



RECYBETON

Projet National de recherche et développement

RAPPORT DE RECHERCHE

Thème 1 : **Evaluation de la faisabilité d'utiliser des FBC comme addition minérale dans le béton**

Auteurs :

**V. Nam Nguyen, F. Cassagnabère, M. Mouret, M. CYR
LMDC**

**R/15/RECY/017
LC/13/RECY/40
Février 2015**

Site internet : www.pnrecybeton.fr

Président : Jacques ROUDIER

Directeur : Horacio COLINA

Directeur Scientifique : François DE LARRARD

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



Projet National de recherche et développement

FICHE SIGNALÉTIQUE

TITRE : Evaluation de la faisabilité d'utiliser des FBC comme addition minérale dans le béton

RAPPORT N° : R/15/RECY/017

DATE D'ETABLISSEMENT : Février 2015

AUTEUR(S) : V. Nam Nguyen, F. Cassagnabère, M. Mouret, M. CYR

ORGANISME(S) CHARGE(S) DE L'ACTION : LMDC

THEME DE RATTACHEMENT : 1

LETTRE DE COMMANDE : LC/13/RECY/40

Site internet : www.pnrecybeton.fr

Président : Jacques ROUDIER

Directeur : Horacio COLINA

Directeur Scientifique : François DE LARRARD

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

Résumé

L'objectif de cette étude est d'évaluer la faisabilité d'utiliser des fines provenant de sables broyés de bétons recyclés (SBC) et de fines de dépeussierage de bétons recyclés (FBC) comme additions minérales dans les matériaux cimentaires. Cette étude donne la caractérisation chimique, physique et minéralogique des fines, ainsi que leurs activités hydraulique et pouzzolanique dans les pâtes, et leurs effets à court et moyen terme dans les mortiers. Les résultats sont aussi discutés en termes de critères pour une possible normalisation de ces matériaux.

Quatre SBC (Paris, Lyon, Lille et Strasbourg) et une FBC (Paris) sont étudiés, la surface spécifique Blaine des SBC obtenue par broyage étant entre 4500 et 7500 cm²/g. La principale conclusion est que les SBC et FBC peuvent difficilement être considérées comme des additions de type II (pouzzolaniques), mais plutôt comme des additions de type I (fillers).

Abstract

The aim of this study is to evaluate the feasibility of using fines coming from grounded recycled concrete sands (SBC) and dust of recycled concretes (FBC) as mineral additions in cement-based materials. The study gives the chemical, physical and mineralogical characterizations of SBC and FBC, as well as their hydraulic and pozzolanic activities in pastes, and their short and middle terms effects in mortars. The results are also discussed in terms of criteria for a possible normalization of these materials.

Four SBC (Paris, Lyon, Lille and Strasbourg) and one FBC (Paris) are studied, with Blaine specific surface between 4500 and 7500 cm²/g. The main conclusion is that SBC and FBC can hardly be considered as type II addition (pozzolanic), but rather as type I addition (filler).

Sommaire

1	INTRODUCTION.....	6
2	ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE.....	8
3	PROTOCOLE EXPERIMENTAL	8
3.1	CONSTITUANTS DE BASE.....	8
3.1.1	<i>Ciments (C1 et C2)</i>	<i>8</i>
3.1.2	<i>Sable normalisé (Sr).....</i>	<i>8</i>
3.1.3	<i>Autres composants utilisés</i>	<i>8</i>
3.1.3.1	Filler siliceux (FS)	8
3.1.3.2	Métakaolin (Mk)	9
3.1.3.3	Chaux éteinte (Ca(OH) ₂ ou CH)	9
3.1.4	<i>Fines recyclées issues de Sables de Bétons Concassés (SBC) et Fines de Bétons Concassés issues du dépoussiérage (FBC)</i>	<i>9</i>
3.2	MATERIAUX : MORTIERS ET PATES INCORPORANT DES SBC ET FBC.....	9
3.2.1	<i>Mortiers.....</i>	<i>9</i>
3.2.2	<i>Pâtes à base de SBC et FBC.....</i>	<i>10</i>
3.2.2.1	Pâtes de fines seules.....	10
3.2.2.2	Pâtes avec du ciment.....	11
3.2.2.3	Pâtes de chaux.....	12
3.3	MALAXAGE – ECHANTILLONNAGE	12
3.3.1	<i>Avant-propos.....</i>	<i>12</i>
3.3.2	<i>Protocoles de malaxage, d'échantillonnage et de maturation des mortiers.....</i>	<i>13</i>
3.3.3	<i>Protocoles de malaxage, d'échantillonnage et de maturation des pâtes</i>	<i>13</i>
3.3.3.1	Essai calorimètre isotherme	13
3.3.3.2	Essai de consommation de chaux (ATG).....	13
3.3.3.3	Essai de Frattini.....	14
3.3.3.4	Essai de temps de prise (EN 196-3).....	14
3.4	ESSAIS	14
3.4.1	<i>Essais de caractérisation des fines</i>	<i>14</i>
3.4.2	<i>Essais de caractérisation sur pâtes.....</i>	<i>15</i>
3.4.3	<i>Essais de caractérisation des mortiers</i>	<i>15</i>
4	RESULTATS.....	17
4.1	OBTENTION ET CARACTERISATION DES FINES RECYCLEES SBC ET FBC	17
4.1.1	<i>Matériaux de base.....</i>	<i>17</i>
4.1.2	<i>Le broyage et son optimisation</i>	<i>17</i>
4.1.2.1	Le procédé	17
4.1.2.2	Caractéristiques granulométriques des SBC.....	19
4.1.2.3	Finesse et masse volumique	22
4.1.2.4	Bilan sur le broyage des SBC.....	24
4.1.2.5	Cas particulier du la fine de dépoussiérage FBC	24
4.1.3	<i>Caractérisation physique et chimique des SBC et FBC retenues</i>	<i>24</i>
4.1.3.1	Justification des choix d'étude	24
4.1.3.2	Caractéristiques physiques des fines recyclées	25
4.1.3.3	Compositions chimiques des fines recyclées.....	25
4.1.4	<i>Caractérisation minéralogique des SBC et de la FBC</i>	<i>26</i>
4.1.5	<i>Caractérisation des phases des SBC et de la FBC par analyses thermiques.....</i>	<i>27</i>
4.1.5.1	Analyses TG	27
4.1.5.1	Analyses des courbes thermogravimétriques dérivées (DTG).....	29

4.1.5.2	Analyses DSC.....	29
4.1.6	<i>Observations au microscope électronique à balayage des SBC et FBC.....</i>	<i>31</i>
4.1.6.1	Les fines SBC.....	31
4.1.6.2	La fine de dépoussiérage (FBC).....	32
4.1.6.3	Bilan.....	33
4.1.7	<i>Bilan sur la caractérisation.....</i>	<i>33</i>
4.2	PROPRIETES DES MORTIERS INCORPORANT DES SBC ET FBC A L'ETAT FRAIS.....	34
4.3	INFLUENCE DES SBC ET FBC SUR LE DURCISSEMENT DES MATRICES CIMENTAIRES.....	37
4.4	CARACTERISATION DES SBC ET DES FBC A L'ETAT DURCISSANT.....	38
4.4.1	<i>Réactivité hydraulique.....</i>	<i>38</i>
4.4.1.1	Avant-propos.....	38
4.4.1.2	Réactivité hydraulique résiduelle des SBC et FBC.....	39
4.4.1.3	Influence de l'incorporation des SBC et FBC sur l'hydratation d'un ciment.....	40
4.4.1.4	Influence de l'eau de lavage de fines sur l'hydratation de ciment.....	42
4.4.1.5	Influence de l'incorporation des fines sur l'hydratation de ciment à l'échelle d'un mortier.....	43
4.4.1.6	Synthèse sur l'activité hydraulique des SBC et FBC.....	45
4.4.2	<i>Réactivité pouzzolanique.....</i>	<i>47</i>
4.4.2.1	Avant-propos.....	47
4.4.2.2	Mise en évidence de la réactivité pouzzolanique par la méthode de Frattini.....	48
4.4.2.3	Mise en évidence de la réactivité pouzzolanique par analyse thermique.....	49
4.4.2.4	Mise en évidence de la réactivité pouzzolanique par calorimétrie isotherme sur pâte.....	58
4.4.2.5	Bilan sur l'activité pouzzolanique.....	60
4.5	PROPRIETES DES MORTIERS INCORPORANT DES SBC ET FBC A L'ETAT DURCI.....	61
4.5.1	<i>Performances mécaniques.....</i>	<i>61</i>
4.5.1.1	Réactivité à jeune âge.....	61
4.5.1.2	Résistance en compression dans le temps.....	63
4.5.1.3	Résistance relative à 28 jours.....	64
4.5.1.4	Taux de substitution et indice d'activité.....	65
4.5.1.5	Evolution des résistances entre 28 et 90 jours.....	66
4.5.1.6	Variabilité des mesures.....	66
4.5.1.7	Etude complémentaire avec ciment composé du PN (CEM II).....	67
4.5.1.8	Exploitation de second niveau à partir du calcul de Féret.....	68
4.5.2	<i>Propriétés de transfert.....</i>	<i>72</i>
4.5.2.1	Porosité accessible à l'eau.....	72
4.5.2.2	Absorption d'eau par capillarité.....	73
4.5.3	<i>Déformations différées de retrait.....</i>	<i>75</i>
5	DISCUSSION : CARACTERISTIQUES DES SBC ET DES FBC PAR RAPPORT AUX NORMES EXISTANTES CONCERNANT LES ADDITIONS.....	78
5.1	PRINCIPE.....	78
5.2	PERTINENCE DES CRITERES.....	79
5.2.1	<i>Exigences de composition.....</i>	<i>79</i>
5.2.1.1	Exigence de composition sur les éléments majeurs (^a dans la dernière colonne du Tableau 29).....	79
5.2.1.2	Exigence de composition sur les éléments potentiellement néfastes (^b dans la dernière colonne du Tableau 29).....	79
5.2.1.3	Exigence de composition moins pertinents (^c dans la dernière colonne du Tableau 29).....	80
5.2.2	<i>Pertinence des essais chimiques.....</i>	<i>80</i>
5.2.2.1	Essais probablement pertinents (^d dans la dernière colonne du Tableau 29).....	80
5.2.2.2	Essais dont la pertinence est à discuter (^e dans la dernière colonne du Tableau 29).....	80
5.2.3	<i>Exigences physiques.....</i>	<i>81</i>
5.2.3.1	Caractéristiques et essais pertinents (^f dans la dernière colonne du Tableau 30).....	81
5.2.3.2	Caractéristiques et essais dont la pertinence est à discuter (^g dans la dernière colonne du Tableau 30).....	81

6	CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES	84
7	REFERENCES	85
8	ANNEXES	89
8.1	DONNÉES PRINCIPALES DES CONSTITUANTS	89
8.2	OBSERVATIONS MEB DES SBC.....	91
8.3	BROYAGE DES SBC.....	93

1 Introduction

Ce projet s'intègre dans la tranche 2 du Projet National Recybéton qui vise à recycler les déchets de démolition d'ouvrages anciens. Plusieurs axes de recherche ont été lancés avec l'étude du remplacement de sable ou de gravillon issus de ce circuit de recyclage dans la formulation de nouveaux bétons.

Il ressort de certaines études (Pacheco-Torgal et al., 2013) et des premiers retours d'essais du Projet National que les gravillons recyclés peuvent être réutilisés sans difficulté dans la formulation d'un béton à condition de bien maîtriser l'imbibition et le taux de saturation de ces granulats. En revanche, le sable recyclé est plus difficile à utiliser, notamment à cause de sa demande en eau.

Une autre solution, plus atypique, peut être envisagée : transformer par broyage le sable recyclé en une addition minérale. Cette étude a donc pour objectif d'évaluer le potentiel des SBC (sables de bétons concassés, i.e. broyage de sable recyclé) et des FBC (fines de bétons concassés, i.e. fines de dépoussiérage mises à disposition par la société CLAMENS) récupérées industriellement à être intégrées dans les matériaux cimentaires en tant qu'addition minérale.

Le programme proposé se divise en trois étapes. Après une phase de production (broyage et optimisation), les paramètres d'étude, au stade des caractérisations sur pâtes et mortiers, prennent en compte la nature du ciment (CEM I et CEM II). Les trois étapes de l'étude visent :

- à établir la carte d'identité des SBC et FBC,
- à évaluer leurs activités hydraulique et pouzzolanique dans des pâtes,
- à déterminer leur effet à court et moyen termes sur des mortiers (en vue d'une évaluation normative).

La Figure 1 synthétise les trois actions de l'étude.



Figure 1 – Schéma de synthèse de l'étude de la potentialité d'utilisation des SBC et des FBC

A partir de ce travail, il est possible d'apprécier dans quelle mesure les SBC sont compatibles avec les matrices cimentaires aux états frais, durcissant et durci. Les aspects liés à la durabilité pourraient être traités dans une phase ultérieure, à savoir si les SBC peuvent engendrer des pathologies dans les bétons (sulfates, RAG, corrosion si les fines contiennent des Cl-, etc.).

Il serait également possible d'identifier les propriétés essentielles à prendre en compte pour une utilisation rationnelle dans les bétons, les effets des impuretés sur les propriétés d'usage et les taux à ne pas dépasser dans les bétons.

Ce travail contribue enfin à proposer des ordres de grandeur sur les valeurs normatives à retenir des propriétés physico-chimiques les plus importantes des SBC en vue de leur qualification dans les bétons notamment. Une discussion des résultats obtenus pourrait être effectuée en lien avec le thème 4 du présent PN (qui s'occupe de la partie normative).

2 Etude Bibliographique

Dans la littérature, les études sur la potentialité d'utilisation de fines issues de bétons recyclés dans la matrice cimentaire sont assez peu abordées. Deux volets sont à dissocier.

Tout d'abord, de par leurs compositions chimique et minéralogique, ce type de fine peut présenter une valeur ajoutée de telle façon qu'elle soient valorisées comme matière de cru pour l'élaboration de ciment (Bianchini et al., 2005 ; Angulo et al., 2009). Cette idée est consolidée par l'étude de Fridichova (Fridichova et al., 2006), qui a montré la faisabilité de fabrication de ciment alitique et bélitique à partir de déchets de construction. En effet, le traitement thermique peut améliorer l'activité de fines, ou l'améliorer grâce au pouvoir hydraulique du ciment (Farage et al., 2003 ; Shui et al., 2008 ; Serpell et Lopez, 2013 ; Yu et al., 2013).

D'autre part, l'intérêt de SBC ou FBC comme addition minérale peut aussi être envisagée. Sur le sujet, très peu d'études ont été menées (Janssen et al., 2007 ; Ma et al., 2013). Cité par (Ma et al., 2013), Hansen (Hansen, 1992) a montré un effet similaire à celui d'une cendre volante lorsque la teneur de fines est inférieure à 30%. L'utilisation de 20% de fines recyclées ne semble pas influencer certaines propriétés rhéologiques à l'état frais comme la fluidité, ou à l'état durcissant et durci comme le temps de prise et la résistance mécanique d'un béton de classe B20 (Ma et al., 2013). Dans une étude récente de Nelfia (Nelfia et al., 2014), il a été montré qu'une fine recyclée peut être introduites dans la constitution d'un liant composés (jusqu'à 25% en masse), et ainsi jouer le rôle d'un filler calcaire.

3 Protocole expérimental

3.1 Constituants de base

3.1.1 Ciments (C1 et C2)

Deux ciment ont été utilisés : un ciment CEM I 52,5R (Lafarge, Le Teil, France), noté C1 et un ciment CEM II/A-L 42.5 (Holcim, Rochefort, France), noté C2. Ce dernier est celui qui est utilisé pour les autres études du PN. Les données essentielles (fournisseur) sont disponibles en annexe 8.1.

3.1.2 Sable normalisé (Sr)

Le sable normalisé de Leucate, noté Sr, est conforme à l'*EN196-1*. Ce sable de référence est un sable naturel siliceux, à grain arrondis, dont la teneur en silice est au moins égale à 98 % et de masse volumique de 2680 kg/m³. Son absorption en eau doit être inférieure à 0,2% (0,19% dans notre cas).

3.1.3 Autres composants utilisés

3.1.3.1 Filler siliceux (FS)

Afin de pouvoir comparer les fines recyclées d'un point de vue de la réactivité, un filler siliceux a été utilisé. La comparaison avec ce type d'addition, réputée inerte, permettra d'apprécier le caractère actif des fines recyclées. En effet, ce filler est connu pour ses caractéristiques inertes d'un point de vue chimique (pas d'effet hydraulique ou pozzolanique). Le Tableau 1 résume les caractéristiques physiques et mécaniques du filler siliceux utilisé dans cette étude.

Tableau 1 - Composition chimique et caractéristiques physiques du filler siliceux (FS)

Chimique *							
SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaCO ₃	CaO	MgO	K ₂ O	Perte au feu
> 98,5	tr	Tr	/	tr	tr	tr	/
* Fiche technique fournisseur / inexistant tr trace							
Physique							
Masse volumique absolue (kg/m ³)				2650			
Surface Spécifique (cm ² /g)				4400			
D ₅₀ (µm)				15,0			

3.1.3.2 Métakaolin (Mk)

Afin de pouvoir apprécier la réactivité pouzzolanique des fines recyclées, un métakaolin, addition minérale fine à base de kaolinite calcinée, a été utilisé. La comparaison avec cette addition, réputée pouzzolanique, permettra d'apprécier le caractère actif des SBC et FBC. L'annexe 8.1 donne les caractéristiques physiques, chimiques et mécaniques du métakaolin utilisé dans cette étude.

3.1.3.3 Chaux éteinte (Ca(OH)₂ ou CH)

Afin d'observer une éventuelle réactivité pouzzolanique d'une addition, il est possible de mélanger la fine avec de la chaux éteinte et de l'eau. La fiche technique de ce composé, que l'on notera aussi CH, est présente en annexe 8.1. Elle est constituée d'hydroxyde de calcium, Ca(OH)₂ (≥96%) et de carbonate de calcium, CaCO₃ (≤3%).

3.1.4 Fines recyclées issues de Sables de Bétons Concassés (SBC) et Fines de Bétons Concassés issues du dépoussiérage (FBC)

L'étude des caractéristiques des fines recyclées issues de Sables de Bétons Concassés (SBC) et des Fines de Bétons Concassés issues du dépoussiérage (FBC) fera l'objet de la première partie de la section « Résultats ». Notons que pour obtenir une addition minérale fine possédant des caractéristiques physiques et granulométriques proches de celles de matériaux couramment employés tel qu'un ciment ou un filler, une phase de broyage, a été nécessaire.

3.2 Matériaux : mortiers et pâtes incorporant des SBC et FBC

3.2.1 Mortiers

Les mortiers sont composés en maintenant toujours le squelette granulaire constant, afin de caractériser la partie liante (ciment et additions minérales). Le mortier de référence (Ref-Ci), uniquement composé de ciment (C1 ou C2) et sans fine recyclée (Fr) ou filler siliceux (FS), est confectionné selon la norme EN 196-1. Il est gâché avec un rapport massique de trois parts de sable (1350g), d'une part de ciment (450g) et d'une demi part d'eau (225g). Tous les mélanges avec additions minérales (X%Fr ou X%FS) présentent les mêmes proportions de sable, de liant et d'eau que

le matériau de référence (Ref-C1 ou Ref-C2), mais avec une substitution massique de ciment (C1 ou C2) par une fine (Fr ou FS). Le taux de remplacement varie de 15% (15%Fr) à 35% (35%Fr) en masse avec un pas de 10%. Le Tableau 2 présente la totalité des mélanges étudiés.

Tableau 2 - Compositions des mortiers

Désignation/Constituants	C1 ou C2	SBC ou FBC**	FS	Sr	Eau
Ref-C1	450g C1	0,0	0,0	1350,0	225,0
Ref-C2	450g C2	0,0	0,0	1350,0	225,0
15%SBC ou FBC	382,5*	67,5	0,0	1350,0	225,0
25%SBC ou FBC	337,5*	112,5	0,0	1350,0	225,0
35%SBC ou FBC	292,5*	157,5	0,0	1350,0	225,0
15%FS	382,5*	0,0	67,5	1350,0	225,0
25%FS	337,5*	0,0	112,5	1350,0	225,0
35%FS	292,5*	0,0	157,5	1350,0	225,0

* Ciment C1 ou C2
** Les désignations « SBC ou FBC » correspondent à une fine issue du broyage de sable de provenance de Paris (Par), Lyon (Lyo), de Strasbourg (Stra) et de Lille (Lil) ou encore issue de procédé de dépoussiérage (FBC).

3.2.2 Pâtes à base de SBC et FBC

Afin de caractériser les éventuelles réactivités hydraulique et pouzzolanique des SBC et FBC, plusieurs types de pâtes de compositions différentes sont confectionnés selon l'objectif de l'étude. Les Tableaux 3, Tableau 4 et Tableau 5 détaillent la totalité des pâtes étudiés.

3.2.2.1 Pâtes de fines seules

Les pâtes de fines seules sont composées uniquement de fines (FBC, SBC ou FS) avec de l'eau déminéralisée, afin de tester la réactivité résiduelle des SBC ou FBC.

Tableau 3 - Compositions des pâtes de fines seules

Désignation/Constituants (g)	SBC	FBC	FS	Eau
P-SBC	14,286	0,000	0,000	5,714
P-FBC	0,000	12,903	0,000	7,097
P-FS	0,000	0,000	14,815	5,185

3.2.2.2 Pâtes avec du ciment

Plusieurs objectifs sont envisagés.

Premièrement, en vue de caractériser l'influence des SBC et FBC sur le temps de prise de ciments, selon la norme EN 196-3, les pâtes sont confectionnées avec une composition 500g de poudre (100%C1) ou (25%C1+75%Fr) et un rapport E/L variable pour obtenir une consistance normalisée conforme.

Deuxièmement, afin d'évaluer l'influence de l'incorporation des SBC ou FBC sur l'hydratation de ciment, les pâtes sont composées en maintenant toujours le rapport Eau/Liant égal à 0,4. La pâte de référence (P-100C1) est composée de ciment C1 avec de l'eau déminéralisée et sans fine recyclé (Fr) ou filler siliceux (FS). Tous les mélanges avec Fr ou FS présentent un remplacement massique de ciment par 25% de fine (Fr ou FS).

Troisièmement, pour caractériser l'influence de l'eau de lavage de fines recyclées (SBC ou FBC) sur l'hydratation de ciment, les pâtes sont gâchées avec un rapport E/C de 0,4. La pâte de référence (P-C1-Eau dém) est composée de ciment C1 avec de l'eau déminéralisée. Les pâtes (P-C1-Eau Fr) sont composées de ciment C1 avec de l'eau récupérée après une phase de lixiviation des fines recyclées selon la norme EN 12457-2.

Quatrièmement, dans le but de tester le potentiel pouzzolanique des SBC et FBC d'après la méthode de Frattini, les pâtes sont confectionnées avec 4 g de fine (SBC, FBC ou MK), 16 g de C1 et 100 g d'eau déminéralisée.

Tableau 4 - Compositions des pâtes avec du ciment

	Désignation/Constituants (g)	C1	Fr (SBC ou FBC)	Eau*
1 ^{ère} étude	100%C1	500,0	0,0	Variable
	75%C1+25%Fr	375,0	125,0	Variable
	* Eau variable selon la norme (EN 196-3)			
2 ^{ème} étude	Désignation/Constituants (g)	C1	X (SBC ou FBC ou FS)	Eau
	P-100C1	14,286	0,000	5,714
	P-75C1-25X	10,714	3,572	5,714
3 ^{ème} étude	Désignation/Constituants (g)	C1	Eau	Eau de lixiviation
	P-C1-Eau dém	14,286	5,714	0,000
	P-C1-Eau Fr	14,286	0,000	5,714
4 ^{ème} étude	Désignation/Constituants (g)	C1	X (SBC ou FBC ou MK)	Eau
	X	16	4	100

3.2.2.3 Pâtes de chaux

Afin d’observer une éventuelle réactivité pouzzolanique d’une addition, les pâtes sont composées de fine recyclé (SBC ou FBC), de chaux (CH) et d’eau. Le métakaolin (MK) est utilisé comme référence d’un matériau pouzzolanique. Les pâtes sont à proportion égale pour toutes les fines utilisées. Le ratio appliqué est de 4 portions de fines pour 1 portion de chaux. L’eau a été ajustée pour obtenir une consistance suffisamment fluide de pâte homogène, mais sans ségrégation qui aurait créée des différences de composition dans l’échantillon (risque de fausser les analyses effectuées au cours du temps).

Tableau 5 - Compositions des pâtes de chaux

Essai	Désignation/Constituants (g)	SBC	FBC	CH	MK	Eau
Calorimètre isotherme	P-SBC	10,738	0,000	2,684	0,000	6,578
	P-FBC	0,000	10,458	2,614	0,000	6,928
	P-CH	0,000	0,000	10,000	0,000	10,000
	P-MK	0,000	0,000	2,500	10,000	7,500
Consommation de chaux (ATG)	P-SBC	40,0	0,0	10,0	0,0	24,5
	P-FBC	0,000	40,0	10,0	0,0	26,5

3.3 Malaxage – Echantillonnage

3.3.1 Avant-propos

Cette étude sur la potentialité d’utiliser les SBC et FBC dans une matrice cimentaire s’insère dans un processus global de caractérisation déjà présenté dans des travaux antérieurs (Lawrence et al., 2003 & 2005 ; Cyr et al., 2005 & 2006) (Figure 2).

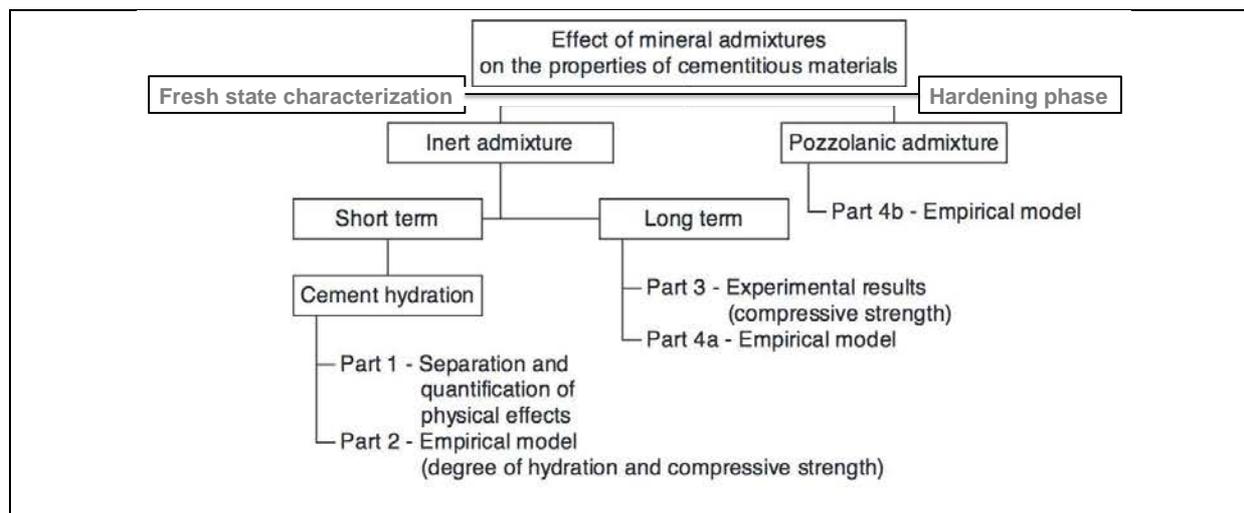


Figure 2 – Phasage d’ensemble du projet pour une valorisation de fine

Ce type d'étude s'intéresse à la caractérisation de matériaux de l'état frais à l'état durci. Afin d'évaluer l'impact de ce type de fine recyclée dans une matrice cimentaire, de nombreux essais ont été menés sur divers matériaux comme :

- les pâtes : mélange de poudre et d'eau (pâtes de ciment, pâtes de chaux...)
- les mortiers : mélange poudre, eau et sable.

Afin de faciliter la lecture, en introduction de chaque chapitre, il sera rappelé au lecteur le matériau utilisé pour l'étude rapportée (texte souligné).

3.3.2 Protocoles de malaxage, d'échantillonnage et de maturation des mortiers

Pour une composition donnée, une gâchée est préparée dans un malaxeur Controlab de capacité maximale de 2L selon la séquence de malaxage normalisée (EN 196-1). Immédiatement après le malaxage, le mélange est mis en place dans des moules prismatiques (4×4×16) cm³ et compacté à la table à choc (60 coups). Le démoulage des éprouvettes est réalisé 24 heures après leur confection. Suite à cette phase, les éprouvettes conservées dans de l'eau à température constante (20°C±1°C) jusqu'à l'échéance d'essai.

3.3.3 Protocoles de malaxage, d'échantillonnage et de maturation des pâtes

Selon la méthode d'essai, les pâtes sont confectionnées de façons différentes en termes de malaxage, d'échantillonnage et de conservation.

3.3.3.1 Essai calorimètre isotherme

Les pâtes sont malaxées manuellement. La séquence suivante a été systématiquement appliquée :

- malaxage durant 1 minute de la partie fine (Ciment, SBC, FBC, FS, CH ou MK)
- introduction de l'eau durant 30 secondes
- poursuite du malaxage durant 3 minutes et 30 secondes

La durée totale du malaxage est de 5 minutes. Les pâtes sont ensuite introduites dans des flacons spéciaux destinés à cet essai.

3.3.3.2 Essai de consommation de chaux (ATG)

Les pâtes sont malaxées manuellement. La séquence suivante a été systématiquement appliquée :

- malaxage durant 2 minutes de la partie fine : SBC ou FBC avec de la CH
- introduction de l'eau durant 30 secondes
- poursuite du malaxage durant 7 minutes et 30 secondes

La durée totale du malaxage est de 10 minutes. Les pâtes sont coulées dans de petites éprouvettes de plastique fermées et entourées par plusieurs couches de cellophane. La conservation est ensuite faite dans une salle humide à 20°C jusqu'au moment des essais.

3.3.3.3 Essai de Frattini

Les pâtes sont malaxées manuellement. La séquence suivante a été systématiquement appliquée :

- malaxage durant 1 minute de la partie fine : Ciment avec SBC ou FBC ou MK.
- introduction de l'eau
- poursuite du malaxage durant 4 minutes

La durée totale du malaxage est de 5 minutes. L'échantillon est couvert par plusieurs couches en cellophane, et conservé dans une étuve à 40°C pendant 8 jours jusqu'au moment de l'essai.

3.3.3.4 Essai de temps de prise (EN 196-3)

Les pâtes sont malaxées mécaniquement dans un malaxeur Controlab de capacité maximale de 2L selon la séquence de malaxage normalisée de l'EN 196-3. Après le malaxage, le mélange est mis en place dans des moules spéciaux selon la norme EN 196-3. Suite à la phase de détermination de consistance normalisée, les moules sont conservés dans une salle à température constante (20°C±1°C) jusqu'à l'échéance d'essai. Toute la procédure est conforme aux préconisations de la norme EN 196-3.

3.4 Essais

3.4.1 Essais de caractérisation des fines

Afin d'établir une carte d'identité des fines recyclées, plusieurs essais de caractérisation sont systématiquement effectués, essentiellement au niveau des caractéristiques physiques, chimiques, morphologiques et minéralogiques. Le Tableau 6 présente les références utiles aux différents essais.

Tableau 6 - Synoptique des essais de caractérisation des fines

<u>Caractéristiques physiques</u>	Références
Surface spécifique Blaine	(NF EN 196-6)
Granularité par granulométrie laser	Méthode locale
Masse volumique absolue	(NF EN 1097-7)
<u>Caractéristiques chimiques</u>	
Compositions chimiques par Fluorescence X	(NF EN 196-2)
<u>Caractéristiques morphologiques</u>	
Microscopie électronique à balayage (MEB)	Modèle : JSM 6700F
<u>Caractéristiques minéralogiques</u>	
Diffractions des rayons X (DRX)	Modèle : D5000
Analyse Thermogravimétrique (ATG)	Modèle : STA 449 F3
Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC)	Modèle : STA 449 F3

3.4.2 Essais de caractérisation sur pâtes

Dans l'objectif d'étudier la potentialité de la réactivité hydraulique et pouzzolanique des SBC et FBC, plusieurs méthodes ont été menées. Le Tableau 7 présente de façon générale l'ensemble des essais utilisés.

Tableau 7 - Synoptique des essais de caractérisation sur pâtes

<u>Réactivité hydraulique</u>	Essais
Réactivité résiduelle des SBC et FBC	Calorimètre isotherme
Influence des SBC et FBC sur le temps de prise de ciment	Temps de prise (NF EN 196-3)
Influence de l'incorporation des SBC et FBC sur l'hydratation de ciment	Calorimètre isotherme
Influence de l'eau de lavage des SBC et FBC sur l'hydratation de ciment	Calorimètre isotherme
<u>Réactivité pouzzolanique</u>	
Suivi de l'évolution de teneur en chaux dans le temps	ATG
Test de la capacité de consommation de chaux	Méthode de Frattini
Suivi de l'évolution de chaleur dégagée	Calorimètre isotherme

3.4.3 Essais de caractérisation des mortiers

Une comparaison systématique entre les différents mortiers (Ref-Ci, X%Fr ou X%FS) est réalisée aux états frais et durci. Les références utiles aux différents essais, mis en œuvre dans cette étude, sont consignées dans le Tableau 8. Elles correspondent à des normes et à des recommandations françaises, européennes ou américaines.

Tableau 8 – Synoptique des essais réalisés sur les mortiers aux états frais et durci

<u>Propriétés à l'état frais</u>	Références
Maniabilité LCL (s)	(NF 18 452)
<u>Etat durcissant</u>	
Détermination du temps de prise et de la stabilité	(EN 196-3)
<u>Propriétés mécaniques</u>	
Résistance en compression (MPa)	(EN 196-1)
<u>Indicateurs de durabilité</u>	
Porosité accessible à l'eau (%)	(NF 18 459)
Absorption d'eau et théorie de Washburn	(AFPC, 1997; Washburn, 1921)
<u>Déformations différée</u>	
Mesure du retrait endogène et de dessiccation	(NF18 427)

4 Résultats

4.1 Obtention et caractérisation des fines recyclées SBC et FBC

Dans ce premier paragraphe de caractérisation, deux types de fines sont étudiées :

- les sables de bétons concassés (i.e. broyage de sable recyclé) noté SBC,
- les fines de bétons concassés (i.e. fines de dépoussiérage) noté FBC.

Avant de présenter les résultats obtenus sur matériau cimentaire incorporant des SBC ou des FBC, un travail préliminaire de broyage et d'optimisation des SBC doit être introduit. En effet, l'obtention de ce type de fine doit satisfaire certaines caractéristiques granulométriques (d_{50} par exemple) et de finesse (valeur Blaine) usuellement fournies sur des fiches techniques. Basé sur ces critères, un compromis entre le temps de broyage et une finesse visée a été décidé afin d'assurer une éventuelle viabilité industrielle du procédé.

4.1.1 Matériaux de base

Les SBC sont issus d'une phase de broyage de 4 sables ayant des provenances et des caractéristiques de base différentes. Ces sables proviennent de zones de traitement de déchet différentes (Tableau 9).

Tableau 9 – Présentation des sables recyclés du PN Recybéton

Désignation	Paris (Par)	Lyon (Lyo)	Strasbourg (Stra)	Lille (Lil)
Provenance	Gonesse	Armailler	Leon Hart	Matériaux du Nord
Coupure (mm)	0/4	0/6	0/4	0/6
Module finesse (%)	3,00	3,66	2,99	3,72
Teneur en eau (%)	10,24	3,44	2,99	11,58

Cas particulier de la FBC : cette fine est issue de la phase de dépoussiérage d'un procédé de concassage. A la réception de l'échantillon, noté FBC dans cette étude, aucun traitement de broyage n'a été effectué. La valorisation de cette fine sera étudiée en l'état.

4.1.2 Le broyage et son optimisation

4.1.2.1 Le procédé

A partir de 4 sables recyclés, un broyeur à barre a été utilisé pour produire les fines recyclées (SBC). La Figure 3 présente la procédure le broyage mécanique.

La procédure de broyage débute par un séchage du sable à 80°C afin de limiter l'humidité dans l'échantillon de sable lors de la phase de broyage, ce qui a pour but de limiter l'agglomération de particules entre elles. Ensuite, afin d'obtenir l'échantillon de sable le plus représentatif possible, une phase d'homogénéisation manuelle et de quartage sont réalisées.

Après l'échantillonnage, le sable est introduit dans le broyeur à barres. Les caractéristiques du broyage sont consignées dans les Tableau 10 et Tableau 11.



