés par des fibres organiques en vue de leur utilisation dans le renforcement et la réparation des ouvrages tels que les ponts », Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2005. [En ligne]. Disponible sur: <http://www.theses.fr/2005ISAL0047>
- [117] J. Méhu, « Stabilisation à base de liants hydrauliques de matériaux ou déchets contaminés par des polluants organiques », RECORD, 99-0325/1A, déc. 2000.
- [118] L. N. Reddi, G. P. Rieck, A. P. Schwab, S. T. Chou, et L. T. Fan, « Stabilization of phenolics in foundry waste using cementitious materials », *Journal of Hazardous Materials*, vol. 45, n° 2-3, p. 89-106, févr. 1996, doi: 10.1016/0304-3894(95)00083-6.

- [119] C. Vipulanandan et S. Krishnan, « XRD analysis and leachability of solidified phenol-cement mixtures », *Cement and Concrete Research*, vol. 23, n° 4, p. 792-802, juill. 1993, doi: 10.1016/0008-8846(93)90033-6.
- [120] C. Vipulanandan et S. Krishnan, « Solidification/stabilization of phenolic waste with cementitious and polymeric materials », *Journal of Hazardous Materials*, vol. 24, n° 2-3, p. 123-136, janv. 1990, doi: 10.1016/0304-3894(90)87004-2.
- [121] S. Y. Alam, J. Saliba, et A. Loukili, « Fracture examination in concrete through combined digital image correlation and acoustic emission techniques », *Construction and Building Materials*, vol. 69, p. 232-242, oct. 2014, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2014.07.044.
- [122] L. Chiriatti, H. Hafid, H. R. Mercado-Mendoza, K. L. Apedo, C. Fond, et F. Feugeas, « Influence of Recycled Concrete Aggregate Content on the Rebar/Concrete Bond Properties through Pull-Out Tests and Acoustic Emission Measurements », *International Journal of Civil and Environmental Engineering*, vol. 12, n° 3, p. 8, 2018.
- [123] J. Saliba, « Apport de l'émission acoustique dans la compréhension et la modélisation du couplage fluage-endommagement du béton », École Centrale de Nantes, 2012.
- [124] M. Guo, S. Y. Alam, A. Z. Bendimerad, F. Grondin, E. Rozière, et A. Loukili, « Fracture process zone characteristics and identification of the micro-fracture phases in recycled concrete », *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 181, p. 101-115, août 2017, doi: 10.1016/j.engfracmech.2017.07.004.
- [125] K. L. Apedo, S. Braymand, F. Hoerd, F. Feugeas, et C. Fond, « Failure process of fine recycled concrete aggregate mortars based on Digital Image Correlation », *International Digital Imaging Correlation Society: Proceedings of the First Annual Conference, 2016*, p. 3, 2017, doi: 10.1007/978-3-319-51439-0\_23.
- [126] B. Wu, C. Liu, et Y. Wu, « Compressive behaviors of cylindrical concrete specimens made of demolished concrete blocks and fresh concrete », *Construction and Building Materials*, vol. 53, p. 118-130, févr. 2014, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2013.11.071.
- [127] Y.-R. Zhao, L. Wang, Z.-K. Lei, X.-F. Han, et J.-N. Shi, « Study on bending damage and failure of basalt fiber reinforced concrete under freeze-thaw cycles », *Construction and Building Materials*, vol. 163, p. 460-470, févr. 2018, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2017.12.096.
- [128] B. Liu, J. Guo, X. Wen, J. Zhou, et Z. Deng, « Study on flexural behavior of carbon fibers reinforced coral concrete using digital image correlation », *Construction and Building Materials*, vol. 242, p. 117968, mai 2020, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2019.117968.
- [129] W. H. Peters, W. F. Ranson, M. A. Sutton, T. C. Chu, et J. Anderson, « Application Of Digital Correlation Methods To Rigid Body Mechanics », *Optical Engineering*, vol. 22, n° 6, p. 226738, déc. 1983, doi: 10.1117/12.7973231.
- [130] W. H. Peters et W. F. Ranson, « Digital imaging techniques in experimental stress analysis », *Optical Engineering*, vol. 21, n° 3, juin 1982, doi: 10.1117/12.7972925.
- [131] M. Sutton, W. Wolters, W. Peters, W. Ranson, et S. McNeill, « Determination of displacements using an improved digital correlation method », *Image and Vision Computing*, vol. 1, n° 3, p. 133-139, août 1983, doi: 10.1016/0262-8856(83)90064-1.
- [132] V. Segouin, « Développement d'un outil de Corrélation d'Images Numériques pour la caractérisation du comportement piézoélectrique et ferroélectrique », Université de Paris-Saclay, 2018. [En ligne]. Disponible sur: [https://hal-centralesupelec.archives-ouvertes.fr/tel-01943036/file/pdf2star-1549964864-71901\\_SEGOUIN\\_2018\\_archivage\\_def.pdf](https://hal-centralesupelec.archives-ouvertes.fr/tel-01943036/file/pdf2star-1549964864-71901_SEGOUIN_2018_archivage_def.pdf)
- [133] X.-Y. Liu *et al.*, « Quality assessment of speckle patterns for digital image correlation by Shannon entropy », *Optik*, vol. 126, n° 23, p. 4206-4211, déc. 2015, doi: 10.1016/j.ijleo.2015.08.034.
- [134] J. Chen, G. Xia, K. Zhou, G. Xia, et Y. Qin, « Two-step digital image correlation for micro-region measurement », *Optics and Lasers in Engineering*, vol. 43, n° 8, p. 836-846, août 2005, doi: 10.1016/j.optlaseng.2004.09.002.

- [135] P. Doumalin, « Microextensométrie locale par corrélation d'images numériques. Application aux études micromécaniques par microscopie électronique à balayage. », Ecole Polytechnique, 2000.
- [136] M. C. Teguedi, « Comportement local des enrobés recyclés: apport des mesures de champs cinématiques », Université Clermont Auvergne, 2017.
- [137] F. Brémand, M. Cottron, P. Doumalin, J.-C. Dupré, A. Germaneau, et V. Valle, « Mesures en mécanique par méthodes optiques », *Techniques de l'ingénieur Grandeurs mécaniques*, vol. base documentaire : TIB407DUO, n° r1850, p. 28, 2011.
- [138] M. Gharbi, « Caractérisation du collage des interfaces de chaussées par essais de rupture en mode I », Ecole Centrale de Nantes, 2018.
- [139] F. Hild, « Mesure de champs de déplacement par corrélation d'images et applications en mécanique des solides », p. 87, 2004.
- [140] M. A. Sutton, J.-J. Orteu, et H. W. Schreier, *Image Correlation for Shape, Motion and Deformation Measurements*. Boston, MA: Springer US, 2009. doi: 10.1007/978-0-387-78747-3.
- [141] B. Pan, H. Xie, et Z. Wang, « Equivalence of digital image correlation criteria for pattern matching », *Appl. Opt.*, vol. 49, n° 28, p. 5501, oct. 2010, doi: 10.1364/AO.49.005501.
- [142] T. Brynk, R. M. Molak, M. Janiszewska, et Z. Pakiel, « Digital Image Correlation measurements as a tool of composites deformation description », *Computational Materials Science*, vol. 64, p. 157-161, nov. 2012, doi: 10.1016/j.commatsci.2012.04.034.
- [143] E. Verstrynge, K. De Wilder, A. Drougkas, E. Voet, K. Van Balen, et M. Wevers, « Crack monitoring in historical masonry with distributed strain and acoustic emission sensing techniques », *Construction and Building Materials*, vol. 162, p. 898-907, févr. 2018, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2018.01.103.
- [144] M. Bornert *et al.*, « Assessment of Digital Image Correlation Measurement Errors: Methodology and Results », *Experimental Mechanics*, vol. 49, n° 3, p. 353-370, juin 2009, doi: 10.1007/s11340-008-9204-7.
- [145] H. A. Hussein, « Adaptation de la méthode de corrélation d'images numériques pour la gestion des discontinuités du milieu et de la transformation », Université de Poitiers, France, 2014.
- [146] R. Ghorbani, F. Matta, et M. A. Sutton, « Full-Field Displacement Measurement and Crack Mapping on Masonry Walls Using Digital Image Correlation », in *Advancement of Optical Methods in Experimental Mechanics, Volume 3*, H. Jin, C. Sciammarella, S. Yoshida, et L. Lamberti, Éd. Springer International Publishing, 2014, p. 187-196. doi: 10.1007/978-3-319-00768-7\_23.
- [147] B. Birgisson, A. Montepara, E. Romeo, R. Roncella, R. Roque, et G. Tebaldi, « An optical strain measurement system for asphalt mixtures », *Materials and Structures*, vol. 42, n° 4, p. 427-441, mai 2009, doi: 10.1617/s11527-008-9392-8.
- [148] G. Besnard, F. Hild, et S. Roux, « "Finite-Element" Displacement Fields Analysis from Digital Images: Application to Portevin–Le Châtelier Bands », *Experimental Mechanics*, vol. 46, n° 6, p. 789-803, déc. 2006, doi: 10.1007/s11340-006-9824-8.
- [149] Y. Q. Wang, M. A. Sutton, H. A. Bruck, et H. W. Schreier, « Quantitative Error Assessment in Pattern Matching: Effects of Intensity Pattern Noise, Interpolation, Strain and Image Contrast on Motion Measurements », *Strain*, vol. 45, n° 2, p. 160-178, 2009, doi: 10.1111/j.1475-1305.2008.00592.x.
- [150] P. Reu, « Virtual strain gage size study », *Exp Tech*, vol. 39, n° 5, p. 1-3, sept. 2015, doi: 10.1111/ext.12172.
- [151] M. A. Sutton, J. H. Yan, V. Tiwari, H. W. Schreier, et J. J. Orteu, « The effect of out-of-plane motion on 2D and 3D digital image correlation measurements », *Optics and Lasers in Engineering*, vol. 46, n° 10, p. 746-757, oct. 2008, doi: 10.1016/j.optlaseng.2008.05.005.

