



Projet National de recherche et développement

RAPPORT DE RECHERCHE

Thème 2 : Alcali-réaction (applicabilité de la démarche RAG)

Auteurs :

JM. MECHLING – A. LECOMTE (IJL Nancy)
M. CYR (LMDC)
D. BULTEEL (LGCgE)

R/15/RECY/020
LC/13/RECY/32
LC/13/RECY/33
LC/13/RECY35
Juin 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

Sommaire

INTRODUCTION GENERALE	5
I- CARACTERISATION DES GBR DE L'ETUDE (ET ESSAIS COMPLEMENTAIRES SUR LES MATERIAUX DE REFERENCE DU PN).....	8
I- 1. PROVENANCES, QUANTITES DISPONIBLES, ECHANTILLONNAGE	8
I- 2. GRANULARITE.....	9
I- 3. MASSE VOLUMIQUE REELLE ET ABSORPTION D'EAU	11
I- 3.1. Mesures réalisées sur les GBR bruts	11
I- 3.2. Mesures réalisées sur des GBR enrichis en pâte ou en grains naturels.....	12
I- 4. CLASSIFICATION DES CONSTITUANTS DES GRAVILLONS GBR.....	12
I- 5. ANALYSE CHIMIQUE PAR FLUORESCENCE X.....	13
I- 6. PETROGRAPHIE GENERALE PAR DIFFRACTION DES RAYONS X ET ETUDE DE LAMES MINCES	15
I- 6.1. Analyses par diffraction des rayons X.....	15
I- 6.2. Compléments de pétrographie par étude des lames minces	18
II- SOLUBILITE POTENTIELLE DES ALCALINS ET DE LA SILICE DES MATERIAUX.....	22
II- 1. DOSAGE DES ALCALINS SOLUBLES	22
II- 1.1. Méthodologie	22
II- 1.2. Résultats	22
II- 2. DOSAGE DE LA SILICE SOLUBLE.....	25
II- 2.1. Méthodologie	25
II- 2.2. Résultats	25
II- 3. CARTOGRAPHIE DE LA REPARTITION DES ALCALINS AU NIVEAU DES DIFFERENTES PHASES	28
II- 3.1. Méthodologie	28
II- 3.2. Résultats	29
II- 4. DOSAGES DES ALCALINS ET DE LA SILICE SOLUBLES DANS DES GBR ENRICHIS EN PATE OU EN GRAINS.....	32
II- 4.1. Effets de l'enrichissement sur les alcalins solubles	32
II- 4.2. Effets de l'enrichissement sur la silice soluble	33
III- TESTS ACCELERES PAR MESURES D'EXPANSION SUR MORTIERS EN MILIEU SURALCALINISE (NF P18-594, §5.1)	35
III- 1. MODE OPERATOIRE, ESSAIS PRELIMINAIRES CROISES	35
III- 2. PROTOCOLE DE « PRESATURATION » DES SABLES RETENUS POUR LES ESSAIS ACCELERES SUR MORTIERS.....	38
III- 3. RESULTATS OBTENUS SUR LES MATERIAUX BRUTS	38
III- 4. EFFETS DE L'ENRICHISSEMENT SUR LES TESTS ACCELERES D'EXPANSION	40
IV- TESTS ACCELERES PAR MESURES D'EXPANSION SUR MICRO MORTIERS (MICROBARS) EN MILIEU SURALCALINISE (NF P18-594, §5.2).....	42
IV- 1. PROTOCOLE DE « PRESATURATION » DES SABLES RETENUS POUR LES ESSAIS ACCELERES SUR MICRO MORTIERS.....	42
IV- 1.1 Détermination du coefficient d'absorption d'eau du sable 0,16/0,63 pour les essais sur microbars issu du broyage d'un gravillon.....	43
IV- 1.2 Détermination du coefficient d'absorption d'eau de la fraction 0,16/0,63 mm pour les essais sur microbars issu du broyage d'un sable	44
IV- 2. ESSAIS PRELIMINAIRES.....	45
IV- 3. RESULTATS OBTENUS SUR LES MATERIAUX BRUTS.....	46

V- TESTS SUR BETONS – APPLICABILITE DE LA DEMARCHE FD P18-464	49
V- 1. REMARQUES PRELIMINAIRES.....	49
V- 2. MATERIAUX	49
V- 2.1 Ciments et additions.....	49
V- 2.2 Granulats.....	50
V- 3. FORMULATION DES BETONS ET BILAN DES ALCALINS.....	51
V- 3.1 Etat hydrique des granulats.....	51
V- 3.2 Procédure de pré-humidification des granulats	51
V- 3.3 Formulations des bétons	51
V- 3.4 Bilan d'alcalins dans la formulation	54
V- 4. MALAXAGE – ECHANTILLONNAGE – ESSAIS REALISES.....	55
V- 4.1 Protocole de malaxage.....	55
V- 4.2 Protocole d'échantillonnage.....	55
V- 4.3 Suivi de l'évolution du gonflement dans le temps	56
V- 4.4 Microscopie électronique à balayage (MEB).....	56
V- 5. RESULTATS – EXPANSIONS DES BETONS CONSERVES A 60°C	57
V- 5.1 Effet d'un taux croissant de GBR et SBR	57
V- 5.2 Cas particulier du mélange OR-OR fabriqué à partir du sable naturel PR	58
V- 5.3 Effet de la nature du GBR (formules OR-100R)	59
V- 5.4 Utilisation de GBR réactifs dans une formule s'approchant d'un cas réel (sans ajout d'alcalins)	61
V- 5.5 Effet du taux d'alcalins dans les formules	62
V- 5.6 Effet des additions sur les gonflements.....	66
V- 6. APPLICABILITE DE LA DEMARCHE DE LA NORME FD P18-464.....	68
V- 6.1 Méthodologie	68
V- 6.2 Granulats NR et teneur en alcalins élevée (cas 3)	70
V- 6.3 Granulats PR et teneur en alcalins faible (cas 5)	71
V- 6.4 Granulats PR et teneur en alcalins élevée (cas 8).....	72
V- 6.5 Bilan sur l'applicabilité de la démarche.....	73
VI- RECOMMANDATIONS.....	74
REFERENCES.....	77
ANNEXES	80

Introduction générale

Cette étude s'inscrit dans le cadre de la tranche 2 du Projet National Recybéton, thème 2, ligne 6, consacré à l'applicabilité de la démarche RAG (réaction alcali-granulat) aux GBR (granulats de bétons recyclés).

Elle a été menée conjointement par :

- l'Equipe Matériaux pour le Génie Civil de l'Institut Jean Lamour (IJL) - Université de Lorraine, Nancy ;
- le Département Génie Civil et Environnemental (DGCE) / Armines – centre de Douai membre du Laboratoire Génie Civil et géo-Environnement (LGCgE) - Université de Lille Nord de France ;
- le Laboratoire des Matériaux de Construction (LMDC) de l'Université Paul Sabatier et de l'INSA de Toulouse.

Rappelons que les GBR sont des matériaux particuliers, différents des granulats naturels, constitués de deux phases aux propriétés distinctes ; les granulats initialement utilisés dans le béton et la pâte de ciment durcie (généralement très poreuse). Ces deux phases peuvent se retrouver sous forme de grains individualisés mais, le plus souvent, elles sont intimement associées au sein de grains de toutes tailles. Chacune de ces phases peut contenir des alcalins et de la silice potentiellement réactive en teneurs variables, pouvant entraîner dans un nouveau béton une réaction alcali-granulat.

Le fil conducteur choisi pour guider cette étude a été celui de la norme FD P18-464 « Béton - Dispositions pour prévenir les phénomènes d'alcali-réaction » d'avril 2014, plus particulièrement la démarche appliquée aux formulations de béton devant répondre à un niveau de prévention B (le plus commun). Dans ce cadre, une formule de béton est acceptée si au moins l'un des quatre critères ci-dessous, résumés sur la Figure 1, est respecté :

- le béton est formulé avec des granulats non réactifs (selon FD P18-542) ;
- le béton est formulé avec des granulats PRP (selon FD P18-542), mais les conditions spécifiques de leur emploi sont respectées ;
- la formule de béton satisfait aux critères du bilan des alcalins ;
- la formule de béton satisfait aux critères de l'essai de performance.

Par ailleurs, le texte précise que l'utilisation, en quantité suffisante, d'additions minérales inhibitrices a pour effet de limiter, voire d'empêcher, le développement d'une alcali-réaction.

L'étude a donc consisté à vérifier si les GBR (du moins ceux testés) sont assimilables à des granulats naturels (au sens de la norme FD P18-464), en quantifiant et en situant tout d'abord les alcalins présents et pouvant être libérés dans les GBR (pâte, granulat). Il s'agissait ensuite de tester des mortiers et des bétons avec des GBR ayant différents taux d'alcalins (apportés par les GBR ou ajoutés aux mélanges). L'effet bénéfique d'additions inhibitrices a aussi été testé. Enfin, incidemment, les travaux ont permis de statuer sur la pertinence des méthodes de caractérisation établies en la matière pour les granulats à béton plus classiques.

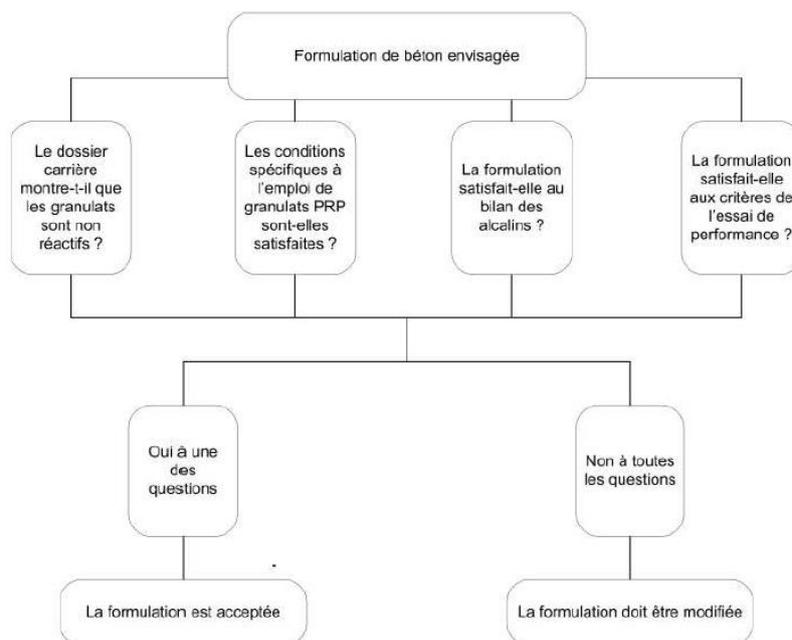


Figure 1 : Démarche d'une étude de potentialité RAG, tirée de la norme FD P18-464.

D'un point de vue pratique, le programme de l'étude a comporté trois aspects complémentaires :

- Le premier, mené conjointement par Armines – Centre de Douai et l'IJL, a consisté à caractériser le potentiel réactif vis-à-vis de la RAG des différents GBR (sables et gravillons) retenus pour l'étude. Les analyses réalisées ont visé à caractériser leurs propriétés physiques, chimiques et minéralogiques, et leurs teneurs en alcalins et en silice solubles. Ces données ont permis de calculer les quantités d'alcalins libres pour différentes formules de béton. Des essais accélérés d'expansion sur mortier ont également été réalisés sur les différents matériaux. L'ensemble des données obtenues ont ainsi fourni une première vision du potentiel réactif de ces GBR. D'autre part, les corrélations effectuées entre les analyses physico-chimiques et les essais accélérés ont donné également des informations utiles sur la pertinence des essais effectués. Notons que certains essais spécifiques, relatifs à l'étude du potentiel réactif vis-à-vis des alcalins, ont également été conduits sur les granulats (non GBR) « de référence » du PN Recybéton. Ces derniers étant utilisés en proportion importante dans certaines formules de béton (3^{ème} aspect de l'étude), il est important de pouvoir évaluer leur contribution éventuelle au développement des divers phénomènes étudiés.
- Le second, également mené conjointement par Armines – Centre de Douai et l'IJL, a visé à cerner le comportement et la contribution spécifique des deux phases constitutives des GBR - granulat et pâte de ciment durcie - au regard du comportement général des matériaux. Pour ce faire, certains GBR ont été enrichis en l'une ou l'autre des deux fractions grâce à un tri manuel des grains. La cartographie des alcalins par images MEB sur sections polies de différents grains de GBR a aussi été réalisée.
- Le troisième aspect, réalisé par le LMDC, a été consacré à l'étude de bétons incorporant les GBR étudiés précédemment. Cette phase avait pour objectif d'éprouver la démarche de prévention, au regard des données issues des deux étapes précédentes. Afin d'alléger le planning expérimental, elle a été axée principalement sur la substitution partielle ou totale des gravillons dans les bétons (par des gravillons de GBR). La substitution supplémentaire

du sable par des sables de GBR n'a été réalisée que sur quelques formules incorporant 30 et 100% de sable GBR (choix fondé sur l'hypothèse que les sables de GBR sont a priori moins aptes à être valorisés dans les bétons...). Enfin, l'impact de l'ajout d'additions minérales (métakaolin et laitier de haut-fourneau) sur deux formulations de béton présentant une RAG a été testé.

I- Caractérisation des GBR de l'étude

(et essais complémentaires sur les matériaux de référence du PN)

I- 1. Provenances, quantités disponibles, échantillonnage

Les GBR de cette étude ont été fournis par le PN Recybéton. Ils sont issus de quatre plateformes de production situées à proximité des villes de Lille, Lyon, Paris et Strasbourg (les matériaux sont désignés par leur ville d'origine dans la suite de l'étude).

Chaque plateforme a fourni un sable (0/4 pour Paris et Strasbourg ; 0/6 pour Lille et Lyon) et un ou des gravillons (4/20 pour Lille, Lyon et Strasbourg ; 4/10 et 10/20 pour Paris). Le Tableau 1 donne les quantités mises à disposition pour chaque coupure et chaque provenance.

Parallèlement à ces matériaux, des granulats naturels ont également été fournis par le PN Recybéton pour la réalisation des essais sur bétons. Ces matériaux utilisés comme référence caractéristique des granulats naturels sont un sable 0/4 siliceux et deux gravillons calcaires 4/10 et 6,3/20 (fournis en big-bags). Dans le cadre de cette étude, ces matériaux n'ont fait l'objet que de quelques caractérisations (analyse élémentaire) et essais complémentaires spécifiques (silice et alcalins solubles), leur caractérisation détaillée ayant été effectuée par ailleurs (Étude CTG, Tranche 1 PN Recybéton).

Enfin, des sables et gravillons naturels composés de calcite à plus de 99% et produits par la société OMG S.A (Gamme blanc-bleuté de marbre de Saint-Béat (31)) ont été utilisés comme granulats non réactifs dans certaines formules. Les coupures 0/5, 5/8 et 8/16 ont remplacé les granulats naturels du PN dans une 2^e série d'essais, à cause du caractère alcali-réactif des granulats naturels fournis par le PN (voir section subséquente).

Tableau 1 : Quantités disponibles de GBR, provenances et désignations.

Désignation	Lille	Lyon	Paris	Strasbourg
Provenance	Recyclage des Matériaux du Nord, Recy-Grand-Nord à Lille	Armailler à Bourg-lès-Valence	DLB, Pont-Yblon à Gonesse	Léonhart Recyclage à Rixheim
Tendance minéralogique	silico-calcaire	silico-calcaire	silico-calcaire, riche en silex	essentiellement siliceux
0/6* ou 0/4	500 kg	500 kg	500 kg	500 kg
4/10	-	-	400 kg	-
10/20	-	-	400 kg	-
4/20	600 kg	80 kg	-	600 kg

* Lille et Lyon

Les matériaux provenant du PN Recybéton ont été livrés en big-bags à l'IJL. Ils ont été soigneusement homogénéisés par brassage dans une bétonnière de grande capacité, puis reconditionnés en sacs hermétiques de 25 à 30 kg avant d'être répartis entre les laboratoires partenaires.

Les échantillons utilisés pour la réalisation des différents essais ont été généralement prélevés par quartage du contenu d'un ou de plusieurs sacs. Lorsque des essais de répétabilité ont été pratiqués, les prises d'essais ont été faites dans les différents sacs d'un même matériau.

I- 2. Granularité

Les analyses granulométriques des sables et des gravillons ont été réalisées selon la norme NF EN 933-1.

Les échantillons de sable ont été préalablement séchés à l'étuve à 105°C pendant 24h (masse sèche) avant de procéder à l'analyse granulométrique par voie humide. Les refus obtenus sur chaque tamis ont été séchés à 105°C pendant 24h, puis pesés. Les pourcentages massiques cumulés des différents passants, exprimés par rapport à la masse sèche initiale, sont donnés Tableau 2. La Figure 2 présente les courbes associées à ces valeurs.

Les analyses granulométriques des gravillons ont, quant à elles, été effectuées par voie sèche (séchage des échantillons 24h à 105°C). Les résultats complètent le Tableau 2. Les courbes granulométriques sont présentées Figure 3.

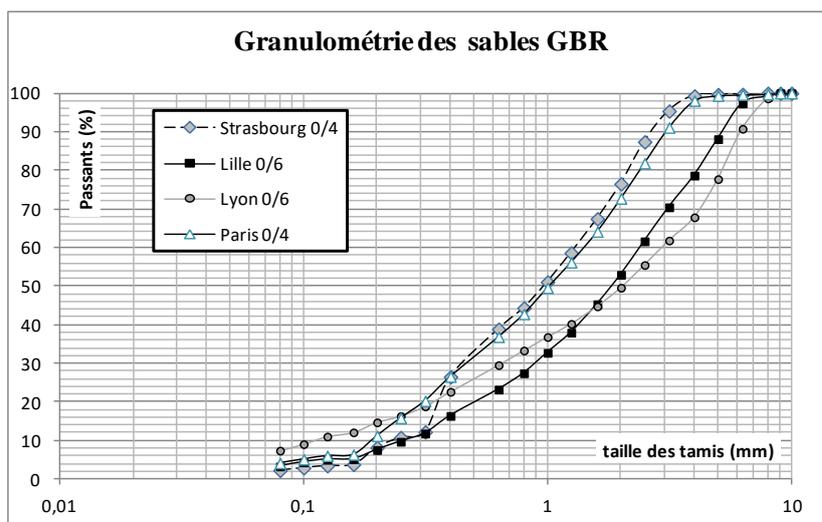


Figure 2 : Courbes granulométriques des différents sables GBR

On remarquera que :

- les granularités des sables de même fraction (0/6 pour Lille et Lyon, 0/4 pour Paris et Strasbourg) sont sensiblement identiques
- ces sables contiennent peu de fines (entre 2,2% et 7,2%).
- ces sables sont relativement grossiers puisque leurs D_{50} se situent respectivement vers 1 mm (0/4) ou 2 mm (0/6).

Tableau 2 : Passants des différents GBR.

Provenances	Lille	Lyon	Paris	Strasbourg
-------------	-------	------	-------	------------

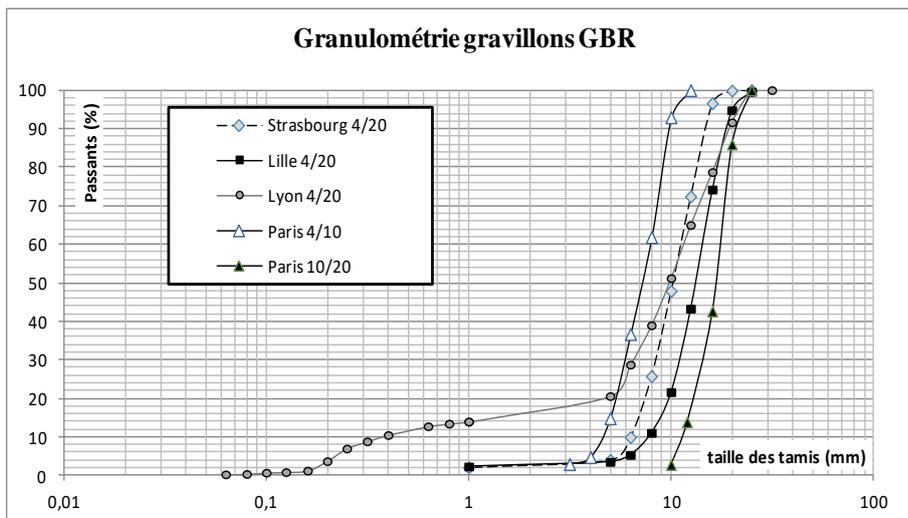


Figure 3 : Courbes granulométriques des différents gravillons GBR

Les granulométries des gravillons présentent des disparités plus marquées que celles des sables. Le gravillon 4/20 de Lyon se distingue très nettement des autres avec un spectre très étendu et un passant à 4 mm proche de 20%. Sa granularité ne serait a priori pas conforme aux spécifications de la norme NF P18-545 Article 10 (granulats pour bétons hydrauliques). Les autres gravillons présentent des granularités plus resserrées, le gravillon 4/20 de Lille étant toutefois plus grossier que celui de Strasbourg. Les deux coupures 4/10 et 10/20 de Paris diffèrent logiquement des autres gravillons.

I- 3. Masse volumique réelle et absorption d'eau

I- 3.1. Mesures réalisées sur les GBR bruts

La masse volumique réelle et l'absorption d'eau des GBR bruts ont été mesurées conformément à la norme NF EN 1097-6 sur les coupures 0,063/4 (sables) et d/D (gravillons). Les valeurs obtenues sont données Tableau 3. Elles correspondent à la moyenne de deux prises d'essai (valeurs toujours très proches). Les valeurs obtenues par le CTG, dans le cadre de la tranche 1 du PN Recybéton sur des gravillons de même origine, ont été reprises à titre de comparaison [Aït Alaiwa & Lavaux R., 2013]

Tableau 3 : Masse volumique réelle (MVR) et absorption d'eau (Ab) des différents GBR.

	MVR (t/m ³)		Ab (%)	
		données CTG		données CTG
Lille 0/6	2,043		10,8	
Lyon 0/6	2,175		8,6	
Paris 0/4	2,137	2,100	8,9	9,8
Strasbourg 0/4	2,132		8,7	
Lille 4/20	2,149		6,82	
Lyon 4/20	2,421		3,28	
Paris 4/10	2,255	2,270	6,05	5,4
Paris 10/20	2,227	2,290	6,34	5,6
Strasbourg 4/20	2,335		4,59	

La masse volumique réelle des gravillons GBR est proche de celle des bétons courants (environ 2,3 t/m³) avec toutefois une relative disparité, comprise entre 2,15 t/m³ (Lille) et 2,42 t/m³ (Lyon). Elles sont logiquement corrélées aux absorptions d'eau puisque les valeurs les plus basses (Lille, Paris) correspondent aux absorptions d'eau les plus élevées (supérieures à 6%), et inversement (Lyon et Strasbourg : Ab de 3,3% et 4,6%, respectivement). A noter que nos mesures sont assez proches de celles du CTG. Les différences peuvent traduire la variabilité qui existe au sein d'une production issue d'une même plateforme.

La faible masse volumique associée à la forte absorption d'eau des GBR est probablement liée aux propriétés de la pâte de ciment durcie, plus poreuse que les granulats. Les mesures effectuées sur des gravillons majoritairement formés de pâte ou de grains naturels ont permis de confirmer cette assertion (voir § I.3.2.).