Figure 3 – Procédure de broyage

Tableau 10 – Caractéristiques du broyage

Echantillon de sable introduit	5,0kg
Broyeur :	
- puissance appareil	2,55kW
- nombre de barres dans le broyeur.	10*
- temps de broyage	30', 60', 90', 120', 4h, 6h
Vérification de la perte de masse en fin de broyage	Oui
Vérification de la granulométrie du SBC en fin de broyage	Oui
Vérification de la finesse Blaine du SBC en fin de broyage	Oui
* voir caractéristiques des barres dans le Tableau 11.	

Tableau 11 – Caractéristiques des barres de broyage

Diamètre (cm)	Longueur (cm)	Masse (kg)	Nombre
3,0	80,0	4,0	2
4,0	80,0	7,5	2
5,0	80,0	11,5	4
6,0	80,0	16,5	2

Suite à une étude préliminaire où des temps de broyage de 2, 4, et 6h ont été testés, il est apparu qu'un temps de broyage au-delà de 2h contribue à des finesses trop élevées pour une procédure industrielle.

A la vue de ces résultats, il a été décidé de broyer les sables pendant les intervalles de temps suivants : 30, 60, 90 et 120 minutes. A l'issue de chaque temps de broyage intermédiaire, plusieurs coupures de fines ont été prélevées pour réaliser des essais de granulométrie, de masse volumique et de finesse Blaine. Ce suivi permet d'appréhender l'impact du temps de broyage sur les caractéristiques granulométriques des SBC.

Avant de présenter les résultats de caractérisation des SBC, il est nécessaire de s'assurer de la validité de la phase de broyage. La Figure 4 présente la perte de masse moyenne enregistrée pour chaque sable broyé. On remarque que la perte de masse reste relativement faible (<3%) validant ainsi notre procédé de broyage.

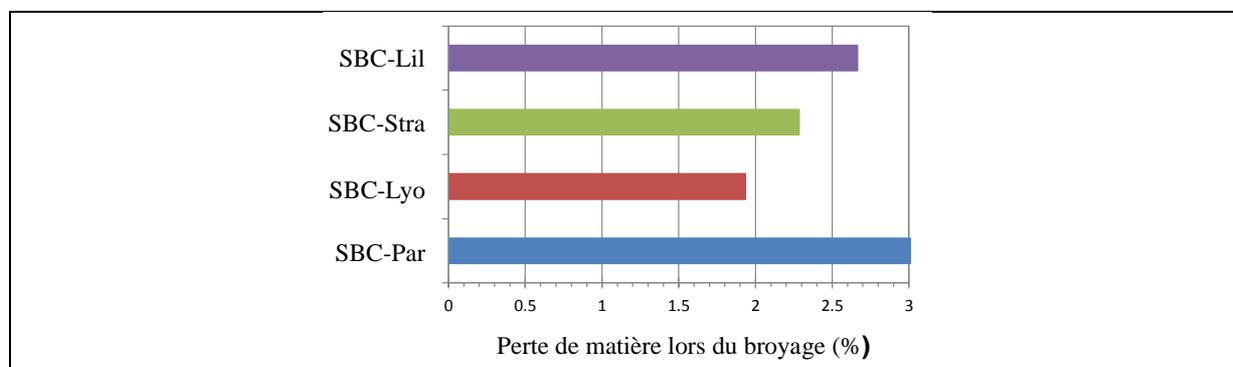


Figure 4 – Perte de masse après la phase de broyage

4.1.2.2 Caractéristiques granulométriques des SBC

La Figure 5 présente les répartitions granulométriques de chaque SBC en prenant en compte le temps de broyage.

A partir de ces courbes, on peut dresser le Tableau 12 synthétisant les caractéristiques granulométriques des SBC selon le temps de broyage.

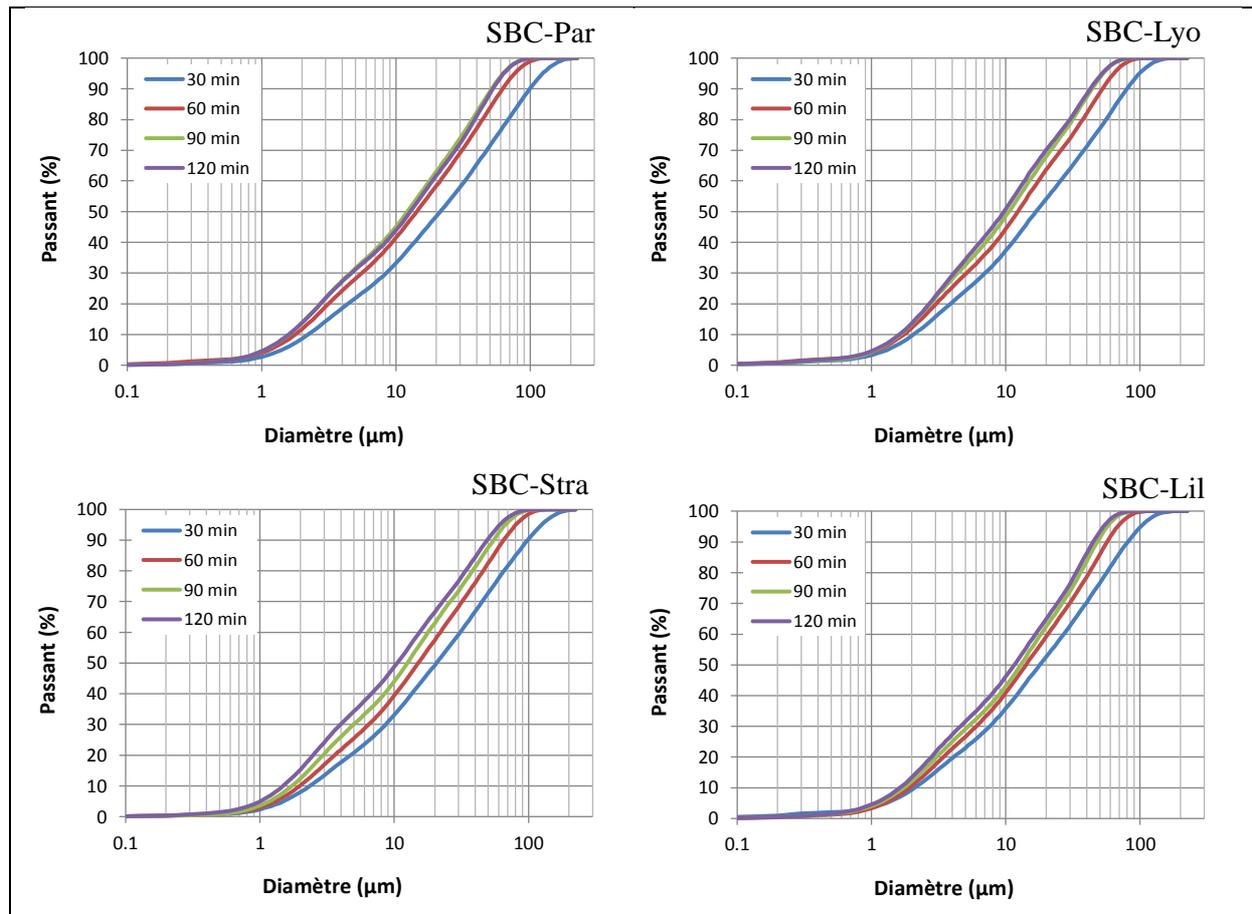


Figure 5 – Courbes granulométriques des SBC selon différents temps de broyage

Tableau 12 – Caractéristiques granulométriques des SBC en fonction du temps de broyage

Fines	Temps (min)	d_{50} (μm)	d_{Moyen} (μm)	Passant 5 μm (%)	Passant 80 μm (%)
SBC-Par	30'	21,4	37,6	21,8	84,3
	60'	14,3	24,0	28,1	95,9
	90'	12,8	20,7	31,1	98,8
	120'	12,2	20,1	31,6	98,7
SBC-Lyo	30'	16,8	30,2	24,2	90,0
	60'	12,3	20,3	29,6	98,6
	90'	10,5	17,1	32,7	99,8
	120'	9,7	15,1	34,4	99,8
SBC-Stra	30'	20,6	36,9	20,9	85,0
	60'	15,1	25,2	25,5	94,9
	90'	12,5	20,9	30,1	98,1
	120'	10,5	18,5	34,3	98,9
SBC-Lil	30'	17,9	31,1	23,0	89,7
	60'	14,1	22,5	26,6	98,0
	90'	12,9	19,4	29,1	99,7
	120'	11,6	18,0	31,6	99,8

A partir des différentes informations, certains commentaires peuvent être faits.

- Malgré la nature granulaire variée des bétons à recycler (granulat siliceux ou silico-calcaire), on remarque que pour un temps de broyage donné, le procédé mécanique génère des granulométries similaires. Par exemple, à 120 minutes de broyage, la valeur du d_{50} varie de 9,7 à 12,2 μm , ce qui est relativement proche (Figure 6a).
- Les mêmes observations sont valables pour la quantité de particules fines (passant à 5 μm) et de grains plus grossiers (passant à 80 μm) (Figure 6b et c)
- Avec l'augmentation du temps de broyage jusqu'à 120 minutes, on observe une diminution de la taille et une modification de la répartition des particules. Cette observation implique qu'au-delà de cette échéance de 120 minutes, le broyage semble rester efficace.
- En comparant les caractéristiques granulométriques obtenues sur SBC avec celles de constituants usuels comme le ciment, des fillers, un MK (Tableau 13), il apparaît qu'un broyage au-delà de 60 minutes ne semble pas nécessaire.

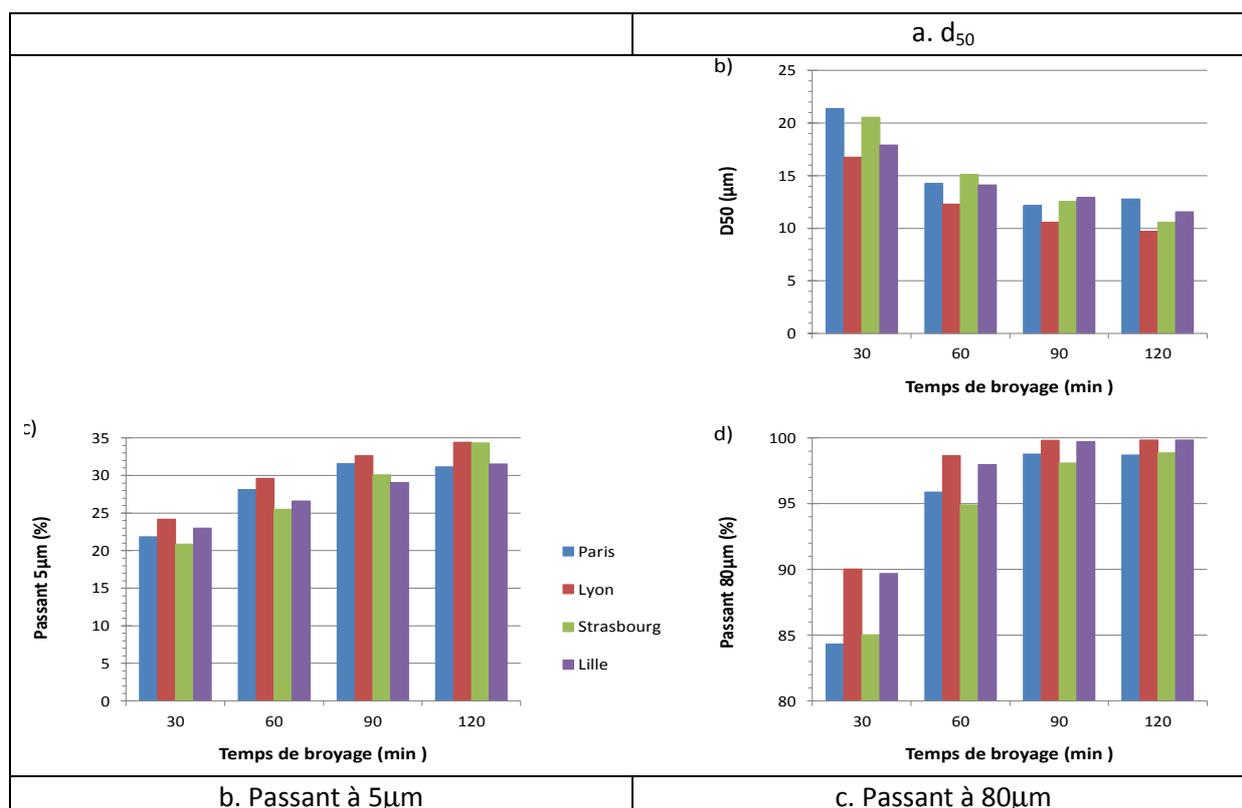


Figure 6 – Exploitation du suivi des caractéristiques granulométriques des SBC en fonction du temps de broyage

Tableau 13 – Caractéristiques granulométriques pour des constituants usuels

	C1 CEMI	CEMII*	Filler calcaire*	Filler siliceux*	FS	MK flash*	Fumée de Silice*
d ₅₀ (µm)	15,0	11,0	12,0	11,5	14,5	31	5,3
Passant 5µm (%)	15	19	31	24	21	2	48
Passant 8µm (%)	100	98	94	100	100	80	100
* étude (Cassagnabère, 2007)							

4.1.2.3 Finesse et masse volumique

Durant l'optimisation du broyage, d'autres caractéristiques des SBC sont suivis comme le montre le Tableau 14.

Tableau 14 – Caractéristiques physiques des SBC en fonction du temps de broyage

Fines	Temps (min)	Masse volumique (g/cm ³)	Surface spécifique Blaine (cm ² /g)
SBC-Par	30'	2,436	4500±60
	60'	2,437	5600±140
	90'	2,437	6900±160
	120'	2,438	7300±330
SBC-Lyo	30'	2,486	4500±30
	60'	2,482	6100±220
	90'	2,501	7400±110
	120'	2,488	7500±90
SBC-Stra	30'	2,474	4300±110
	60'	2,472	6000±90
	90'	2,477	6900±70
	120'	2,482	7500±210
SBC-Lil	30'	2,444	4600±130
	60'	2,448	6400±30
	90'	2,450	7400±40
	120'	2,448	7600±70

Les résultats observés dans ce tableau sont en accord avec ceux précédemment présentés sur les considérations granulométriques :

- L'augmentation du temps de broyage favorise le développement de la finesse (Figure 7a).
- Globalement, la finesse ainsi obtenue par ce procédé mécanique varie de 4300 à 7600 cm²/g selon le temps de broyage.
- Pour un temps de broyage donné, les finesses atteintes pour l'ensemble des SBC sont relativement proche ; par exemple pour 30', la finesse oscille entre 4300 et 4600 cm²/g (Figure 7a).

- Les SBC de Lyon et Strasbourg semble significativement plus dense que les deux autres et cela, pour n'importe quel temps de broyage Figure 7b).

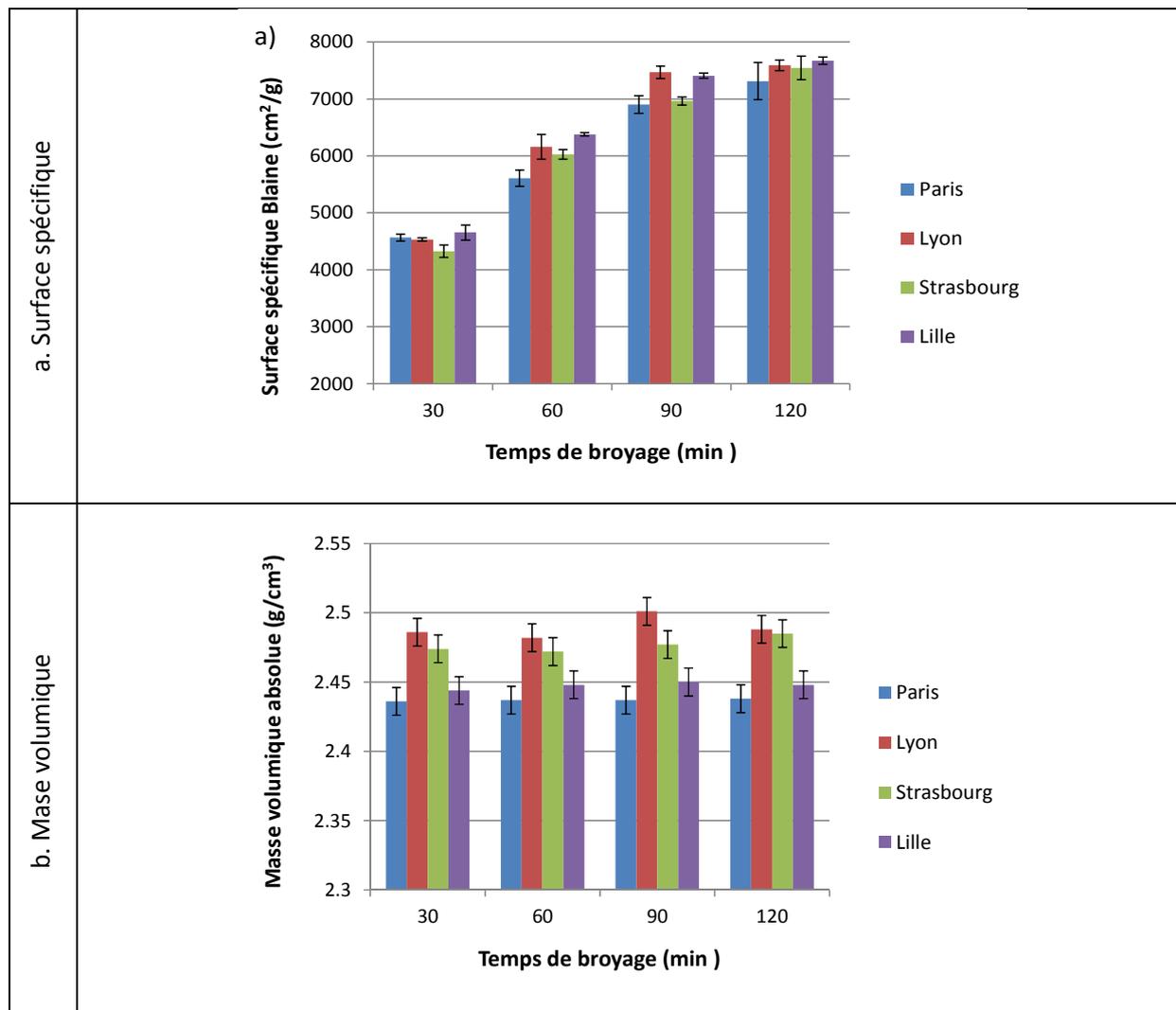


Figure 7 – Suivi des surfaces spécifiques Blaine et des masses volumiques des SBC en fonction du temps de broyage

Le Tableau 15 présente des valeurs de surfaces spécifiques et de masses volumiques obtenues des constituants usuels utilisés dans l'industrie du béton.

Tableau 15 – Propriétés physiques pour des constituants usuels

	C1 CEMI	CEMII *	Filler calcaire *	Filler siliceux *	FS	MK flash *	Fumée de Silice *
Surface spécifique (cm ² /g)	4200	4241	4180	6900	4400	150000**	13500
Masse volumique (g/cm ³)	3,150	3,120	2,690	2,65	2,65	2,60	2,52
* étude (Cassagnabère, 2007)							
** obtenue par méthode BET							

Il apparaît qu'un broyage de 2 heures n'est pas suffisant pour atteindre une finesse équivalente à celle d'un métakaolin ou d'une fumée de silice. Avec 90 minutes de broyage et pour n'importe quelles SBC, on peut obtenir une finesse similaire à celle d'un filler siliceux fin (6900 cm²/g). Finalement, on observe qu'un broyage de 30 minutes s'avère suffisant pour obtenir une finesse équivalente à celle d'un ciment (CEM I ou CEM II), d'un filler calcaire ou d'un filler siliceux classique (4180 à 4400 cm²/g).

4.1.2.4 Bilan sur le broyage des SBC

Après un travail d'optimisation du broyage par ce procédé mécanique (nombre et gabarit de barres, confinement de l'enceinte, quantité minimale de sable, temps de 30 minutes à 6 heures), il ressort qu'un broyage de 30 minutes conduit à une finesse de 4500cm²/g équivalente à celle d'un ciment ou d'un filler considéré comme addition inerte. Augmenter le temps de broyage peut conduire à une augmentation des coûts de production (dépense énergétique de la phase mécanique de broyage). Donc, afin d'anticiper une éventuelle production de SBC à l'échelle industrielle, on a considéré qu'une finesse de 4500cm²/g obtenue avec un temps de broyage de 30 minutes serait suffisante pour ce type d'addition.

Mais, il est important de noter que l'impact de la finesse des SBC sera approfondi avec l'étude d'additions avec une finesse de 7500 cm²/g (obtenue avec un broyage de 120 minutes).

4.1.2.5 Cas particulier du la fine de dépoussiérage FBC

La fine de dépoussiérage, notée FBC, est un cas à part. En effet, elle n'est pas obtenue à partir d'une phase de broyage de sable comme les SBC, présentées précédemment. Cette fine est issue du circuit de traitement des granulats recyclés. La phase de concassage des déchets de démolition va générer de la poussière ; cette dernière sera par la suite récupérée afin d'être étudiée et potentiellement valorisée. Le Tableau 16 présente les caractéristiques granulométriques et physique de la FBC.

Tableau 16 – Caractéristiques physiques et granulométriques de la FBC

Masse volumique (g/cm ³)		Surface spécifique Blaine (cm ² /g)	
2,176		4300±50	
d ₅₀ (µm)	d _{Moyen} (µm)	Passant 5µm (%)	Passant 80µm (%)
20,3	25,5	17,9	98%

Comparativement aux SBC broyés durant 30 minutes présentées ci-dessus, la FBC possède un d₅₀ plus élevé, un d_{Moyen} plus faible, des quantités de particules fines (passant à 5µm) et de particules grossières (passant à 80µm) plus faibles.

4.1.3 Caractérisation physique et chimique des SBC et FBC retenues

4.1.3.1 Justification des choix d'étude

Comme précisé dans le paragraphe précédent, toutes les fines recyclées n'ont pas pu être étudiées. L'étude s'est focalisée sur les SBC (toutes provenances) avec les surfaces spécifiques avoisinant les valeurs de 4500 cm²/g (noté 1 dans la désignation) et de 7500 cm²/g (noté 2).

4.1.3.2 Caractéristiques physiques des fines recyclées

A partir des choix effectués, le Tableau 17 récapitule les propriétés physiques des fines étudiées plus en détail dans le reste du rapport.

Tableau 17 – Caractéristiques physiques des SBC et FBC retenues pour l'étude de valorisation

Type de fines	SBC		SBC		SBC		SBC		FBC
	Par1	Par2	Lyo1	Lyo2	Stra1	Stra2	Lil1	Lil2	
Provenance	Par1	Par2	Lyo1	Lyo2	Stra1	Stra2	Lil1	Lil2	FBC
Surf. Spéc. (cm ² /g)	4500	7300	4500	7500	4300	7500	4600	7600	4300
Mass. Vol. (g/cm ³)	2,436	2,438	2,486	2,488	2,474	2,482	2,444	2,448	2,176
D ₅₀ (µm)	21,4	12,2	16,8	9,7	20,6	10,5	17,9	11,6	20,3
d _{Moyen} (µm)	37,6	20,1	30,2	15,1	36,9	18,5	31,1	18,0	25,5
Passant à 5 µm	21,8	31,6	24,2	34,4	20,9	34,3	23,0	31,6	17,9
Passant à 80 µm	84,3	98,7	90,0	99,8	85,0	98,9	89,7	99,8	98,0

4.1.3.3 Compositions chimiques des fines recyclées

Les compositions chimiques (éléments majeurs et quelques éléments mineurs) présentées dans le Tableau 18 ont été faites par fluorescence X sur les sables recyclées et la FBC.

Tableau 18 – Composition chimique des SBC et de la FBC

Désignation	SBC				FBC
	Lyo	Par	Stra	Lil	
CaO	20,77	17,12	15,51	20,66	36,69
SiO ₂	47,42	58,45	57,04	46,61	22,56
Al ₂ O ₃	5,58	2,27	4,76	4,54	3,24
Fe ₂ O ₃	2,12	1,61	2,06	2,85	1,43
SO ₃	0,39	0,47	0,35	0,62	1,62
Na ₂ O	0,81	0,15	0,50	0,30	0,14
K ₂ O	1,05	0,47	0,99	0,78	0,44
MgO	0,81	0,62	0,93	1,18	1,23
P ₂ O ₅	0,11	0,05	0,06	0,14	0,11
TiO ₂	0,17	0,08	0,12	0,19	0,17
Mn ₂ O ₃	0,07	0,07	0,09	0,12	0,07
SrO	0,14	0,10	0,12	0,12	/
PAF	20,56	18,06	17,09	21,55	32,33
Total	100,00	99,72	99,64	99,66	100,00

Malgré l'hétérogénéité globale de la composition chimique des SBC, les teneurs en oxyde correspondent à des compositions chimiques classiques de bétons normaux avec une prédominance quantitative pour les oxydes de calcium, silicium, fer et aluminium.

Il est intéressant de noter que les matériaux de Paris et Strasbourg présentent des teneurs en silice plus forte que les SBC de Lyon et Lille. Cette augmentation se fait au dépend de la teneur en CaO. Ceci peut s'expliquer par la nature de la phase granulaire. En effet, les 4 bétons recyclés ont été confectionnés avec des granulats silico-calcaires mais dans le cas de Paris et de Strasbourg, la proportion de granulats siliceux doit être supérieure. Cette constatation se confirme par les valeurs de

perte au feu (PAF) plus élevées dans le cas des matériaux de Lyon et Lille (décarbonatation de phases granulaire comme la dolomite $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ ou le carbonate de calcium CaCO_3).

En comparaison aux SBC, la FBC présente une composition chimique plus atypique avec une teneur plus élevée en oxyde de calcium. Il faut rappeler que cette fine est obtenue par dépoussiérage du process de concassage de béton recyclé. En effet, ce procédé mécanique de broyage génère une poussière issue de la matrice cimentaire. Cette phase est en effet moins résistante à la fragmentation que la phase granulaire et est plus enrichie en oxyde de calcium comparativement au squelette granulaire plus silico-calcaire.

4.1.4 Caractérisation minéralogique des SBC et de la FBC.

Afin d’approfondir la connaissance des SBC et de la FBC, des analyses par diffraction des rayons X a été menées pour identifier les phases cristallisées (Figure 8).

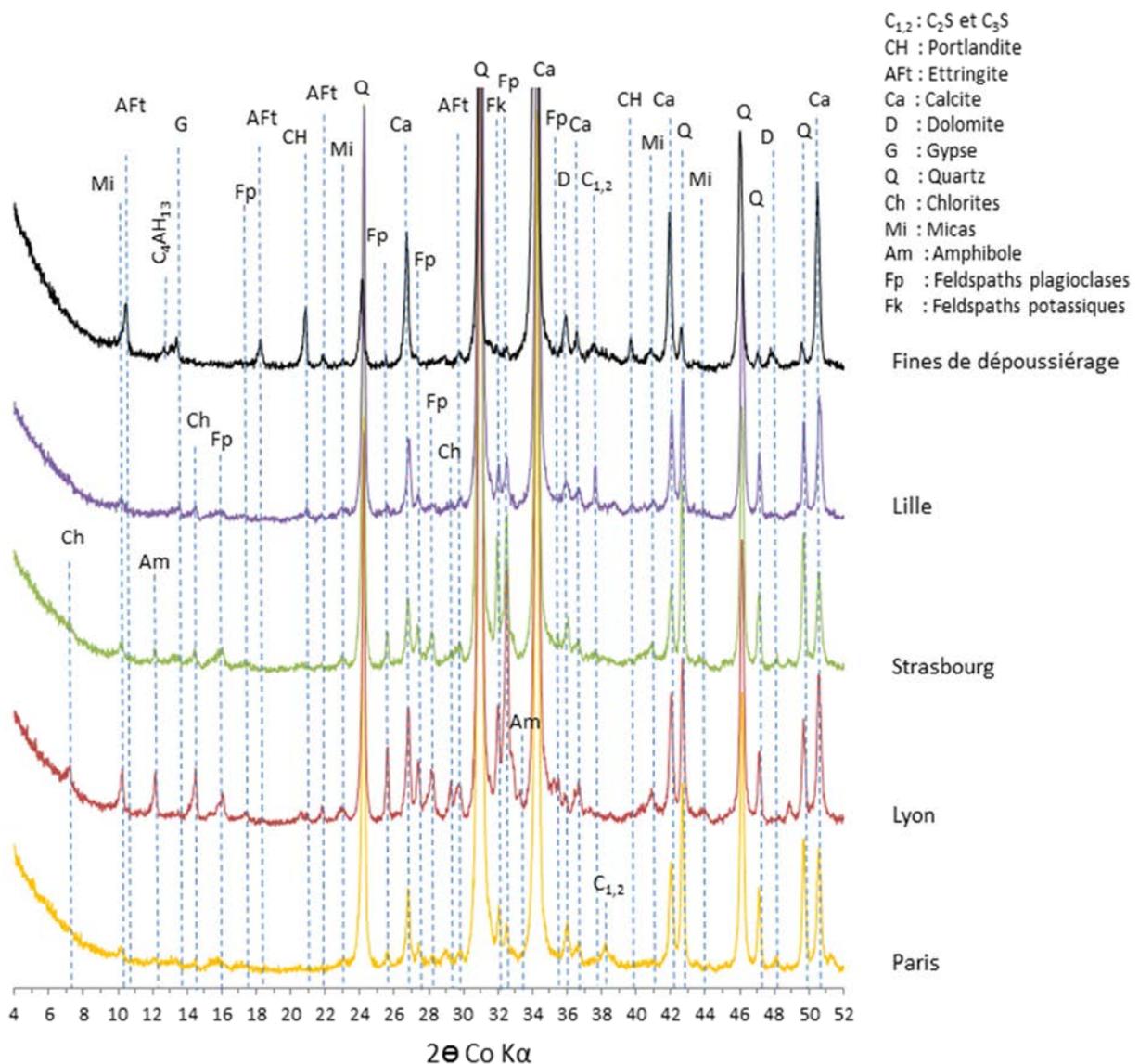


Figure 8 – Diffractogrammes de rayons X effectués sur SBC et FBC

A partir de ces diffractogrammes, trois types de phases sont présentes dans les fines (SBC et FBC).

Pour toutes les fines, on se trouve en présence de composés issus du squelette granulaire du béton tels que le quartz, la calcite, la dolomite, les feldspaths ou les micas.

On observe aussi les vestiges de la matrice cimentaire hydratée avec la présence d'Ettringite (AFt), de Portlandite (CH), et d'aluminate hydratés (C_4AH_{13}) et carbonatée (calcite). Il est clair que cette technique ne permet pas de faire une identification de l'ensemble des hydrates présents. On pense en particulier aux C-S-H, phases amorphes, qui seront identifiées par analyses thermiques (ATG/DSC).

Pour conclure, ces analyses montrent la présence d'alite et de bélite, phases anhydres pouvant être remobilisées afin de former une quantité d'hydrate plus importante (Shui et al., 2008 ; Cassagnabère et al., 2012).

4.1.5 Caractérisation des phases des SBC et de la FBC par analyses thermiques

Les analyses minéralogiques par DRX ne sont pas suffisantes pour bien connaître la composition par phases des SBC et de la FBC. Les analyses thermiques (analyses thermiques gravimétriques ATG) couplée à la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) permettent d'étudier certaines phases hydratées ou phases granulaires. Plusieurs intervalles de température sont retenus, associés à la décomposition de phases reconnues :

- de 30 à 105°C, l'eau évaporable est éliminée,
- de 110 à 170°C, les décompositions du gypse, avec une double réaction endothermique, de l'ettringite, de certains aluminates de calcium hydratés et des silicates de calcium hydratés (C-S-H pour 100-150°C) interviennent,
- de 180 à 350°C, la perte d'eau est due à la décomposition d'autre C-S-H et des silico-aluminates de calcium hydraté,
- de 450 à 570°C, la deshydroxylation de la portlandite CH apparaît,
- de 700 à 900°C, la décarbonatation du carbonate de calcium se produit.

Elles permettent aussi d'avoir des informations sur la quantité d'eau chimiquement liée des hydrates de la matrice cimentaire. Ces analyses thermiques pondérales sont couplées à leurs courbes dérivées afin d'obtenir certaines informations quantitatives sur les constituants.

4.1.5.1 Analyses TG

La Figure 9 présente les thermogrammes gravimétriques obtenus sur les SBC et la FBC.

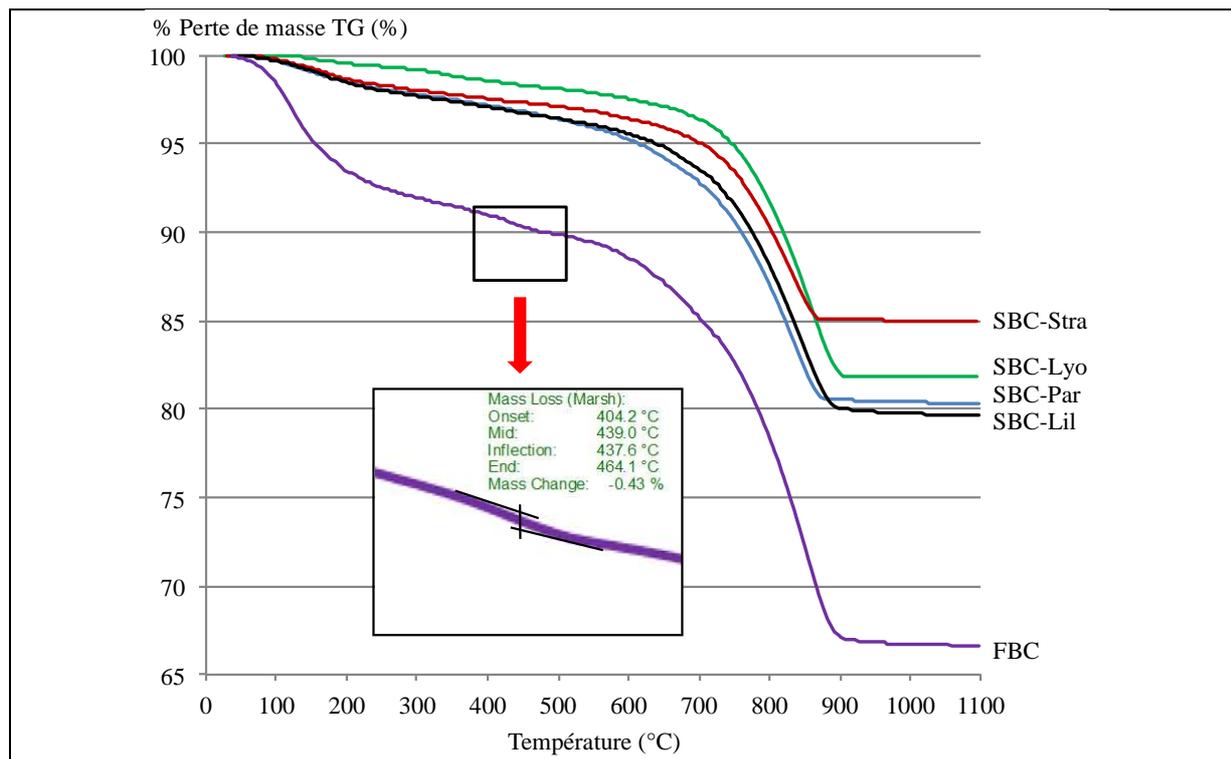


Figure 9 – Analyse thermogravimétrique (ATG) pour les fines recyclées.

A partir des courbes de la Figure 9, il est possible de dresser le Tableau 19.

Tableau 19 – Informations relatives aux SBC et à la FBC obtenues à partir d'analyse TG

	SBC				FBC
	Par	Lyo	Stra	Lil	
Teneur de CH (kg/m ³)	/*	/*	/*	/*	38,5
Quantité de CO ₂ dégagé par décarbonatation (kg/m ³)**	311,8	345,6	242,5	359,3	457,0
Quantité d'eau chimiquement liée (%)***	4,12	2,13	3,17	3,96	10,63
*/ CH non détectée par TG ** décarbonatation couplée de la dolomite et de la calcite *** Perte de masse d'eau jusqu'à 550°C					

Grace aux valeurs quantitatives de la décomposition des carbonates (couplage dolomite et calcite), on confirme bien que les SBC de Paris et de Strasbourg ont une nature granulaire plus siliceuse que les SBC de Lyon et Lille, qui sont plus calcaires et dolomitiques.