- [152] I. Paegle, F. Minelli, et G. Fischer, « Cracking and load-deformation behavior of fiber reinforced concrete: Influence of testing method », *Cement and Concrete Composites*, vol. 73, p. 147-163, oct. 2016, doi: 10.1016/j.cemconcomp.2016.06.012.
- [153] B. Gencturk, K. Hossain, A. Kapadia, E. Labib, et Y.-L. Mo, « Use of digital image correlation technique in full-scale testing of prestressed concrete structures », *Measurement*, vol. 47, p. 505-515, janv. 2014, doi: 10.1016/j.measurement.2013.09.018.
- [154] W. Li, J. Xiao, Z. Sun, et S. P. Shah, « Failure processes of modeled recycled aggregate concrete under uniaxial compression », *Cement and Concrete Composites*, vol. 34, n° 10, p. 1149-1158, nov. 2012, doi: 10.1016/j.cemconcomp.2012.06.017.
- [155] M. Mahal, T. Blanksvärd, B. Täljsten, et G. Sas, « Using digital image correlation to evaluate fatigue behavior of strengthened reinforced concrete beams », *Engineering Structures*, vol. 105, p. 277-288, déc. 2015, doi: 10.1016/j.engstruct.2015.10.017.
- [156] F. Champiré, « Étude expérimentale du comportement hydro-mécanique de la terre crue compactée pour la construction », Université de Lyon, 2017. [En ligne]. Disponible sur: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01698988/document>
- [157] F. Zhu, P. Bai, Y. Gong, D. Lei, et X. He, « Accurate measurement of elastic modulus of specimen with initial bending using two-dimensional DIC and dual-reflector imaging technique », *Measurement*, vol. 119, p. 18-27, avr. 2018, doi: 10.1016/j.measurement.2018.01.043.
- [158] D. Caduff et J. G. M. Van Mier, « Analysis of compressive fracture of three different concretes by means of 3D-digital image correlation and vacuum impregnation », *Cement and Concrete Composites*, vol. 32, n° 4, p. 281-290, avr. 2010, doi: 10.1016/j.cemconcomp.2010.01.003.
- [159] A. Akkaoui, « Bétons de granulats de bois: étude expérimentale et théorique des propriétés thermo-hydro-mécaniques par des approches multi-échelles », Université Paris-Est, 2014.
- [160] O. Orell *et al.*, « Characterization of elastic constants of anisotropic composites in compression using digital image correlation », *Composite Structures*, vol. 185, p. 176-185, févr. 2018, doi: 10.1016/j.compstruct.2017.11.008.
- [161] N. Gehri, J. Mata-Falcón, et W. Kaufmann, « Automated crack detection and measurement based on digital image correlation », *Construction and Building Materials*, vol. 256, p. 119383, sept. 2020, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2020.119383.
- [162] G. Ruocci *et al.*, « Digital Image Correlation and Noise-filtering Approach for the Cracking Assessment of Massive Reinforced Concrete Structures: DIC and Noise-filtering for the Cracking Assessment of Massive RC Structures », *Strain*, vol. 52, n° 6, p. 503-521, déc. 2016, doi: 10.1111/str.12192.
- [163] F. Liu, W. Ding, et Y. Qiao, « Experimental investigation on the flexural behavior of hybrid steel-PVA fiber reinforced concrete containing fly ash and slag powder », *Construction and Building Materials*, vol. 228, p. 116706, déc. 2019, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2019.116706.
- [164] S. Li, X. Fan, X. Chen, S. Liu, et Y. Guo, « Development of fracture process zone in full-graded dam concrete under three-point bending by DIC and acoustic emission », *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 230, p. 106972, mai 2020, doi: 10.1016/j.engfracmech.2020.106972.
- [165] M. Aitali, M. Pinglot, et M. Lorrain, « Modélisation du comportement en flexion statique des sections rectangulaires en béton armé », *Materials and Structures*, vol. 26, n° 4, p. 207-213, mai 1993, doi: 10.1007/BF02472613.
- [166] A. Berthollet, « Contribution à la modélisation du béton vis-à-vis du vieillissement et de la durabilité : interaction des déformations de fluage et du comportement non-linéaire du matériau », Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2003. [En ligne]. Disponible sur: <http://www.theses.fr/2003ISAL0051>
- [167] F. de Larrard, « Le flambement à deux échelles dans la rupture du béton en compression », Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, mars 1988.
- [168] M. Chambart, « Endommagement anisotrope et comportement dynamique des structures en béton armé jusqu'à la ruine. », École Normale Supérieure de Cachan, 2009.