I- 3.2. Mesures réalisées sur des GBR enrichis en pâte ou en grains naturels

Des échantillons de GBR 10/20 de Paris et de GBR 4/20 de Strasbourg ont été triés manuellement, afin de séparer les grains majoritairement constitués de pâte de ciment de ceux majoritairement constitués des grains naturels initiaux. Les deux coupures ont été identifiées « - pâte » et « - grains », respectivement. Les essais précédents ont été reconduits sur ces quatre échantillons. Les résultats sont regroupés dans le Tableau 4.

Tableau 4 : Masses volumiques réelles (MVR) et absorption d'eau (Ab) des gravillons GBR triés.

	MVR (t/m ³)	Ab (%)
Paris 10/20 - pâte	2,173	6,20
Paris 10/20 - grains	2,440	2,61
Strasbourg 4/20 - pâte	2,131	6,10
Strasbourg 4/20 - grains	2,547	1,55

Ils montrent nettement que l'absorption d'eau des GBR constitués majoritairement de pâte de ciment est bien plus élevée que celle des GBR constitués majoritairement de grains, l'absorption d'eau des GBR bruts se situant entre les deux valeurs. Ces mesures mettent bien en évidence l'aspect diphasique des GBR et l'influence de la pâte de ciment durcie qui est responsable de la forte absorption globale de ces matériaux.

I- 4. Classification des constituants des gravillons GBR

Afin de rendre compte du degré de pollution des GBR étudiés, un inventaire et une estimation des proportions des différents constituants ont été faits en suivant les prescriptions de la norme NF EN 933-11. Le gravillon 0/4 de Lyon n'a pas été analysé, en raison de la faible quantité de matériau disponible. Les résultats de cette analyse figurent dans le Tableau 5.

Tableau 5 : Constituants (en %) des GBR selon NF EN 933-11.

	X	Rc	Ru	Rb	Ra	Rg
Lille 4/20	0,02	73,1	4,0	17,3	2,5	0,3
Paris 4/10	0,02	65,5	32,5	0,6	0,8	0,03
Paris 10/20	0,01	94,9	0,03	3,8	1,5	0,02
Strasbourg 4/20	0,02	85,0	13,1	1,8	0,3	0

X : cohésifs, métaux, bois, plastique, plâtre

Rc : béton, produit à base de béton, mortier, élément de maçonnerie en béton

Ru : granulats non liés, pierre naturelle, granulats traités aux liants hydrauliques

Rb : éléments de maçonnerie en argile, béton cellulaire non flottant

Ra : matériaux bitumineux

Rg : verre

Les constituants référencés Rc et Ru constituent les fragments directs issus des anciens bétons puisqu'ils représentent respectivement un mélange de pâte de ciment et de granulats (Rc) et des granulats désolidarisés des bétons lors du concassage de ces derniers (Ru). Seules les autres catégories constituent des sources de pollution.

On remarque que les fragments de verre (Rg) sont extrêmement rares dans ces GBR. Seul Lille en comporte une très petite quantité (0,3%). De même, les pollutions de type « bois, plâtre, métaux, terre, etc. » (X) sont présents dans des proportions négligeables, quelle que soit la provenance. Les pollutions les plus notables sont constituées par des fragments d'enrobés (Ra), notamment dans les gravillons Paris 10/20 (1,5%) et Lille 4/20 (2,5%). On note surtout la présence de fragments de tuile (Ru), dans Paris 10/20 (3,8%) et dans Lille 4/20, avec ici plus de 17% de fragments de cette nature (terre cuite). De façon bien plus marginale, le gravillon de Strasbourg comporte un peu moins de 2% de fragments de tuile.

En résumé, trois des GBR analysés ne sont pas pollués de manière significative (« Rc + Ru » représentant de 95 à 98% des éléments identifiés). Seuls les matériaux de Lille (4/20) présentent une pollution importante, notamment en fragment de briques, voire aussi en enrobés, mais dans une moindre mesure cependant.

I- 5. Analyse chimique par fluorescence X

L'analyse chimique des éléments majeurs par fluorescence X a été réalisée sur l'ensemble des GBR, sables et gravillons, ainsi que sur le sable et les gravillons de référence du PN. Plusieurs prélèvements (2 à 3) ont été effectués sur les différents matériaux (dans différents sacs de stockage), afin d'obtenir des résultats représentatifs. Les analyses sur les gravillons ont été faites parallèlement par les laboratoires de Nancy (IJL) et de Douai (LGCgE), sur leurs stocks respectifs. Ces essais croisés ont convergé vers des résultats très voisins. L'ensemble des données (moyennes des valeurs) figurent dans le Tableau 6. Les teneurs des principaux éléments traduisent les particularités régionales des granulats utilisés dans la fabrication des bétons (ces teneurs sont toutefois influencées par la composition de la pâte de ciment durci).

Avec des granulats riches en quartz et feldspaths, les GBR de Strasbourg présentent une forte teneur en silice ($\approx 55\%$) et une teneur assez élevée en alumine ($\approx 5\%$). Leur perte au feu, liée à la décomposition

des carbonates de calcium et des hydrates de la pâte de ciment, est faible ($\approx 16,5\%$), induisant logiquement une teneur en chaux elle aussi faible (15 et 20%).

Comparativement aux autres GBR, les GBR de Paris ont la plus forte teneur en silice ($\approx 58\%$), causée par la présence de silex, et la plus faible teneur en aluminium. La présence marquée de silex induit une faible perte au feu ($\approx 16,5\%$) et une teneur en chaux assez limitée (entre 17 et 22%), comparables aux valeurs obtenues pour Strasbourg. Des valeurs très similaires sont obtenues sur les coupures 4/10 et 10/20.

Les granulats silico-calcaires présents dans les GBR de Lyon entraînent une teneur plus élevée en chaux ($\approx 19,5\%$), avec une perte au feu plus importante ($\approx 20,5\%$), et une teneur plus faible en silice ($\approx 50\%$), comparativement aux GBR de Paris et de Strasbourg. La teneur en alumine est aussi plus élevée, liée à la présence de feldspaths.

Les GBR de Lille sont les plus pauvres en silice (46%) et les plus riches en chaux (20,7 et 25,9%). Ils contiennent donc vraisemblablement une part non négligeable des grains de nature calcaires, en plus des fragments de briques qui apportent eux aussi une part significative de silicium, d'aluminium, de fer et de potassium. L'analyse par fluorescence X des éléments de briques est donnée Tableau 7.

Tableau 6 : Composition élémentaire en masse d'oxydes (exprimées en %) des GBR.

	Lille		Lyon		Paris			Strasbourg		Références PN		
	0/6	4/20	0/6	4/20	0/4	4/10	10/20	0/4	4/20	0/4	4/10	6,3/20
Paf	21,55	19,17	20,56	20,99	18,06	16,64	15,71	17,09	15,96	5,25	36,27	36,79
SiO₂	46,61	45,64	47,42	51,51	58,45	57,75	58,82	57,04	54,11	86,23	11,42	11,20
Al₂O₃	4,54	5,05	5,58	4,41	2,47	2,55	2,39	4,76	5,35	1,54	3,24	2,91
Fe₂O₃	2,85	1,92	2,12	1,36	1,61	0,85	0,83	2,06	1,62	0,37	1,26	1,27
TiO₂	0,19	0,29	0,17	0,15	0,08	0,11	0,12	0,12	0,20	0,06	0,16	0,15
MnO	0,12	0,05	0,07	0,05	0,07	0,04	0,04	0,09	0,05	0,02	0,05	0,05
CaO	20,66	25,88	20,77	19,22	17,12	21,99	22,29	15,51	20,61	6,20	42,46	43,02
MgO	1,18	1,07	0,81	0,89	0,62	0,64	0,45	0,93	0,97	--	2,78	2,87
SO₃	0,62	0,58	0,39	0,29	0,47	0,12	0,14	0,35	0,39	0,08	1,30	1,36
K₂O	0,78	0,94	1,05	0,88	0,47	0,56	0,56	0,99	1,11	0,81	0,66	0,60
Na₂O	0,30	0,33	0,81	0,51	0,15	0,28	0,26	0,50	0,65	0,16	0,11	0,09
P₂O₅	0,14	0,12	0,11	0,07	0,05	0,05	0,06	0,06	0,08	0,02	0,02	0,02
SrO	0,12	0,05	0,14	0,05	0,10	0,02	0,03	0,12	0,04	0,01	0,03	0,03
Total	99,70	101,09	100,00	100,39	99,70	101,60	101,70	99,60	101,14	100,73	99,77	100,37
Na₂O_{eq.}	0,81	0,94	1,50	1,09	0,46	0,64	0,63	1,15	1,38	0,69	0,54	0,49
Na₂O_{eq.}	0,87		1,29		0,58			1,26		0,54		

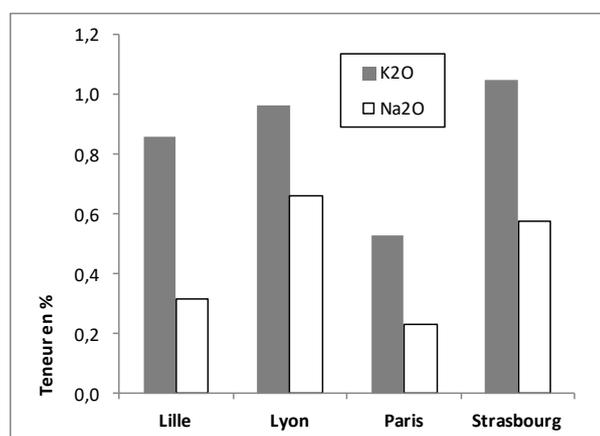
Tableau 7 : Composition élémentaire en masse d'oxydes (exprimées en %) des fragments de brique des gravillons GBR 4/20 de Lille.

Paf	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	MnO	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	P ₂ O ₅	SrO	Tot.
1,91	75,95	9,79	3,61	0,78	0,04	2,97	0,65	0,12	2,21	0,89	0,11	0,02	99,12

Concernant la teneur en alcalins, il existe des variations importantes selon les GBR (Figure 4). Pour une même plateforme, ces teneurs ont tendance à être plus élevées pour les gravillons que pour les sables, hormis pour les GBR de Lyon où le sable comporte nettement plus d'alcalins que les gravillons (Na₂O_{éq.} de 1,5 % pour le sable contre 1,1 % pour le gravillon).

Plus généralement, les GBR de Lyon et de Strasbourg présentent les teneurs en potassium et en sodium élevées, soit 1,29% et 1,26% respectivement, en termes de Na₂O_{éq.}. La présence de silicates alcalins en leur sein (feldspaths potassiques et sodiques) peut expliquer ce résultat. Paris, avec des granulats relativement pauvres en alcalins (calcaires et silex), présente une faible teneur en Na₂O_{éq.} (0,6%). Les GBR de Lille ont une teneur intermédiaire (Na₂O_{éq.} de 0,9%). Ils présentent cependant une teneur en potassium plus élevée que les autres provenances (ratio potassium/sodium de 2,7, contre 1,5 à 2,3), causée manifestement par les fragments de briques, plus riches en potassium qu'en sodium (Tableau 7).

Les matériaux de référence du PN présentent des valeurs en alcalins équivalents assez proches, en moyenne, du GBR de Paris : avec un sable légèrement plus riche (0,69 contre 0,46% Na₂O_{éq.}) et des gravillons plus pauvres (environ 0,5 contre environ 0,6% Na₂O_{éq.}) en alcalins totaux.

Figure 4 : Teneurs moyennes en K₂O et Na₂O des différentes provenances de GBR (sables et gravillons confondus)

I- 6. Pétrographie générale par Diffraction des Rayons X et étude de lames minces

I- 6.1. Analyses par diffraction des rayons X

Un échantillon représentatif de chaque sable et gravillon GBR a été broyé en vue de la réalisation d'une analyse par diffraction des Rayons X (DRX). Cette technique permet de déterminer les principales phases minéralogiques, en complément des analyses pétrographiques sur lames minces. L'appareil utilisé est un diffractomètre PHILIPS « X-Pert-Pro » avec une anticathode au cuivre ($\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$), et les différents pics ont été indexés avec le logiciel Diffrac Plus EVA®.

Les Figure 5 à 8 donnent les diffractogrammes des sables et des gravillons de chaque plateforme. Ils montrent une très grande similitude entre coupures d'une même plateforme, avec les mêmes pics, mais parfois avec des intensités relatives légèrement différentes :

- Pour Lille (Figure 5), les diffractogrammes révèlent essentiellement la présence de quartz et de calcite, avec de la dolomite et des feldspaths (microcline/albite) dans des proportions moindres. Ces phases minérales proviennent des roches sédimentaires carbonatées, mais aussi métamorphiques (schistes et quartzites) exploitées dans la région.
- Pour Lyon (Figure 6), les diffractogrammes mettent en évidence la présence majoritaire de quartz et de calcite (granulats silico-calcaires), associés à des minéraux typiques des massifs granitiques (muscovite, microcline/albite). On note également la présence de chlorite issue de l'altération des silicates.
- Pour Paris (Figure 7), les diffractogrammes montrent la prédominance marquée des raies du quartz puis celles de la calcite. La dolomite est faiblement présente, tandis que les silicates de types « feldspath » se distinguent à peine du bruit de fond.
- Pour Strasbourg (Figure 8), les diffractogrammes mettent en avant la présence ultra-majoritaire de quartz et de calcite (granulats silico-calcaires). La dolomite est également présente. Enfin, certains minéraux typiques des granites (muscovite, microcline/albite) se distinguent parmi les nombreux pics qui se dégagent faiblement du bruit de fond.

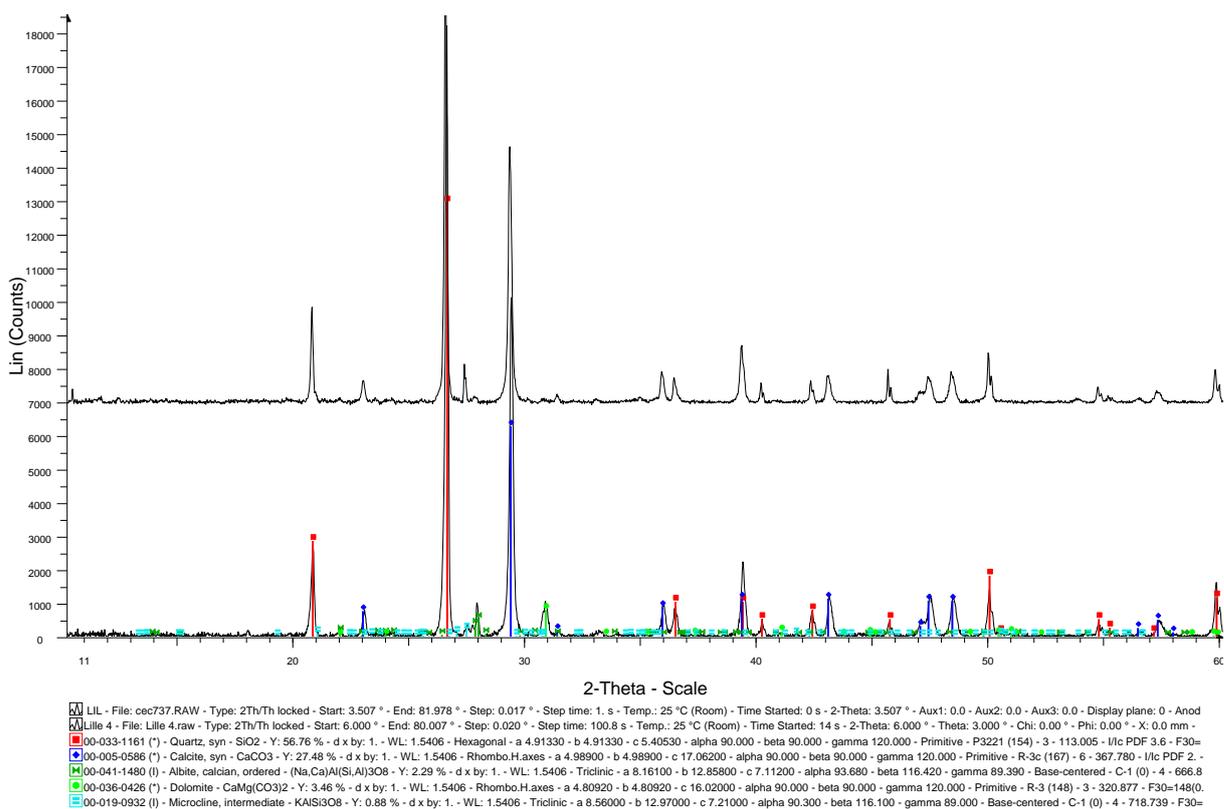


Figure 5 : Diffractogrammes du sable (haut) et du gravillon (bas) des GBR de Lille.

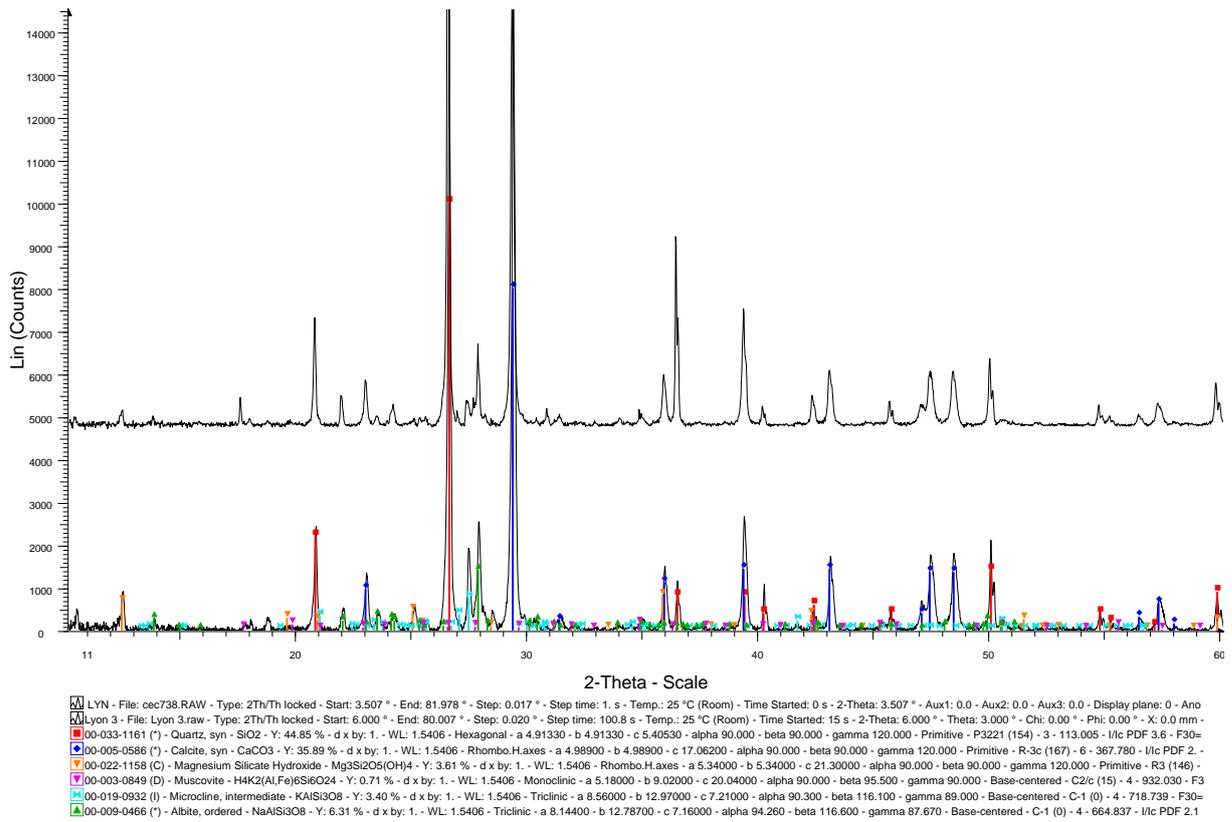


Figure 6 : Diffractogrammes du sable (haut) et du gravillon (bas) des GBR de Lyon.

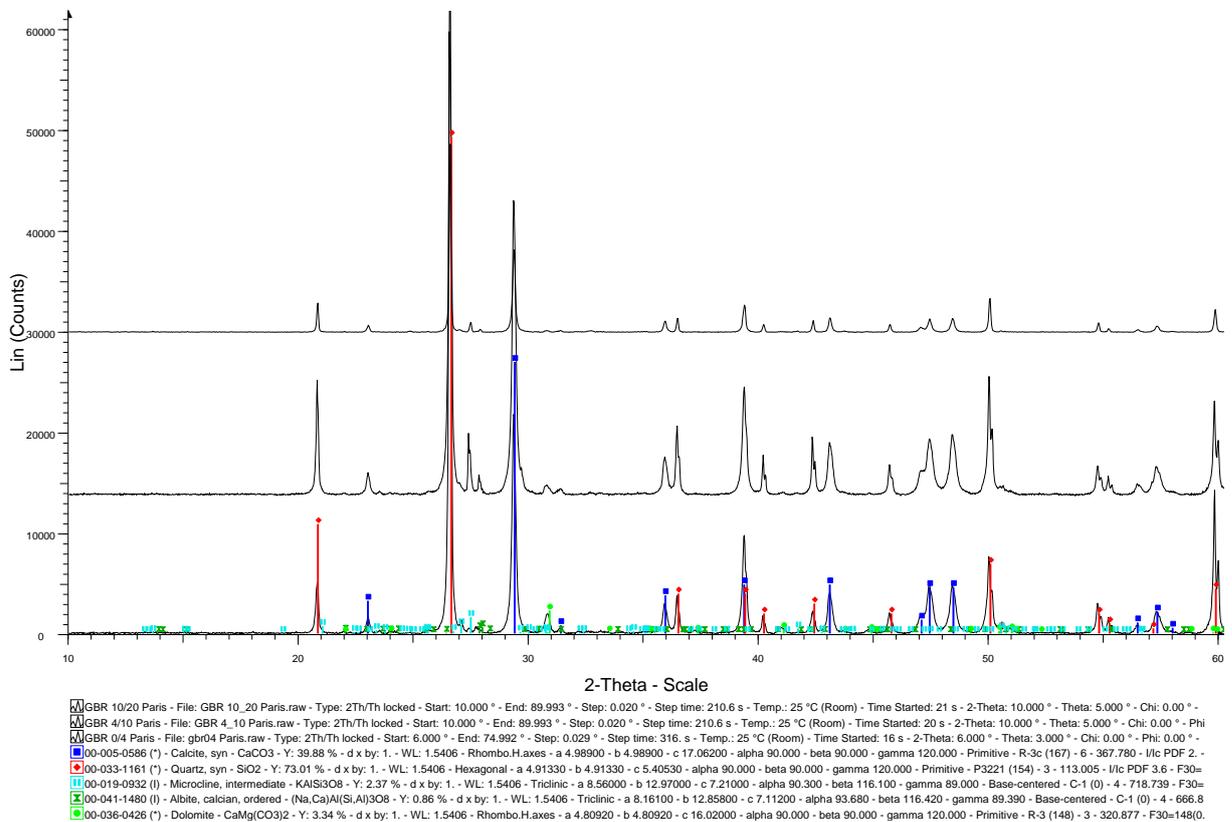


Figure 7 : Diffractogrammes du sable (haut) et des gravillons 4/10 (milieu) et 4/20 (bas) des GBR de Paris.