A partir la quantité d'eau chimiquement liée, on peut dire que les SBC possèdent des hydrates tels que les C-S-H et les aluminates hydratés. Comparativement aux SBC, la FBC renferme une teneur plus élevée en hydrate.

Finalement, aucune Portlandite n'est détectée pour les SBC (probablement totalement carbonatée) alors que la fine de dépoussiérage contient 38,5 kg de CH pour 1 m³ de béton.

4.1.5.1 Analyses des courbes thermogravimétriques dérivées (DTG)

Afin de renforcer les connaissances sur la composition qualitative et quantitative en hydrates des SBC et des FBC, un examen des courbes dérivées d'ATG est exposé à la Figure 10.

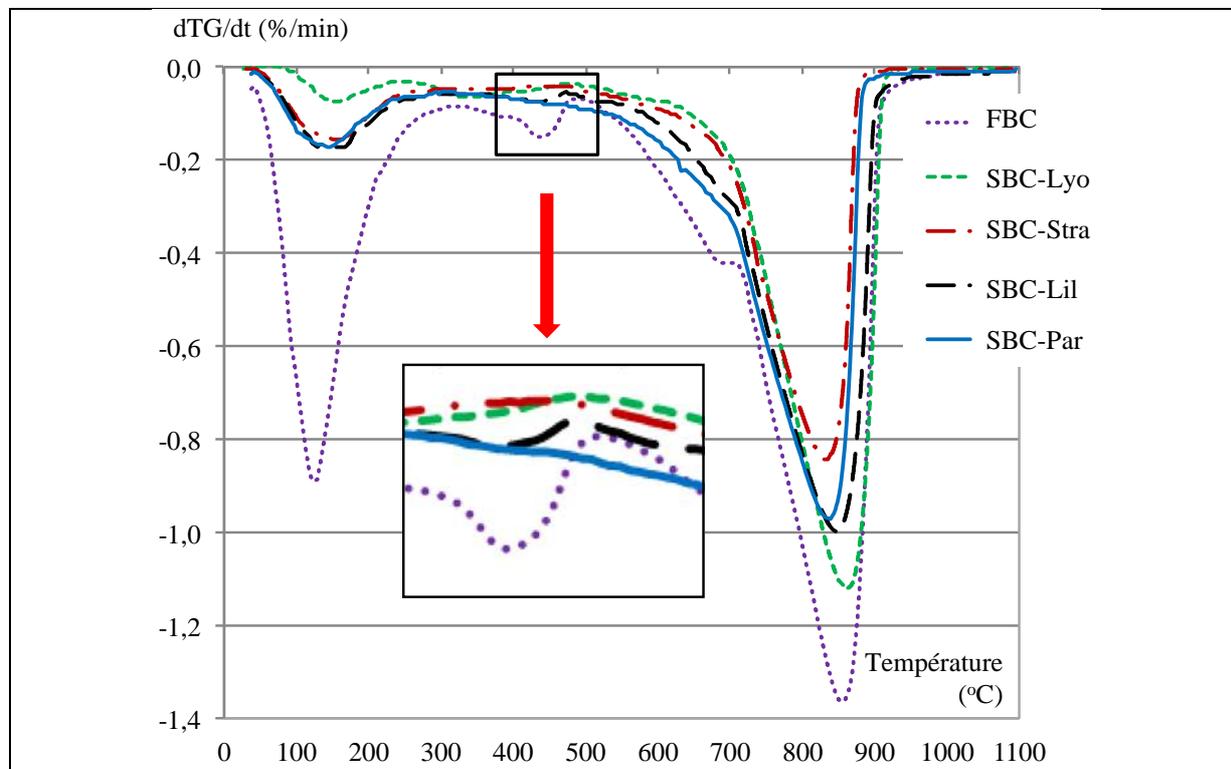


Figure 10 – Courbes d'analyse thermique dérivée DTG pour les fines recyclées

Il apparaît que la fine de dépoussiérage (FBC) renferme une quantité de C-S-H et d'aluminate hydraté (surface du pic entre 100 et 250°C) plus importante que pour les SBC. En comparant la teneur en C-S-H des SBC entre elles, les fines de Stra, Par et Lil ont une quantité de silicate de calcium hydraté équivalente et supérieure à celle de la SBC-Lyo.

Concernant la quantité de Portlandite (pic zoomé entre 450 et 550°C) et de carbonate (pic entre 700 et 900°C), les résultats de ces courbes dérivées corroborent ceux présentés précédemment (Figure 9).

4.1.5.2 Analyses DSC

Couplée à l'analyse TG, la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) permet de confirmer certaines observations précédentes. La Figure 11 résume les phases susceptibles d'être rencontrées dans les bétons ou matériaux cimentaires. Ces figures permettent aussi d'identifier les températures de décompositions d'hydrates et carbonates.

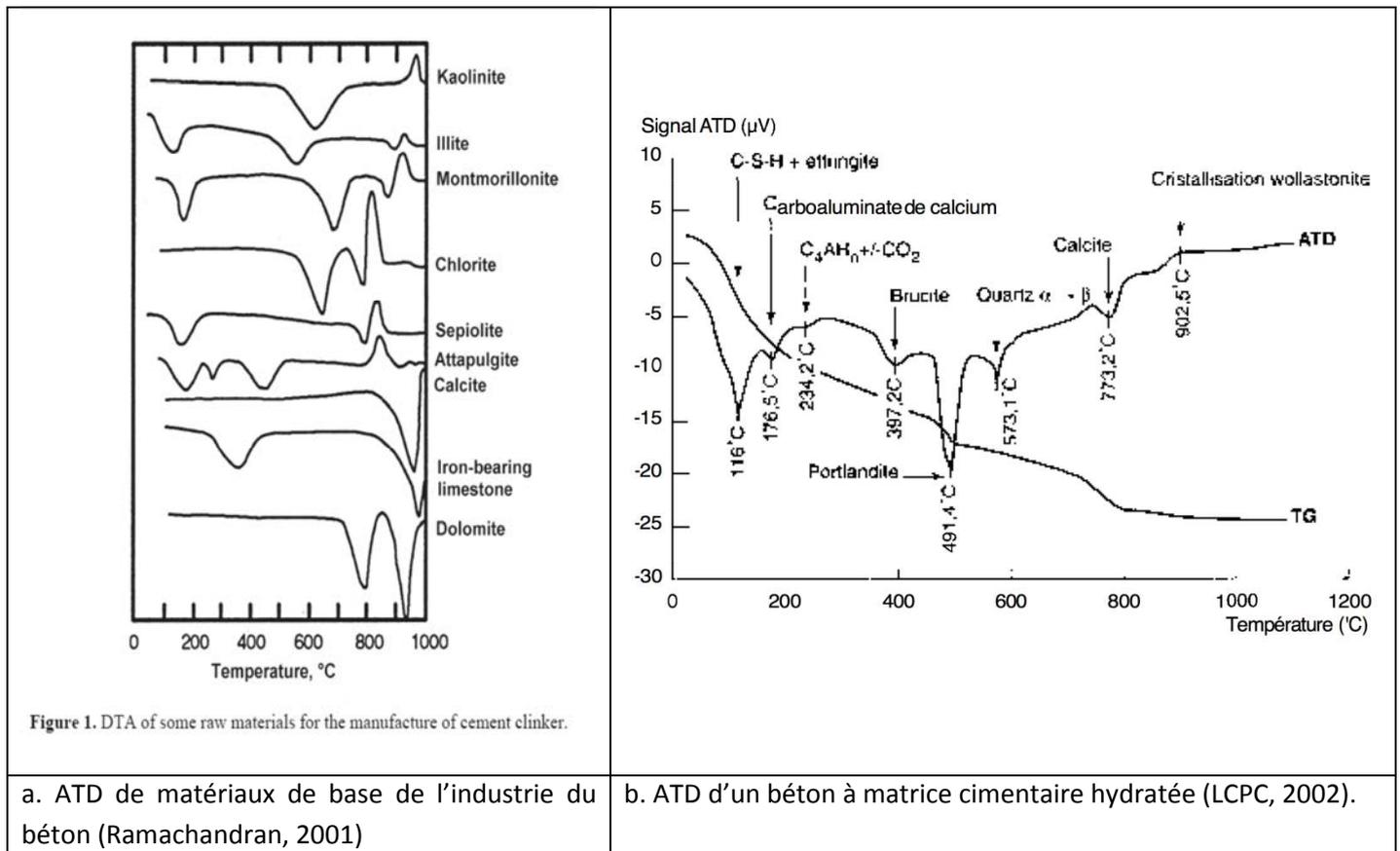


Figure 11 – Identifications par analyses thermiques de phases en relation avec l'industrie du béton

La Figure 12 présente les analyses par calorimétrie différentielle à balayage (DSC) pour les fines recyclées.

Plusieurs commentaires peuvent être faits à partir de ces graphes :

- Le pic entre 100 et 180°C confirme la présence de C-S-H dans les fines recyclées.
- La Portlandite est observée pour la SBC-Lil et pour la FBC, confirmant pour cette dernière les résultats d'ATG.
- Les pics entre 680 et 800°C montrent encore la teneur importante en carbonates de calcium issus de la dolomite (phase granulaire) et de la calcite (phase granulaire ou produit de la carbonatation de la matrice cimentaire).

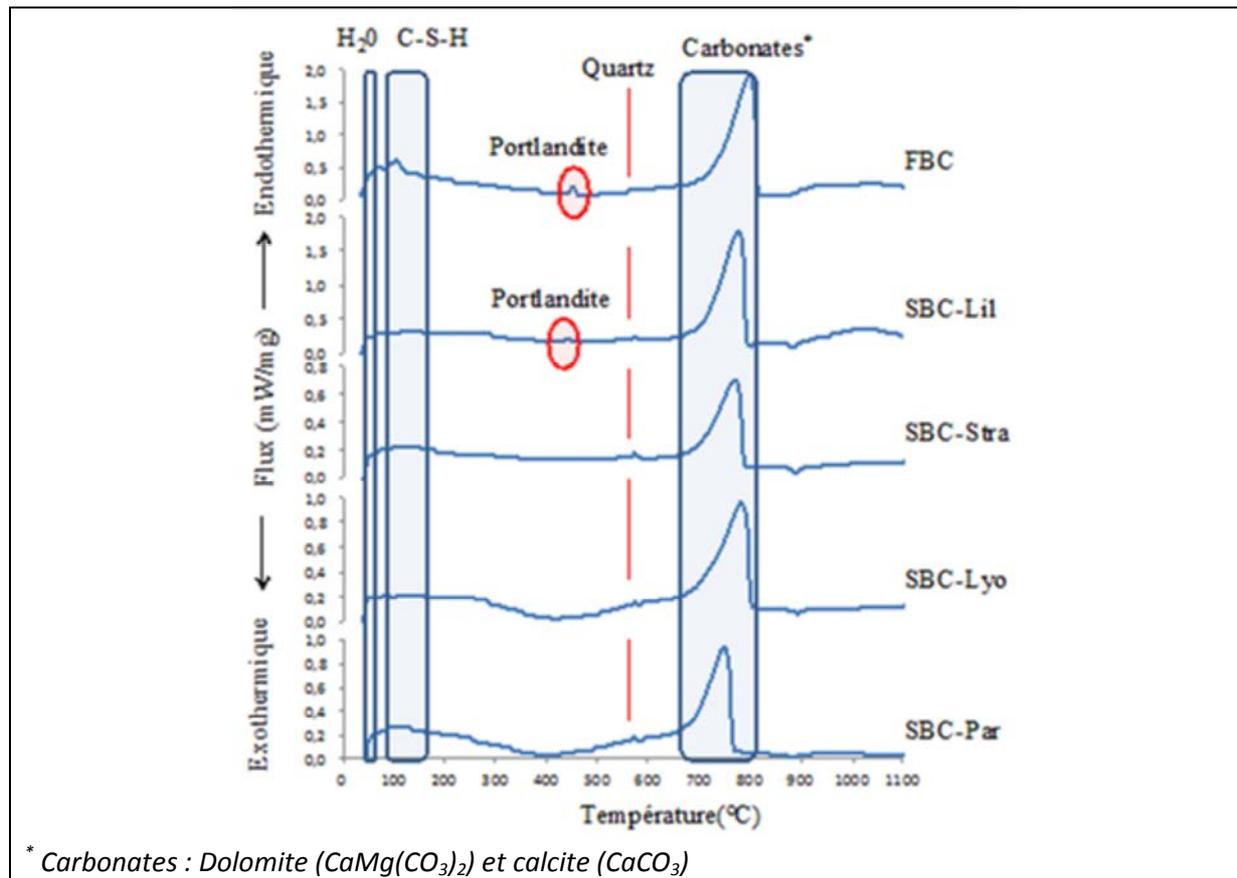


Figure 12 – Analyses par calorimétrie différentielle à balayage (DSC) des fines recyclées

4.1.6 Observations au microscope électronique à balayage des SBC et FBC

Cette dernière partie consacrée à la caractérisation des fines recyclées présente des analyses au MEB. Elles ont été réalisées afin d’observer la morphologie des particules des SBC et des fines de dépoussiérage. En effet, un granulats recyclés issu d’un béton se compose de 2 parties : un granulats naturel enrobé d’un caillou de mortiers. Pendant la phase de broyage, sous l’effet mécanique (percussion de barres) et sous l’effet thermique (chaleur de frottement), il est probable qu’il y a des changements morphologiques et de composition des grains de fines obtenues (déshydroxylation des hydrates). Pour une granulométrie plus fine qu’un sable ou qu’un gravillon, la partie de mortier pourrait-elle aussi être détaché du grain de granulats naturel.

4.1.6.1 Les fines SBC

Pour illustrer cette hypothèse, la Figure 13 présente des prises de vue au MEB pour des grossissements de $\times 250$ à $\times 25000$ de poudre SBC-Par.

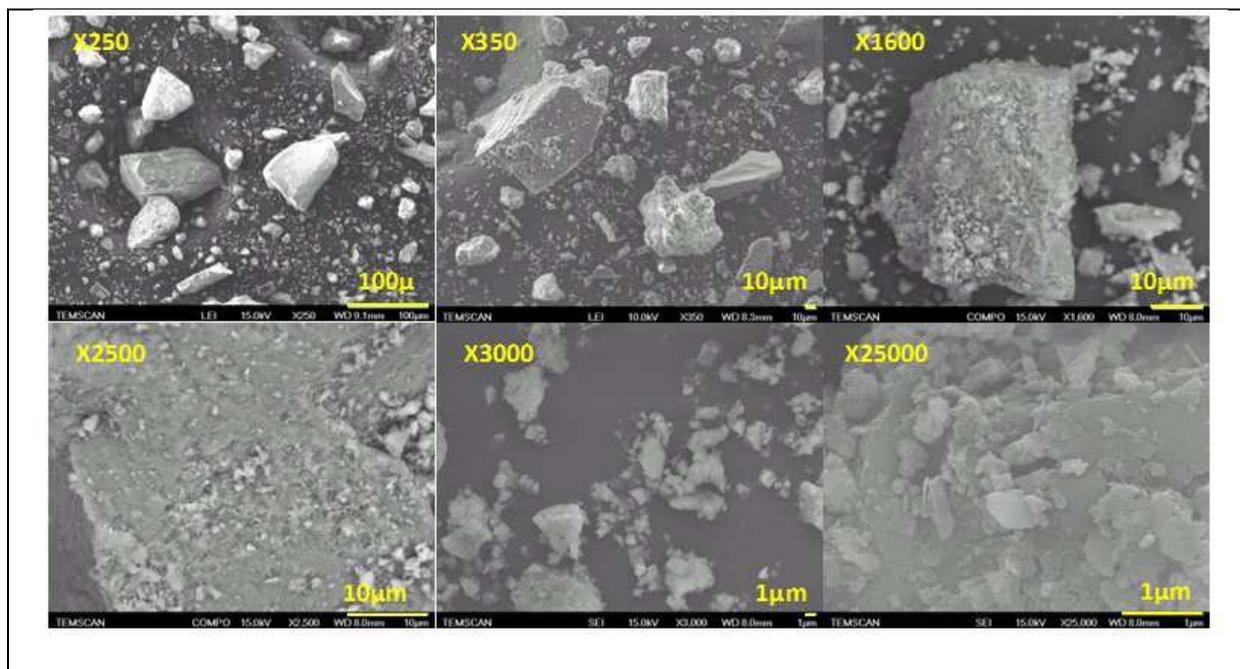


Figure 13 – Observations au MEB de la fine SBC-Par

Il faut préciser pour commencer que la campagne d'observation a été menée sur l'ensemble des SBC. Mais dans ce paragraphe, seule la SBC-Par sera explicitée car les commentaires sont transposables pour toutes les fines de SBC. Les images pour les autres SBC sont données en annexe 8.2

Morphologiquement, les particules de SBC sont d'aspect anguleux. Ce type de forme est généré par le broyage mécanique. A une autre échelle, ce type de morphologie se retrouve pour les particules composant les sables ou les gravillons issues de bétons concassés.

En focalisant l'observation sur un grain, on constate qu'il est composé d'une partie granulaire naturelle enrobée d'une cosse de mortier, vestige de l'ancienne matrice cimentaire (de Juan et Gutiérrez, 2009). Donc à ce stade de l'étude et pour toutes les SBC (Annexe 8.2), il apparaît qu'il existe toujours une partie de mortier collée sur le grain pouvant conduire à des propriétés physico-chimiques spéciales de la fine et ainsi se répercuter sur les propriétés d'un mélange à base de ciment.

4.1.6.2 La fine de dépoussiérage (FBC).

La Figure 14 présente des prises de vue au MEB pour des grossissements de $\times 200$ à $\times 3500$ de poudre FBC.

A la vue des clichés réalisés sur FBC, la granulométrie et la morphologie semblent différer sensiblement de celles des SBC. Pour un grossissement similaire, la taille des particules de FBC paraissent plus petite que celle de la SBC-Par. Par ailleurs, les grains se présentent sous une forme plus arrondie avec moins de rugosité. On remarque même l'existence de certains grains de forme sphériques. Concernant la composition diphasique (granulat naturel + vestige de mortier), les conclusions faites sur SBC peuvent être réutilisées dans le cas de la FBC.

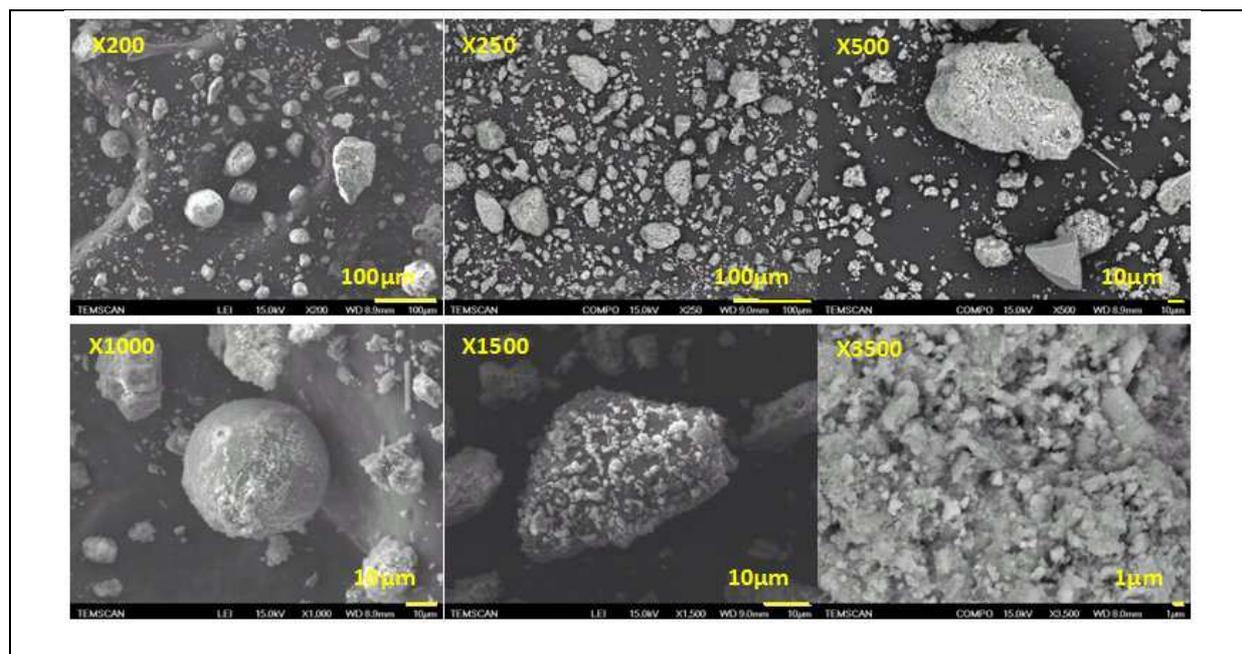


Figure 14 – Observations au MEB de la FBC

4.1.6.3 Bilan

Donc, quel que soit le type de fine (SBC et FBC), cette gangue de pâte de ciment peut s'avérer d'une part problématique vis-à-vis de sa demande en eau (absorption d'eau d'une matrice cimentaire élevée (Hansen et Narud, 1983 ; Turanh, 1993 ; de Juan et Gutiérrez, 2009)). Cette augmentation de demande en eau peut se répercuter par la suite sur le comportement rhéologique à l'état frais du matériau incorporant la fine recyclée (Topçu et Sengel, 2004 ; Kou et al., 2011). D'autre part, ce résidu de surface causé par la présence de vieux hydrates peut s'avérer favorable pour la matrice grâce à une meilleure adhérence entre la particule de fine et la nouvelle pâte de ciment à l'état frais. Finalement, ce reliquat de pâte de ciment peut aussi modifier l'activité de surface de la particule entraînant ainsi des changements de propriétés à l'état frais (effet électrostatique d'attraction/répulsion) ou durci (nouveau hydrates ponts chimiques). Ces hypothèses nécessiteront d'être vérifiées à l'échelle du matériau de type pâtes ou mortiers.

4.1.7 Bilan sur la caractérisation

Après une première étape essentielle d'optimisation du broyage afin d'obtenir un produit viable industriellement, un premier bilan sur cette phase de fabrication peut être tiré :

- Le temps de broyage retenu est de 30 minutes, compromis entre une finesse usuelle et un temps de broyage limité ; les fines de SBC ainsi obtenue présente une finesse de $4500\text{cm}^2/\text{g}$. Les SBC plus fine ($7500\text{cm}^2/\text{g}$) seront aussi testées afin d'apprécier l'impact de la finesse sur la réactivité.

- Les caractéristiques physiques des fines recyclées sont proches de celles d'un ciment ou d'un filler (siliceux ou calcaire).
- Chimiquement, la composition des fines recyclées est très complexe car très variable. Cette variabilité est due à la provenance des matériaux de base du béton à recyclé. En effet, l'approvisionnement en granulat à béton (sable et gravillon), en ciment ou en additions dépend généralement du marché local pouvant varier du bassin parisien à la région lyonnaise.
- En terme de composition de phase, on retrouve des phases traditionnellement observées pour des bétons hydratés d'un certain âge : phase granulaire (calcaire, quartz, dolomite), phases de matrice hydratée (C-S-H, Aft, CH, aluminates hydratés), anhydre (C_3S et C_2S en faible quantité) ou carbonatée ($CaCO_3$).
- Morphologiquement, les particules de fines recyclées sont plus ou moins anguleuses (différence entre SBC et FBC). Les grains se composent d'un noyau issu d'un granulat naturel enrobé d'une coquille d'hydrates vestige de l'ancienne matrice cimentaire.

A ce stade de l'étude, il est maintenant essentiel de s'intéresser à l'impact de l'incorporation de ce type de fine sur les propriétés des matériaux cimentaires à l'état frais, durcissant et durci à long terme.

4.2 Propriétés des mortiers incorporant des SBC et FBC à l'état frais

Une des principales caractéristiques des mélanges cimentaires à l'état frais réside en leurs propriétés d'écoulement. Généralement, on évalue ces propriétés à l'aide de tests simples comme la maniabilité mesuré par la méthode LCL. Dans cette première campagne expérimentale, l'étude va permettre d'évaluer l'impact de l'incorporation de SBC ou de FBC dans un mortier de composition normale. Pour cela, le taux de remplacement de 25% de ciment (C1 et C2) par les SBC a été retenu.

La campagne expérimentale qui suit et étudiant le comportement des matériaux à l'état frais a été menée sur mortier à composition normale avec les ciments C1 et C2.

La Figure 15 présente les suivis de la maniabilité dans le temps (jusqu'à 60 minutes) pour les mélanges à base de CEM I (Figure 15a) et de CEM II (Figure 15b).

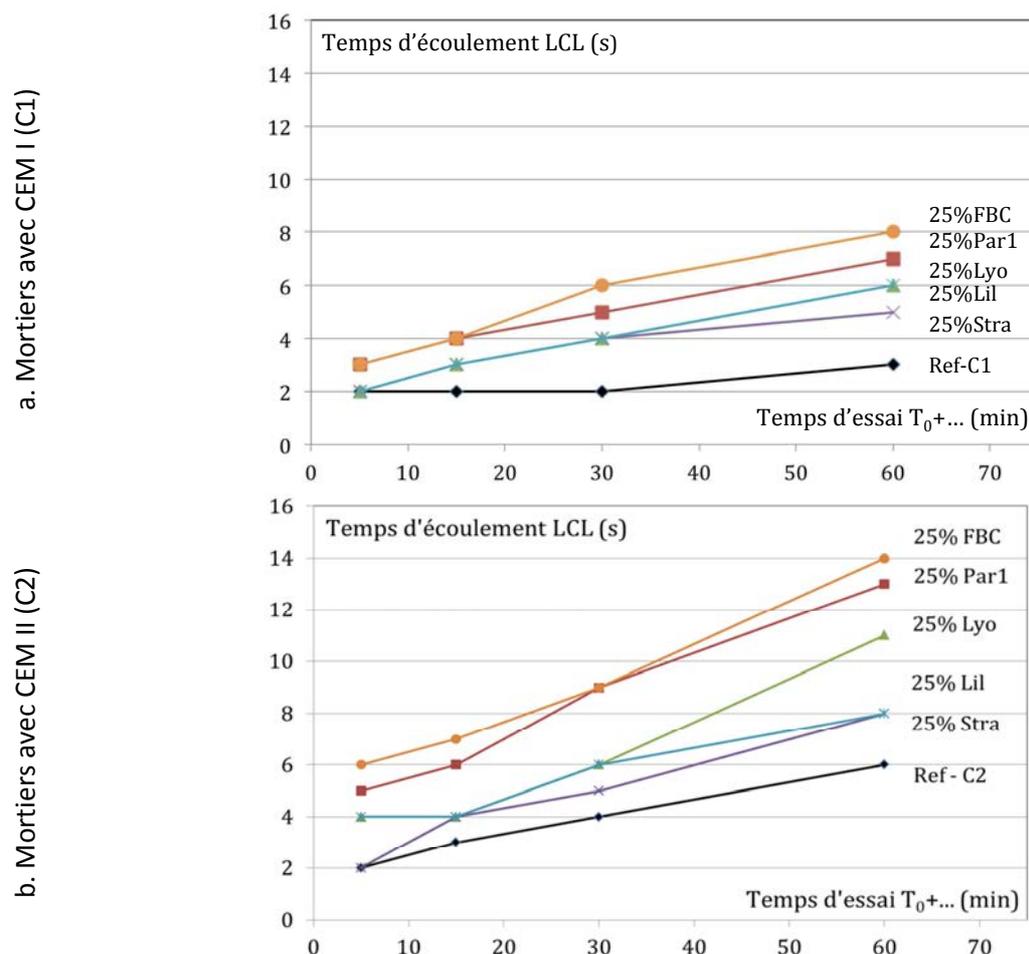


Figure 15 – Mesure de l'écoulement LCL des mortiers incorporant des fines recyclées en fonction du temps.

Tout d'abord, il semblerait que l'incorporation du filler calcaire dans le ciment composé (CEM II) défavorise l'écoulement comparativement à celui des mélanges contenant du CEM I. Cette diminution du temps d'écoulement reste faible et peut même être apparentée à la dispersion de l'essai (appareillage et manipulateur).

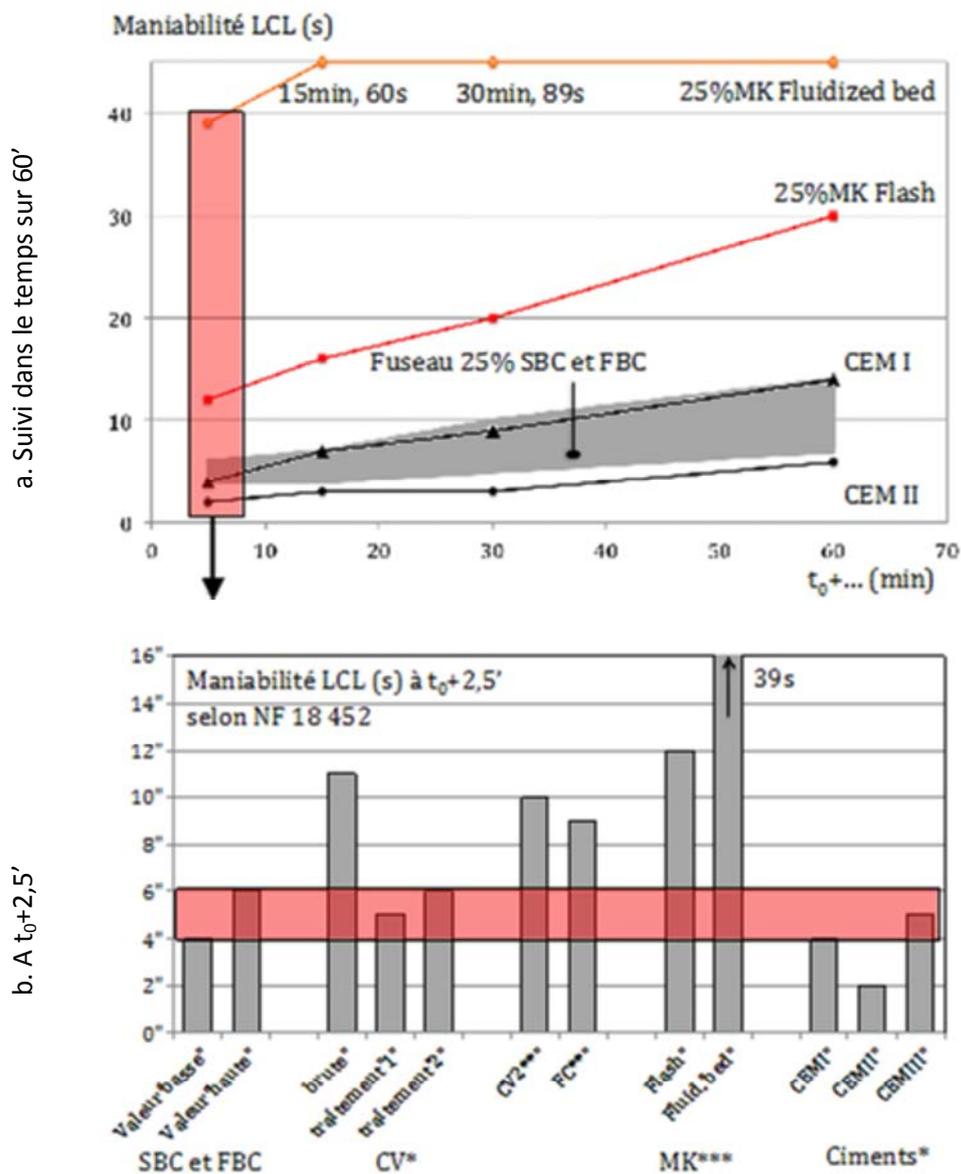
Pour les deux ciments utilisés, on observe que :

- quelle que soit la fine recyclée incorporée dans le mélange, elle provoque une perte de maniabilité. Cette perte reste en revanche faible pour l'ensemble des fines recyclées.
- seule la FBC présente des temps d'écoulement plus élevés pour toutes des échéances. En analysant la consistance normalisée de ces différentes fines (Tableau 20 avec méthode EN 196-3), il ressort que cette fine présente une valeur plus importante que les autres (0,328 pour 0,304 en moyenne),
- cette perte semble constante et présente la même cinétique que celle du mélange uniquement confectionné avec du ciment.

En comparant les résultats précédents (Figure 15) avec ceux de la littérature (Figure 16), il est possible de faire certains commentaires.

Tableau 20 – Consistance normalisée des SBC et FBC

Pâte (C1)	C1 (CEM I)	25%Par1	25%Lyo	25%Stra	25%Lil	25%FBC
Eau/Liant	0.304	0.304	0.304	0.304	0.304	0.328



* Données internes LMDC (CV : Cendres volantes)

** (Chahinez et Hacène, 2009) FC : Filler calcaire

*** (Cassagnabère, 2007) MK : Metakaolin

Figure 16 – Résultats de maniabilité LCL de mortiers confectionnés uniquement avec des ciments et des mortiers contenant 25% additions minérales (CV, MK, FC)

Dans le temps (suivi sur 1 heure), les mortiers avec SBC ou FBC (avec un taux de remplacement de 25%) présentent des comportements équivalents aux mélanges uniquement avec ciment (CEM I ou II d'autres provenances). Ce type d'addition ne semble pas perturber l'écoulement comme certaines additions de type pouzzolanique (MK ou fumée de silice) reconnues pour leurs demandes en eau élevées (effets morphologiques et surfaces spécifiques élevées).

A court terme (Figure 16b selon NF18 452), il apparaît que les SBC ou FBC sont comparables à des ciments ou certaines cendres volantes. Leur incorporation avec un taux de 25% modifiera moins l'écoulement qu'un métakaolin (flash ou four rotatif), qu'un filler calcaire, ou que certaines cendres volantes non traitées.

La demande en eau en suivant la méthode de Sedran permet d'approfondir les résultats obtenus sur les SBC et FBC (Sedran, 1999). L'étude a été réalisée en ajoutant le filler siliceux (FS), la SBC Par2 (finesse de 7500) et sur plusieurs taux de remplacement de SBC Par1 (15%, 25%, 35%) (Tableau 21).

Tableau 21 – Demande en eau de SBC, FBC et FS selon la méthode de (Sedran, 1999)

Pâte (C2)	C2 (CEM II)	15%Par1	25%Par1	35%Par1	25%FBC	25%Par2	25%FS
Eau/Liant	0.287	0.287	0.288	0.290	0.294	0.287	0.290

Les résultats reportés dans le Tableau 21 consolident l'observation trouvée sur la FBC par une valeur légèrement plus élevée que les autres. Il est aussi constaté que l'augmentation de la finesse entre 4500 et 7500, ainsi que les taux de remplacement de 15% à 35%, s'avèrent influencer peu la demande en eau.

De ces résultats de consistance normalisée et de demande en eau selon la méthode de Sedran, il ressort que les fines recyclées testées (SBC et FBC) ne présentent pas de demande en eau excessive. Cette demande en eau est de l'ordre de grandeur (à peine plus élevée) de celle d'un filler siliceux.

4.3 Influence des SBC et FBC sur le durcissement des matrices cimentaires

Dans cette étude, l'état durcissant n'est caractérisé qu'à partir du temps de prise. Le test est effectué avec l'aiguille de Vicat selon la norme EN 196-3. Le suivi de l'hydratation par calorimétrie (semi-adiabatique de type Langavant) est traité au chapitre suivant.

La campagne expérimentale étudiant l'impact de l'incorporation de SBC ou FBC dans un matériau cimentaire sur la phase de prise a été menée sur pâte de ciment, avec une composition de 0.5kg de poudre (X%C1+X%SBC) et un rapport E/L variable pour une consistance normalisée conforme à l'EN 196-3.

Le Tableau 22 présente les temps de début et de fin de prise mesurés à l'aiguille de Vicat selon l'EN196-3.

Tableau 22 – Paramètres de prise pour des pâtes de ciment incorporant des SBC et FBC.

Pâtes de ciment	100%C1	75%C1+ 25%Par1	75%C1+ 25%Lyo1	75%C1+ 25%Stra1	75%C1 +25%Lil1	75%C1 +25%FBC
Temps de début de prise	3h00	3h00	3h00	3h00	3h00	2h40
Temps de fin de prise	3h45	3h45	3h45	3h45	3h45	3h15

En comparaison au mélange uniquement confectionné avec du ciment C1, les mélanges incorporant 25% de SBC développent des temps similaires que ce soit en début (3h00) comme en fin de prise (3h45). Il convient donc de dire que le remplacement du ciment par ce type d'addition ne semble pas perturber ce paramètre relatif au passage de l'état plastique à l'état solide.

Pour la fine FBC, il semblerait en revanche que son incorporation, à raison de 25% dans le mélange, accélère la phase de prise. Le décalage dans le temps s'élève à 20 minutes en début de prise et à 30 minutes en fin de prise.

