



Projet National de recherche et développement

## Thème 1

# Estimation du potentiel cimentier des Fines de Béton Concassé (FDD) et des Sables de Béton Concassé (SBC) par incorporation dans le cru

Rédigé par

Cécile Diliberto, André Lecomte, Jean-Michel Mechling

Institut Jean Lamour (Université de Lorraine)

R/14/RECY/007  
LC/13/RECY/24  
Septembre 2014

Site internet : [www.pnrecybeton.fr](http://www.pnrecybeton.fr)

Président : Jacques ROUDIER

Directeur : Horacio COLINA

Directeur Scientifique : François DE LARRARD

Gestion administrative et financière : IREX, 9 rue de Berri 75008 PARIS, [contact@irex.asso.fr](mailto:contact@irex.asso.fr)



Projet National de recherche et développement

## FICHE SIGNALÉTIQUE

TITRE : Estimation du potentiel cimentier des Fines de Béton Concassé (FDD) et des Sables de Béton Concassé (SBC) par incorporation dans le cru
RAPPORT N° : R/14/RECY/007
DATE D'ETABLISSEMENT : Septembre 2014
AUTEUR(S) : Cécile Diliberto, André Lecomte, Jean-Michel Mechling
ORGANISME(S) CHARGE(S) DE L'ACTION : IJL (Université de Lorraine)
THEME DE RATTACHEMENT : 1
LETTRE DE COMMANDE : LC/13/RECY/24

Site internet : [www.pnrecybeton.fr](http://www.pnrecybeton.fr)

Président : Jacques ROUDIER

Directeur : Horacio COLINA

Directeur Scientifique : François DE LARRARD

Gestion administrative et financière : IREX ([www.irex.asso.fr](http://www.irex.asso.fr)), 9 rue de Berri 75008 PARIS, [contact@irex.asso.fr](mailto:contact@irex.asso.fr), tél. : 01 44 13 32 79



## Sommaire

INTRODUCTION GENERALE.....	5
MATERIAUX.....	9
I - Granularité.....	11
I - 1. Cas des sables.....	11
I - 2. Cas des fines de dépoussiérage.....	13
II - Propriétés physiques.....	13
II - 1. Teneur en eau (w).....	13
II - 2. Masse volumique absolue ( $\rho_A$ ).....	14
II - 3. Séparation des coupures.....	14
III - Analyses chimiques et minéralogiques.....	16
III - 1. Mesure de la teneur en carbonates de calcium par calcimétrie.....	16
III - 2. Analyse chimique par fluorescence X.....	17
III - 3. Observation des échantillons par microscopie optique sur lames minces.....	19
III - 4. Analyse minéralogique par diffraction des rayons X.....	27
III - 5. Analyses thermiques.....	30
IV - Observation morphologique par Microscopie Electronique à Balayage (MEB).....	33
V - Etude de la broyabilité.....	35
VI - Finesse Blaine des sables broyés.....	37
VII - Analyse des ajouts minéraux et des correcteurs de crus.....	37
VIII - Conclusion.....	42
FORMULATION DES CLINKERS.....	44
I - Préparation des crus.....	44
I - 1. Composition des mélanges, paramètres pertinents.....	44
I - 2. Préparation des crus.....	48
I - 3. Cuisson des crus.....	48
II - Substitution de l'argile par les SBC.....	49
II - 1. Analyse par fluorescence X.....	50
II - 2. Analyses thermiques.....	51
II - 3. Aptitude à la cuisson.....	53



---

II - 4. Analyse par diffraction des rayons X.....	55
II - 5. Analyse par microscopie électronique à balayage : MEB.....	60
III - Substitution du maigre par les SBC .....	67
III -1. Aptitude à la cuisson.....	68
III - 2. Analyse par diffraction des rayons X.....	69
IV - Substitution du maigre et de l'argile par les SBC.....	73
IV- 1. Aptitude à la cuisson.....	74
IV – 2. Caractérisation minéralogique .....	75
RESUME, CONCLUSION.....	80

## INTRODUCTION GENERALE

Cette étude s'inscrit dans le cadre du Projet National (PN) de Recherche et Développement Recybéton (le RECYclage complet des BETONs), qui regroupe plusieurs partenaires universitaires, institutionnels et privés. Le programme de ce PN vise principalement à démontrer et à garantir la faisabilité de l'usage des granulats de béton recyclé GBR en application béton (en substitution des granulats et/ou des additions minérales) mais également à valoriser les fractions les plus fines dans le domaine des ciments, comme addition au cru ou au clinker.

Rappelons brièvement les objectifs du PN Recybéton :

- ✓ Exploiter les matériaux de déconstruction pour limiter l'utilisation des ressources naturelles dont l'accès devient de plus en plus difficile,
- ✓ Diminuer les émissions de gaz à effet de serre,
- ✓ Réduire le transport des granulats,
- ✓ Réduire la consommation énergétique,
- ✓ Utiliser rationnellement les ressources naturelles,
- ✓ Valoriser les matériaux de déconstruction pour limiter, voire éliminer leur mise en décharge.

L'action ici concernée correspond au thème 1.2 du PN dont l'intitulé est « Estimation du potentiel cimentier des FBC (Fines de Béton Concassés) par incorporation dans le cru ».

Dès le début de l'étude, il s'est avéré que les plateformes de recyclage des bétons, du moins celles qui participent au programme, ne produisaient pas de FBC, soit parce que leurs GBR en possèdent « naturellement » peu, soit parce que l'exploitant préfère ne pas les séparer des sables, faute de l'existence d'un marché approprié.

A défaut de ressources industriellement disponibles, l'étude s'est alors recentrée sur « l'estimation du potentiel cimentier des SBC (Sables de Béton Concassé) par incorporation dans le cru ».

Deux arguments peuvent venir étayer et valider ce « choix circonstanciel » :

- la fraction fine des GBR se trouve dans les sables (SBC). De ce fait, elle fait bien partie de l'étude ;
- les SBC contiennent a priori la plus forte fraction de l'ancien ciment. De ce fait :
  - o ils posent souvent plus de difficultés de réutilisation dans les bétons que les gravillons de bétons recyclés, à cause de leur plus forte porosité,
  - o leur potentiel de valorisation dans les ciments est également intéressant, comparativement à des FBC (refaire du ciment avec du ciment).

L'étude et la validation sur le plan scientifique de l'incorporation de SBC dans le cru cimentier s'avère donc être aussi digne d'intérêt pour le PN, puisqu'elle peut permettre de proposer un autre débouché économiquement intéressant pour ces produits.

Par ailleurs, un échantillon de fines de dépoussiérage FDD récupérées par aspiration au-dessus des concasseurs a pu être étudié et comparé aux SBC.

La première partie de ce rapport est consacrée à la caractérisation physico-chimique de quatre sables de béton concassé (SBC), sur différentes fractions granulaires, ainsi que des fines de dépoussiérage.

La seconde partie porte sur la composition et la cuisson de crus incorporant ces produits et sur la caractérisation des clinkers obtenus.

## PREMIERE PARTIE

### CARACTERISATION DES SBC ET FDD



## MATERIAUX

Cette première partie présente les caractéristiques physico-chimiques des différents matériaux utilisés.

Quatre sables de béton concassé (SBC) ont été fournis. Ils proviennent de quatre régions françaises utilisant des granulats naturels « géologiquement » différents :

- Alsace : plateforme Léonhart Recyclage à Rixheim, granulats essentiellement siliceux,
- Ile-de-France : centre de recyclage DLB, Pont-Yblon à Gonesse, granulats silico-calcaires riches en silex,
- Nord-Pas-de-Calais : Recyclage des Matériaux du Nord, Recy-Grand-Nord à Lille, granulats silico-calcaires.
- Rhône-Alpes : carrière de l'Armailler à Bourg-lès-Valence, granulats silico-calcaires.

Malheureusement, aucun SBC de nature majoritairement calcaire, provenant par exemple de la région Provence-Alpes-Côte d'Azur, n'a pu être récupéré.

Environ 700kg de chaque matériau ont été livrés en big-bag sous forme de sables de fraction 0/4 pour ceux provenant d'Alsace et de région parisienne, et de fraction 0/6 pour ceux provenant des régions Nord-Pas-de-Calais et Rhône-Alpes.

Ces sables ont été repérés STB, PRS, LIL et LYN, respectivement.

Une bétonnière de grande capacité a été utilisée pour homogénéiser longuement chaque SBC, en une seule fois, avant de procéder aux analyses. Un quartage n'a alors pas été nécessaire pour sélectionner à la demande les échantillons représentatifs destinés aux essais.

Les sables étaient légèrement humides à réception et ils contenaient (en très faible quantité) certaines impuretés (minérales et organiques) comme du verre, du bois, de la brique, du bitume...

La société Clamens de Villeparisis (région parisienne) a également fourni un échantillon de quelques kilos de fines de dépoussiérage (FDD) récupérées par aspiration au dessus des concasseurs utilisés pour réduire les bétons de démolition. Ces matériaux sont des fillers de couleur claire.

Les figures 1 et 2 présentent l'aspect visuel des différents sables et des fines de dépoussiérage, respectivement.

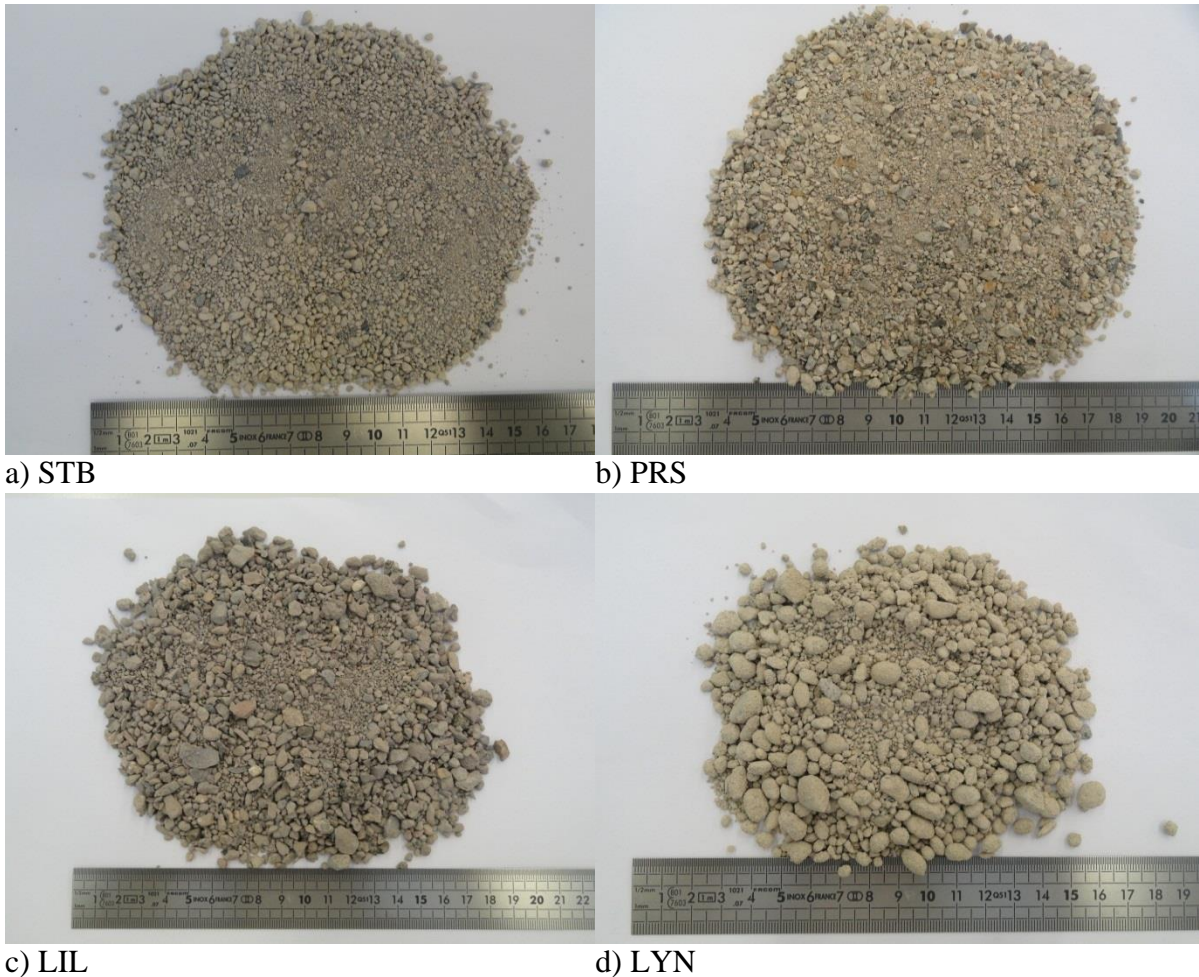


Figure 1 : Aspect visuel des sables de béton concassé SBC

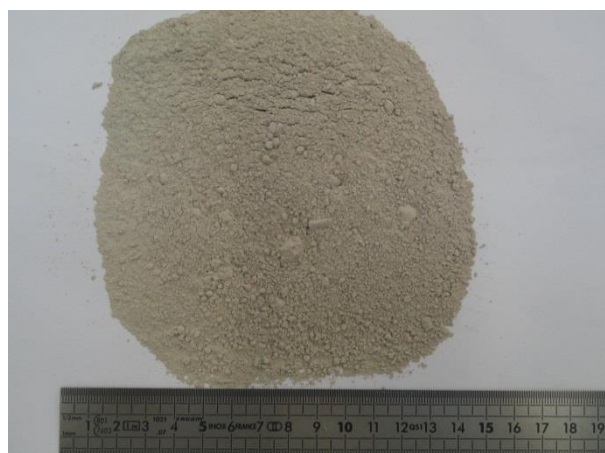


Figure 2 : Aspect visuel des fines de dépoussiérage FDD

## I - Granularité

### I - 1. Cas des sables

L'analyse granulométrique des sables a été réalisée selon la norme NF EN 933-1.

Les sables ont été préalablement séchés à l'étuve pendant 24h (mesure de la masse sèche) avant de procéder à l'analyse granulométrique par voie humide. Les refus obtenus sur chaque tamis ont été séchés à 105°C puis pesés. Les masses sèches cumulées des différents refus sont exprimées en pourcentage de la masse sèche initiale de l'échantillon. Le tableau 1 donne les pourcentages de passants des différents sables et la figure 3 présente les courbes granulométriques des quatre SBC.

	STB (0/4)	PRS (0/4)	LIL (0/6)	LYN (0/6)
Diamètre (mm)	Passant %	Passant %	Passant %	Passant %
0,08	2,25	4,12	3,27	7,21
0,1	2,87	5,09	4,33	8,90
0,125	3,43	5,99	5	10,87
0,16	3,75	6,32	5,13	11,95
0,2	8,14	11,19	7,53	14,56
0,25	10,73	15,79	9,67	16,19
0,315	12,20	20,26	11,8	18,71
0,4	26,47	26,53	16,37	22,49
0,63	38,84	36,85	23,2	29,42
0,8	44,34	42,8	27,43	33,21
1	51,08	49,57	32,72	36,71
1,25	58,61	56,18	37,95	40,13
1,6	67,46	64,15	45,33	44,67
2	76,50	72,73	52,95	49,52
2,5	87,40	81,87	61,63	55,41
3,15	95,39	91,12	70,45	61,77
4	99,31	98,1	78,67	67,80
5	99,66	99,4	88,12	77,71
6,3	99,7	99,65	97,38	90,78
8	100	99,78	99,1	98,66
9	100	100	100	100
10	100	100	100	100

Tableau 1 : Analyses granulométriques des sables



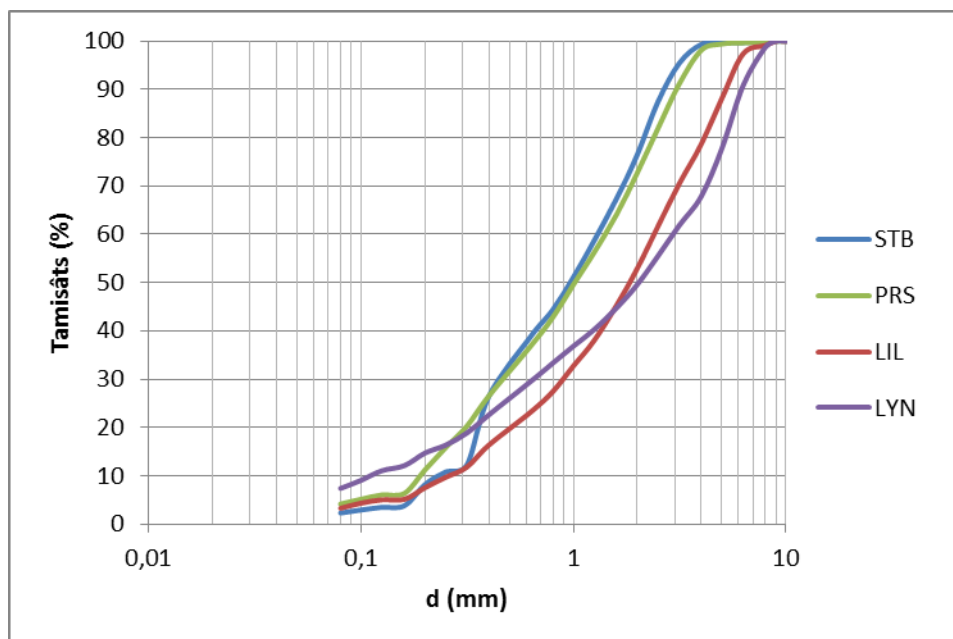


Figure 3 : Courbes granulométriques des SBC

La distribution granulométrique des sables de même fraction (0/4 pour PRS et STB, 0/6 pour LIL et LYN) est sensiblement identique. On peut également noter que les sables contiennent très peu de fines (entre 2,2% et 7,2%), ce qui confirme la faible proportion de FBC dans les GBR, et donc le peu d'intérêt de cette ressource particulière.

Le module de finesse (tableau 2), calculé selon la définition de l'ancienne norme NF P 18-540, est voisin de 3 pour les deux SBC de coupure 0/4 et de 3,7 pour les deux SBC de coupure 0/6. Cette valeur élevée correspond à des sables particulièrement « grossiers », qui s'apparente d'ailleurs plus à une grave 0/D qu'à un sable conventionnel.

SBC	STB 0/4	PRS 0/4	LIL 0/6	LYN 0/6
Mf	2,99	3	3,72	3,66

Tableau 2 : Module de finesse des différents SBC

## I - 2. Cas des fines de dépoussiérage

L'analyse granulométrique des FDD « Clamens » a été réalisée par tamisage à sec pour la fraction supérieure à 80µm et par granulométrie laser voie sèche pour la fraction inférieure à 80µm. La courbe obtenue par combinaison des deux analyses est présentée figure 4.

Les fines de dépoussiérage ont l'aspect d'une poudre très fine. Mais elles présentent cependant un pourcentage de refus à 80 µm non négligeable, dû vraisemblablement à la présence d'amas plus ou moins indurés résultant de l'agglomération des particules avec l'humidité (visibles sur la photo de la figure 2). Ces grains s'effritent sous la pression des doigts.

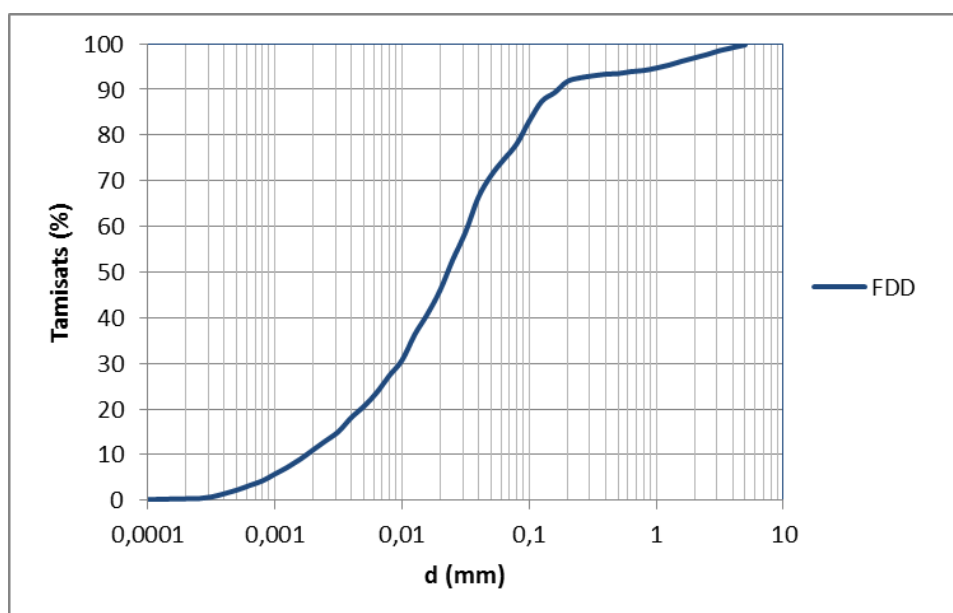


Figure 4 : Courbe granulométrique des FDD Clamens

## II - Propriétés physiques

### II - 1. Teneur en eau (w)

La teneur en eau des SBC et FDD a été déterminée dès leur réception, sur plusieurs prélèvements séchés à 105°C jusqu'à masse constante. Les valeurs correspondantes sont données dans le tableau 3.

Matériaux	STB	PRS	LIL	LYN	FDD
w (%)	7,8	10,2	11,6	3,4	4,7

Tableau 3 : Teneur en eau moyenne des matériaux, à réception

Cette teneur en eau englobe l'eau extérieure aux grains, l'eau absorbée par les gains, et sans doute aussi de l'eau issue de la déshydratation de certains hydrates de la pâte de ciment, à 105°C.

## II - 2. Masse volumique absolue ( $\rho_A$ )

La masse volumique absolue des quatre sables préalablement séchés et finement broyés, et des FDD, a été mesurée à l'aide d'un pycnomètre en présence d'eau distillée.

Le tableau 4 regroupe la moyenne de plusieurs mesures obtenues sur chaque matériau. Les valeurs sont plus faibles que celles connues pour les granulats naturels siliceux ou calcaires constitutifs de ces matériaux (2,6-2,75 g.cm<sup>-3</sup>). C'est donc la présence de la pâte de ciment durcie qui explique cette différence, sachant que les hydrates ont une masse volumique plus faible (2,4 environ pour les CSH [Pearson]). Cette observation est confortée par la valeur obtenue pour les fines de dépoussiérage, composés d'une plus grande quantité de poudre de ciment hydraté (voir plus loin), qui est la plus faible de toutes les valeurs.

Matériaux	STB	PRS	LIL	LYN	FDD
$\rho_A$ (g/cm <sup>3</sup> )	2,525	2,575	2,545	2,485	2,430

Tableau 4 : Masse volumique absolue des différents SBC et des FDD

## II - 3. Séparation des coupures

Les SBC ont été observés à la loupe binoculaire. Les fractions les plus fines font apparaître essentiellement une poudre s'apparentant à de la pâte de ciment hydraté, d'apparence distincte des grains. Les fractions les plus grenues sont essentiellement constituées de granulats naturels. Les fractions intermédiaires se présentent sous forme d'agglomérats (grains minéraux fins collés entre eux par le liant).

A partir de ces observations, quatre catégories différentes de grains ont pu être distinguées dans les matériaux, définies comme suit :

- Catégorie 1 : poudre très fine, constituée majoritairement de pâte de ciment hydraté ;
- Catégorie 2 : grains individuels, grains de sable, monocristaux ;
- Catégorie 3 : grains de sable collés entre eux par un liant, agglomérats ;
- Catégorie 4 : grains grenus, avec peu de pâte adhérente.

Ces catégories ne correspondent pas toutes aux mêmes coupures granulaires, déterminées par comparaisons visuelles à un étalon, comme indiqué sur la figure 5.

Ces observations montrent aussi la présence « d'impuretés » minérales et organiques comme le verre, le bois, la brique, le bitume, etc...

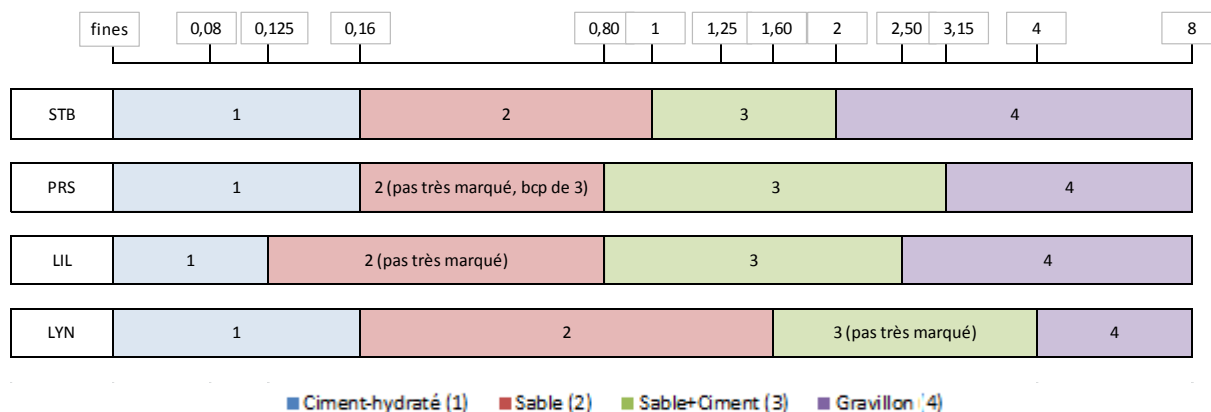


Figure 5 : Présentation des quatre catégories et des coupures correspondantes pour les SBC

A la suite de cette analyse, un échantillon de chaque sable recyclé a été séché à 105°C, puis tamisé selon les coupures correspondant aux catégories 1, 2, 3 et 4 de chaque matériau (cf. figure 6). Le tableau 5 présente les masses des différentes coupures obtenues. Les pourcentages massiques correspondant ont été comparés aux pourcentages déduits de l'analyse granulométrique, pour chaque SBC. On peut constater qu'il n'y a pas de différence notable pour deux prélèvements différents, ce qui confirme l'homogénéité des échantillons.

Les différentes fractions obtenues ont ensuite été analysées pour déterminer leurs caractéristiques minéralogiques et chimiques (DRX, Fluorescence X et microscopie optique sur lames minces).

	SBC STB			SBC PRS			SBC LIL			SBC LYN		
M éch.	1498g			1499g			1553g			1427g		
Catégorie	Coupures (mm)	M (g) refus	%	Coupures (mm)	M (g) refus	%	Coupures (mm)	M (g) refus	%	Coupures (mm)	M (g) refus	%
1	0/0,16	96	4	0/0,16	119	6	0/0,125	60	5	0/0,16	149	10
2	0,16/1	703	47	0,16/1,6	556	37	0,125/0,8	394	23	0,16/1,6	554	39
3	1/2	393	25	1,6/4	698	48	0,8/2,5	531	34	1,6/4	325	23
4	2/D	306	24	4/D	126	9	2,5/D	568	38	4/D	399	28

Tableau 5 : Masses et pourcentage des différentes coupures



Figure 6 : Aspect visuel des différentes coupures

### III - Analyses chimiques et minéralogiques

#### III - 1. Mesure de la teneur en carbonates de calcium par calcimétrie

La teneur en carbonates de calcium de chaque SBC a été déterminée par calcimétrie (attaque à l'acide chlorhydrique). Le tableau 6 présente les teneurs pour les différentes catégories de SBC et pour les FDD.

Catégorie	% CaCO <sub>3</sub>				
	SBC STB	SBC PRS	SBC LIL	SBC LYN	FDD Clamens
1	22,9	36,3	25,6	34	38
2	19,6	26,6	23,7	31,5	
3	23,6	32,4	33	35,3	
4	18,9	30,9	33,6	31,5	

Tableau 6 : Teneurs en carbonates de calcium mesurées par calcimétrie

La teneur en carbonates de calcium la plus importante est celle des fines de dépoussiérage, qui sont (a priori) majoritairement constituées de pâte de ciment hydratée. Manifestement, ces fines ont subi une importante carbonatation, antérieure ou postérieure à leur production. On constate que l'échantillon de SBC le plus riche en moyenne en carbonates de calcium est le sable provenant de la plateforme lyonnaise. Suivent ensuite les sables en provenance de Paris, Lille et enfin Strasbourg. Ces valeurs ne sont pas surprenantes si l'on considère la région d'origine des granulats (silico-calcaire par exemple pour Lyon ou purement siliceux pour Strasbourg). Les valeurs par catégories paraissent également bien corrélées aux observations

microscopiques (i.e. les catégories 1 et 3 les plus riches en pâte de ciment carbonatée présentent les valeurs les plus élevées du matériau), excepté pour Lille où la teneur pour la fraction la plus grosse est la plus élevée. Il pourrait s'agir alors de la « non homogénéité » pétrographique du matériau selon la taille des grains (i.e. plus de carbonates dans les grandes tailles), et/ou d'une plus grande quantité de pâte carbonatée adhérente aux plus gros grains...

### III - 2. Analyse chimique par fluorescence X

L'analyse chimique des éléments majeurs a été faite par fluorescence X, sur les différentes coupures des quatre SBC. Les résultats sont regroupés dans les tableaux 7, 8, 9, et 10.

La silice et l'oxyde de calcium sont les éléments majoritairement rencontrés dans les quatre SBC. La teneur en silice varie entre 42,8% et 55,9%. Cette teneur s'explique par la présence de granulats naturels, essentiellement siliceux, utilisés dans la confection des bétons d'origine. Les valeurs les plus élevées se retrouvent dans les sables STB et PRS. La teneur en CaO est plus faible (entre 20% et 28,1%) et ce sont SBC LYN et SBC LIL qui en contiennent le plus. Les oxydes  $Al_2O_3$  et  $Fe_2O_3$  sont également présents, en proportions moindres. Les autres oxydes sont présents à des teneurs faibles, dans tous les SBC étudiés. Rappelons que ces éléments peuvent provenir des granulats et/ou de la pâte de ciment durcie, qui sont ou peuvent être constitués des mêmes éléments.