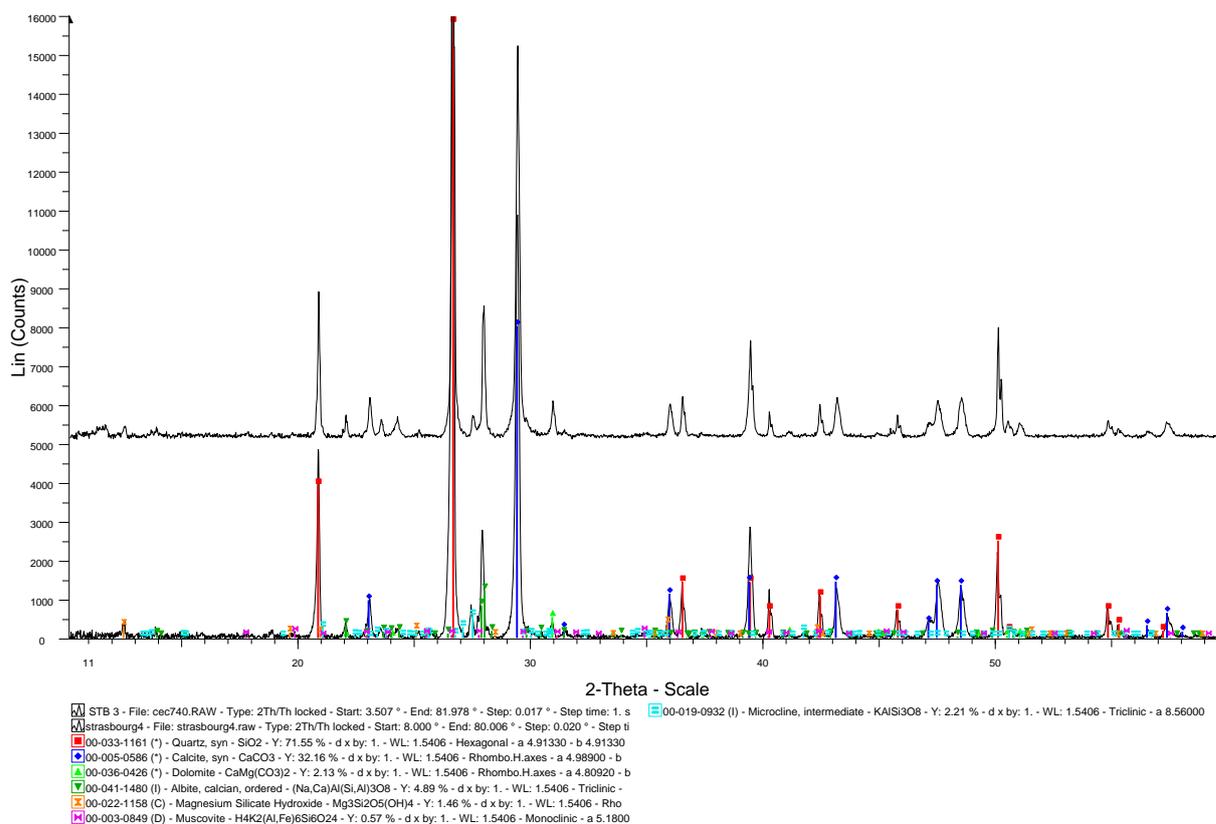


Figure 8 : Diffractogrammes du sable (haut) et du gravillon (bas) des GBR de Strasbourg.

I- 6.2. Compléments de pétrographie par étude des lames minces

L'étude pétrographique sur lames minces a uniquement été réalisée sur les GBR 4/20 (4/10 et 10/20, pour Paris) car ces derniers comportent la majeure partie des gravillons naturels encore intacts incorporés dans les bétons. Ces gravillons naturels initiaux sont en effet susceptibles de caractériser le plus efficacement possible les singularités pétrographiques des bétons d'un bassin de production donné. Les sables incorporés dans la plupart des bétons sont souvent siliceux d'origine alluviale et le processus géologique qui aboutit à la genèse de la fraction fine, sableuse, de telles alluvions conduit naturellement à un matériau très riche en quartz. Par ailleurs les sables GBR étant issus des mêmes bétons de déconstruction que les gravillons, ils ne peuvent pas avoir une identité pétrographique différente, mais ils sont en revanche bien plus difficiles à étudier. Seuls les plus gros grains de la fraction sableuse reflètent plus ou moins partiellement la nature pétrographique des granulats incorporés dans les bétons, la pâte de ciment durci ayant tendance à se concentrer dans les éléments les plus fins [Diliberto C. et al., 2014].

Les grains extraits de chaque lot de gravillon en vue de cette étude pétrographique étaient de type « Ru », voire « Rc » au sens de la norme NF EN 933-11 (cf. § I-4.). Ils comportaient par conséquent peu de pâte de ciment durci résiduelle, laissant ainsi grandement apparaître les granulats incorporés dans les bétons initiaux. Les prélèvements de grains individuels ont été effectués sur la fraction granulométrique 14/20 mm préalablement lavée. Différents types de gravillons ont été définis en fonction de leurs aspects visuels (type de roche, couleur, etc.) et les grains jugés les plus représentatifs de chaque catégorie ont été regroupés pour fabriquer quatre lames minces. Un prélèvement complémentaire effectué sur une fraction représentative de la coupure granulométrique 4/6,3 mm a également servi à l'élaboration de

deux lames minces. Dans ce second prélèvement les grains, plus nombreux à l'échelle d'une lame, sont susceptibles d'être représentatifs de l'ensemble des granulats présents dans le GBR. La technique de réalisation des lames minces a été identique pour tous les échantillons, c'est-à-dire l'enduction préalable dans une résine colorée avant un procédé de réalisation classique. Six lames minces ont ainsi été étudiées pour chaque provenance.

Dans le cadre de ce travail, il n'est pas envisagé de faire une étude pétrographique exhaustive au sens de la norme NF XP P18-543, mais simplement de préciser les grands types de roches présents dans les granulats GBR et de détecter la présence éventuelle de phases à risque (silice mal cristallisée de type opale, calcédoine ; micro-quartz de seconde génération ; silicates sericitisés ; structures cristallographiques particulièrement instables ; etc.). Les tendances les plus marquantes des quatre provenances de GBR sont listées ci-après.

Plateforme de Strasbourg

Les fragments de roche qui composent ces granulats sont de nature silico-calcaire, mélange de roches sédimentaires (calcaires plus ou moins fins, parfois oolitique - grès éventuellement feldspathiques) et de roches cristallines (granits, schistes, métaquartzites).

Quelques phases et microstructures qui correspondent à des formes potentiellement instables de silice sont ponctuellement présentes dans ces granulats, mais la proportion demeure extrêmement faible : 1 ou 2% tout au plus (aucun comptage précis « par points » n'a été entrepris à ce stade de l'étude). On retrouve ces phases dans les grains de quartzite/silex qui contiennent des inclusions de petites tailles, aux alentours de 300µm, de silice plus ou moins fibro-radiées (Figure 9a) qui s'apparente à de la calcédoine. Les calcaires micritiques comportent également de petits accidents siliceux de faible ampleur (quelques centaines de microns à 1mm) où l'on retrouve des grains cryptocristallins de quartz à extinction plus ou moins roulante ou de la silice fibro-radiée (Figure 9b). Enfin, certains cristaux de quartz peuvent présenter des extinctions roulantes (Figure 9c). Les feldspaths ne présentent généralement pas des états d'altération très marqués (séricitisation, début d'ouverture des plans de clivage, etc). Aucune structure « à risque » (symplectique, etc.) n'a en outre été repérée.



a- (LPPA, champ = 2,1 x 1,6 mm)

b- (LPPA, champ = 2,1 x 1,6 mm)

c- (LPPA, champ = 3,2 x 2,9 mm)

Figure 9 : Silice fibro-radiée dans un quartzite (a) et dans un calcaire (b), extinctions roulantes sur des cristaux de quartz (c). GBR de Strasbourg.

Plateforme de Lyon

Les GBR de cette plateforme présentent, comme ceux de Strasbourg, des granulats très diversifiées sur le plan pétrographique. On retrouve des fragments de roches sédimentaires carbonatées (calcaires) ou siliceuses (grès) et des roches magmatiques et métamorphiques (granits, micaschiste, etc.). Les

fragments de roches carbonatées et silicatées représentent des proportions sensiblement identiques. Les gravillons les plus fins (lames effectuées sur la fraction 4/6,3 mm) présentent très fréquemment une pâte de ciment enrichie en (hydr)oxydes de fer (Figure 10a). Ce phénomène pourrait résulter d'une oxydation des grains les plus fins après le concassage des bétons.

Des formes de silice réactive susceptibles de réagir avec les alcalins sont ponctuellement présentes, mais dans des proportions assez faibles. Certains fragments de calcaire comportent des formes de silice à extinction roulante et plus ou moins fibro-radiées (Figure 10b). Un fragment altéré de roche magmatique plus ou moins vitreuse et/ou à structure microlithique (probablement volcanique) est également susceptible de contenir du verre et de nombreuses plages siliceuses mal cristallisées (Figure 10c). Certains grès comportent de nombreux quartz secondaires de très petites tailles, issus d'une recristallisation de la roche initiale (Figure 10d). On remarque enfin des phénomènes d'extinction roulante sur quelques grains de quartz, y compris de grande taille (Figure 10e) et l'altération (par séricitisation) de certains feldspaths (Figure 10f).

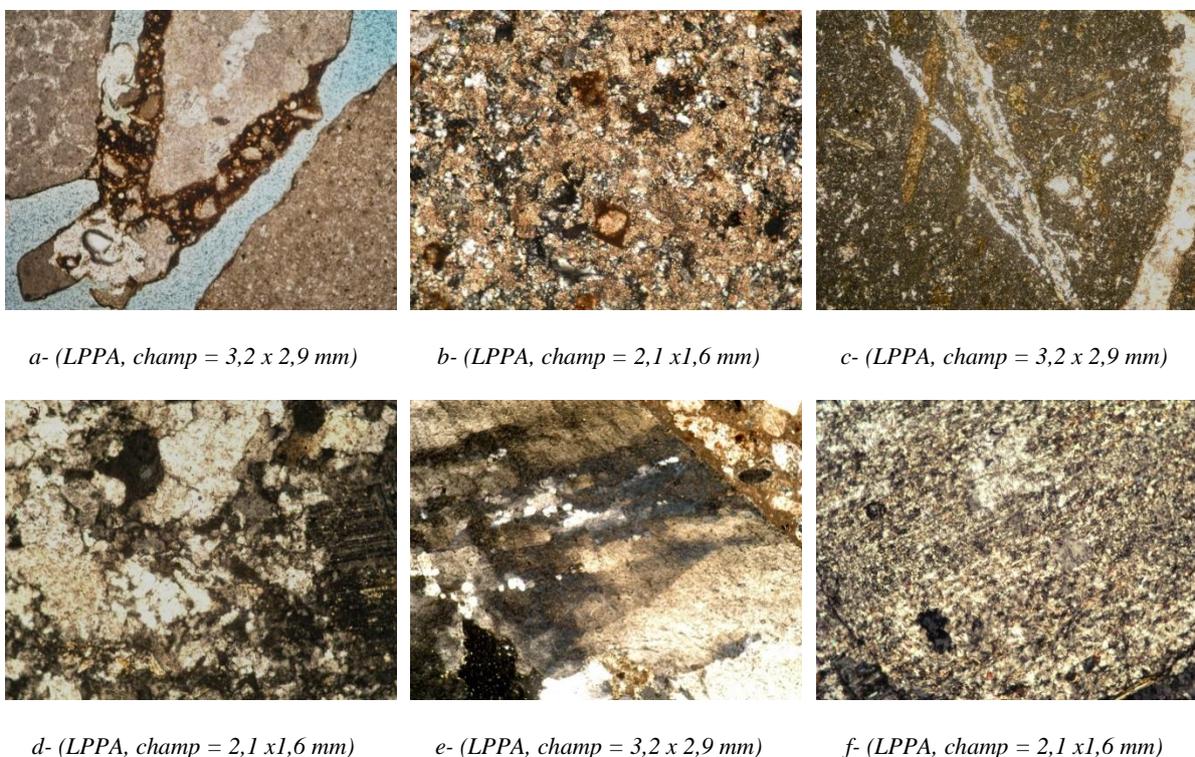


Figure 10 : Aspect fréquent de la pâte de ciment enrichie en oxydes (a), phénomène de silicification et structures fibro-radiées dans un calcaire (b), présence de verre dans un fragment de roche volcanique (c), quartz secondaires (d) feldspath séricitisé (e) extinctions roulantes sur des cristaux de quartz (f). GBR de Lyon.

Plateforme de Paris

Les gravillons naturels présents dans les GBR de la plateforme de Paris sont très majoritairement d'origine sédimentaire. Ils se composent de calcaires fins dans lesquels on retrouve parfois des phénomènes de silicification (Figure 11a), mais les silex isolés sous forme de grains sont nombreux et très caractéristiques de ce bassin de production. Les silex sont constitués de grains de quartz très fins parmi lesquels on retrouve des zones très riches en silice instable, telle de la calcédoine (Figure 11b et c). Ces formes de silice se retrouvent aussi parfois en assez grands cristaux fibreux qui forment des

amas millimétriques (Figure 11d et e). Une minorité de grains est d'origine magmatique. Ils correspondent à un granite à muscovite dont les feldspaths (plagioclases) sont assez altérés (Figure 11f).

Les matériaux de cette plateforme comportent donc une quantité très appréciable de silice instable, potentiellement à risque au regard de la RAG.

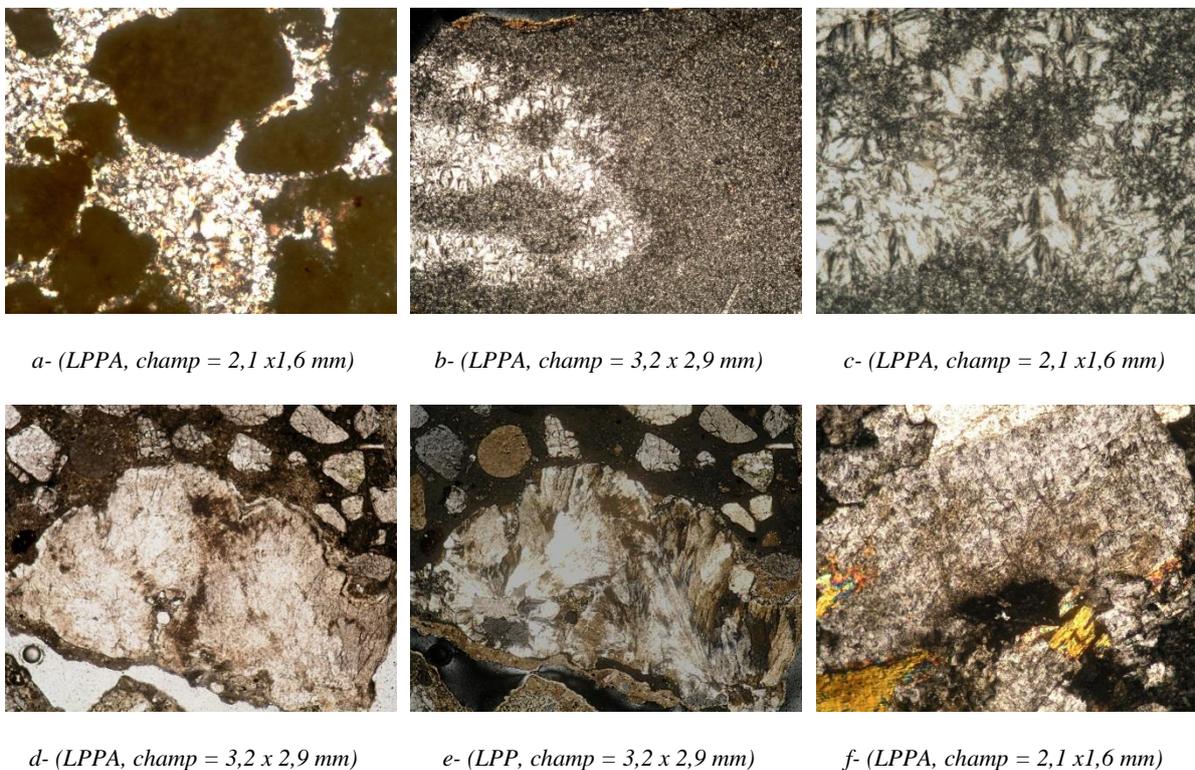


Figure 11 : Phénomènes de silicification dans un calcaire (a), vues de la structure d'un grain de silice (b et c), feldspath séricitisé (d) vues en lumière naturelle et en lumière polarisée d'un grain constitué de fibres de gypse (e et f). GBR de Paris.

Plateforme de Lille

Les gravillons GBR de la plateforme de Lille recouvrent une grande variété de roches à travers la diversité des gravillons naturels qu'ils contiennent. On retrouve ainsi des calcaires, et plusieurs variétés de schistes et de quartzites. Comme pour les matériaux de la plateforme de Paris, les variétés de silice réactive (microcristaux et variétés plus ou moins fibreuses de calcédoine, etc.) sont souvent présentes dans des proportions appréciables. Elles correspondent à des silicifications au niveau de calcaires (Figure 12a et b) ou au sein des autres roches siliceuses (Figure 12c). De nombreux quartz présentent également des extinctions roulantes.



a- (LPPA, champ = 2,1 x 1,6 mm)

b- (LPPA, champ = 3,2 x 2,9 mm)

c- (LPPA, champ = 2,1 x 1,6 mm)

Figure 12 : Phénomènes de silicification dans des calcaires (a et b), extinctions roulantes sur des cristaux de quartz (c). GBR de Lille.

II- Solubilité potentielle des alcalins et de la silice des matériaux

II- 1. Dosage des alcalins solubles

II- 1.1. Méthodologie

La méthode n° 37 du LPC a été utilisée pour doser les alcalins solubles. Elle consiste à attaquer 500g de granulat durant 7 heures dans une solution saturée en chaux, portée à ébullition sous reflux. Au terme de cette attaque, une part de la suspension est prélevée, filtrée à $0,45\mu\text{m}$, diluée et acidifiée (HNO_3 , 0,15M). Les concentrations atomiques en sodium et en potassium sont ensuite déterminées par spectrométrie d'absorption atomique. Les résultats sont exprimés respectivement en mg de K_2O et de Na_2O solubilisés par kg de granulat testé.

Précisons que les réacteurs utilisés pour ces essais étaient des erlenmeyers en polyéthylène surmontés de réfrigérants et placés sur un lit de sable maintenu à une température de $130\text{-}140^\circ\text{C}$. Les prélèvements ont été analysés avec un spectromètre d'absorption atomique UNICAM 969AA calé sur les longueurs d'onde de 766,5 et de 589,6 nanomètres, correspondant respectivement à K^+ et à Na^+ .

II- 1.2. Résultats

Les analyses ont été systématiquement réalisées sur deux prélèvements de chaque sable et gravillon. Afin de compléter l'étude en vue de la réalisation des bétons expérimentaux, les 3 granulats de référence du PN Recybéton ont également été testés. Les valeurs moyennes obtenues (faible dispersion) sont portées dans le Tableau 8, sous forme de masses d'oxydes alcalins libérés (K_2O et Na_2O) durant l'essai. Ces valeurs sont également exprimées sous forme de $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}}$ afin de permettre une lecture globale.

Tableau 8 : Teneurs en potassium et sodium solubles mesurées selon la méthode LPC n°37.

	K ₂ O			Na ₂ O			Na ₂ O _{éq.}		
	soluble mg/kg	Total % (d'après FX)	Taux de solubilisation %	soluble mg/kg	Total % (d'après FX)	Taux de solubilisation %	soluble mg/kg	Total % (d'après FX)	Taux de solubilisation %
Réf. PN 0/4	70,2	0,81	0,87	31,7	0,16	1,98	77,9	0,69	1,12
Lille 0/6	596,8	0,78	7,65	402,6	0,30	13,42	795,3	0,81	9,78
Lyon 0/6	149,9	1,05	1,43	158,5	0,81	1,96	257,1	1,50	1,71
Paris 0/4	232,4	0,47	4,94	246,7	0,15	16,44	399,4	0,46	8,70
Strasbourg 0/4	227,6	0,99	2,30	206,9	0,50	4,14	356,7	1,15	3,10
Réf. PN 4/10	18,9	0,66	0,29	12,5	0,11	1,14	24,9	0,54	0,46
Réf. PN 6,3/20	13,5	0,60	0,22	10,1	0,09	1,12	18,9	0,49	0,39
Lille 4/20	249,5	0,94	2,66	147,7	0,33	4,50	311,9	0,94	3,32
Lyon 4/20	140,9	0,88	1,61	94,6	0,51	1,85	187,3	1,09	1,72
Paris 4/10	164,5	0,56	2,95	83,1	0,28	3,00	191,3	0,64	2,97
Paris 10/20	151,0	0,56	2,67	76,3	0,26	2,93	175,3	0,63	2,78
Strasbourg 4/20	56,6	1,11	0,51	23,4	0,65	0,36	60,7	1,38	0,44

Le taux de solubilisation de K₂O et Na₂O a été également calculé pour chaque échantillon. Il complète le Tableau 8. Pour un oxyde et une masse unitaire de granulat donnés, ce taux correspond au rapport massique entre la quantité d'oxyde libérée et celle initialement présente. La masse initiale d'oxyde est déduite des mesures par fluorescence X (cf. Tableau 6 § I- 5).

Au niveau des GBR, les sables libèrent beaucoup plus d'alcalins que les gravillons. En moyenne, les gravillons ont des valeurs de 176 mg/kg de K₂O soluble et 100 mg/kg de Na₂O soluble, contre respectivement 286 mg/kg et 254 mg/kg pour les sables. Ce constat global se vérifie sur chaque plateforme à l'exception des matériaux de la plateforme de Lyon, où le sable libère à peine plus de potassium que le gravillon.

Les taux de solubilisation des alcalins contenus dans les GBR sont aussi nettement plus élevés pour les sables que pour les gravillons, sauf pour les GBR de Lyon. Près de 10% de Na₂O_{éq.} passent en solution pour les sables de Lille et de Paris.

Une analyse plus détaillée de ces valeurs laisse transparaître des tendances contrastées entre les différentes plateformes :

- Les GBR de Strasbourg libèrent très peu d'alcalins, bien qu'ils contiennent souvent le plus fort taux de l'ensemble du lot de GBR. Leurs alcalins sont faiblement solubles.
- Les GBR de Lille libèrent un maximum d'alcalins, bien qu'ils en contiennent modérément. Leurs alcalins sont donc facilement mobilisables.
- Les GBR de Paris contiennent peu d'alcalins, mais leur solubilité est assez forte, libérant ainsi une quantité assez importante de ces produits,
- Les GBR de Lyon contiennent une grande quantité d'alcalins, mais les quantités libérées ne sont pas les plus importantes car leurs solubilités ne sont pas très élevées. On verra ultérieurement (§. II- 4.1), par des essais complémentaires menés sur les matériaux enrichis

en pâte de ciment ou en grains, que la libération d'alcalins dans ces GBR est liée à la forte proportion d'éléments fins.

Les matériaux de référence du PN libèrent quant à eux très peu d'alcalins par rapport aux teneurs mesurées sur les GBR. Le sable 0/4 de référence libère des quantités d'alcalins voisines du GBR qui solubilise le moins d'alcalins (4/20 de Strasbourg). Quant aux 2 gravillons de référence, 4/20 et 6,3/20, leurs teneurs en alcalins solubles sont encore environ 3 fois plus faibles (<20 mg/kg de K₂O soluble ; ≈11mg/kg de Na₂O soluble).

On pourra enfin noter une augmentation de la solubilité des alcalins en fonction de l'absorption d'eau mesurée sur les différents GBR (Figure 13). Le sodium est d'ailleurs à plusieurs reprises plus facilement mobilisable que le potassium. Les GBR de Lyon dérogent une nouvelle fois au comportement général puisque le sable et le gravillon ont des taux de solubilisation du même ordre de grandeur et des absorptions bien différentes.