- [169] S. aldeen Odaa, M. M. Hason, et A. A. K. Sharba, « Self-compacting concrete beams reinforced with steel fiber under flexural loads: A ductility index evaluation », *Materials Today: Proceedings*, vol. 42, p. 2259-2267, 2021, doi: 10.1016/j.matpr.2020.12.313.
- [170] S. Y. Alam, A. Loukili, et F. Grondin, « Monitoring size effect on crack opening in concrete by digital image correlation », *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, vol. 16, n° 7, p. 818-836, juill. 2012, doi: 10.1080/19648189.2012.672211.
- [171] D. A. S. Rambo, Y. Yao, F. de Andrade Silva, R. D. Toledo Filho, et B. Mobasher, « Experimental investigation and modelling of the temperature effects on the tensile behavior of textile reinforced refractory concretes », *Cement and Concrete Composites*, vol. 75, p. 51-61, janv. 2017, doi: 10.1016/j.cemconcomp.2016.11.003.
- [172] A. Michou, « Analyse expérimentale et modélisation du comportement de structures précontraintes », Université Pierre et Marie Curie, 2015.
- [173] Légifrance, *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*. 2014.
- [174] Légifrance, *Arrêté du 16 juillet 1991 relatif à l'élimination des sables de fonderie contenant des liants organiques de synthèse*. 1991.
- [175] NF EN 196-1, « Méthodes d'essais des ciments - Partie 1 : Détermination des résistances », *AFNOR*, sept. 2016, [En ligne]. Disponible sur: <https://viewer.afnor.org/Pdf/Viewer/?token=o9h6OdPwEMM1>
- [176] NF EN 413-2, « Ciment à maçonner - Partie 2 : Méthodes d'essai », *AFNOR*, mars 2017, [En ligne]. Disponible sur: <https://viewer.afnor.org/Pdf/Viewer/?token=KRF3wfrJQ7E1>
- [177] NF EN 932-2, « Essais pour déterminer les propriétés générales des granulats - Partie 2 : Méthodes de réduction d'un échantillon de laboratoire », *AFNOR*, août 1999, [En ligne]. Disponible sur: [https://viewer.afnor.org/Pdf/Viewer/?token=ZS8wnhBcd\\_Q1](https://viewer.afnor.org/Pdf/Viewer/?token=ZS8wnhBcd_Q1)
- [178] NF EN 1744-1, « Essais visant à déterminer les propriétés chimiques des granulats — Partie 1 : Analyse chimique », *AFNOR*, févr. 2014, [En ligne]. Disponible sur: <https://viewer.afnor.org/Pdf/Viewer/?token=Pne3gdUdv041>
- [179] A. Chopard, « Évaluation environnementale et géométallurgique de minerais sulfurés polymétalliques, basée sur une approche minéralogique pluridisciplinaire », Université de Lorraine, 2016.
- [180] N. Broll, « Caractérisation de solides cristallisés par diffraction X », p. 21, avr. 1996.
- [181] NF EN 933-1, « Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats Partie 1 : Détermination de la granularité - Analyse granulométrique par tamisage », *AFNOR*, mai 2012, [En ligne]. Disponible sur: <https://viewer.afnor.org/Pdf/Viewer/?token=OduB8wCu9I01>
- [182] NF EN 1097-6, « Essais pour déterminer les caractéristiques mécaniques et physiques des granulats - Partie 6 : Détermination de la masse volumique réelle et du coefficient d'absorption d'eau », *AFNOR*, janv. 2014. [En ligne]. Disponible sur: <https://viewer.afnor.org/Pdf/Viewer/?token=HWSIzIICfyM1>
- [183] NF P 18-545, « Granulats - Éléments de définition, conformité et codification », *AFNOR*, sept. 2011, [En ligne]. Disponible sur: <https://viewer.afnor.org/Pdf/Viewer/?token=o9h6OdPwEMM1>
- [184] Wikipédia, « Équivalent de sable », *Wikipédia*, juill. 16, 2020. [https://fr.wikipedia.org/w/index.php?title=%C3%89quivalent\\_de\\_sable&oldid=172961632](https://fr.wikipedia.org/w/index.php?title=%C3%89quivalent_de_sable&oldid=172961632) (consulté le déc. 09, 2020).
- [185] NF P 18-459, « Béton - Essai pour béton durci - Essai de porosité et de masse volumique », *AFNOR*, mars 2010, [En ligne]. Disponible sur: <https://viewer.afnor.org/Pdf/Viewer/?token=7S5BKXckfyw1>

- [186] NF EN 12350-2, « Essais pour béton frais - Partie 2 : Essai d'affaissement », *AFNOR*, avr. 2012, [En ligne]. Disponible sur: <https://viewer.afnor.org/Pdf/Viewer/?token=oP5JDhR7vxs1>
- [187] NF EN 480-2, « Adjuvants pour béton, mortier et coulis Méthodes d'essai Partie 2 : Détermination du temps de prise », *AFNOR*, nov. 2006, [En ligne]. Disponible sur: <https://viewer.afnor.org/Pdf/Viewer/?token=CZhtLdmQY4g1>
- [188] NF EN 196-9, « Méthodes d'essais des ciments - Partie 9 : Chaleur d'hydratation - Méthode semi-adiabatique », *AFNOR*, déc. 2010, [En ligne]. Disponible sur: <https://viewer.afnor.org/Pdf/Viewer/?token=qm51CHc3gCA1>
- [189] E. Byrne et M. Simonsen, « Subset, Step Size and Strain Filter Selection - Support », *Correlated Solutions*, oct. 2016. <https://www.correlatedsolutions.com/support/index.php?/Knowledgebase/Article/View/10/0/subset-step-size-and-strain-filter-selection> (consulté le janv. 21, 2020).
- [190] NF EN 12390-13, « Essais pour béton durci - Partie 13 : Détermination du module sécant d'élasticité en compression », *AFNOR*, févr. 2014, [En ligne]. Disponible sur: <https://viewer.afnor.org/Pdf/Viewer/?token=XWlsnZqo7ls1>
- [191] N. Grace, A. Soliman, G. Abdel-Sayed, et K. Saleh, « Behavior and Ductility of Simple and Continuous FRP Reinforced Beams », *Journal of Composites for Construction*, vol. 2, nov. 1998, doi: 10.1061/(ASCE)1090-0268(1998)2:4(186).
- [192] P. Paul, E. Belhaj, K. Apedo, et F. Feugeas, « Analyse multi-échelle de l'influence des sables de fonderie sur les propriétés des mortiers à l'état frais et à l'état durci », présenté à Matériaux 2018, Strasbourg, France, nov. 2018.
- [193] P. Paul, K. Apedo, E. Belhaj, C. Diliberto, et F. Feugeas, « Influence des sables de fonderie sur les propriétés des mortiers à l'état frais et à l'état durci », présenté à 37e RUGC, Sophia-Antipolis, France, 2019. [En ligne]. Disponible sur: <https://rugc2019.sciencesconf.org/resource/page/id/19>
- [194] G. Van Rompaey, « Etude de la réactivité des ciments riches en laitier, à basse température et à temps court, sans ajout chloruré », févr. 2006, [En ligne]. Disponible sur: <http://hdl.handle.net/2013/ULB-DIPOT:oai:dipot.ulb.ac.be:2013/210780>
- [195] J. Yu, H.-L. Wu, D. K. Mishra, G. Li, et C. K. Leung, « Compressive strength and environmental impact of sustainable blended cement with high-dosage Limestone and Calcined Clay (LC2) », *Journal of Cleaner Production*, vol. 278, p. 123616, janv. 2021, doi: 10.1016/j.jclepro.2020.123616.
- [196] M. Gruszczyński et M. Lenart, « Durability of mortars modified with the addition of amorphous aluminum silicate and silica fume », *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, vol. 107, p. 102526, juin 2020, doi: 10.1016/j.tafmec.2020.102526.
- [197] A. Hasnaoui, E. Ghorbel, et G. Wardeh, « Comparaison entre des mortiers géopolymères et un mortier normalisé de même classe de résistance », *Academic Journal of Civil Engineering*, vol. 36, n° 1, Art. n° 1, 2018, doi: 10.26168/ajce.36.1.40.
- [198] T. Achour, « Étude de l'influence de la nature des granulats sur les propriétés des bétons hydrauliques : cas des granulats calcaires tunisiens », Université Henri Poincaré, Nancy Université et École Nationale d'Ingénieurs de Tunis, 2007.
- [199] G.-F. Belén, M.-A. Fernando, C. L. Diego, et S.-P. Sindy, « Stress-strain relationship in axial compression for concrete using recycled saturated coarse aggregate », *Construction and Building Materials*, p. 8, 2011.
- [200] L. Missemer, « Etude du comportement sous très hautes températures des bétons fibrés à ultra performances: application au BCV », Université de Grenoble, 2011.
- [201] J. Xiao, « Variability of stress-strain relationship for recycled aggregate concrete under uniaxial compression loading », *Journal of Cleaner Production*, p. 19, 2018.
- [202] C. C. Yang, « Effect of the Transition Zone on the Elastic Moduli of Mortar », *Cement and Concrete Research*, vol. 28, n° 5, p. 727-736, mai 1998, doi: 10.1016/S0008-8846(98)00035-0.