Coupures	SBC STB				SBC PRS			
	0/0,16	0,16/1	1/2	2/D	0/0,16	0,16/0,8	0,8/3,15	3,15/D
PAF	18,69	13,93	15,06	15,22	22,99	16,45	18,44	17,87
SiO <sub>2</sub>	47,01	56,09	55,36	55,87	40,58	57,13	52,26	54,47
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5,36	5,25	5,18	4,83	3,64	2,7	2,7	2,39
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,07	1,8	1,78	1,83	1,56	1,07	1,25	1,19
TiO <sub>2</sub>	0,21	0,17	0,17	0,16	0,2	0,11	0,1	0,09
MnO	0,08	0,06	0,06	0,06	0,05	0,04	0,04	0,04
CaO	23,69	20,58	20,31	19,97	28,03	20,52	23,46	22,73
MgO	1,54	1,08	1,06	1	1,1	0,69	0,75	0,74
SO <sub>3</sub>	0,69	0,5	0,5	0,41	0,67	0,46	0,38	0,7
K <sub>2</sub> O	0,98	1,06	1,05	0,98	0,58	0,57	0,57	0,5
Na <sub>2</sub> O	0,5	0,54	0,54	0,53	0,2	0,19	0,19	0,29
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,1	0,09	0,09	0,09	0,09	0,07	0,08	0,06
SrO	0,04	0,04	0,04	0,04	0,05	0,04	0,04	0,03
Total	101	101,22	101,2	101	99,74	100,03	100,24	101,08

Tableaux 7 et 8: Analyse par Fluorescence X des coupures SBC STB et SBC PRS

Coupures	SBC LIL				SBC LYN			
	0/0,125	0,125/0,8	0,8/2,5	2,5/D	0/0,16	0,16/1,6	1,6/4	4/D
PAF	18,78	16,4	19,77	21,12	17,91	18,69	17,8	20,19
SiO <sub>2</sub>	45,69	52,66	44,01	42,79	48,81	47,57	50,04	43,27
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	6,26	4,62	4,94	4,52	6,53	6,02	5,88	6,88
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,42	2,5	2,34	2,12	1,96	1,9	1,66	2,59
TiO <sub>2</sub>	0,35	0,22	0,24	0,21	0,24	0,22	0,18	0,3
MnO	0,12	0,11	0,09	0,04	0,03	0,03	0,03	0,04
CaO	23,21	21,05	25,51	27,01	22,72	23,72	21,85	23,95
MgO	1,17	1,09	1,27	1,17	1,02	0,92	0,75	1,03
SO <sub>3</sub>	0,9	0,71	0,72	0,55	0,25	0,37	0,38	0,52
K <sub>2</sub> O	1,05	0,81	0,87	0,85	1,22	1,17	1,25	1,2
Na <sub>2</sub> O	0,39	0,28	0,32	0,37	0,96	0,86	0,81	0,76
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,17	0,13	0,13	0,13	0,1	0,11	0,09	0,13
SrO	0,05	0,05	0,05	0,04	0,05	0,04	0,04	0,04
Total	101,56	100,63	100,26	100,92	101,8	101,62	100,8	100,9

Tableaux 9 et 10: Analyse par Fluorescence X des coupures SBC LIL et SBC LYN

Si l'on compare les teneurs en silice des différentes coupures d'un même SBC d'origine siliceuse, on constate qu'elles sont plus importantes pour la fraction la plus grande (coupure 4) et la coupure 2, ce qui confirme les hypothèses faites lors de l'observation à la loupe (coupures 4 et 2 constituées majoritairement par des granulats naturels). La teneur en CaO est la plus élevée pour les plus petites fractions (coupure 1), ce qui confirme les résultats trouvés par calcimétrie si l'on considère que le calcium est essentiellement présent sous forme de carbonate. On peut noter également que les pertes au feu sont relativement élevées, même pour les bétons de granulats d'origine plutôt siliceuse (STB), ce qui montre que les bétons sont fortement carbonatés et qui confirme que le calcium est essentiellement présent sous forme de calcite.

Les différences entre teneurs chimiques des quatre fractions d'un même SBC sont parfois significatives. Mais ces différences ne sont pas systématiques, ni ordonnées, de sorte qu'il paraît illusoire à désigner une ou des coupures à exploiter préférentiellement dans les SBC de diverses origines (les coupures par exemple qui présentent le taux d'oxyde de calcium le plus important, convenant mieux pour la confection d'un cru). Par conséquent, pour la suite de l'étude, il a été décidé d'utiliser le matériau dans son intégralité et de ne pas se focaliser sur une coupure particulière.

Le tableau 11 donne la composition chimique par fluorescence X faite sur un nouveau prélèvement des quatre sables ainsi que des fines de dépoussiérage, après broyage et séchage.

	<b>STB</b>	<b>PRS</b>	<b>LIL</b>	<b>LYN</b>	<b>FDD</b>
PAF	17,09	18,06	21,55	20,56	28,93
SiO <sub>2</sub>	57,04	58,45	46,61	47,42	24,06
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4,76	2,47	4,54	5,58	3,84
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,06	1,61	2,85	2,12	1,34
TiO <sub>2</sub>	0,12	0,08	0,19	0,17	0,17
MnO	0,09	0,07	0,12	0,07	0,07
CaO	15,51	17,12	20,66	20,77	38,24
MgO	0,93	0,62	1,18	0,81	1,24
SO <sub>3</sub>	0,35	0,47	0,62	0,39	1,47
K <sub>2</sub> O	0,99	0,47	0,78	1,05	0,35
Na <sub>2</sub> O	0,5	0,15	0,3	0,81	0,13
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,06	0,05	0,14	0,11	0,11
SrO	0,12	0,1	0,12	0,14	0,05
	99,64	99,72	99,66	100	100,00

Tableau 11 : Analyse par fluorescence X des SBC et FDD

A la vue de ce tableau, on peut remarquer que :

- il existe des similitudes de composition chimique entre les SBC STB et les SBC PRS, de même entre les SBC LYN et SBC LIL,
- SBC PRS sont les plus riches en SiO<sub>2</sub> et pauvre en alumine ce qui confirme la présence de silex dans ces bétons,
- SBC LYN et SBC LIL présentent des teneurs en CaO plus élevées et des teneurs en silice plus faibles par rapport au SBC STB et SBC PRS, ce qui s'explique par la nature géologique plutôt silico-calcaire du Rhône et du Nord,
- les quatre SBC présentent des teneurs en Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> faibles,
- FDD Clamens sont plus riches en CaO (38,24 %) et nettement moins riches en silice, ce qui confirme que ces poussières sont riches en pâtes de ciment durci.

### III - 3. Observation des échantillons par microscopie optique sur lames minces

Afin de déterminer la composition minéralogique des différents sables, des échantillons ont été observés par microscopie optique en transmission sur lame mince. Le sable a été placé dans un moule parallélépipédique dans lequel une résine de couleur bleue a été coulée. Le « sucre » obtenu est ensuite poli et collé sur une lame de verre. L'autre face est découpée selon un plan parallèle puis polie jusqu'à arriver à une épaisseur de 30 µm.



Dans une première étape, toutes les lames ont été observées à la même échelle afin d'avoir une description globale et comparative. Ensuite, l'analyse minéralogique a été faite sur les éléments les plus représentatifs.

### ***III - 3.1. Aspect général des différentes coupures***

A titre d'exemple, la description générale des différentes coupures du sable SBC STB est donnée ci-après. L'échelle d'observation est donnée par les dimensions des vues qui sont 3,2 par 2,9 mm (G=40x) et de 2,1 par 1,6 mm (G=100x).

#### **SBC STB 0/160 $\mu$ m (figure 7)**

Les grains sub-anguleux sont essentiellement composés de pâtes de ciment et de grains monocristallins siliceux (quartz essentiellement) et de fragment de calcaire (fines des sables).

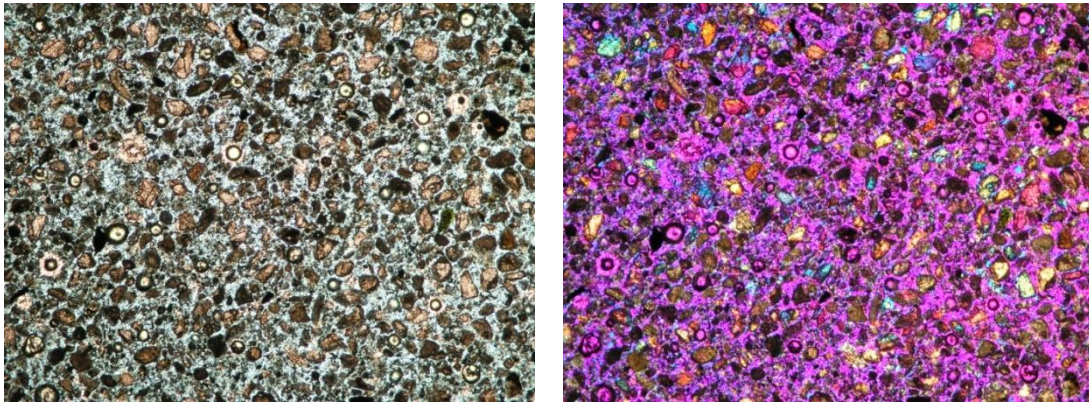


Figure 7 : Images microscopie optique SBC STB fraction 0/160 $\mu$ m (G=40x)

#### **SBC STB 160 $\mu$ m/1mm (figure 8)**

La proportion de grains monocristallins (sable) est un peu plus importante que précédemment, confirmant ainsi les observations à la loupe binoculaire. Mais il y a toutefois une quantité de pâte de ciment appréciable...

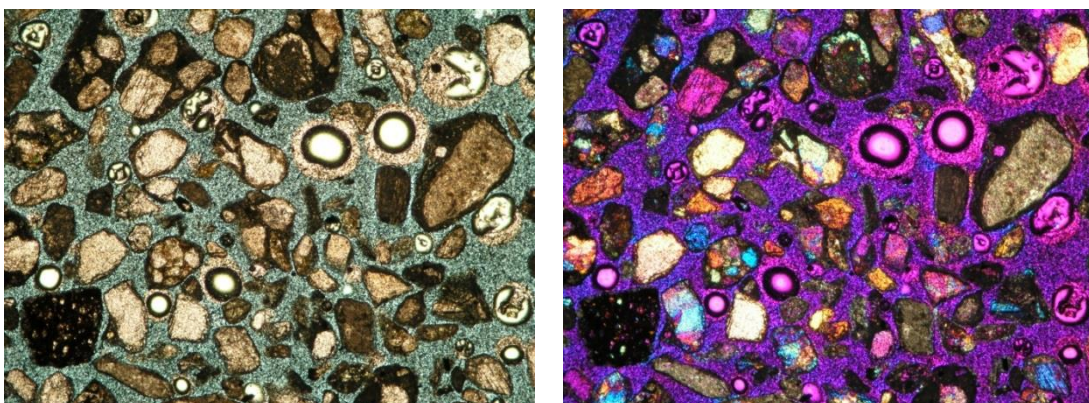


Figure 8 : Images microscopie optique SBC STB fraction 160  $\mu$ m/1mm (G=40x)



### **SBC STB 1/2mm (figure 9)**

Cette fraction est composée de gros grains (monocristallins ou petits fragments de roche), légèrement enrobés de pâte de ciment durci et d'agglomérats fins de béton.

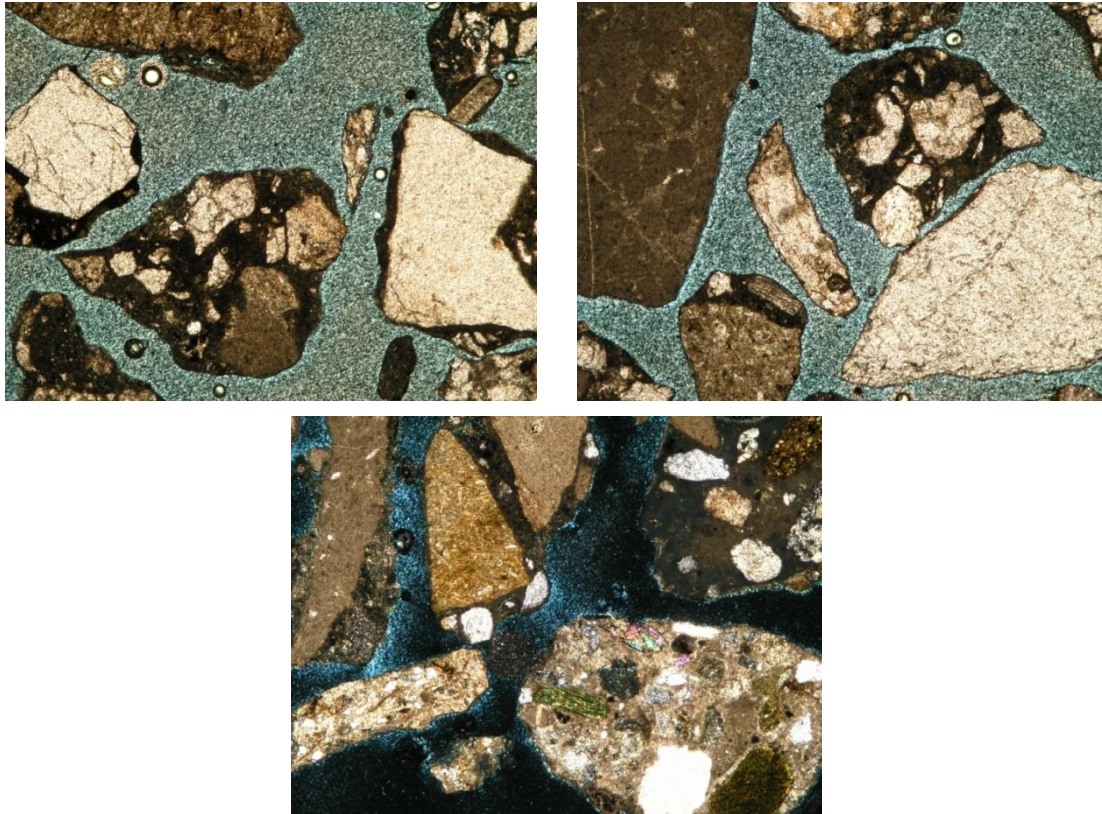


Figure 9 : Images microscopie optique SBC STB fraction 1/2mm (G=100x)

### **SBC STB 2mm/D (figure 10)**

On observe les mêmes éléments que précédemment, mais la proportion de pâte de ciment durci diminue. Le sable en provenance de Strasbourg, comme les autres SBC, comporte donc a priori quelques grains calcaires, comme le laissait supposer les valeurs de calcimétrie et de pertes au feu obtenues précédemment.

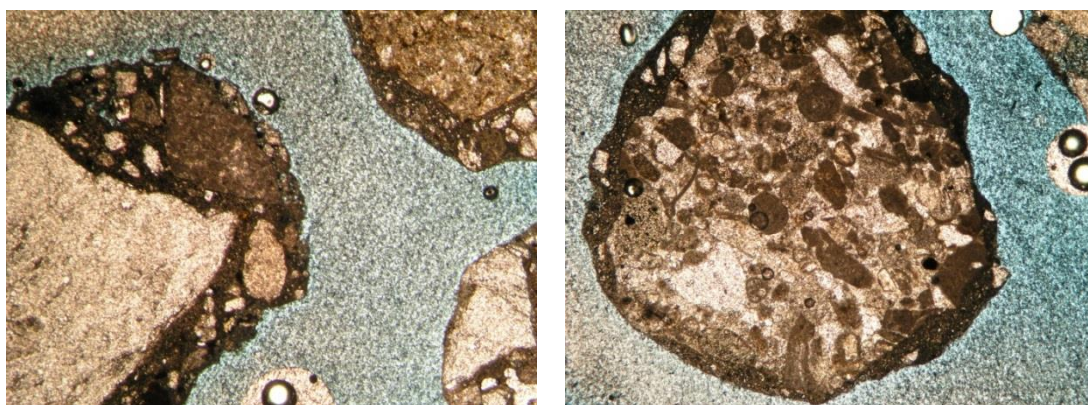


Figure 10 : Images microscopie optique SBC STB fraction 2mm/D (G=40x)



### III - 3.2. Minéralogie du sable SBC STB (figure 11)

Le sable est composé de grains sédimentaires (calcaire oolithique à micritique, Calcite<sup>1</sup>) et de grains issus du magmatisme (Quartz ; Feldspath K – Microcline<sup>2,3</sup> ; Plagioclase<sup>4</sup>; quelques Micas blancs<sup>5</sup>). Des (hydr-)oxydes de fer sont présents (Linonite<sup>6</sup>). On peut noter également la présence de quelques fragments de tuile (non photographiés).

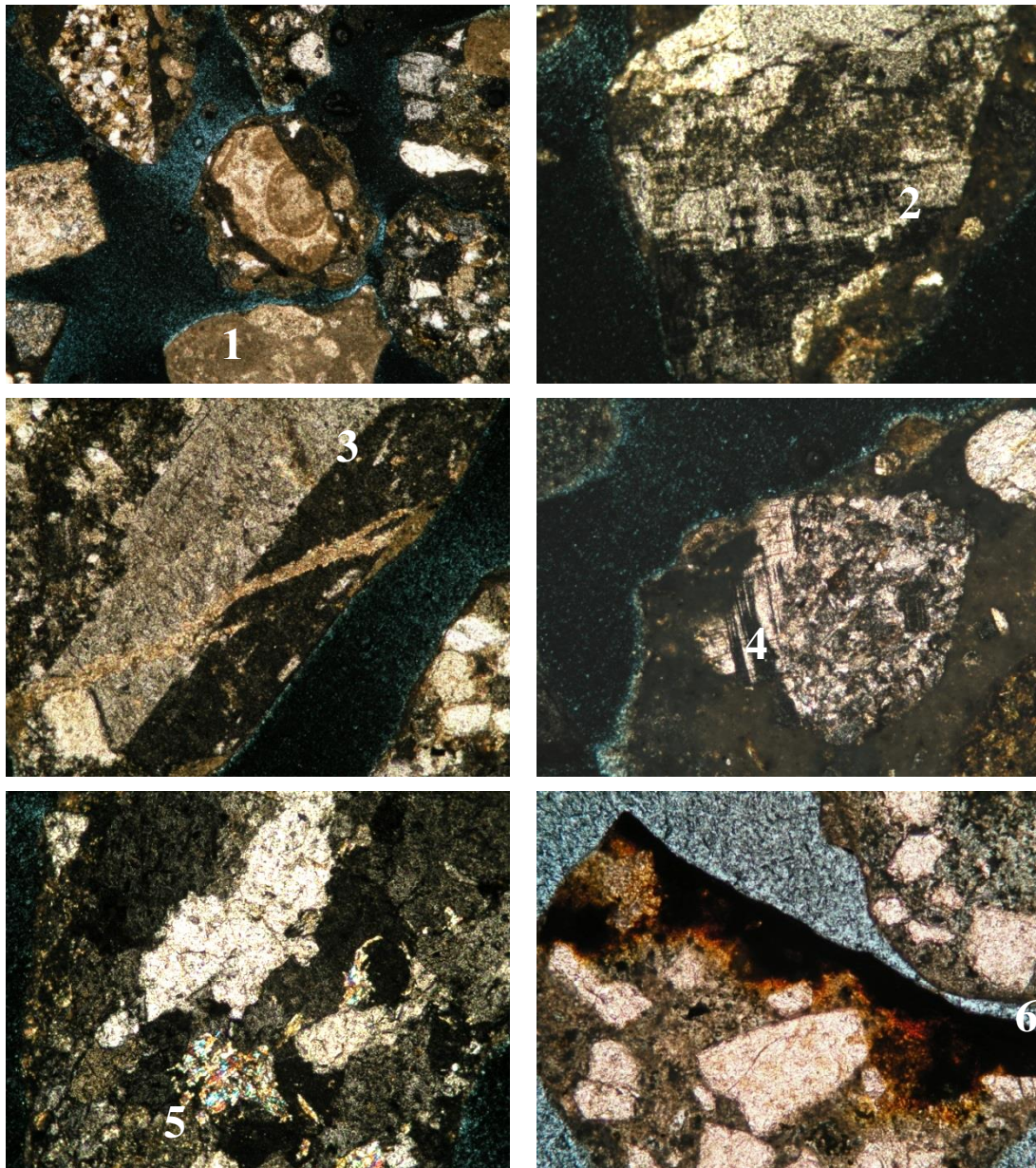


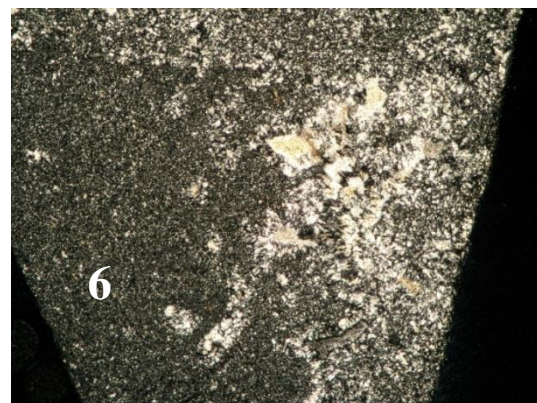
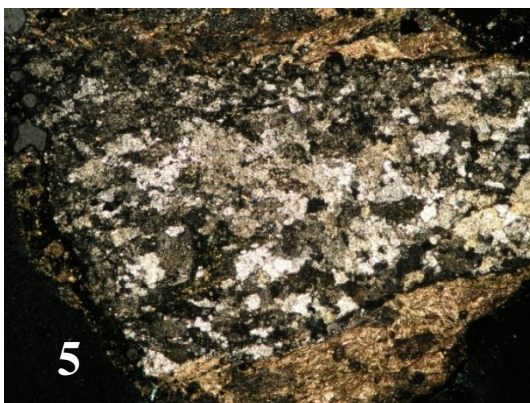
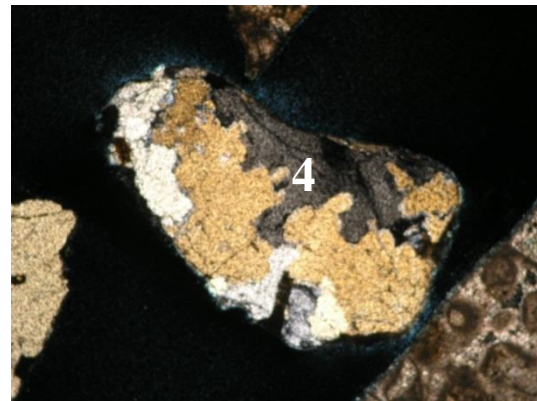
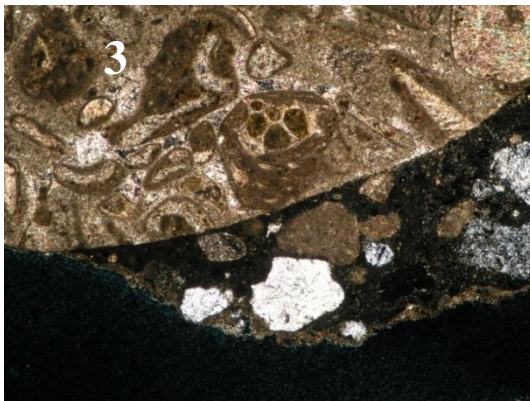
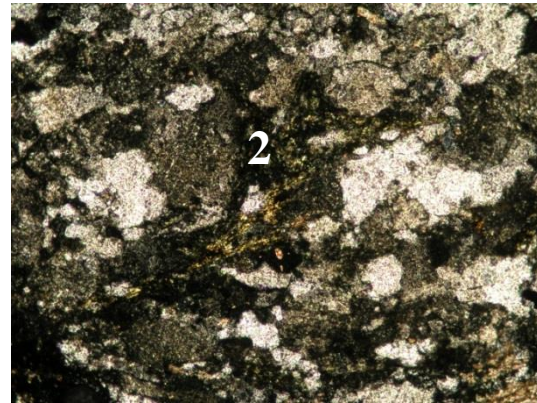
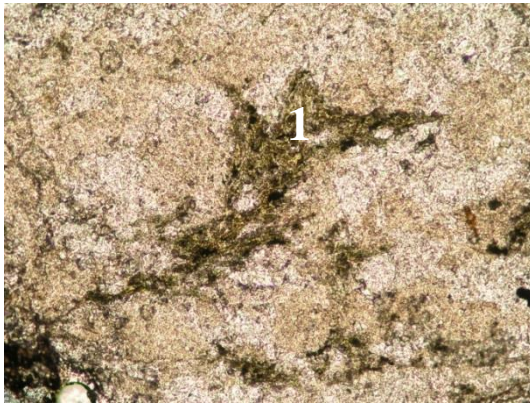
Figure 11 : Analyse minéralogique par microscopie optique du SBC STB

### III - 3.3. Minéralogie du SBC PRS (figure 12)

Comme pour l'échantillon précédent, on note aussi la présence de granulats sédimentaires (calcaire oolithique, calcite<sup>3</sup>) et de granulats issus du magmatisme. Des cristaux de chlorite<sup>1, 2</sup>



sont présents. De nombreux granulats sont siliceux (Quartz<sup>5</sup>; Calcédoine ; Feldspath<sup>4</sup> au sens large) et peuvent correspondre à des silex ou à des fragments de roches cristallophylliennes. On ne retrouve pas, voire très peu de micas. Quelques fragments parfois millimétriques semblent être constitués de cristaux de gypse<sup>6,7</sup>. Ils proviennent très certainement de fragments de plâtre de démolition.





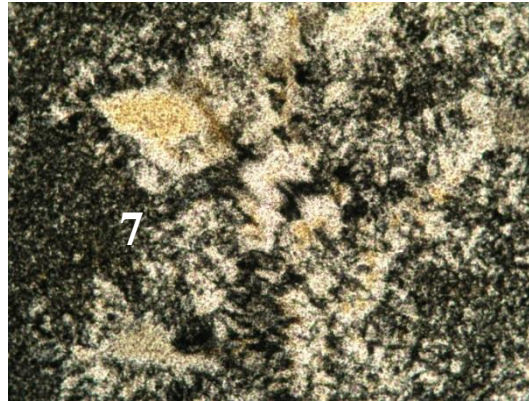
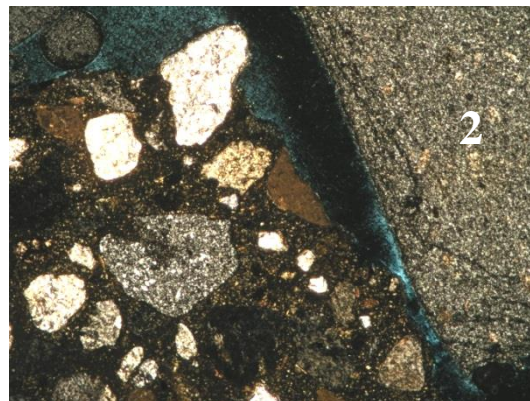
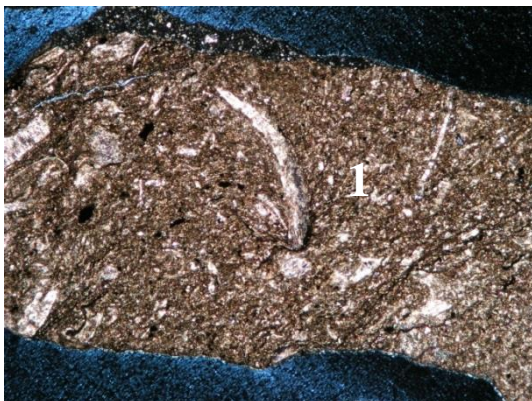


Figure 12 : Analyse minéralogique par microscopie optique du SBC PRS (G=40 et 100x)

### III - 3.4. Minéralogie du SBC LIL (figure 13)

Des grains d'origine sédimentaire sont identifiés : calcaire micritique (calcite<sup>3</sup>) avec quelques bioclastes. On peut suspecter la présence de quelques fragments de silex<sup>2</sup>. On note également la présence (en faible quantité) de granulats d'origine cristallophyllienne de type siliceux (Quartz<sup>2, 3 et 4</sup>; Feldspaths altérés au sens large, Micas). On décèle régulièrement des éléments « exogènes » (fragments de brique, bitumes, etc.) constituant une certaine pollution (non photographiés). Un petit grain de quartz entouré d'une pellicule de cristaux fibro-radiés a été observé, de façon fortuite<sup>5</sup>. De petits éléments (200 à 400  $\mu\text{m}$ ) à l'aspect singulier<sup>6</sup> (couleur verte prononcée en lumières parallèles polarisée ou non, forme arrondie) ont régulièrement été observés sans pouvoir être identifiés sur le plan minéralogique.





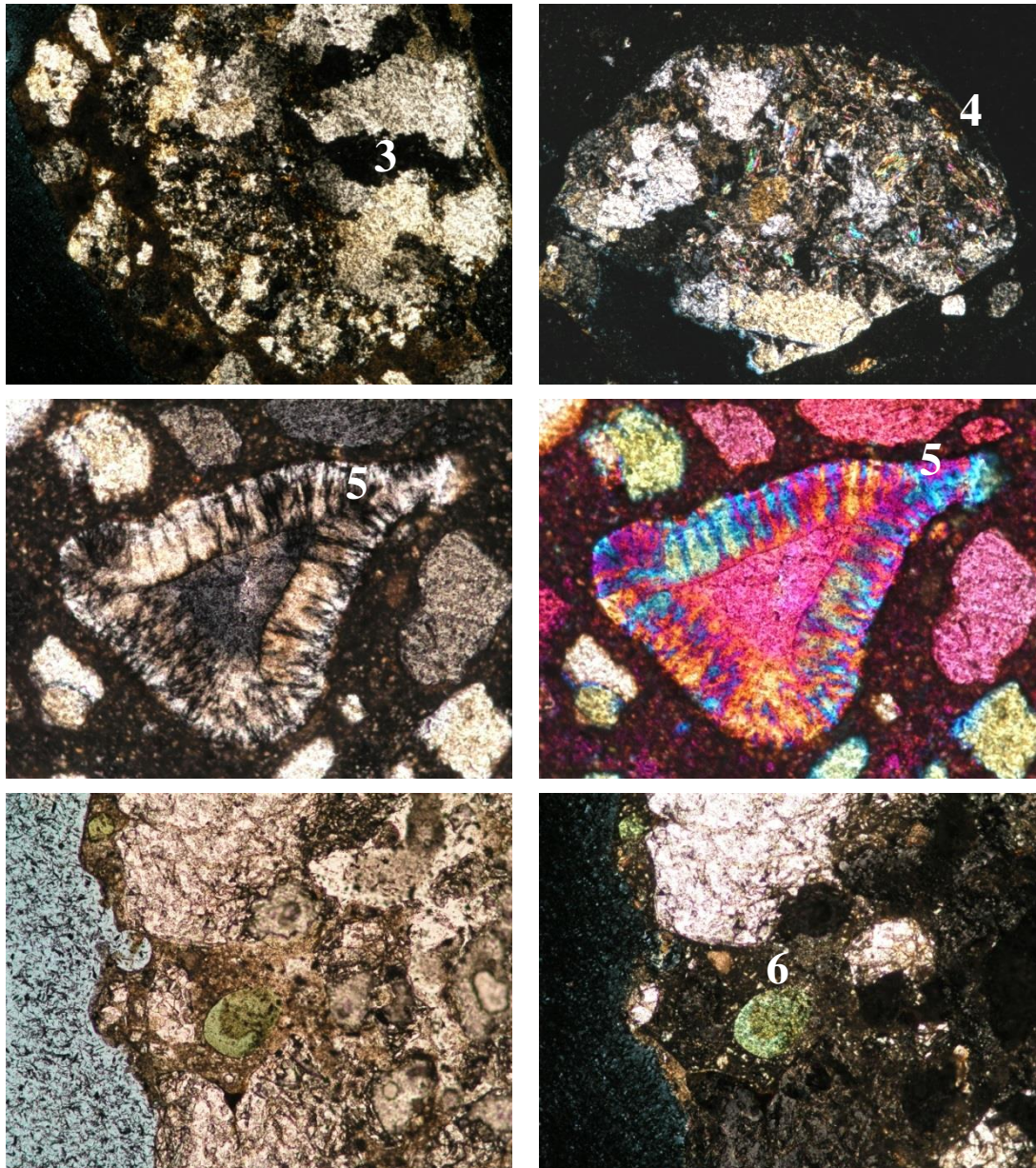


Figure 13 : Analyse minéralogique par microscopie optique du SBC LIL (G=40 et 100x)

### ***III - 3.5. Minéralogie du SBC LYN (figure 14)***

On note la présence de grains sédimentaires (calcaire oolithique à micritique, Calcite et Dolomite<sup>1</sup>) et de grains issus du magmatisme. Des cristaux de chlorite sont très présents<sup>2, 3 et 4</sup>. De nombreux éléments siliceux sont des fragments de « granite à 2 micas ». On retrouve donc tous les minéraux qui composent classiquement ce type de roche : Quartz ; Feldspath K – Microcline<sup>4</sup> ; Plagioclase<sup>5</sup> ; Micas noirs (Biotite)<sup>6</sup> et Micas blancs (Muscovite)<sup>7</sup>.