Cette solubilité croissante des alcalins peut s'expliquer par l'action conjuguée de deux phénomènes :

- une plus forte porosité (i.e. absorption d'eau) qui permet une meilleure lixiviation des alcalins ;
- le taux d'absorption (i.e. la porosité) des GBR qui est en grande partie dépendant de la fraction de pâte de ciment durcie. Or, nous verrons par la suite que la pâte comporte des alcalins facilement mobilisable, contrairement à la partie granulat du GBR (cf. § II- 3 et § II-4.1).

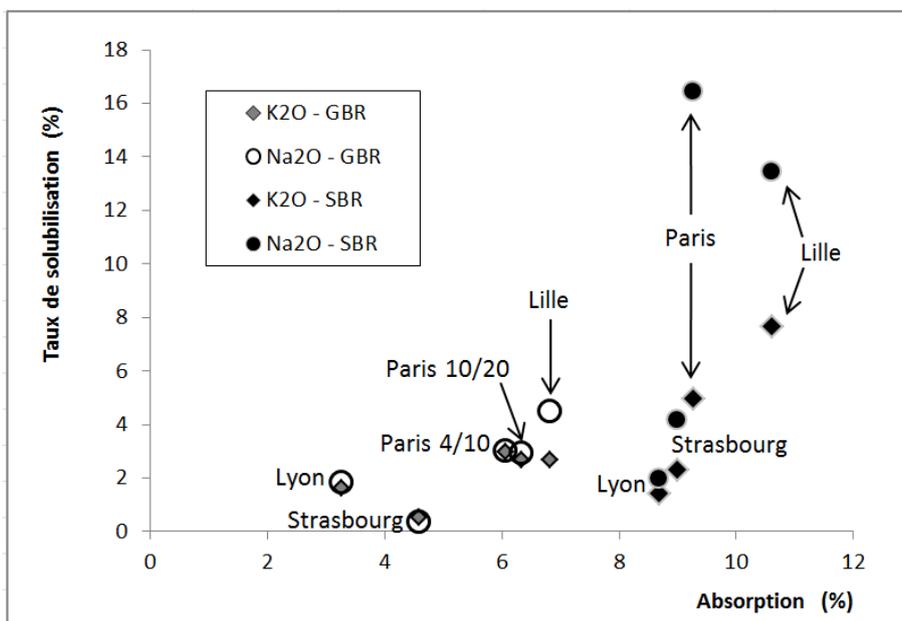


Figure 13 : Taux de solubilisation du potassium et du sodium des sables (SBR) et gravillons (GBR) en fonction de leur absorption.

II- 2. Dosage de la silice soluble

II- 2.1. Méthodologie

La silice soluble a été mesurée selon les prescriptions de la norme NF P18-594 (annexe A). C'est un essai rapide (3 jours) qui permet de classer un granulats ou un mélange granulaire dans les catégories non réactive « NR », potentiellement réactive « PR » ou potentiellement réactive avec pessimum « PRP ». L'essai consiste à attaquer à la soude un granulats préalablement broyé et tamisé, pour qu'il respecte un fuseau granulométrique prédéfini. Après 24, 48 ou 72 heures d'attaque, les concentrations en Na_2O et SiO_2 sont mesurées par ICP-OES dans la solution. Les valeurs respectives du rapport $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ aux différentes échéances permettent de classer les granulats dans l'une des 3 catégories précédentes.

D'un point de vue pratique, les échantillons ont été concassés pour obtenir une granulométrie inférieure à 3,15 mm, puis un quartage a permis d'obtenir une prise d'essai de 350 ± 10 g. Le refus à 100 μm de cette prise d'essai a subi plusieurs broyages successifs au cours desquels les fractions inférieures à 100 μm ont été préservées. Ces broyages ont été stoppés lorsque le refus au tamis de 315 μm était compris entre 3 et 5% et le passant au tamis de 100 μm était compris entre 30 et 45%. L'essai proprement dit consiste ensuite à placer, dans des petits flacons en polypropylène, 25g de granulats (0/0,315) avec 25 ml de soude 1M. Un flacon hermétique est placé dans une étuve à 80°C pour chacune des 3 échéances (24h, 48h et 72h). Au terme de chaque échéance, le contenu du flacon est filtré (filtre cellulosique à 0,45 μm , sur Büchner). Le filtrat est alors dilué pour être analysé par un système de couplage plasma induit haute fréquence - spectromètre d'émission optique (ICP-OES) Varian 720-ES.

II- 2.2. Résultats

Les concentrations en solution de Na_2O et SiO_2 obtenues par ICP-OES (mol.l^{-1} , après prise en compte des dilutions) et les rapports $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ qui en découlent, sont donnés aux Tableau 9 et Tableau 10, pour les différents gravillons GBR. Comme pour l'analyse précédente (mesure des alcalins solubles, § II- 1) et pour les mêmes raisons, les granulats de référence du PN Recybéton ont également été évalués. Ces résultats sont aussi reportés sur les Figure 14a et b qui définissent un zonage normatif pour les trois catégories de réactivité à la RAG. Le détail des concentrations obtenues aux 3 échéances de 24, 48 et 72h ainsi que les ratios correspondants sont repris dans les Tableau 9 (sables) et Tableau 10 (gravillons).

Les sables GBR libèrent très peu de silice soluble malgré la forte proportion de silice qu'ils comportent (entre 46 et 58% de SiO_2). Les sables issus de Lyon et de Paris présentent des valeurs légèrement plus élevées que les 2 autres, sans corrélation toutefois avec leur teneur en silice totale. Ces 4 matériaux sont cependant clairement classés « NR » (non réactifs).

Tableau 9 : Concentrations en SiO_2 et Na_2O , rapport $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ à 24, 48 et 72h obtenus sur les différents sables GBR et le sable de référence du PN

			Lille 0/6	Lyon 0/6	Paris 0/4	Strasbourg 0/4	PN 0/4
24h	SiO ₂	<i>mol.l⁻¹</i>	0,006	0,007	0,007	0,005	0,144
	Na ₂ O	<i>mol.l⁻¹</i>	0,441	0,440	0,442	0,460	0,577
	SiO ₂ /Na ₂ O	--	0,01	0,02	0,02	0,01	0,25
48h	SiO ₂	<i>mol.l⁻¹</i>	0,009	0,018	0,012	0,007	0,382
	Na ₂ O	<i>mol.l⁻¹</i>	0,367	0,526	0,414	0,474	0,639
	SiO ₂ /Na ₂ O	--	0,02	0,03	0,03	0,01	0,60
72h	SiO ₂	<i>mol.l⁻¹</i>	0,011	0,024	0,020	0,008	0,488
	Na ₂ O	<i>mol.l⁻¹</i>	0,410	0,489	0,401	0,459	0,633
	SiO ₂ /Na ₂ O	--	0,03	0,05	0,05	0,02	0,77

Tableau 10 : Concentrations en SiO₂ et Na₂O, rapport SiO₂/Na₂O à 24, 78 et 72h obtenus sur les différents gravillons GBR et les gravillons de référence du PN

			Lille 4/20	Lyon 4/20	Paris 4/10	Paris 10/20	Strasbourg 4/20	PN 6,3/20	PN 4/10
24h	SiO ₂	<i>mol.l⁻¹</i>	0,062	0,007	0,047	0,071	0,009	0,009	0,011
	Na ₂ O	<i>mol.l⁻¹</i>	0,390	0,450	0,370	0,350	0,420	0,744	0,789
	SiO ₂ /Na ₂ O	--	0,16	0,02	0,13	0,20	0,02	0,01	0,01
48h	SiO ₂	<i>mol.l⁻¹</i>	0,094	0,016	0,144	0,181	0,020	0,038	0,041
	Na ₂ O	<i>mol.l⁻¹</i>	0,350	0,450	0,350	0,330	0,410	0,763	0,803
	SiO ₂ /Na ₂ O	--	0,27	0,04	0,41	0,55	0,05	0,05	0,05
72h	SiO ₂	<i>mol.l⁻¹</i>	0,180	0,026	0,280	0,321	0,029	0,069	0,070
	Na ₂ O	<i>mol.l⁻¹</i>	0,330	0,430	0,350	0,340	0,390	0,750	0,795
	SiO ₂ /Na ₂ O	--	0,55	0,06	0,81	0,94	0,07	0,09	0,09

Concernant les gravillons GBR, la libération de la silice varie beaucoup d'un gravillon GBR à l'autre : relativement faible pour les gravillons GBR de Strasbourg et Lyon alors qu'elle est en proportion plus importante pour les gravillons GBR de Paris et dans une moindre mesure celui de Lille.

En dépit d'une teneur en silicium élevée, le gravillon de Strasbourg libère très peu de silice soluble durant l'essai. Celui de Lyon présente un comportement et des valeurs similaires. Selon les critères de cet essai, ces deux matériaux peuvent alors être qualifiés « NR » (non réactifs).

Les deux gravillons GBR de Paris ont une teneur en silicium comparable au GBR de Strasbourg, mais il présente des valeurs plus élevées en silice soluble qui les classent comme granulats « PR » (potentiellement réactif). Enfin, le gravillon de Lille présente des valeurs en silice soluble légèrement plus faibles que les gravillons de Paris. Il se situe à la limite des matériaux « PR » et « NR » (potentiellement réactif et non-réactif).

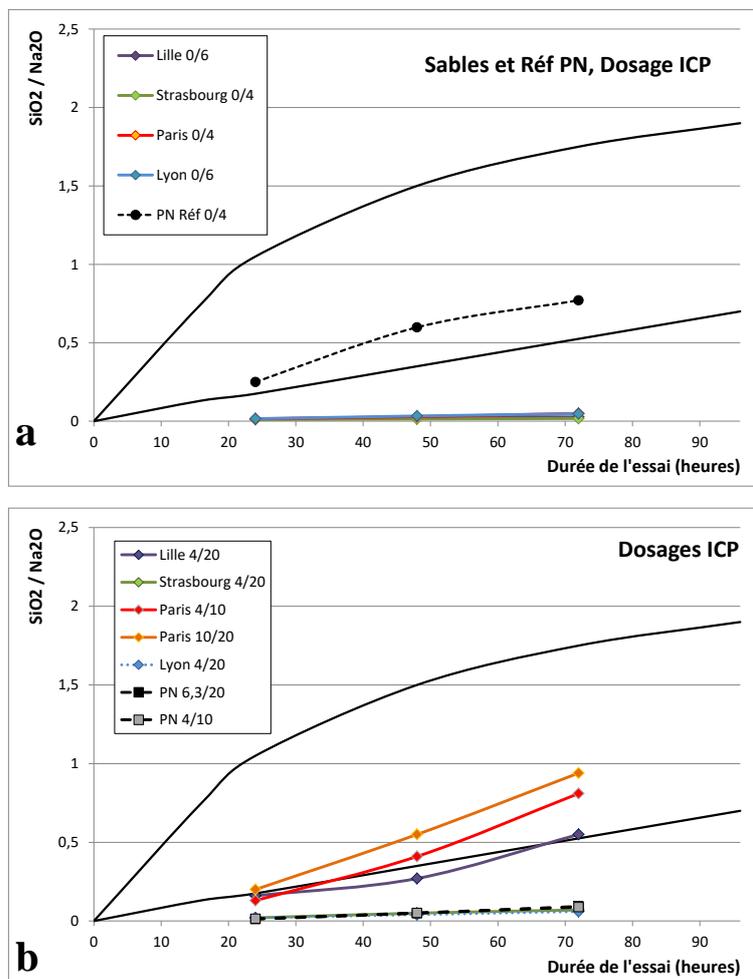


Figure 14 : Rapport $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ en solution suivant les essais de la norme NF P18-594 à différentes échéances (a/ pour les sables et b/ pour les gravillons), et classement dans les différents types de réactivité vis-à-vis de la RAG.

Les essais précédents montrent que la silice contenue dans la pâte de ciment durci est probablement peu, voire pas re-mobilisable dans ces conditions de pH basique enrichi en soude. En effet, les sables GBR libèrent très peu de silice au cours de cet essai malgré la proportion de pâte, relativement importante, qu'ils sont susceptibles de concentrer.

De ce fait, c'est plutôt le potentiel lié à la phase granulaire des GBR qui libérera ou non de la silice soluble. Les gravillons en provenance de Strasbourg ou de Lyon sont classés non réactifs car la silice qu'ils comportent (quartz et feldspaths peu altérés) est stable dans les conditions de ces essais.

Au contraire, les deux gravillons de Paris libèrent beaucoup de silice, très probablement en raison des nombreux silex qu'ils contiennent. Ils sont donc classés potentiellement réactifs et cette tendance s'affirme avec le temps (échéances de 48 et 72 heures).

Le gravillon GBR de Lille est classé en limite basse de zone considérée comme potentiellement réactive. L'étude en lames minces (cf. § I- 6.1) a montré que les gravillons de cette plateforme comporte une part significative de formes de silice potentiellement réactive, mais nous verrons plus loin (cf. § II-4.2) que les nombreux fragments de brique pourraient également avoir un rôle à jouer. Rappelons que cette provenance libère également de fortes quantités d'alcalins, 1,5 à 2 fois plus que les GBR de Paris.

Enfin, il est à noter que les matériaux de référence du PN Recybéton ne sont pas totalement neutres dans cet essai. Les 2 gravillons 4/20 et 6,3/20 ont un comportement proche des gravillons GBR de Lyon et de Strasbourg et sont classés « NR » (non réactifs). En revanche, ce n'est pas le cas du sable 0/4 qui présente un taux de silice soluble comparable aux gravillons GBR les plus réactifs de cette étude. Comme ces derniers, il est donc classé « PR » (potentiellement réactif).

II- 3. Cartographie de la répartition des alcalins au niveau des différentes phases

II- 3.1. Méthodologie

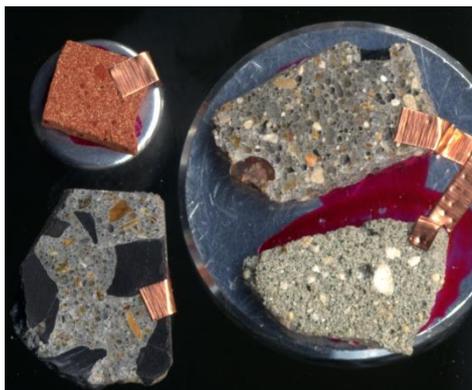
Les mesures cartographiques ont pour but de localiser les alcalins (K et Na) au sein des différents GBR (Lille, Paris et Strasbourg). La technique de « mapping » par microscopie électronique à balayage (MEB) a été retenue car elle permet de cartographier la densité de différents éléments sur une surface relativement étendue (jusqu'à 1 ou 2 mm²) avec une résolution acceptable. Elle permet en outre de réaliser des dosages semi-quantitatifs sur des zones particulières.

D'un point de vue pratique, une douzaine de grains de chaque provenance ont été sélectionnés, selon des critères de taille (14 à 20 mm), de composition (mélange de pâte et de granulats), et d'aspect (représentativité des gravillons). Ils ont ensuite été coupés en deux avec une scie diamantée, à sec, pour éviter le risque d'un lessivage éventuel. Les grains les plus représentatifs (aspect de la pâte, type de grains) ont été sélectionnés. Ils ont été polis à sec pour assurer un état de surface suffisamment plan et sans rayures en vue des analyses. Avant d'être collés sur les supports métalliques du MEB et métallisés (carbone), les échantillons ont subi 2 brefs nettoyages dans une cuve à ultra-sons afin d'éliminer les résidus de polissage. La Figure 15 présente les échantillons avant métallisation.

Les cartographies ont été faites avec un MEB à effet de champ JEOL J7600F équipé de spectromètres EDS/WDS régulièrement étalonnés avec des standards. Toutes les cartographies ont été effectuées dans des conditions d'acquisition identiques (tension du faisceau, distance de travail, vitesse de balayage, nombre de passages) afin de produire des documents visuellement comparables. Parallèlement aux cartographies, des analyses EDS ont également été effectuées ponctuellement pour préciser les teneurs en alcalins de la pâte de ciment durci.

Lille

3 échantillons,
7 cartographies

**Paris**

3 échantillons,
6 cartographies

**Strasbourg**

4 échantillons,
9 cartographies



Figure 15 : Aspect des grains analysés (échelle : x1,8) par provenances (+ nombres de cartographies).

II- 3.2. Résultats

Les images cartographiques montrent que les alcalins (Na et K) se concentrent essentiellement dans les grains naturels (généralement des silicates de type feldspath ou plagioclase). Le signal émis par la pâte de ciment durci est très faible, et il se confond généralement avec le bruit de fond. Les cartographies reflètent donc la nature des granulats utilisés, déjà évoquée plus haut. Elles sont également le reflet des teneurs respectives en alcalins des différentes plateformes (§ I.5, Tableau 6).

A titre d'exemple, la cartographie de la Figure 16 (gravillon GBR de Strasbourg) montre clairement que les fortes concentrations en potassium et en sodium sont systématiquement associées à la présence d'alumine et de silicium. La pâte de ciment se distingue, quant à elle, par sa forte teneur en calcium associée à du silicium et à de l'aluminium avec, de façon plus sporadique, du fer (non visible sur cette figure). Ces principaux éléments correspondent aux différentes phases du ciment hydraté. En bas à droite de la zone analysée, on constate que les intensités des signaux émis par le potassium et le sodium sont faibles, tant au niveau de la pâte que des deux grains de quartz (dépourvus d'alcalins, par nature).

La cartographie de la Figure 17 a été réalisée sur une zone restreinte d'un GBR de Strasbourg, qui correspond à une zone de pâte de ciment durci entre deux grains calcaire. Comme dans la cartographie précédente, on retrouve les éléments typiques de la pâte de ciment durci. On distingue aussi un grain de ciment non hydraté (cerclée sur l'image électronique), caractérisé par des granules arrondies (C_2S), des

granules losangiques plus petites (C_3S) et une matrice riche en aluminium et/ou en fer (non visible sur cette figure) qui correspond aux phases C_3A et C_4AF . Des grains de ciment anhydre ont été identifiés à maintes reprises dans les différents GBR cartographiés. Les alcalins K et Na sont quasiment absents, exception faite d'un léger enrichissement en potassium dans un grain, qui peut être attribué à des minéraux argileux (K associé à Si et Al, mais également Mg).

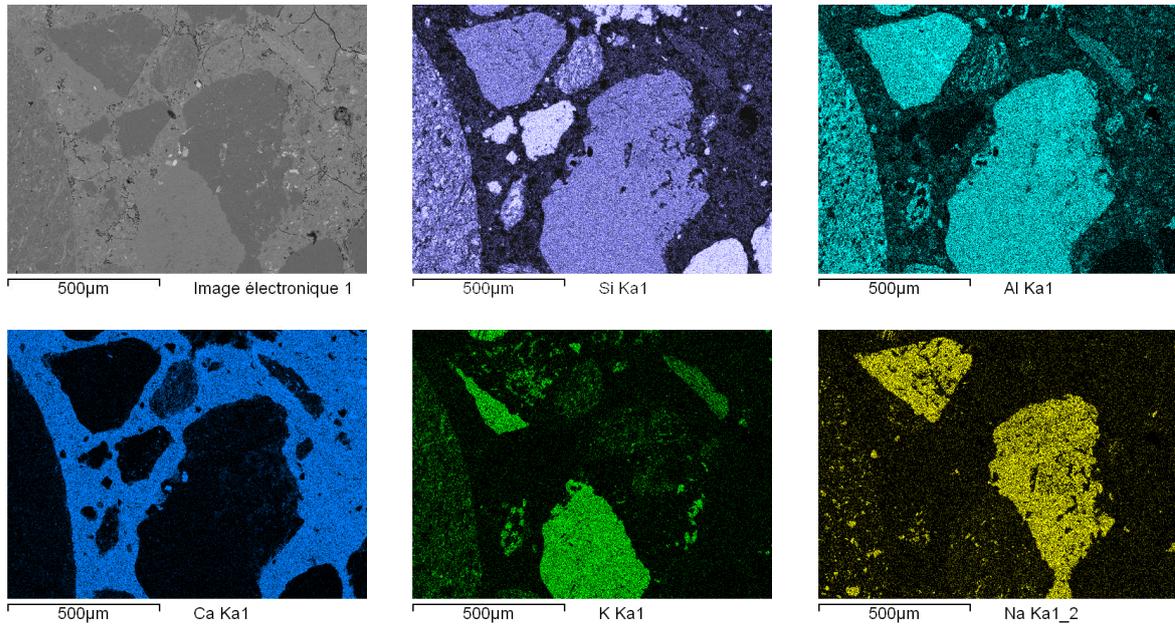


Figure 16 : Cartographies X effectuées au MEB sur un gravillon de Strasbourg

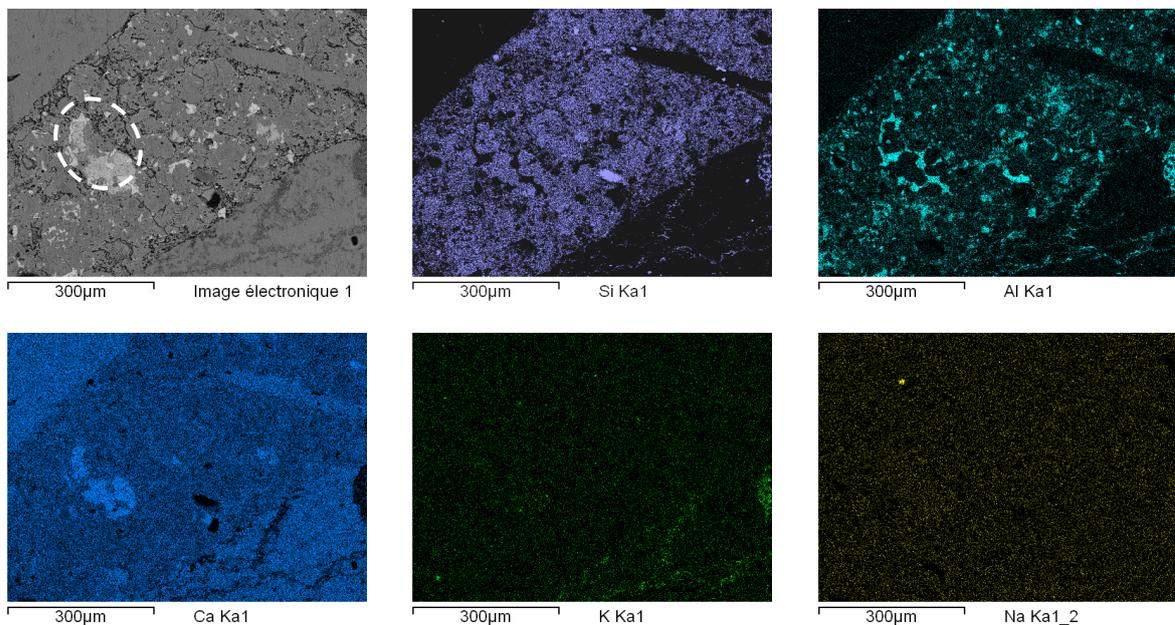


Figure 17 : Cartographies X effectuées au MEB sur un gravillon de Strasbourg

Les cartographies réalisées sur les gravillons GBR de Paris sont similaires au cas précédent (Figure 17), avec cependant des granulats silicatés presque exclusivement composés de silicium (quartz, cristobalite, opale).

Une cartographie réalisée sur un fragment de brique (Figure 18) prélevée au sein du gravillon GBR de Lille, montre une répartition assez uniforme et une teneur plutôt élevée en alcalins. Le signal émis par le potassium est plus élevé que celui du sodium, rejoignant en cela les teneurs mesurées par fluorescence X sur ce même matériau (§ I.5, Tableau 7).