- [203] NF EN 13412, « Produits et systèmes de protection et de réparation des structures en béton - Méthodes d'essai - Détermination du module d'élasticité en compression », déc. 2006, [En ligne]. Disponible sur: <https://viewer.afnor.org/Pdf/Viewer/?token=othERnd1Hdk1>
- [204] NF EN 12390-3, « Essais pour béton durci - Partie 3 : Résistance à la compression des éprouvettes », AFNOR, juin 2019, [En ligne]. Disponible sur: <https://viewer.afnor.org/Pdf/Viewer/?token=8CG0GLnur5w1>
- [205] C. Signorini, A. Nobili, A. Sola, et M. Messori, « Designing epoxy viscosity for optimal mechanical performance of coated Glass Textile Reinforced Mortar (GTRM) composites », *Construction and Building Materials*, vol. 233, p. 117325, févr. 2020, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2019.117325.
- [206] M. Briffaut, « Étude de la fissuration au jeune âge des structures massives en béton: influence de la vitesse de refroidissement, des reprises de bétonnage et des armatures », Ecole Normale Supérieure de Cachan, 2010.
- [207] V. Cerezo, « Propriétés mécaniques, thermiques et acoustiques d'un matériau à base de particules végétales : approche expérimentale et modélisation théorique », Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2005.
- [208] I. Gaweska, « Comportement à haute température des bétons à haute performance - évolution des principales propriétés mécaniques », Ecole Nationale des Ponts et Chaussées et Ecole Polytechnique de Cracovie, 2004.
- [209] M. Hamrat *et al.*, « Experimental and numerical investigation on the deflection behavior of pre-cracked and repaired reinforced concrete beams with fiber-reinforced polymer », *Construction and Building Materials*, vol. 249, p. 118745, juill. 2020, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2020.118745.
- [210] A. C. A. Muller, « Characterization of porosity & C-S-H in cement pastes by 1H NMR », École Polytechnique Fédérale de Lausanne, 2014.
- [211] K. K. Aligizaki, « Determination of pore structure parameters in hardened cementitious materials. », Pennsylvania State University.



## VII. PUBLICATIONS ET COMMUNICATIONS

---

### **PUBLICATION DANS REVUES INTERNATIONALES AVEC COMITE DE LECTURE**

- P. Paul, E. Belhaj, C. Diliberto, K. L. Apedo, F. Feugeas, « Comprehensive physical and chemical characterization of spent foundry sand for recycling in concrete », article soumis
- P. Paul, K. Apedo, E. Belhaj, F. Feugeas, « Study by digital image correlation of the influence of a chemical spent foundry sand on the mechanical properties of mortars », article en cours de rédaction

### **COMMUNICATIONS NATIONALES AVEC COMITE DE LECTURE**

- P. Paul, K. Apedo, E. Belhaj, C. Diliberto, F. Feugeas, « Influence des sables de fonderie sur les propriétés des mortiers à l'état frais et à l'état durci », 37e Rencontres Universitaires du Génie Civil, Sophia-Antipolis, France, 2019. Résumé étendu et présentation orale.
- P. Paul, E. Belhaj, K. Apedo, F. Feugeas, « Analyse multi-échelle de l'influence des sables de fonderie sur les propriétés des mortiers à l'état frais et à l'état durci », Matériaux 2018, Strasbourg, France, 2018. Résumé étendu et présentation orale.
- P. Paul, E. Belhaj, K. Apedo, F. Feugeas, « Analyse multi-échelle des propriétés mécaniques des bétons à base de sable de fonderie », XIVe Forum Jeunes Chercheurs (Commission Biodétérioration des matériaux du CEFRACOR), Nancy, France, Université de Nancy, CEFRACOR, 2017. Résumé, poster et présentation orale.

### **COMMUNICATIONS ORALES : PRESENTATIONS ORALES ET AFFICHES**

- VIIIe Journée du Département Mécanique d'ICube, Strasbourg, 2019. Distinction : 1<sup>er</sup> Prix
- Journée Recherche INSA de Strasbourg, Strasbourg, 2019
- Journée du Laboratoire ICube, Strasbourg, 2019
- XIVe Forum Jeunes Chercheurs, (Commission Biodétérioration des matériaux du CEFRACOR), Nancy, 2017
- Journée Poster de l'Ecole Doctorale MSII, Strasbourg, 2018





## VIII.2. Fiche technique de la caméra


**GS3-U3-89S6M-C 1" Grasshopper USB 3.0 Caméra, Monochrome**  
 Stock #36-337

[Manuals](#)
[Manuals](#)
[PDF Drawings](#)
[Specsheets](#)
[Specsheets](#)

Numéro de Modèle:	GS3-U3-89S6M-C	Type de Capteur:	1"
Résolution (MegaPixels):	8.9	Pixels (H x V):	4096 x 2160
Type:	Monochrome Camera	Famille de Caméras:	Grasshopper®3
Connecteur:	USB 3.0 interface with screw locks	Dimensions (mm):	44 x 29 x 65
Obturbateur Électronique:	0.01 ms to 32 s	Taux d'Image (fps):	43
Composante d'Imagerie:	Sony IMX255	Fabricant:	FLIR
Filetage:	C-Mount	Remarque:	Dimensions: Exclude 1/4-20 Tripod Adapter and Lens Holder
Profondeur de Pixel:	8, 12, 16 and 24 Bit	Taille de Pixel, H x V (µm):	3.45 x 3.45
Capteur:	Progressive Scan CMOS	Type d'Obturbateur:	Global
Sortie Vidéo:	USB 3.0	Poids (g):	90

## VIII.3. Caractérisation du mélange de sables de fonderie avant stockage : sable 1 (IKOS)

### AL-West B.V.

Dortmundstraat 16B, 7418 BH Deventer, the Netherlands  
Postbus 693, 7400 AR Deventer  
Tel. +31(0)570 788110, Fax +31(0)570 788108  
e-Mail: info@al-west.nl, www.al-west.nl



IKOS SOL MEIX  
Madame LEFEBVRE  
ZI DU MANOIR  
76340 BLANGY SUR BRESLE  
FRANCE

Date 23.09.2016  
N° Client 35004530

### RAPPORT D'ANALYSES 608513 - 705654

N° Cde 608513 S33 / 23302256  
N° échant. 705654 Solide / Eluat  
Date de validation 16.09.2016  
Prélèvement Inconnu  
Prélèvement par: Client  
Spécification des échantillons 01 10 001

	Unité	Résultat	Limite	Méthode
<b>Lixiviation</b>				
Lixiviation (EN 12457-2)		*		NF EN 12457-2
<b>Prétraitement des échantillons</b>				
Matière sèche	%	*	94,9	ISO11465; EN12880
<b>Analyses Physico-chimiques</b>				
pH-H2O		*	9,0	Cf. NEN-ISO 10390 (sol uniquement)
COT Carbone Organique Total	mg/kg Ms		7700	conforme ISO 10694
<b>HAP</b>				
Acénaphylène	mg/kg Ms		<0,050	méthode interne
Acénaphène	mg/kg Ms		<0,050	méthode interne
Fluorène	mg/kg Ms		<0,050	méthode interne
Pyrène	mg/kg Ms		0,068	méthode interne
Benzo(b)fluoranthène	mg/kg Ms		0,065	méthode interne
Dibenzo(a,h)anthracène	mg/kg Ms		<0,050	méthode interne
Anthracène	mg/kg Ms		<0,050	méthode interne
Benzo(a)anthracène	mg/kg Ms		<0,050	méthode interne
Benzo(a)pyrène	mg/kg Ms		<0,050	méthode interne
Benzo(g,h,i)peryène	mg/kg Ms		<0,050	méthode interne
Benzo(k)fluoranthène	mg/kg Ms		<0,050	méthode interne
Chrysène	mg/kg Ms		0,060	méthode interne
Fluoranthène	mg/kg Ms		0,14	méthode interne
Indéno(1,2,3-cd)pyrène	mg/kg Ms		<0,050	méthode interne
Naphtalène	mg/kg Ms		0,17	méthode interne
Phénanthrène	mg/kg Ms		0,093	méthode interne
<b>HAP (6 Borneff) - somme</b>	mg/kg Ms		0,21 <sup>x)</sup>	méthode interne
<b>Somme HAP (VROM)</b>	mg/kg Ms		0,46 <sup>x)</sup>	méthode interne
<b>HAP (EPA) - somme</b>	mg/kg Ms		0,60 <sup>x)</sup>	méthode interne
<b>Composés aromatiques</b>				
Benzène	mg/kg Ms		<0,050	ISO 22155
Toluène	mg/kg Ms		<0,050	ISO 22155
Ethylbenzène	mg/kg Ms		<0,050	ISO 22155
m,p-Xylène	mg/kg Ms		<0,10	ISO 22155
o-Xylène	mg/kg Ms		<0,050	ISO 22155
<b>Somme Xylènes</b>	mg/kg Ms		n.d.	ISO 22155
<b>BTX total</b>	mg/kg Ms		n.d.	ISO 22155 <sup>n)</sup>