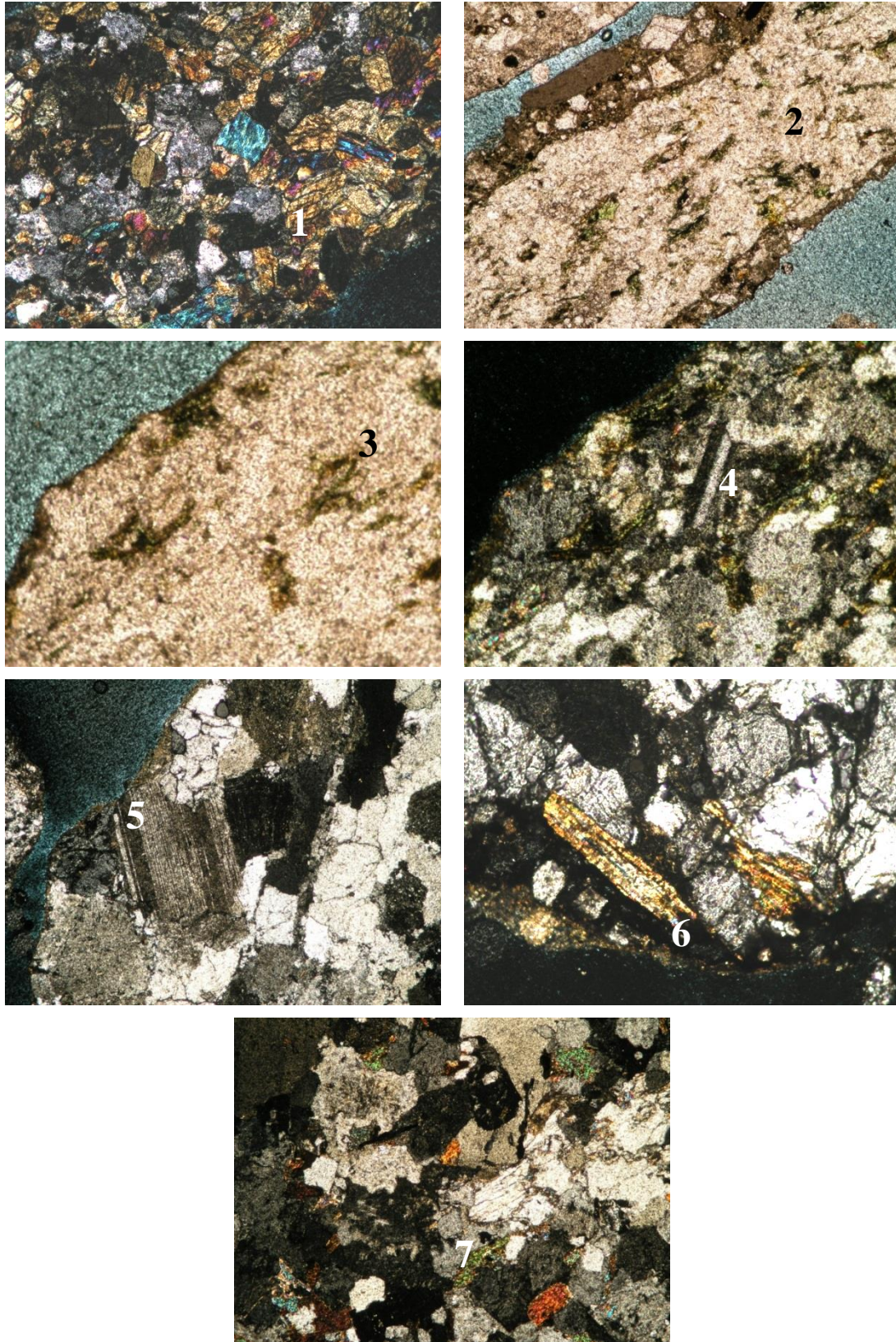


Figure 14 : Analyse minéralogique par microscopie optique du SBC LYN (G=40 et 100x)

### III - 4. Analyse minéralogique par diffraction des rayons X

Les diffractogrammes ont été enregistrés sur un diffractomètre PHILIPS « X-Pert Pro », avec une anticathode au cuivre et la caractérisation des différentes phases cristallisées a été réalisée avec le logiciel DIFFRAC PLUS EVA®. L'analyse a été faite sur les différentes coupures de chaque sable, après séchage et broyage. Les diffractogrammes correspondant sont représentés sur les figures 15, 16, 17 et 18. Les coupures sont représentées de la plus fine à la plus grosse, de bas en haut.

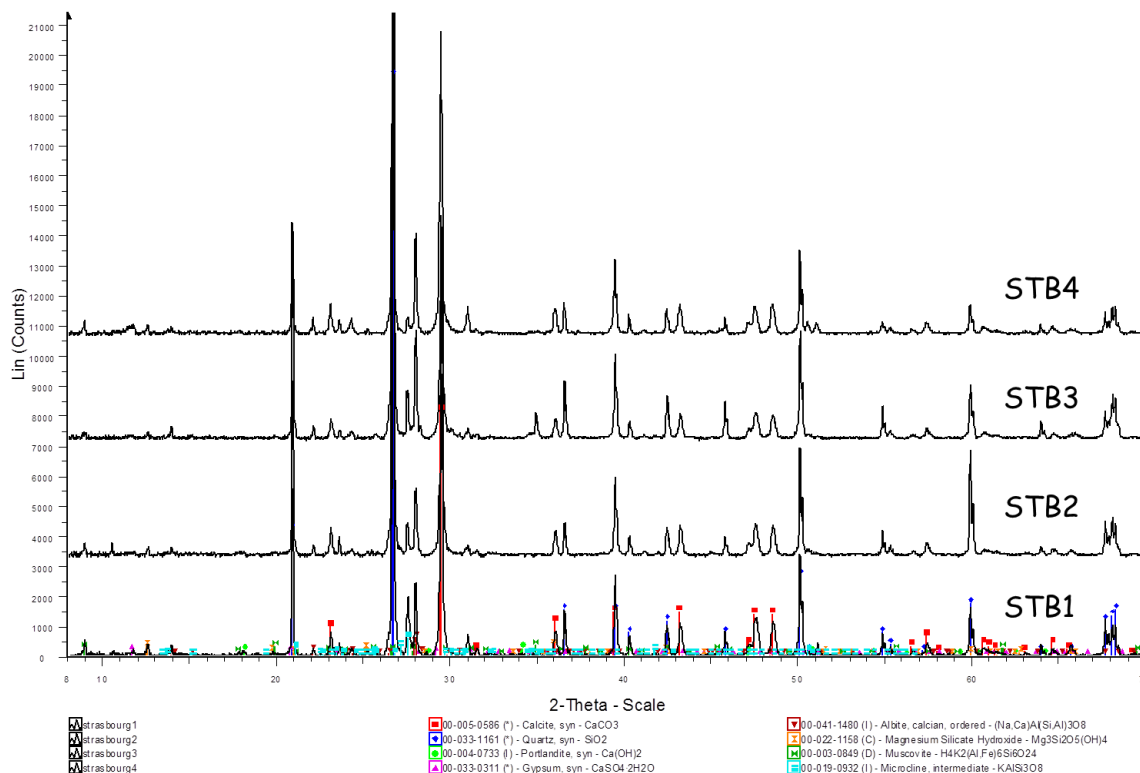


Figure 15 : Diffractogrammes de rayons X du SBC STB



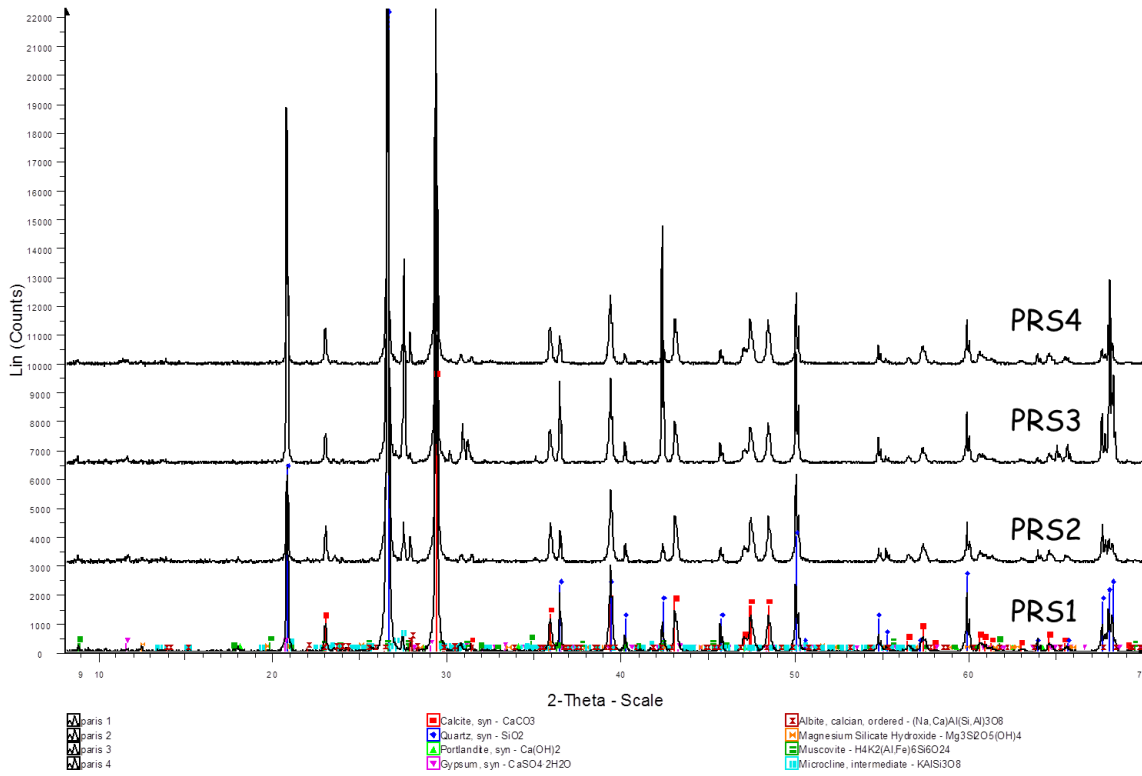


Figure 16 : Diffractogramme de rayon X du SBC PRS

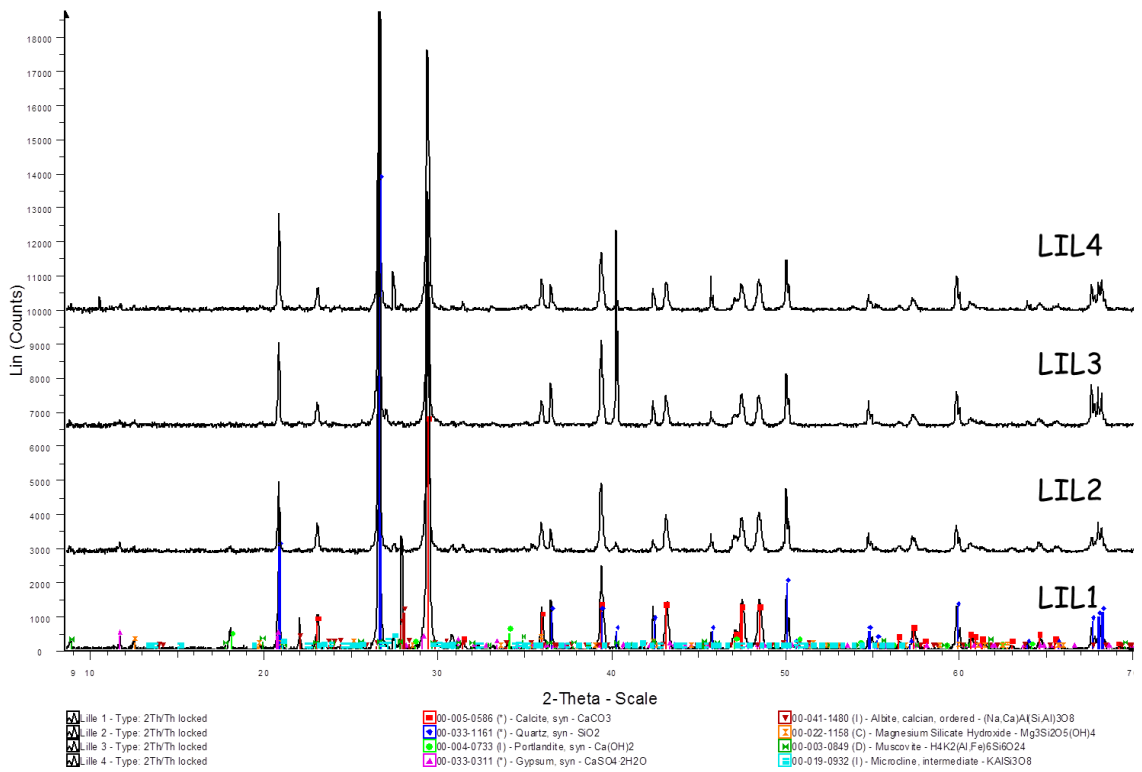


Figure 17 : Diffractogramme de rayons X du SBC LIL

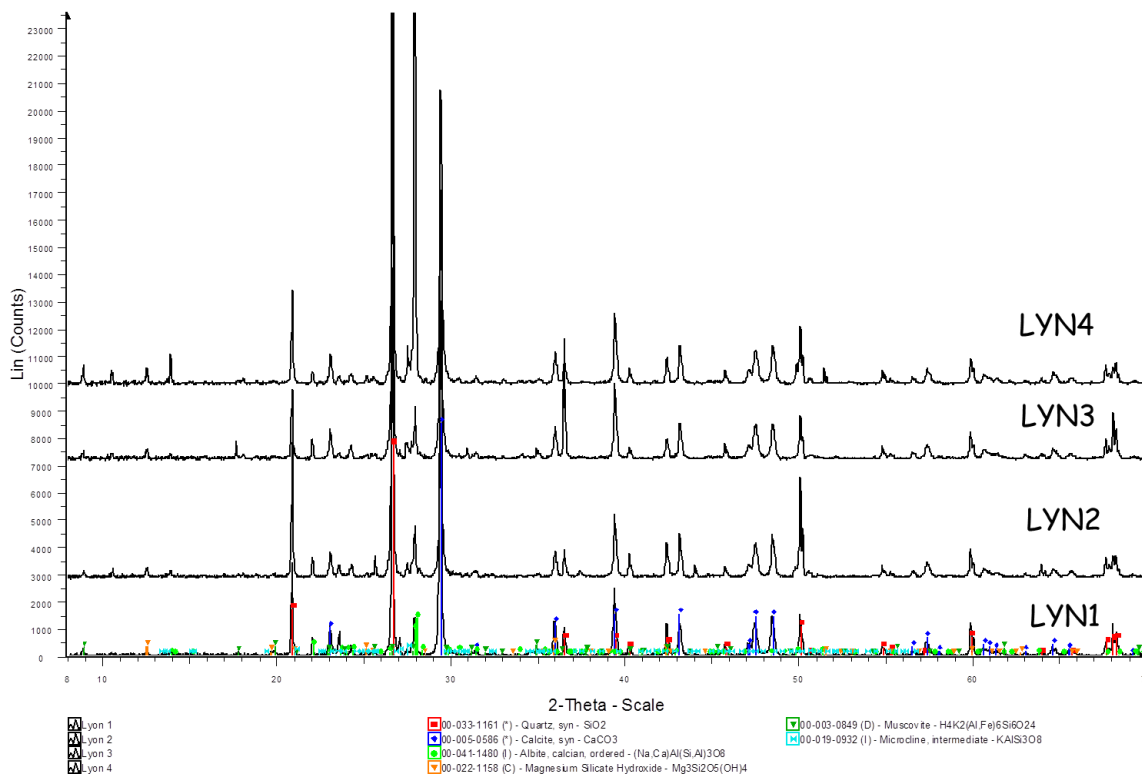


Figure 18 : Diffractogramme de rayons X du SBC LYN

Les phases minérales qui ressortent nettement des diffractogrammes sont le quartz et la calcite ( $\text{CaCO}_3$ ). Ces phases sont bien cristallisées et les pics correspondant, de grande amplitude, écrasent celui des autres minéraux, si bien qu'il est difficile d'identifier les phases minoritaires. On détecte cependant la présence d'albite, de microcline, de muscovite ou encore du gypse, confirmant ainsi les observations microscopiques sur lames minces. Sur les coupures les plus fines, qui contiennent le plus de pâte de ciment hydraté, on suspecte des traces de portlandite. L'oxyde de calcium se trouve majoritairement sous forme de calcite ce qui montre que la pâte de ces SBC est fortement carbonatée. Sur les coupures les plus grossières, le quartz apparaît avec un signal plus grand encore.

Le diffractogramme des FDD Clamens est présenté figure 19. Il montre la présence d'un fort signal correspondant à la calcite, et un pic moins intense pour le quartz. Il est à noter aussi la présence de portlandite et d'ettringite en faible quantité.

Compte tenu de la présence « écrasante » de quartz et de calcite, les diffractogrammes ne sont pas des outils assez pertinents pour déceler des différences majeures en composition minéralogique selon les coupures.

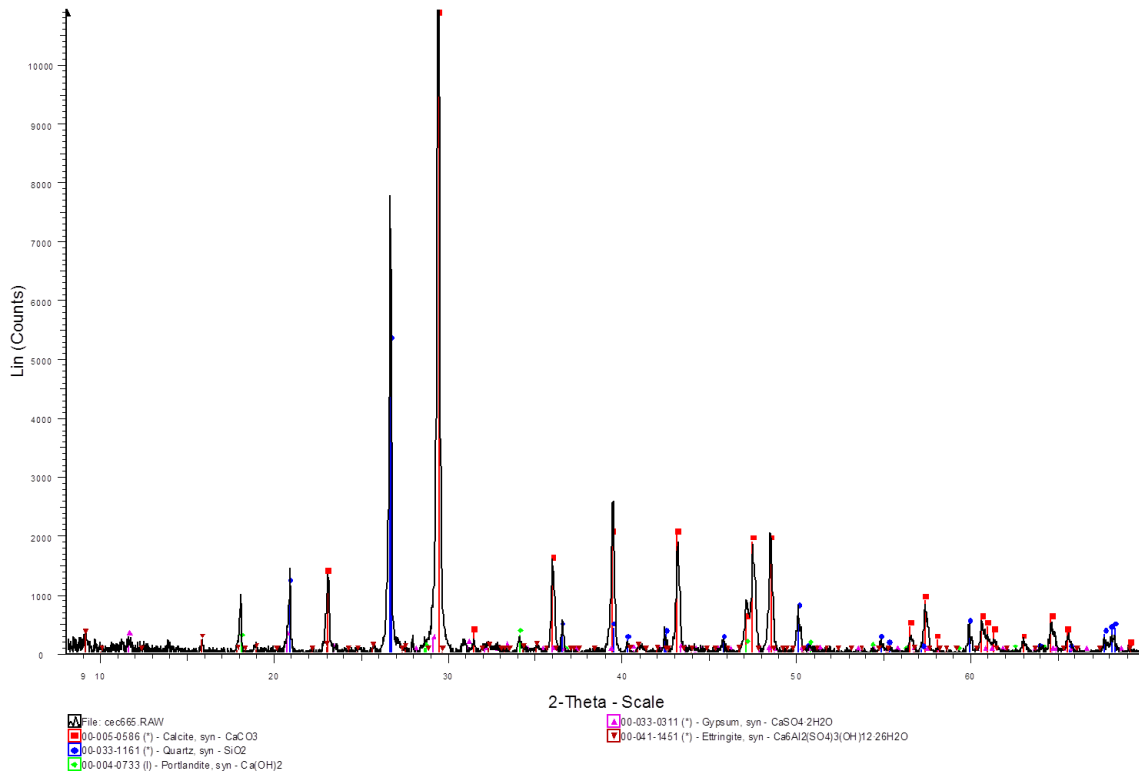
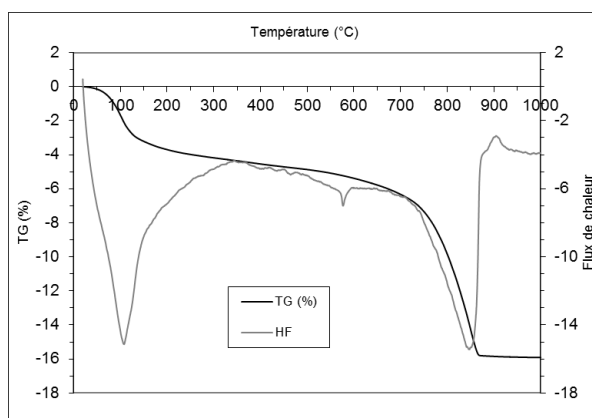


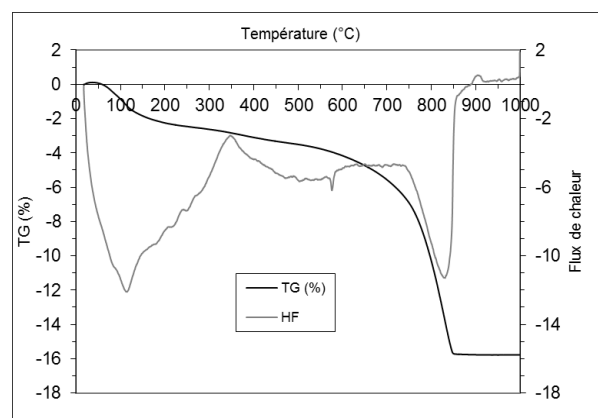
Figure 19 : Diffractogramme de rayons X des FDD Clamens

### III - 5. Analyses thermiques

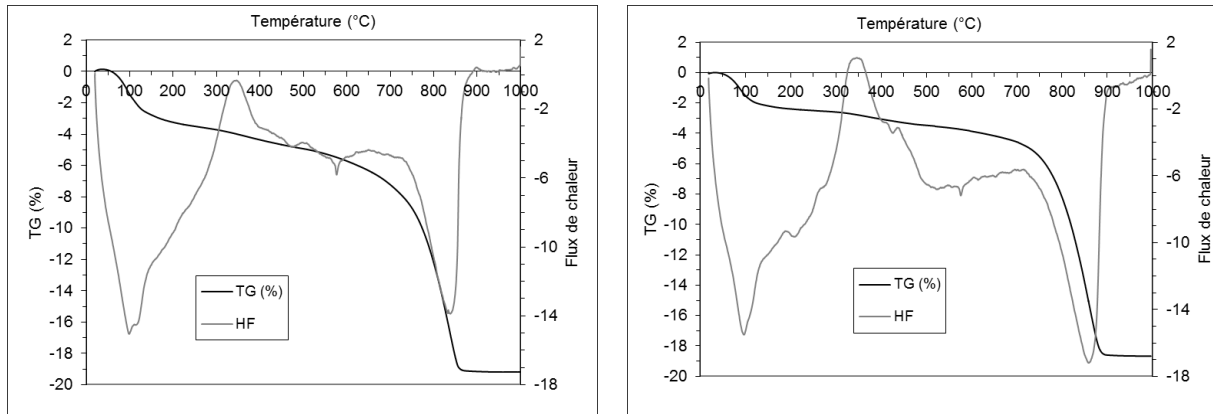
Les quatre SBC (échantillon global) et les FDD ont été analysés par analyse thermogravimétrique et analyse thermique différentielle couplée (ATG/ATD). Chaque échantillon broyé, placé dans un creuset en platine, a été chauffé à une vitesse de 10°C/min, sous flux d'air, de 20°C à 1000°C. Les résultats sont présentés sur les figures 20 et 21.



a) STB



b) PRS



c) LIL

d) LYN

Figure 20 : Analyses couplées ATG/ATD sur les sables de béton concassé

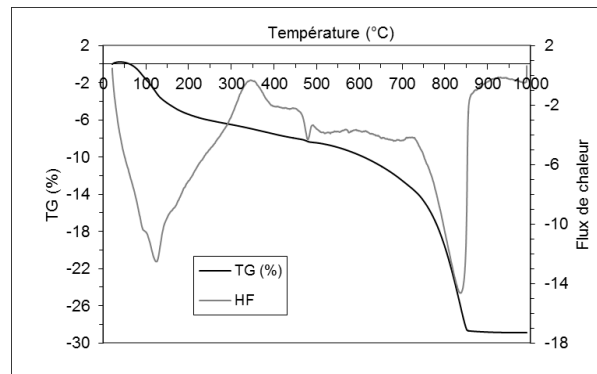
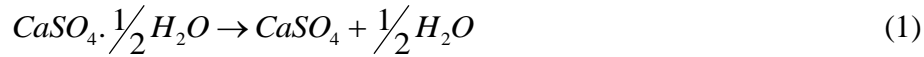


Figure 21 : Analyses couplées ATG/ATD sur les fines de dépoussiérage

L'allure générale des différentes courbes est assez semblable, quel que soit le sable étudié. Les pertes de masse totales à la fin de l'essai sont proches des valeurs obtenues par perte au feu lors de l'analyse par fluorescence X : environ 18% pour les sables STB et PRS, environ 20% pour les sables LIL et LYN, et environ 29 % pour les FDD, respectivement.

Cette analyse met en évidence plusieurs phénomènes :

- aux environs de 100°C et jusque vers 200°C apparaît un premier signal endothermique, de forte intensité et relativement large accompagné d'une perte de masse. Ce signal correspond au départ de l'eau libre (analyse effectuée sur matériaux non séchés) ainsi que de l'eau des hydrates de la pâte de ciment durci [C-S-H...]. La perte de masse la plus importante est observée pour les FDD, qui ont la teneur en pâte de ciment durci la plus importante.
- à 200 °C, on note la présence d'un léger pic endothermique pour SBC LYN et SBC PRS qui peut correspondre à la transformation du sulfate de calcium hémihydraté en anhydrite III, selon la relation 1. Ce dernier n'est pas très marqué pour FDD Clamens et SBC STB.



Ce signal semble indiquer la présence de gypse/plâtre dans certains échantillons. Ce minéral avait déjà été repéré par analyse DRX et par microscopie optique. La 1<sup>ère</sup> étape de sa déshydratation en hémihydrate se fait aux environs de 150°C. Mais le pic endothermique observé sur les courbes à cette température est large, ce qui ne permet pas d'être totalement affirmatif.

- aux environs de 320°C-350°C, un signal exothermique est observé, essentiellement pour LIL, LYN et PRS. Ce signal pourrait correspondre à la transformation de l'anhydrite III en anhydrite II, ce qui confirmerait la présence de plâtre dans ces sables.

- vers 450°C, un faible signal endothermique est observé sur SBC LYN et SBC LIL. Il est plus faible pour SBC STB et SBC PRS. Sur l'échantillon des fines de dépoussiérage, il est plus marqué. Ce pic correspond à la déshydratation de la portlandite. Cette analyse confirme donc les observations faites auparavant : les SBC contiennent très peu de portlandite, car celle-ci s'est fortement carbonatée.

- à 573 °C, le quartz subit une transformation cristallographique réversible (passage du quartz  $\beta$  en quartz  $\alpha$ ), marqué par une réaction endothermique. Ce phénomène est bien visible sur les sables pour lesquels la teneur en silice est prépondérante. Il est nettement moins marqué pour les fines de dépoussiérage.

- le pic endothermique intense observé à 800°C est dû à la décarbonatation de la calcite. Il est accompagné d'une perte de masse conséquente. Les SBC LYN et SBC LIL présentent une perte de masse voisine de 30%. Elle est de 26 % pour SBC PRS et de 22% pour SBC STB. Les FDD présentent une perte plus conséquente (environ 40%), ce qui n'est pas surprenant puisque c'est le matériau le plus riche en oxyde de calcium.

Afin de mieux comparer les différents sables entre eux, les courbes de pertes de masse d'une part et d'analyse thermique d'autre part sont regroupées sur la figure 22. Cette superposition montre que :

- SBC STB et SBC PRS ont une perte de masse totale similaire et plus faible que celles de SBC LIL et SBC LYN. La plus forte perte de masse est observée pour les FDD.

- le signal thermique correspondant à la déshydratation de la portlandite n'est bien visible que pour les FDD. Celui correspondant à la transition cristallographique du quartz est surtout visible pour les SBC.

Le tableau 12 présente une comparaison des teneurs en  $\text{CaCO}_3$  obtenues par analyse thermogravimétrique et par calcimétrie. Ces teneurs sont proches.

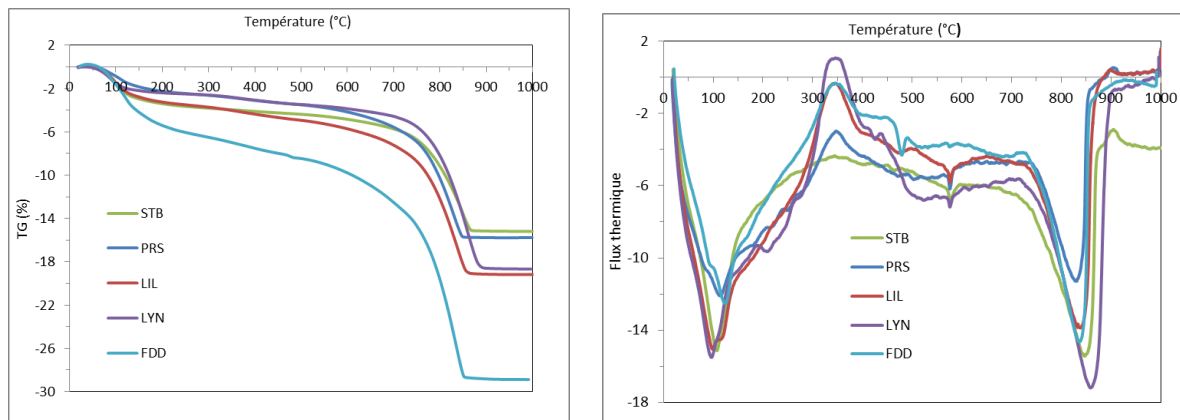


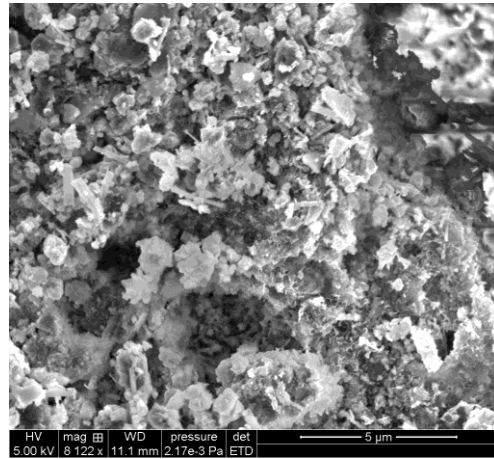
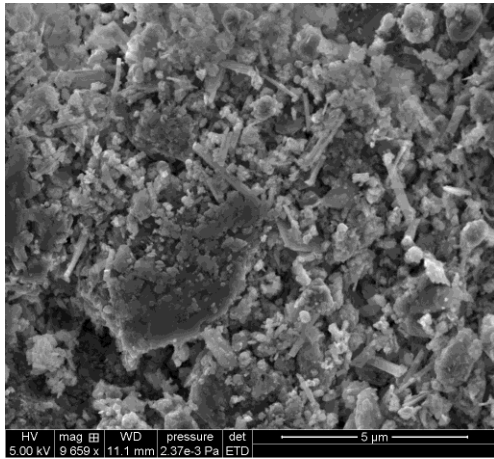
Figure 22 : Analyses ATG (gauche) et ATD (droite) sur les sables de béton concassé

	% $\text{CaCO}_3$ par ATG	% $\text{CaCO}_3$ par calcimétrie
SBC STB	23,9	20,69
SBC PRS	26,4	30,43
SBC LIL	30,6	30,6
SBC LYN	33,6	32,65
FDD	43,4	38

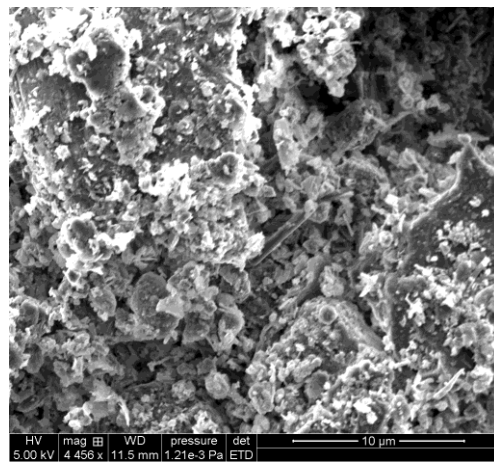
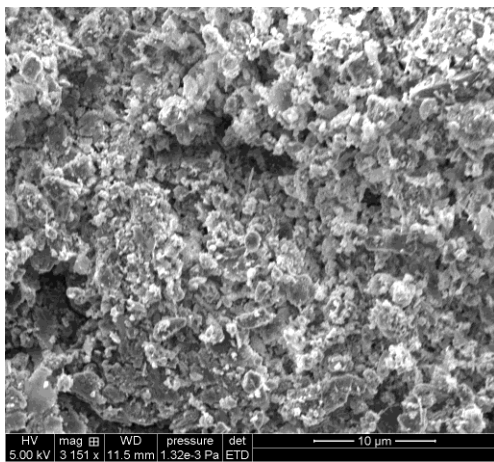
Tableau 12 : Comparaison entre les teneurs massiques en  $\text{CaCO}_3$  obtenues par calcimétrie et par ATG

#### IV - Observation morphologique par Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

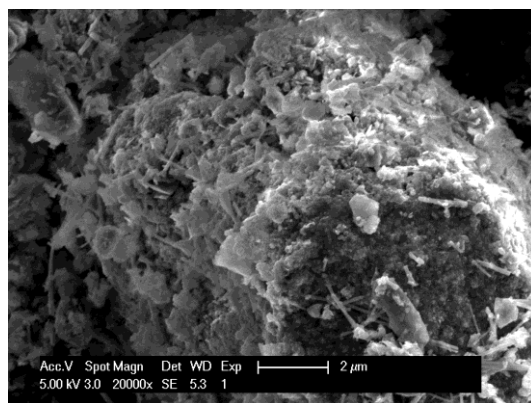
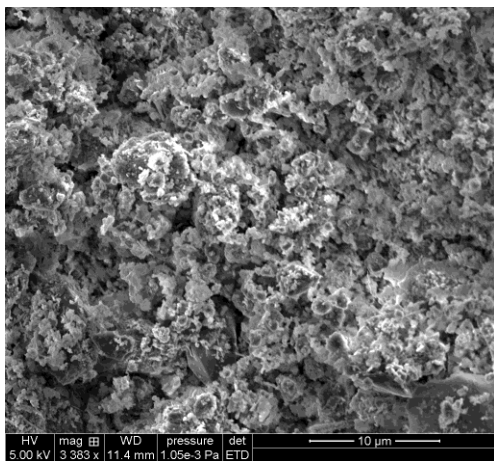
Les fractions les plus fines (coupure 1) des SBC ont été observées par microscopie électronique à balayage. Les photographies sont regroupées sur la figure 23. Les micrographies montrent un mélange de grains provenant des granulats et d'hydrates provenant de la pâte de ciment durcie. La calcite apparaît essentiellement sous forme de baguettes présentes uniformément sur toute la surface des échantillons et en quantité non négligeable.