4.4 Caractérisation des SBC et des FBC à l'état durcissant

4.4.1 Réactivité hydraulique

4.4.1.1 Avant-propos

Dans le domaine des matériaux de construction, un liant hydraulique se caractérise par une composition à base de silicates et d'aluminates de calcium anhydres. Au contact de l'eau, phase de gâchage, les composés initialement anhydres vont réagir et ainsi provoquer une prise induite par une première phase de cristallisation de produits hydratés plus stables. Par la suite, ces produits hydratés de natures diverses et complexes vont se développer dans le temps (plus ou moins lentement) et ainsi conférer aux matériaux ses propriétés définitives (bien que légèrement évolutives) à l'état durci (Neville, 2000).

Les processus réactionnels d'hydratation de ce type de liant font intervenir de nombreuses familles de composés anhydres, hydratés ou d'ajout (Richardson, 1999&2004 ; Neville, 2000 ; Hewlett, 2003 ; Ollivier, 2003) :

- Les anhydres : alite (C_3S), bélite (C_2S), Aluminate tricalcique (C_3A), aluminoferrite tétracalcique (C_4AF),
- Les sulfates de calcium : anhydrite, hémihydrate, gypse,
- Les composés calciques : Portlandite et carbonate de calcium,

- Les silicates de calcium hydratés de formule $C_x-Sy-Hz$ avec x, y, z variables ($0.6 < x/y < 2$ et $1 < z < 4$),
- Les sulfates de calcium hydratés : monosulfoaluminate de calcium hydraté et ettringite (AFt,)
- Les composées d'ajout au ciment : filler calcaire, siliceux, laitiers,
- L'adjuvantation : molécules de synthèse organo-minérales aux rôles variées

A notre échelle, on va s'intéresser à quatre aspects de la potentialité de l'hydraulicité des SBC et des FBC seules ou en présence de ciment. On distinguera les cas d'études suivants :

- *La réactivité hydraulique résiduelle des SBC et FBC.*
- *L'influence de l'incorporation des SBC et FBC sur l'hydratation d'un ciment.*
- *L'influence de l'eau de lixiviation des fines sur l'hydratation d'un ciment.*
- *L'influence de l'incorporation de fines sur l'hydratation de ciment à l'échelle d'un mortier.*

4.4.1.2 Réactivité hydraulique résiduelle des SBC et FBC

On sait qu'un béton courant ne s'hydrate qu'entre 80% et 90% (87,4% pour un béton de préfabrication mesuré par (Cassagnabère, 2007)). Donc, la matrice est susceptible de renfermer entre 10 à 20% de composés anhydres (silicate de calcium C_3S et surtout C_2S plus lent à s'hydrater dans le temps). On peut donc se demander si ce vestige d'anhydre peut être remobilisé au contact de l'eau afin de produire des nouveaux hydrates.

La campagne expérimentale qui suit et étudie la réactivité résiduelle des fines a été menée sur pâte confectionnée uniquement avec des fines recyclées et de l'eau.

L'hydraulicité résiduelle des SBC et FBC a été testée uniquement sur le mélange (fines + eau) au moyen de l'essai de calorimètre isotherme. La Figure 17 présente les résultats de chaleur dégagée en fonction du temps jusqu'à 72 heures. Il faut noter que les courbes présentées s'affranchissent des 30 premières minutes de suivi, temps correspondant à la stabilisation initiale du dégagement de chaleur relatif à la mise place de l'essai.

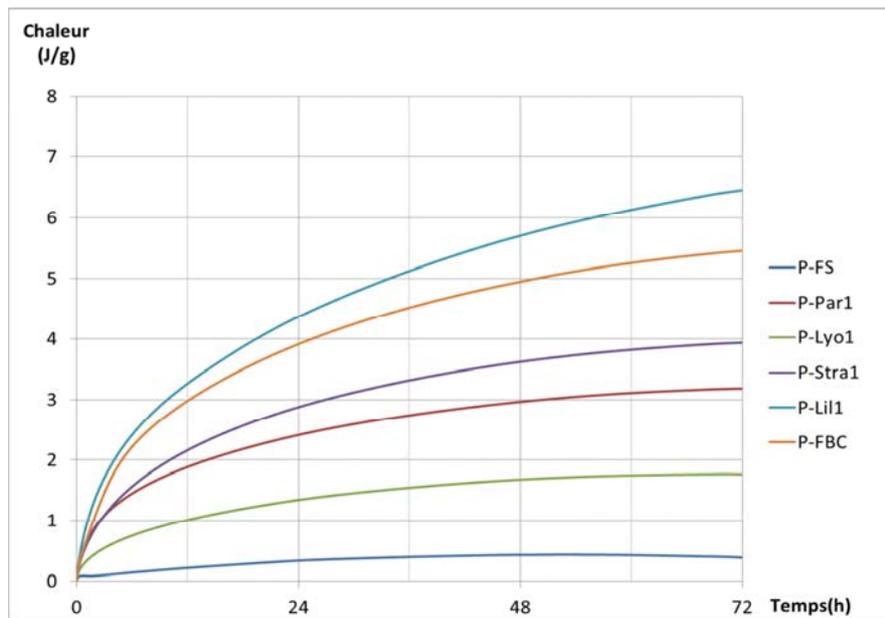


Figure 17 – Evolution du dégagement de chaleur dans le temps

A partir de ces courbes, certaines conclusions sur l'hydraulicité résiduelle des fines recyclées peuvent être faites :

- Comparativement au filler siliceux (FS), addition minérale réputée inerte, il y a une augmentation de chaleur dégagée pour les mélanges avec fines recyclées.
- Mais il faut noter que le dégagement de chaleur enregistré pour ces mélanges à base de fines recyclées est relativement faible, entre 2 et 7 J/g après 3 jours. En comparant ces résultats à d'autres constituants, des études montrent que le dégagement de chaleur pour un ciment CEM I très réactif est de 349 J/g (valeur à 41h selon la fiche technique) et pour un CEM II A/L 32,5, la valeur se situe à 294 J/g (valeur à 41h selon la fiche technique).
- Le mélange avec FBC se comporte comme ceux avec SBC ; même si le taux d'anhydres est plus élevée pour une fine de dépoussiérage, cela ne conduit pas à une hydraulicité résiduelle significativement supérieure.

Suite à ces essais de calorimétrie, les cylindres de pâtes ont été démoulés afin d'apprécier une éventuelle cohésion du matériau résultant. Il est apparu que ces cylindres ne possèdent aucune résistance même après 28 jours d'immersion dans de l'eau.

4.4.1.3 Influence de l'incorporation des SBC et FBC sur l'hydratation d'un ciment

La seconde partie de cette étude s'oriente vers l'observation d'une potentielle hydraulicité des fines recyclées en présence de ciment. Ce phénomène peut faire penser à l'effet d'un laitier au sein d'une matrice cimentaire. En effet, l'hydratation de ce composé est une réaction réputée lente avec l'hydroxyde de calcium. Le relâchement progressif des alcalins par le laitier en même temps que la

formation de CH par le ciment aboutit à une réaction continue du laitier sur une longue période (Osborn, 1999 ; Duchesne et Bérubét, 1995 ; Pal et al., 2003).

La campagne expérimentale qui suit et étudie la réactivité des fines en présence de ciment a été menée sur pâtes confectionnées avec du ciment C1 (CEM I), des fines recyclées et de l'eau.

L'influence de l'incorporation des SBC et FBC sur l'hydratation du ciment a été étudiée au moyen d'un calorimètre isotherme. Le mélange de référence avec uniquement 100% de ciment CEM I (100%C1) est comparé avec des mélanges incorporant 25% de fines recyclées (75%C1 + 25% SBC ou FBC).

La Figure 18 présente les résultats de chaleur dégagée pour les différents mélanges étudiés en fonction du temps jusqu'à 72 heures.

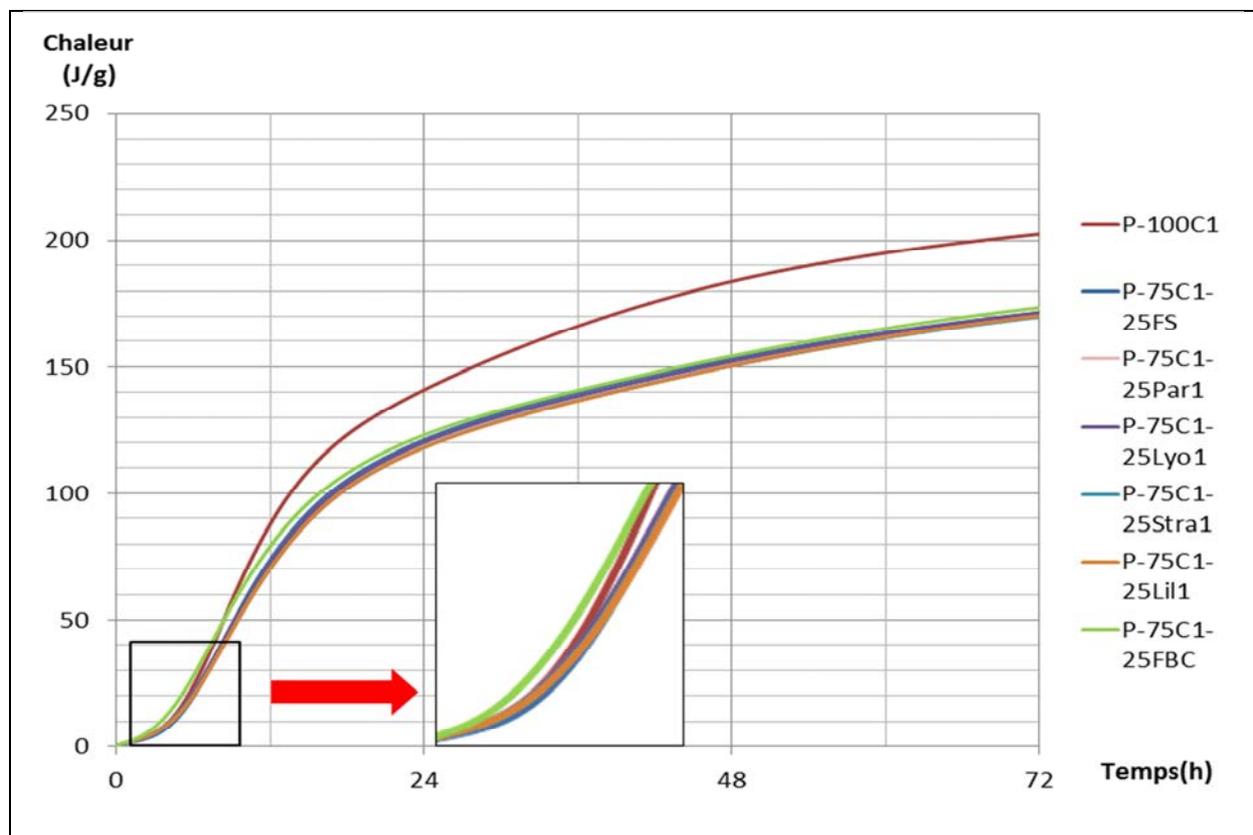


Figure 18 – Evolution du dégagement de chaleur dans le temps pour les mélanges cimentaires à base de SBC et FBC.

Tout d'abord, sur les 5 premières heures, on n'observe pas de différence significative entre les 7 courbes ; ceci signifie que pour cet intervalle de temps, le dégagement de chaleur est similaire pour tous les mélanges (100%C1 et 75%C1+25%SBC ou FBC). L'effet de dilution du ciment par les fines n'a donc pas d'effet sur l'évolution de l'hydratation du ciment.

A partir de 6 heures d'hydratation, les courbes commencent à se dissocier avec une chaleur dégagée plus importante pour le mélange de référence sans addition. Jusqu'à 72 heures, l'écart ne cesse de

croître pour atteindre 205 J/g pour le mélange avec 100% ciment et 170 J/g environ pour les mélanges incorporant 25% de fines recyclées. Cette baisse du dégagement de chaleur est à mettre sur le compte de l'effet de dilution du ciment. En effet, 25% de ciment est remplacé en masse par 25% de fines recyclées, potentiellement inerte.

Concernant les évolutions des mélanges avec fines, les courbes sont confondues au-delà de 24 heures. On observe un comportement similaire entre les SBC et la FBC.

Afin d'approfondir la connaissance des matrices avec fines recyclées, la Figure 19 présente l'évolution du flux de chaleur dégagée (dérivée des courbes de la Figure 18) en fonction du temps (jusqu'à 72 heures) pour les mêmes mélanges étudiés précédemment.

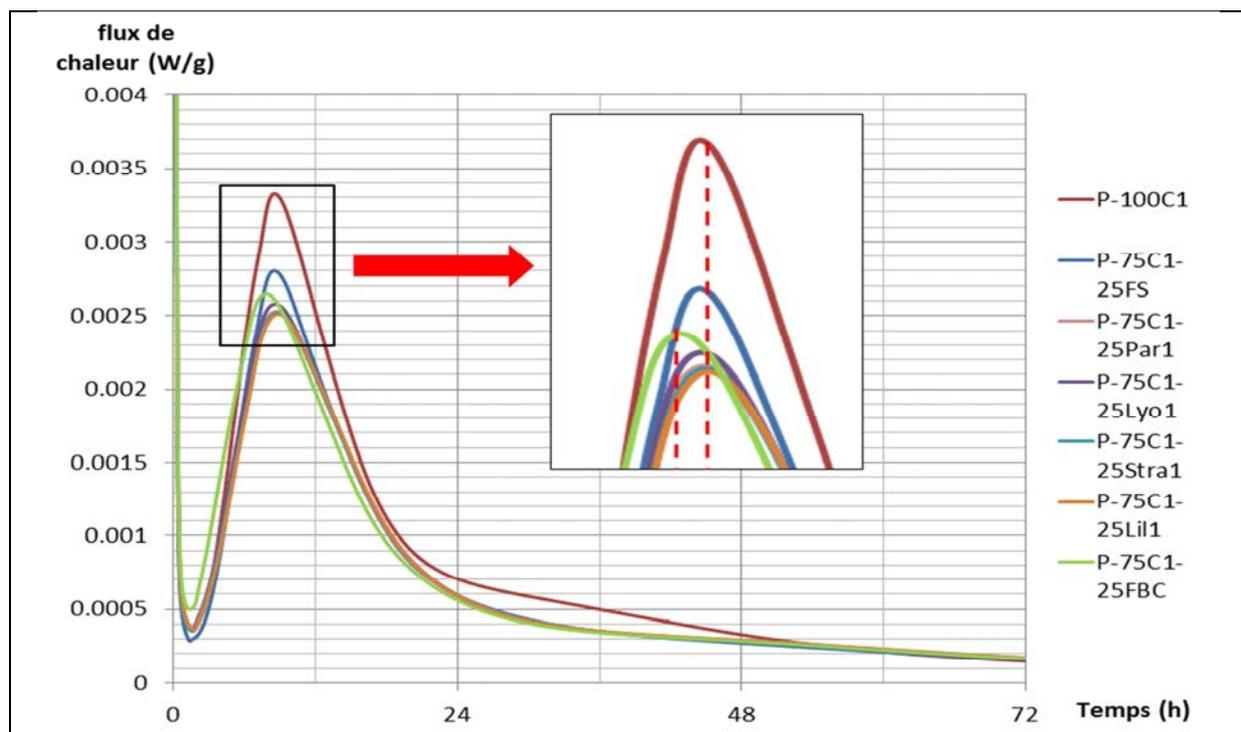


Figure 19 – Evolution du flux de chaleur dans le temps pour les mélanges cimentaires à base de SBC et FBC

A partir de ces courbes, on retrouve l'activité hydraulique plus importante du mélange de référence (100%CEM I) avec une hauteur de pic de flux de chaleur beaucoup plus élevée.

Il est aussi intéressant de noter la présence d'un décalage vers la gauche de la courbe de flux de chaleur pour le mélange avec la fine de dépoussiérage (FBC). Ce décalage correspond à une accélération de la prise déjà observée sur les essais de détermination des temps de début et de fin de prise. Il se peut donc que la FBC présente un effet d'accélération sur le processus d'hydratation des mélanges à base cimentaire.

4.4.1.4 Influence de l'eau de lavage de fines sur l'hydratation de ciment

La complexité et la richesse de la nature chimique et minéralogique de ces fines peut, en présence d'eau (de gâchage par exemple), avoir un pouvoir de relargage important d'espèces chimiques. Cette possibilité d'action des fines recyclées dans une matrice cimentaire peut être envisagée. Pour cela,

une phase de lixiviation des SBC et FBC a été effectuée durant 24 heures. Après ces 24 heures, le lixiviat a été recueilli et utilisé pour gâcher une pâte de ciment. On compare ainsi l'évolution de la calorimétrie isotherme de pâtes à base de ciment confectionnées avec des eaux chargées (lixiviat) et une eau déminéralisée (référence). La procédure est détaillée dans la norme NF EN 12457-1.

La campagne expérimentale qui suit et étudie l'influence de l'eau chargée par lixiviation des fines sur l'hydratation d'un ciment a été menée sur pâte confectionnée avec du ciment C1 (CEM I) et des eaux différentes.

La Figure 20 montre l'influence de l'eau de lixiviation sur l'hydratation de ciment mesuré à partir de l'essai de calorimètre isotherme.

A la vue de ces graphes, on peut dire que les eaux de lixiviation des fines recyclées (SBC et FBC) semblent apporter une modification positive à la réactivité hydraulique du ciment en comparaison à l'eau déminéralisée, pauvre en espèces chimiques en solution. Cette évolution concerne les lixiviats obtenus à partir de toutes les SBC et de la FBC. On peut donc conclure en disant que l'utilisation de l'eau de lixiviation des fines recyclées ne produit pas d'effet néfaste sur l'hydratation du ciment et semble même l'améliorer (augmentation de pic de chaleur).

4.4.1.1 Influence de l'incorporation des fines sur l'hydratation de ciment à l'échelle d'un mortier

La dernière étape de cette étude sur l'hydraulicité est de vérifier une éventuelle réactivité des fines recyclées en présence de ciment à l'échelle d'un mortier (calorimètre de Langavant).

La campagne expérimentale qui suit et étudie l'influence de l'incorporation des fines sur l'hydratation de ciment a été menée sur mortiers normaux confectionnés avec du ciment C1, des fines, du sable normalisé et de l'eau.

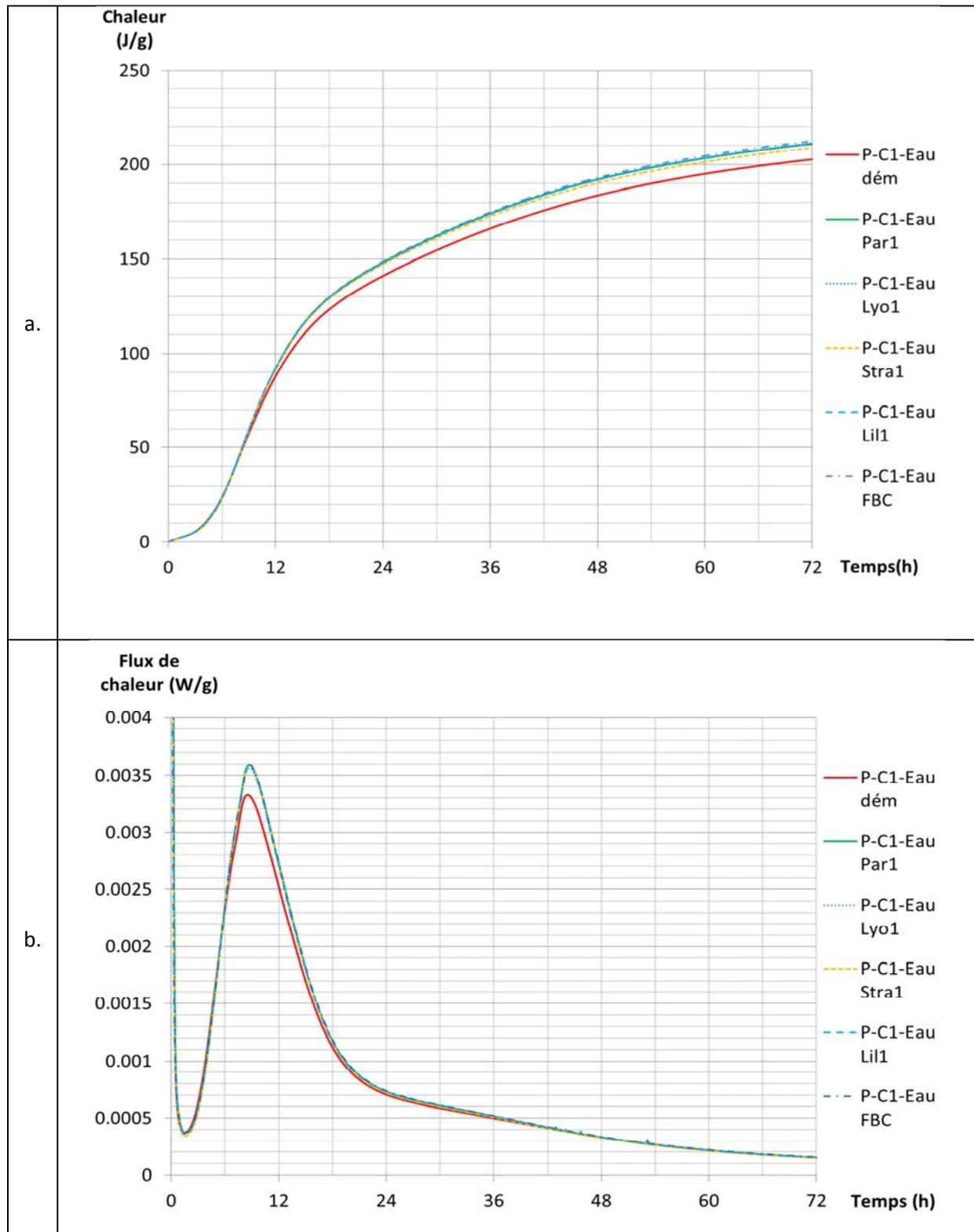


Figure 20 – Influence de l'eau de lixiviation sur l'hydratation de ciment mesuré à partir de l'essai de calorimètre isotherme. Evolution de la chaleur dégagée (a) et du flux de chaleur (b) pour les mélanges à base de ciment et d'eau chargée/déminéralisée.

La Figure 21 présente l'influence de l'incorporation des fines sur l'hydratation de ciment à l'échelle d'un mortier.

A partir de cette figure, certains commentaires peuvent être faits :

- Les observations faites sur les pâtes de ciment incorporant des fines recyclées restent vraies à l'échelle des mortiers. Le mortier de référence (100% CEM I) présente une activité hydraulique beaucoup plus importante que les mélanges modifiés. L'effet de dilution du ciment par une addition inerte est encore visible sur ces courbes.
- En comparant les fines recyclées entre elles (SBC et FBC), on peut constater que les courbes de dégagement de chaleur et de variation de température s'insèrent dans des fuseaux relativement resserrés.
- Finalement, il semblerait qu'à l'échelle d'un mortier l'incorporation de FBC favorise l'hydratation par un effet d'accélération sur le processus réactionnel. En effet, les courbes montrent un décalage du pic de température maximale, et une modification de la montée de chaleur dégagée dans les premières heures.

4.4.1.1 Synthèse sur l'activité hydraulique des SBC et FBC.

Malgré les différentes pistes d'investigation, il s'avère que les fines recyclées (SBC et FBC) présentent une faible réactivité hydraulique seule ou en présence de ciment. En effet, à partir des essais réalisés, on peut dire que les SBC et FBC ne possèdent pas de réactivité résiduelle significative d'hydraulicité. Par rapport au filler siliceux (FS), réputé inerte, les SBC et FBC semblent donner des comportements semblables. En revanche, il semble que l'eau chargée d'espèces chimiques en solution issue d'une lixiviation des fines puisse améliorer le processus d'hydratation en présence de ciment.

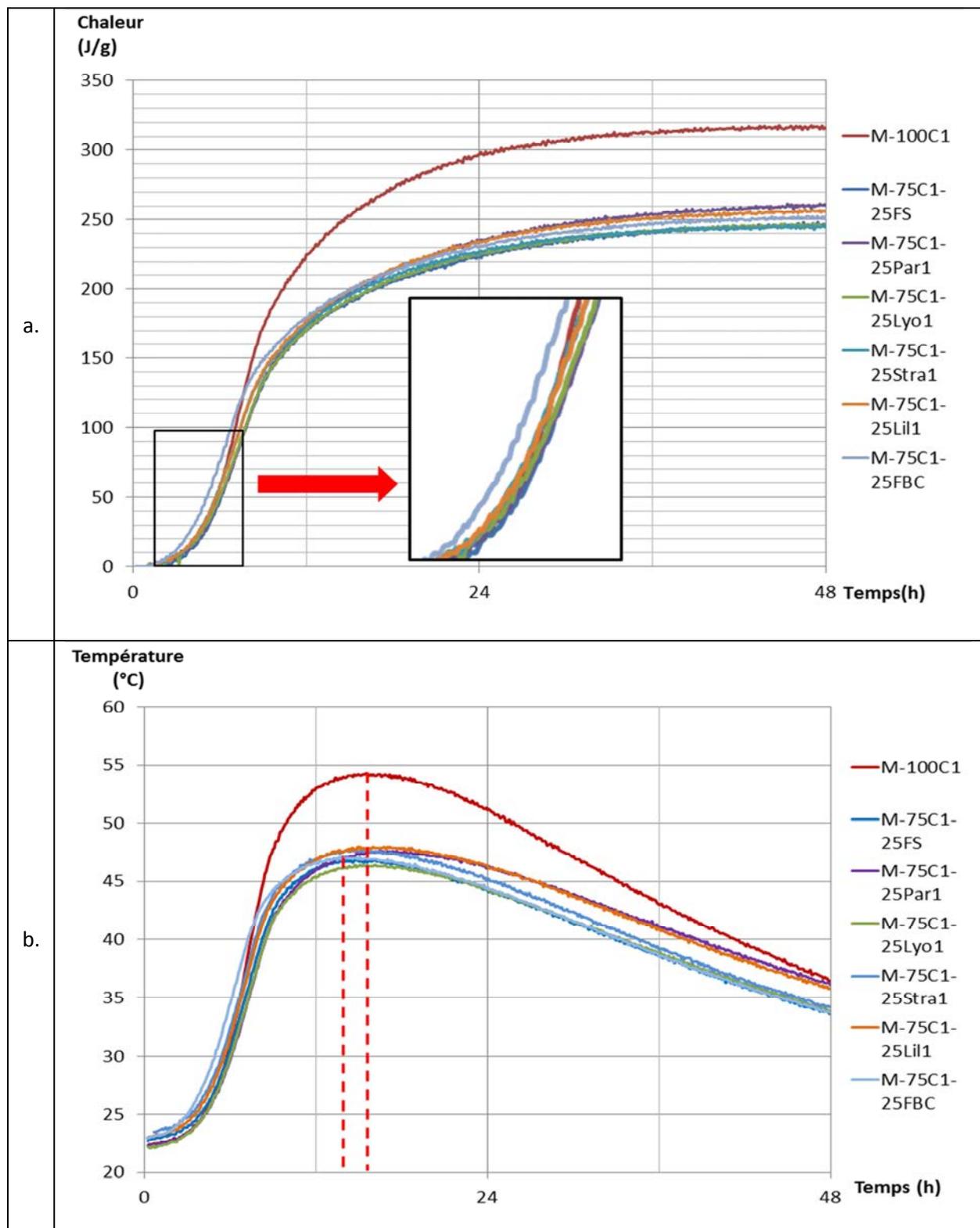


Figure 21 – Influence de l'incorporation des fines sur l'hydratation de ciment à l'échelle d'un mortier (calorimètre de Langavant). Evolution du dégagement de chaleur (a) et de la température (b) dans le temps pour les mortiers normaux à base de SBC et FBC.

4.4.2 Réactivité pouzzolanique

4.4.2.1 Avant-propos

On appelle matériau pouzzolanique un matériau qui réagit avec l'hydroxyde de calcium pour former des hydrates de type siliceux ou silico alumineux possédant des propriétés liantes. L'hydroxyde de calcium peut provenir de la présence de chaux hydratée ou, dans ce cas d'étude, de l'hydratation du ciment Portland. Certaines additions sont connues pour posséder une réactivité pouzzolanique ; on pense en particulier aux fumées de silice, aux cendres volantes, ou encore aux métakaolins (Andriolo et Sgarabozza, 1985 ; Sabir et al., 2001).

La réaction pouzzolanique, réaction de dissolution / précipitation en solution, se produit entre la silice et l'alumine provenant de la dissolution de l'addition, et l'hydroxyde de calcium CH issu de l'hydratation du ciment (Cabrera et Rojas, 2000 ; Rojas et Cabrera, 2001). Cette réaction donne des C-S-H qui précipitent (Sabir et al., 2001) et des aluminates de calcium hydratés (CASH). La stœchiométrie de la réaction pouzzolanique est donnée par l'équation 1 :



Où $C_5AS_2H_{10}$ est une composition moyenne représentant un mélange de C-S-H (silicate de calcium hydraté dit secondaire), C_4AH_{13} , C_3AH_6 (hydrogrenat), et C_2ASH_8 (straetlingite) (Jones 2002). Ces produits néoformés à partir de la portlandite (ou de l'hydroxyde de calcium de la chaux éteinte) sont particulièrement denses. La réaction pouzzolanique conduit ainsi à une densification de la matrice cimentaire.

Dans cette étude, la pouzzolanité d'un matériau a été évaluée selon différentes méthodologies :

- La méthode Frattini qui s'intéresse au ratio entre la concentration en $[OH^-]$ et en $[Ca^{2+}]$ (EN 196-5) dans une solution de réaction,.
- Les analyses thermiques qui permettent de mesurer la quantité de $Ca(OH)_2$ consommée et de quantifier l'apparition d'hydrates néoformés (Klimesch et Ray, 1997 ; Cassagnabère et al., 2009).
- La calorimétrie isotherme qui permet d'évaluer le dégagement de chaleur réactionnelle lors de la réaction pouzzolanique (Taylor, 2000).

L'objectif de cette partie est de tester la potentialité de la réactivité pouzzolanique des SBC et FBC. Pour cela et afin de favoriser une éventuelle réactivité, les fines SBC avec une surface spécifique de $7500 \text{ cm}^2/\text{g}$ ont été testées avec les trois méthodes. On est parti du principe que l'augmentation de la finesse de la particule pourrait augmenter la réactivité du produit.

4.4.2.2 Mise en évidence de la réactivité pouzzolanique par la méthode de Frattini

La première méthode utilisée est celle de Frattini (EN 196-5) qui permet d'obtenir une réponse binaire au questionnement d'une potentielle activité pouzzolanique. Le principe consiste à comparer la concentration en ions calcium, exprimée sous forme d'oxyde de calcium, présente dans la solution aqueuse en contact avec le ciment hydraté après une période de temps déterminée, avec la quantité d'ions calcium capable de saturer une solution de même alcalinité.

La campagne expérimentale qui suit et étudiant la réactivité pouzzolanique des fines par la méthode de Frattini a été menée sur pâtes confectionnées avec du ciment C1 (CEM I), des fines recyclées et de l'eau.

Les résultats des concentrations de l'ion hydroxyde [OH⁻] et du calcium [CaO] sont donnés dans le Tableau 23.

Tableau 23 – Concentration de [OH⁻] et de [CaO] pour les mélanges à base de SBC et FBC selon la méthode de Frattini (EN196-5)

Concentration (mmol/l)	SBC				FBC	MK
	Par2	Lyo2	Stra2	Lil2		
[OH ⁻]	50,0	50,0	52,0	52,0	52,0	42,0
[CaO]	15,6	16,8	16,2	16,8	15,9	10,8

A partir de ce tableau, on dresse la Figure 22 représentant la concentration de [CaO] en fonction de [OH⁻], à 40°C. A ce graphe, on ajoute la courbe d'équilibre validée pour l'intervalle de [OH⁻] de 35 à 90 mmol/l et dont l'équation 2 est présentée ci-dessous :

$[\text{CaO}] = \frac{350}{[\text{OH}^-] - 15}$	Eq.2
---	------

Cette courbe délimite deux zones de positionnement de points caractérisant les additions sur un critère de pouzzolanité :

- la zone inférieure correspond à un ratio de concentration favorable à la réactivité pouzzolanique ;
- la zone supérieure correspond à un ratio de concentration défavorable à la réactivité pouzzolanique.

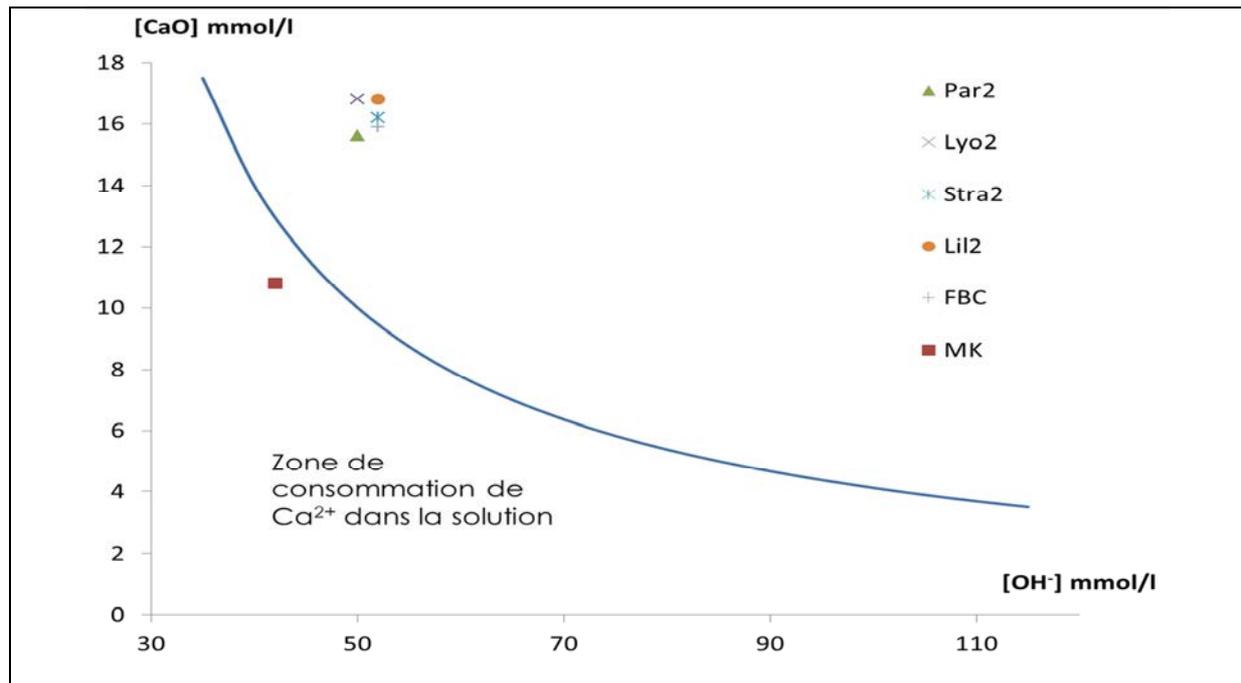


Figure 22 – Concentrations de $[CaO]$ en fonction de $[OH^-]$, à 40°C.

Afin de comparer les résultats obtenus à partir des SBC et de la FBC, un métakaolin, addition réputée pouzzolanique, a été testé et placé sur le graphe de la Figure 22. A partir de cette figure, certains commentaires peuvent être faits.

- Le point caractérisant le mélange à base de métakaolin (MK) se positionne bien dans la zone d'activité pouzzolanique. Ce résultat permet de valider cette méthode.
- En revanche, les points définissant les mélanges avec les quatre SBC et la FBC se situent dans la zone supérieure à la courbe de concentration de saturation des ions calcium. Cela montre que les fines recyclées (SBC à $7500 \text{ cm}^2/\text{g}$) ne possèdent pas de réactivité pouzzolanique en présence de ciment.
- Mais, il faut aussi préciser que cet essai est basé sur l'hypothèse qu'aucune source d'alimentation de calcium n'est apportée pas la fine testée. Or, dans ce cas d'étude, les SBC et la FBC disposent une quantité importante de calcium ($15,5\% < CaO < 36,7\%$). Il s'avère donc que les conclusions énoncées doivent être nuancées et qu'il est prudent d'approfondir ces constatations avec d'autres essais.

4.4.2.3 Mise en évidence de la réactivité pouzzolanique par analyse thermique

La seconde phase de cette étude s'intéresse à la détection de la réaction pouzzolanique sur des pâtes de chaux par analyses thermiques. A partir de cet essai thermogravimétrique, plusieurs exploitations pourront être faites.