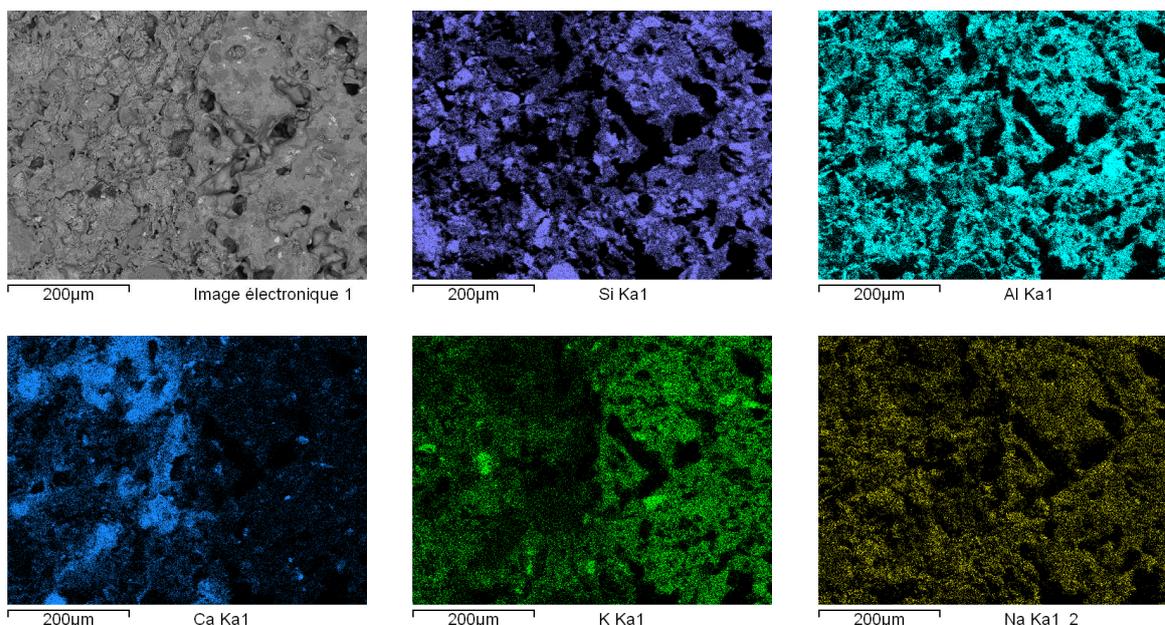


Figure 18 : Cartographies X effectuées au MEB sur un fragment de brique du gravillon GBR de Lille

Les analyses semi-quantitatives réalisées par spectrométrie EDS sur des portions de pâte pure sont très cohérentes avec les cartographies réalisées sur les fragments de GBR. Elles tendent à montrer des teneurs très faibles en alcalins*, lorsque ceux-ci peuvent être détectés (les concentrations sont souvent en-dessous des seuils de détection du spectromètre, notamment pour le sodium). Quelques valeurs représentatives des teneurs en potassium et en sodium, mesurées sur ces plages de ciment durci, ont été rassemblées à titre d'exemple dans le Tableau 11. Ces valeurs, exprimées en pourcentages massiques d'oxydes, sont nettement inférieures (3 à 4 fois moins) aux teneurs globales habituellement mesurées (Fluorescence X) sur les ciments anhydres.

*attention toutefois au degré de précision relative de ces valeurs pour lesquelles la somme des masses des éléments détectés au cours de l'analyse se situe souvent à 70% environ. Cet écart considérable avec le bouclage à 100% s'explique par l'absence de prise en compte du carbone dans l'analyse, en dépit de la carbonatation des mélanges, mais aussi par le manque probable de conductivité des échantillons.

Tableau 11 : Exemple de teneurs en K_2O et Na_2O mesurées par spectrométries EDS sur des portions de pâte pure de quelques centaines de μm^2 , teneur équivalente en Na_2O_{eq} , et somme des éléments analysés sur la mesure.

Provenance	Lille	Lille	Lille	Lille	Paris
K_2O (%)	0,18	0,34	0,20	0,35	0,07
Na_2O (%)	--	0,13	--	0,27	--
Bouclage total de l'analyse (%)	71,00	70,09	71,13	72,57	71,18

II- 4. Dosages des alcalins et de la silice solubles dans des GBR enrichis en pâte ou en grains

II- 4.1. Effets de l'enrichissement sur les alcalins solubles

Afin de préciser les rôles respectifs joués par les deux phases des GBR (pâte de ciment durci et grains), quelques essais de dosage des alcalins solubles ont été réalisés sur des gravillons GBR enrichis en pâte ou en grains, par tri manuel (§ I- 3.2). Le choix s'est porté sur Paris et sur Strasbourg en raison de leurs comportements opposés en termes de teneurs en alcalins et de taux de solubilisation (cf. § II- 1.2). Par ailleurs, les mesures ont aussi été faites sur « Lille – brique », échantillon constitué uniquement de fragments de brique prélevés dans le gravillon GBR, et sur « Lyon – fines », échantillon correspondant à la fraction tamisée à 1 mm, et donc censé contenir un maximum de pâte de ciment durci.

Les conditions expérimentales des essais et des mesures ont été identiques à celles décrites précédemment. Les résultats obtenus sont regroupés dans le Tableau 12. Pour rendre la comparaison plus aisée, certaines valeurs déjà obtenues sur les GBR bruts figurent en grisé.

On constate que l'enrichissement en pâte de ciment durci donne des valeurs très supérieures à celles déjà obtenues sur l'échantillon global. A contrario, l'enrichissement en grains engendre des valeurs inférieures, proches toutefois des valeurs obtenues sur les matériaux bruts car c'est la phase granulaire qui prédomine dans les gravillons GBR.

Tableau 12 : Teneurs en potassium et sodium solubles mesurés selon la méthode LPC n°37 obtenus sur les gravillons GBR enrichis. En grisé, les références sur les matériaux globaux.

	Na₂O éq. soluble	K₂O soluble	K₂O FX	Na₂O soluble	Na₂O FX
	mg/kg	mg/kg	%	mg/kg	%
<i>Lille 4/20</i>	311,9	249,5	0,94	147,7	0,33
Lille - brique	162,8	149,4		64,5	
<i>Lyon 4/20</i>	262,4	140,9	0,88	94,6	0,51
Lyon - fines	676,7	501,6		346,7	
<i>Paris 10/20</i>	175,3	151,0	0,56	76,3	0,26
Paris - pâte	403,6	445,0		110,8	
Paris - grains	69,6	69,0		24,2	
<i>Strasbourg 4/20</i>	60,7	56,6	1,11	23,4	0,65
Strasbourg - pâte	241,1	260,2		69,9	
Strasbourg - grains	45,9	40,1		19,6	

On en déduit que la pâte de ciment durci solubilise très facilement ses alcalins, bien qu'elle en comporte une quantité assez faible (cf. § II. 3, cartographies MEB). Au contraire, les alcalins des grains sont peu solubles, même s'ils en contiennent une forte proportion (feldspaths K – plagioclases par exemple), comme par exemple pour Strasbourg. La pâte de ciment que contient ce GBR est présente en trop faible quantité pour que la teneur générale en alcalins solubles augmente significativement. Ce n'est en revanche pas le cas du gravillon GBR de Lyon, qui comporte, lui aussi, des granulats riches en alcalins peu solubles, mais dont les éléments fins, qu'il intègre en quantité appréciable (passant à 1 mm proche de 13%), libèrent beaucoup d'alcalins.

On constate enfin que les fragments de brique prélevés dans le GBR de Lille sont susceptibles de libérer une quantité non négligeable d'alcalins ($\text{Na}_2\text{O}_{\text{éq.}} \approx 160$ mg/kg), comparativement à ceux libérés par les fractions enrichies en grains de Paris et de Strasbourg ($\text{Na}_2\text{O}_{\text{éq.}} \approx 70$ et 45 mg/kg respectivement). Mais ces teneurs demeurent toutefois nettement inférieures à celles libérées par le matériau de Lille dans sa globalité ($\text{Na}_2\text{O}_{\text{éq.}} \approx 310$ mg/kg). L'essentiel des alcalins libérés a donc une autre origine.

II- 4.2. Effets de l'enrichissement sur la silice soluble

Comme dans le cas précédent, des gravillons GBR enrichis ont subi le même essai que les gravillons GBR bruts dont ils sont issus. Le choix s'est porté sur le GBR de Paris, en raison de la forte quantité de silice soluble qu'il est capable de libérer. L'objectif est donc de vérifier si cette teneur élevée est principalement liée aux différentes formes de silice mal cristallisées que contiennent les silex, ou si une part significative de cette silice soluble pourrait aussi être libérée par la pâte de ciment. Le gravillon GBR de Lille a également été sélectionné pour sa teneur assez élevée en silice soluble. Le but ici est d'évaluer la part que prennent les fragments de brique dans ce bilan, sachant qu'ils sont constitués d'une matière plus ou moins amorphe.

Les résultats obtenus sur ces 3 matériaux sont donnés dans le Tableau 13 et reportés sur la Figure 19. A titre de comparaison, les valeurs déjà obtenues sur les gravillons bruts sont repris en grisé.

Tableau 13 : Concentrations en SiO_2 et Na_2O , rapport $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ à 24, 78 et 72h obtenus sur les gravillons GBR enrichis. En grisé, les références sur les matériaux bruts.

			<i>Lille</i> 4/20	<i>Lille</i> 4/20 - brique	<i>Paris</i> 10/20	<i>Paris</i> 10/20 - pâte	<i>Paris</i> 10/20 - granulat
24h	SiO_2	<i>mol.l⁻¹</i>	0,062	0,431	0,071	0,007	0,149
	Na_2O	<i>mol.l⁻¹</i>	0,390	0,305	0,35	0,239	0,304
	$\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$	--	0,16	1,41	0,20	0,03	0,49
48h	SiO_2	<i>mol.l⁻¹</i>	0,094	0,594	0,181	0,009	0,243
	Na_2O	<i>mol.l⁻¹</i>	0,35	0,278	0,33	0,247	0,306
	$\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$	--	0,27	2,14	0,55	0,03	0,79
72h	SiO_2	<i>mol.l⁻¹</i>	0,180	0,534	0,321	0,009	0,309
	Na_2O	<i>mol.l⁻¹</i>	0,33	0,263	0,34	0,231	0,295
	$\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$	--	0,55	2,03	0,94	0,04	1,05

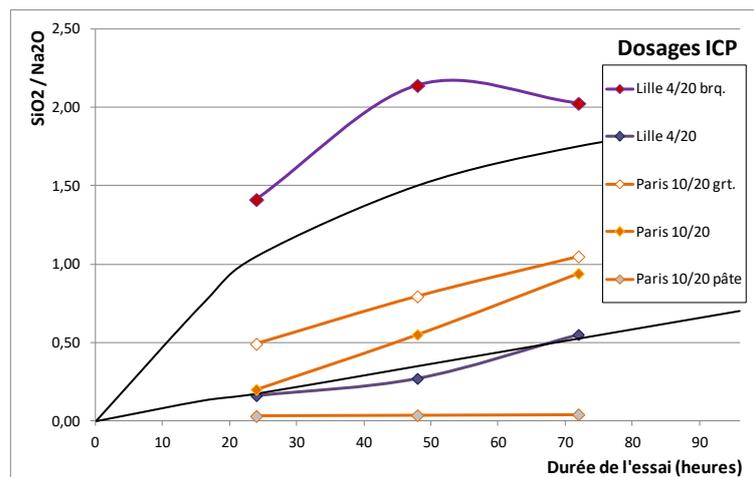


Figure 19 : Rapport $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ en solution suivant les essais de la norme NF P18-594 à différentes échéances sur gravillons GBR enrichis, et classement dans les différents types de réactivité vis-à-vis de la RAG.

Les résultats obtenus pour le GBR de Paris montrent que la pâte de ciment durci libère très peu de silice soluble. L'enrichissement en cette phase conduit en effet à un ratio $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ très faible, de l'ordre de 0,02 seulement, quelle que soit l'échéance de la mesure. Au contraire, la fraction riche en grains libère l'essentiel de la silice soluble au cours de cet essai. Le ratio $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ de l'échantillon « Paris 10/20 – granulat » progresse au cours du temps et atteint des valeurs proches de celles du GBR testé dans son ensemble.

Les essais menés sur la fraction « brique » extraite du gravillon GBR de Lille indiquent que ce matériau est susceptible de libérer une part importante de silice soluble. Avec des ratios $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ 3 à 5 fois supérieurs à ceux de l'échantillon brut, cette « pollution » apparaît alors comme un vecteur appréciable du renforcement de la réactivité de ce GBR.

III- Tests accélérés par mesures d'expansion sur mortiers en milieu suralcalinisé (NF P18-594, §5.1)

III- 1. Mode opératoire, essais préliminaires croisés

Les mesures d'expansion sur mortiers en milieu suralcalinisé ont été réalisées selon les prescriptions de la norme NF P18-594 (§5.1). Les différents gravillons GBR ont été transformés par concassage en sable 0,16/5mm. Afin de préserver au mieux les caractéristiques chimiques et minéralogiques des matériaux, des concassages « progressifs » (4 à 5) ont été pratiqués afin de récupérer le maximum de matériaux. Les fines et les refus à 5 mm ont représenté toutefois 20 à 25% de la masse initiale.

L'absorption des différents sables ainsi produits a été mesurée selon la norme NF EN 1097-6 (séchage progressif et test d'affaissement au cône, après imbibition préalable de l'échantillon pendant 24 h). Les valeurs, élevées (5 à 9%), sont du même ordre de grandeur que celles des gravillons de départ.

L'essai normatif ne tient pas compte de cette donnée. Des essais croisés (laboratoires de Douai et de Nancy) ont alors été entrepris sur un même GBR (4/10 Paris) et pour un unique rapport ciment/granat (C/G = 0,5), afin d'apprécier son éventuelle influence sur l'expansion des mortiers. L'absorption du sable, mesurée par les deux laboratoires, est de 5,3 %. Trois protocoles ont été testés :

1. Prise en compte de l'absorption d'eau en « présaturant » le sable durant 4 jours avant la confection des mortiers, selon le protocole détaillé au paragraphe III.2 ;
2. Prise en compte de l'absorption d'eau par ajout direct d'eau au moment de la confection des mortiers ;
3. Essai normalisé, sans prise en compte de l'absorption du sable.

À noter que le protocole 1 est celui qui correspond à la réalité du monde industriel, où les granulats sont généralement utilisés humides.

Le ciment utilisé pour l'ensemble des essais d'expansion est le CEM I 52,5R de la cimenterie Vicat de Xeuilley (54). Ses caractéristiques sont conformes à celles imposées par la norme, et sa teneur en alcalins équivalents actifs est de 0,76%. L'alcalinité des mélanges (4% Na₂O_{éq.}) a été obtenue par ajout de pastilles de soude, préalablement contrôlée (pureté en NaOH : 98,5%) et dissoute dans l'eau de gâchage (eau distillée). La pureté de la soude a été prise en compte dans le calcul de son dosage effectif (25,5 g).

Les compositions des mélanges pour les trois protocoles opératoires figurent dans le Tableau 14. La masse d'eau efficace est restée inchangé (300 g). L'eau de gâchage a été ajustée, le cas échéant, en fonction de l'eau absorbée par le sable (63,6 g) et de sa teneur en eau après l'étape de « présaturation ».

Tableau 14 : Composition des mortiers en fonction des différents protocoles.

	Ciment	Sable (humide ou sec)	Eau de gâchage	Eau totale	NaOH
Protocole	g	g	g	g	g
1	600	1323,6*	240,0	363,6	25,5
2	600	1200,0	363,6	363,6	25,5
3	600	1200,0	300,0	300,0	25,5

* granulats humides, « présaturés »

Trois éprouvettes 4x4x16 cm ont été confectionnées pour chaque mélange. Elles ont subi la cure et l'essai accéléré à l'autoclave, tels que définis dans le protocole opératoire normalisé. Les résultats des deux équipes : Douai et Nancy sont présentés à la Figure 20a et b respectivement. Chaque valeur

correspond à la moyenne des expansions obtenues sur les 3 éprouvettes du même mélange (valeurs toujours très proches, ce qui conforte la validité des résultats).

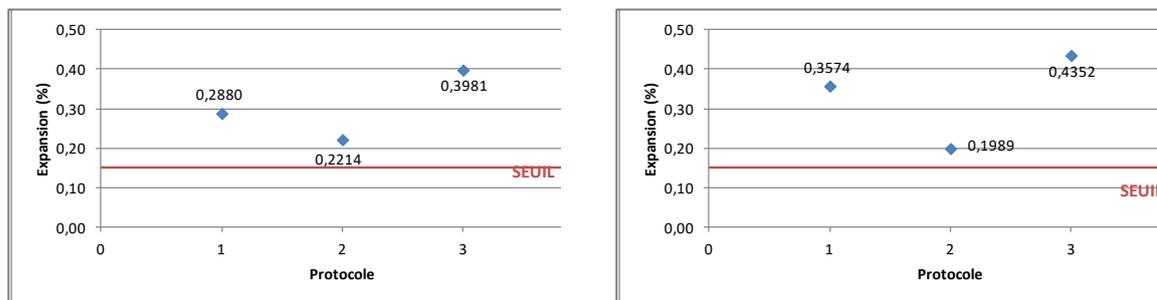


Figure 20 : Expansion des mortiers fabriqués avec le GBR 4/10 de Paris, en fonction du protocole.

Essais croisés (a = Douai ; b = Nancy).

On constate tout d'abord une bonne corrélation entre les résultats des deux laboratoires (les valeurs de Nancy sont toutefois légèrement supérieures, du moins pour les protocoles 1 et 3).

On constate ensuite que les trois protocoles donnent des expansions différentes (supérieures au seuil de 0,15% au demeurant) :

- Le protocole 2 (ajout au moment du gâchage de l'eau nécessaire à l'absorption) donne l'expansion la plus faible. L'imbibition des grains ne serait pas entièrement satisfaite avant la prise, et un surplus d'eau reste dans la pâte, rendant sa microstructure plus poreuse : porosité identique à celle du protocole 1 (Figure 21) mais avec une distribution poreuse favorisant de plus larges pores (Figure 22). Les recristallisations secondaires liées à la RAG auraient alors plus d'espace pour se développer, limitant ainsi l'expansion des mortiers.
- A l'inverse, le protocole 3 (essai normalisé) conduirait à une microstructure plus compacte (porosité plus faible qu'avec les 2 autres protocoles (Figure 21)), une partie de l'eau efficace ayant pénétré dans les grains. Les effets des recristallisations secondaires sont alors bien plus marqués, avec une expansion atteignant une valeur double de celle du protocole 2.
- Le protocole 1 (« présaturation » du sable) génère des expansions intermédiaires, que l'on suppose plus représentatives de la finalité de l'essai puisque qu'a priori toute l'eau efficace prévue est présente, sans excès (protocole 2) ni carence (protocole 3).

Le protocole 1 a donc été adopté pour la suite de l'étude, y compris pour les essais sur bétons (voir § V).

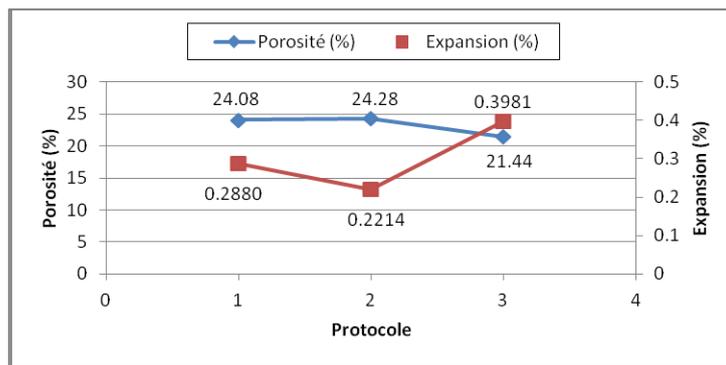


Figure 21 : Porosité et expansion des mortiers fabriqués avec le GBR 4/10 de Paris, en fonction du protocole.

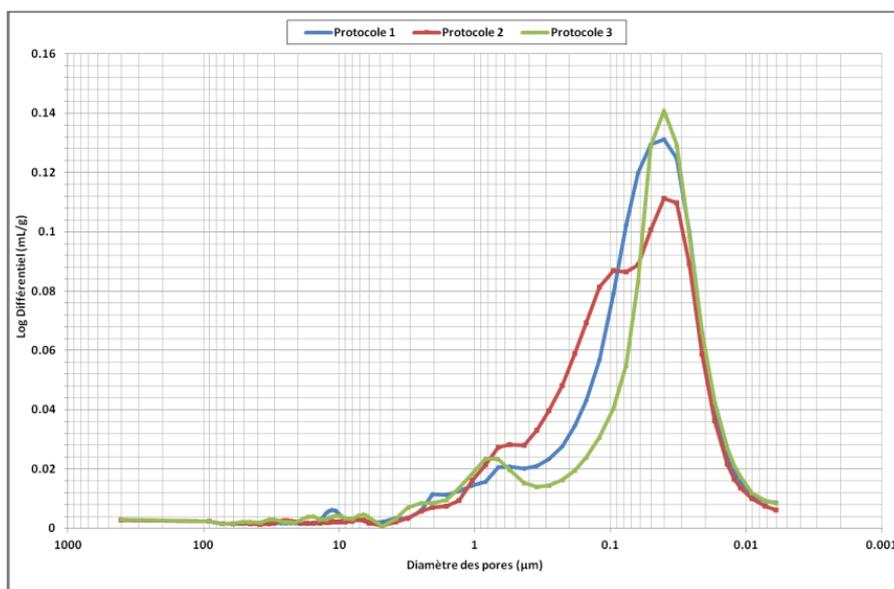


Figure 22 : Distributions poreuses (mesurées au porosimètre à mercure) des mortiers fabriqués avec le GBR 4/10 de Paris en fonction du protocole.

Ces essais conduisent également à souligner le rôle de la microstructure de la pâte de ciment durci (en lien avec le volume d'eau totale : eau efficace + eau absorbée) dans le mécanisme d'expansion des mélanges. En effet, si on croise les résultats d'expansion des mortiers précédents avec leurs porosimétries au mercure respectives (Figure 21), on constate une corrélation assez nette entre les caractéristiques de la porosité et l'expansion sachant que les paramètres des 3 formulations (volumes de ciment, sable et eau efficace) sont identiques par ailleurs.

Le mortier du protocole 3 caractérisé par les pores les plus fins et le volume de pore le plus faible (aire délimitée par la courbe de distribution) enregistre la plus forte expansion (Figure 22). Au contraire, celui du protocole 2 se caractérise par une distribution porale plus étendue et une porosité totale plus forte qui génèrent une expansion plus faible. Le protocole 1 présente quant à lui des valeurs intermédiaires tant en matière de porosité que d'expansion. Des pores plus nombreux et de plus grandes tailles tendraient à absorber une partie des gels formés par les réactions alcali-granulat et atténueraient ainsi les expansions observées au niveau des mélanges.