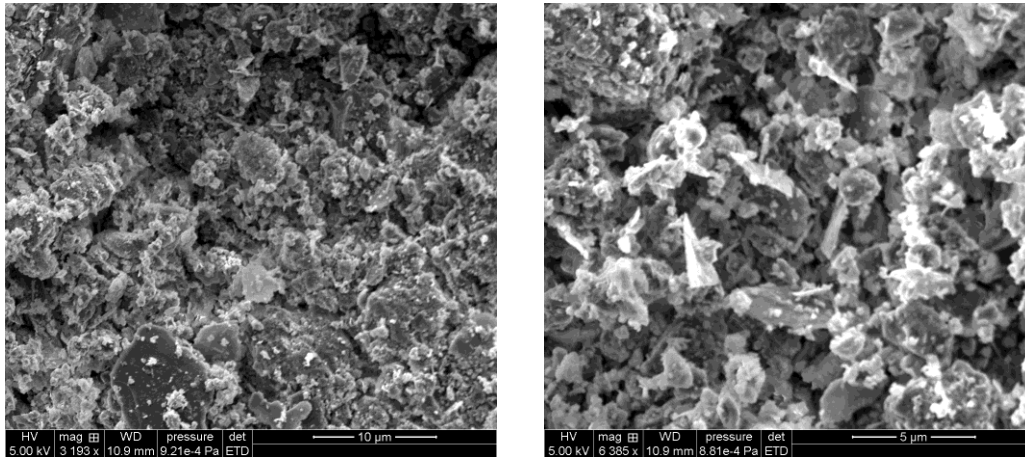
STB



PRS



LIL



LYN

Figure 23 : Micrographies MEB de la fraction la plus fine des SBC

### V - Etude de la broyabilité

L’objectif de cette étude étant de valoriser ces matériaux dans le cru cimentier, il est apparu important d’apprécier leur broyabilité. Dans un premier temps, 120g de chaque sable, de même coupure initiale (0/4) ont été prélevés et ont subi dans un broyeur à anneaux une série de broyage successif de même durée et de même fréquence (15s à 850 t/min), jusqu’à l’obtention d’un refus nul au tamis de 250μm. Ce critère est celui qui caractérise la préparation de la farine crue avant cuisson (cf. chapitre suivant).

Le refus à 250μm a été pesé après chaque séquence de broyage et replacé méticuleusement dans la jarre du broyeur, avec les passants, de sorte que l’échantillon fasse toujours la masse de 120g de départ. Le tableau 13 regroupe la masse du refus à chaque étape et la figure 24 présente le pourcentage de refus sur le tamis de 250μm en fonction du temps de broyage (masse du refus divisée par la masse initiale fois cent).

<b>SBC STB</b>	15s	30s	45s	60s	75s	90s	105s	120s	135	150
Nombre de passages	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Refus à 250 μm (g)	76,43	52,41	39,08	26,89	19,57	12,32	6,68	3,95	1,54	<b>0,11</b>
<b>SBC PRS</b>	15s	30s	45s	60s	75s	90s	105s	120s		
Nombre de passages	1	2	3	4	5	6	7	8		
Refus à 250 μm (g)	62,56	39	25,03	12,12	7,45	2,37	0,67	<b>0,6</b>		
<b>SBC LIL</b>	15s	30s	45s	60s	75s	90s	105s	120s		
Nombre de passages	1	2	3	4	5	6	7	8		
Refus à 250 μm (g)	75,7	45,65	28,5	18,74	9,66	2,81	0,59	<b>0,15</b>		
<b>SBC LYN</b>	15s	30s	45s	60s	75s	90s	105s	120s		
Nombre de passages	1	2	3	4	5	6	7	8		
Refus à 250 μm (g)	70,12	43,05	28,25	8,84	3,36	0,6	0,06	<b>0,06</b>		
<b>FDD Clamens</b>	15s									
Nombre de passages	1									
Refus à 250 μm (g)	0									

Tableau 13 : Masses des refus sur le tamis 250μm après broyage successif des échantillons de SBC et de FDD



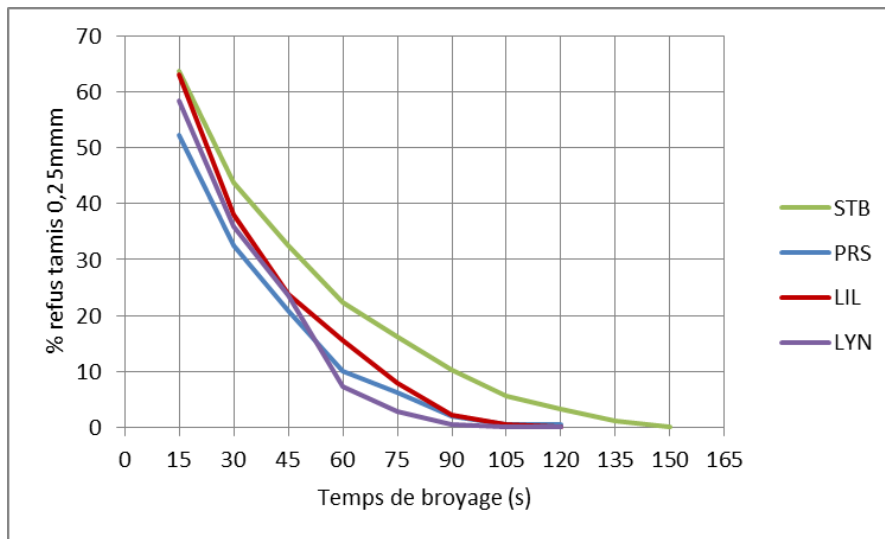


Figure 24 : Evolution du % refus au tamis 250 µm en fonction du temps de broyage

Les sables SBC LYN, SBC PRS et SBC LIL ont un comportement assez similaire et 8 passages suffisent pour obtenir un refus quasi nul sur le tamis de 250µm, soit un temps cumulé de 105 secondes. Pour SBC STB, 10 passages (soit 150 secondes) sont nécessaires. Ce sable est donc plus difficile à broyer. Les fines de dépoussiérage FDD Clamens n'ont, quant à elles, nécessité qu'un seul passage au broyeur.

Dans un second temps, 120g de chaque SBC ont été broyés en une seule fois durant 105 secondes à 850 t/min. Les pourcentages de passants obtenus sur les tamis de 0,315, 0,25 et 0,2mm sont regroupés dans le tableau 14, pour chaque SBC.

	SBC STB	SBC PRS	SBC LIL	SBC LYN
Passants 0,315mm (%)	99,7	100	100	100
Passants 0,25mm (%)	95,6	99,55	99,8	99,9
Passants 0,2mm (%)	84,8	95,6	96,7	99,3

Tableau 14 : % passants sur les tamis de 0,315mm, 0,25mm et 0,2mm après un broyage de 105s à 850 t/min

Une analyse granulométrique laser a été réalisée sur les fillers obtenus (figure 25). SBC LYN, SBC LIL et SBC PRS ont des granularités identiques et légèrement plus fines que SBC STB. On confirme ici que ce matériau est le plus dur à broyer, comme observé précédemment. La nature pétrographique du matériau explique sans doute cette différence.

Enfin, il aurait été intéressant de comparer ces comportements au broyeur à anneaux à ceux des constituants de base du cru. Mais les produits livrés étaient déjà finement broyés.

Les passants à 250 µm ont été conservés pour la préparation des crus.

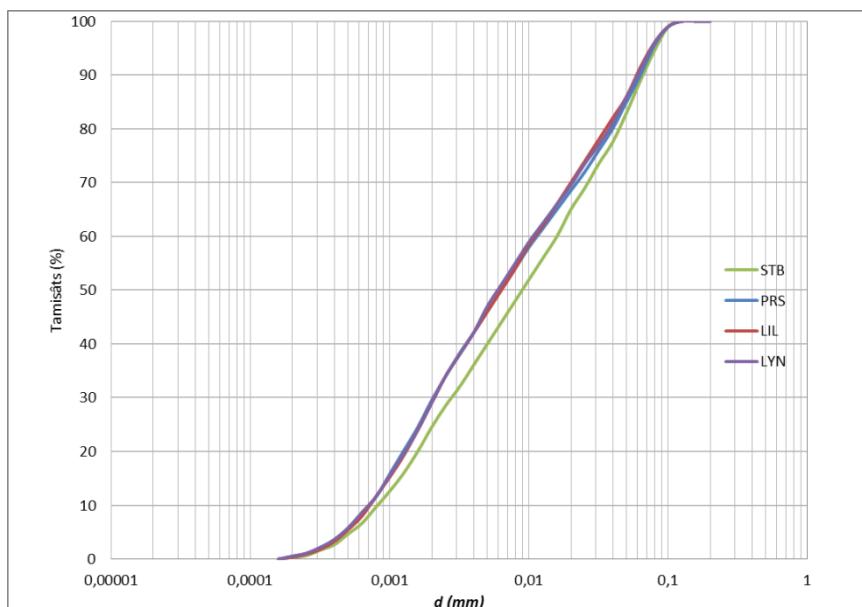


Figure 25 : Analyse granulométrique laser des SBC broyés pendant 105 secondes à 850tr/min

## VI - Finesse Blaine des sables broyés

La finesse Blaine des SBC et FDD broyés a été déterminée par la mesure de la perméabilité à l'air d'une couche de poudre tassée à porosité constante  $e=0,5$  (norme NF EN 196-4). Les mesures ont été effectuées sur les sables broyés en une seule fois. Le tableau 15 regroupe les valeurs obtenues.

	SBC STB	SBC PRS	SBC LIL	SBC LYN	FDD
temps de broyage	105s à 850t/min				15s à 850t/min
S [ $\text{cm}^2/\text{g}$ ]	3182	4628	4958	4046	4500

Tableau 15 : Finesse Blaine des SBC et FDD

Les valeurs varient entre 4000 et 5000  $\text{cm}^2/\text{g}$ . Seule la valeur du SBC Strasbourg est plus faible, ce qui confirme le caractère plus grossier de cette poudre, comparée aux autres.

## VII - Analyse des ajouts minéraux et des correcteurs de crus

Trois ajouts et deux correcteurs de crus ont été utilisés dans cette étude pour la préparation des crus. Ils ont été fournis par CTG/Calcia Guerville. Il s'agit respectivement d'un calcaire,

d'un « maigre » et d'une argile, et d'un correcteur ferreux et d'une bauxite. L'analyse chimique par fluorescence X de ces différents ajouts est présentée dans le tableau 16.

	<b>CALCAIRE</b>	<b>MAIGRE</b>	<b>ARGILE</b>	<b>FERREUX</b>	<b>BAUXITE</b>
<b>PAF</b>	42,63	35,43	17,36	0,66	13,66
<b>SiO<sub>2</sub></b>	1,33	13,17	44,93	0,14	37,99
<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	0,53	4,14	12,32	0,01	36,69
<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	1,07	3,24	4,77	96,84	9,20
<b>TiO<sub>2</sub></b>	0,02	0,19	0,67	0,00	1,85
<b>MnO</b>	0,03	0,03	0,03	0,58	0,00
<b>CaO</b>	53,94	41,57	17,00	0,00	0,00
<b>MgO</b>	0,60	1,21	1,09	0,00	0,19
<b>SO<sub>3</sub></b>	0,20	0,69	1,66	0,55	0,24
<b>K<sub>2</sub>O</b>	0,00	0,56	2,14	0,03	0,05
<b>Na<sub>2</sub>O</b>	0,04	0,07	0,13	0,12	0,09
<b>P<sub>2</sub>O<sub>5</sub></b>	0,04	0,10	0,09	0,06	0,07
<b>SrO</b>	0,05	0,05	0,03	0,00	0,01
	100,47	100,44	102,22	99,00	100,05

Tableau 16 : Analyse chimique par fluorescence X des ajouts

Les diffractogrammes de rayons X de ces ajouts sont présentés sur les figures 26 à 30.

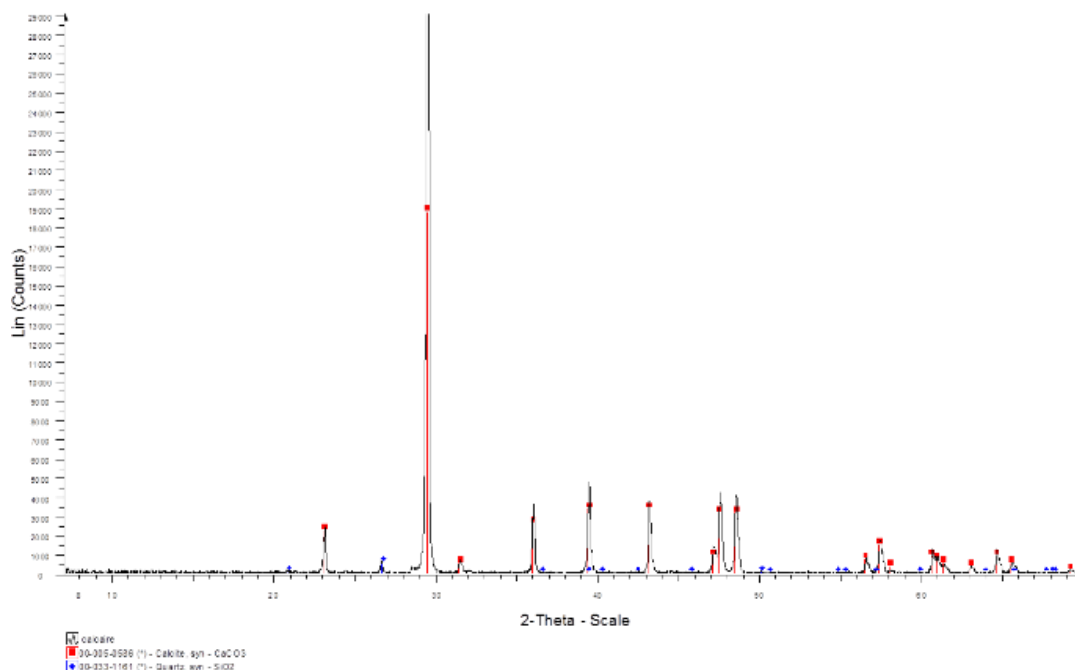


Figure 26 : Analyse par diffraction des rayons X du calcaire

Le calcaire est pur à 97%, « l'impureté » principale étant le quartz.

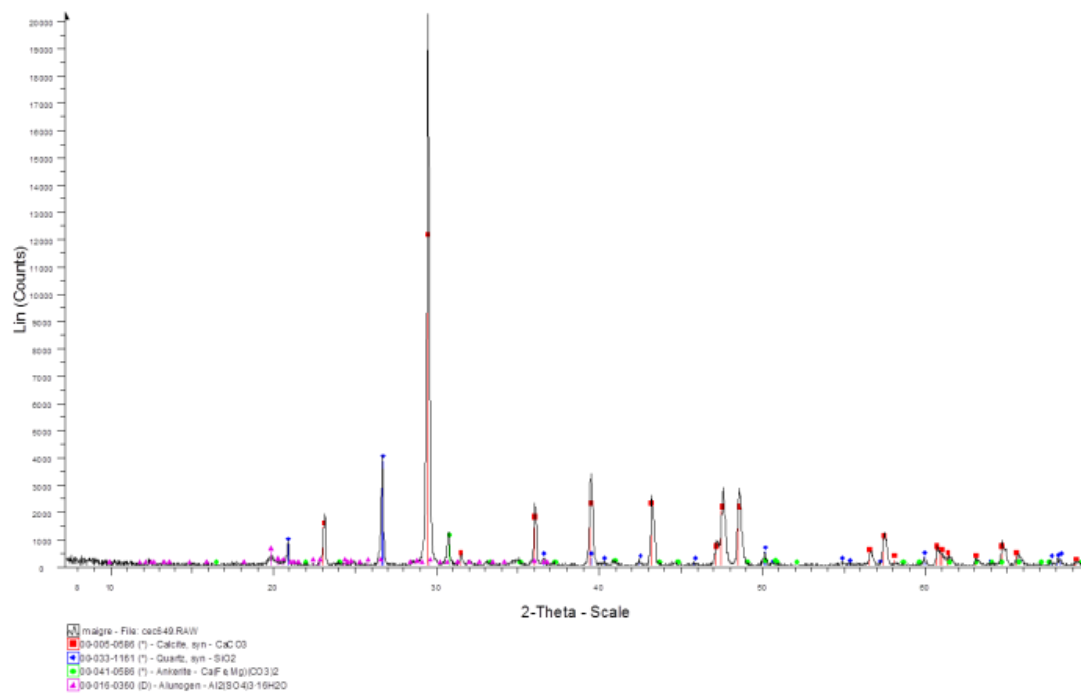


Figure 27 : Analyse par diffraction des rayons X du maigre

Le « maigre » est constitué essentiellement de calcite (environ 80%) et de quartz. On peut suspecter la présence de minéraux tels que l'ankérite ou un sulfate d'aluminium.

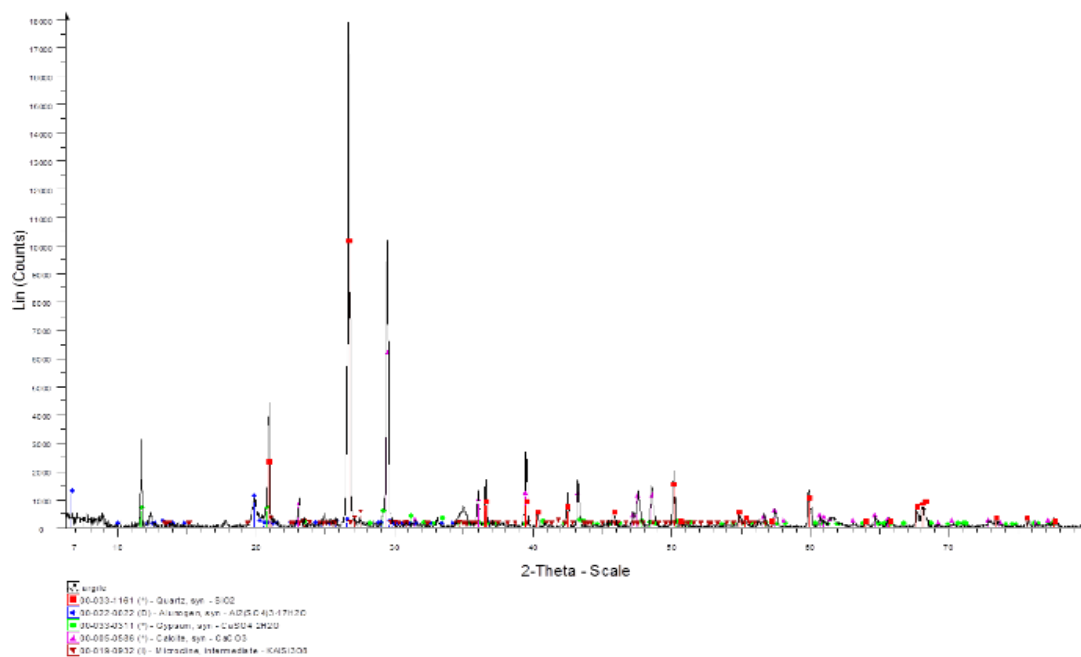


Figure 28 : Analyse par diffraction des rayons X de l'argile

Le diffractogramme de rayons X de l'argile met en évidence de quartz, de la calcite et un sulfate d'aluminium. On relève la présence de gypse et de microcline.

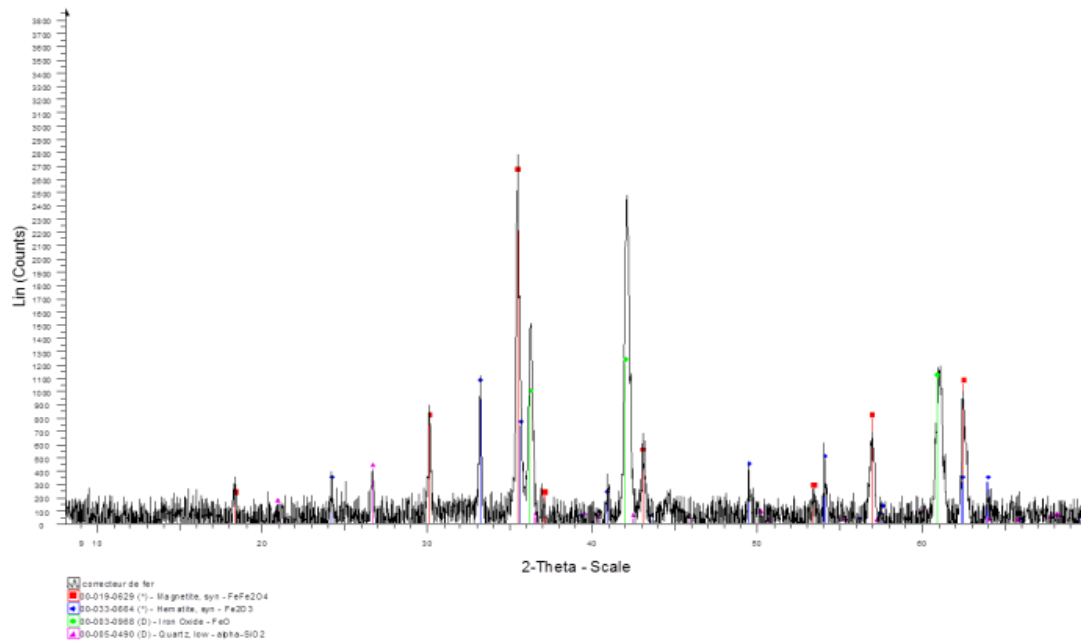


Figure 29 : Analyse par diffraction des rayons X du correcteur de fer

Le correcteur de fer contient essentiellement des oxydes de fer sous des degrés d'oxydation variés : wüstite  $Fe_{1-x}O$ , hématite  $Fe_2O_3$  ou magnétite  $Fe_3O_4$ .

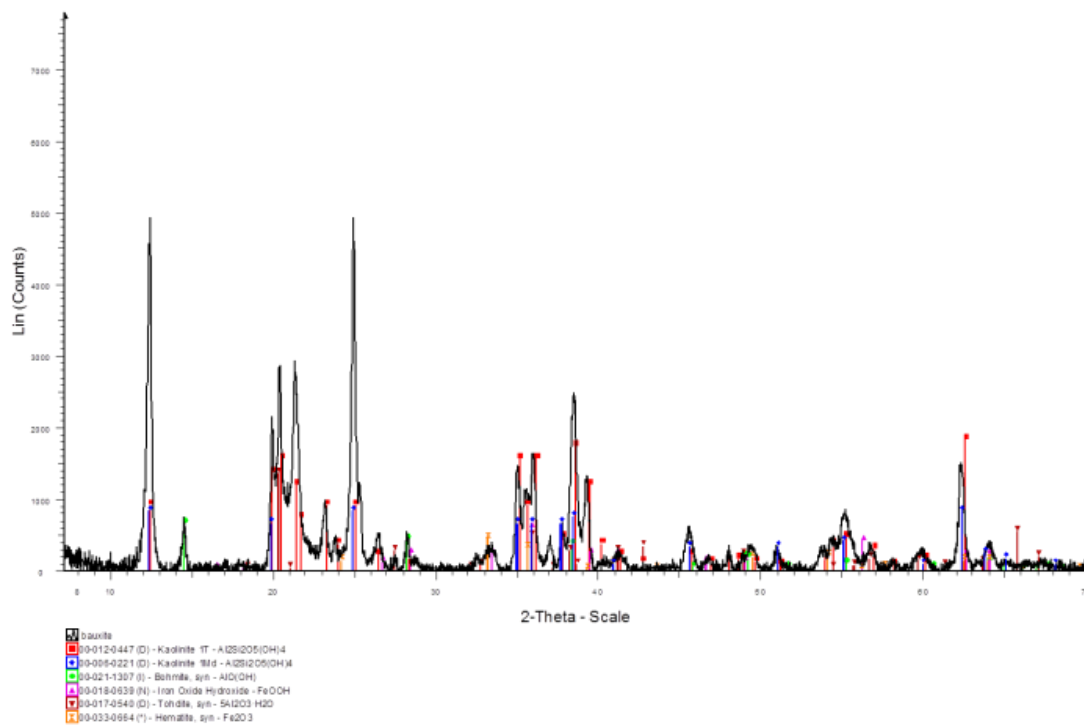


Figure 30 : Analyse par diffraction des rayons X de la bauxite

La bauxite contient essentiellement de la kaolinite, de la boehmite et de l'hydroxyde de fer FeOOH. On peut également supposer la présence d'hématite.

## VIII - Conclusion

Au terme de ces analyses chimiques et minéralogiques des échantillons, les conclusions suivantes peuvent être tirées :

- Les sables de béton concassé possèdent peu de fines (du moins ceux étudiés ici), le pourcentage de tamisât sur le tamis de 80  $\mu\text{m}$  est au mieux de 7% (LYN).
- Ces matériaux sont essentiellement composés d'oxydes de calcium et de silicium. Les autres oxydes sont minoritaires.
- Les teneurs en ces 2 oxydes varient en fonction de l'origine géographique des sables : essentiellement siliceux pour PRS et STB, silico-calcaire pour LIL et LYN.
- Les sables PRS et STB ont une composition chimique similaire, de même pour les sables LIL et LYN.
- Les fractions les plus fines des sables d'origine siliceuse contiennent une teneur en oxyde de calcium supérieure à celle des autres fractions, due à la présence en plus importante de pâte de ciment hydraté.
- Les fines de dépoussiérage sont plus riches en calcium, en raison vraisemblablement d'une plus forte proportion de pâte de ciment hydraté et carbonaté.
- Les minéraux principaux sont le quartz et la calcite. La portlandite n'a été détectée que sur les fines de dépoussiérage ou à l'état de traces sur les fractions les plus fines de sables.

Pour la suite de l'étude, il a été décidé de travailler sur les sables dans leur intégralité.

## DEUXIEME PARTIE

### FORMULATION DES CLINKERS



## FORMULATION DES CLINKERS

### I - Préparation des crus

#### I - 1. Composition des mélanges, paramètres pertinents

Les formulations des différents crus ont été établies à l'aide d'un tableur fourni par l'ATILH, partenaire de l'étude. Ce choix permet d'utiliser le même outil que d'autres partenaires et de limiter ainsi des divergences dans une optimisation toujours difficile.

Il s'agit d'introduire dans le tableur les compositions chimiques obtenues par fluorescence X des différents matériaux (matières premières, ajouts, sables de béton concassé, fines de dépoussiérage...) puis d'optimiser (avec un « solveur ») le pourcentage de chaque constituant afin de respecter les paramètres LSF (Lime Saturation Factor), SM (silica modulus) et AM (alumina modulus), ainsi que la quantité de liquide à 1400°C et 1450°C.

Ces différents paramètres sont rappelés ci-dessous.

#### Taux de saturation en chaux, LSF (Lime Saturation Factor)

Le taux de saturation en chaux LSF (Lime Saturation Factor) détermine la quantité de chaux nécessaire pour saturer les trois autres oxydes ( $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ). Il est défini par la relation suivante :

$$LSF = \frac{100CaO}{2,8SiO_2 + 1,18Al_2O_3 + 0,65Fe_2O_3} \quad (2)$$

Ce module exprime le rapport entre la chaux présente dans le mélange et la quantité de chaux qui peut être liée dans le clinker. Ce facteur permet de connaître le comportement du mélange à la cuisson et de prévoir la qualité du ciment. Plus il est élevé, plus les résistances du ciment le seront aussi, mais plus la cuisson sera difficile et nécessitera un accroissement de la consommation calorifique. Par ailleurs, un facteur de saturation en chaux élevé influe négativement sur la stabilité volumique du ciment hydraté (teneur en chaux libre). Lorsqu'il dépasse 100 %, il y a un déséquilibre entre les constituants. Toute la chaux ne peut alors être saturée et l'excédant reste sous forme de chaux non combinée ou chaux libre. Lors de cette étude, le but visé était un rapport compris entre 97 et 99.

La chaux libre est un paramètre essentiel pour juger de la qualité et du degré de cuisson du clinker. Des clinkers bien cuits résultants d'un cru équilibré et de bien broyés présentent des teneurs en CaO libre inférieures à 2 %.

### Module silicique, SM (silica modulus)

Son équation détermine la relation entre la quantité de silice  $SiO_2$  d'une part et la quantité d'alumine  $Al_2O_3$  et d'oxyde de fer  $Fe_2O_3$  d'autre part.

$$SM = \frac{SiO_2}{Al_2O_3 + Fe_2O_3} \quad (3)$$

L'objectif à atteindre pour ce module est de 2,5 à 2,7.

### Module aluminoferrique, AM (alumina modulus)

Ce module détermine la relation entre la quantité d'alumine  $Al_2O_3$  et d'oxyde de fer  $Fe_2O_3$ .

$$MA = \frac{Al_2O_3}{Fe_2O_3} \quad (4)$$

Sa valeur doit être supérieure ou égale à 1,20.