DOC-13-8863075-FR-F1

Kamer van Koophandel Directeur  
Nr. 08110898 ppa. Eily van Bakergem  
VAT/BTW-ID-Nr.: Dr. Paul Wimmer  
NL 811132559 B01

page 1 de 3



**AL-West B.V.**

Dortmundstraat 16B, 7418 BH Deventer, the Netherlands  
 Postbus 693, 7400 AR Deventer  
 Tel. +31(0)570 788110, Fax +31(0)570 788108  
 e-Mail: info@al-west.nl, www.al-west.nl



Date 23.09.2016  
 N° Client 35004530

**RAPPORT D'ANALYSES 608513 - 705654**Spécification des échantillons **01 10 001**

	Unité	Résultat	Limite	Méthode
<b>Hydrocarbures totaux</b>				
Hydrocarbures totaux C10-C40	mg/kg Ms	54		Méthode interne
Fraction C10-C12	mg/kg Ms	30		Méthode interne n)
Fraction C12-C16	mg/kg Ms	<4		Méthode interne n)
Fraction C16-C20	mg/kg Ms	3		Méthode interne n)
Fraction C20-C24	mg/kg Ms	4		Méthode interne n)
Fraction C24-C28	mg/kg Ms	6		Méthode interne n)
Fraction C28-C32	mg/kg Ms	5		Méthode interne n)
Fraction C32-C36	mg/kg Ms	3		Méthode interne n)
Fraction C36-C40	mg/kg Ms	<2		Méthode interne n)
<b>Polychlorobiphényles</b>				
PCB (28)	mg/kg Ms	<0,001		Méthode interne
PCB (52)	mg/kg Ms	<0,001		Méthode interne
PCB (101)	mg/kg Ms	<0,001		Méthode interne
PCB (118)	mg/kg Ms	<0,001		Méthode interne
PCB (138)	mg/kg Ms	0,001		Méthode interne
PCB (153)	mg/kg Ms	0,001		Méthode interne
PCB (180)	mg/kg Ms	0,001		Méthode interne
Somme PCB (STI) (ASE)	mg/kg Ms	0,003 x)		Méthode interne
Somme 7 PCB (Ballschmitter)	mg/kg Ms	0,003 x)		Méthode interne
<b>Analyses sur éluat après lixiviation</b>				
L/S cumulé	ml/g	10,0		selon norme lixiviation
Conductivité électrique	µS/cm	59,5		selon norme lixiviation
pH		8,9		selon norme lixiviation
Température	°C	20,0		selon norme lixiviation
<b>Analyses Physico-chimiques sur éluats</b>				
Résidu à sec	mg/l	<100		Équivalent à NF EN ISO 15216
Indice phénol	mg/l	<0,010		EN-ISO 16192
Chlorures (Cl)	mg/l	1,3		Équivalent à EN-ISO 10304-1, équivalent à EN-ISO 15682
Sulfates (SO4)	mg/l	<5,0		Équivalent à ISO 22743
COT	mg/l	2,5		conforme EN 16192
Fluorures (F)	mg/l	0,7		Conforme à ISO 10359-1, conforme à EN 16192
<b>Metaux sur éluats</b>				
Antimoine (Sb)	µg/l	<5,0		Conforme NEN-EN-ISO 17294-2
Arsenic (As)	µg/l	<5,0		Conforme NEN-EN-ISO 17294-2
Baryum (Ba)	µg/l	<10		Conforme NEN-EN-ISO 17294-2
Cadmium (Cd)	µg/l	<0,1		Conforme NEN-EN-ISO 17294-2
Chrome (Cr)	µg/l	2,5		Conforme NEN-EN-ISO 17294-2
Cuivre (Cu)	µg/l	9,7		Conforme NEN-EN-ISO 17294-2
Mercuré (Hg)	µg/l	<0,03		EN 16192
Molybdène (Mo)	µg/l	<5,0		Conforme NEN-EN-ISO 17294-2
Nickel (Ni)	µg/l	<5,0		Conforme NEN-EN-ISO 17294-2
Plomb (Pb)	µg/l	<5,0		Conforme NEN-EN-ISO 17294-2
Sélénium (Se)	µg/l	<5,0		Conforme NEN-EN-ISO 17294-2
Zinc (Zn)	µg/l	5,8		Conforme NEN-EN-ISO 17294-2
<b>Autres analyses</b>				
Antimoine cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	0 - 0,05		n)
Arsenic cumulé (var. L/S - A)	mg/kg Ms	0 - 0,05		n)
Baryum cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	0 - 0,1		n)

DOC-13-886375-FR-P2

Kamer van Koophandel Directeur  
 Nr. 08110898 ppa. Elly van Bakergem  
 VAT/BTW-ID-Nr.: Dr. Paul Wimmer  
 NL 811132559 B01

page 2 de 3



# Analyse multi-échelle de l'influence d'un sable de fonderie chimique sur les propriétés mécaniques de matériaux cimentaires

## AL-West B.V.

Dortmundstraat 16B, 7418 BH Deventer, the Netherlands  
Postbus 693, 7400 AR Deventer  
Tel. +31(0)570 788110. Fax +31(0)570 788108  
e-Mail: info@al-west.nl, www.al-west.nl



Date 23.09.2016

N° Client 35004530

### RAPPORT D'ANALYSES 608513 - 705654

Spécification des échantillons 01 10 001

	Unité	Résultat	Limite	Méthode
Cadmium cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	0 - 0,001		n)
Chlorures cumulé (var. L/S - A)	mg/kg Ms	13		n)
Chrome cumulé (var. L/S - A)	mg/kg Ms	0,03		n)
COT cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	25		selon norme lixiviation n)
Cuivre cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	0,10		n)
Fluorures cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	7,0		selon norme lixiviation n)
Fraction soluble cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	0 - 1000		n)
Indice <del>phéno</del> cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	0 - 0,1		n)
Masse échantillon total < 2 kg	kg	* 0,71		
Mercure cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	0 - 0,0003		n)
Molybdène cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	0 - 0,05		n)
Nickel cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	0 - 0,05		n)
Plomb cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	0 - 0,05		n)
Sélénium cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	0 - 0,05		n)
Sulfates cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	0 - 50		n)
Zinc cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	0,06		n)

x) Les résultats ne tiennent pas compte des teneurs en dessous des seuils de quantification.

Explication: dans la colonne de résultats "<" signifie inférieur à la limite de quantification; n.d. signifie non déterminé.

Les résultats des analyses marqués par \* sont rapportés à la quantité de matière brute. Tous les autres résultats sont rapportés à la quantité de matière sèche.

n) Non accrédité

Il existe une différence observée avec le guide méthodologique : le poids de l' échantillon est inférieur à 2 kg.

AL-West B.V. Mme Delphine Colin, Tel. +33/380681935

Chargée relation clientèle

Début des analyses: 16.09.2016

Fin des analyses: 23.09.2016

Les résultats d'analyses ne concernent que ces échantillons soumis à essai. La qualité du résultat rendu est contrôlée et validée, mais la pertinence en est difficilement vérifiable car le laboratoire n'a pas connaissance du contexte du site, de l'historique de l'échantillon. .