III- 2. Protocole de « présaturation » des sables retenus pour les essais accélérés sur mortiers

La « présaturation » des sables issus de GBR, destinés à la fabrication des mortiers pour les essais de variations dimensionnelles, se déroule de la façon suivante :

1. Fabrication d'un échantillon de sable 0,16/5mm par concassage (éventuel) des GBR et reconstitution granulaire,
2. Mesure de l'absorption d'eau de ce sable selon la méthodologie de la norme NF EN 1097-6, en utilisant une prise d'essai de 600g environ. Le granulats testé ne sera pas réutilisé (risque de lixiviation des alcalins).
3. « Présaturation » du granulats en le plaçant durant 96 heures minimum dans un container étanche de taille adaptée, en présence d'une quantité d'eau w_{ep-s} égale à l'absorption $Ab + 5\%$ de la masse sèche traitée. La masse sèche M_{GBR} est de 440 g, 720 g ou 1200 g respectivement, selon la valeur du rapport C/G du mortier considéré.

$$w_{ep-s} = M_{GBR} * (Ab + 0,05)$$

4. Agitation périodique, et modérée, du container au cours des premières heures, en veillant à éviter l'attrition des grains. Ce traitement doit permettre une imbibition homogène. Le container peut éventuellement être pesé en début et fin de processus.
5. Vidange directe du container dans le bol du malaxeur, et rinçage avec une partie de l'eau de gâchage sodée, afin de récupérer les grains collés sur la paroi.

L'eau de gâchage, $w_{gâchage}$, est déduite de l'eau de la norme, w_{norme} , selon la relation :

$$w_{gâchage} = w_{norme} - 0,05 \times M_{GBR}$$

avec $w_{gâchage}$ et w_{norme} exprimées en grammes.

La masse de soude à incorporer dans l'eau de gâchage m_{NaOH} est donnée par la relation :

$$m_{NaOH} = m_c \left(0,04 - \frac{c_{Na_2O_{\text{éq.}}}}{100} \right) \times \frac{2 \cdot M_{NaOH}}{M_{Na_2O}}$$

avec : m_{NaOH} la masse de soude en grammes ;
 m_c la masse de ciment (en grammes) spécifiée par la norme ;
 $c_{Na_2O_{\text{éq.}}}$ la teneur en Na_2O éq. du ciment, en pourcents ;
 M_{NaOH} la masse molaire de la soude (40 g/mol) ;
 M_{Na_2O} la masse molaire de l'oxyde de sodium (62 g/mol).

III- 3. Résultats obtenus sur les matériaux bruts

Les résultats d'expansion sur mortiers montrent que tous les gravillons de GBR étudiés dans le cadre de ce projet seraient classés comme réactifs d'après cette méthode (Figure 23).

Le gravillon GBR de Paris 4/10 (et 10/20) dépassent très largement le seuil d'expansion (2 fois le seuil et plus en fonction du rapport C/G) ainsi que celui de Lille dans une moindre mesure (moins de 2 fois le seuil). Ces résultats sont cohérents avec le classement « PR » (potentiellement réactifs) obtenu par les essais de dosage en silice soluble (§. II- 2.2). De même, ces matériaux libèrent une quantité significative d'alcalins (§. II- 1.2).

Les gravillons GBR de Lyon et Strasbourg dépassent le seuil d'expansion beaucoup plus modérément (voire ne le dépasse pas dans le cas du GBR Lyon avec C/G = 2,5). Les résultats sur mortiers viennent cette fois en contradiction avec ceux obtenus par les essais de dosage en silice soluble (§ II- 2.2) qui les

avaient classés comme « NR » (non-réactifs). Toutefois, dans le cas du gravillon de Lyon, il a été identifié que les éléments fins qu’il renferme étaient à l’origine d’une libération d’alcalins significatives (§ II- 4.1) pouvant intervenir dans la réaction. De même, le gravillon de Strasbourg contient des grains originels pouvant présenter une réactivité important comme le montre les résultats du paragraphe suivant (§ III- 4).

Il est à noter que les gravillons de référence du PN 4/10 et 6,3/20 sont classés « NR » mais à la limite du seuil de réactivité.

Pour ce qui est des sables GBR étudiés, les résultats d’expansion sur mortiers montrent qu’ils seraient tous classés comme non réactifs d’après ce test, à l’exception du sable Paris 0/4 qui lui serait classé réactif (Figure 24).

Les sables GBR de Lille, Lyon et Strasbourg ne dépassent pas, en effet, le seuil d’expansion, les classant « NR » (non-réactifs). Ces résultats sont cohérents avec ce même classement obtenu par les essais de dosage en silice soluble (§ II- 2.2), bien que ces matériaux libèrent une quantité significative d’alcalins (§ II- 1.2).

Le sable Paris 0/4 dépassent, en revanche, le seuil d’expansion pour les ratios C/G de 1,25 et 2,5 classant ce sable « PR » (potentiellement réactif) ce qui vient en contradiction avec le classement « NR » obtenu par les essais de dosage en silice soluble (§ II- 2.2).

A noter, le sable de référence du PN est classé « PR » (potentiellement réactif) puisqu’il dépasse largement le seuil d’expansion (avec une valeur de 0,25 % pour un seuil fixé à 0,15 %). Ce résultat est cohérent avec ce même classement obtenu par les essais de dosage en silice soluble (§ II- 2.2).

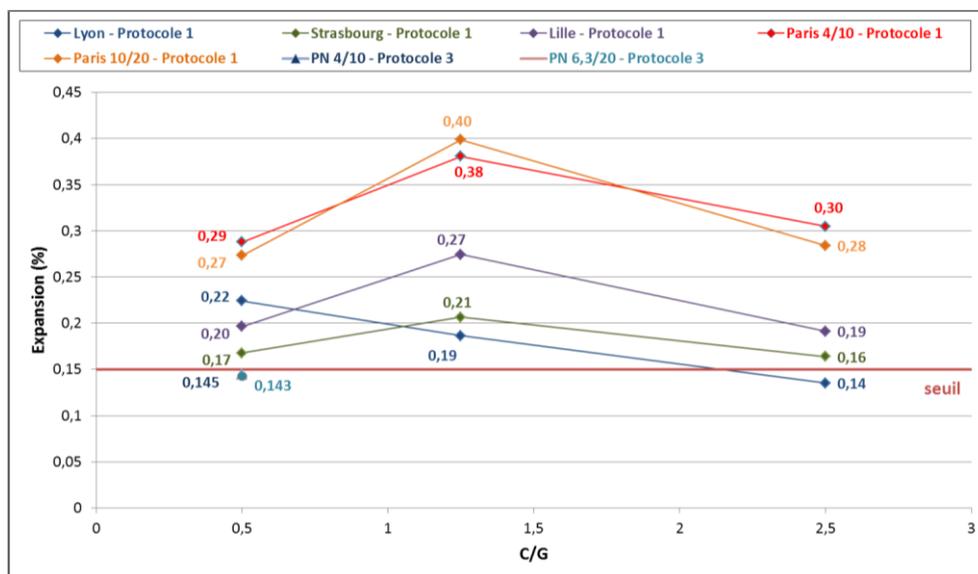


Figure 23 : Expansion des mortiers fabriqués à partir des différents gravillons GBR en fonction du rapport C/G.

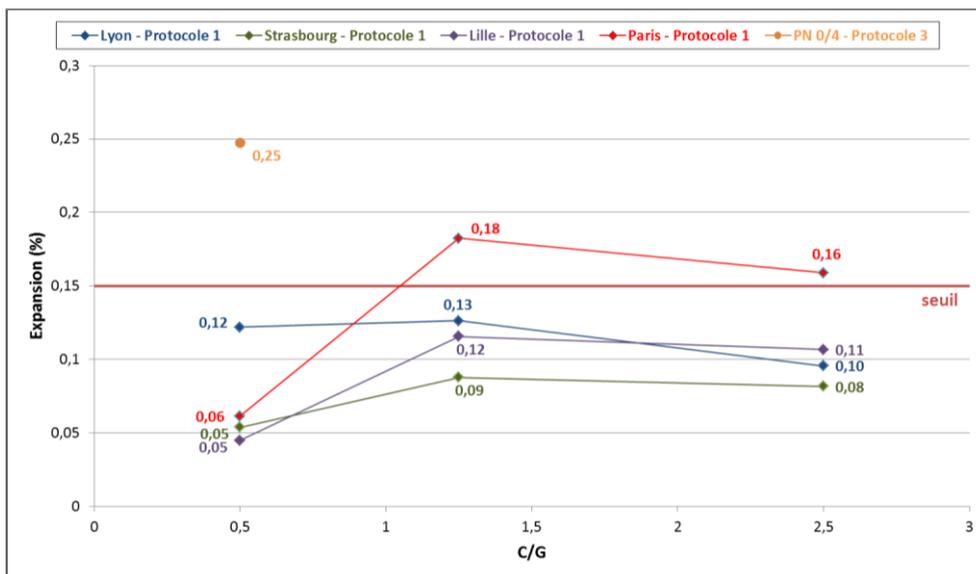


Figure 24 : Expansion des mortiers fabriqués à partir des différents sables GBR en fonction du rapport C/G.

III- 4. Effets de l’enrichissement sur les tests accélérés d’expansion

Comme précédemment pour la silice et les alcalins solubles (§ II), des essais spécifiques ont été menés avec des GBR enrichis soit en pâte de ciment durci, soit en grains originels, afin de tester plus spécifiquement le rôle de chacune des deux phases vis-à-vis de l’expansion en milieu suralcalinisé. Les enrichissements (§ I- 3.2) ont été effectués sur les gravillons de Strasbourg (faible expansion) et sur ceux de Paris (forte expansion). Un échantillon de brique extrait du gravillon de Lille a également été testé, dans la continuité des essais réalisés spécifiquement sur ce matériau. Ces essais ont été faits à Nancy et à Douai pour le GBR de Strasbourg, à titre de comparaison. Les valeurs obtenues dans les deux laboratoires sont une nouvelle fois compatibles (expansion de 0,17 % dans les deux cas pour un rapport C/G = 0,5).

Les essais ont été conduits selon le protocole utilisé pour les gravillons GBR bruts (broyage des gravillons en sable 0,16/5 mm, mesure de l’absorption, présaturation, etc.). Cependant, seul le rapport C/G de 0,5 a été testé. Les résultats sont donnés dans le Tableau 15.

Tableau 15 : Absorption des sables et expansion des mortiers (C/G=0,5) exprimées en % et en 10⁻⁶, pour différents phases issues des GBR.

	Ab	Expansion	
		%	10 ⁻⁶
Lille - brique	5,02	0,12	1213
Paris - pâte	8,42	0,12	1225
Strasbourg 4/10	6,18	0,17	1723
Strasbourg - pâte	8,36	0,06	580
Strasbourg - grains	3,86	0,33	3349

On constate que les GBR enrichis en pâte de ciment durci engendrent des expansions 2 à 3 fois plus faibles que celles des gravillons bruts (Paris 0,12% contre 0,29% ; Strasbourg 0,06% contre 0,17%).

Le sable contenant les fragments de briques (Lille) provoque une expansion non négligeable, mais toutefois inférieure au seuil de 0,15% au-delà duquel les matériaux sont considérés réactifs.

Le GBR de Strasbourg enrichi en grains présente une forte expansion (0,33%) alors qu'il libère peu d'alcalins et peu de silice (voir les essais précédents § II). On peut donc en déduire que la phase granulaire, largement présente dans le gravillon brut, est la principale responsable de l'expansion des GBR bruts de Strasbourg.

Les mécanismes à l'origine de cette forte expansion peuvent être attribués à la porosité/absorption des grains de GBR. Si leur porosité est faible (Strasbourg enrichi en grains), les gels secondaires formés à l'interface provoqueraient alors, par « manque de place », une plus forte expansion que si la porosité des grains est forte (Strasbourg enrichi en pâte durcie), où les gels secondaires peuvent probablement s'épancher partiellement dans la porosité de la pâte durcie. La Figure 25 montre clairement cette tendance. Le caractère plus ou moins réactif des matériaux intervient évidemment aussi, puisqu'à absorption équivalente, les GBR « pâte » de Paris (riches en silice instable) présentent une expansion bien plus importante que ceux de Strasbourg (contenant peu d'alcalins et une silice stable). Ce phénomène se vérifie également en intégrant les valeurs obtenues (à C/G = 5 ; protocole n°1) plus généralement avec les 9 autres GBR (expansions présentées Fig. 23 et 24).

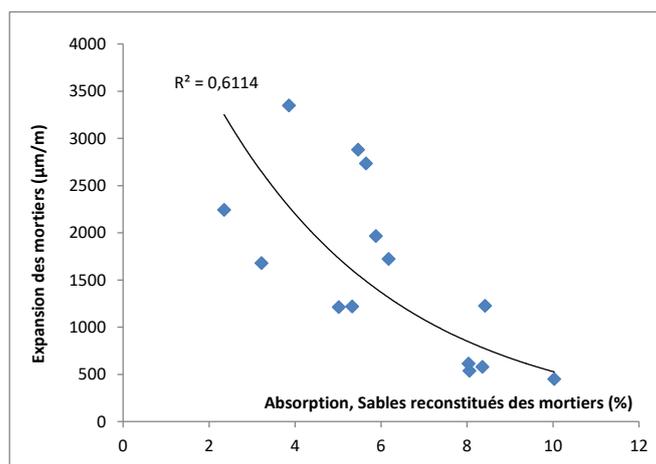


Figure 25 : Expansion des mortiers (C/G = 0,5) en fonction de l'absorption des sables reconstitués (0,16/5mm) obtenus sur les GBR bruts (sables et mortiers, Fig 23 et 24) ou enrichis (valeurs précédentes, Tab. 15).

Ces essais incitent à souligner également le rôle de la microstructure de la pâte de ciment durci, en lien avec le volume d'eau totale (E efficace + E absorbée), dans le mécanisme d'expansion des mélanges. Si on croise les résultats obtenus au niveau des essais qui ont servi à définir le mode opératoire des tests d'expansion en milieu suralcalinisé (§ III-1) avec les porosimétries Hg correspondantes, on constate que le mortier du protocole 3, qui comporte les pores les plus fins et le volume de pores (aire délimitée par la courbe de distribution) le plus faible, enregistre la plus forte expansion. Le protocole 2, avec une distribution porale plus étendue et une porosité totale plus forte, subi une expansion plus faible. Enfin le protocole 1 présente des valeurs intermédiaires, tant en matière de porosité que d'expansion. Les résultats de ces 3 essais tendent également à illustrer le rôle de la microporosité de la pâte de ciment durci, les matériaux et la formulation (volumes de ciment, sable et eau efficace) des mortiers étant identiques par ailleurs.

IV- Tests accélérés par mesures d'expansion sur micro mortiers (microbars) en milieu suralcalinisé (NF P18-594, §5.2)

Dans la norme NF P18-594, il est présenté un alternatif à l'essai sur mortier, il s'agit d'un essai sur microbar.

Tout comme pour les essais accélérés sur mortier, la question de la présaturation ou non des sables de fraction 0,16/0,63 mm nécessaire à la réalisation des essais microbars se pose. Avant de faire les tests préliminaires présentés au paragraphe IV.2, il est décrit ci-dessous le protocole de « présaturation ».

IV- 1. Protocole de « présaturation » des sables retenus pour les essais accélérés sur micro mortiers

La présaturation se fait en ajoutant l'eau d'absorption plus 5% de la masse de granulats 96h avant la gâchée dans un container étanche de taille adaptée, en présence d'une quantité d'eau w_{ep-s} égale à l'absorption $Ab + 5\%$ de la masse sèche traitée à l'image de la procédure qui est faite pour l'essai sur mortier (§ III.2). Cependant, il est très difficile de mesurer l'absorption d'eau de la fraction utilisée pour les essais microbars, c'est-à-dire la fraction 0,16/0,63 mm, à cause des effets trop importants des forces électrostatiques et des ménisques formés par l'eau intergranulaire. En effet, les deux protocoles existants pour mesurer le coefficient d'absorption d'eau : la méthode IFSTTAR n°78 et la norme EN 1097-6 donnent des résultats très différents de 7,0 et 4,3 respectivement (Figure 26). Il a donc fallu élaborer une méthode indirecte afin de déterminer de la façon la plus simple possible le coefficient d'absorption d'eau de cette fraction. Cette nouvelle méthode dite indirecte par perte au feu [Delobel et al., 2016], détaillée dans le sous paragraphe suivant, donne un résultat plus satisfaisant ($WA_{24} = 5,1$) sans doute plus proche de la valeur réelle comme indiqué dans la Figure 26.

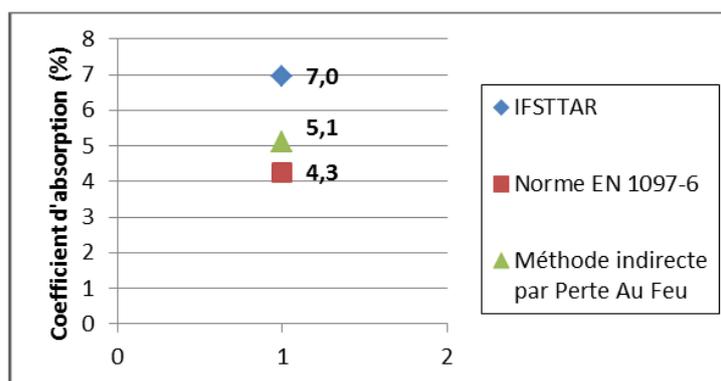


Figure 26 : Comparaison des coefficients WA_{24} de la fraction 0,16/0,63 mm du GBR Paris 4/10 broyé obtenus selon la méthode IFSTTAR n°78, la norme EN 1097-6 et la méthode indirecte de la perte au feu

(WA_{24} : coefficient d'absorption d'eau après 24h d'immersion)

IV- 1.1 Détermination du coefficient d'absorption d'eau du sable 0,16/0,63 pour les essais sur microbars issu du broyage d'un gravillon

Pour obtenir le coefficient d'absorption d'eau de la fraction 0,16/0,63 mm obtenue par broyage d'un gravillon (Figure 27), il faut :

1/ mesurer le coefficient d'absorption d'eau du matériau initial (gravillon) selon la norme NF EN-1097-6 avec le papier absorbant sur une prise d'essai d'un kilo environ.

2/ broyer un échantillon représentatif du gravillon jusqu'à refus nul au tamis 0,63 mm. Une perte au feu* est alors effectuée sur une prise d'essai de cet échantillon. L'absorption d'eau étant intrinsèque au matériau**, il faut prendre, comme valeur de coefficient d'absorption, la même valeur que le coefficient du matériau initial (gravillon).

3/ tamiser le reste de cet échantillon au tamis 0,16 mm, la fraction 0,16/0,63 mm étant la fraction utilisée pour les essais microbars. Cette fraction sera alors lavée. Une perte au feu* est réalisée sur cette fraction.

On connaît désormais le coefficient d'absorption d'eau et la perte au feu du gravillon broyé à 0,63 mm ainsi que la perte au feu de la fraction 0,16/0,63 mm du gravillon broyé. L'absorption d'eau et la perte au feu étant proportionnelles**, il en est déduit le coefficient d'absorption d'eau de la fraction 0,16/0,63 mm du gravillon broyé, et donc la quantité d'eau de présaturation de cette fraction pour les essais microbars (Figure 28).

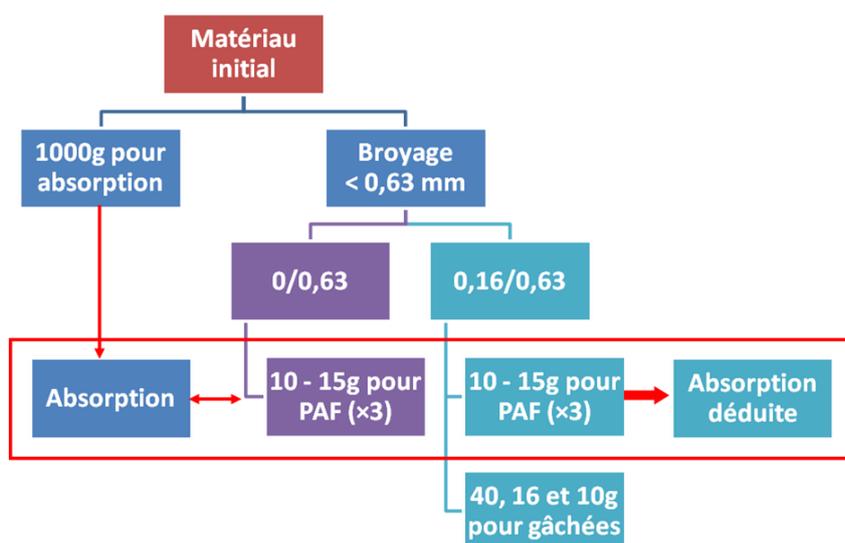


Figure 27 : Description schématique de la détermination du coefficient WA_{24} de la fraction 0,16/0,63 mm issue d'un gravillon broyé

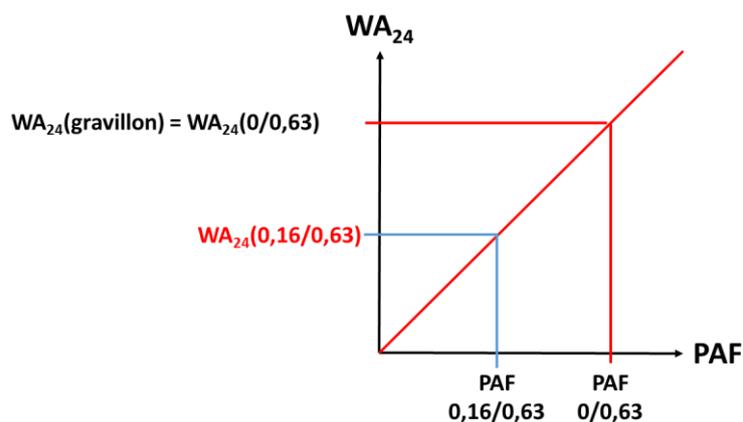


Figure 28 : Détermination du coefficient WA_{24} de la fraction 0,16/0,63 mm issue d'un gravillon broyé.

(WA_{24} : coefficient d'absorption d'eau après 24h d'immersion)

* : La perte au feu utilisée ici est effectuée à 475 °C durant 24h après un séchage préalable à 105°C traduisant la teneur en pâte de ciment dans le granulat recyclé (il y a proportionnalité entre perte au feu et teneur en pâte de ciment).

** : En réalité, l'absorption d'eau est proportionnelle à la quantité de vieille pâte de ciment durcie, qui elle-même est proportionnelle à la perte au feu. Il est donc possible d'extrapoler en admettant que l'absorption d'eau d'un GBR est proportionnelle à la perte au feu.

Sur le graphique des Figure 28 et Figure 30, il est également considéré que l'absorption d'eau est nulle lorsque la teneur en pâte de ciment est nulle, c'est-à-dire pour les granulats naturels. Cette extrapolation est tout de même cohérente si l'équation suivante est prise en compte :

$$WA_{24}(GBR) = WA_{24}(\text{granulat naturel}) + WA_{24}(\text{pâte de ciment})$$

Or, l'absorption d'eau des granulats naturels est négligeable devant celle de la pâte de ciment durcie : en effet, leur porosité est extrêmement faible (absorption <1%) et la quantité de pâte de ciment dans les GBR n'est pas négligeable. Ainsi, on obtient l'équation :

$$WA_{24}(GBR) = WA_{24}(\text{pâte de ciment})$$

IV- 1.2 Détermination du coefficient d'absorption d'eau de la fraction 0,16/0,63 mm pour les essais sur microbars issu du broyage d'un sable

Pour obtenir le coefficient d'absorption d'eau de la fraction 0,16/0,63 mm obtenue par broyage d'un sable (Figure 29), il faut :

1/ mesurer le coefficient d'absorption d'eau du matériau initial (sable) selon la norme NF EN-1097-6 avec le cône tronconique sur une prise d'essai d'un kilo environ après avoir éliminé la fraction 0/0,16 mm de ce matériau (fraction gênante pour la mesure d'absorption) ; on obtient alors la fraction 0,16/D.