La campagne expérimentale qui suit et étudiant la réactivité pouzzolanique des fines par analyse thermique a été menée sur pâtes confectionnées avec de la chaux éteinte, des fines recyclées et de l'eau.

a. Présentation des résultats.

Dans cette section, seuls les résultats obtenus à partir de la SBC-Par2 seront présentés, analysés et commentés car ils sont similaires à ceux des autres fines SBC et de la fine de dépoussiérage (FBC). La Figure 23 présente des thermogrammes gravimétriques pour les pâtes de chaux avec SBC-Par2 réalisées dans le temps (de 0j à 90j).

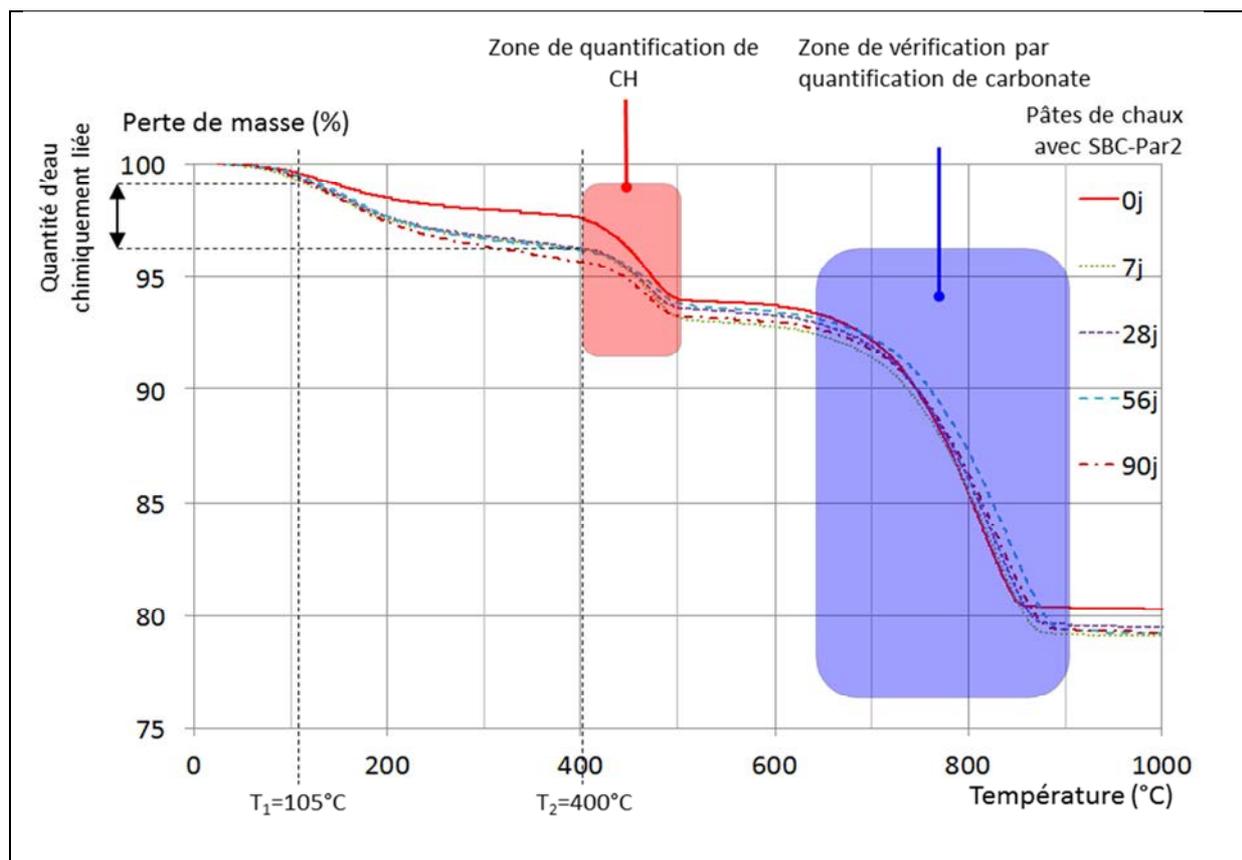


Figure 23 – Evolution dans le temps des pâtes de chaux incorporant de la SBC-Par2 réalisée par thermogravimétrie.

A partir des courbes TG, on peut tracer les courbes dérivées DTG(%) pour les mêmes échéances d'essais (Figure 24).

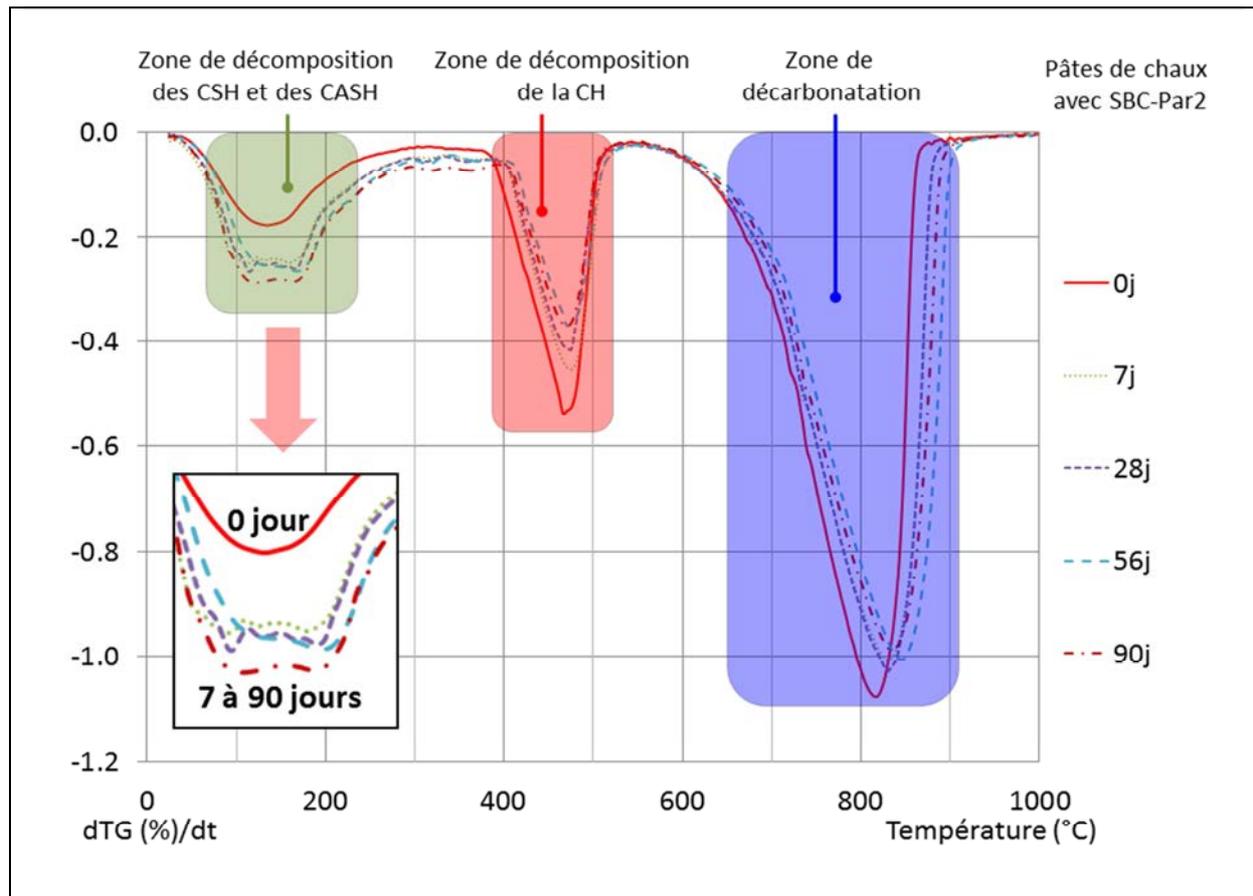


Figure 24 – Evolution dans le temps des pâtes de chaux incorporant de la SBC-Par2 obtenue par courbes DTG(%)

b. Méthode d'exploitation.

A partir des deux courbes $ATG=f(T^{\circ}C)$ et $DTG=g(T^{\circ}C)$, plusieurs exploitations peuvent être réalisées pour un suivi des produits d'hydratation formés du court terme (0j) jusqu'au long terme (90j).

Méthode des tangentes. Avec la courbe de la variation pondérale, plusieurs informations sont obtenues. Les quantités de Portlandite ($Ca(OH)_2$) et de carbonate (dolomite et $CaCO_3$) sont calculées à partir de la méthode des tangentes (LCPC, 2002 ; Cassagnabère et al., 2009) sur les zones de grande variation de pente :

- Zone A sur la Figure 25 pour la Portlandite (CH) sur l'intervalle de température entre 450 et 550°C.
- B sur la Figure 25 pour les carbonates de calcium (calcite et dolomite sans les dissocier) sur l'intervalle de température entre 650 et 850°C.

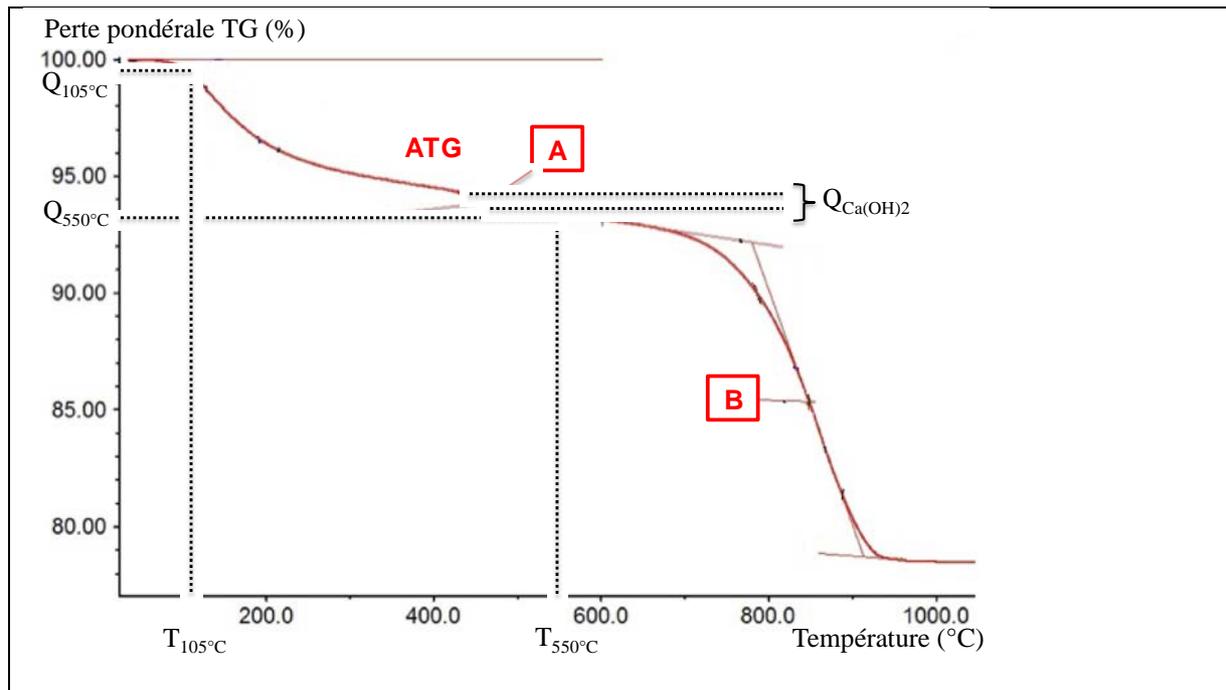


Figure 25 – Détermination de la quantité d'eau chimiquement liée à l'aide de l'analyse thermique gravimétrique

Après la détermination de la perte de masse due au départ d'eau (zone A), la quantité de Portlandite ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) est calculée et le résultat est donné en pourcentage massique. Pour la zone B, le résultat est donné sous forme de quantité de CO_2 dégagé (% massique) car il n'est pas possible de dissocier la décarbonatation de la calcite (CaCO_3) de celle de la dolomite ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$).

Quantification de l'eau chimiquement liée. La deuxième information pouvant être recueillie est la quantité d'eau chimiquement liée (% massique) obtenue à partir de la courbe TG selon l'équation 3.

$Q_{\text{Eau chimiquement liée}} = Q_{105^\circ\text{C}} - Q_{400^\circ\text{C}}$	Eq.3
--	------

Avec :

$Q_{\text{Eau chimiquement liée}}$: Quantité d'eau chimiquement liée (% massique),

$Q_{400^\circ\text{C}}$: Quantité d'eau perdue à 400°C suite à la décomposition des hydrates (%) la CH n'est pas pris en compte car elle est traitée séparément,

$Q_{105^\circ\text{C}}$: Eau évaporable à 105°C .

Méthode de quantification à partir de la courbe dérivée $DTG=q(T^\circ\text{C})$: Méthode par déconvolution.

Avec la courbe dérivée, il est possible d'obtenir une semi-quantification de la quantité d'hydrate (comme les C-S-H ou les C-A-S-H) par la méthode de la déconvolution comme présenté en Figure 26 (Klimesch et Ray, 1997 ; Cassagnabère et al., 2009). On rappelle qu'il s'agit d'une méthode comparative permettant d'observer les variations de quantité d'hydrates d'une matrice à l'autre.

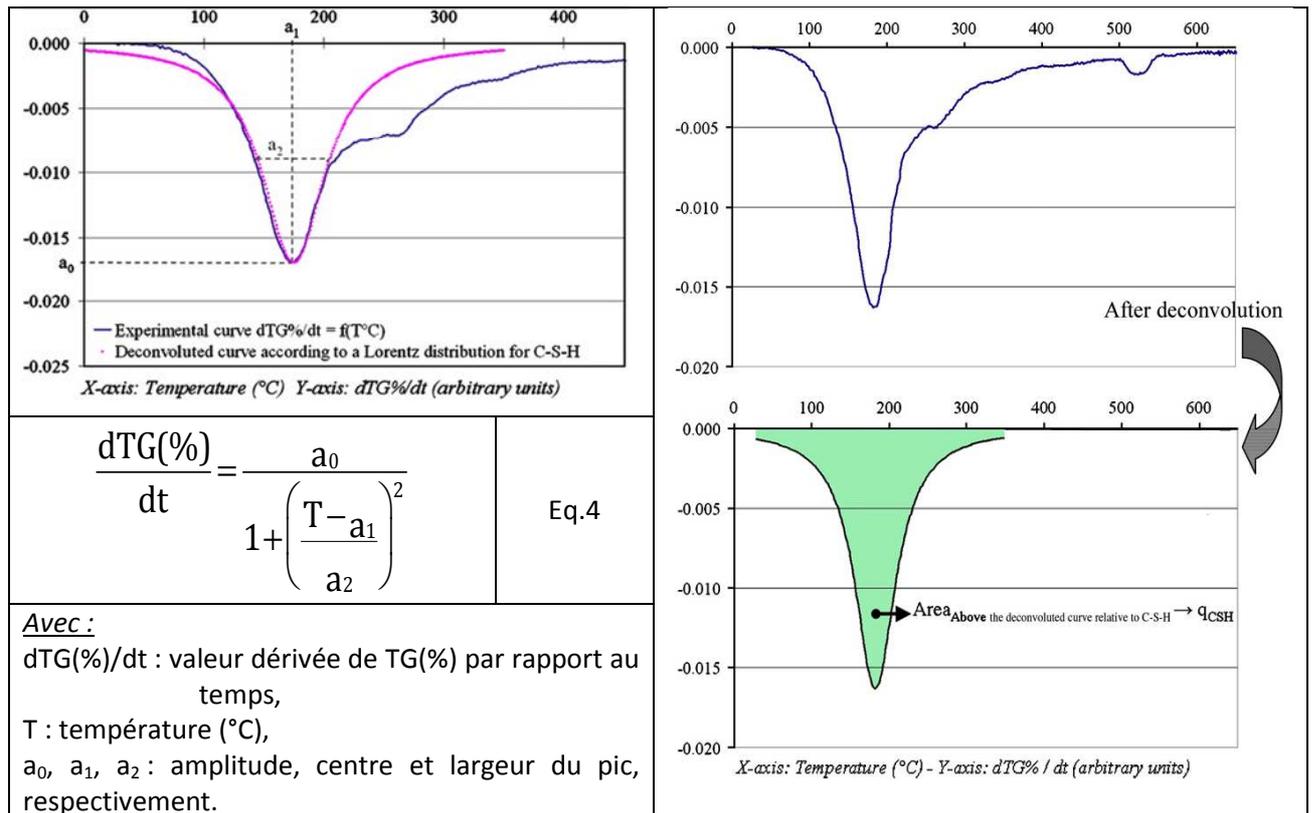


Figure 26 – Analyse d’une courbe dérivée de la variation pondérale en utilisant la méthode de la déconvolution (Cassagnabère et al., 2009)

Or, à l’échelle des mélanges étudiés, il y a une forte présomption du développement important de silico-aluminates de calcium hydratés, produit de la réaction pouzzolanique et noté CASH. Avec l’élévation de température, cet hydrate se décompose sur le même intervalle que les C-S-H mais pour une température plus élevée. C’est pour cela que l’on observe sur ces courbes, lors d’une réaction pouzzolanique, un évasement du pic entre 75 et 300°C car il y a une double décomposition, celle des C-S-H et celle des CASH. Il en résulte que la méthode de semi-quantification proposée ci-dessus pour un mono-pic va être étendue à deux pics afin de quantifier simultanément les C-S-H et les CASH. La Figure 27 explique cette démarche.

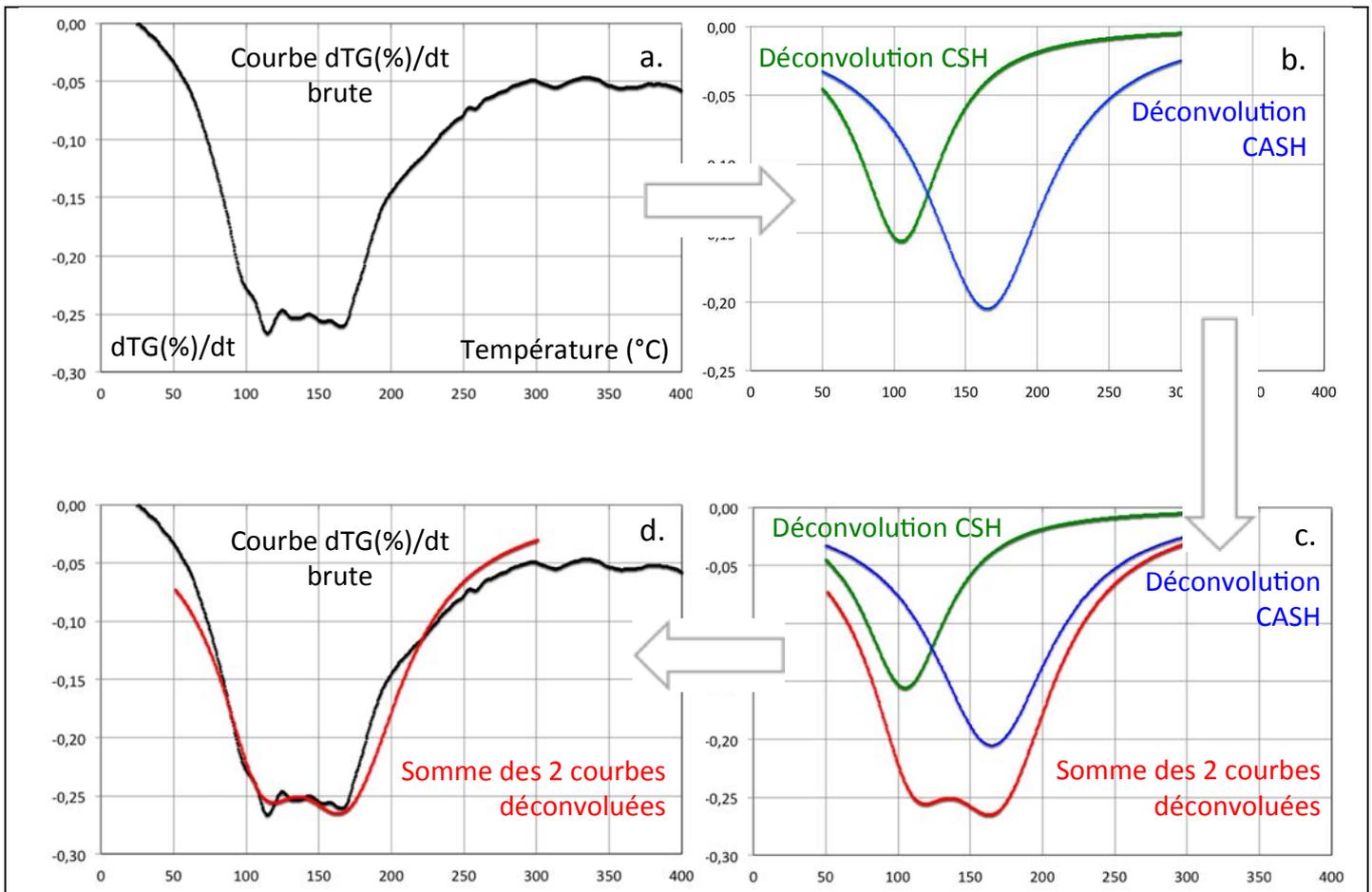


Figure 27 – Exploitation des courbes DTG(%) par la méthode de déconvolution.

Dans un premier temps, on isole la courbe DTG(%) brute jusqu'à 400°C (a). Ensuite, on insère deux courbes déconvoluées (voir principe en Figure 26) une pour les C-S-H (verte) et l'autre pour les CASH (bleue) (b). En sommant les deux courbes déconvoluées, on obtient ainsi la courbe rouge (c). Un ajustement des six paramètres des courbes (3 pour chaque courbe a_0 , a_1 et a_2) est ensuite fait afin de caler la courbe brute (noir) et la somme des deux courbes déconvoluées (rouge) (d). La dernière étape consiste à déterminer la surface de l'aire sous les courbes (verte et bleue) qui représentera une semi-quantification de la teneur en hydrate (soit C-S-H soit CASH).

c. Discussion sur les résultats.

A partir de tout ce qui précède, les courbes des Figure 28 et Figure 29 peuvent être tracées. Elles représentent les modifications des produits d'hydratation dues à la réaction pouzzolanique obtenues dans le temps pour les mélanges avec la SBC-Par2.

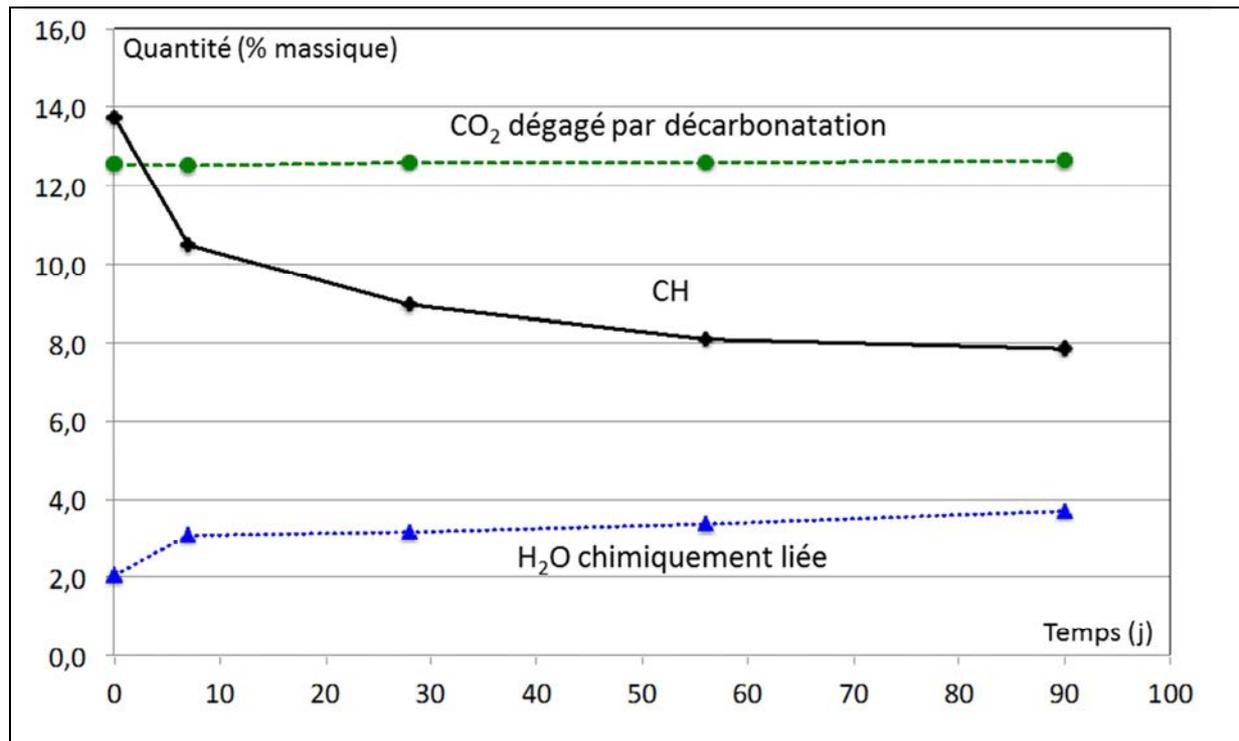


Figure 28 – Evolution des caractéristiques des pâtes de chaux incorporant la SBC-Par2 dans le temps mesurées à partir d’analyse thermique : 1^{ère} vague de courbes.

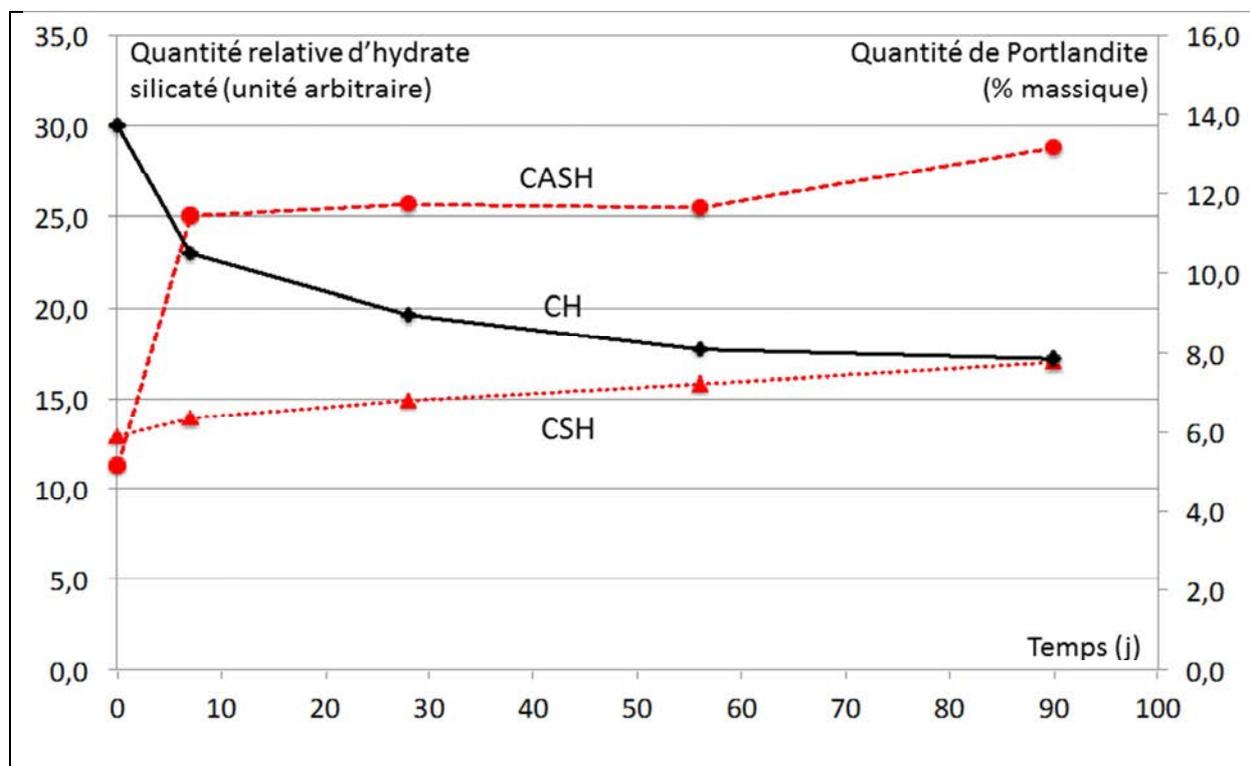


Figure 29 – Evolution des caractéristiques des pâtes de chaux incorporant la SBC-Par2 dans le temps mesurées à partir d’analyse thermique : 2nd vague de courbes.

Plusieurs observations peuvent être faites à partir de ces figures.

En termes de vérification, cette méthode peut être validée par le fait que la quantité de CO_2 dégagé lors de la phase de décarbonatation entre 650 et 850°C reste très constante dans le temps (entre 12,52 et 12,64% sur 90 jours). Cette stabilité signifie deux choses. La première est que les mélanges testés pour chaque échéance ont été bien homogénéisés et qu'ils sont bien représentatifs de l'échantillonnage du mélange. La seconde est que les échantillons ont bien été conservés dans le temps en évitant ainsi toute forme de carbonatation de la CH qui aurait pu biaiser les résultats.

Concernant la teneur en Portlandite du mélange, on observe une diminution dans le temps. Cette diminution est brutale entre 0 en 7 jours puis elle se stabilise à plus long terme. La Figure 30 présente la consommation de Portlandite en valeur relative à 0 jour en fonction du temps.

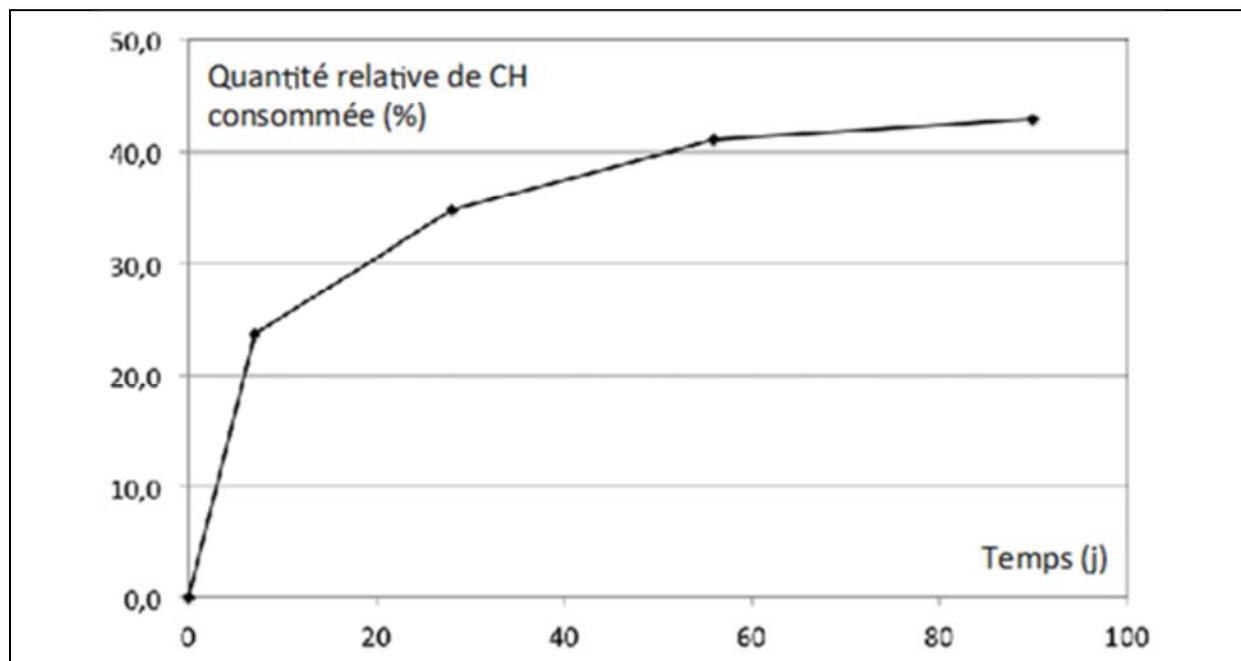


Figure 30 – Consommation relative par rapport à la quantité initiale mesurée de Portlandite pour la pâte de chaux avec SBC-Par2.

Au travers de cette figure, on peut dire qu'il y a une réaction pouzzolanique qui s'effectue dans le temps car on constate une consommation de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ présente initialement dans le mélange. Ce résultats est différent des observations effectuées jusqu'à maintenant.

En s'intéressant à la quantité d'eau chimiquement liée, on observe encore la même tendance. Dans ce cas, on enregistre une croissance de cette teneur. En considérant que la valeur de 2,03% initiale (0 jour) ne correspond qu'à la teneur en eau chimiquement liée provenant des vestiges d'hydrates de la fine recyclée, toute valeur supérieure signifie qu'il y a eu néoformation de phases hydratées par réaction pouzzolanique. On note que dans les 7 premiers jours, cette formation d'hydrates supplémentaires est très rapide (de 2,03% à 3,07% en 7 jours) tandis que dans le temps elle a tendance à décélérer (3,07 à 3,71% en 83 jours).

Dans ces conditions, il semble donc exister une activité pouzzolanique. Les courbes dérivées DTG(%) et la méthode de déconvolution vont permettre de recueillir des informations sur les quantités

relatives en C-S-H et en CASH (Figure 29). On rappelle ici que cette procédure n'est qu'une méthode comparative entre les différents mélanges dans le temps.

Concernant la quantité de C-S-H et en considérant qu'à 0 jours, la quantité de C-S-H ne provient que de la SBC (12,91%), on observe une faible augmentation dans les premiers jours puis une croissance constante mais faible jusqu'à 90 jours (17,00%). De plus, les C-S-H produits par réaction pouzzolanique affichent une nature différente de ceux générés par l'hydratation d'un ciment (Richardson, 2004 ; Richardson et al., 2007).

Concernant la quantité de CASH, elle croit de manière importante entre 0 et 7 jours (+123%). Donc, au jeune âge, il y a donc une réelle production de cet hydrate (dont la stratlingite) due à la réaction pouzzolanique. A plus long terme, on voit que cette phase silico-alumineuse continue à se développer mais de façon moins rapide. D'autres auteurs ont observé le développement de ce composé lors de suivis de la réaction pouzzolanique (Cabrera et Rojas, 2000 ; Rojas et Cabrera, 2001 ; Saikia et al., 2006 ; Cassagnabère, 2007 ; Cassagnabère et al., 2009).

D'autres hydrates comme les certains aluminates de calcium hydratés de formule globale C_4AH_x peuvent aussi se former lors de la réaction pouzzolanique générée par les SBC. La Figure 31 présente les analyses DRX réalisées sur les pâtes de chaux avec SBC-Par2 pour les échéances d'essai de 0 à 90 jours.

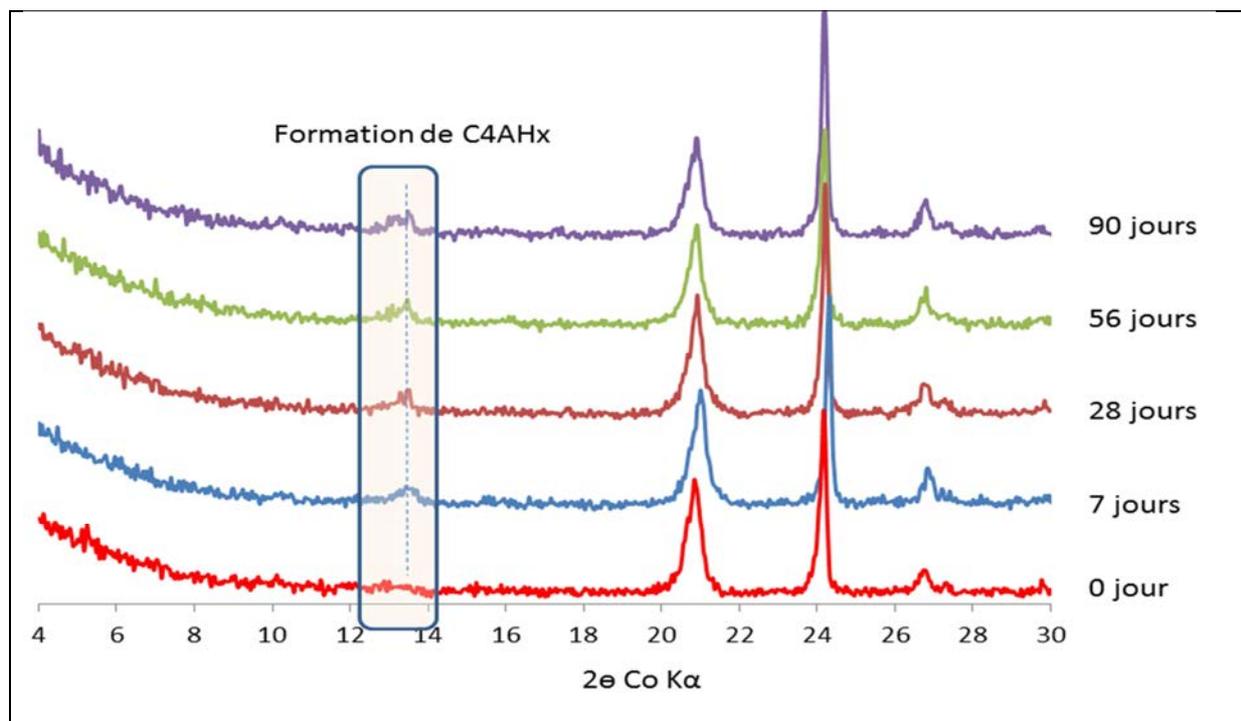


Figure 31 – Suivi de la réaction pouzzolanique par analyse DRX des pâtes de chaux incorporant des SBC-Par2.