## VIII.4. Caractérisation du mélange de sables de fonderie avant stockage : sable 2 (IKOS)

### AL-West B.V.

Dortmundstraat 16B, 7418 BH Deventer, the Netherlands  
Postbus 693, 7400 AR Deventer  
Tel. +31(0)570 788110, Fax +31(0)570 788108  
e-Mail: info@al-west.nl, www.al-west.nl



IKOS SOL MEIX  
Madame LEFEBVRE  
ZI DU MANOIR  
76340 BLANGY SUR BRESLE  
FRANCE

Date 23.09.2016  
N° Client 35004530

### RAPPORT D'ANALYSES 608513 - 705655

N° Cde 608513 S33 / 23302256  
N° échant. 705655 Solide / Eluat  
Date de validation 16.09.2016  
Prélèvement Inconnu  
Prélèvement par. Client  
Spécification des échantillons 01 10 003

	Unité	Résultat	Limite	Méthode
<b>Lixiviation</b>				
Lixiviation (EN 12457-2)		*		NF EN 12457-2
<b>Prétraitement des échantillons</b>				
Matière sèche	%	*	99,8	ISO11465; EN12880
<b>Analyses Physico-chimiques</b>				
pH-H2O		*	9,1	cf. NEN-ISO 10390 (sol uniquement)
COT Carbone Organique Total	mg/kg Ms		6900	conforme ISO 10694
<b>HAP</b>				
Acénaphthylène	mg/kg Ms	<0,050		méthode interne
Acénaphthène	mg/kg Ms	<0,050		méthode interne
Fluorène	mg/kg Ms	<0,050		méthode interne
Pyréne	mg/kg Ms	<0,050		méthode interne
Benzo(b)fluoranthène	mg/kg Ms	<0,050		méthode interne
Dibenzo(a,h)anthracène	mg/kg Ms	<0,050		méthode interne
Anthracène	mg/kg Ms	<0,050		méthode interne
Benzo(a)anthracène	mg/kg Ms	<0,050		méthode interne
Benzo(a)pyréne	mg/kg Ms	<0,050		méthode interne
Benzo(g,h,i)perylnène	mg/kg Ms	<0,050		méthode interne
Benzo(k)fluoranthène	mg/kg Ms	<0,050		méthode interne
Chrysène	mg/kg Ms	<0,050		méthode interne
Fluoranthène	mg/kg Ms	0,058		méthode interne
Indéno(1,2,3-cd)pyréne	mg/kg Ms	<0,050		méthode interne
Naphtalène	mg/kg Ms	0,19		méthode interne
Phénanthrène	mg/kg Ms	<0,050		méthode interne
HAP (6 Borneff) - somme	mg/kg Ms	0,06 <sup>*)</sup>		méthode interne
Somme HAP (VROM)	mg/kg Ms	0,25 <sup>*)</sup>		méthode interne
HAP (EPA) - somme	mg/kg Ms	0,25 <sup>*)</sup>		méthode interne
<b>Composés aromatiques</b>				
Benzène	mg/kg Ms	<0,050		ISO 22155
Toluène	mg/kg Ms	<0,050		ISO 22155
Ethylbenzène	mg/kg Ms	<0,050		ISO 22155
m,p-Xylène	mg/kg Ms	<0,10		ISO 22155
o-Xylène	mg/kg Ms	<0,050		ISO 22155
Somme Xylènes	mg/kg Ms	n.d.		ISO 22155
BTX total	mg/kg Ms	n.d.		ISO 22155 <sup>*)</sup>

ZDC-1488275/FR-AN

Kamer van Koophandel Directeur  
Nr. 08110838 ppa. Ely van Bakergem  
VAT/BTW-ID-Nr.: Dr. Paul Wimmer  
NL 811132559 B01

page 1 de 3



**Analyse multi-échelle de l'influence d'un sable de fonderie chimique sur les propriétés mécaniques de matériaux cimentaires**

**AL-West B.V.**

Dortmundstraat 16B, 7418 BH Deventer, the Netherlands  
 Postbus 693, 7400 AR Deventer  
 Tel. +31(0)570 788110, Fax +31(0)570 788108  
 e-Mail: info@al-west.nl, www.al-west.nl



Date 23.09.2016

N° Client 35004530

**RAPPORT D'ANALYSES 608513 - 705655**

Spécification des échantillons 01 10 003

	Unité	Résultat	Limite	Méthode
<b>Hydrocarbures totaux</b>				
Hydrocarbures totaux C10-C40	mg/kg Ms	47		Méthode interne
Fraction C10-C12	mg/kg Ms	30		Méthode interne <sup>(1)</sup>
Fraction C12-C16	mg/kg Ms	<4		Méthode interne <sup>(1)</sup>
Fraction C16-C20	mg/kg Ms	2		Méthode interne <sup>(1)</sup>
Fraction C20-C24	mg/kg Ms	3		Méthode interne <sup>(1)</sup>
Fraction C24-C28	mg/kg Ms	5		Méthode interne <sup>(1)</sup>
Fraction C28-C32	mg/kg Ms	4		Méthode interne <sup>(1)</sup>
Fraction C32-C36	mg/kg Ms	2		Méthode interne <sup>(1)</sup>
Fraction C36-C40	mg/kg Ms	<2		Méthode interne <sup>(1)</sup>
<b>Polychlorobiphényles</b>				
PCB (28)	mg/kg Ms	<0,001		Méthode interne
PCB (52)	mg/kg Ms	<0,001		Méthode interne
PCB (101)	mg/kg Ms	<0,001		Méthode interne
PCB (118)	mg/kg Ms	<0,001		Méthode interne
PCB (138)	mg/kg Ms	0,001		Méthode interne
PCB (153)	mg/kg Ms	0,001		Méthode interne
PCB (180)	mg/kg Ms	0,002		Méthode interne
Somme PCB (STI) (ASE)	mg/kg Ms	0,004 <sup>(2)</sup>		Méthode interne
Somme 7 PCB (Ballschmiter)	mg/kg Ms	0,004 <sup>(3)</sup>		Méthode interne
<b>Analyses sur éluat après lixiviation</b>				
L/S cumulé	ml/g	10,0		selon norme lixiviation
Conductivité électrique	µS/cm	58,6		selon norme lixiviation
pH		8,6		selon norme lixiviation
Température	°C	19,6		selon norme lixiviation
<b>Analyses Physico-chimiques sur éluats</b>				
Résidu à sec	mg/l	<100		Equivalent à NF EN ISO 15216
Indice phénol	mg/l	<0,010		EN-ISO 16192
Chlorures (Cl)	mg/l	1,1		Equivalent à EN-ISO 10304-1, équivalent à EN-ISO 15682
Sulfates (SO4)	mg/l	<5,0		Equivalent à ISO 22743
COT	mg/l	2,6		conforme EN 16192
Fluorures (F)	mg/l	0,8		Conforme à ISO 10359-1, conforme à EN 16192
<b>Metaux sur éluats</b>				
Antimoine (Sb)	µg/l	<5,0		Conforme NEN-EN-ISO 17294-2
Arsenic (As)	µg/l	<5,0		Conforme NEN-EN-ISO 17294-2
Baryum (Ba)	µg/l	<10		Conforme NEN-EN-ISO 17294-2
Cadmium (Cd)	µg/l	<0,1		Conforme NEN-EN-ISO 17294-2
Chrome (Cr)	µg/l	4,9		Conforme NEN-EN-ISO 17294-2
Cuivre (Cu)	µg/l	9,8		Conforme NEN-EN-ISO 17294-2
Mercuré (Hg)	µg/l	<0,03		EN 16192
Molybdène (Mo)	µg/l	<5,0		Conforme NEN-EN-ISO 17294-2
Nickel (Ni)	µg/l	<5,0		Conforme NEN-EN-ISO 17294-2
Plomb (Pb)	µg/l	<5,0		Conforme NEN-EN-ISO 17294-2
Sélénium (Se)	µg/l	<5,0		Conforme NEN-EN-ISO 17294-2
Zinc (Zn)	µg/l	6,5		Conforme NEN-EN-ISO 17294-2
<b>Autres analyses</b>				
Antimoine cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	0 - 0,05		<sup>(1)</sup>
Arsenic cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	0 - 0,05		<sup>(1)</sup>
Baryum cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	0 - 0,1		<sup>(1)</sup>