### Quantité de liquide

La quantité de liquide formé dans un mélange de composition donnée à une température comprise entre 1300 et 1400°C est calculée principalement à partir de la relation empirique :

$$\% \text{ de liquide} = 2,95 Al_2O_3 + 2,20 Fe_2O_3 \quad (5)$$

Des améliorations peuvent être apportées à cette « formule » en prenant en considération le taux de magnésie et d'alkalis présents dans le mélange. Le liquide est supposé contenir une partie de MgO (< 2%) ainsi que les oxydes alcalins  $K_2O$  et  $Na_2O$ . Les relations suivantes permettent de calculer la quantité de liquide formé à différentes températures :

$$\text{Pourcentage de liquide à } 1450 \text{ °C : } 3Al_2O_3 + 2,25 Fe_2O_3 + MgO + K_2O + Na_2O \quad (6)$$

$$\text{Pourcentage de liquide à } 1400 \text{ °C : } 2,95Al_2O_3 + 2,20 Fe_2O_3 + MgO + K_2O + Na_2O \quad (7)$$

Le pourcentage de liquide visé à 1400°C et 1450°C est d'au moins 24% et 25%, respectivement.

### Quantité de phases du clinker formées

A partir des relations de Bogue, la feuille de calcul permet également de prédire la quantité des différentes phases minérales du clinker formées. Les équations sont rappelées ci-après :

$$C_3S = 4,071CaO - 7,6024SiO_2 - 6,7187Al_2O_3 - 1,4297Fe_2O_3 \quad (8)$$

$$C_2S = - 3.071CaO + 8.6024SiO_2 + 5,0683Al_2O_3 + 1,0785Fe_2O_3 \quad (9)$$

$$C_3A = 2,6504Al_2O_3 - 1,6920Fe_2O_3 \quad (10)$$

$$C_4AF = 3,0432Fe_2O_3 \quad (11)$$

### Facteur d'aptitude à la cuisson (FAC) et indice d'aptitude à la cuisson (IAC)

Le facteur d'aptitude à la cuisson (FAC) et l'indice d'aptitude à la cuisson (IAC) sont définis comme suit :

$$FAC = LSF_{net} + (10.MS) - 3.(SO_3 + K_2O + Na_2O) \quad (12)$$

$$IAC = C_3S / (C_3A + C_4AF) \quad (13)$$

Le facteur d'aptitude à la cuisson doit être compris égal à 110+/-10 et l'indice d'aptitude à la cuisson entre 2,6 et 4,5.

Un exemple de feuille de calcul est donné sur la figure 31.

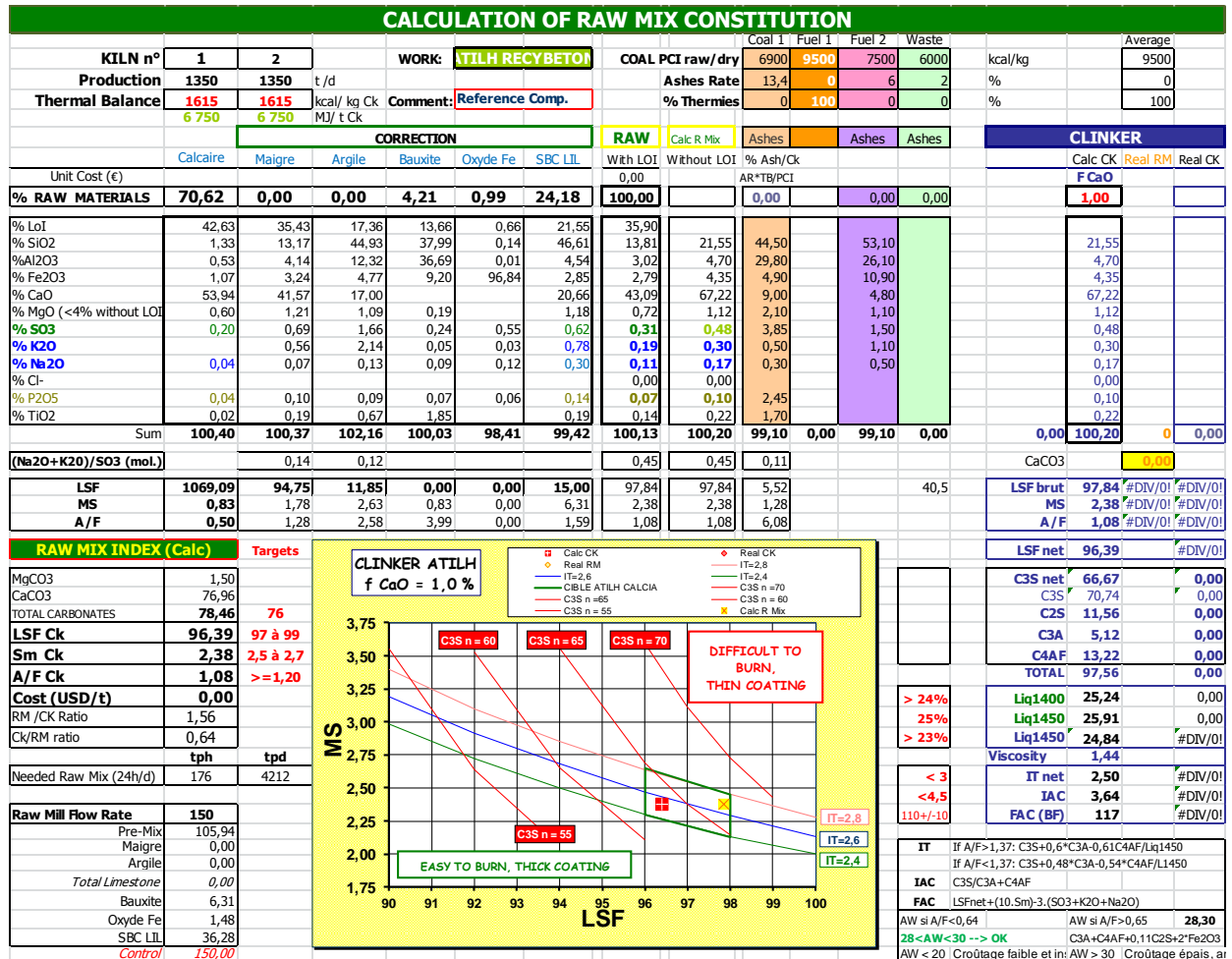


Figure 31 : Feuille de calcul utilisée pour la formulation des crus

Cette feuille de calcul permet non seulement de déterminer la composition du cru et la composition du clinker synthétisé, mais elle permet aussi de situer dans un graphe MS en fonction de LSF afin de prédire la difficulté ou facilité de cuisson et le taux de C<sub>3</sub>S dans le clinker. Le parallélogramme vert sur le graphe représente le domaine « idéal » dans lequel la raw composition du cru doit se situer pour obtenir une clinkérisation optimale.

Dans une première série d'essais, il a été décidé de substituer un des ajouts par un SBC. Si l'on se réfère aux analyses fluorescence X des sables (tableau 11) et des ajouts (tableau 16), on peut constater que les SBC ont une composition chimique assez voisine de celle de l'argile. La première série d'expérience a donc consisté à substituer totalement l'argile par les sables.

Une deuxième série de formulation a été établie en substituant le maigre par les SBC. Seuls les SBC LIL et LYN et les FDD ont été utilisés ici, compte tenu de la trop faible teneur en oxyde de calcium des 2 autres sables.

Une troisième série de formulation a été réalisée en substituant entièrement le maigre et l'argile par les SBC.

Les formulations retenues sont décrites dans les paragraphes qui suivent.

### I - 2. Préparation des crus

Les SBC utilisés pour préparer les crus sont les matériaux résultant de l'étude de la broyabilité (passants à 250 $\mu$ m). Pour chaque essai, un échantillon de 100g a été préparé par mélange des différents matériaux préalablement séchés à l'étuve, dans les proportions pondérales définies par optimisation.

Chaque mélange a subi un co-broyage de 30 secondes à 850t/min dans le broyeur à anneaux. Ils ont ensuite été homogénéisés dans un agitateur type « turbula » pendant 24h (figure 32). Quatre prises d'essai par cru ont alors été réalisées et placées dans une pastilleuse pour être pressées à une charge de 2,5t (figure 33). Cette étape permet de favoriser les contacts entre particules et donc les réactivités entre les différents constituants du mélange.



Figure 32 : Turbula



Figure 33 : Pastilleuse

### I - 3. Cuisson des crus

Pour chaque mélange, quatre pastilles ont été placées dans une coupelle en platine placée ensuite dans un four électrique de laboratoire. Les crus ont été cuits jusqu'à différentes températures afin de contrôler leur aptitude à la cuisson (1200, 1300, 1400 et 1450°C).

La rampe de température appliquée est la suivante (figure 34) :

- Rampe initiale : 10°C/min pendant 118 min pour atteindre 1200°C.
- 1<sup>er</sup> palier à 1200°C pendant 20 min ; prélèvement d'une pastille à la 20<sup>ème</sup> minute.
- 10°C/ min pendant 10 min pour atteindre 1300°C.
- 2<sup>ème</sup> palier à 1300°C pendant 20 min ; prélèvement d'une pastille à la 20<sup>ème</sup> minute

- 10°C/min pendant 10 min pour atteindre 1400°C.
- 3<sup>ème</sup> palier à 1400°C pendant 20 min ; prélèvement d'une pastille à la 20<sup>ème</sup> minute
- 10°C/min pendant 5 min pour atteindre 1450°C.
- 4<sup>ème</sup> palier pendant 20 min ; prélèvement de la dernière pastille à la 20<sup>ème</sup> minute

Chaque pastille prélevée a été placée aussitôt sur un matériau réfractaire froid, afin de la ramener à température ambiante en quelques minutes, et d'assurer ainsi une trempe efficace.

La photographie de clinkers aux différentes températures de cuisson est présentée sur la figure 35. On remarque nettement le changement de couleur qui correspond au processus de clinkérisation, entre 1300°C et 1400°C.

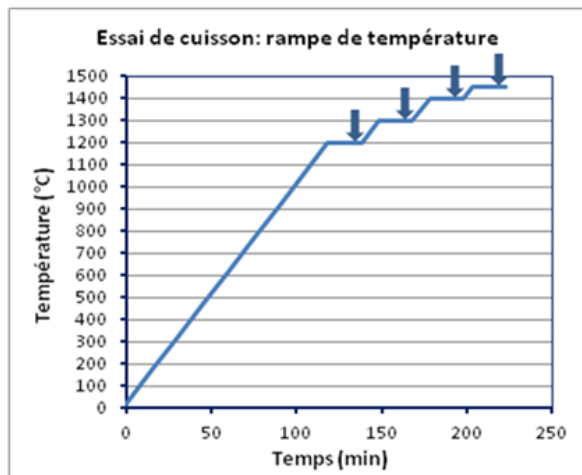


Figure 34 : Rampe de température de cuisson

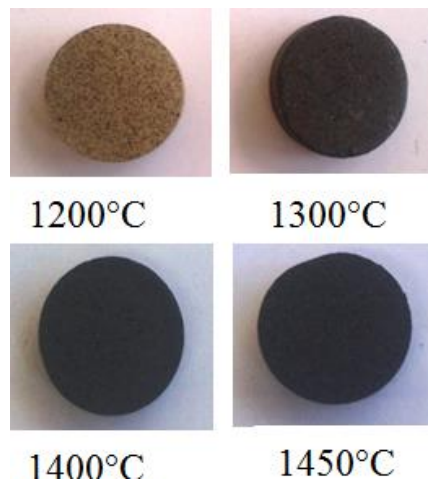


Figure 35 : Photographies du clinker aux différentes températures

## II - Substitution de l'argile par les SBC

La première série d'essais (indiquée « 1 ») a consisté à substituer l'argile par chacun des sables de béton concassé (produit entier). Les clinkers ont été ensuite caractérisés par fluorescence X, analyses thermiques et diffraction des rayons X.

Les pourcentages des différents constituants sont regroupés dans le tableau 17. Un cru de référence, dont la composition a été fournie par le CTG, a été préparé afin de comparer les résultats.

	Calcaire	Maigre	Argile	Bauxite	Ferreux	<b>SBC</b>	LSF	SM	AM	FAC	IAC
Référence	38	48	14	0	0	<b>0</b>	97,98	2	1,49	112	2,89
STB1	40	48	0	1	0	<b>11</b>	99,14	2,51	1,34	120	4,13
PRS1	40	48	0	1	0	<b>11</b>	99,32	2,68	1,26	122	4,55
LIL1	38	47	0	1	0	<b>14</b>	97,50	2,44	1,30	117	3,80
LYN1	38	47	0	0	0	<b>15</b>	97,40	2,64	1,33	119	4,10
FDD1	25	45	0	1	0	<b>29</b>	97,64	2,40	1,58	116	3,57

Tableau 17 : Pourcentages massiques des constituants de la première série de formulation

Comme mentionné précédemment, les sables LIL et LYN ont une composition voisine, de même pour les sables PRS et STB. Cela conduit donc à des taux de substitution et des valeurs de module quasi-identiques. Les sables PRS et STB étant toutefois plus pauvres en oxyde de calcium que l'argile, il est nécessaire d'augmenter légèrement la teneur en calcaire. Les valeurs relativement élevées du facteur LSF pour PRS1 et STB1 conduisent à des conditions de cuisson plus difficiles.

## II - 1. Analyse par fluorescence X

Après cuisson des crus, une analyse chimique par fluorescence X (FX) a été faite sur les clinkers obtenus avec les SBC (tableau 18) afin de comparer la composition obtenue avec celle prévue. Le calcul de Bogue a également été effectué afin d'évaluer les quantités des différentes phases minéralogiques du clinker, en tenant compte forfaitairement de la présence de 1% de CaO libre dans l'échantillon.

On remarque que les analyses fluorescence X des crus préparés sont proches de celles calculées à partir de la composition chimique des matériaux de départ et de leurs proportions pondérales dans le mélange. L'homogénéité des mélanges est donc bien vérifiée.

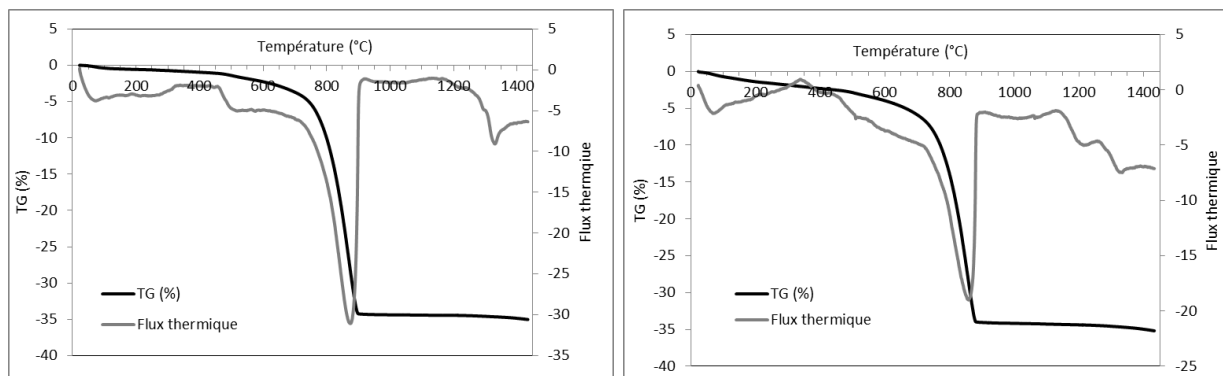
Les teneurs élevées en CaO de PRS1, LIL1 et de STB1 conduisent à des taux de  $C_3S$  supérieurs à ceux couramment rencontrés dans les clinkers Portland ordinaires. La conséquence est une cuisson plus difficile de ces clinkers...

	Ref.		STB1		PRS1		LIL1		LYN1		FDD1	
	Prévue (calcul)	Réalisée (FX)	Prévue (calcul)	Réalisée (FX)	Prévue (calcul)	Réalisée (FX)	Prévue (calcul)	Réalisée (FX)	Prévue (calcul)	Réalisée (FX)	Prévue (calcul)	Réalisée (FX)
SiO <sub>2</sub>	20,38	20,70	21,13	21,15	21,41	20,09	21,25	20,92	21,55	21,06	20,99	23,04
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	6,08	6,10	4,83	4,95	4,45	4,37	4,92	4,79	4,66	4,59	5,36	5,68
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4,09	3,70	3,60	3,19	3,53	3,04	3,78	3,14	3,51	3,03	3,40	2,42
TiO <sub>2</sub>	0,30	0,31	0,20	0,22	0,20	0,21	0,22	0,24	0,19	0,20	0,24	0,27
MnO		0,05		0,06		0,05		0,06		0,05		
CaO	66,54	66,35	67,63	67,53	68,03	68,33	67,08	68,15	67,35	66,71	66,72	65,55
MgO	1,49	1,43	1,45	1,38	1,40	1,30	1,51	1,41	1,43	1,32	1,63	1,42
SO <sub>3</sub>	0,99	0,78	0,71	0,39	0,73	0,63	0,76	0,67	0,72	0,78	1,22	0,78
K <sub>2</sub> O	0,88	0,53	0,59	0,07	0,50	0,32	0,58	0,37	0,66	0,53	0,55	0,22
Na <sub>2</sub> O	0,10	0,10	0,17	0,14	0,10	0,10	0,14	0,15	0,26	0,22	0,12	0,11
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,12	0,10	0,11	0,10	0,11	0,10	0,13	0,12	0,12	0,11	0,14	0,11
SrO		0,07		0,07		0,08		0,08		0,08		
C <sub>3</sub> S	65,26		73,06		75,23		69,02		70,01		67,16	
C <sub>2</sub> S	11,42		5,55		4,71		8,95		9,06		9,60	
C <sub>3</sub> A	9,21		6,72		5,82		6,65		6,42		8,45	
C <sub>4</sub> AF	12,42		10,95		10,73		11,5		10,66		10,34	

Tableau 18 : Composition chimique prévue (calcul) et réalisée (Analyse par fluorescence X) des clinkers à base de SBC

## II - 2. Analyses thermiques

Une analyse thermogravimétrique couplée à une analyse thermodifférentielle (ATG/ATD) a été effectuée sur chaque cru de cette 1<sup>ère</sup> série de formulation. L'échantillon placé dans une nacelle en platine est chauffé de 20°C à 1450°C, à raison de 10°C/min, sous flux d'air. Cet essai permet de comparer les températures et pertes de masse des différents crus, jusqu'à la clinkérisation. Les courbes obtenues sont présentées sur la figure 36. La figure 37 compare les courbes de tous les échantillons.



a) Référence

b) FDD1



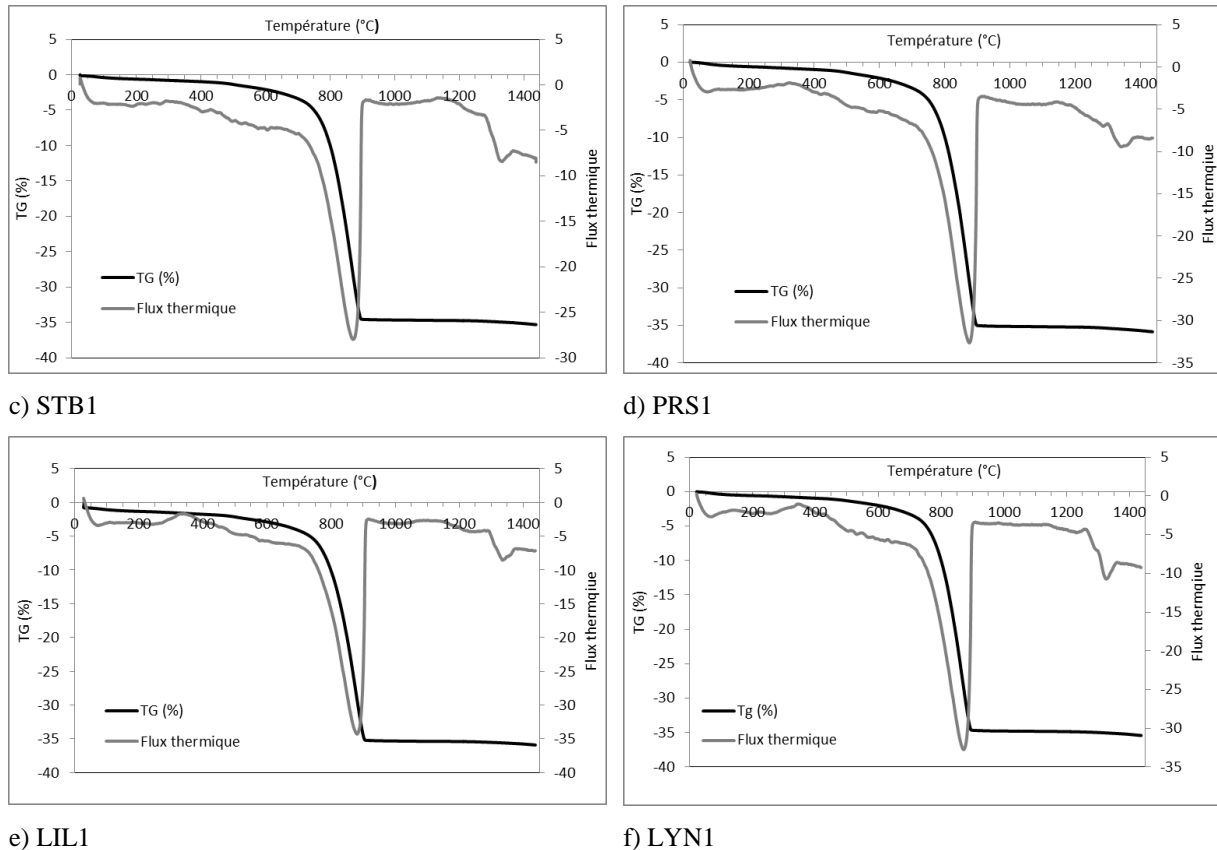


Figure 36 : Analyses ATG/ATD des crus de référence et substitués par les sables

Sur chaque cru, on peut observer la présence de deux pertes de masse associées chacune à un signal endothermique :

- la première, située aux environs de 450-500°C, est attribuée à la déshydratation des argiles,
- la seconde, vers 800°C, d'intensité beaucoup plus marquée, correspond à la décarbonatation de  $\text{CaCO}_3$ .

Un troisième signal endothermique, sans perte ou prise de masse associée, est visible vers 1350-1450°C et met en évidence l'apparition de la phase liquide.

La température de fusion est approximativement la même pour le cru de référence et chacun des crus alternatifs. L'ajout de sables de béton concassé n'influe donc pas sur la température d'apparition de la phase liquide.

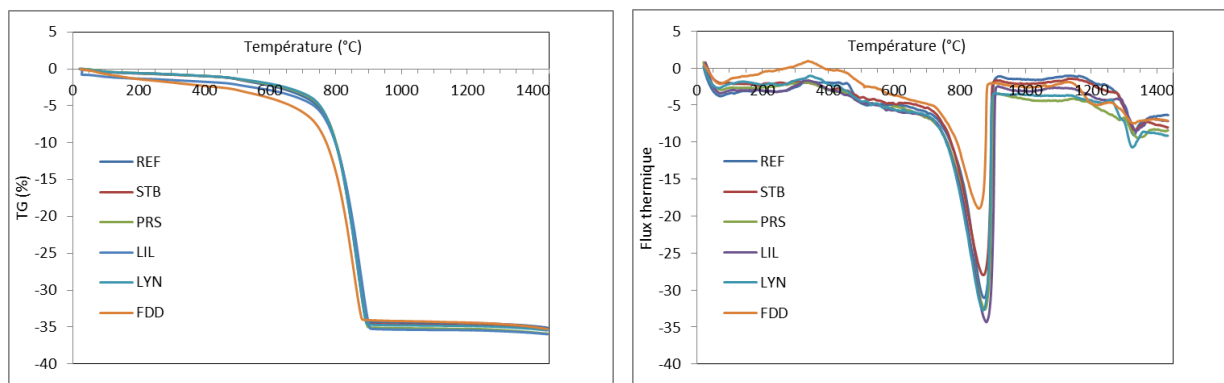


Figure 37 : Courbes ATG (gauche) et ATD (droite) des différents crus

L'examen comparatif des différentes courbes ATD-ATG (figure 37) ne montre pas de différence notable dans le comportement thermique des crus étudiés. Les courbes ATG sont confondues, à l'exception de celle du cru à base de FDD1 qui présente une perte de masse plus rapide et plus importante vers 600°C, due à la présence plus significative de portlandite dans les FDD. Les pertes de masse sont équivalentes à 1450°C et voisines des valeurs attendues par calcul (entre 35 et 36%).

Les courbes ATD complètent ces analyses et permettent en particulier de bien confirmer l'apparition de la phase liquide.

### II - 3. Aptitude à la cuisson

Les prélèvements effectués aux différentes températures ont été caractérisés pour vérifier d'une part la progression de la combinaison minéralogique par diminution de la chaux libre en fonction de la température, et d'autre part la formation des phases minéralogiques attendues. On exprime ainsi l'aptitude des crus à se transformer en clinker par une courbe montrant l'évolution de la teneur en chaux libre en fonction de la température de cuisson (%CaO libre =  $f(T^{\circ}\text{C})$ ).

Le dosage de la chaux libre a été réalisé par la méthode Ethylène glycol. Elle repose sur un titrage complexométrique par solution d'EDTA des ions  $\text{Ca}^{2+}$  libérés après extraction et dissolution de la chaux par l'éthylène glycol. La concentration de la solution titrante a été vérifiée par dosage de carbonate de calcium commercial, titrant au minimum 99%. Les teneurs en CaO libre des clinkers synthétisés obtenues par cette technique sont données dans le tableau 19 et sur la figure 38.

% CaO	1200°C	1300°C	1400°C	1450°C
REF	14,3	6,3	2,4	1,5
STB1	20,0	7,8	5,7	4,1
PRS1	19,4	10,9	9,0	7,6
LIL1	15,2	9,6	5,9	4,8
LYN1	14,5	8,4	5,1	2,7
FDD1	14,5	4,9	2,1	1,2

Tableau 19 : Teneurs en CaO libre des clinkers synthétisés

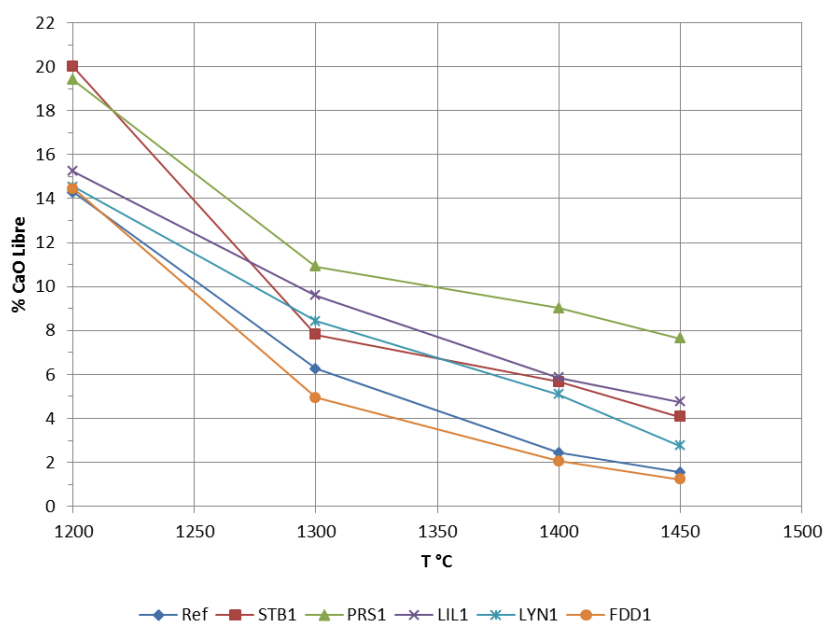


Figure 38 : Evolution du taux de CaO libre en fonction de la température de cuisson

L'analyse des courbes montre que :

1. le taux de chaux libre diminue systématiquement avec la température de cuisson. La baisse est significative entre 1200°C et 1300°C, car c'est à partir de 1280°C que la phase  $C_3S$  se forme à partir de CaO et  $C_2S$ .
2. les crus qui présentent un LSF élevé (PRS et STB) sont ceux pour lesquels il reste le plus de CaO libre à 1450°C (résultat en conformité avec la littérature). La teneur en CaO libre est également élevée pour LIL, mais c'est le cru le plus riche en oxyde de calcium et qui présente au demeurant un module silicique relativement élevé...

Les teneurs en chaux libre aux différentes températures ( $CaO_{L-1200, etc}$ ) permettent de calculer l'aptitude à la cuisson des clinkers (AC), définie selon la relation suivante (14).

$$AC = (2*CaO_{L-1200} + 3*CaO_{L-1300} + 4*CaO_{L-1400} + 2*CaO_{L-1450})/100 \quad 14$$

La valeur maximale préconisée est 1,5. Le coefficient AC est donné dans le tableau 20 pour les différents clinkers synthétisés. Il est toujours inférieur à la valeur cible. Les crus substitués par les sables STB, PRS et LIL sont les plus difficiles à cuire, ce qui est en accord avec les prévisions du tableau 17.

	AC
REF	0,6
STB1	0,94
PRS1	1,23
LIL1	0,92
LYN1	0,80
FDD1	0,54

Tableau 20 : Aptitude à la cuisson des clinkers

#### II - 4. Analyse par diffraction des rayons X

Les analyses par diffraction des rayons X ont été effectuées sur poudres, après broyage des différents clinkers obtenus à 1200, 1300, 1400 et 1450°C. Les phases cristallisées identifiées sont l'alite C<sub>3</sub>S, la bélite C<sub>2</sub>S, l'aluminate tricalcique C<sub>3</sub>A, l'aluminoferrite tétracalcique et la chaux libre. Les diffractogrammes sont regroupés pour chaque clinker sur les figures 39, 40, 41, 42 et 43, par ordre décroissant de température.