Les diffractogrammes montrent, en effet, la formation de ce composé cristallisé issue de la réaction pouzzolanique. Cet aluminate hydraté peut aussi se présenter sous différente forme comme C_4AH_8 ,

C_4AH_{10} ou C_4AH_{12} . Une forme plus stable C_3AH_6 (hydrogrenat) peut aussi être présente mais cela dépend des conditions stœchiométriques initiales.

Ce type de phase se retrouve dans certaine étude où les mélanges avec métakaolin sont étudiés. La Figure 32, tirés de (Cassagnabère, 2007), montre la présence d'aluminat hydraté comme le C_4AH_{10} par analyse thermique différentielle (ATD).

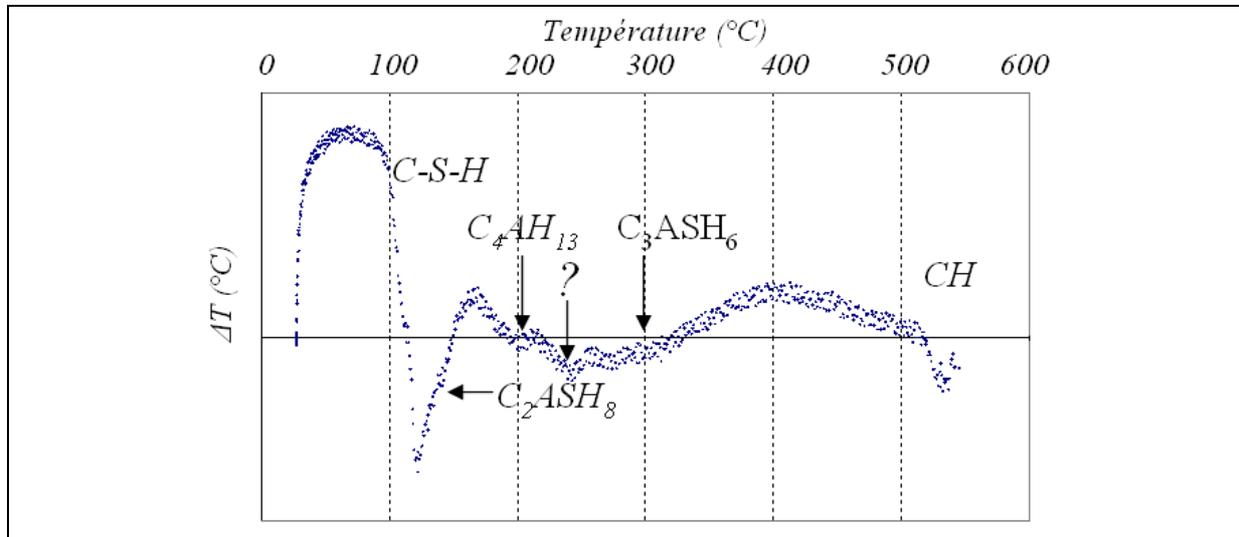


Figure 32 – Présentation des phases hydratées observées lors d'un essai ATD sur pâte de ciment avec addition pouzzolanique (Cassagnabère, 2007).

Ces résultats se retrouvent aussi dans les travaux de (Cabrera et Rojas, 2000 ; Rojas et Cabrera, 2001 ; Saikia et al., 2006) pour des mélanges similaires ($Ca(OH)_2$ +addition pouzzolanique+ H_2O)

Pour les autres SBC et la FBC.

En annexe 8.4 sont consignés l'ensemble des courbes d'ATG, de DTG(%) ainsi que les figures présentant les exploitations des résultats (similaires aux Figure 28 et Figure 29) relatives à toutes les SBC et à la FBC.

Pour les SBC, on observe des tendances similaires avec une activité importante entre 0 et 7 jours puis un ralentissement au-delà. Concernant les phases néoformées, peu de C-S-H sont créés alors qu'une quantité plus importante de silico-aluminat de calcium hydraté (CASH) est produite.

Pour la FBC, il semblerait que les phénomènes réactionnels soient atténués dès 7 jours car aucune évolution n'est observée entre 7 et 28 jours.

4.4.2.4 Mise en évidence de la réactivité pouzzolanique par calorimétrie isotherme sur pâte

Pour conclure ces investigations sur l'activité pouzzolanique de fines recyclées, des essais de calorimétrie isotherme sur pâte de chaux ont été menés afin de mesurer la chaleur dégagée lors des premiers jours d'existence du matériau.

La campagne expérimentale qui suit et étudie la réactivité pouzzolanique des fines par calorimétrie isotherme a été menée sur pâtes confectionnées avec de la chaux éteinte, des fines recyclées et de l'eau.

La Figure 33 présente les résultats de dégagement de chaleur obtenu pour les SBC, la FBC, un métakaolin (addition à forte réactivité pouzzolanique) et de la chaux (considérée comme non réactive).

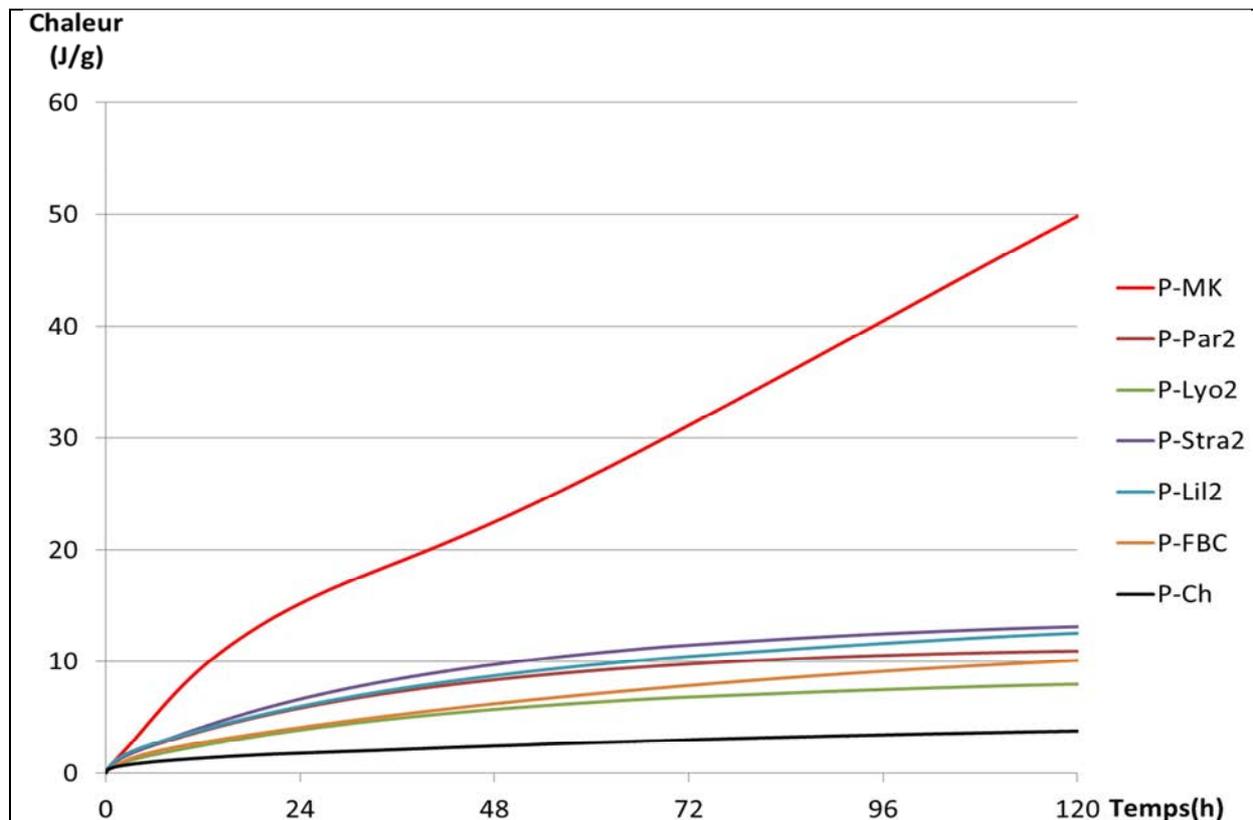


Figure 33 – Evolution de la chaleur dégagée dans le temps pour les pâtes de chaux avec additions.

En comparant les différentes courbes, on peut dire que les matériaux avec SBC et FBC se positionnent dans un fuseau très resserré. Comparativement à une addition réputée pouzzolanique comme le métakaolin, le dégagement de chaleur pour les fines recyclées à 120 heures s'avère relativement faible (entre 8 et 13 J/g contre 50 J/g pour le MK). En revanche, comparativement à la chaux seule (sans réaction exothermique en présence d'eau), on observe une augmentation de chaleur (4 J/g pour CH).

A partir cette méthode, il reste difficile de donner une conclusion absolue sur l'activité pouzzolanique des fines SBC et FBC. Il semble acquis qu'elles ne présentent pas l'activité d'un métakaolin, mais elles ont une légère réaction.

4.4.2.5 Bilan sur l'activité pouzzolanique

Au travers de cette étude sur la potentielle activité pouzzolanique des SBC et de la FBC, on constate que la quantité initiale de Portlandite diminue dans le temps ; elle est donc consommée. Cette consommation s'accompagne d'une augmentation de la quantité d'eau chimiquement liée. Il y a aussi une légère évolution de la quantité de C-S-H et une croissance importante de la quantité de CASH. Quel que soit le paramètre réactionnel étudiés, la cinétique est toujours la même ; au jeune âge (de 0 à 7 jours), la réactivité est très rapide tandis qu'au-delà, la vitesse s'infléchit mais reste croissante. Si on fait le parallèle avec une autre addition pouzzolanique, le métakaolin, [Garcia-Diaz 1995] a montré qu'il existe deux cinétiques de réaction pouzzolanique entre CH et MK :

- à court terme, une cinétique liée à la surface externe des particules de MK, caractérisée par le contact immédiat des réactants en présence,
- à long terme, une cinétique liée à l'indice d'agglomération caractérisé par la pénétration du front réactionnel à l'intérieur de l'agglomérat poreux.

Avec la formation de CASH, les performances mécaniques ne risquent pas d'être améliorées car cette catégorie d'hydrate n'est pas connue pour sa résistance mécanique intrinsèque. La présence de ces silico-aluminates peut être intéressant vis-à-vis de certaines attaques chimiques, généralement plus stable que la Portlandite.

Par ailleurs, il faut noter que les conditions de cette campagne expérimentale sont optimales pour que la réaction pouzzolanique se produise (quantité importante de CH). En présence de ciment, l'hydroxyde de calcium, sous la forme de Portlandite, peut être présente mais en plus petite quantité ce qui peut ne facilitera pas le développement de la réaction pouzzolanique.

4.5 Propriétés des mortiers incorporant des SBC et FBC à l'état durci

Conformément à la pratique européenne, l'évaluation des SBC et FBC en tant qu'addition est effectuée sur des mortiers. Le programme des mortiers comprend quatre parties :

- il est possible que ce type de fines puisse avoir un effet accélérateur particulier, du fait de la présence d'éléments activateurs. Pour le voir, la mesure des résistances au jeune âge (24 h) est effectuée, en comparaison avec une fine inerte de comportement connu (filler siliceux).
- l'activité dans le temps de 28 à 90 jours.
- des mesures d'indicateur de durabilité afin d'évaluer le potentiel de ces fines à améliorer (ou détériorer) la durabilité du matériau durci. Parmi les indicateurs : porosité, coefficient d'absorption d'eau.
- des mesures de retrait total et endogène afin d'avoir une première évaluation des risques de fissuration qui pourraient survenir par l'emploi des fines.

Différents pourcentages de SBC et FBC sont testés, entre 10 et 25%, voire un ou deux taux plus élevés si les fines sont actives.

4.5.1 Performances mécaniques

Dans cette partie, les résultats de résistance en compression obtenus sur mortier de composition normale sont analysés selon divers points de vue comme la réactivité au jeune âge, l'évolution dans le temps, l'impact sur l'indice d'activité en comparaison avec une fine inerte, etc. Il faut préciser qu'excepté le paragraphe « g. Etude complémentaire avec ciment composé (CEM II) », les résultats présentés ont été obtenus avec le ciment C1.

La campagne expérimentale qui suit et étudiant les performances mécaniques en compression a été menée sur mortier à composition normale avec les ciments C1 et C2.

4.5.1.1 Réactivité à jeune âge

Le Tableau 24 présente la réactivité à jeune âge (1 jour) des fines recyclées avec des taux de remplacement de 15, 25 et 35%. Les résultats présentés sont donnés en valeur relative, calculée à partir de la résistance à la compression obtenue sur mortier normal (uniquement avec le ciment CEM I 52,5R) à 28 jours et selon la relation suivante :

$$RX\%Fr_i = \frac{R_c(X\%Fr_i)}{R_c(100\%CEMI)} \quad \text{Eq.5}$$

Avec :

$RX\%Fr_i$: Réactivité à 1 jour de la fine recyclée (SBC ou FBC) avec un taux de remplacement de X%,

$R_c(X\%Fr_i)$: Résistance en compression d'un mortier de formulation normale avec X% de remplacement de ciment CEM I 52,5 par la fine recyclée (SBC ou FBC), en MPa,

$R_c(100\%CEM I)$: Résistance en compression du mortier normal avec 100% de ciment CEM I 52,5 (MPa).

Tableau 24 – Réactivité au jeune âge des SBC et FBC à 1 jour.

R25%Par1*	R25%Par2**	R25%Lyo	R25%Stra	R25%Lil	R25%FBC	R25%FS
0,686	0,700	0,721	0,652	0,594	0,705	0,705
R15%Par*	R15%Par**	R15%FS	R35%Par1*	R35%Par2**	R35%FS	R35%FS
0,889	0,823	0,839	0,538	0,591	0,578	0,578

* finesse Blaine à 4500cm²/g
** finesse Blaine à 7500cm²/g

A partir de ce tableau, certaines observations sur la réactivité à jeune âge des fines recyclées peuvent être faites.

- En comparaison au mortier normal confectionné avec 100% de CEM I, une perte de résistance est effective à cette échéance pour n'importe quelle fine et à n'importe quel taux de remplacement. Cette perte est évaluée entre 11 et 46%.
- En se basant sur le taux de remplacement de 25%, on peut proposer un classement des fines sur le critère de réactivité à jeune âge. L'addition la moins réactive est la fine issue du sable de Lille avec une réactivité de 0,594 tandis que la plus réactive est la fine obtenue à partir du sable de Lyon avec une valeur de 0,721.
- La réactivité à jeune âge diminue lorsque le taux de substitution augmente. Cette observation se vérifie de 15 à 35% de remplacement pour une fine de réactivité intermédiaire (Paris avec une réactivité avec 25% de substitution à 0,686).
- A jeune âge, les résultats montrent que l'augmentation de finesse de l'addition (de 4500 cm²/g à 7500 cm²/g) présente un intérêt mais à partir d'un taux de remplacement de 25%. En deçà (15%), cette constatation ne semble pas vérifiée.
- Comparativement à une fine considérée inerte, un filler siliceux (FS), les résultats obtenus à partir des différentes fines recyclées présentent la même tendance avec une diminution de performance à jeune âge.

4.5.1.2 Résistance en compression dans le temps

La Figure 34 présente l'évolution de la résistance en compression des mortiers dans le temps (de 1 à 90 jours).

A partir de ce graphe, certaines observations sur l'effet de l'incorporation de fines recyclées sur le comportement mécanique des mortiers dans le temps peuvent être faites.

- A n'importe quelle échéance de test, on observe une diminution significative de la résistance à la compression des mortiers incorporant des fines recyclées. Cette observation est vraie pour les fines obtenues artificiellement (broyage mécanique des sables recyclés) mais aussi pour la fine de dépoussiérage obtenue à partir du procédé d'obtention des granulats recyclés.
- Le classement exposé précédemment en termes de réactivité (Tableau 24) semble se confirmer avec des résultats de compression dans le temps.
- Les résistances plus faibles obtenues avec les FBC peuvent sans doute s'expliquer par une quantité d'air plus importante dans les mortiers, suite à une moindre fluidité.
- Dès 28 jours, il semble que la fine issue du procédé de dépoussiérage (25%Dep) présente des performances plus faibles que les autres additions.
- Au-delà de 28 jours, le filler siliceux (FS) engendre des performances supérieures au matériau avec fines recyclées et ce malgré l'aspect inerte pour lequel est connu ce type d'addition.

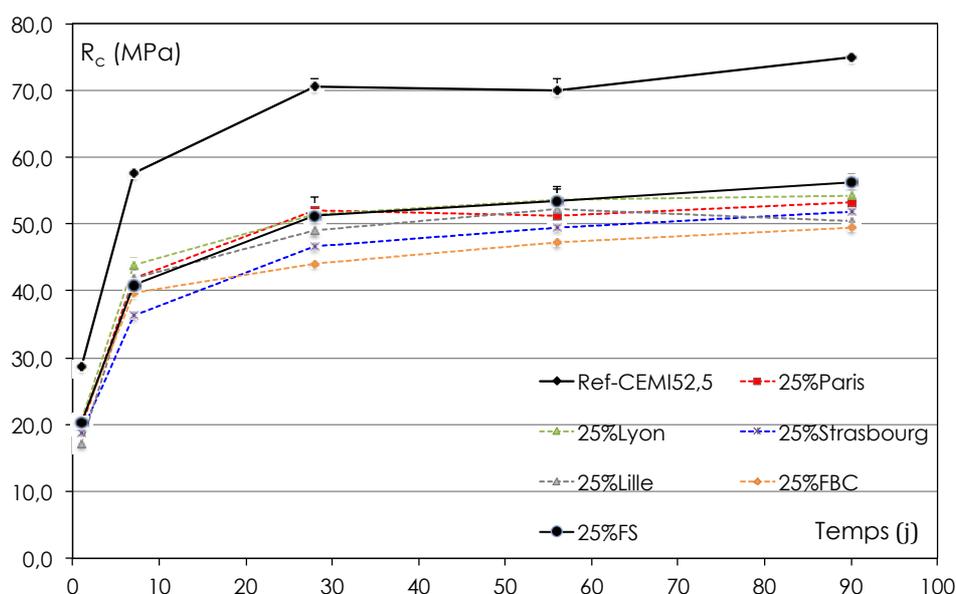


Figure 34 – Evolution de la résistance en compression dans le temps de mortiers incorporant des fines recyclées avec un taux de remplacement de 25% (M-X%SBC)

4.5.1.3 Résistance relative à 28 jours

Dans cette section, on utilise à nouveau la notion de résistance relative déjà présentée à équation 5, mais calculée ici à 28 jours. On rappelle que cette valeur est calculée en faisant le rapport entre les résistances à la compression à 28 jours du mortier de référence sans addition minérale et celle du mortier contenant X% d'addition minérale (15, 25, 35%Fr_i et 15, 25, 35%FS). La Figure 35 présente la résistance relative obtenue à 28 jours des différentes additions expérimentées avec des taux variant de 15 à 35%.

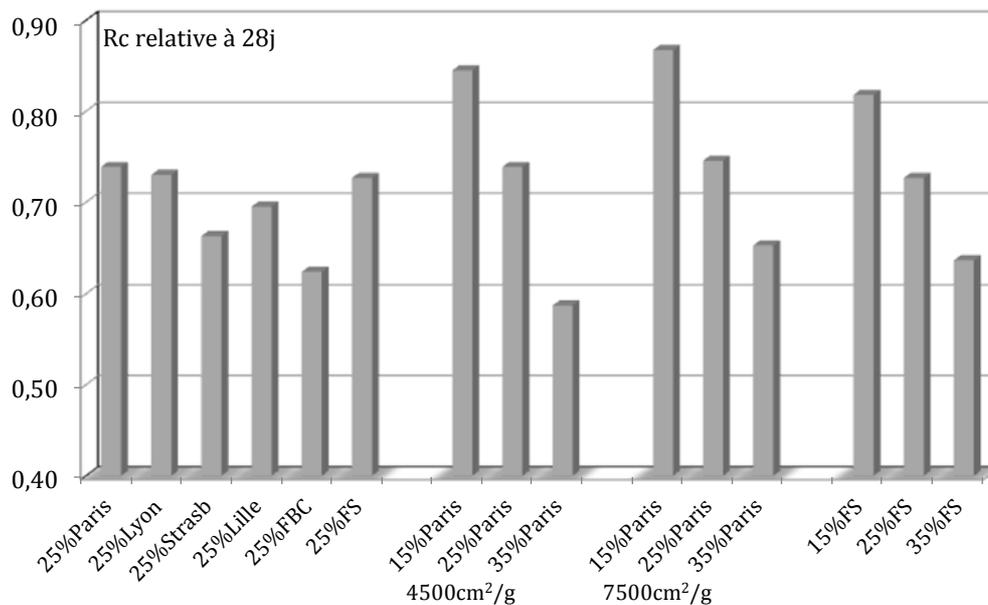


Figure 35 – Résistance relative déterminée à 28 jours (M-X%SBC)

A partir des résultats de la Figure 35, plusieurs conclusions peuvent être faites :

- En comparant les fines entre elles, on observe des différences d'activité avec une variation de 0,624 pour FBC à 0,739 pour SBC (Par1).
- Avec l'augmentation du taux de SBC, une diminution des performances est observée quelle que soit la finesse.

A 28 jours, on peut dire que les SBC de Paris (4500 et 7500cm²/g) et de Lyon ainsi que le filler siliceux répondent à ce critère d'exigence ($i \geq 0,71$ pour $p=0,25$). Basé sur ce critère mécanique, ces quatre fines peuvent prétendre à la désignation d'addition minérale de type I.

4.5.1.4 Taux de substitution et indice d'activité.

En s'intéressant plus en détail à la SBC considérée comme la plus réactive (Paris), la Figure 36 présente l'évolution de l'indice d'activité mesuré à 28 jours.

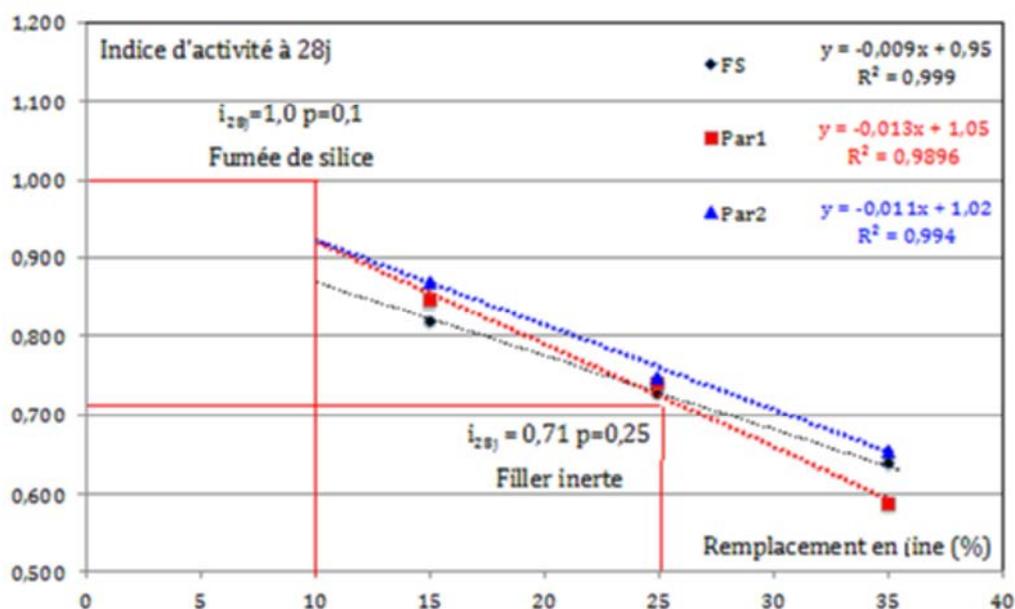


Figure 36 – Indice d'activité i à 28 jours en fonction du taux de remplacement en additions (fines recyclées et filler siliceux). (M-X%SBC)

Tout d'abord, on observe à 28 jours que pour des taux de 15 et 25%, la fine recyclée présente de meilleures performances mécaniques que le filler siliceux (fine considérée inerte). Au-delà (35%), le déficit de performance s'avère être supérieur à celui du matériau contenant du filler siliceux pour une fine à finesse équivalente ($4500 \text{ cm}^2/\text{g}$).

Pour un taux à 25%, certains documents d'application nationale étendent le concept du coefficient k à des additions minérales de type I. C'est le cas notamment de l'annexe Française de la norme européenne NF EN 206-1, qui attribue un coefficient k de 0,25 aux additions minérales conformes à la norme NF P 18-508 et qui présentent un indice d'activité à 28 jours supérieur à 0,71.

A partir des résultats de la Figure 35, on peut dire que cette SBC Paris (avec les fines de 4500 et $7500 \text{ cm}^2/\text{g}$) répond à ce critère d'exigence. Basé sur ce critère mécanique, cette fine peut prétendre à la désignation d'addition minérale de type I.

Par ailleurs, pour satisfaire la norme NF EN 13263-1 (2005) relative à la fumée de silice, les fines testées doivent présenter un indice d'activité normalisé ($p=0,10$) supérieur ou égal à 1,00 à l'échéance de 28 jours. A partir d'une interpolation linéaire obtenue avec les résultats à $p=0,15$, $0,25$, $0,35$, il est possible de déterminer l'indice d'activité pour $p=0,10$. La Figure 36 présente ces résultats avec la projection pour l'indice avec $p=0,10$. Il apparaît clairement qu'aucune des trois additions étudiées ne respecte le critère d'exigence visé, $i_{28j}=1,00$ avec un taux de remplacement de 10%.

4.5.1.5 Evolution des résistances entre 28 et 90 jours

A ce stade, il est essentiel de s'intéresser à l'évolution des performances mécaniques entre 28 jours, moyen terme, et 90 jours long terme. En effet, dans cet intervalle de temps, en plus du développement normal de l'hydratation du ciment, l'addition étudiée pourrait présenter un caractère pouzzolanique ou hydraulique latent. La Figure 37 présente l'évolution des résistances en compression entre ces deux échéances.

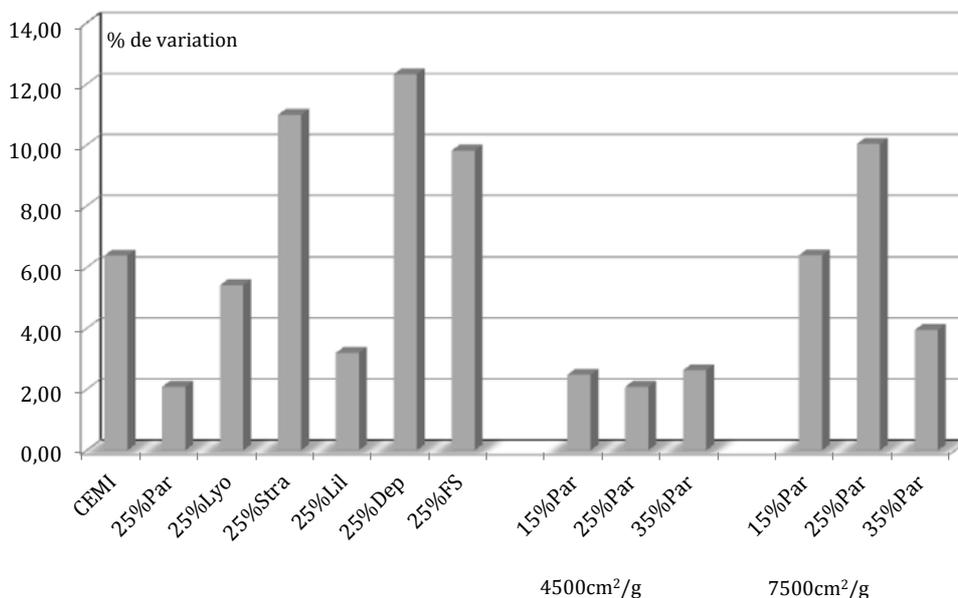


Figure 37 – Variation relative des résistances en compression entre 28 et 90 jours (en %) (M-X%SBC)

Pour les fines provenant de Paris 1 (à 4500 cm²/g), de Lyon et de Lille, il semblerait qu'une réactivité n'apparaît pas à long terme. En revanche, les fines recyclées de Strasbourg et les FBC semblent présenter une activité chimique à très long terme car on observe une hausse de performances entre ces deux échéances, de 11 et 12% respectivement. Mais, il faut noter que ces résultats restent à confirmer avec une étude plus approfondie sur la réactivité de ce type de fine.

4.5.1.6 Variabilité des mesures

Les fines étudiées proviennent du broyage de sables recyclés. Or les sables sont issus de matériaux de démolition réputés être de qualité hétérogène. Cette irrégularité d'approvisionnement conduit à s'interroger sur l'homogénéité des fines sur un même lot à partir des résultats obtenus de la campagne expérimentale sur mortier. La Figure 38 présente l'évolution dans le temps de l'écart type moyen selon le taux de remplacement en fine recyclée.

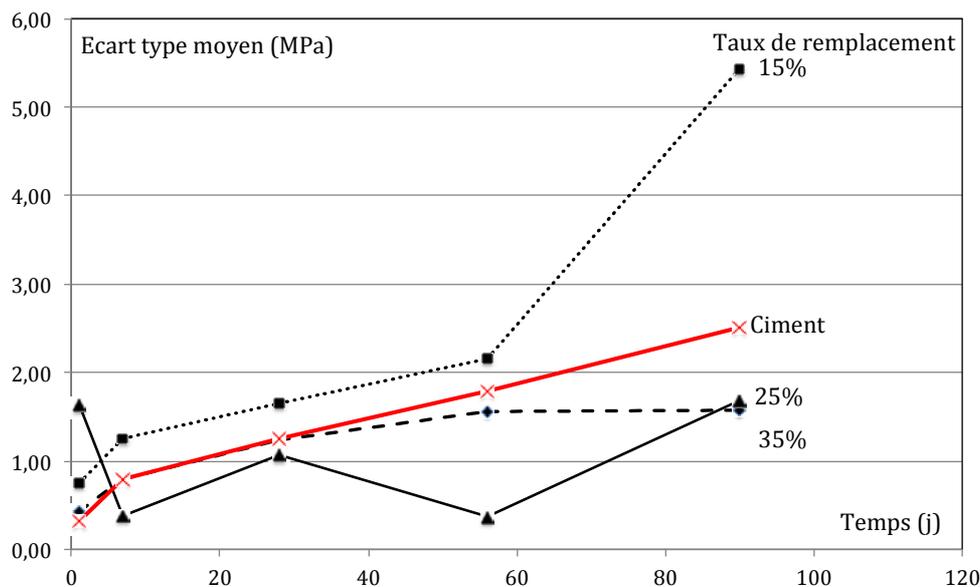


Figure 38 – Evolution dans le temps de l'écart type moyen selon le taux de remplacement en fine recyclée.

Hormis pour le taux de remplacement de 15%, les écarts pour les substitutions à 25 et 35% restent inférieurs à ceux obtenus pour le mortier normal uniquement confectionné avec du ciment CEM I. D'autre part, il apparaît que l'écart type croît dans le temps pour des taux de 15 et 25% de remplacement. En revanche, pour le taux de substitution de 35%, aucune tendance ne semble se dégager de ces résultats.

4.5.1.7 Etude complémentaire avec ciment composé du PN (CEM II)

La réactivité à 1 jour est présentée dans le Tableau 25 comme précédemment établie.

Tableau 25 – Réactivité à jeune âge des fines recyclées (1 jour)

R25%Par	R25%Lyo	R25%Stra	R25%Lil	R25%FBC	R25%FS
0,685	0,671	0,558	0,588	0,529	0,514

A partir des résultats de ce tableau, on peut dire que la réactivité à jeune âge avec le CEM II est similaire à celle avec CEM I (0,686) dans le cas de la fine de Paris (25%Gone dans le paragraphe a). Comparativement au filler siliceux (FS), toutes les fines recyclées employées avec un ciment composé (CEM II) présentent une meilleure réactivité au jeune âge (>0,514).

La Figure 39 présente l'évolution de la résistance en compression à 28 jours obtenue sur des mortiers confectionnés avec un ciment CEM I et un ciment CEM II et des fines recyclées ou du filler siliceux (X% Gone et X%FS).

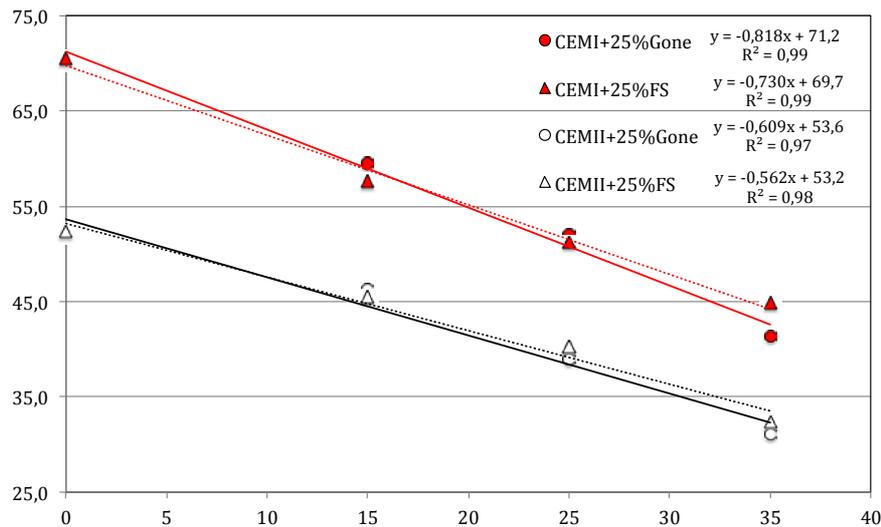


Figure 39 – Evolution de la résistance en compression à 28 jours des mortiers confectionnés avec ciment CEM I et II et des fines recyclées (X% Gone et X%FS).

Comme avec le ciment CEM I, on observe une diminution des performances avec l'augmentation du taux de fines recyclées. Il apparaît aussi que la dilution du clinker par 11% de filler calcaire (CEM II/A-L 42,5N) dans le ciment composé se traduit par un écart de performance entre les deux liants. Quel que soit le ciment utilisé, cette perte est relativement linéaire. En revanche, il est intéressant de noter que malgré la perte de performance, la cinétique de diminution est moins accentuée dans le cas du ciment composé (CEM II) que pour le ciment Portland (CEM I). Cela montre qu'il peut être avantageux de remplacer une fraction de CEM II par les SBC ou FBC.

4.5.1.8 Exploitation de second niveau à partir du calcul de Féret

Afin de quantifier l'effet des SBC et FBC sur la résistance des mortiers, nous avons utilisé la loi de Féret (Féret, 1892) (équation 6), qui prédit la résistance en compression d'un matériau cimentaire sans addition (nommée ci-après $R_{Féret}$) en fonction des volumes de ciment (c), d'eau (e) et de air occlus (v) dans le mélange initial. K_F est un coefficient dépendant du squelette granulaire et de la résistance normale du ciment. L'évolution temporelle des résistances du mortier témoin est prise en compte par ce coefficient.

$$R_{Féret} = K_F \left(\frac{c}{c + e + v} \right)^2 \quad \text{Eq.6}$$

Le principe de calcul adopté ici consiste à ne considérer dans le liant que la part de ciment réellement présente dans le coulis, en négligeant l'apport des SBC et FBC, ce qui revient à supposer dans un premier temps que les SBC et FBC se comportent comme une fine inerte, i.e. sans effet physique ou chimique. La résistance théorique calculée donne donc la courbe de dilution du ciment (par ajout de SBC et FBC), soit la résistance attendue s'il n'y a que le ciment qui participe au développement des résistances en compression.