ZDC-CLASSIFIED-01-16

Kamer van Koophandel Directeur  
 Nr. 08110898 ppa. Ely van Bakergem  
 VAT/BTW-ID-Nr.: Dr. Paul Wimmer  
 NL 811132559 B01

page 2 de 3



**AL-West B.V.**

Dortmundstraat 16B, 7418 BH Deventer, the Netherlands  
 Postbus 693, 7400 AR Deventer  
 Tel. +31(0)570 788110, Fax +31(0)570 788108  
 e-Mail: info@al-west.nl, www.al-west.nl



Date 23.09.2016  
 N° Client 35004530

**RAPPORT D'ANALYSES 608513 - 705655**Spécification des échantillons **01 10 003**

	Unité	Résultat	Limite	Méthode	
Cadmium cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	0 - 0,001			n)
Chlorures cumulé (var. L/S - A)	mg/kg Ms	11			n)
Chrome cumulé (var. L/S - A)	mg/kg Ms	0,05			n)
COT cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	26		selon norme Ibdviation	n)
Cuivre cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	0,10			n)
Fluorures cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	8,0		selon norme Ibdviation	n)
Fraction soluble cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	0 - 1000			n)
Indice phénol cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	0 - 0,1			n)
Masse échantillon total < 2 kg	kg	* 0,72			
Mercurure cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	0 - 0,0003			n)
Molybdène cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	0 - 0,05			n)
Nickel cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	0 - 0,05			n)
Plomb cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	0 - 0,05			n)
Sélénium cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	0 - 0,05			n)
Sulfates cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	0 - 50			n)
Zinc cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	0,07			n)

x) Les résultats ne tiennent pas compte des teneurs en dessous des seuils de quantification.  
 Explication: dans la colonne de résultats "<-" signifie inférieur à la limite de quantification; n.d. signifie non déterminé.

Les résultats des analyses marqués par \* sont rapportés à la quantité de matière brute. Tous les autres résultats sont rapportés à la quantité de matière sèche.

n) Non accrédité

Il existe une différence observée avec le guide méthodologique : le poids de l' échantillon est inférieur à 2 kg.

**AL-West B.V. Mme Delphine Colin, Tel. +33/380681935**

**Chargée relation clientèle**

Début des analyses: 16.09.2016

Fin des analyses: 23.09.2016

Les résultats d'analyses ne concernent que ces échantillons soumis à essai. La qualité du résultat rendu est contrôlée et validée, mais la pertinence en est difficilement vérifiable car le laboratoire n'a pas connaissance du contexte du site, de l'historique de l'échantillon. .

## VIII.5. Caractérisation du mélange de sables de fonderie avant stockage : sable 3 (IKOS)

### AL-West B.V.

Dortmundstraat 16B, 7418 BH Deventer, the Netherlands  
Postbus 693, 7400 AR Deventer  
Tel. +31(0)570 788110, Fax +31(0)570 788108  
e-Mail: info@al-west.nl, www.al-west.nl



IKOS SOL MEIX  
Madame LEFEBVRE  
ZI DU MANOIR  
78340 BLANGY SUR BRESLE  
FRANCE

Date 23.09.2016

N° Client 35004530

### RAPPORT D'ANALYSES 608513 - 705656

N° Cde 608513 S33 / 23302256  
N° échant. 705656 Solide / Eluat  
Date de validation 16.09.2016  
Prélèvement Inconnu  
Prélèvement par: Client  
Spécification des échantillons 01 10 004

	Unité	Résultat	Limite	Méthode
<b>Lixiviation</b>				
Lixiviation (EN 12457-2)		*		NF EN 12457-2
<b>Prétraitement des échantillons</b>				
Matière sèche	%	* 99,8		ISO11465; EN12880
<b>Analyses Physico-chimiques</b>				
pH-H2O		* 9,0		Cf. NEN-ISO 10390 (soi uniquement)
COT Carbone Organique Total	mg/kg Ms	8000		conforme ISO 10694
<b>HAP</b>				
Acénaphylène	mg/kg Ms	<0,050		méthode interne
Acénaphène	mg/kg Ms	<0,050		méthode interne
Fluorène	mg/kg Ms	<0,050		méthode interne
Pyrène	mg/kg Ms	<0,050		méthode interne
Benzo(b)fluoranthène	mg/kg Ms	<0,050		méthode interne
Dibenzo(a,h)anthracène	mg/kg Ms	<0,050		méthode interne
Anthracène	mg/kg Ms	<0,050		méthode interne
Benzo(a)anthracène	mg/kg Ms	<0,050		méthode interne
Benzo(a)pyrène	mg/kg Ms	<0,050		méthode interne
Benzo(g,h,i)peryène	mg/kg Ms	<0,050		méthode interne
Benzo(k)fluoranthène	mg/kg Ms	<0,050		méthode interne
Chrysène	mg/kg Ms	<0,050		méthode interne
Fluoranthène	mg/kg Ms	<0,050		méthode interne
Indéno(1,2,3-cd)pyrène	mg/kg Ms	<0,050		méthode interne
Naphtalène	mg/kg Ms	0,22		méthode interne
Phénanthrène	mg/kg Ms	<0,050		méthode interne
HAP (6 Borneff) - somme	mg/kg Ms	n.d.		méthode interne
Somme HAP (VROM)	mg/kg Ms	0,22 <sup>1)</sup>		méthode interne
HAP (EPA) - somme	mg/kg Ms	0,22 <sup>1)</sup>		méthode interne
<b>Composés aromatiques</b>				
Benzène	mg/kg Ms	<0,050		ISO 22155
Toluène	mg/kg Ms	<0,050		ISO 22155
Ethylbenzène	mg/kg Ms	<0,050		ISO 22155
m.p-Xylène	mg/kg Ms	<0,10		ISO 22155
o-Xylène	mg/kg Ms	<0,050		ISO 22155
Somme Xylènes	mg/kg Ms	n.d.		ISO 22155
BTX total	mg/kg Ms	n.d.		ISO 22155 <sup>1)</sup>

DOC-CLASSIFICATION

Kamer van Koophandel Directeur  
Nr. 08110898 ppa. Ely van Bakergem  
VAT/BTW-ID-Nr.: Dr. Paul Wimmer  
NL 811132559 B01

page 1 de 3



**AL-West B.V.**

Dortmundstraat 16B, 7418 BH Deventer, the Netherlands  
 Postbus 693, 7400 AR Deventer  
 Tel. +31(0)570 788110, Fax +31(0)570 788108  
 e-Mail: info@al-west.nl, www.al-west.nl