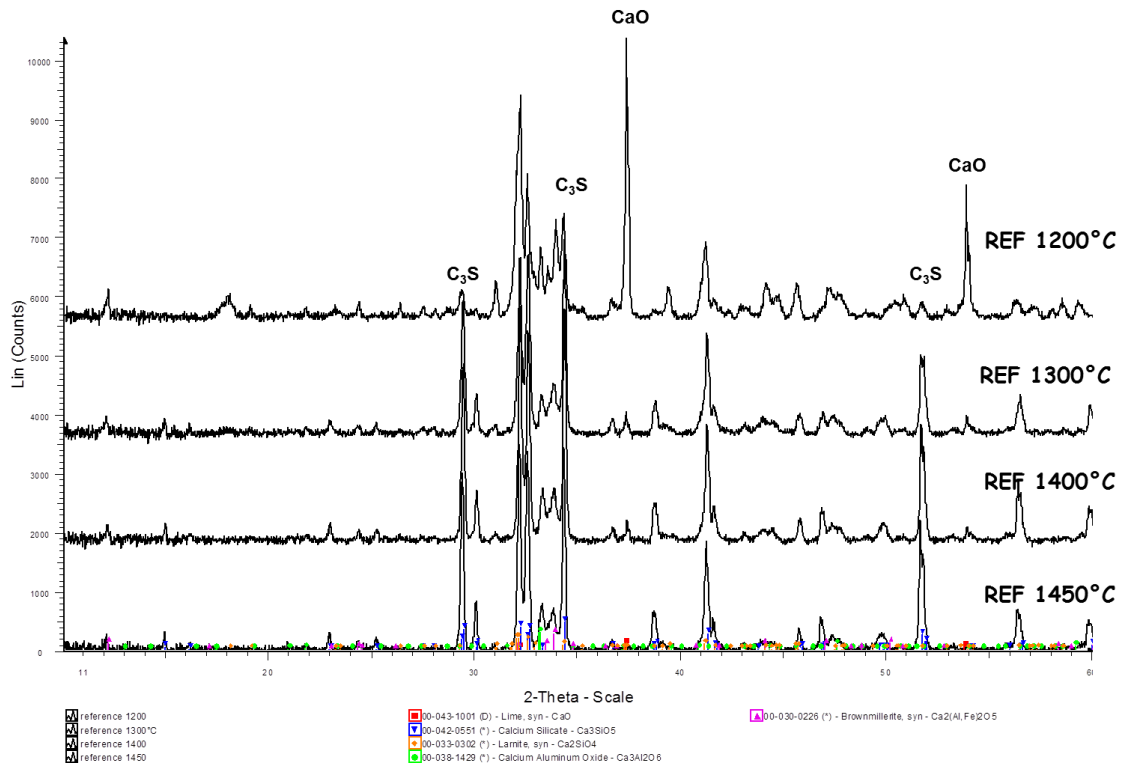


Figure 39 : Diffractogrammes des clinkers de référence à 1200-1300-1400 et 1450°C

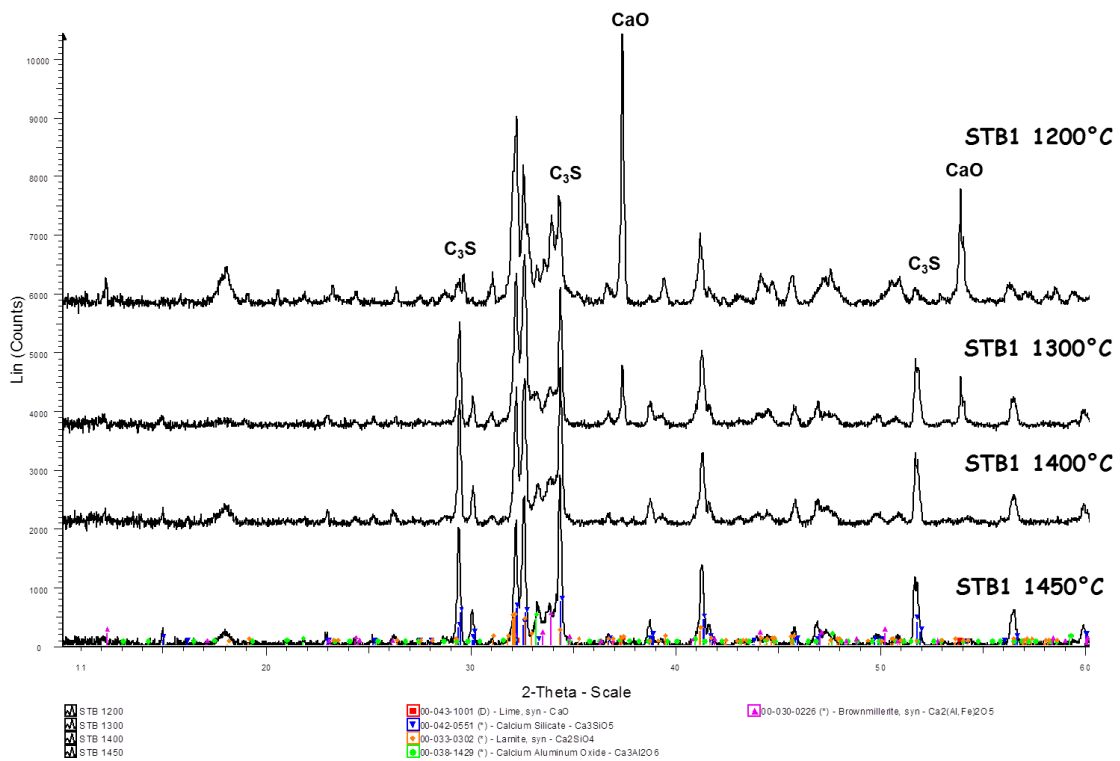


Figure 40 : Diffractogrammes des clinkers SBC STB1 à 1200-1300-1400 et 1450°C

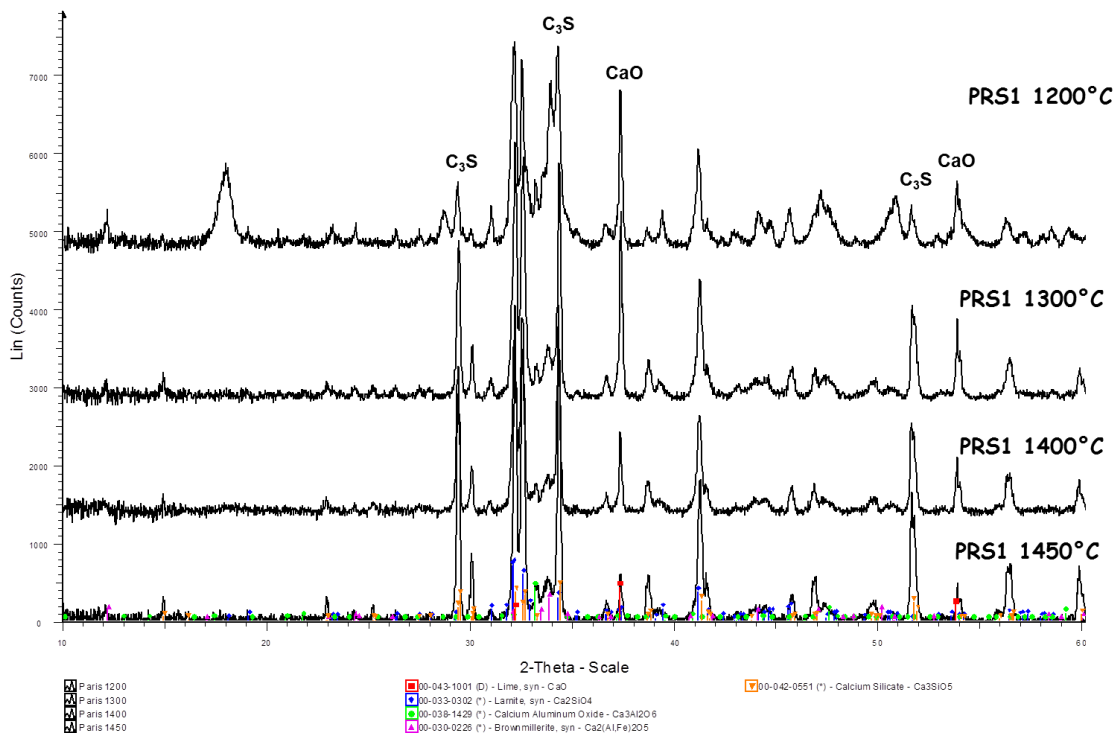


Figure 41 : Diffractogrammes des clinkers SBC PRS1 à 1200-1300-1400 et 1450°C

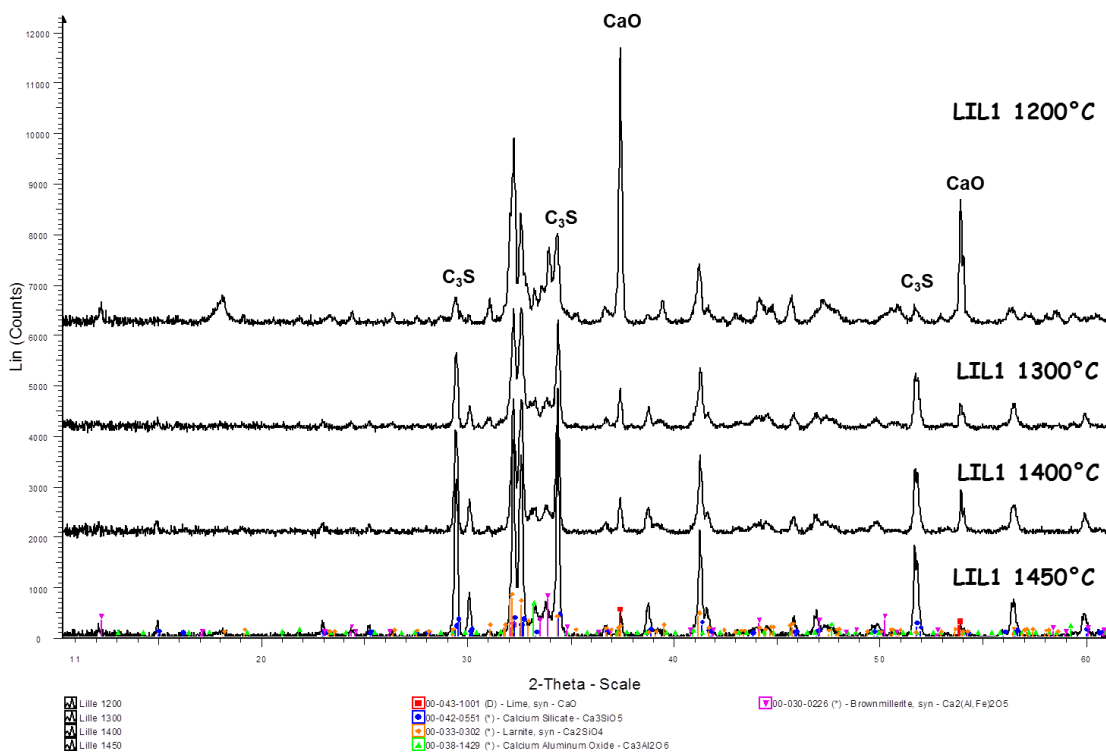


Figure 42 : Diffractogrammes des clinkers SBC LIL1 à 1200-1300-1400 et 1450°C

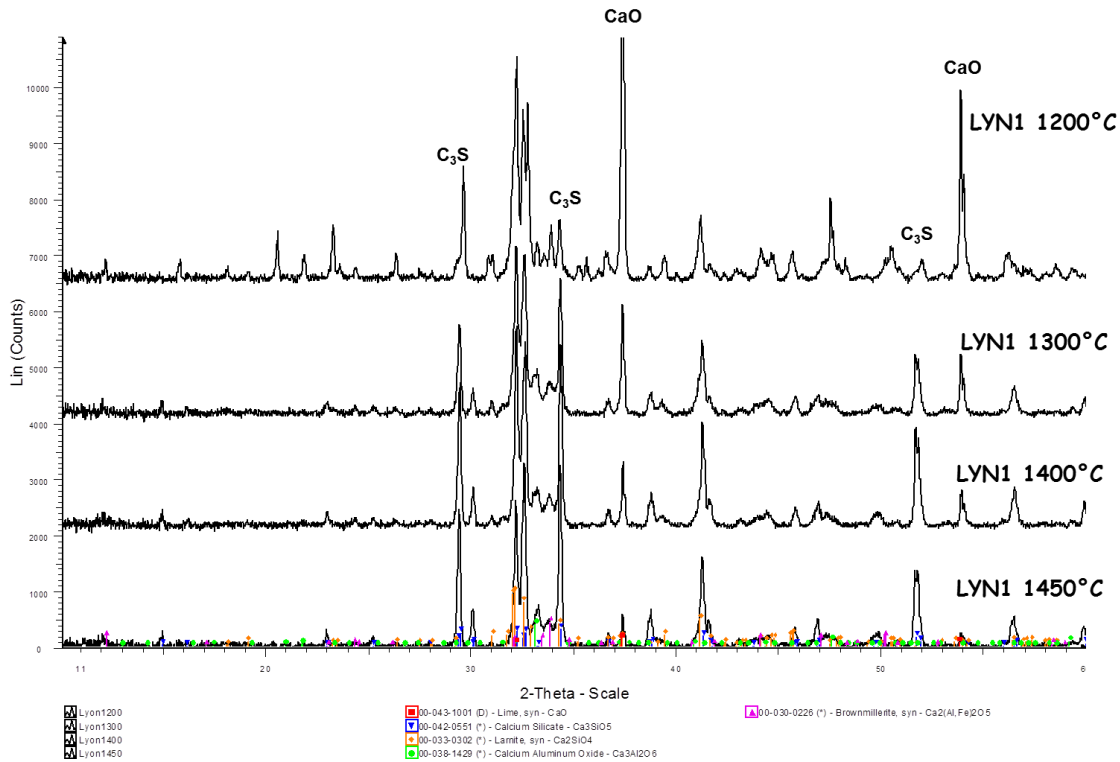


Figure 43 : Diffractogrammes des clinkers SBC LYN1 à 1200-1300-1400 et 1450°C

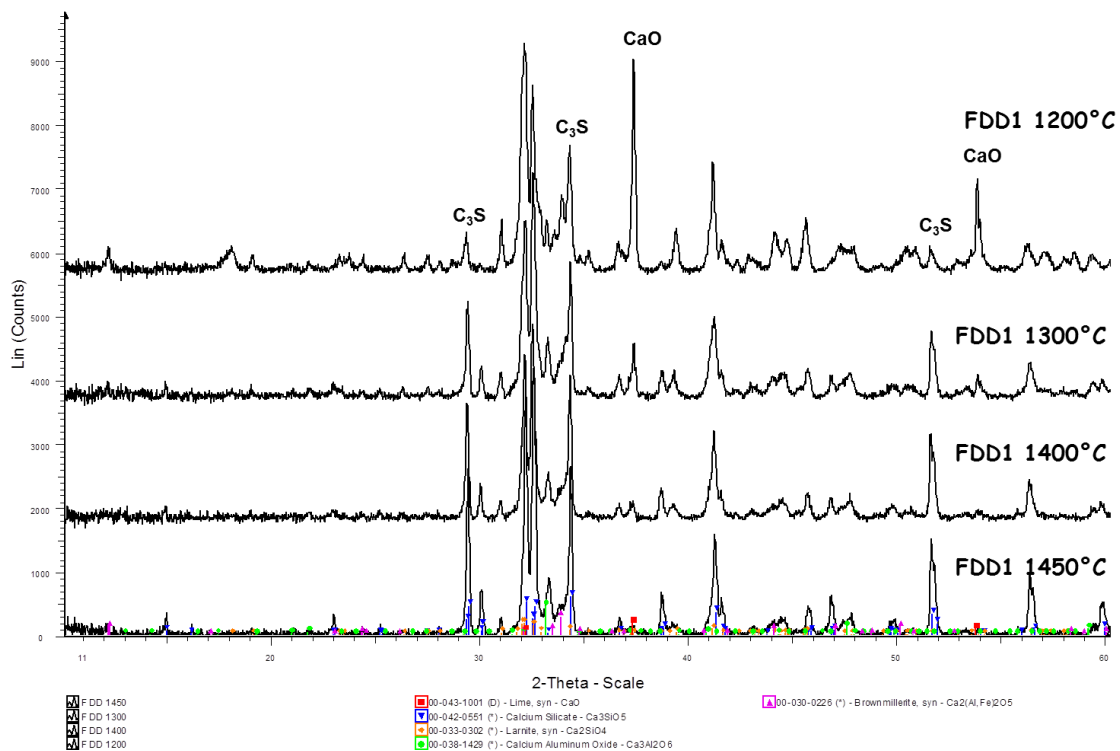


Figure 44 : Diffractogrammes des clinkers FDD1 à 1200-1300-1400 et 1450°C

Sur chaque figure, les pics caractéristiques de la chaux (CaO) et de l'alite (C<sub>3</sub>S) sont distingués afin de suivre l'évolution de leur intensité avec la température. Ainsi, on constate pour tous les mélanges une nette diminution de la chaux et une augmentation concomitante de l'alite (et aussi des autres phases minéralogiques du clinker C<sub>2</sub>S, C<sub>3</sub>A et C<sub>4</sub>AF).

On note également que de la chaux subsiste encore à 1450°C (chaux libre) pour les clinkers PRS1, STB1, LYN1 et LIL1, en conformité avec le dosage chimique. Pour les clinkers de référence et FDD1, les pics de la chaux sont peu visibles ou ont disparu. Aux températures de cuisson inférieures, c'est le mélange PRS1 qui présente les pics les plus intenses pour CaO, résultat toujours en accord avec le dosage chimique (tableau 19).

Les différentes phases ont été ensuite quantifiées par analyse Rietveld à l'aide du logiciel Topas<sup>®</sup>. Les teneurs sont données pour les clinkers cuits à 1300°C, 1400°C et 1450°C dans le tableau 21. La dernière ligne donne, à titre de comparaison, les teneurs calculées par la méthode de Bogue (1450 °C (cal)), en considérant le taux de chaux libre déterminé par analyse Rietveld.

<b>REF</b>	<b>C<sub>3</sub>S</b>	<b>C<sub>2</sub>S</b>	<b>C<sub>3</sub>A</b>	<b>C<sub>4</sub>AF</b>	<b>CaO</b>	<b>MgO</b>
1300°C	61,39	15,98	4,91	14,75	1,24	1,73
1400°C	70,38	7,08	6,63	13,15	1,14	1,62
1450°C	75,8	2,9	7,5	11,6	0,73	1,46
1450°C (cal)	63,6	10,5	9,2	12,4		

<b>STB1</b>	<b>C<sub>3</sub>S</b>	<b>C<sub>2</sub>S</b>	<b>C<sub>3</sub>A</b>	<b>C<sub>4</sub>AF</b>	<b>CaO</b>	<b>MgO</b>
1300°C	45,31	32,6	5,6	10,5	4,01	2,02
1400°C	60,37	16,42	7,84	11,33	2,71	1,34
1450°C	68,75	9,2	8,1	11,5	2,35	0,13
1450°C (cal)	67,6	9,7	6,7	10,95		

<b>PRS1</b>	<b>C<sub>3</sub>S</b>	<b>C<sub>2</sub>S</b>	<b>C<sub>3</sub>A</b>	<b>C<sub>4</sub>AF</b>	<b>CaO</b>	<b>MgO</b>
1300°C	49,6	27,7	2,12	11,47	7,5	1,66
1400°C	59,5	19,9	3,6	10,15	4,9	1,93
1450°C	67,5	14,8	2,6	10,8	2,44	1,87
1450°C (cal)	69,4	9,1	5,8	10,7		

<b>LIL1</b>	<b>C<sub>3</sub>S</b>	<b>C<sub>2</sub>S</b>	<b>C<sub>3</sub>A</b>	<b>C<sub>4</sub>AF</b>	<b>CaO</b>	<b>MgO</b>
1300°C	51,8	23,7	7,07	10,5	3,4	3,6
1400°C	61,6	15,9	5,1	11,5	3,3	2,6
1450°C	67,8	13,4	5,1	10,5	1,4	1,8
1450°C (cal)	67,4	10,1	6,65	11,5		



<b>LYN1</b>	<b>C<sub>3</sub>S</b>	<b>C<sub>2</sub>S</b>	<b>C<sub>3</sub>A</b>	<b>C<sub>4</sub>AF</b>	<b>CaO</b>	<b>MgO</b>
1300°C	45,75	27,5	6,1	12	6,5	2,1
1400°C	59,3	20,8	6,1	8	3,7	2,1
1450°C	66,3	13,7	6,9	10,1	1,5	1,6
1450°C (cal)	68	10,6	6,4	10,7		

<b>FDD1</b>	<b>C<sub>3</sub>S</b>	<b>C<sub>2</sub>S</b>	<b>C<sub>3</sub>A</b>	<b>C<sub>4</sub>AF</b>	<b>CaO</b>	<b>MgO</b>
1300°C	38,2	41,7	5,5	10,9	2	1,7
1400°C	49,8	32,6	7,8	7,8	0,5	1,5
1450°C	58	26,8	7,9	5,2	0,3	1,4
1450°C (cal)	70	7,4	8,4	10,3		

Tableau 21 : Teneurs des différentes phases des clinkers synthétisés en fonction de la température

On confirme ainsi que les teneurs en chaux libre et en bélite diminuent bien systématiquement avec l'augmentation de la température, et que la phase alite augmente en contrepartie.

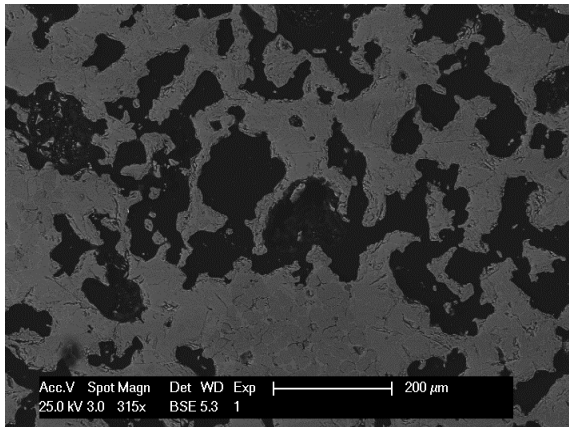
Par ailleurs, les calculs de la composition minéralogique selon Bogue ne sont pas toujours en bon accord avec les calculs Rietveld, mais cela est assez habituel...

Enfin, on retiendra que PRS1 et STB1 sont les clinkers contenant le plus de chaux libre, et que ce sont ceux qui sont le plus difficile à cuire.

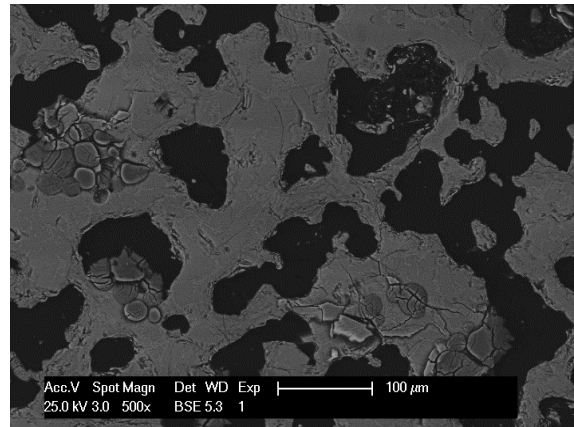
## **II - 5. Analyse par microscopie électronique à balayage : MEB**

Les clinkers REF, PRS1 et STB1, synthétisés à 1400°C et 1450°C, ont été observés par microscopie électronique à balayage, sur sections polies à sec. L'objectif était de voir si la substitution d'un composant du cru par un SBC avait une éventuelle influence sur la forme/morphologie des phases formées.

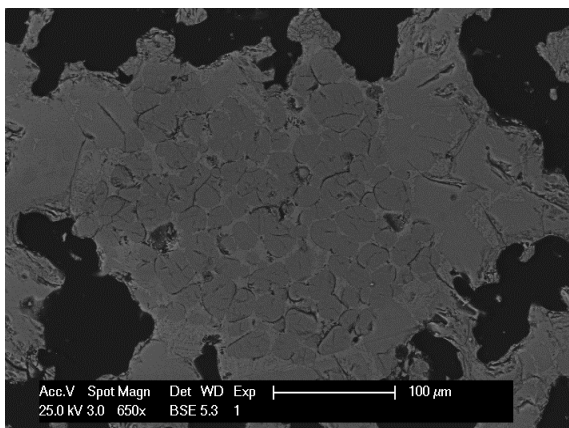
Les micrographies du clinker de référence obtenu à 1400°C et 1450°C sont présentées sur les figures 45 et 46, respectivement. Il s'agit d'observations en électrons rétrodiffusés destinées à mieux faire apparaître les contrastes (de gris) entre les différentes phases. Des commentaires accompagnent les images.



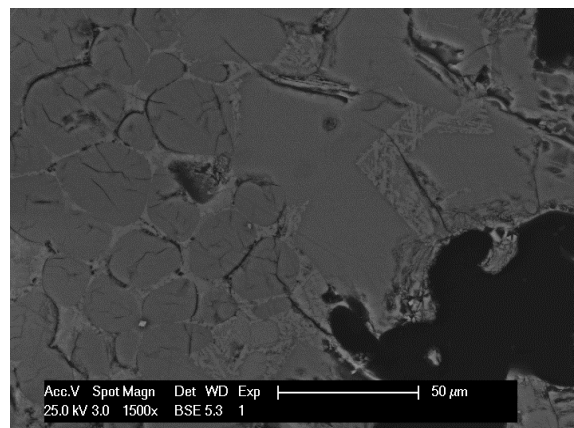
a) Vue générale



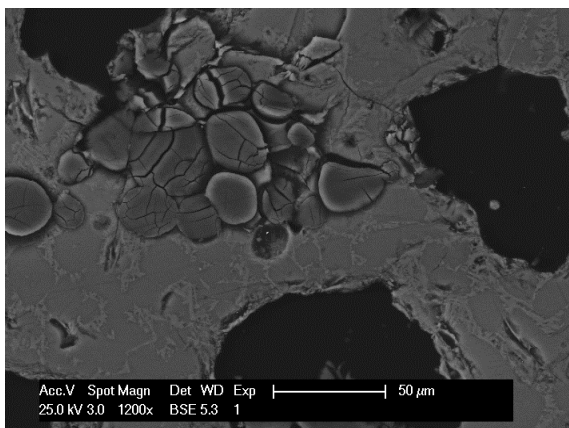
b) Vue générale



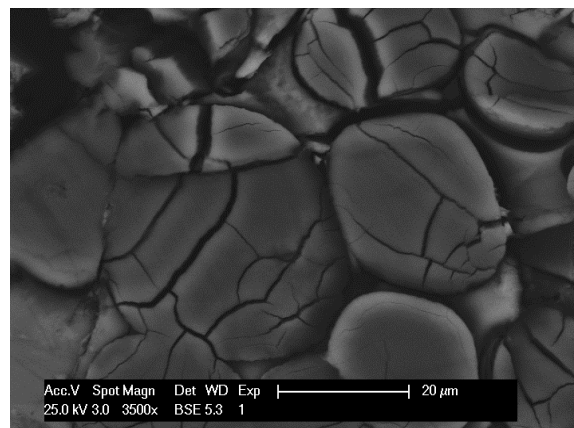
c) Présence de  $C_3S$  et de  $C_2S$ .  $C_3A$  et  $C_4AF$  constituent la phase interstitielle



d) Présence de  $C_3S$  (grains anguleux) et de  $C_2S$  (ronds)

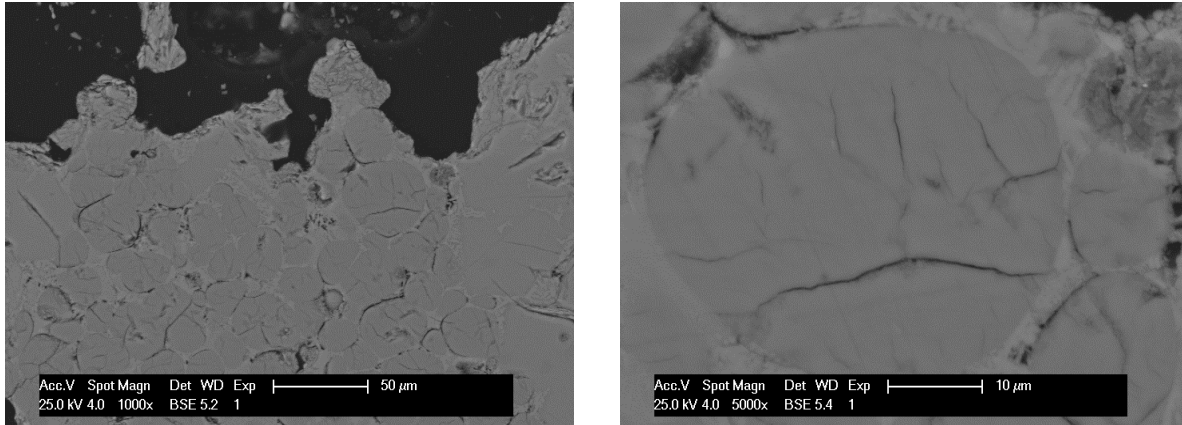


e)  $C_3S$ , phase interstitielle et nodules de CaO



f) Nodules de CaO libre

Figure 45 : Micrographies MEB du clinker de référence obtenu à 1400°C



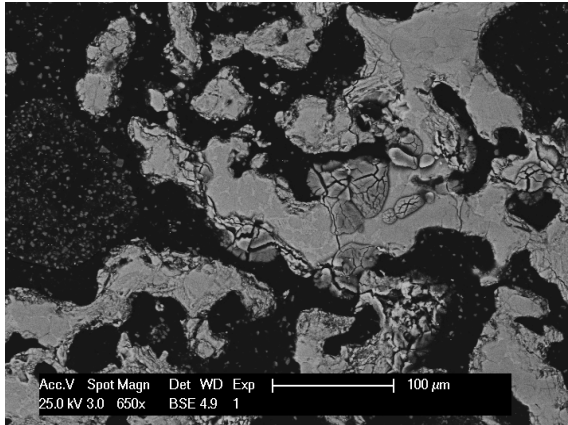
a) Grains de  $C_3S$  et  $C_2S$  entourés de la phase interstitielle

b) Phase  $C_2S$

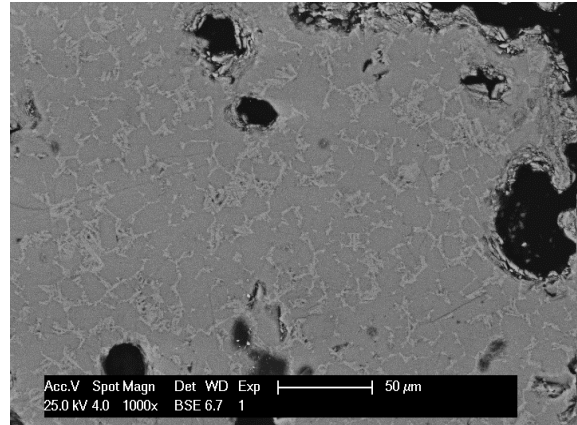
Figure 46 : Micrographies MEB du clinker de référence obtenu à  $1450^{\circ}C$

Les observations MEB montrent clairement les phases du clinker.  $C_3S$  est caractérisée par des gros grains, de plusieurs dizaines de microns, de forme anguleuse, qui apparaissent en gris clair.  $C_2S$  se présente sous forme de grains arrondis, de quelques dizaines de microns, de couleur grise un peu plus foncée que  $C_3S$ . On note également la présence de chaux libre sous la forme de « nodules » de couleur plus foncée encore. Ces nodules sont plus abondants dans le clinker cuit à  $1400^{\circ}C$  que dans celui cuit à  $1450^{\circ}C$ . La phase liquide interstitielle constituée de  $C_3A$  et de  $C_4AF$  correspond aux zones sombres.

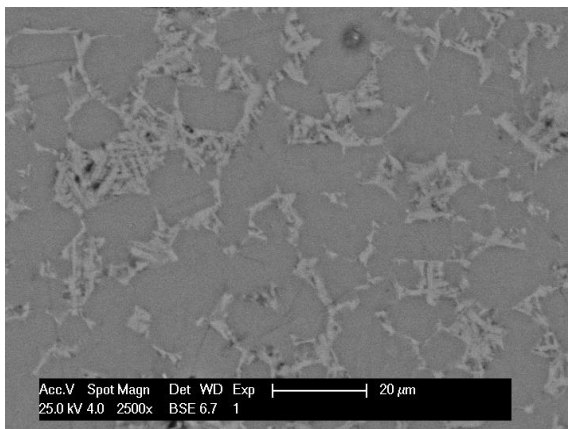
Les micrographies MEB du clinker PRS1 synthétisé aux températures de  $1400^{\circ}C$  et  $1450^{\circ}C$  sont présentées sur les figures 47 et 48, respectivement.