Afin d'établir cette courbe de dilution, nous avons utilisé la résistance des témoins (0% d'addition) pour chacun des ciments pour calculer le coefficient de Féret K_F , qui dépend ici du type de ciment et de l'âge du mélange. K_F varie donc en fonction de l'origine du ciment et du temps d'hydratation. A partir de ces coefficients K_F , nous avons ensuite calculé la résistance attendue pour le taux de substitution du ciment (25%), en considérant les volumes de ciment, d'eau et d'air dans les mortiers. La différence entre la résistance mesurée sur éprouvettes ($R_{mesurée}$) et la résistance théorique calculée ($R_{Féret}$) donne donc l'effet des SBC et FBC.

La Figure 40 donne les résistances en compression du témoin (C1 et C2) et des mortiers avec SBC/FBC à 1, 7, 28, 56 et 90 jours, en comparaison avec le calcul selon Féret.

L'effet d'une addition sur les résistances en compression peut prendre plusieurs formes (Lawrence et al., 2003& 2005 ; Cyr et al., 2005& 2006) :

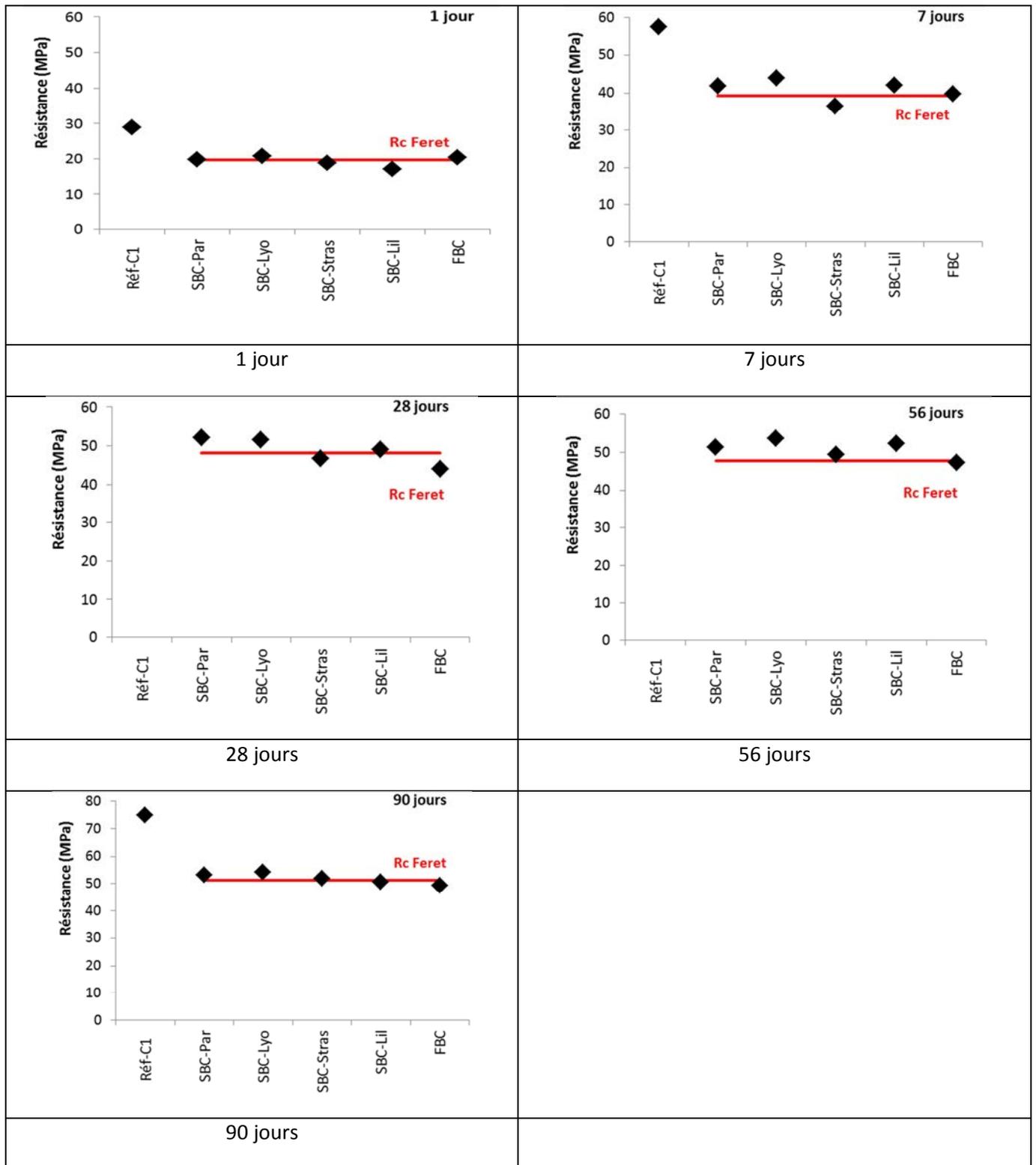
- activité physique : effet filler et/ou effet de germination hétérogène ;
- activité chimique : réaction pouzzolanique.

Notons qu'un écart négatif signifierait que la présence de SBC/FBC aurait un effet néfaste sur l'évolution des résistances, puisque dans le cas d'une fine totalement inerte, l'écart devrait être nul. A l'opposé, un écart positif serait un signe d'activité des SBC/FBC et que ces derniers ne se comporteraient pas comme une fine inerte. L'augmentation des écarts avec le temps pourrait laisser imaginer une activité plutôt d'origine chimique, i.e. liée au développement d'une réaction pouzzolanique.

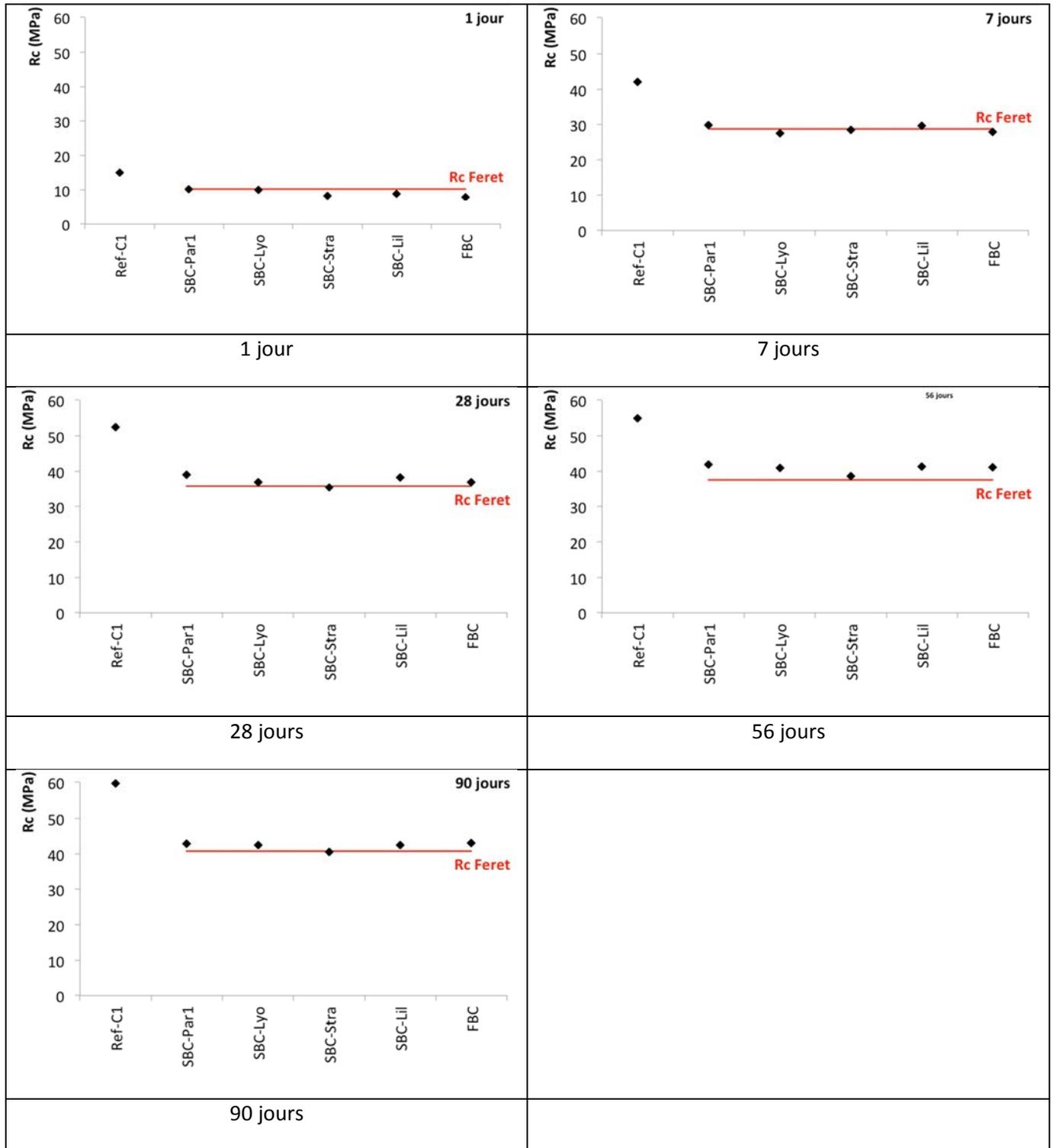
On remarque que dans le cas des SBC/FBC, les écarts à la courbe de Féret sont faibles et probablement de l'ordre de grandeur de la dispersion des résultats. On observe seulement les tendances générales suivantes :

- à court terme (1 jour), les SBC/FBC sont plutôt en-dessous de la courbe de Féret, ce qui montrerait un léger effet néfaste de retard d'évolution des résistances ;
- à long terme (56 et 90 jours), les SBC/FBC entraîneraient un faible gain par rapport à la résistance théorique (2 à 4 MPa au mieux), ce qui confirmerait une très légère activité pouzzolanique évoquée précédemment.

Ces écarts demeurent toutefois très faibles, ce qui nous amène à considérer que les SBC/FBC se comportent pratiquement comme des fines inertes.



a. CEM I (C1)



b. CEM II (C2)

Figure 40 – Exploitation dans le temps des résultats de résistance en compression à partir de la relation de Féret

4.5.2 Propriétés de transfert

Suite aux développements précédents (état frais et performances mécaniques), ce paragraphe se préoccupe d'un aspect tout aussi essentiel qui est la durabilité. En effet, les attaques du milieu extérieur peuvent altérer la durabilité du matériau cimentaire et aboutir à terme à une diminution des propriétés mécaniques. Au travers des mesures de porosité accessible à l'eau et d'absorption par capillarité, il sera possible d'apprécier l'impact de l'incorporation de fines recyclées dans la matrice d'un mortier sur ces propriétés de transferts (barrière physique uniquement).

La campagne expérimentale qui suit et étudiant les propriétés de transfert a été menée sur mortier à composition normale avec les ciments C1 et C2.

4.5.2.1 Porosité accessible à l'eau

La porosité retranscrit le rapport du volume des vides (pores) par rapport au volume total (pore et solide). Cette caractéristique, en plus de contrôler la résistance en compression des matériaux cimentaires, va influencer beaucoup d'autres propriétés. Le Tableau 26 présente les valeurs de la porosité accessible à l'eau mesurée au-delà de 90 jours pour les mortiers à base des ciments CEM I (C1) et CEM II (C2) avec différentes fines.

Tableau 26 – Porosité accessible à l'eau moyenne (avec écart type associée) mesurée au-delà de 90 jours

	Ref-Ci					
C1 (CEM I)	17,6±0,30					
C2 (CEM II)	18,7±0,35					
	25%Par1*	25%Par2**	R25%Lyo	R25%Stra	R25%Lil	R25%FBC
C1 (CEM I)	18,9±0,14	18,4±1,20	18,4±0,56	18,9±0,35	19,0±0,36	19,3±0,40
C2 (CEM II)	19,3±0,22	18,8±0,04	19,1±0,41	19,0±0,28	19,3±0,15	20,0±0,39
	15%Par1*	25%Par1*	35%Par1*			
C1 (CEM I)	18,4±0,22	18,9±0,14	18,8±0,08			
C2 (CEM II)	18,0±0,14	19,3±0,22	19,6±0,24			
	15%Par2*	25%Par2*	35%Par2*			
C1 (CEM I)	18,7±0,85	19,3±0,00	19,9±0,13			
C2 (CEM II)	18,2±0,19	18,8±0,04	19,5±0,12			
	15%FS	25%FS	35%FS			
C1 (CEM I)	18,5±0,04	18,3±0,37	18,9±0,49			
C2 (CEM II)	18,3±0,15	18,9±0,21	19,9±0,21			
* finesse Blaine à 4500cm ² /g						
** finesse Blaine à 7500cm ² /g						

A partir de ce tableau, on constate que :

- les mortiers de référence confectionnés uniquement avec du ciment (CEM I ou II) présentent les porosités les plus faibles. Ces résultats confirment bien les tendances observées sur les résistances en compression précédemment discutées.

- A 25% de substitution en fine recyclée et comparativement au mortier de référence, l'augmentation de porosité reste dans la même gamme de valeurs (de 5 à 13%) quel que soit la fine et le ciment utilisé.
- une hausse de finesse (de 4500 à 7500cm²/g) ne semble pas générer de modification significative de porosité (±2% selon le taux de substitution). Cette modification de finesse ne provoque donc pas de perturbation de l'arrangement granulaire de la suspension solide.
- comparativement à une fine considérée comme inerte (filler siliceux FS) et à finesse équivalente (4500 cm²/g), la fine recyclée testée (Par1) présente des valeurs de porosité équivalente (à ±3% en valeur relative). Cette tendance s'observe pour les taux de remplacement de 15 à 35%.

4.5.2.2 Absorption d'eau par capillarité

L'absorption d'eau dans un milieu poreux est induite par le phénomène d'absorption capillaire au travers de la macroporosité ouverte, porosité dite « capillaire ». A partir de l'essai d'absorption d'eau par remontée capillaire (AFPC, 1997), il est possible de caractériser certaines propriétés du réseau poreux comme le montre la Figure 41. On rappelle dans cette étude que le ciment employé est le CEM II du PN.

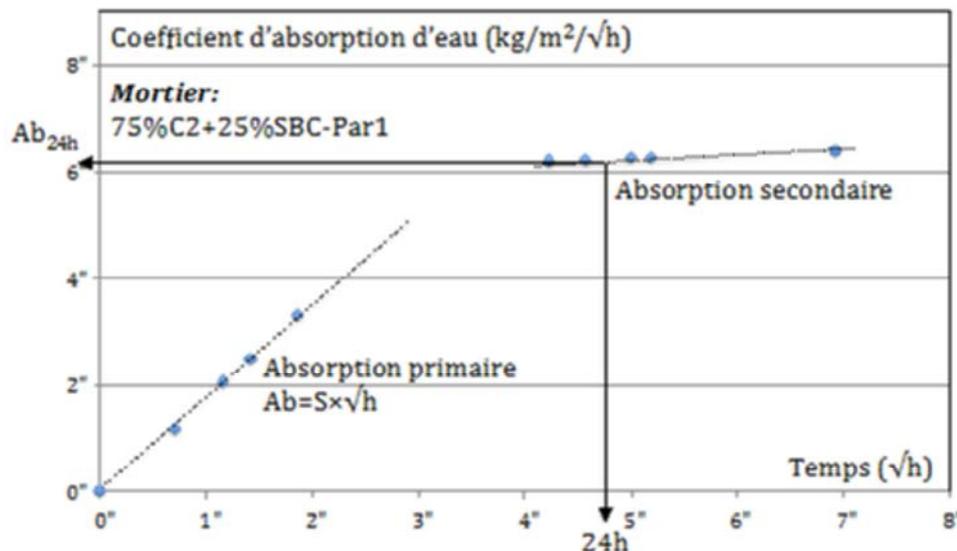


Figure 41 – Absorption d'eau par remontée capillaire selon la méthode (AFPC, 1997)

A partir des courbes tracées pour l'ensemble des mortiers, le Tableau 27 présente les résultats relatifs à l'absorption d'eau (Ab_{24h} , S). En combinant ces valeurs avec la porosité accessible à l'eau (p_w), on pourra évaluer l'impact de l'incorporation de SBC dans les mortiers sur la variation réseau poreux.

Tableau 27 – Absorption d’eau par remontée capillaire selon la méthode (AFPC, 1997)

	Ref-C2	25%Par1	25%Lyo	25%Stra	25%Lil
Ab _{24h} (kg/m ²)	6,05±0,36	6,33±0,28	6,2±0,44	6,09±0,55	6,11±0,47
S (kg/m ² /√h)	1,51±0,03	1,76±0,02	1,60±0,06	1,77±0,12	1,72±0,02
Variation relative du rayon moyen des pores capillaire par rapport à celui du matériau de référence (Ref-C2 mortier avec CEMII)					
	/	+21%	+7%	+25%	+17%

Concernant les mélanges avec SBC, on constate que les coefficients d’absorption (Ab_{24h}) des mortiers sont toujours légèrement supérieurs aux valeurs obtenues sur le matériau témoin (Ref-C2). Selon l’addition utilisée, l’augmentation varie de 1 à 4% ce reste relativement raisonnable.

On ne retrouve pas le même type de tendance en observant les valeurs de sorptivité (S). En effet, il apparait une augmentation relative au matériau de référence de 5 à 17% traduisant une modification de réseau poreux. L’analyse couplée des indicateurs de durabilité étudiés (porosité « p_w » Tableau 26. et sorptivité « S » Tableau 27) est généralement menée à partir de la théorie sur l’imprégnation dynamique de Washburn (Washburn, 1921) (Eq.7) à condition que les paramètres d’essai ne varient pas.

$$S \times \sqrt{t} = \sqrt{\frac{\sigma \times r \times \cos \theta \times t}{2 \times \mu}} \times p_w \times \rho_0 \quad \text{Eq.7}$$

Avec :

S	Sorptivité (kg/m ² /√h)	μ	Viscosité de l’eau (Pa.s)
t	Temps (h)	p _w	Porosité (%)
σ	Tension de surface (Pa)	ρ ₀	Densité du fluide absorbé (eau)
r	Rayon moyen de pores capillaires (m)	K	Constante = f(t, σ, θ, μ, ρ ₀)
θ	Angle de raccordement (°)		

Donc, les valeurs σ (tension superficielle), θ (angle de raccordement du liquide à la paroi), μ (viscosité de l’eau), ρ₀ (masse volumique de l’eau) relatif à l’expérimentation restent des paramètres constants. La sorptivité peut être assimilée à une vitesse d’absorption d’eau. Cette vitesse moyenne de l’eau dans le capillaire est donc proportionnelle au carré du rayon du pore, ce qui montre que la taille du capillaire est un paramètre primordial sur la vitesse d’écoulement. A partir de ces résultats, on va pouvoir comparer l’évolution du coefficient d’absorption d’eau dans le temps, la sorptivité (Tableau 27) qui représente la vitesse d’absorption mais aussi l’évolution globale de la taille des pores capillaires en connaissant la porosité (Tableau 26) et la sorptivité (équation 7).

$$r = \text{Cte} \left(\frac{S}{p_w} \right)^2 \quad \text{Eq.8}$$

Il apparaît au vu des résultats consignés dans le Tableau 27 que l’incorporation de SBC dans un mélange de type mortier va favoriser l’élargissement du rayon moyen des pores capillaire comparativement à celui du matériau de référence (Ref-C2). Cet accroissement varie de 7 à 21% ce qui peut avoir à long terme des répercussions sur les propriétés de transfert et particulièrement au comportement diffusif du matériau en phase liquide.

4.5.3 Déformations différées de retrait

Pour la conception d'éléments en béton, il est essentiel de vérifier les variations dimensionnelles du matériau dans le temps. Il est donc nécessaire d'estimer l'influence de la substitution du ciment par 25% de fines recyclées (SBC-Par1) sur les déformations différées. Dans cette étude, les déformations de retrait ont été suivies sur mortiers avec un comparateur jusqu'à la stabilisation finale des déformations (70 jours). Deux modes de conservation ont été considérés :

- En mode endogène, le retrait mesuré représente le comportement au cœur du matériau puisqu'il est obtenu expérimentalement en empêchant tout échange hydrique avec l'extérieur.
- En dessiccation, le retrait mesuré prend en compte le gradient hydrique entre l'éprouvette (HR > 85%) et la pièce où sont stockés les échantillons (HR = 55%). Il faut noter que le retrait en dessiccation prend en compte le retrait endogène et le retrait généré par la variation hydrique du matériau (retrait de dessiccation) (Proust, 2002).

La campagne expérimentale qui suit et étudie le comportement différé de retrait a été menée sur mortier à composition normale avec les ciments C1 et C2.

Les Figure 42 et Figure 43 présentent les résultats de retrait en dessiccation et endogène pour les différents mortiers. A partir de ces graphes, le Tableau 28 synthétise les caractéristiques relatives aux évolutions du retrait pour les matrices à base de SBC (cinétique de déformation, temps et valeur de stabilisation de la déformation).

L'ensemble de ces résultats permet de faire les constatations suivantes :

- Concernant la cinétique de déformation initiale et ce quel que soit le ciment utilisé (C1 ou C2), l'évolution du retrait endogène semble être ralenti avec l'incorporation de SBC. Cela pourrait être dû à l'effet de dilution du ciment. Aucune modification de comportement n'est observée en dessiccation.
- Concernant la valeur de déformation stabilisée (au-delà de 60 jours), il semble que l'incorporation d'une fine recyclée (SBC) soit profitable au matériau pour les deux types de conservation (endogène et en dessiccation). Cette tendance s'observe pour les mélanges à base de ciment au clinker (CEM I ou C1) et de ciment composé (CEM II ou C2).

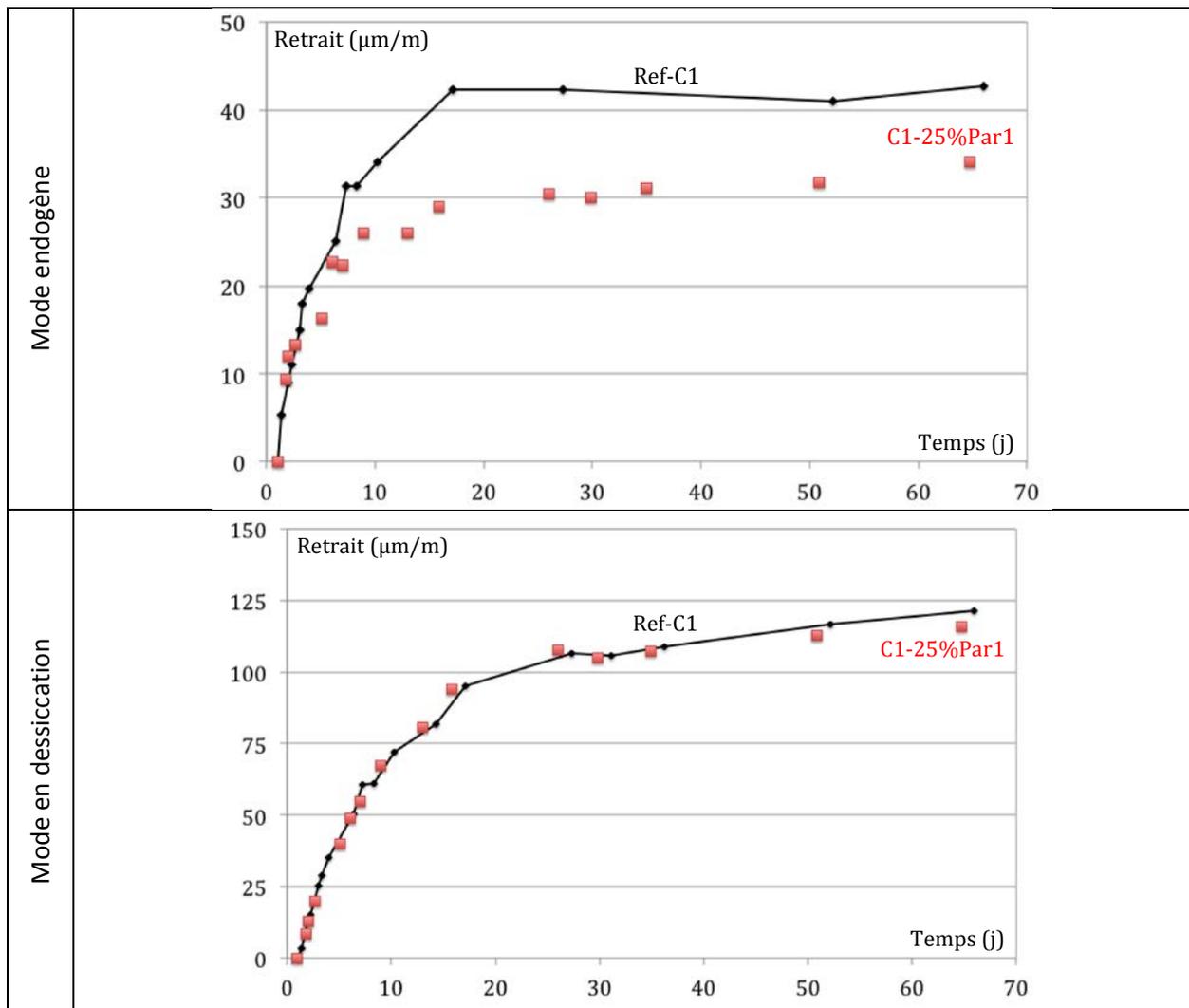


Figure 42 – Evolution des déformations de retrait dans le temps pour les mortiers à base de CEM I (C1)

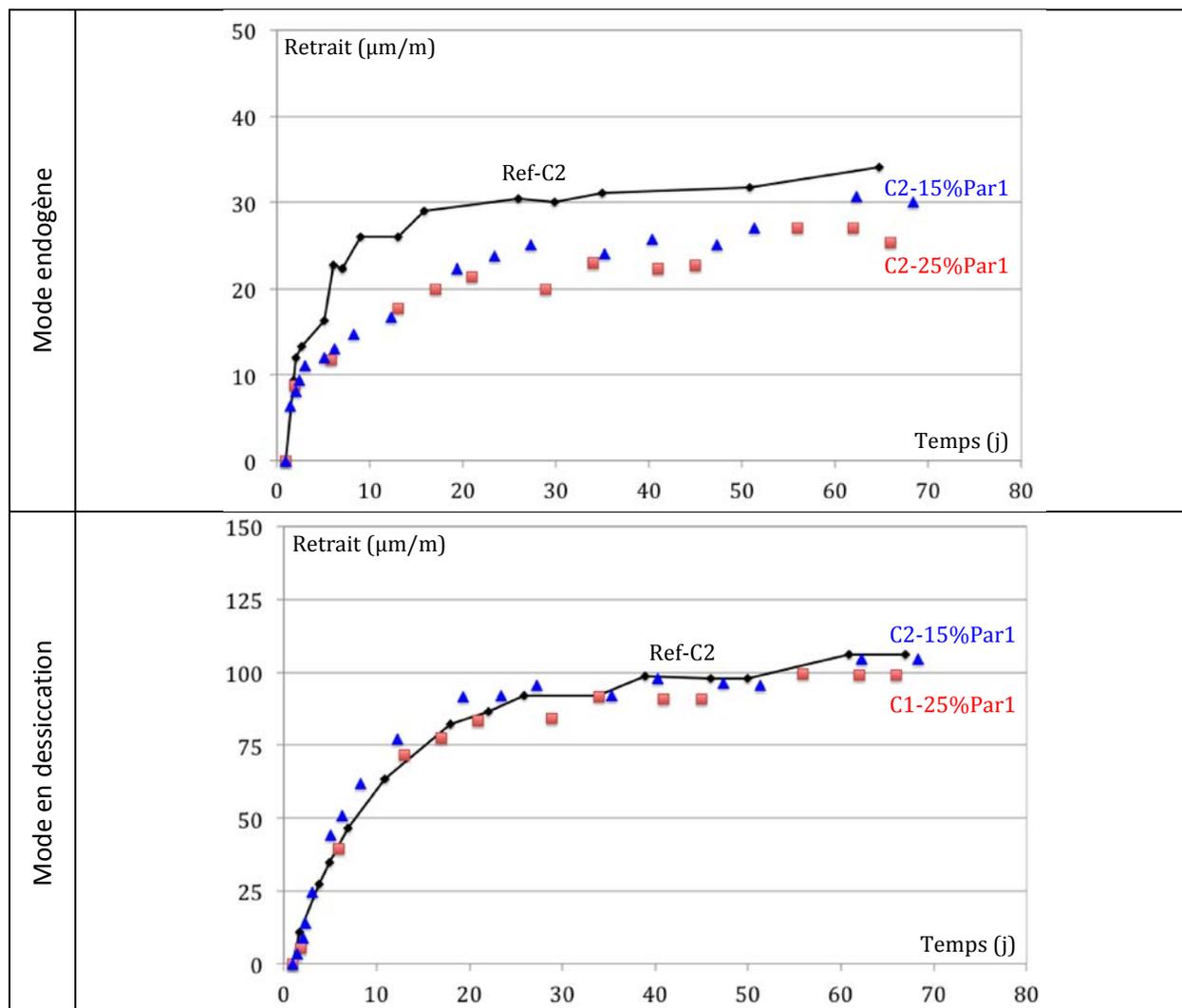


Figure 43 – Evolution des déformations de retrait dans le temps pour les mortiers à base de CEM II (C2)

Tableau 28 – Caractéristiques relatives aux déformations différées de retrait (M-Ci-X%Par1)

Désignation	Cinétique de déformation initiale (μm/m/j)	Temps de stabilisation de la déformation (j)	Déformation maximale stabilisée (μm/m)
M-Ref-C1	4,0/7,9	17/31	42/120
M-C1-25%Par1	2,7/8,5	16/26	36/106
M-Ref-C2	2,8/6,2	20/39	34/116
M-C2-15%Par1	1,0/8,9	27/27	27/100
M-C2-25%Par1	0,8/6,0	35/34	30/104
	End*/En dess*	End*/En dess*	End*/En dess*

* Mode endogène sans échange hydrique avec l'ambiance extérieure.

** En dessiccation avec échange hydrique avec l'ambiance extérieure.

Ainsi, avec l'incorporation de SBC et/ou l'utilisation d'un CEM II, la dilution du clinker dans la matrice du matériau génère une légère diminution des déformations de retrait. Ces modifications peuvent s'expliquer selon trois types de phénomènes dont les origines sont thermique (retour à l'équilibre thermique suite à la hausse de température plus basse engendrée par l'exothermie de la réaction d'hydratation (Tazana et al., 1995)), chimique (conséquence d'une « contraction Le Chatelier » modifiée (Le Chatelier, 1900)) et hydrique (tensions capillaires créées par le départ d'eau libre du réseau poreux modifié de la matrice (Munoz, 2000)).

5 Discussion : Caractéristiques des SBC et des FBC par rapport aux normes existantes concernant les additions

5.1 Principe

Les essais effectués pour étudier les effets des SBC/FBC dans les matrices cimentaires ont montré que ces matériaux se comportent presque comme des fines inertes, malgré une légère activité chimique. Dans l'éventualité d'une utilisation future de ces fines dans les bétons, il est pertinent d'amorcer une discussion sur les critères normatifs qui pourraient être retenus pour ce type de matériaux. Pour ce faire, nous proposons de s'appuyer sur les normes existantes de différentes additions, et de commenter chaque propriété par rapport aux SBC/FBC. Bien entendu, cette approche est quelquefois subjective et l'interprétation peut être discutable, mais elle fournit des premiers éléments pour alimenter la discussion.

Normes utilisées pour la comparaison :

- AFNOR, NF P18-508 - Additions pour béton hydraulique - Additions calcaires - Spécifications et critères de conformité (Tirage 2 (2012-02-01))
- AFNOR, NF P18-509 - Additions pour béton hydraulique - Additions siliceuses - Spécifications et critères de conformité
- AFNOR, NF EN 450-1 - Cendres volantes pour béton - Partie 1 : définition, spécifications et critères de conformité (2012-10-01)
- AFNOR, NF EN 15167-1 - Laitier granulé de haut-fourneau moulu pour utilisation dans le béton, mortier et coulis - Partie 1 : définitions, exigences et critères de conformité (2006-09-01)

Les différents critères sont résumés dans le Tableau 29 (exigences chimiques) et dans le Tableau 30 (exigences physiques). La discussion sur chacun des critères est donnée dans la section 5.2.

5.2 Pertinence des critères

5.2.1 Exigences de composition

5.2.1.1 Exigence de composition sur les éléments majeurs (^a dans la dernière colonne du Tableau 29)

Les additions minérales normalisées sont généralement associées à des compositions relativement bien définies, en fonction de leur origine : Additions de type I : carbonate de calcium (et calcium/magnésium) pour les additions calcaires, quartz (ou cristobalite) pour les additions siliceuses.

Additions de type II : teneur élevée en phase réactive (verre) principalement à base de silice et d'alumine pour les cendres volantes.

Dans le cas des fines de bétons recyclés, la composition en éléments majeurs dépend fortement de l'origine des granulats ayant composé le béton initial. Il peut donc devenir difficile de fixer des exigences sur les teneurs minimales en silice, calcium et alumine.

5.2.1.2 Exigence de composition sur les éléments potentiellement néfastes (^b dans la dernière colonne du Tableau 29)

Il est reconnu que plusieurs éléments contenus dans des additions peuvent avoir des effets néfastes sur les propriétés des ciments et des bétons, même s'ils ne sont présents qu'en faible quantité. C'est pourquoi il est recommandé de limiter leur quantité dans les additions. C'est le cas notamment :

- des chlorures (corrosion des armatures) ; dans les FBC, la présence de chlorures devrait vraisemblablement venir soit des milieux marins (embruns, contact maritime), soit des sels de déverglaçage.
- des sulfates (réaction sulfatique) ; dans les FBC, des sulfates sont présents à cause du sulfatage du ciment initialement utilisé, mais on peut potentiellement en retrouver des quantités non négligeables (exemple : plâtre) si le tri lors de la déconstruction n'est pas effectué correctement. Il n'est pas impossible que certains sulfates des FBC puissent venir de l'eau de mer ou des sols riches en sulfates.
- de la chaux libre (gonflements)
- des matières organiques (retard de prise et de durcissement, interaction avec les adjuvants) ; dans les FBC, la matière organique peut provenir des adjuvants, mais plus vraisemblablement des impuretés (bois et plastiques par exemple) présentes dans les matériaux de déconstruction et non triées lors des phases de sélection et de concassage dans les centres de traitement des bétons recyclés.
- des alcalins (réaction alcali-granulats)
- des oxydes de magnésium

- des phosphates (retards de prise)

Il faut cependant spécifier que certains de ces éléments peuvent avoir des effets bénéfiques sur les ciments et les bétons, par exemple l'amélioration de la réactivité à jeune âge. Ainsi, les chlorures (CaCl_2 , NaCl), les sulfates (CaSO_4 , $\text{CaSO}_4 \cdot 0.5\text{H}_2\text{O}$, $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, Na_2SO_4 , K_2SO_4), la chaux libre et les alcalins sont souvent utilisés comme matériaux pour activer l'hydratation des ciments et des additions à très jeune âge.

5.2.1.3 Exigence de composition moins pertinents (^c dans la dernière colonne du Tableau 29)

Certains critères sont spécifiques à des additions données et pourraient être peu pertinents quant à la qualification des fines de bétons recyclés. Ce pourrait être le cas :

- des sulfures (caractéristiques des laitiers) et du soufre total (additions calcaires et siliceuses) ; dans ce dernier cas, il serait possible de garder le critère en tant qu'addition de type I.

5.2.2 Pertinence des essais chimiques

5.2.2.1 Essais probablement pertinents (^d dans la dernière colonne du Tableau 29)

La silice totale et la réactivité aux alcalins sont probablement des points importants à vérifier vis-à-vis des problèmes potentiels de réaction alcali-granulats. En effet, les FBC peuvent fournir deux éléments essentiels à la RAG, à savoir des alcalins et de la silice soluble à plus ou moins long terme. Cet aspect est à mettre en lien avec l'étude RAG du PN, réalisée dans le thème 2.

5.2.2.2 Essais dont la pertinence est à discuter (^e dans la dernière colonne du Tableau 29)

L'essai au bleu de méthylène sert essentiellement à s'assurer qu'il n'y a pas des quantités trop importantes d'argiles dans les additions provenant de sources naturelles (additions calcaires et siliceuses). Sauf en cas de contamination, il est assez peu probable qu'il y ait un nombre important de particules argileuses dans les FBC. Il faudra néanmoins vérifier que certains granulats, lorsqu'ils sont broyés, ne génèrent pas trop de ce type de fines.