2/ broyer un échantillon représentatif du sable 0,16/D jusqu'à refus nul au tamis 0,63 mm. Une perte au feu* est alors effectuée sur une prise d'essai de cet échantillon. Lors du broyage de cet échantillon, il y aura formation d'une fraction fine inférieure à 0,16 mm. Cependant cette fraction sera gardée pour

effectuer la perte au feu. L'absorption d'eau étant intrinsèque au matériau**, il faut prendre, comme valeur de coefficient d'absorption, la même valeur que le coefficient du sable 0,16/D.

3/ tamiser le reste de cet échantillon au tamis 0,16 mm, la fraction 0,16/0,63 mm étant la fraction utilisée pour les essais microbars. Cette fraction sera alors lavée. Une perte au feu* est alors réalisée sur cette fraction.

On connaît désormais le coefficient d'absorption d'eau et la perte au feu du sable broyé à 0,63 mm ainsi que la perte au feu de la fraction 0,16/0,63 mm du sable broyé. L'absorption d'eau et la perte au feu étant proportionnelles**, il en est déduit le coefficient d'absorption d'eau de la fraction 0,16/0,63 mm du sable broyé, et donc la quantité d'eau de présaturation de cette fraction pour les essais microbars.

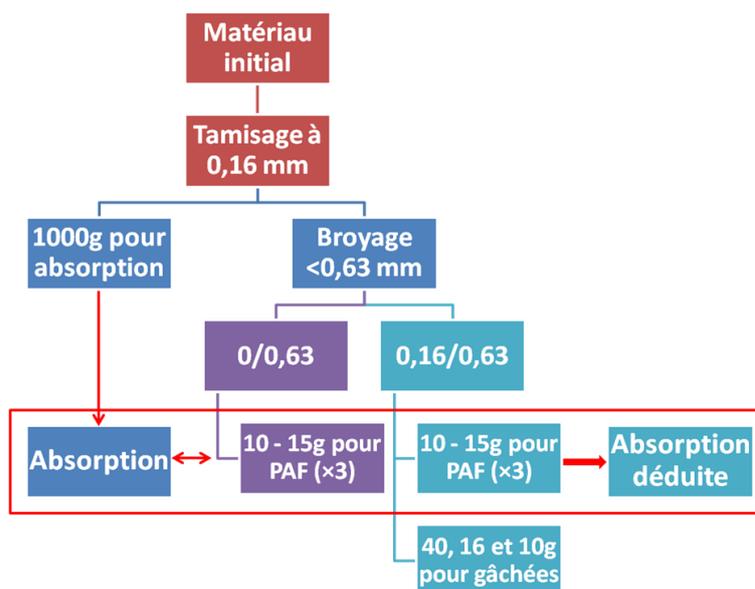


Figure 29: Description schématique de la détermination du coefficient WA_{24} de la fraction 0,16/0,63 mm issue sable 0,16/D broyé.

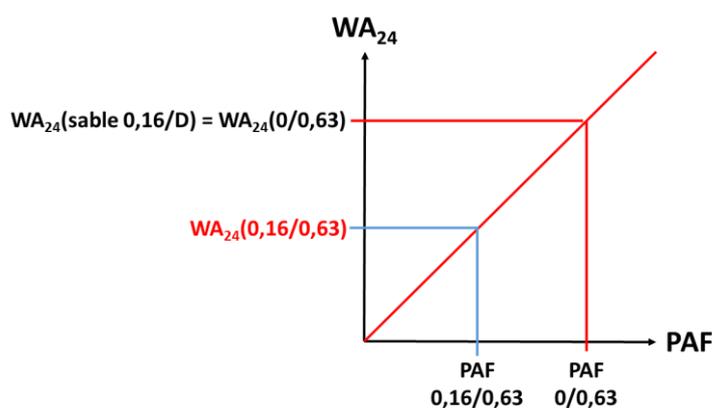


Figure 30: Détermination du coefficient WA_{24} de la fraction 0,16/0,63 issue d'un sable 0,16/D broyé.

(WA_{24} : coefficient d'absorption d'eau après 24h d'immersion)

IV- 2. Essais préliminaires

Les mesures d'expansion sur micro mortiers (microbars) en milieu suralcalinisé ont été réalisées selon les prescriptions de la norme NF P18-594 (§5.2).

L'essai normatif ne tient pas compte de cette donnée. Des essais préliminaires ont été entrepris sur le gravillon GBR Paris 4/10 et pour un unique rapport ciment/granat (C/G = 0,5), afin d'apprécier son éventuelle influence sur l'expansion des microbars. L'absorption du sable mesurée est de 5,1 % d'après la méthode indirecte par perte au feu décrit dans le paragraphe précédent (§ IV.1). Trois protocoles ont été testés :

1. Prise en compte de l'absorption d'eau en « présaturant » la fraction 0,16/0,63 mm durant 4 jours avant la confection des microbars ;
2. Prise en compte de l'absorption d'eau par ajout direct d'eau au moment de la confection des mortiers ;
3. Essai normalisé, sans prise en compte de l'absorption de la fraction 0,16/0,63 mm.

La Figure 31 montre les résultats des différents protocoles réalisés sur les essais microbars. Ces résultats montrent une expansion équivalente pour les protocoles 1 et 2 et une expansion moindre pour le protocole 3 avec granulats secs. La valeur d'expansion obtenue pour le protocole 3 peut s'expliquer par le fait que la réalisation des microbars a posé quelques difficultés : les GBR ayant absorbé une grande partie de l'eau efficace, la mise en place des éprouvettes n'a pas été aisée, ce qui a certainement induit une certaine porosité interne, porosité pouvant accueillir les produits expansifs et donc diminuer l'expansion des éprouvettes.

Les protocoles 1 et 2 donnant des valeurs relativement proches, le protocole 1 a été choisi pour la réalisation des essais microbars afin d'avoir les mêmes conditions d'essais que pour les mortiers et les bétons.

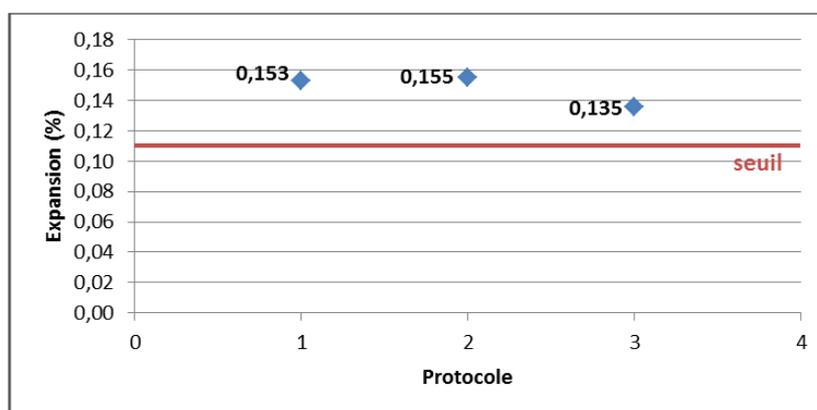


Figure 31 : Expansion des microbars fabriqués avec le GBR Paris 4/10 et un rapport C/G de 0,5 en fonction du protocole.

IV- 3. Résultats obtenus sur les matériaux bruts

Les différents résultats de l'expansion des essais sur microbars fabriqués à partir des différents gravillons GBR en fonction du rapport C/G sont présentés sur la Figure 32.

Cette figure montre que les GBR gravillons de Paris, Lille, Strasbourg et Lyon sont tous « PR » (potentiellement réactif). En effet, même si certains résultats (en fonction des rapports C/G) sont en-dessous du seuil de réactivité, c'est la valeur d'expansion la plus élevée qui détermine la réactivité d'un granulats pour les essais microbars. Cependant, l'expansion du gravillon de Lille ainsi que celui de Lyon diminue lorsque le rapport C/G augmente et passe en-dessous de la barre seuil de 0,11% d'expansion pour le rapport C/G de 10. Contrairement à celui-ci, le gravillon Paris 4/10 et 10/20 a une expansion équivalente pour les trois rapports C/G. Cela peut s'expliquer par le fait que le gravillon de Paris possède une quantité plus importante de silice que le gravillon de Lille (environ 58% pour Paris 4/10 et 10/20 contre 45,6% pour Lille 4/20 et 51,5% pour Lyon). Ainsi, la silice du gravillon Paris 4/10 et 10/20 est en quantité suffisante pour réagir avec les alcalins apportés par le nouveau ciment et la solution de potasse, même quand la teneur de ceux-ci augmente via l'accroissement du rapport C/G ; il y a donc toujours expansion avec ce gravillon. Par contre, la quantité de silice semble trop faible dans le gravillon de Lille pour un fort taux d'alcalin : pour un rapport C/G de 10, la plupart de la silice est consommée ; il n'y a pas assez de formation de produit expansif pour dépasser le seuil d'expansion. Concernant le gravillon de Strasbourg, son expansion diminue lorsque le rapport C/G augmente, comme pour le GBR gravillon de Lille. Cependant, la quantité de silice présente dans ce gravillon (54%) est suffisante pour induire une expansion supérieure ou égale au seuil. De plus, des essais sur mortier enrichi en phase granulaire du GBR Strasbourg ont montré la réactivité de celle-ci (§ III.4) et donc de la silice qu'elle contient.

Ce classement « PR » (potentiellement réactif) des gravillons GBR testés lors des essais sur microbars est en adéquation avec le classement obtenu avec les essais sur mortier (§ III.3)

Les expansions des microbars confectionnés à partir des différents sables GBR en fonction du rapport C/G sont présentées sur la Figure 33.

Les résultats montrent que tous les sables GBR testés (Paris, Lille, Strasbourg et Lyon) sont classés « PR » (potentiellement réactif) car le seuil d'expansion est dépassé pour le rapport C/G de 2 même si cela n'est pas le cas pour les deux autres rapports C/G (5 et 10). Ce classement « PR » vient en contradiction avec le classement « NR » obtenu par les essais de dosage en silice soluble (§ II- 2.2) mais également par les essais sur mortiers à l'exception du sable GBR de Paris qui était classé réactif (§ III.3).

Cette différence peut s'expliquer par le fait que cet essai accéléré sur microbars présente des conditions plus sévères (notamment une cure à la vapeur et une cure alcaline particulièrement drastiques) que dans l'essai sur mortiers amenant à ce changement de classification. Par ailleurs, le fait de n'utiliser que la fraction granulaire 0,16/0,63 mm du matériau broyé crée un problème de représentativité de l'échantillon, car la fraction la plus fine, inférieure à 0,160 mm et recueillant une part importante de l'ancien ciment, est éliminée. De même, la faible quantité de la prise d'essai peut nuire à la représentativité de l'essai. Il apparaît donc que cet essai accéléré sur microbars ne soit pas le plus approprié aux GBR surtout dans le cas des sables GBR.

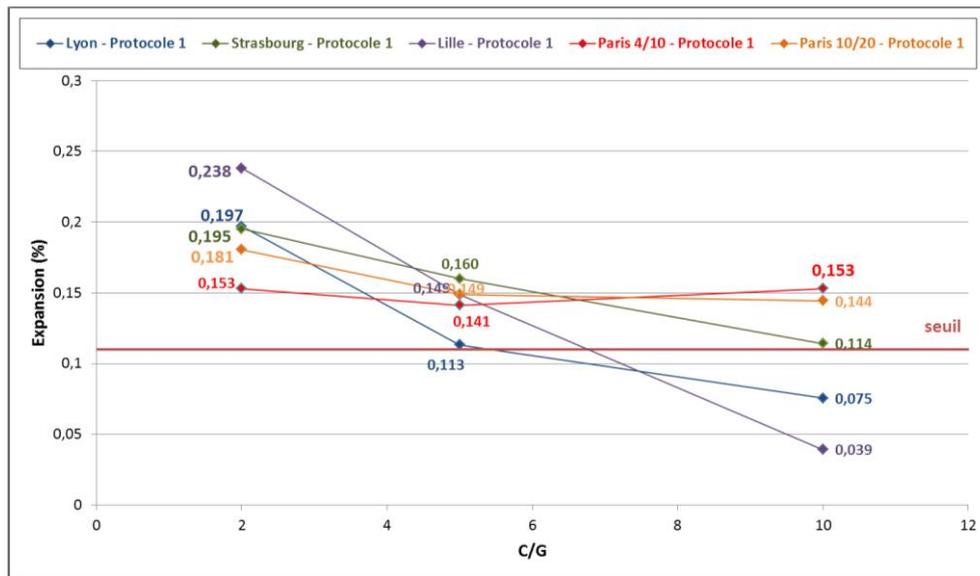


Figure 32 : Expansion des microbars fabriqués à partir des différents gravillons GBR en fonction du rapport C/G.

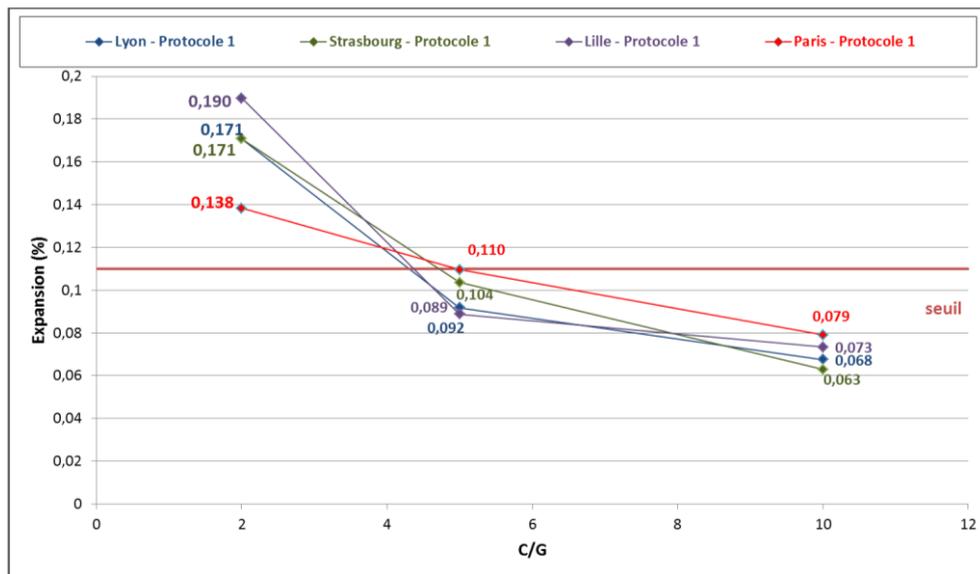


Figure 33 : Expansion des microbars fabriqués à partir des différents sables GBR en fonction du rapport C/G.

V- Tests sur bétons – applicabilité de la démarche FD P18-464

V- 1. Remarques préliminaires

Il existe dans différents pays des méthodes normatives déjà établies afin de déterminer la potentialité de la RAG lors de l'emploi de granulats naturels dans le béton. Par contre, il reste encore des verrous à lever en vue d'appliquer ces méthodes ou d'en proposer de nouvelles aux granulats recyclés. Dans les thèses de [Scott, 2006 ; Adams, 2012], les auteurs ont étudié l'applicabilité des méthodes [ASTM C1260, C1567 et C1293] sur les granulats recyclés. Des modifications et recommandations ont été proposées afin d'améliorer la concordance avec les recyclés. En France, depuis des années, la démarche consignée dans le fascicule de documentation [FD P18-464] est utilisée pour prévenir les phénomènes d'alcali-réaction dans des bétons de granulats naturels. Cependant, il s'agit de vérifier si cette démarche peut être appliquée dans le cas de nouveaux bétons incorporant des granulats recyclés.

L'objectif de cette section est d'étudier la RAG dans les bétons contenant des GBR et SBR. Les résultats sont présentés en deux parties :

- étude paramétrique de la RAG des bétons contenant des GBR et SBR ;
- vérification de l'applicabilité du FD P18-464 lors de l'utilisation de granulats recyclés.

Les travaux menés ont été effectués sur des formulations de bétons C35/45 développées par Th. Sedran dans le cadre de ce projet national [Sedran, 2013]. Notons que l'utilisation d'additions minérales pour empêcher la RAG dans le cas d'utilisation de granulats recyclés a été étudiée dans cette section.

La structure de la section est la suivante :

- Matériaux
- Formulation des bétons et bilan des alcalins
- Malaxage – Echantillonnage – Essais réalisés
- Résultats – Expansions des bétons conservés à 60°C
- Applicabilité de la démarche de la norme FD P18-464

V- 2. Matériaux

V- 2.1 Ciments et additions

Deux types de ciment ont été utilisés : un ciment CEM I 52,5 R produit par la société Vicat à l'usine de Xeuilley (54), noté C1 et un CEM II/A-L 42,5N, noté C2 (ciment du PN Recybeton). Les caractéristiques principales de C1 sont données dans le Tableau 16; C1 a été choisi pour sa teneur en alcalins élevée. Les fiches techniques sont disponibles en annexe 1.

Tableau 16 : Caractéristiques du ciment C1

Type	Masse volumique (g/cm ³)	Finesse Blaine (cm ² /g)	Clinker (% en masse)	Constituants secondaires (% en masse)	Na ₂ O _{eq} actifs (%)
CEM I 52.5 R	3,17	4490	99	1	0,76

Le filler calcaire (FC) Betocarb HP-OG employé provient de la société Omya (usine d'Orgon). Les caractéristiques principales sont données dans le Tableau 17. La fiche technique est disponible en annexe 1.

Tableau 17 : Caractéristiques du filler calcaire

Dénomination	Masse volumique (g/cm ³)	Blaine fineness (cm ² /g)	Calcaire (% en masse)	Passant à 0.125mm (%)
Betocarb HP-OG	2,700	4620	99	100

Le métakaolin (MK) utilisé, noté MK est un métakaolin obtenu par calcination "Flash" d'une argile kaolinique (Argeco, Argicem). Les caractéristiques sont consignées en annexe 1.

Le laitier (L) ECOCEM est utilisé. La fiche technique est disponible en annexe 1.

Le superplastifiant MC PowerFlow 3140 et le retardateur de prise Centrament Retard 370 (MC Bauchemie) sont utilisés. Le superplastifiant est issu de la famille des polycarboxylates. Le retardateur peut ralentir l'hydratation du ciment et améliorer l'ouvrabilité dans le temps. Le Tableau 18 présente les données principales de ces adjuvants. Les fiches techniques (extraits) sont présentées en annexe 1.

Afin d'obtenir une teneur en alcalin visée dans le béton, l'hydroxyde de sodium (NaOH) sous forme de pastille est utilisé.

Tableau 18 : Caractéristiques des adjuvants

Dénomination	Masse volumique (g/cm ³)	Dosage préconisé (% massique de ciment)	Teneur en Cl ⁻ (%)	Teneur en alcalins (%)
Superplastifiant	1,06	0,2 à 3,0	≤0,1	≤1,5
Retardateur	1,08	0,2 à 0,8	≤0,1	≤1,0

V- 2.2 Granulats

Granulats naturels (GN)

Deux types de granulats naturels ont été utilisés :

- les sables et gravillons naturels du PN Recybéton, noté GN1. Vis-à-vis de la RAG, le sable est potentiellement réactif (PR), les gravillons sont non réactifs (NR) ;
- des sables et gravillons naturels produits par la société OMG S.A (Marbre Saint-Beat), noté GN2. Ils sont caractérisés NR.

Granulats recyclés (GR)

a) Sable recyclé

Le sable recyclé utilisé provient de la plateforme de production DLB située à Gonesse (Paris). Les propriétés principales sont consignées dans le Tableau 19

b) Gravillons recyclés

Les gravillons recyclés utilisés dans cette étude sont en provenance de trois régions : Paris (coupures 4/10 et 10/20) ; Strasbourg (coupure 4/20) et Lille (coupure 4/20). Les propriétés principales sont données dans le Tableau 19.

Tableau 19 : Caractéristiques des granulats recyclés (GR)

Matériau	Paris 0/4	Paris 4/10	Paris 10/20	Strasbourg 4/20	Lille 4/20
----------	-----------	------------	-------------	-----------------	------------

MV (kg/m ³)	2180	2255	2227	2335	2149
Ab (%)	9,20	6,05	6,34	4,59	6,82
Caractéristiques	PR	PR	PR	NR/PR	PR
Na ₂ O _{eq} soluble (mg/kg)	399,4	191,3	175,3	60,7	311,9

Les teneurs en alcalins solubles ont été dosées en appliquant la méthode n° 37 du LCPC (LCPC, Essai de granulats - Détermination des alcalins solubles dans l'eau de chaux). Résultats cohérents avec ceux du Tableau 8

V- 3. Formulation des bétons et bilan des alcalins

V- 3.1 Etat hydrique des granulats

Afin d'éviter toute altération des mesures de gonflement qui pourrait être causée par l'absorption d'eau des granulats, nous avons décidé que quel que soit le béton :

- l'état hydrique des granulats naturels (sable et gravillons) a toujours été maintenu égale à la valeur de leur coefficient d'absorption ;
- l'état hydrique des granulats recyclés (sable et gravillons) a toujours été maintenu à la valeur de leur coefficient d'absorption plus 1%.

V- 3.2 Procédure de pré-humidification des granulats

Avant la phase de pré-humidification, la teneur en eau des granulats est mesurée. Celle-ci varie en effet en fonction des variations de température et d'humidité relative ambiantes et en fonction de la zone de prélèvement dans le big bag (haut, milieu, fond). Il est donc essentiel de quarter les coupures granulaires pour obtenir un échantillon homogène avant chaque malaxage. Des essais préliminaires ont en effet montré l'importance de cette phase d'homogénéisation sur la régularité du matériau à l'état frais. Pour chaque type de granulat, deux échantillons quartés sont utilisés pour déterminer une teneur en eau moyenne. A partir de la teneur en eau initiale représentative de chaque coupure homogénéisée, la quantité d'eau nécessaire est calculée afin de pré-humidifier les granulats à l'état hydrique visé.

La procédure de pré-humidification est la suivante :

- mise en bidon étanche d'une certaine quantité de granulat : par mesure de précaution, des sacs plastiques sont placés dans le bidon afin d'éviter toute perte d'eau pouvant être causée par l'absorption de la paroi ;
- ajustement : 24h avant le coulage, de la quantité d'eau nécessaire pour atteindre la teneur en eau visée ;
- homogénéisation : de la teneur en eau des granulats par mise en rotation du bidon placé à l'horizontale.

V- 3.3 Formulations des bétons

Deux ciments ont été utilisés dans les différents bétons :

- le ciment CEM II du PN, dans le but de formuler des bétons se rapprochant de mélanges réels susceptibles d'être confectionnés dans des applications industrielles ; les bétons faits avec ce ciment n'ont pas été surdosés en alcalins.
- un ciment CEM I contenant au moins 95% de clinker, afin d'éviter les interactions possibles avec les constituants secondaires des ciments composés. Les bétons faits avec ce ciment ont systématiquement été surdosés en alcalins (environ 6 kg/m^3 en $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}}$), sauf pour un béton lors de l'étude de l'effet de la quantité d'alcalins. Par ailleurs, l'utilisation de ce ciment a également permis de tester l'effet de deux additions minérales.

La vérification de la démarche a été étudiée sur 2 séries de béton, dont les compositions sont données au Tableau 20 et au Tableau 21. La première série concerne quatre compositions issues du Projet National Recybéton, dans la classe de résistance C35/45, incorporant les granulats naturels GN1 :

- un béton noté 0R-0R, n'incorporant que les granulats naturels ;
- un béton noté 0R-100R, dont la totalité des gravillons naturels est remplacée par les gravillons recyclés ;
- un béton noté 30R-30R, dont 30% massique du sable naturel et du gravillon naturel sont remplacés par le sable recyclé et le gravillon recyclé ;
- un béton noté 100R-100R, dont la totalité des granulats naturels est remplacée par les granulats recyclés.