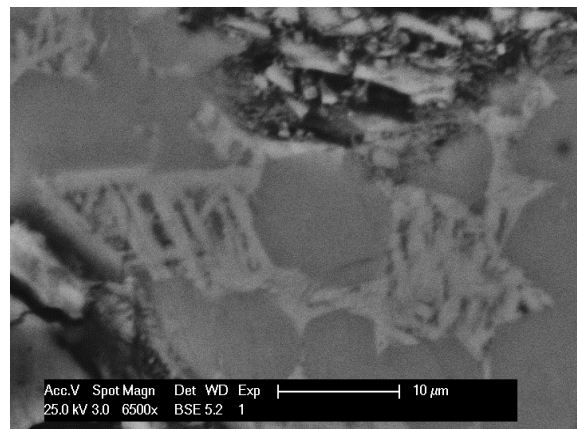
a) Vue générale



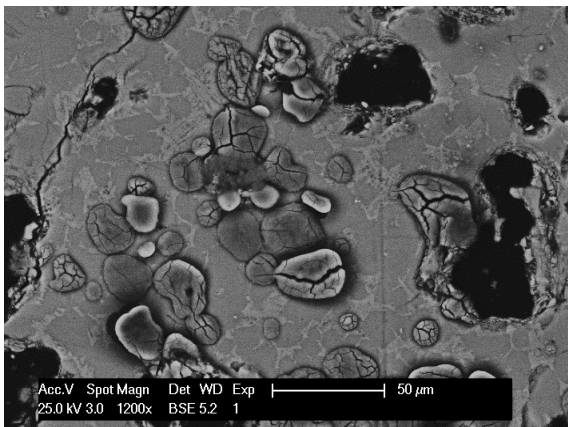
b) Vue générale



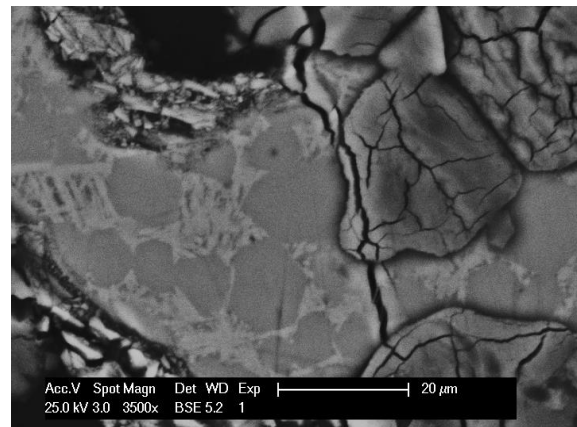
c)



d)  $C_3S$  et phase interstitielle

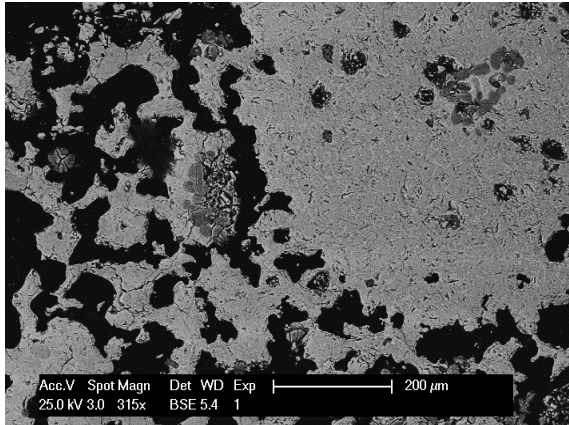


e) Présence de nodules de CaO

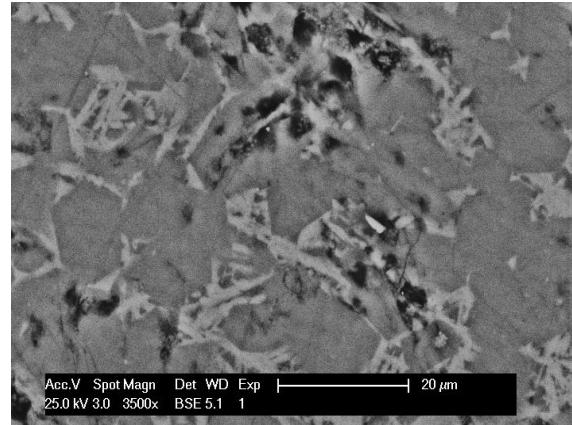


f) CaO (grains arrondis),  $C_3S$  (grains anguleux) et phase interstitielle

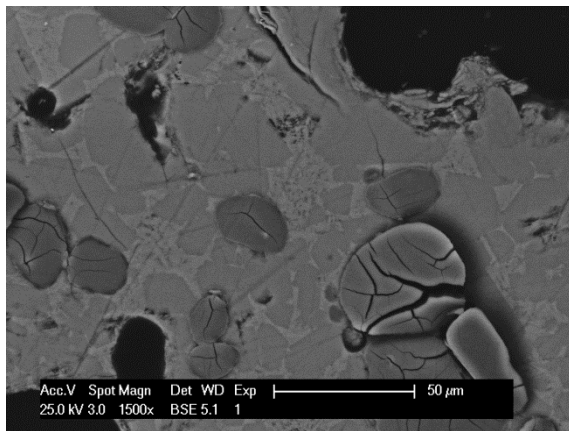
Figure 47 : Micrographies MEB du clinker PRS1 obtenu à 1400°C



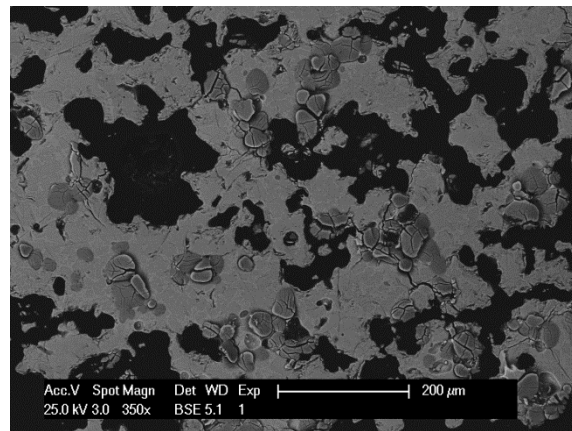
a) Vue générale



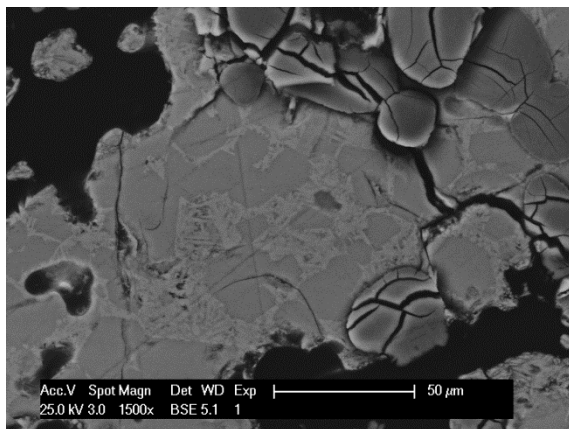
b) Grains de C<sub>3</sub>S et phase interstitielle



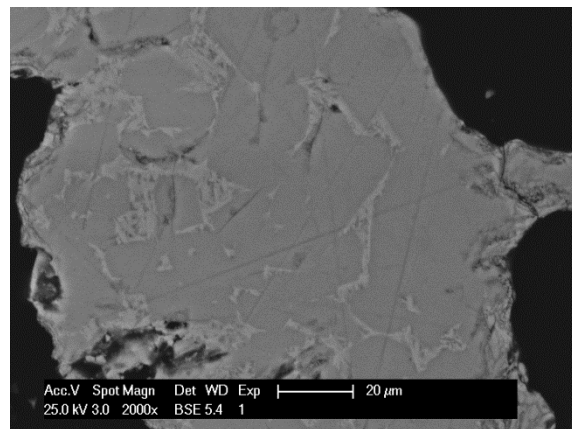
c) C<sub>3</sub>S, phase interstitielle et CaO



d) Vue générale avec présence de nodules de CaO (en plus sombre)



e) C<sub>3</sub>S, CaO et phase interstitielle



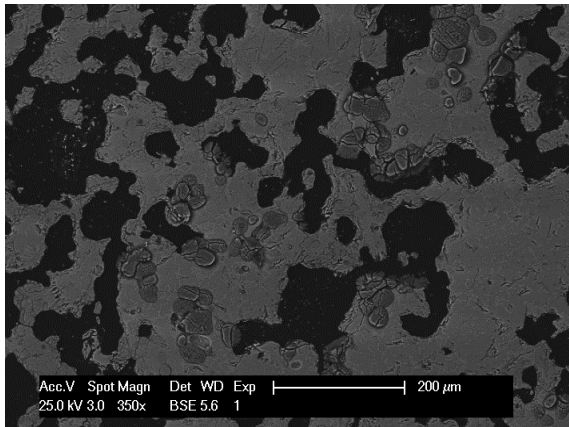
f) C<sub>3</sub>S et phase interstitielle

Figure 48 : Micrographies MEB du clinker PRS1 obtenu à 1450°C

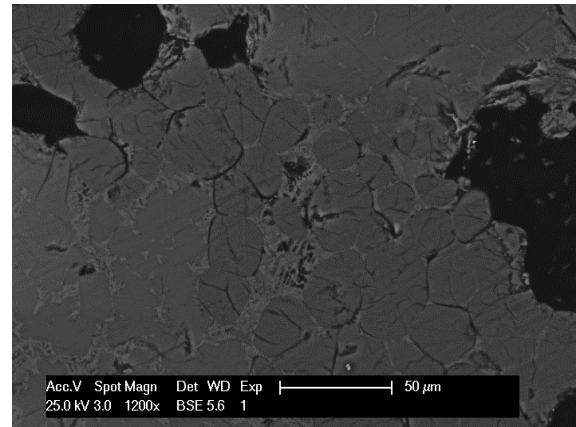
On observe les mêmes phases que pour le clinker de référence, avec des faciès similaires. C<sub>3</sub>S est plutôt abondant, en conformité avec la teneur assez élevée de l'analyse Rietveld (tableau 20). À 1450°C, on repère toujours de nombreux nodules de CaO, ce qui est en accord avec le dosage chimique.



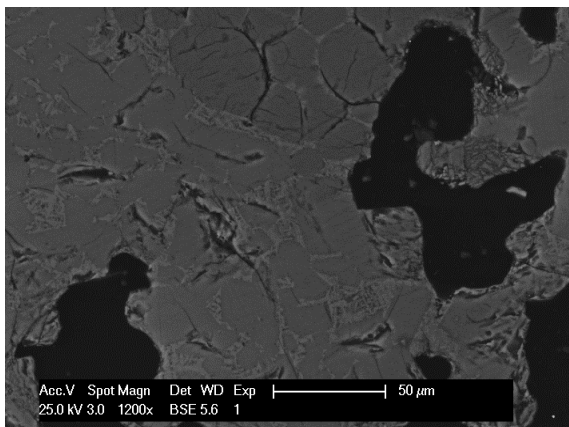
Les micrographies MEB du clinker STB1 synthétisé aux températures de 1400°C et 1450°C sont présentées sur les figures 49 et 50 respectivement.



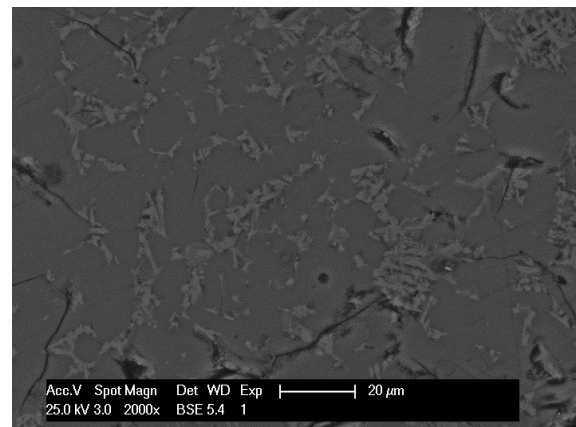
a) Vue générale



b) C<sub>2</sub>S (rond, plus foncé) et C<sub>3</sub>S (anguleux, plus clair)

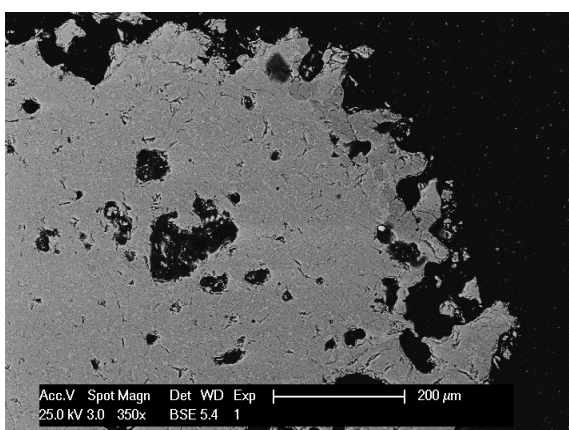


c) C<sub>2</sub>S (rond, plus foncé) et C<sub>3</sub>S (anguleux, plus clair)

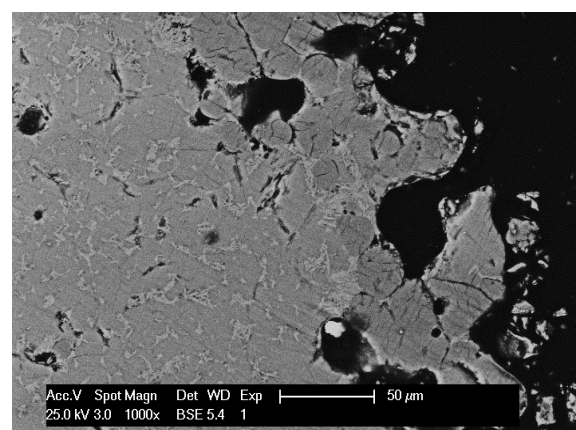


d) Présence essentiellement de C<sub>2</sub>S et phase interstitielle

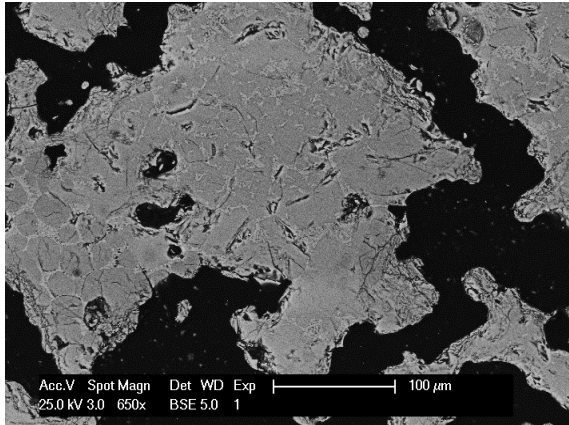
Figure 49 : Micrographies MEB du clinker STB1 obtenu à 1400°C



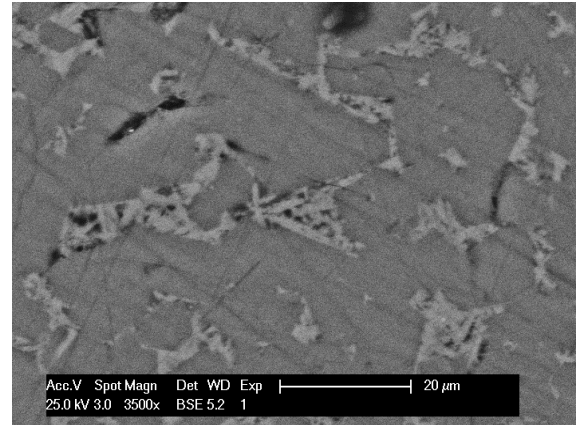
a) Vue générale, C<sub>3</sub>S au centre, C<sub>2</sub>S au bord



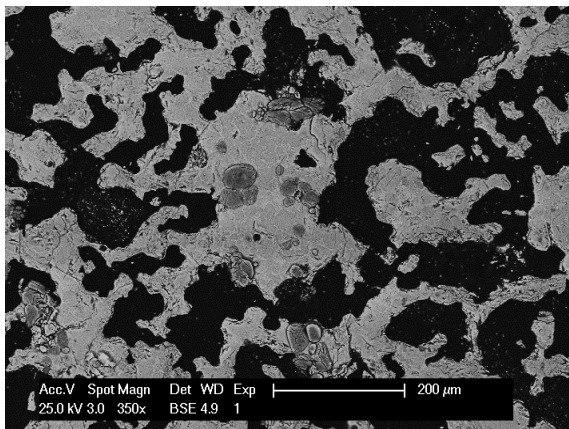
b) Agrandissement de la photo a, mise en évidence des 2 silicates de calcium



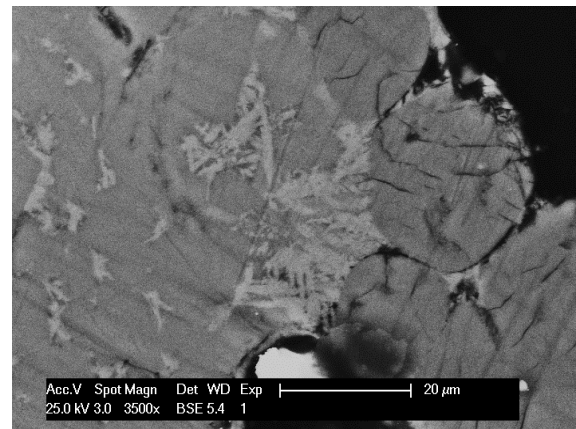
c) Mise en évidence des 2 types de silicates



d) Agrandissement sur la phase C<sub>3</sub>S



e) Vue générale, apparition de noudles de CaO



f) agrandissement : C<sub>3</sub>S et CaO

Figure 50 : Photos MEB de la surface d'un grain de clinker STB1 cuit à 1450°C

L'observation des clinkers STB1 amène aux mêmes conclusions que celle du clinker PRS1. On retrouve les mêmes phases, de même composition et même forme. La phase C<sub>3</sub>S apparaît en plus grande quantité que celle de C<sub>2</sub>S et on note la présence de CaO libre, même à 1450°C ce qui est en accord avec les analyses chimiques.

Ces observations par microscopie électronique permettent de confirmer que la substitution dans le cru de l'argile par des sables de béton concassé ne change pas ni la forme, ni la taille des éléments constitutifs des différentes phases du clinker.

### III - Substitution du maigre par les SBC

Une deuxième série de formulation a été établie en substituant le maigre par les SBC. Seuls les SBC LIL, les SBC LYN et les FDD ont été utilisés, compte tenu de la trop faible teneur en oxyde de calcium des deux autres sables (voir tableau 11), qui les éloignent trop de la chimie du maigre (voir tableau 16). Le but est ici d'arriver à un taux de substitution dans le cru le plus élevé possible, et de voir l'influence sur la qualité du clinker formé.

La formulation optimisée des différents crus est donnée tableau 22.

Pour les deux SBC, le taux de substitution atteint 20%. Dans ce cas, il est nécessaire de compléter la formulation avec un peu d'argile et/ou de bauxite pour atteindre un mélange cru satisfaisant. Théoriquement, la cuisson doit être nettement plus facile, mais avec des teneurs en C<sub>3</sub>S relativement faibles.

Pour les FDD, le taux de substitution atteint 47%. Pour cette composition, il a fallu malgré tout rajouter un peu de maigre.

	Calcaire	Maigre	Argile	Bauxite	Ferreux	<b>SBC</b>	LSF	SM	AM	FAC	IAC
LIL2	70	0	5	5	0	<b>20</b>	91,46	2,51	1,85	113	2,7
LYN2	70	0	5	5	0	<b>20</b>	90,31	2,51	2,10	112	2,44
FDD2	39	11	0	3	0	<b>47</b>	94,01	2,75	2,12	116	3,31

Tableau 22 : Pourcentages massiques des constituants pour la deuxième série de formulation

La composition chimique des crus, calculée à partir des analyses fluorescence X des matières premières, et des phases selon Bogue, sont données dans le tableau 23.



	LIL2		LYN2		FDD2	
	Prévue (calcul)	Réalisée (FX)	Prévue (calcul)	Réalisée (FX)	Prévue (calcul)	Réalisée (FX)
SiO <sub>2</sub>	22,39	22,37	22,58	22,67	22,02	21,41
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5,8	6,06	6,11	6,55	5,45	5,38
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,14	2,57	2,9	2,4	2,57	3,06
CaO	66,47	66,73	66,3	65,83	66,57	66,32
MgO	1,12	1,00	1	0,90	1,46	1,57
SO <sub>3</sub>	0,56	0,27	0,49	0,32	1,3	0,82
K <sub>2</sub> O	0,41	0,14	0,5	0,16	0,35	0,35
Na <sub>2</sub> O	0,15	0,16	0,31	0,27	0,13	0,11
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,1	0,09	0,09	0,08	0,12	0,12
<b>C<sub>3</sub>S</b>	52,9		49,1		59,3	
<b>C<sub>2</sub>S</b>	24,4		27,8		18,5	
<b>C<sub>3</sub>A</b>	10,07		11,3		10,1	
<b>C<sub>4</sub>AF</b>	9,5		8,8		7,8	

Tableau 23 : Composition des clinkers avec maigre substitué par SBC LIL, LYN et FDD

### III -1. Aptitude à la cuisson

Après réalisation des crus selon les protocoles décrits précédemment, les teneurs en CaO libre ont été déterminées par dosage chimique. Elles sont reportées dans le tableau 25 et sur la figure 51. L'aptitude à la cuisson déduite de ces valeurs (Rel. 14) est donnée tableau 25.

% CaO	1200°C	1300°C	1400°C	1450°C
REF	14,3	6,3	2,4	1,5
LIL2	13,6	6,5	3,0	1,4
LYN2	13,0	4,3	2,1	0,7
FDD2	13,4	4,7	2,2	1,7

Tableau 25 : Teneurs en CaO libre par dosage chimique

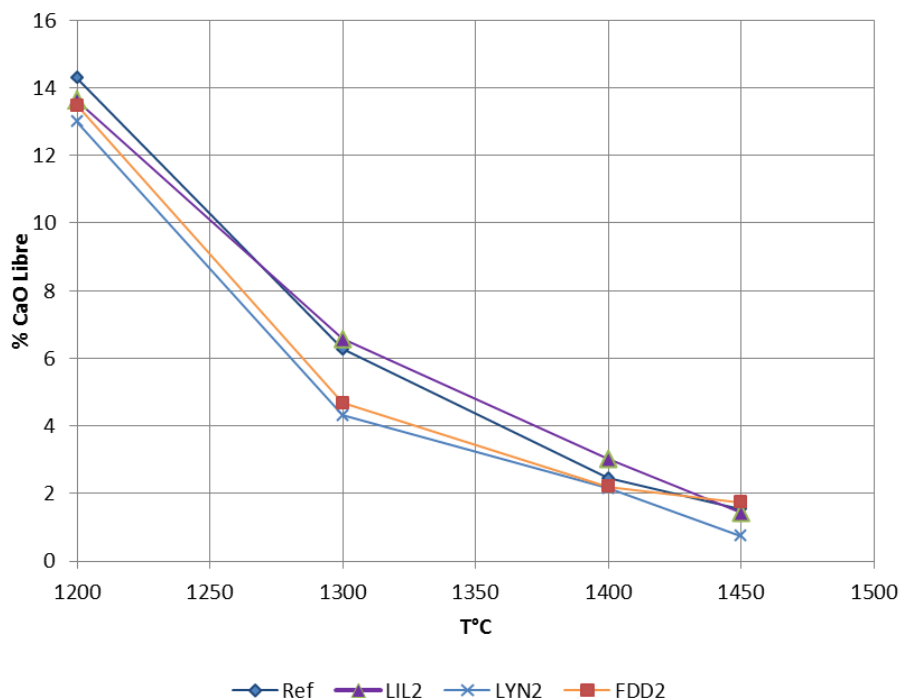


Figure 51 : Variation de la teneur en CaO libre en fonction de la température

	<b>AC</b>
REF	0,6
LIL2	0,62
LYN2	0,49
FDD2	0,53

Tableau 25 : Aptitude à la cuisson des clinkers

Comme prévu, le taux de chaux libre est relativement faible à 1450°C et il est même inférieur à celui du cru/clinker de référence. Le facteur d'aptitude à la cuisson est lui aussi plutôt faible, mettant ainsi en évidence une cuisson « facile ». Comme pour le 1<sup>er</sup> essai, le clinker à base de SBC LIL est un peu plus difficile à cuire que celui à base de SBC LYN.

### III - 2. Analyse par diffraction des rayons X

Les diffractogrammes enregistrés sur les clinkers cuits à 1200°C, 1300°C, 1400°C et 1450°C sont présentés sur les figures 52, 53 et 54, par ordre décroissant en température.

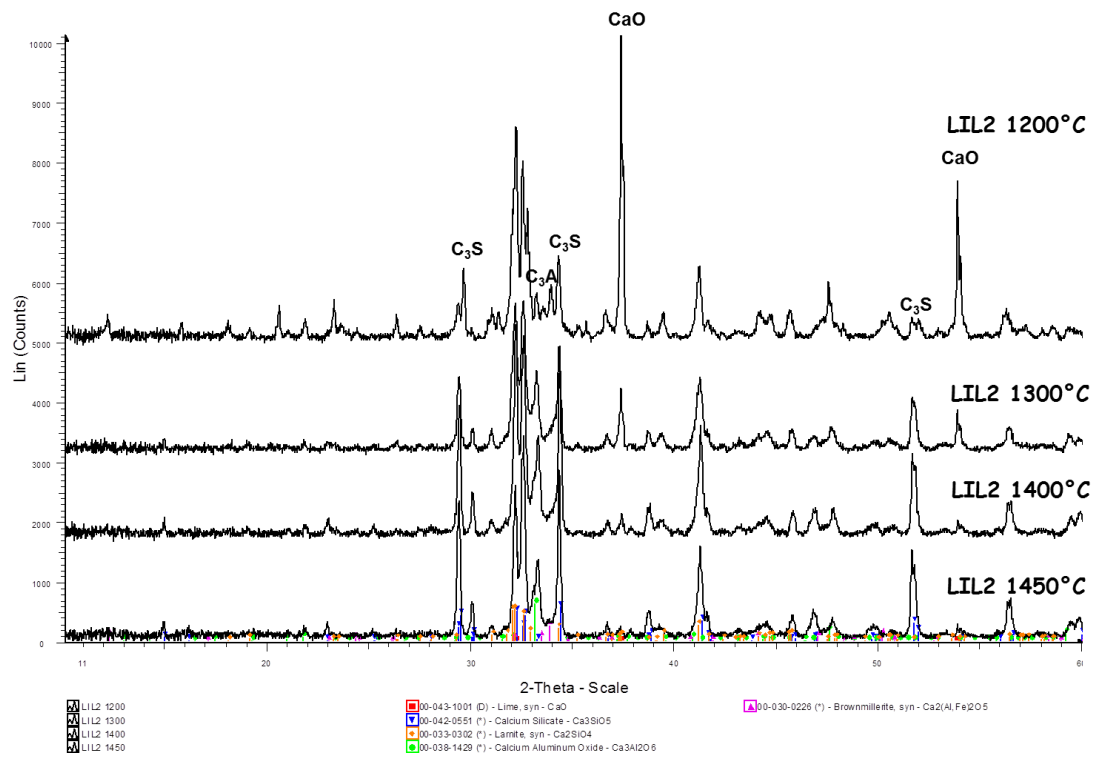


Figure 52 : Diffractogrammes des clinkers synthétisés LIL2

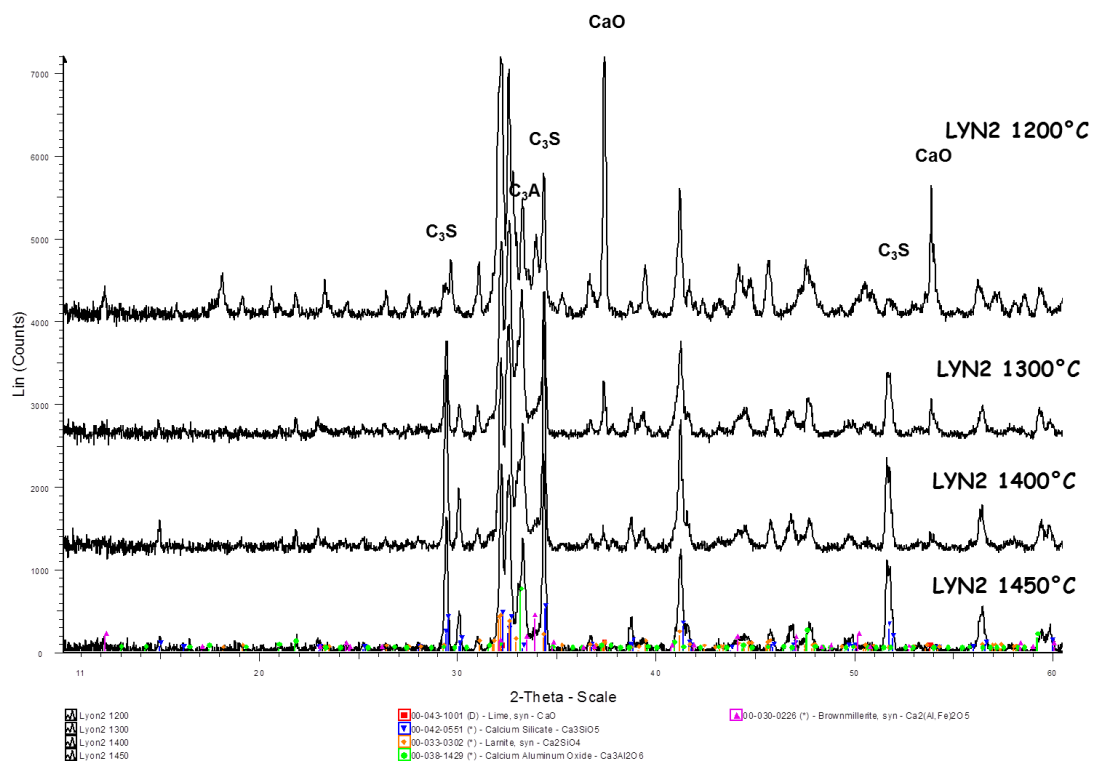


Figure 53 : Diffractogrammes des clinkers synthétisés LYN2

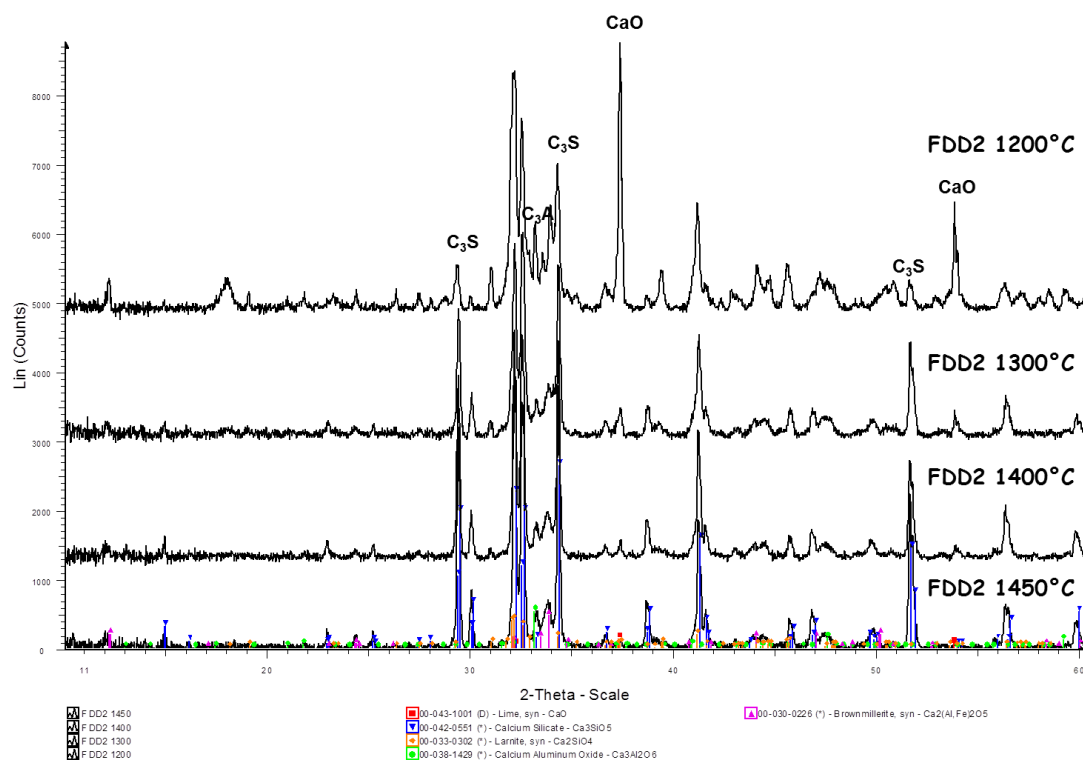


Figure 54 : Diffractogrammes des clinkers synthétisés FDD2

On note ici aussi une nette diminution des pics de diffraction relatifs à la chaux libre. A 1450°C, ils ont presque disparu, ce qui confirme les faibles teneurs trouvées par dosage chimique. On peut également noter une intensité assez forte des pics relatifs à l'aluminate tricalcique C<sub>3</sub>A.