La perte au feu sert par exemple à vérifier qu'il ne reste pas trop d'imbrulés dans les cendres volantes. Les FBC étant potentiellement constituées de granulats calcaires broyés, il paraît peu pertinent d'effectuer cette mesure.

5.2.3 Exigences physiques

5.2.3.1 Caractéristiques et essais pertinents (^f dans la dernière colonne du Tableau 30)

La finesse Blaine est employée pour caractériser la finesse des ciments et des additions telles que les additions calcaires et siliceuses, ainsi que les laitiers. Vu l'importance de ce paramètre pour la plupart des additions, la définition d'une valeur minimale à respecter semble pertinente.

De la même façon, il pourrait être avantageux de fixer des critères de granulométrie, mais il convient d'être prudent quant aux tests à effectuer. En effet, l'utilisation de tests sous eau (par exemple granulométrie laser en voie humide) peut mener à des résultats erronés, à cause de la possible dissolution de fines particules dans l'eau. Il faudra alors préférer l'utilisation de fluides porteurs tels que l'éthanol ou le méthanol.

L'indice d'activité est évidemment un essai très important pour caractériser l'activité physique et chimique des FBC.

L'essai de stabilité est surtout pertinent dans le cas de la possible production de produits expansifs.

Le temps de début de prise est une propriété importante qui doit être maîtrisée.

5.2.3.2 Caractéristiques et essais dont la pertinence est à discuter (^g dans la dernière colonne du Tableau 30)

La masse volumique absolue peut être variable en fonction des minéraux présents dans le béton recyclé.

L'eau nécessaire au gâchage est surtout utilisée pour les cendres volantes.

La teneur en eau peut fortement dépendre de l'origine du béton recyclé.

Tableau 29 – Exigences chimiques des normes additions – pertinence des critères normatifs pour les SBC/FBC

😊 : critère pertinent

😐 : critère dont la pertinence est à discuter

😞 : critère moins pertinent

Exigences	Méthode d'essai	Addition calcaire	Addition siliceuse	Cendre volante	Laitier	SBC/FBC
		NF P18-508 (2012-01-01)	NF P18-509 (2012)	NF EN 450-1 (2012)	NF EN 15167-1	Pertinence des critères
Exigences chimiques						
Carbonate de calcium et carbonates totaux	NF EN 196-2	CaCO ₃ : >95% (A), >65% (B) CaCO ₃ +MgCO ₃ : >95% (A), >90% (B)	---	---	---	😐 ^a
Silice (SiO ₂)	NF EN 196-2	---	> 96,0%	---	---	😐 ^a
Silice (SiO ₂), alumine (Al ₂ O ₃) et oxyde de fer (Fe ₂ O ₃)	NF EN 196-2	---	---	> 70,0%	---	😐 ^a
Chlorures (Cl ⁻)	NF EN 1744-1 NF EN 196-21	< 0,10%	< 0,10%	< 0,10%	< 0,10%	😊 ^b
Sulfates (SO ₃)	NF EN 1744-1	< 0,15%	---	< 3,0%	< 2,5 %	😊 ^b
Sulfures	NF EN 196-2	---	---	---	< 2,0 %	😞 ^c
Soufre total (S)	NF EN 1744-1	< 0,4%	< 0,15%	---	---	😞 ^c
Oxyde de calcium libre	EN 451-1	---	---	si > 1,5 % en masse, vérification de la stabilité	---	😊 ^b
Oxyde de calcium réactif	3.1 de l'EN 197-1:2011	---	---	< 10,0 %	---	😐
Teneur en matières organiques	NF EN 13639 NF EN 1744-1	< 0,2%	< 0,2%	---	---	😊 ^b
Essai au bleu de méthylène	NF EN 933-9	< 3 g/kg (A) < 10 g/kg (B)	< 3 g/kg	---	---	😊 ^e
Silice totale et réactivité aux alcalins		*	**	---	---	😊 ^d
Teneur en alcalins	NF EN 196-2	doit être déclarée	doit être déclarée	< 5,0%	---	😊 ^b
Oxyde de magnésium	NF EN 196-2	---	---	< 4,0 %	< 18,0 %	😊 ^b
Phosphate	ISO 29581-2	---	---	< 5,0%	---	😊 ^b
Perte au feu	NF EN 196-2	---	< 0,35%	< 5, 7 ou 9%	< 3,0 %	😐 ^e

* Une addition calcaire est qualifiée non réactive (NR) vis-à-vis des alcalins si elle renferme moins de 4 % de silice totale ou si la différence entre la silice totale et le quartz est inférieure à 3 %. Dans le cas contraire ou en cas de doute, on devra qualifier les additions calcaires vis-à-vis de l'alcali-réaction (voir FD P 18-542).

** Une addition siliceuse est qualifiée non réactive (NR) vis-à-vis des alcalins si la différence entre la silice totale et le quartz est inférieure à 3 %. Dans le cas contraire, on devra qualifier l'addition siliceuse vis-à-vis de l'alcali-réaction conformément au fascicule de documentation FD P18-542.

Tableau 30 – Exigences physiques des normes additions – pertinence des critères normatifs pour les SBC/FBC

😊 : critère pertinent

😐 : critère dont la pertinence est à discuter

😞 : critère moins pertinent

Exigences	Méthode d'essai	Addition calcaire	Addition siliceuse	Cendre volante	Laitier	SBC/FBC
		NF P18-508 (2012-01-01)	NF P18-509 (2012)	NF EN 450-1 (2012)	NF EN 15167-1	Pertinence des critères
Exigences physiques						
Finesse Blaine***	NF EN 196-6	> 300 m ² /kg (A) > 220 m ² /kg (B)	FM : > 300 m ² /kg FH : > 600 m ² /kg	---	> 275 m ² /kg	😊 ^f
Granularité	F _M : NF EN 933-10 F _H : granulomètre laser	Voir ci-dessous	Voir ci-dessous		---	😊 ^f
Masse volumique absolue	NF EN 1097-7	---	Qz : 2650 ± 50 kg/m ³ Cb : 2350 ± 50 kg/m ³	---	---	😐 ^g
Indice d'activité	NF EN 196-1	> 71% à 28 jours	> 71% à 28 jours (F _M) > 80% à 28 jours (F _H)	> 75% à 28 jours > 85% à 90 jours	> 45% à 7 jours > 70% à 28 jours	😊 ^f
Stabilité	NF EN 196-3	---	---	< 10mm		😊 ^f
Temps de début de prise	NF EN 196-3	---	---	< 2 fois la référence	< 2 fois la référence	😊 ^f
Eau nécessaire au gâchage		---	---	< 95% de la référence	---	😞 ^g
Teneur en eau	NF EN 1097-5	< 1%	< 1%	---	< 1%	😞 ^g

*** finesse Moyenne : FM ; finesse Haute : FH

6 Conclusions et perspectives

Ce rapport donne les résultats d'une étude dont le but est d'évaluer la possibilité d'utiliser des sables de bétons recyclés broyés (SBC) et des fines de dépoussiérage de bétons recyclés (FBC) en tant qu'addition minérale dans les matériaux cimentaires. L'étude vise à établir la carte d'identité des SBC et FBC (caractérisation physico-chimique), à évaluer leurs activités hydraulique et pouzzolanique dans des pâtes, ainsi qu'à déterminer leur effet à court et moyen termes sur des mortiers (en vue notamment d'une évaluation normative). Quatre SBC (Paris, Lyon, Lille et Strasbourg) et une FBC (Paris) sont étudiés, la surface spécifique Blaine des SBC obtenue par broyage étant entre 4500 et 7500 cm²/g.

Les résultats de caractérisation montrent que les compositions chimiques et minéralogiques des SBC dépendent fortement de la nature des granulats constituant le béton d'origine, les teneurs en silice étant élevées pour les quatre origines. Seul la FBC présente des teneurs en calcium et en hydrates (CH, Aft et C-S-H) supérieures. La morphologie des SBC est plutôt anguleuse, avec des grains multiphasiques comprenant de la pâte et des minéraux provenant des granulats. Celle des FBC se présente sous une forme plus arrondie avec moins de rugosité.

Les SBC et FBC entraînent une légère détérioration de la maniabilité des mortiers, mais les valeurs de temps d'écoulement demeurent dans l'ordre de grandeur des ciments Portland et composés courants. Les temps de prise ne sont pas modifiés, sauf pour les FBC qui accélèrent légèrement l'hydratation (confirmé par calorimétrie). La réactivité résiduelle des SBC et FBC demeure très faible, de l'ordre de quelques J/g. Leur mélange avec un ciment modifie peu l'hydratation de ce dernier. Seule l'eau de lixiviation des fines permet d'accélérer légèrement l'hydratation d'un CEM I.

L'évaluation de la réactivité pouzzolanique selon la méthode de Frattini montre que les fines ne possèdent pas de réactivité pouzzolanique en présence de ciment. Leur mélange avec de la chaux confirme néanmoins une légère activité, caractérisée par une consommation de chaux et une production d'hydrates de type C-S-H et C-A-S-H. Cette activité n'entraîne pas d'amélioration significative des performances mécaniques, les résistances étant proportionnelles à la quantité de ciment dans les mélanges (effet de dilution des fines). Les meilleurs résultats sont obtenus avec un CEM II, ce qui montre qu'il pourrait être avantageux de remplacer une fraction de ces ciments par des SBC ou FBC. Les propriétés de transfert et le retrait ne sont pas dégradés par l'utilisation de fines de bétons recyclés.

On conclut de ces essais que les SBC et FBC ne peuvent pas être considérées comme des additions de type II (pouzzolaniques), mais plutôt comme des additions de type I (fillers).

7 Références

- (AFPC, 1997) AFPC AFREM. Méthodes recommandées pour la mesure des grandeurs associées à la durabilité. Compte rendu des journées techniques AFPC-AFREM, Durabilité des bétons, 1997.
- (Andriolo et Sgaraboza, 1985) Andriolo F.R, Sgaraboza B.C. Proceeding of the 7th International Conference of AAR, Grattan Bellow (éditeur), pp66-70, 1985.
- (Angulo et al., 2009) Angulo S.C, Ulsen C, John V.M, Kahn H, Cincotto M.A, 2009a. Chemical–mineralogical characterization of C&D waste recycled aggregates from São Paulo, Brazil. *Waste Management* 29, 721–730.
- (Bianchini et al., 2005) Bianchini G, Marrocchino E, Tassinari R, Vaccaro C, 2005. Recycling of construction and demolition waste materials: a chemical–mineralogical appraisal. *Waste Management* 25, 149–159.
- (Cabrera et Rojas, 2000) Cabrera J, Rojas M.F. Mechanism of hydration of metakaolin-lime-water system. *CCR (31-4)* pp177-182, 2000.
- (Cassagnabère, 2007) Cassagnabère F. Produits préfabriqués en béton filé : Vers l'amélioration des performances du matériau pour mieux gérer le procédé de production. Thèse de doctorat de l'Université de Toulouse (France), 2007.
- (Cassagnabère et al., 2009) Cassagnabère F, Mouret M, Escadeillas G. Early hydration of clinker–slag–metakaolin combination in steam curing conditions, relation with mechanical properties, *Cement and Concrete Research* 39 (2009) 1164–1173.
- (Cassagnabère et al., 2012) Cassagnabère F, Mouret M, Lachemi M, Escadeillas G, Rakotoarimanga A, Bertrand A. Impact du taux de substitution de sable recyclé sur les propriétés d'un mortier étuvé, Colloque International Francophone NoMaD 2012, LMDC / AUGC, Toulouse, France, 19-20 Novembre 2012.
- (Chahinez et Hacène, 2009) Chahinez A, Hacène H. LES PERFORMANCES DES MORTIERS AVEC DIFFERENTES ADDITIONS MINERALES SBEIDCO- 1st International Conference on Sustainable Built Environment Infrastructure in Developing in Developing Countries ENSET Oran (Algeria)–October 12-14, 2009.
- (Cyr et al., 2005) Cyr M, Lawrence P, Ringot E. Mineral admixtures in mortars: Quantification of the physical effects of inert materials on short-term hydration. *Cement and Concrete Research*, Volume 35, Issue 4, April 2005, Pages 719-730.
- (Cyr et al., 2006) Cyr M, Lawrence P, Ringot E. Efficiency of mineral admixtures in mortars: Quantification of the physical and chemical effects of fine admixtures in relation with compressive strength. *Cement and Concrete Research* 36 (2006) 264 – 277.
- (De Juan et Gutiérrez, 2009) De Juan M.S, Gutiérrez P.A. Study on the influence of attached mortar content on the properties of recycled concrete aggregate. *Construct Build Mater* 2009; 23(2):872–7.
- (Duchesne et Bérubét, 1995) Duchesne J, Bérubét M.A. Effect of supplementary cementing materials on the composition of cement hydration products. *Adv Cem Bas Mat* (2), pp42-53, 1995.

- (Farage et al., 2003) Farage M.C.R, Sercombe J, Galle C. Rehydration and microstructure of cement paste after heating at temperatures up to 300° C. *Cement Concrete Res* 2003;33(7):1047–56.
- (Féret, 1892) Sur la compacité des mortiers. *Annales des Ponts et Chaussées, Série 7, 4* : 5-164.
- (Fridichova et al., 2006) Fridrichova M, Kulisek K, Brauner J. Utilizacion de hormigones reciclados en la industria del cemento. *Cemento-Hormigon*, 872, pp. 26-50, 2006.
- (Garcia-Diaz, 1995) Garcia-Diaz E. Réactivité pouzzolanique des métakaolinites : corrélations entre les caractéristiques minéralo-géologique des kaolins. Thèse de doctorat de l'Ecole des Mines de St Etienne, 1995.
- (Hansen, 1992) Hansen T.C. In: "Recycling of Demolished concrete and Masonry"-Report of Technical Committee 37-DRC (Demolition and Reuse of concrete), Ed. Hansen T. C., Rilem Report 6, 336 p., 1992.
- (Hansen et Narud, 1983) Hansen T.D and Narud H. *ACI Concr. Int. Des. Const.* 5, 79-83 (1983).
- (Hewlett, 2003) Hewlett P.C. *Lea's Chemistry of Cement and Concrete (Fourth Edition)*, Elsevier Ltd. 2003.
- (Janssen et al., 2007) Janssen D.J, Vandenbossche J.M, Koubaa A. Optimizing the use of recycled concrete fines in slag-cement. *Material Science, ZKG International*, Vol 60, n° 4, pp. 88-95, 2007.
- (Jones, 2002) Jones T. « Metakaolin as a pozzolanic addition to concrete » dans J.Bensted P.Barnes, (éditeur). *Structure and performance of cement*, Londres : Spon press, pp372-398, 2002.
- (Klimesch et Ray, 1997) Klimesch D.S, Ray A. Use of the second-derivative differential thermal curve in the evaluation of cement-quartz with metakaolin addition autoclaved at 180 C, *Thermochimica Acta* 307 (1997) 167–176.
- (Kou et al., 2011) Kou S, Poon C, Agrela F, 2011a. Comparisons of natural and recycled aggregate concretes prepared with the addition of different mineral admixtures. *Cement and Concrete Composites* 33, 788–795.
- (Lawrence et al., 2003) Lawrence P, Cyr M, Ringot E. Mineral admixtures in mortars: Effect of inert materials on short-term hydration. *Cement and Concrete Research*, Volume 33, Issue 12, December 2003, Pages 1939-1947.
- (Lawrence et al., 2005) Lawrence P, Cyr M, Ringot E. Mineral admixtures in mortars effect of type, amount and fineness of fine, constituents on compressive strength. *Cement and Concrete Research* 35 (2005) 1092–1105.
- (LCPC, 2002) Caractéristiques microstructurales et propriétés relative à la durabilité des bétons : Méthodes de mesure et d'essai de laboratoire. Méthode d'essai N° :58, Edition LCPC, Paris, 2002.
- (Le Chatelier, 1900) Le Chatelier H. Sur les changements de volume qui accompagnent le durcissement des ciments. *Bulletins de la société de l'encouragement pour l'industrie nationale* 5eme série (5), 1900.
- (Ma et Wang, 2013) Ma X, Wang Z. Effect of Ground Waste Concrete Powder on Cement Properties. *Advances in Materials Science and Engineering*, Volume 2013, Article ID 918294.

- (Munoz, 2000) Munoz P. Rhéologie des bétons durcis : Approche couplée de la modélisation des retraits et fluages de bétons à hautes et très hautes performances. Thèse de doctorat de INSA Toulouse, 2000.
- (Nelfia et al., 2014) Nelfia L, Mahieux P-Y, Turcry Ph, Amine Y, Amiri O. Incorporation de fines de béton de démolition dans la fabrication de mortier par substitution du ciment. AUGC (2013).
- (Neville, 2000) Neville A. Propriétés des bétons, Eyrolles, Paris, 2000.
- (Ollivier, 2003) Ollivier J.P. Physico-chimie des matériaux cimentaires. Cours du DEA Génie Civil, Matériaux, Structure, INSA Toulouse et Université Paul Sabatier, 2003.
- (Osborn, 1999) Osborn G.J. Durability of Portland blast-furnace slag cement concrete. CCC (21), pp11-21, 1999.
- (Pacheco-Torgal et al., 2013) Pacheco-Torgal F, Tam V.W.Y, Labrincha J.A, Ding Y, de Brito J. Handbook of recycled concrete and demolition waste. Woodhead Publishing, Oxford (2013).
- (Pal et al., 2003) Pal S.C, Mukherjee A, Pathak S.R. Investigation of hydraulic activity of ground granulated blast furnace slag in concrete. CCR (33-9), pp1481-1486, 2003.
- (Proust, 2002) Proust E. Retrait et fluage des bétons autoplaçant : vers une meilleure compréhension des comportements différés. Thèse de doctorat de l'INSA Toulouse, 2002.
- (Ramachandran, 2001) Thermal Analysis, in: Handbook of analytical techniques in concrete science and technology - Principles, Techniques, and Applications, Edited by V. S. Ramachandran and James J. Beaudoin, Noyes Publications, 2001.
- (Richardson, 1999) Richardson I.G. The nature of C-S-H in hardened cement pastes. CCR (29), pp1131-1147, 1999.
- (Richardson, 2004) Richardson I.G. Tobermorite/jennite and tobermorite/calcium hydroxide based models for the structure of C-S-H: Applicability to hardened pastes of tricalcium silicate, β -dicalcium silicate, Portland cement, and blends of Portland cement with blast-furnace slag, metakaolin or silica fume. CCR (34-9) pp1733-1777, 2004.
- (Richardson 2007) Richardson I.G, Love C.A, Brough A.R. Composition and structure C-S-H in white Portland cement-20% metakaolin paste hydrated at 25°C. CCR (37-2), pp109-117, 2007.
- (Rojas et Cabrera, 2001) Rojas M.F, Cabrera J. Influence of MK on the reaction kinetics in MK/lime and water-blended cement systems at 20°C. CCR (31-4) pp519-527, 2001.
- (Sabir et al., 2001) Sabir B.B, Wild S, Bai J. Metakaolin and calcined clays as pozzolans for concrete: a review. CCC (23-6), pp441-454, 2001.
- (Saikia et al., 2006) Saikia N, Kato S, Kojima T. Thermogravimetric investigation on the chloride binding behavior of MK-lime paste. Thermochemica Acta (444-1), pp16-25, 2006.
- (Sedran, 1999) Sedran T. Rhéologie et rhéométrie des bétons : Application aux bétons autonivelants. Thèse de ENPC de Paris, 1999.
- (Serpell et Lopez, 2013) Serpell R, Lopez M. 2013, Reactivated cementitious materials from hydrated cement paste wastes. Cem. Concr. Compos. 39, 104–114.

- (Shui et al., 2008) Shui Z, Xuan D, Wan H, Cao B. 2008, Rehydration reactivity of recycled mortar from concrete waste experienced to thermal treatment. *Construction and Building Materials* 22, 1723–1729.
- (Taylor, 2000) Taylor H.F.W. *Cement chemistry*. 2nd ed, 1997.
- (Tazana et al., 1995) Tazana E, Miyazawa S, Kasai T. Chemical shrinkage and autogenous shrinkage of hydrating cement paste. *CCR (15-2)*, pp 288 292, 1995.
- (Topçu et Sengel, 2004) Topçu I. B, Sengel S. Properties of concretes produced with waste concrete aggregate. *Cement and Concrete Research*, 34, pp. 1307-1312, 2004.
- (Turanh, 1993) Turanh L, *Turkish Cham. of CE., Technical Congress Declarations Book (in Turkish)*, pp. 19-132, 1993.
- (Washburn, 1921) Washburn E.W. The dynamics of capillary flow. *Physical Review*, 1921, 17, 273–283.
- (Yu et al., 2013) Yu R, Shui Z, Dong J. Using Dehydrated Cement Paste as New Type of Cement Additive. *ACI Materials Journal*, V.110, No 4, July-August 2013, 395-401.
- NF EN 196-1 “Méthodes d'essais des ciments-Partie 1: Détermination des résistances mécaniques”. AFNOR sagaweb, 2006.
- NF EN 196-2 “Méthodes d'essais des ciments-Partie 2: Analyse chimique des ciments”. AFNOR sagaweb, 2013.
- NF EN 196-3 “Méthodes d'essais des ciments-Partie 3: Détermination du temps de prise et de la stabilité”. AFNOR sagaweb, 2009.
- NF EN 196-5 “Méthodes d'essais des ciments-Partie 5: Essai de pouzzolanité des ciments pouzzolaniques”. AFNOR sagaweb, 2013.
- NF EN 196-6 “Méthodes d'essais des ciments-Partie 6: Détermination de la finesse”. AFNOR sagaweb, 2012.
- NF EN 1097-7 “Essais pour déterminer les caractéristiques mécaniques et physiques des granulats-Partie 7 : détermination de la masse volumique absolue du filler – Méthode au pycnomètre”. AFNOR sagaweb, 2008.
- NF EN 12457-2 “Caractérisation des déchets - Lixiviation - Essai de conformité pour lixiviation des déchets fragmentés et des boues - Partie 2 : essai en bâchée unique avec un rapport liquide-solide de 10 l/kg et une granularité inférieure à 4 mm”. AFNOR, Sagaweb, 2012.
- NF P18 452 “Bétons – Mesure du temps d'écoulement des bétons et des mortiers aux maniabilimètres”. AFNOR sagaweb, 1988.
- NF P18 427 “Béton - Détermination des variations dimensionnelles entre deux faces opposées d'éprouvettes de béton durci”. AFNOR, Sagaweb, 1996.
- NF P18 459 “Béton - Essai pour béton durci - Essai de porosité et de masse volumique”. AFNOR, Sagaweb, 2010.

8 Annexes

8.1 Données principales des constituants

Ciment (données fournisseur au moment de la réception)
CEM II/A-L 42,5N CE CP2 NF (HOLCIM – Rochefort)

COMPOSITION DÉCLARÉE (en %)

<u>Constituant</u>		<u>Régulateur de prise</u>	
Clinker (K).....	87	Gypse.....	3,4
Laitier de haut-fourneau (S).....	—	Anhydrite.....	—
Schiste calciné (T).....	—	Autre sulfate de calcium.....	—
Sulfate de calcium (Cs).....	—		
Pouzzolanes naturelles (P).....	—		
Cendres volantes siliceuses (V).....	—	<u>Additif</u>	
Cendres volantes calciques (W).....	—	Agent de mouture HEA 252.....	0,04
Calcaires (L ou LL).....	11	Sulfate ferreux.....	0,25
Constituants secondaires.....	2		

RESISTANCES A LA COMPRESSION (en MPa)

1 jour.....	—	2 jours.....	29	7 jours.....	—	28 jours... ..	53
-------------	---	--------------	----	--------------	---	----------------	----

CARACTÉRISATION PHYSIQUE

<u>Sur poudre</u>		<u>Sur pâte pure</u>		<u>Sur mortier</u>	
Masse volumique (en g/cm ³).....	3,09	Besoin en eau (en %).....	27,9	Chal. hydr. 41h (en J/g).....	—
Surface massique (en cm ² /g).....	3700	Stabilité (en mm).....	1,1		
Indice de clarté.....	59,8	Début de prise (en min).....	150		

CARACTÉRISATION CHIMIQUE

PAF	INS	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₂	K ₂ O	Na ₂ O	S ⁻	Cl	CO ₂	CaO _{eq}	Na ₂ O eq actif
5,1	1,0	18,7	4,9	3,7	62,0	1,3	2,7	0,88	0,17	0,05	0,04	4,7	1,5	0,59
Composition potentielle du clinker :					C3A	7,9	C3S	61	C4AF	12				

CEM I 52,5R CE CP2 NF (LAFARGE – Le Teil)

• Constituants et composition du ciment

Principaux (%)		Secondaires (%)		Sulfate de calcium (%)		Additifs (g/t)	
Clinker	95	Calcaire (LL)	5	Gypse	5,6	Agent de mouture	AMA 14 2120
■ C3S	66,2	■ C4AF	8,15				
■ C3A	8,5	■ C2S	12,4				

• Caractéristiques physiques et mécaniques

	Valeur usine moyenne	Limites applicables à chacun des résultats (Réf : NF EN 197-1)		Limites applicables à chacun des résultats (Réf : annexe 1 du règlement de certification NF002)	
		minimum	maximum	minimum	maximum
Résistance à la compression 1 jour (MPa)	26,5				
■ Résistance à la compression 2 jours (MPa)	40,3	28		28	
■ Résistance à la compression 28 jours (MPa)	71,6	50		50	
■ Retrait à 28 jours (µm/m)	680				
■ Début de prise (min)	127	40		60	
Stabilité (mm)	0,5		10		10
■ Masse volumique (g/cm ³)	3,13				
■ Surface spécifique Blaine (cm ² /g)	4167				
Q12h (J/g)	269				
Q41h (J/g)	363				
L*	63,2				

• Caractéristiques chimiques (%)

MAXI : Valeurs limites applicables à chacun des résultats (Réf : NF EN 197-1, NF P 15-318, NF P 15 590)

	Valeur usine moyenne	MAXI		Valeur usine moyenne	MAXI		Valeur usine moyenne	MAXI
SiO ₂	20,20		S-- <	0,10	0,20	Insolubles	0,31	5,00
■ Al ₂ O ₃	4,40		Cl- <	0,10	0,10	■ CO ₂	1,39	
Fe ₂ O ₃	2,46		Perte au feu	2,17	5,00	CaO libre	0,62	
■ CaO	65,20		TiO ₂	ND			Valeur usine moyenne	Coef var
■ MgO	1,03		Cr VI <	2 PPM	2 PPM	■ Alcalins actifs	0,24	0,15
■ K ₂ O	0,17		■ P ₂ O ₅	0,24		■ Na ₂ OEq	0,24	
■ Na ₂ O	0,13		Non dosé	0,59				
■ SO ₃	3,41	4,00						
Total : 100,2								

Chaux éteinte

Calcium hydroxide for analysis EMSURE ACS, Reag. Ph Eur (Germany)

Spec. Values

Assay (acidimetric)	≥ 96.0	%
Substances insoluble in hydrochloric acid	≤ 0.03	%
Carbonate (as CaCO ₃)	≤ 3.0	%
Chloride (Cl)	≤ 0.005	%
Sulfur compounds (as SO ₄)	≤ 0.1	%
Heavy metals (as Pb)	≤ 0.003	%
Fe (Iron)	≤ 0.05	%
K (Potassium)	≤ 0.05	%
Mg (Magnesium)	≤ 0.5	%
Na (Sodium)	≤ 0.05	%
Sr (Strontium)	≤ 0.05	%

Conforms ACS, Reag. Ph. Eur.

Métakaolin (extrait fiche technique)

Métaaolin ARGICEM (norme NF-P18-513)-A-FM-WM (FUMEL –Brétou)

Composition chimique

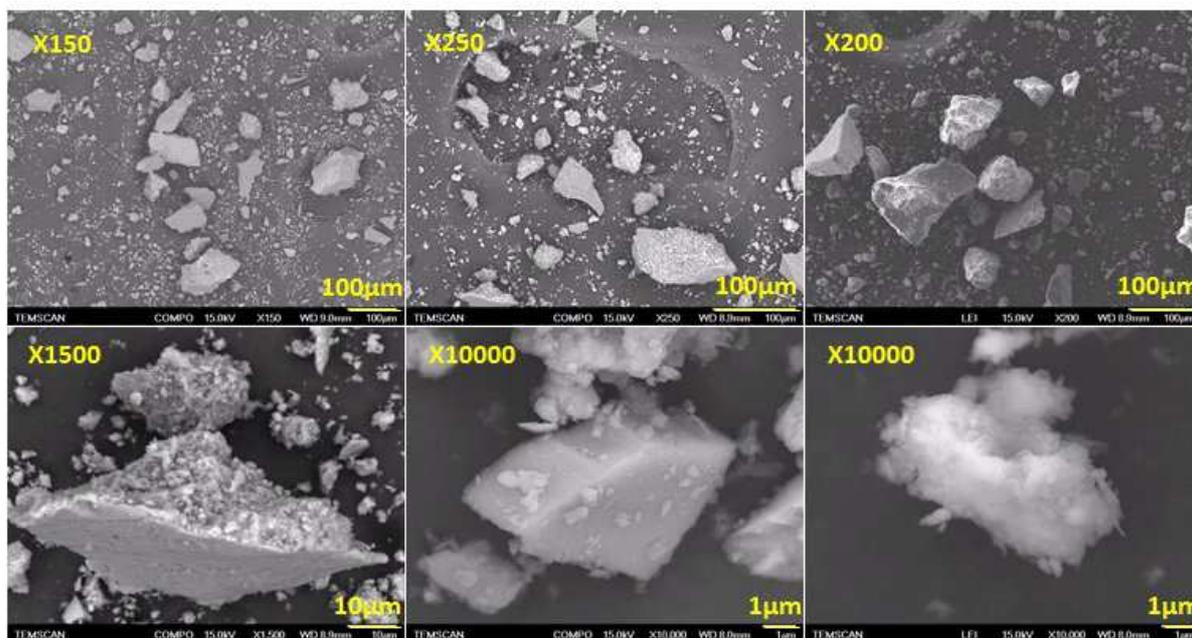
Paramètre recherché	Norme appliquée	Seuil maxi ou mini	Résultat d'essai
SiO ₂ + Al ₂ O ₃	(NF EN 196-2)	>90%	93,16 %
Chlorures	(NF EN 196-2)	<0,1%	0,003 %
Sulfates	(NF EN 196-2)	<1%	0,14 %
CaO libre	(NF EN 451-1)	<1%	0,36 %
Alcalins équivalents	(NF EN 196-2)	-	< 0,01 %
Oxyde Magnésium	(NF EN 196-2)	<1%	0,04 %
Perte au feu	(NF EN 196-2)	<4%	1,63 %
Fixation de l'hydroxyde de calcium	Essai Chapelle modifié	>700mg/g	754 mg/g

Caractéristiques physiques

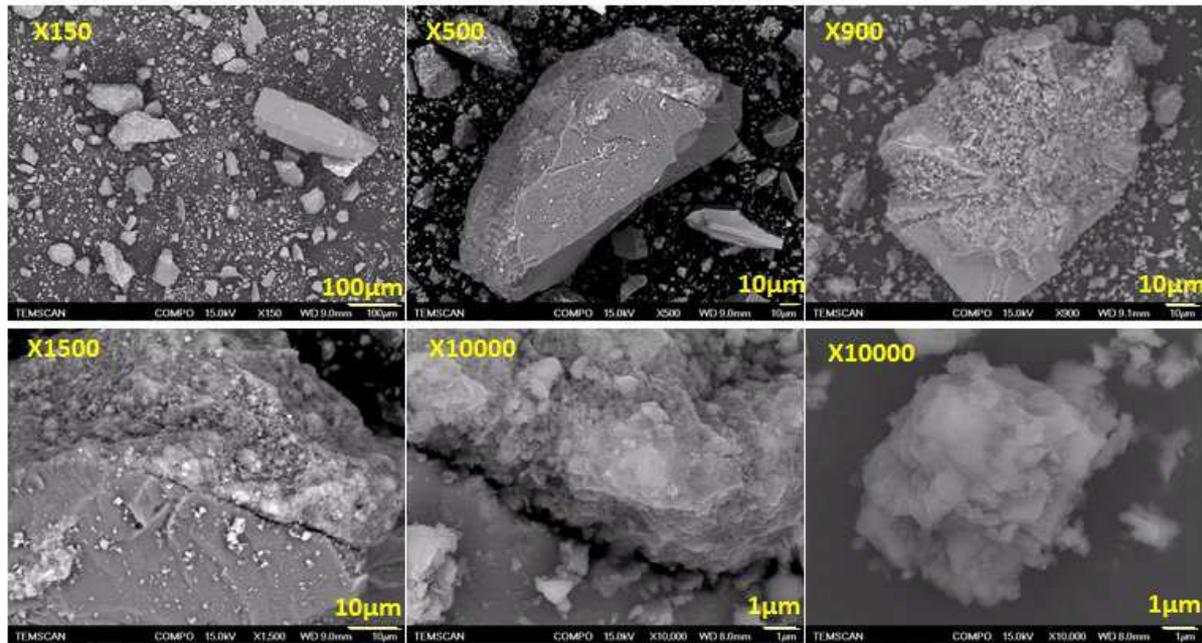
Valeur au Bleu de méthylène	(NF EN 933-9)	<10 g/kg	7,55 g/kg
Surface spécifique BET	(NF ISO 9277)	≥12,5 m ² /g	16 m ² /g
Masse volumique	(NF EN 1097-7)	-	2500 kg/m ³
Masse volumique en vrac	-	-	700 ± 100 kg/m ³
Indice d'activité 28 j	-	> 100% pour le type A	i ₂₈ = 105,5 sur mortier normalisé
Ecart sur le temps de début de prise	-	<25%	1,22 %
Rapport de demande en eau	-	<1,15 pour W _M	1,06
Absorption d'eau	-	-	18%
Passant à 0,063 mm	-	>70%	74,5 %
Passant à 0,08 mm	-	-	≥80%
Passant à 0,125 mm	-	-	≥ 95%

8.2 Observations MEB des SBC

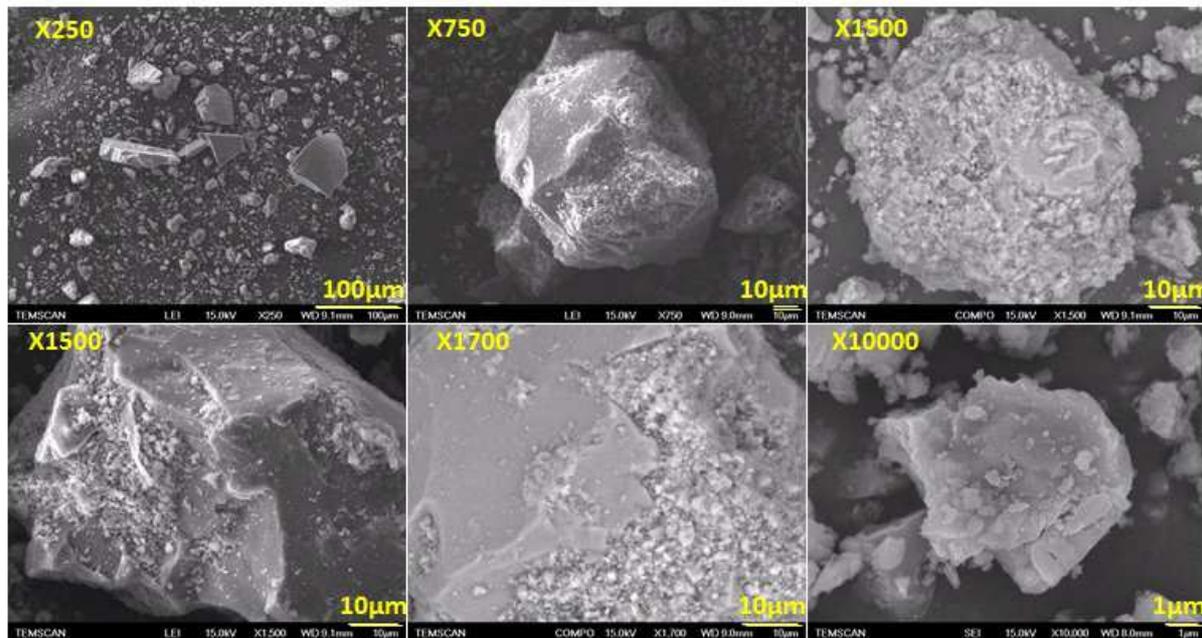
Morphologie des fines obtenues à partir du broyage du sable de béton recyclé – Strasbourg



Morphologie des fines obtenues à partir du broyage du sable de béton recyclé – Lille



Morphologie des fines obtenues à partir du broyage du sable de béton recyclé – Lyon



8.3 Broyage des SBC