Date 23.09.2018

N° Client 35004530

**RAPPORT D'ANALYSES 608513 - 705656**

Spécification des échantillons 01 10 004

	Unité	Résultat	Limite	Méthode
<b>Hydrocarbures totaux</b>				
Hydrocarbures totaux C10-C40	mg/kg Ms	49		Méthode interne
Fraction C10-C12	mg/kg Ms	29		Méthode interne <sup>(1)</sup>
Fraction C12-C16	mg/kg Ms	<4		Méthode interne <sup>(1)</sup>
Fraction C16-C20	mg/kg Ms	3		Méthode interne <sup>(1)</sup>
Fraction C20-C24	mg/kg Ms	3		Méthode interne <sup>(1)</sup>
Fraction C24-C28	mg/kg Ms	5		Méthode interne <sup>(1)</sup>
Fraction C28-C32	mg/kg Ms	5		Méthode interne <sup>(1)</sup>
Fraction C32-C36	mg/kg Ms	3		Méthode interne <sup>(1)</sup>
Fraction C36-C40	mg/kg Ms	<2		Méthode interne <sup>(1)</sup>
<b>Polychlorobiphényles</b>				
PCB (28)	mg/kg Ms	<0,001		Méthode interne
PCB (52)	mg/kg Ms	<0,001		Méthode interne
PCB (101)	mg/kg Ms	0,001		Méthode interne
PCB (118)	mg/kg Ms	<0,001		Méthode interne
PCB (138)	mg/kg Ms	0,002		Méthode interne
PCB (153)	mg/kg Ms	0,002		Méthode interne
PCB (180)	mg/kg Ms	0,002		Méthode interne
Somme PCB (STI) (ASE)	mg/kg Ms	0,007 <sup>(2)</sup>		Méthode interne
Somme 7 PCB (Ballschmiter)	mg/kg Ms	0,007 <sup>(3)</sup>		Méthode interne
<b>Analyses sur éluat après lixiviation</b>				
L/S cumulé	ml/g	10,0		selon norme lixiviation
Conductivité électrique	µS/cm	56,5		selon norme lixiviation
pH		8,6		selon norme lixiviation
Température	°C	19,4		selon norme lixiviation
<b>Analyses Physico-chimiques sur éluats</b>				
Résidu à sec	mg/l	<100		Equivalent à NF EN ISO 15216
Indice phénol	mg/l	<0,010		EN-ISO 16192
Chlorures (Cl)	mg/l	0,9		Equivalent à EN-ISO 10304-1, équivalent à EN-ISO 15682
Sulfates (SO4)	mg/l	<5,0		Equivalent à ISO 22743
COT	mg/l	2,1		conforme EN 16192
Fluorures (F)	mg/l	0,8		Conforme à ISO 10359-1, conforme à EN 16192
<b>Metaux sur éluats</b>				
Antimoine (Sb)	µg/l	<5,0		Conforme NEN-EN-ISO 17294-2
Arsenic (As)	µg/l	<5,0		Conforme NEN-EN-ISO 17294-2
Baryum (Ba)	µg/l	<10		Conforme NEN-EN-ISO 17294-2
Cadmium (Cd)	µg/l	<0,1		Conforme NEN-EN-ISO 17294-2
Chrome (Cr)	µg/l	<2,0		Conforme NEN-EN-ISO 17294-2
Cuivre (Cu)	µg/l	7,5		Conforme NEN-EN-ISO 17294-2
Mercure (Hg)	µg/l	<0,03		EN 16192
Molybdène (Mo)	µg/l	<5,0		Conforme NEN-EN-ISO 17294-2
Nickel (Ni)	µg/l	<5,0		Conforme NEN-EN-ISO 17294-2
Plomb (Pb)	µg/l	<5,0		Conforme NEN-EN-ISO 17294-2
Sélénium (Se)	µg/l	<5,0		Conforme NEN-EN-ISO 17294-2
Zinc (Zn)	µg/l	2,9		Conforme NEN-EN-ISO 17294-2
<b>Autres analyses</b>				
Antimoine cumulé (var. L/S - A)	mg/kg Ms	0 - 0,05		<sup>(1)</sup>
Arsenic cumulé (var. L/S - A)	mg/kg Ms	0 - 0,05		<sup>(1)</sup>
Baryum cumulé (var. L/S - A)	mg/kg Ms	0 - 0,1		<sup>(1)</sup>

ZDC-13488374/01-08

Kamer van Koophandel Directeur  
 Nr. 08110898 ppa. Ely van Balkergem  
 VAT/BTW-ID-Nr.: Dr. Paul Wimmer  
 NL 811132559 B01

page 2 de 3



# Analyse multi-échelle de l'influence d'un sable de fonderie chimique sur les propriétés mécaniques de matériaux cimentaires

## AL-West B.V.

Dortmundstraat 16B, 7418 BH Deventer, the Netherlands  
Postbus 693, 7400 AR Deventer  
Tel. +31(0)570 788110, Fax +31(0)570 788108  
e-Mail: info@al-west.nl, www.al-west.nl



Date 23.09.2016

N° Client 35004530

### RAPPORT D'ANALYSES 608513 - 705656

Spécification des échantillons 01 10 004

	Unité	Résultat	Limite	Méthode	
Cadmium cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	0 - 0,001			n)
Chlorures cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	<10			n)
Chrome cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	0 - 0,02			n)
COT cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	21		selon norme Ibdviation	n)
Cuivre cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	0,08			n)
Fluorures cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	8,0		selon norme Ibdviation	n)
Fraction soluble cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	0 - 1000			n)
Indice phénol cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	0 - 0,1			n)
Masse échantillon total < 2 kg	kg	* 0,72			
Mercure cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	0 - 0,0003			n)
Molybdène cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	0 - 0,05			n)
Nickel cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	0 - 0,05			n)
Plomb cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	0 - 0,05			n)
Sélénium cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	0 - 0,05			n)
Sulfates cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	0 - 50			n)
Zinc cumulé (var. L/S- A)	mg/kg Ms	0,03			n)

x) Les résultats ne tiennent pas compte des teneurs en dessous des seuils de quantification.

Explication: dans la colonne de résultats "\*" signifie inférieur à la limite de quantification; n.d. signifie non déterminé.

Les résultats des analyses marqués par \* sont rapportés à la quantité de matière brute. Tous les autres résultats sont rapportés à la quantité de matière sèche.

n) Non accrédité

Il existe une différence observée avec le guide méthodologique : le poids de l'échantillon est inférieur à 2 kg.

AL-West B.V. Mme Delphine Colin, Tel. +33/380681935

Chargée relation clientèle

Début des analyses: 16.09.2016

Fin des analyses: 23.09.2016

Les résultats d'analyses ne concernent que ces échantillons soumis à essai. La qualité du résultat rendu est contrôlée et validée, mais la pertinence en est difficilement vérifiable car le laboratoire n'a pas connaissance du contexte du site, de l'historique de l'échantillon.



## Analyse multi-échelle de l'influence d'un sable de fonderie chimique sur les propriétés mécaniques de matériaux cimentaires

### Résumé

L'objectif de ce travail est d'analyser l'influence d'un sable de fonderie chimique utilisé sur les propriétés mécaniques des matériaux cimentaires pour une meilleure valorisation de ce type de déchet dans les bétons.

La caractérisation du sable de fonderie a mis en évidence les paramètres pouvant influencer sur les propriétés mécaniques des matériaux cimentaires. L'effet du déchet sur leurs résistances en compression et en flexion a été déterminé à différentes échelles. Deux procédures originales basées sur le couplage des essais mécaniques avec la corrélation d'images numériques ont été développées pour déterminer l'influence de ce sable sur le module d'élasticité ainsi que le processus d'endommagement de mortiers. L'analyse de l'effet des paramètres influents a été réalisée à différentes échelles et concerne leur influence sur différentes propriétés physico-chimiques des matériaux cimentaires liées aux propriétés mécaniques : demande en eau, porosimétrie, hydratation et microstructure.

**Mots-clés** : béton, recyclage, éco-conception, corrélation d'images numériques (CIN), caractérisation physico-chimique, caractérisation mécanique

### Abstract

The aim of this work is to analyze the influence of a spent chemical foundry sand on the mechanical properties of cementitious materials for a better valorization of this type of by-product in concretes.

The characterization of the spent foundry sand highlighted the parameters which can affect the mechanical properties of cementitious materials. The impact of the by-product on their compressive and flexural strengths has been investigated at different ages. Two original procedures based on the association of the mechanical tests with digital image correlation (DIC) have been developed to determine the influence of this sand on the modulus of elasticity and the damage process of mortars. The analysis of the effect of the relevant parameters has been performed at different scales and concerns their influence on different physico-chemical properties of cementitious materials related to the mechanical properties: water demand, porosimetry, hydration and microstructure.

**Keywords**: concrete, recycling, eco-conception, digital image correlation (DIC), physico-chemical characterization, mechanical characterization