Les teneurs des différentes phases minéralogiques des clinkers cuits à 1300°C, 1400°C et 1450°C, déterminées par analyse Rietveld, sont reportées dans le tableau 26. La dernière ligne du tableau donne les teneurs calculées par la méthode de Bogue, en tenant compte du taux de chaux libre déterminé par analyse Rietveld, à titre de comparaison.

LIL2	C <sub>3</sub> S	C <sub>2</sub> S	C <sub>3</sub> A	C <sub>4</sub> AF	CaO	MgO
1300°C	33,7	44,3	12,6	5,7	3,7	
1400°C	48,3	29,8	14,2	7	0,7	
1450°C	54,6	24,8	13,4	6,7	0,6	
1450°C (cal)	54,5	23,2	10,1	9,6		

LYN2	C <sub>3</sub> S	C <sub>2</sub> S	C <sub>3</sub> A	C <sub>4</sub> AF	CaO	MgO
1300°C	32,6	40	18,3	7,1	1,95	
1400°C	48,5	28,3	15,6	7,2	0,3	
1450°C	51,7	23,3	16,9	6	0,4	
1450°C (cal)	51,5	25,9	11,3	8,8		

<b>FDD2</b>	<b>C<sub>3</sub>S</b>	<b>C<sub>2</sub>S</b>	<b>C<sub>3</sub>A</b>	<b>C<sub>4</sub>AF</b>	<b>CaO</b>	<b>MgO</b>
1300°C	52,5	26,6	4,7	14,3	1,7	0,3
1400°C	65,8	15,7	4,5	12,7	1	0,3
1450°C	72,7	10	4,5	11,8	0,8	0,1
1450°C (cal)	60,1	17,8	10,1	7,8		

Tableau 26 : Teneurs des différentes phases des clinkers synthétisés

Les clinkers LIL2 et LYN2 présentent une plus faible teneur en C<sub>3</sub>S et une plus forte teneur en C<sub>2</sub>S que précédemment (tableau 22, substitution de l'argile par les SBC), comme prévu par les calculs. Les teneurs en aluminat tricalcique sont un peu plus importantes, aux dépens de celles de l'aluminoferrite tétracalcique. Les teneurs obtenues sont par ailleurs assez proches de celles calculées par les formules de Bogue, excepté pour le clinker FDD2.

En conclusion, la substitution du maigre par des SBC et des FDD conduit aussi à des clinkers viables, a priori.

## IV - Substitution du maigre et de l'argile par les SBC

Une troisième série d'essais a été programmée. Elle a consisté à substituer simultanément deux ajouts (argile et maigre) par les SBC et FDD, tout en restant dans le domaine de cuisson optimal (paramètres LSF et SM constants). La composition des crus est détaillée tableau 27.

	Calcaire	Maigre	Argile	Bauxite	Ferreux	SBC	LSF	SM	MA	FAC	IAC
SBC STB3	74,85	0	0	5,54	0,81	<b>18,80</b>	96,39	2,38	1,34	118	3,51
SBC PRS3	75,20	0	0	8,51	0	<b>16,27</b>	96,38	2,38	2,12	118	3,13
SBC LIL3	70,62	0	0	4,21	1	<b>24,2</b>	96,39	2,38	1,08	117	3,71
SBC LYN3	71,2	0	0	4,56	0,8	<b>23,5</b>	96,26	2,38	1,37	117	3,46
FDD3	44,07	0	0	2,28	1,48	<b>52,18</b>	96,39	2,38	1,09	115	3,70

Tableau 27 : Pourcentages massiques des constituants pour la troisième série de formulation.

Ces formulations conduisent à des taux de substitution encore plus élevés que précédemment, et elles nécessitent l'utilisation de correcteur de fer et d'alumine (bauxite). Les teneurs en calcaire sont aussi relativement élevées. Toutefois, comme les facteurs LSF et SM sont gardés constants, l'aptitude à la cuisson de ces différents crus devraient être équivalentes et conduire à des crus avec des taux de C<sub>3</sub>S, C<sub>2</sub>S, C<sub>3</sub>A et C<sub>4</sub>AF habituellement rencontrés dans les ciments portland courant. La composition chimique et minéralogique (Bogue) calculée des différents crus est donnée tableau 28. Elle est sensiblement la même pour tous les clinkers.

	STB3		PRS3		LIL3		LYN3		FDD3	
	Prévue (calcul)	Réalisée (FX)	Prévue (calcul)	Réalisée (FX)	Prévue (calcul)	Réalisée (FX)	Prévue (calcul)	Réalisée (FX)	Prévue (calcul)	Réalisée (FX)
SiO <sub>2</sub>	21,56	21,32	21,53	20,72	21,55	22,98	21,53	21,20	21,29	21,97
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5,18	5,36	6,14	6,30	4,70	4,79	5,23	5,43	4,67	4,74
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,88	3,69	2,9	2,55	4,35	3,61	3,82	3,36	4,27	4,32
CaO	67,52	66,97	67,9	67,96	67,22	66,11	67,36	66,55	66,45	65,52
MgO	0,99	0,91	0,89	0,90	1,12	0,98	0,97	0,90	1,39	1,33
SO <sub>3</sub>	0,36	0,18	0,39	0,24	0,48	0,30	0,39	0,32	1,32	0,69
K <sub>2</sub> O	0,29	0,10	0,13	0,09	0,30	0,16	0,39	0,17	0,28	0,18
Na <sub>2</sub> O	0,20	0,17	0,10	0,08	0,17	0,18	0,35	0,23	0,14	0,12
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,07	0,07	0,07	0,07	0,1	0,10	0,09	0,07	0,12	0,11
C <sub>3</sub> S	66,56		63,32		68,03		65,91		67,15	
C <sub>2</sub> S	11,69		14,03		10,53		12,08		10,46	
C <sub>3</sub> A	7,19		11,38		5,12		7,41		5,16	
C <sub>4</sub> AF	11,78		8,82		13,22		11,62		12,99	

Tableau 28 : Analyse chimique par fluorescence X et calcul des pourcentages de constituants sur des clinkers à base de SBC.

### IV- 1. Aptitude à la cuisson

Les teneurs en CaO libre aux températures de référence, déterminées par dosage chimique, sont reportées dans le tableau 29 et sur la figure 55. A titre de comparaison, la teneur en CaO libre obtenue pour le clinker de référence est aussi tracée. L'aptitude à la cuisson déduite de ces valeurs (Rel. 14) est donnée tableau 30.

% CaO	1200°C	1300°C	1400°C	1450°C
REF	14,3	6,3	2,4	1,5
STB3	18,9	10,7	5,4	3,9
PRS3	19,1	10,1	5,8	4,9
LIL3	20,3	5,9	3,5	1,9
LYN3	17,6	6,3	3,9	2,0
FDD3	12,1	4,3	1,7	0,7

Tableau 29 : Teneurs en CaO libre par dosage chimique

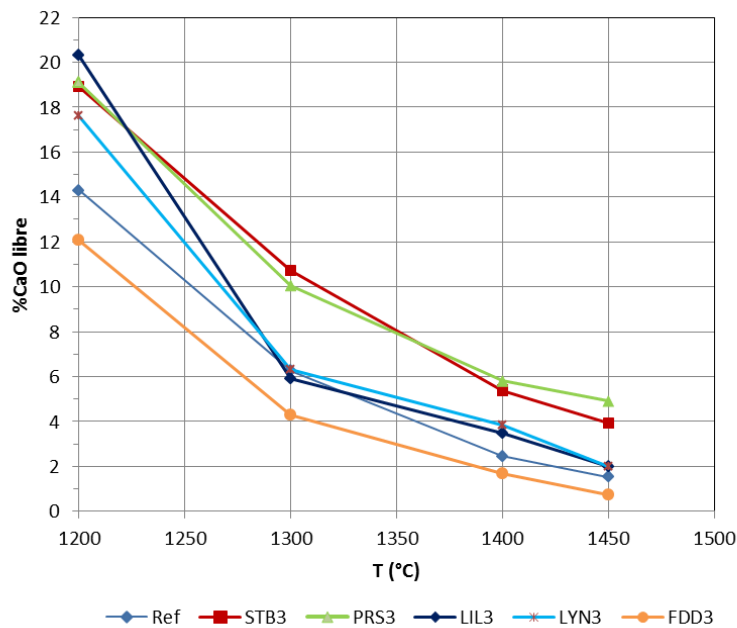


Figure 55 : Evolution du taux de CaO libre en fonction de la température

	AC
STB3	0,99
PRS3	1,02
LIL3	0,76
LYN3	0,74
FDD3	0,45

Tableau 30 : Aptitude à la cuisson des clinkers

Ces résultats montrent que les clinkers STB3 et PRS3 sont les plus difficiles à cuire. Suivent LIL3 et LYN3, qui sont comparables au clinker de référence, puis FDD3 qui est le plus facile à cuire.

On retrouve donc la même « hiérarchie » que celle observée lors de la 1<sup>ère</sup> série d'essais, à savoir que les clinkers à base de SBC STB et SBC PRS ont un comportement similaire à la cuisson et conduisent à des teneurs finales en chaux vive plutôt élevées. Les SBC LIL et SBC LYN forment un deuxième lot plus facile à cuire. Le clinker à base de fines de démolition est le plus apte à la cuisson et contient le moins de chaux libre, en teneur inférieure à celle du clinker de référence.

Ces résultats peuvent être rapprochés de la minéralogie des sables (déterminée lors de la caractérisation), et plus particulièrement de leur teneur en silice : SBC STB et SBC PRS sont les sables les plus siliceux alors que SBC LIL et SBC LYN sont de nature silico-calcaire. Enfin, les FDD contiennent quant à elle essentiellement de la calcite, le quartz étant présent en quantité plus faible.

Par ailleurs, la composition de ces clinkers a été faite en visant des taux LSF et SM conduisant à une cuisson optimale. On peut observer alors que les teneurs en CaO libre sont toujours plus faibles que celles obtenues lors de la 1<sup>ère</sup> série d'essais (mais pas de la deuxième série).

#### **IV – 2. Caractérisation minéralogique**

Les diffractogrammes des clinkers synthétisés aux différentes températures sont représentés sur les figures 56, 57, 58, 59 et 60, par ordre décroissant en température.



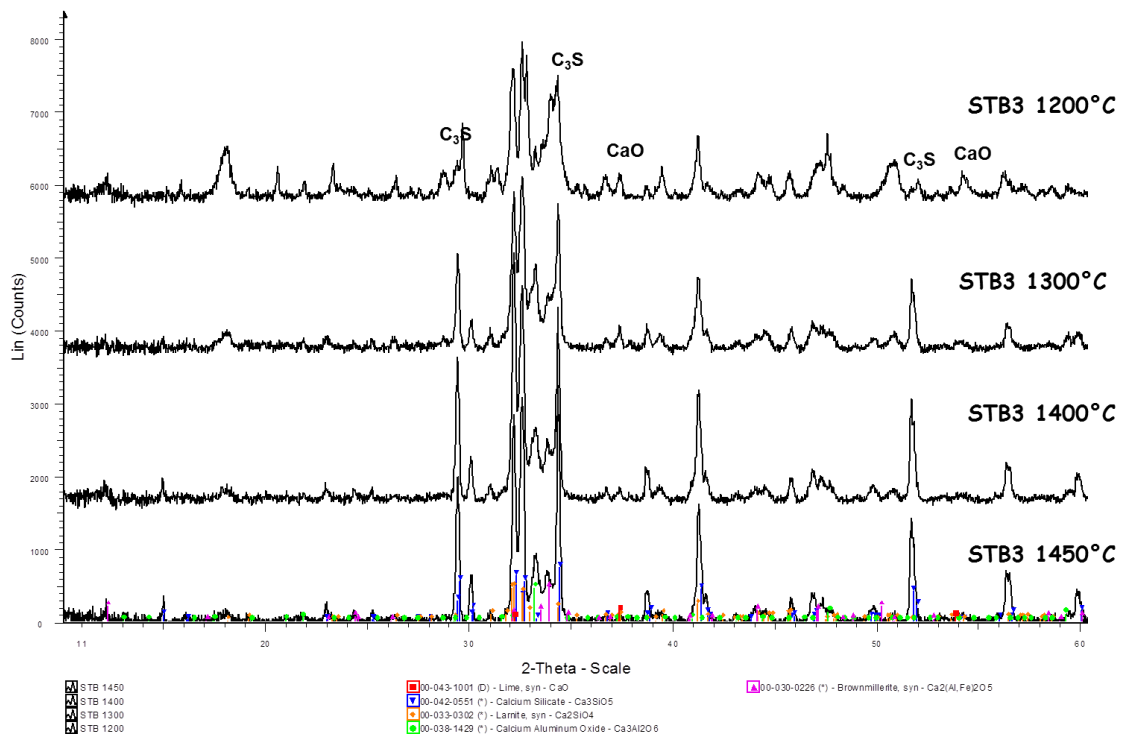


Figure 56 : Diffractogrammes de rayons X des clinkers synthésisés STB3 aux différentes températures

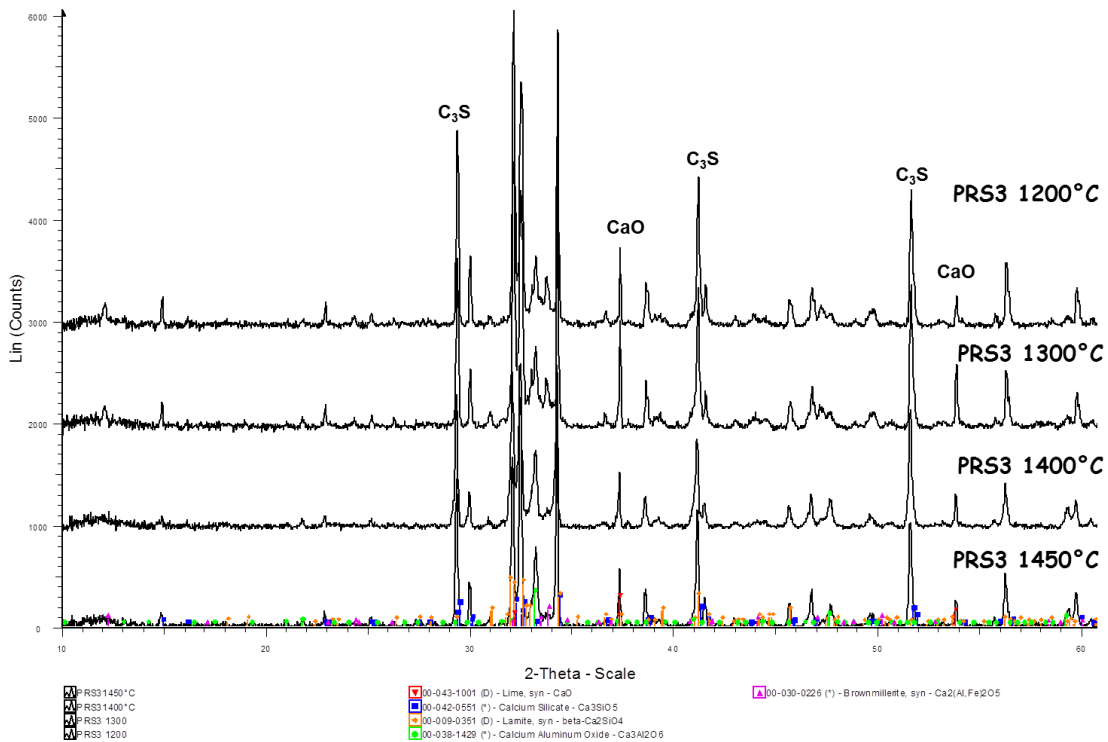


Figure 57 : Diffractogrammes de rayons X des clinkers synthésisés PRS3 aux différentes températures

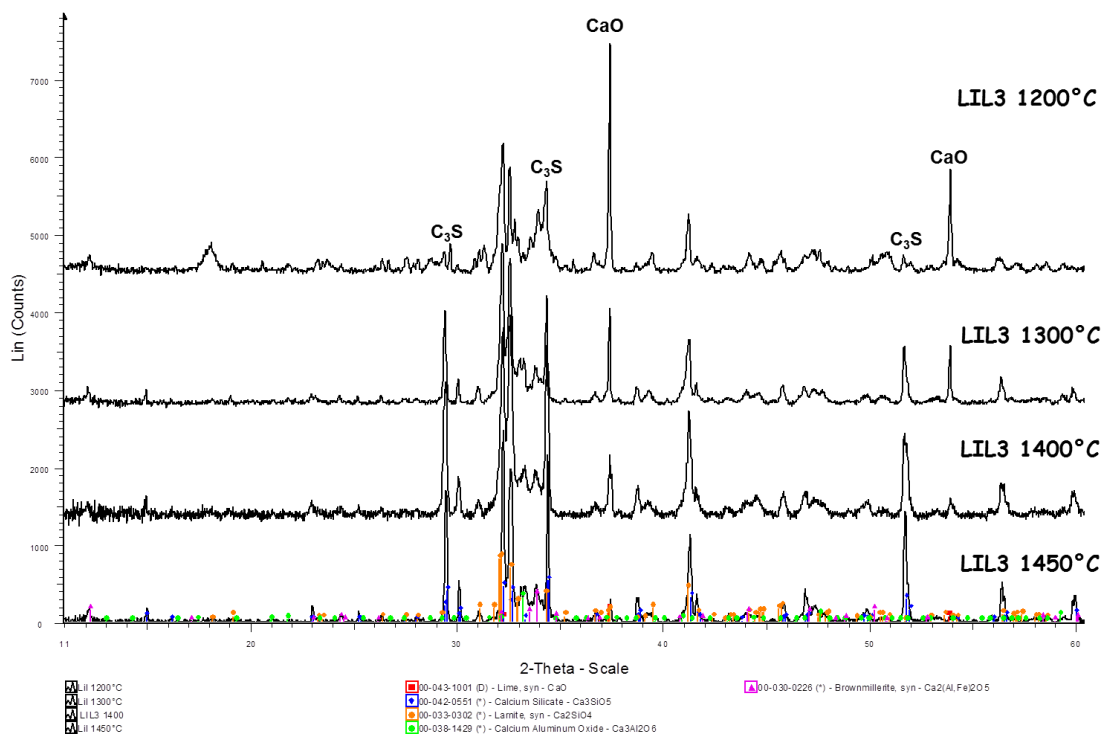


Figure 58 : Diffractogrammes de rayons X des clinkers synthétisés LIL3 aux différentes températures

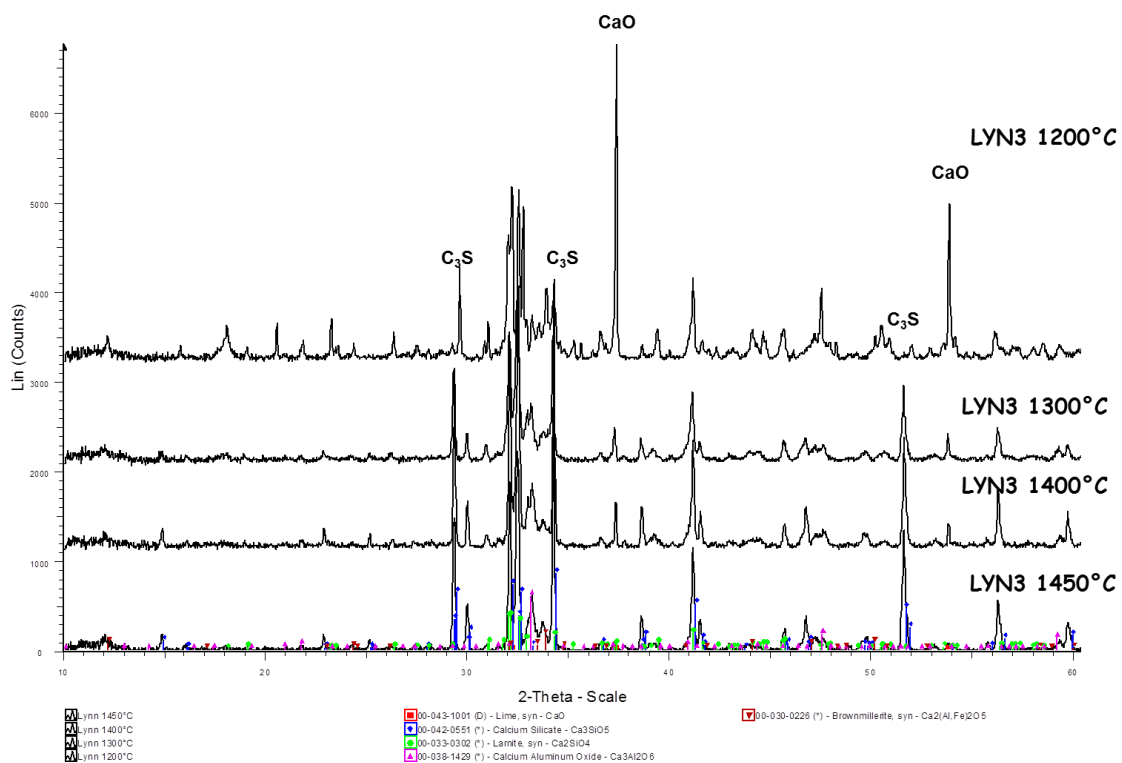


Figure 59 : Diffractogrammes de rayons X des clinkers synthétisés LYN3 aux différentes températures

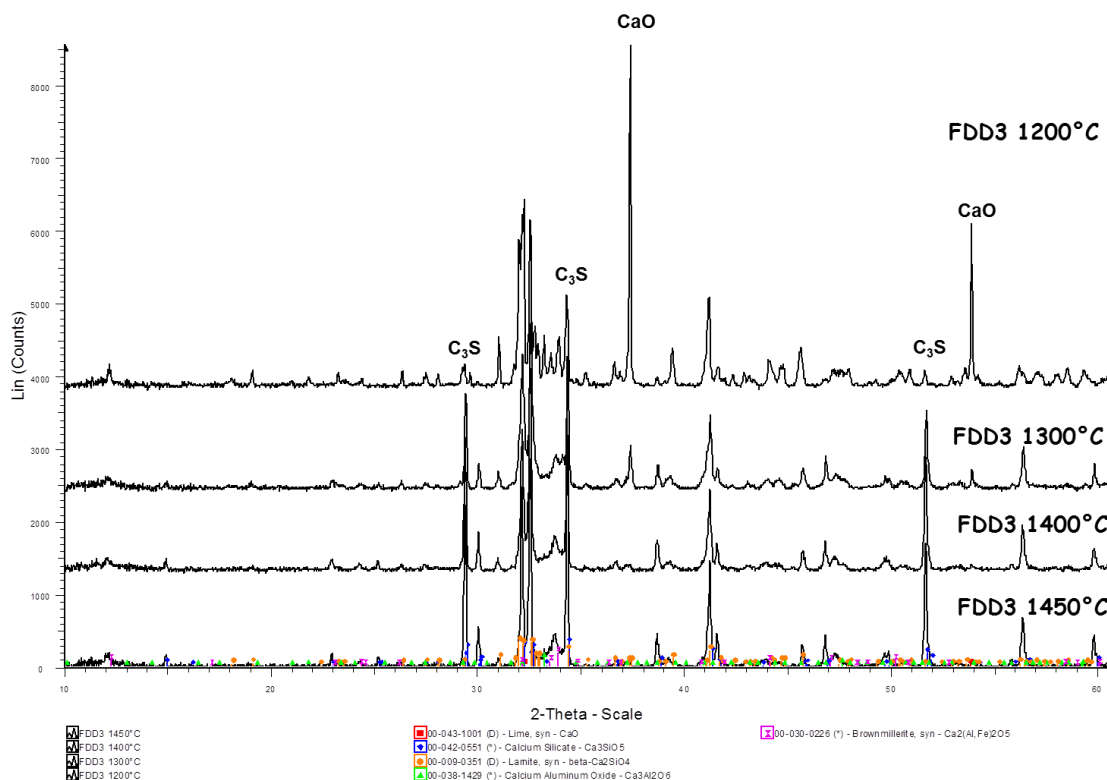


Figure 60 : Diffractogrammes de rayons X des clinkers synthésisés FDD3 aux différentes températures

Les pics de diffraction relatifs à la chaux libre sont bien visibles sur le clinker PRS3, y compris à 1450°C, ce qui confirme que ce clinker est plus difficile à cuire. Pour les autres clinkers, ils sont peu ou pas visibles à 1450°C.

Les teneurs des différentes phases minéralogiques des clinkers cuits à 1300°C, 1400°C et 1450°C, déterminées par analyse Rietveld sont reportées dans le tableau 31. La dernière ligne du tableau donne les teneurs calculées par la méthode de Bogue, en tenant compte du taux de chaux libre déterminé par analyse Rietveld, à titre de comparaison.

STB3	C <sub>3</sub> S	C <sub>2</sub> S	C <sub>3</sub> A	C <sub>4</sub> AF	CaO	MgO
1300°C	38,1	33,6	11,2	16,1		
1400°C	51,6	24,6	9,4	13,8	0,5	
1450°C	60,6	14,4	8,3	14,4	0,9	
1450°C (cal)	66,9	11,4	7,2	11,8		

PRS3	C <sub>3</sub> S	C <sub>2</sub> S	C <sub>3</sub> A	C <sub>4</sub> AF	CaO	MgO
1300°C	53,3	19,8	10,9	12,1	3,9	
1400°C	57	16,9	17,2	5,7	3,15	
1450°C	64,9	9,7	15,7	6,5	3,1	
1450°C (cal)	54,8	20,4	11,4	8,8		

<b>LIL3</b>	C <sub>3</sub> S	C <sub>2</sub> S	C <sub>3</sub> A	C <sub>4</sub> AF	CaO	MgO
1300°C	34,6	39,8	8,6	12,4	4,7	
1400°C	46,2	32,3	6,5	12,3	2,6	
1450°C	56,4	20,9	7,5	14,2	1,02	
1450°C (cal)	67,9	10,6	5,1	13,2		

<b>LYN3</b>	C <sub>3</sub> S	C <sub>2</sub> S	C <sub>3</sub> A	C <sub>4</sub> AF	CaO	MgO
1300°C	42,8	30	12,4	12,7	2,1	
1400°C	58,3	15,9	13,2	10,7	1,8	
1450°C	69,7	6,6	11,7	11,2	0,7	
1450°C (cal)	67,1	11,1	7,4	11,6		

<b>FDD3</b>	C <sub>3</sub> S	C <sub>2</sub> S	C <sub>3</sub> A	C <sub>4</sub> AF	CaO	MgO
1300°C	41,1	38,6	2,9	14,9	2,6	
1400°C	57,9	22,4	3,1	15,7	0,9	
1450°C	65,8	14,6	2,4	16,9	0,4	
1450°C (cal)	69,5	8,6	5,1	13		

Tableau 31 : Teneurs des différentes phases des clinkers synthétisés

A l'exception des clinkers LIL3 et STB3, les teneurs en C<sub>3</sub>S et C<sub>2</sub>S sont proches de celles attendues et de celles observées dans des ciments Portland ordinaire. La plus faible teneur en alite pour le clinker STB3 peut s'expliquer par une cuisson difficile et donc une teneur en CaO libre plus élevée.

## RESUME, CONCLUSION

Les travaux de cette étude ont été menés dans le but d'estimer le potentiel cimentier des sables de béton concassé (SBC) et des fines de dépoussiérage (FDD) par incorporation dans le cru cimentier, afin d'envisager une autre utilisation possible de ces produits, plus difficiles à recycler dans les bétons hydrauliques.

Quatre SBC et un échantillon de FDD de provenances géographiques différentes ont été utilisés (Lille LIL, Lyon LYN, Paris PRS et Strasbourg STB). Ils sont tous issus de bétons contenant majoritairement des granulats siliceux.

Une caractérisation physico-chimique assez fine a été menée en amont afin de déterminer leur composition chimique et minéralogique et évaluer leur aptitude au broyage.

Ces matériaux contiennent essentiellement de la silice et de l'oxyde de calcium. L'alumine et les oxydes de fer sont minoritaires. Les teneurs en silice et oxyde de calcium varient selon la provenance des sables. PRS et STB ont une composition chimique proche, riche en silice. LIL et LYN sont plus riches en oxyde de calcium. Les fines de dépoussiérage sont plus riches en CaO qu'en SiO<sub>2</sub>, car essentiellement composées de pâtes de ciment hydratée et carbonatée. La composition chimique varie peu en fonction de la coupure granulaire, à l'exception des particules les plus fines, plus riches en CaO. L'analyse minéralogique montre la présence de quartz et de calcite essentiellement, mettant ainsi en évidence une très forte carbonatation des bétons.

Les différents sables ont une aptitude quasi-identique au broyage, à l'exception du sable en provenance de Strasbourg qui est le plus difficile à broyer.

Les constituants de base de crus cimentiers (calcaire, maigre, argile) et des correcteurs de crus (bauxite, oxydes ferreux) ont été utilisés et substitués au cas par cas par les différents SBC et FDD.

A partir de la composition chimique de tous les constituants, trois séries d'essais de clinkérisation ont été entrepris en substituant l'un ou l'autre des constituants par les SBC et

FDD : la première en substituant l'argile, la deuxième en substituant le maigre (par les SBC les plus riches en CaO uniquement) et la dernière en substituant l'argile et le maigre.

Après cuisson à différentes températures, les clinkers synthétisés ont été caractérisés par analyse chimique et par diffraction des rayons X.

Dans la mesure où une composition chimique équilibrée est gardée, la substitution par les SBC et FDD n'influe pas réellement sur la nature du clinker formé. Les phases obtenues sont de même composition, de même morphologie et dans la même gamme de proportions que celles d'un clinker de référence. Par ailleurs, les analyses ATG-ATG des crus ont permis de constater un comportement identique à la cuisson, quel que soit le sable utilisé. En particulier, la présence des SBC n'influent pas sur la température d'apparition de la phase liquide.

Toutefois, la teneur en CaO libre résiduelle dans les clinkers n'est pas la même selon le SBC utilisé, indiquant ainsi des différences d'aptitude à la cuisson : par exemple, utiliser STB et PRS conduit à des clinkers plus difficiles à cuire, pouvant parfois présenter une teneur en CaO libre qui reste supérieure à la limite autorisée de 2%. Les deux autres SBC (LIL et LYN) et FDD donnent des clinkers plus faciles à cuire, y compris même que le cru de référence. Enfin, il peut être noté que la présence d'éléments exogènes (en faible quantité) n'a pas entraîné de perturbations particulières.

En conclusion de cette étude, il apparaît clairement que l'utilisation de sables et de fines de béton concassé en substitution d'argile et/ou de maigre est tout à fait possible pour former de bons crus cimentiers. Les essais réalisés ici montrent qu'ils peuvent constituer entre 11 et 52% de la matière crue, selon le SBC utilisé et le composant substitué. Il s'agit de dosages limites qui peuvent être ajustés en fonction de la ressource disponible et de la qualité du clinker visé, dont notamment son aptitude à la cuisson et sa teneur en chaux libre résiduelle associée.

Deux remarques finales peuvent encore être formulées :

- cette substitution ne permettra pas de réduire significativement les émissions de gaz à effet de serre, car les sables et les fines de bétons recyclés sont presque entièrement carbonatés,
- il serait nécessaire de compléter cette étude par l'utilisation de sables et de fines de bétons calcaires recyclés, cette fois en substitution partielle ou totale du calcaire.