Nous rappelons que le sable naturel (GN1) est PR, ce qui a été découvert après le coulage de cette première série de bétons. Cela a influencé les gonflements des bétons avec GBR et SBR, ce qui limite alors les interprétations des résultats vis-à-vis de la vérification de la démarche de la norme appliquée aux granulats recyclés...

Ainsi, la deuxième série, dans le but d'éliminer l'incidence du sable naturel réactif, a été effectuée sur certaines formulations dont les granulats naturels (GN1) sont totalement remplacés par ceux de GN2, qui sont non réactifs :

- un béton noté 0R-100R, dont la totalité des gravillons naturels est remplacée par les gravillons recyclés ; le sable utilisé est non réactif (GN2) ;
- un béton noté 30R-30R, dont 30% massique du sable naturel est remplacé par le sable recyclé et idem pour le gravillon naturel ; les granulats naturels utilisés sont ceux désignés GN2

Le métakaolin et le laitier ont été utilisés sur la formulation 0R-100R. Le filler calcaire est absent de ces formulations, car la norme NF EN 206 ne permet pas d'utiliser ensemble 2 types d'additions minérales. La quantité de liant équivalent a été maintenue constante à 350 kg/m^3 , le métakaolin du béton MK représentant 20% de L_{eq} ($k=1$) et le laitier 50% de L_{eq} ($k=0,9$).

La représentation schématisée des différentes formules testées est donnée à la Figure 34. Les notations "sans et avec surdosage en alcalins" concerne la façon d'ajouter des alcalins, qui sera explicitée dans la partie suivante.

NF P18-454 - Réactivité d'une formule de béton vis-à-vis de l'alcali-réaction

Essai de performance

- V1 Série 1 (sable naturel PR)
- V2 Série 2 (sable naturel NR)

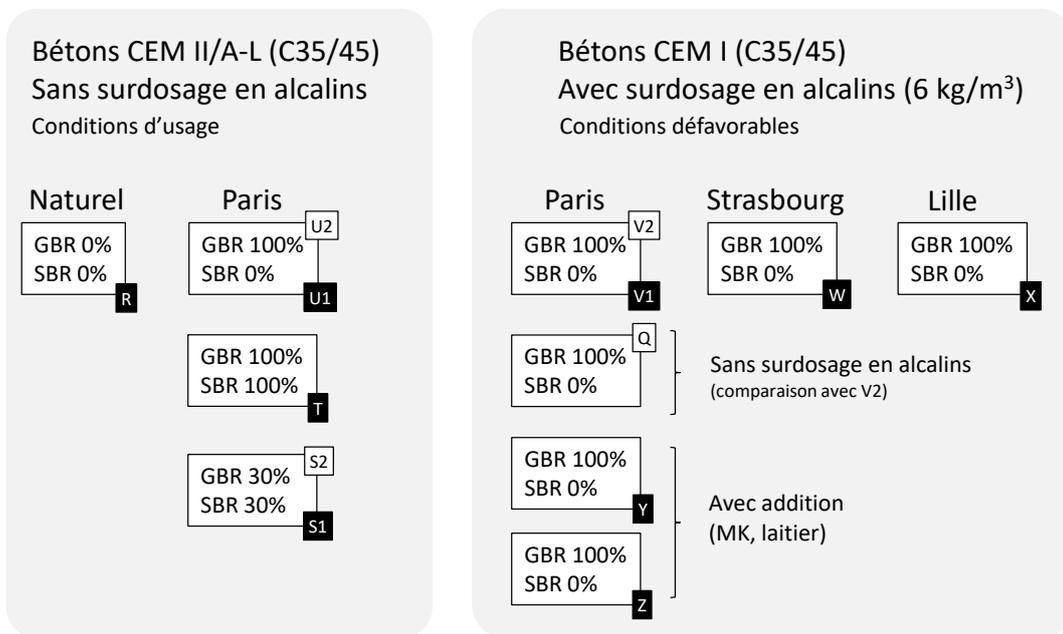


Figure 34 : Schématisation des deux campagnes expérimentales : formulations des bétons

Tableau 20 : Formulations des bétons de la série 1 avec les GNI

Formulations	0R-0R	30R-30R	100R-100R	0R-100R						
	R	S1	T	U1	V1	W	X	Y	Z	
Ciment	C2	C2	C2	C2	C1	C1	C1	C1	C1	
GBR	-	Paris	Paris	Paris	Paris	Strasb.	Lille	Paris	Paris	
Addition	-	-	-	-	-	-	-	MK	Laitier	
Alcalins	sans surdosage				surdosage					
Constituants (kg/m³)										
E _{totale}	185	220	284	238	238	238	238	238	238	
E _{eff}	174	169	163	171	171	185	166	171	171	
E _{abs}	11	51	121	67	67	53	72	67	67	
C2	299	321	381	336	-	-	-	-	-	
C1	-	-	-	-	336	336	336	280	184,2	
FC	58	44	70	53	53	53	53	-	-	
MK	-	-	-	-	-	-	-	70	-	
L	-	-	-	-	-	-	-	-	184,2	
0/4 Na	771	491	-	782	782	782	782	782	782	
0/4 Re	-	214	663	-	-	-	-	-	-	
4/10 Na	264	168	-	-	-	-	-	-	-	
4/10 Re	-	142	299	158	158	-	-	158	158	
6,3/20 Na	810	542	-	-	-	-	-	-	-	
10/20 Re	-	164	435	682	682	-	-	682	682	
4/20 Re	-	-	-	-	-	840	840	-	-	
SP	2,1	1,64	2,78	2,18	2,18	2,18	2,18	2,62	2,18	
Ret	-	1,3	3,0	-	-	-	-	-	-	
Bilan d'alcalins (kg/m³)	2,25	2,54	3,21	2,66	6,19	6,29	6,08	6,18	6,18	

Re : granulats recyclés ; Na : granulats naturels

Tableau 21 : Formulations des bétons de la série 2 avec les GN2

Formulations	30R-30R		0R-100R	
	S2	U2	V2	Q
Ciment	C2	C2	C1	C1
GBR	Paris	Paris	Paris	Paris
	sans surdosage	sans surdosage	surdosage	surdosage léger
Constituants (kg/m ³)				
E _{totale}	220	238	238	238
E _{eff}	169	171	171	171
E _{abs}	51	67	67	67
C2	321	336	-	-
C1	-	-	336	336
FC	44	53	53	53
0/5 Na	482	698	698	698
0/4 Re	214	-	-	-
5/8 Na	35	-	-	-
4/10 Re	56	98	98	98
8/16 Na	685	-	-	-
10/20 Re	251	828	828	828
SP	1,64	2,18	2,18	2,18
Ret	1,3	-	-	-
Bilan d'alcalins (kg/m ³)	2,51	2,64	6,16	2,90

Re : granulats recyclés ; Na : granulats naturels

V- 3.4 Bilan d'alcalins dans la formulation

a) Ajout d'alcalins

L'ajout en alcalins sous forme de pastilles de NaOH dans la formulation a été effectué selon les indications normatives, précisées dans la norme FD 18-464 : "On admet qu'une formule de béton convient à l'emploi de granulats potentiellement réactifs si la teneur moyenne des alcalins est inférieure à 3 kg/m³". Par rapport à cette recommandation, trois cas ont été envisagés :

- Le cas "surdosage" : la teneur en alcalins est dopée jusqu'à une valeur de 6 kg/m³
- Le cas "surdosage léger" : la teneur en alcalins est dopée jusqu'à une valeur de 2,9 kg/m³
- Le cas "sans surdosage" : l'apport en alcalins est ajouté d'après les indications de la norme NF P18-454 :

$$X = 0.0025 \times C \times A_{ech}$$

Avec : X, la quantité en alcalin à rajouter sous forme de Na₂O (kg/m³)

C, la quantité de ciment utilisé (kg/m³)

A_{ech}, la teneur Na₂O_{éq} actif de ciment

b) Bilan en alcalins

Le bilan d'alcalins est calculé en prenant en compte les sources d'alcalins :

- Pour les ciments, les taux en Na₂O_{éq} actif sont de 0,76% pour le C1 et 0,59% pour le C2
- L'ajout en alcalins (voir ci-dessus)
- Les alcalins des granulats recyclés (cf. Tableau 19)

Les calculs détaillés de bilan des alcalins de chaque composant sont disponibles en annexe 2.

V- 4. Malaxage – Echantillonnage – Essais réalisés

V- 4.1 Protocole de malaxage

Un malaxeur d'une capacité de 10 litres (Figure 35) est utilisé pour la phase de confection. Une séquence de malaxage de 5 minutes a été systématiquement appliquée :

- introduction des gravillons, de la moitié du sable, du ciment et de l'addition minérale et enfin de la seconde moitié du sable ; malaxage durant 1 minute ;
- introduction de l'eau contenant les alcalins entièrement dissous et du superplastifiant durant 30 secondes ;
- poursuite du malaxage durant 3 minutes et 30 secondes.



Figure 35 : Malaxeur Controlab de capacité 10 litres

V- 4.2 Protocole d'échantillonnage

Suite à la phase de malaxage, le mélange est mis en place en 2 couches dans des moules prismatiques de 7 cm x 7 cm x 28 cm, à trois compartiments par moule. Les moules sont préalablement légèrement huilés et équipés de plots en acier inoxydable afin d'effectuer les mesures de longueur axiale. La vibration à la table vibrante est arrêtée dès l'apparition d'une remontée de laitance.

Le démoulage des éprouvettes intervient 24 heures après la phase de coulage. Suite aux premières mesures de calage (voir sous-section suivante) après la phase de démoulage préconisées par la norme NF P18-454, les éprouvettes sont conservées dans un conteneur spécial placé dans un réacteur à $60^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ jusqu'à l'échéance d'essai (Figure 36). Toutes les manipulations et les dispositifs sont préconisés dans la norme NF P18-454.



Figure 36 : Réacteur thermostaté à 60°C ($\pm 2^\circ\text{C}$)

V- 4.3 Suivi de l'évolution du gonflement dans le temps

La procédure préconisée dans la norme NF P18-454 a été systématiquement appliquée. Les mesures initiales ont été immédiatement effectuées suite à la phase de démoulage (Figure 37), dans la salle de mesure maintenue à $20 \pm 2^\circ\text{C}$. Suite à ces premières mesures de calage, les éprouvettes sont immergées dans l'eau pendant 30 minutes, puis leur longueur est à nouveau mesurée ainsi que leur masse. Ces valeurs sont considérées comme les premières valeurs de mesures (T_0)

A chaque échéance, 24h avant la mesure, les éprouvettes sont sorties du réacteur et amenées dans la salle de mesure. Les échéances étudiées sont 0, 4, 8, 10 et 12 semaines, puis toutes les quatre semaines [NF P18-454]. Les valeurs présentées dans ce rapport sont la moyenne de 3 résultats avec son écart-type associé.

Le béton est acceptable si l'expansion est inférieure à 0,02% à 5 mois.



Figure 37 : Système de mesure de longueur axiale : rétractomètre

V- 4.4 Microscopie électronique à balayage (MEB)

L'observation de la microstructure du béton a été effectuée au moyen de la microscopie électronique à balayage (MEB). L'objet de ces observations est de localiser l'apparition ou non du gel issu d'une RAG.

V- 5. Résultats – Expansions des bétons conservés à 60°C

Cette partie présente les résultats obtenus après un suivi de cinq mois (20 semaines) pour les bétons des deux séries. En s'appuyant sur les formulations, l'influence des granulats recyclés sur le critère de performance vis-à-vis de la RAG est étudiée.

La section V- 5. Résultats – Expansions des bétons conservés à 60°C présente les résultats de gonflements mesurés sur l'ensemble des bétons. La section V- 6. Applicabilité de la démarche de la norme FD P18-464 est consacrée à la vérification de l'applicabilité de la démarche pour un certain nombre de cas du Tableau 29.

V- 5.1 Effet d'un taux croissant de GBR et SBR

Afin de vérifier l'effet d'un remplacement de plus en plus important des granulats naturels par des granulats de bétons recyclés, les mélanges R, S1, T et U1 (issus du Tableau 20) sont comparés (Tableau 22).

Tableau 22 : Formulations des bétons pour l'étude de l'effet d'un taux croissant de GBR et SBR.

Formulations	0R-0R	30R-30R	0R-100R	100R-100R
Nom de la formulation	R	S1	U1	T
Granulat naturel	GN1 (sable PR**)			-
GBR	-	Paris (granulat PR)		
Ciment utilisé	C2			
Niveau d'alcalin	sans surdosage			
Bilan d'alcalins (kg/m ³)	2,25	2,54	2,66	3,21

** Cette information n'était pas connue avant le coulage des bétons de la série 1

Les expansions à 60°C en fonction du temps sont présentées sur la Figure 38. A partir de cette figure, plusieurs remarques peuvent être faites :

- Quel que soit le taux de gravillon ou de sable recyclé utilisé, les déformations dépassent le seuil de 0,02% à 5 mois et le critère de performance [FD P18-456] n'est donc pas satisfait.
- Le problème constaté est que le béton de référence (0R-0R) est le plus gonflant. Il faut rappeler que le sable naturel GN1 était considéré comme beaucoup plus réactif que les sables recyclés du PN (Figure 24).
- Le remplacement du sable naturel par des GBR/SBR permet de réduire les expansions, probablement par un effet de dilution.
- Néanmoins, dans le cas de la formule 100R-100R, où la totalité du granulat naturel est remplacé, le biais engendré par le sable naturel n'existe plus. Cela n'empêche pas l'obtention d'expansions supérieures à la limite permise. Le gonflement trouvé est peut-être dû au taux d'alcalin (3,21 kg/m³) qui est le plus élevé des différents mélanges et qui dépasse le seuil de 3,0 kg/m³ supposé être dangereux pour la RAG. **Le remplacement total par les granulats recyclés (sable et gravillons) n'est donc pas préconisé, malgré les teneurs limitées en alcalins.**

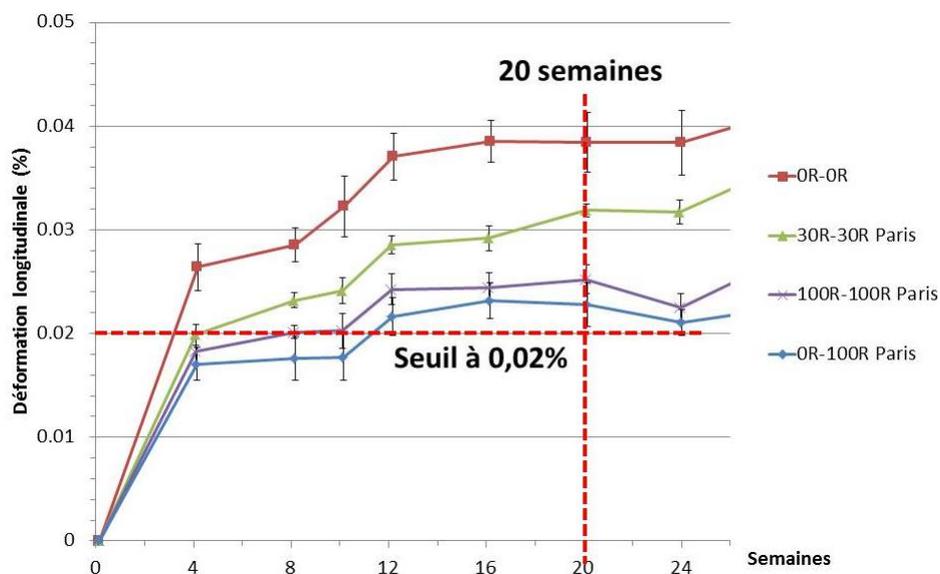


Figure 38 : Evolution de la déformation longitudinale dans le temps (conservation à 60°C) ; Formulations R, S1, T et U1, GBR/SBR Paris, Ciment C2, Granulats naturels GNI, Alcalins : sans surdosage.

V- 5.2 Cas particulier du mélange 0R-0R fabriqué à partir du sable naturel PR

Afin d'expliquer le gonflement du béton 0R-0R, des investigations au MEB ont été effectuées sur des fractures fraîches. Peu de gel issu de la RAG ont été observés sur les 4 échantillons étudiés, mais une formation d'ettringite secondaire massive a été constatée, principalement dans les pores, à l'interface des granulats, ou même dans la masse de la pâte (Figure 39). L'analyse EDS confirme l'existence de l'ettringite par une composition élémentaire contenant principalement Al, S et Ca (Figure 40).

Des études ont montré [Shayan and Quick, 1991 ; Shayan and Ivanusec, 1996] la concomitance de la RAG et de la DEF dans le cas où les matériaux étudiés contenaient des granulats potentiellement réactifs et ayant subi un étuvage supérieur ou égal à 40°C, 100% HR. La prépondérance de l'une ou de l'autre de ces réactions dans la dégradation des ouvrages reste controversée. Dans notre cas, il semble que le traitement effectué sur les bétons ait favorisé la dissolution de l'ettringite initiale (instable dès 40°C, d'autant plus que la solution interstitielle s'enrichit en NaOH [Taylor et al., 2001]). Lorsque le béton revient à la température ordinaire, la solution interstitielle devient sursaturée par rapport à l'ettringite et favorise sa précipitation sous forme massive [Scrivener and Taylor, 1993 ; Taylor et al., 2001].

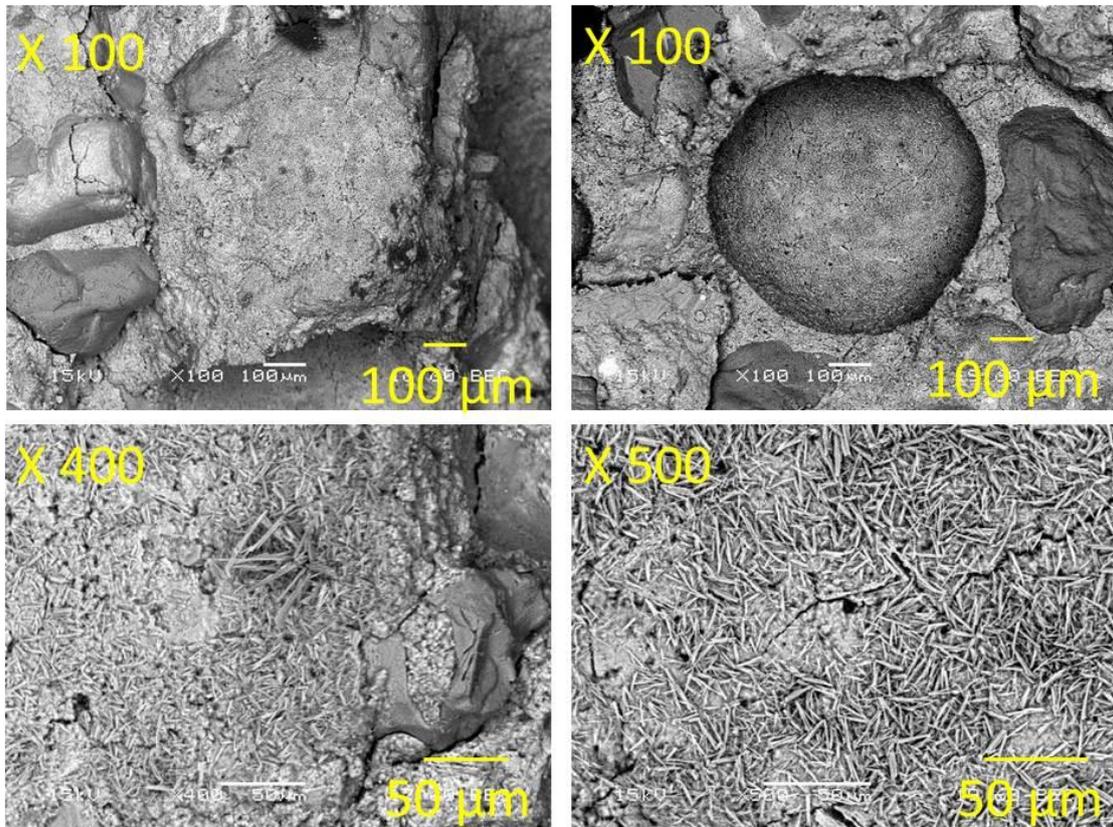


Figure 39 : Observations au MEB (mode d'électrons rétrodiffusés) du béton 0R-0R après 20 semaines de conservation à 60°C, ciment C2, granulats naturels GN1, alcalins : sans surdosage.

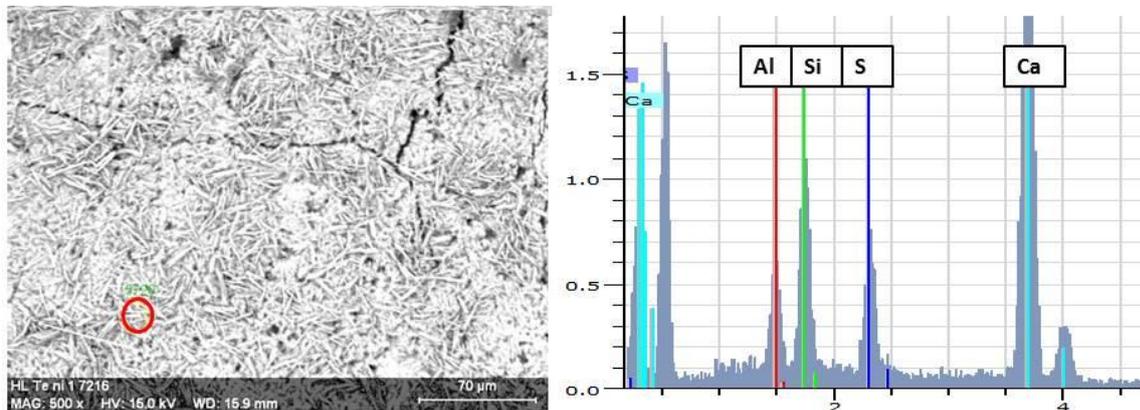


Figure 40 : Analyse EDS du béton 0R-0R, C2, GN1, sans surdosage, montrant la présence d'ettringite

V- 5.3 Effet de la nature du GBR (formules 0R-100R)

Pour comparer les différentes sources de GBR entre elles (Tableau 23), les essais ont initialement été effectués sur les bétons 0R-100R de série 1 (avec le sable naturel GN1, i.e. PR) où trois types des gravillons recyclés ont été utilisés : Paris (mélange V1), Strasbourg (mélange W) et Lille (mélange X). Un autre béton (mélange V2, GBR de Paris) a été confectionné dans un deuxième temps en remplaçant les granulats naturels GN1 par des granulats naturels GN2.

Tableau 23 : Formulations des bétons pour l'étude de l'effet de la nature du GBR.

Formulations	OR-100R			
Nom de la formulation	V1	W	X	V2
Granulat naturel	GN1 (sable PR**)			GN2
GBR	Paris	Strasbourg	Lille	Paris
Ciment utilisé	C1			
Niveau d'alcalin	surdosage			
Bilan d'alcalins (kg/m ³)	6,19	6,29	6,08	6,16

** Cette information n'était pas connue avant le coulage des bétons de la série 1

L'expansion des bétons de la série 1 en fonction du temps est présentée à la Figure 41. On constate d'abord qu'avec un taux d'alcalins élevé, les trois gravillons recyclés mènent à des déformations dépassant le seuil de 0,02% à 5 mois, donc ces mélanges ne satisfont pas le critère de performance de la norme FD P18-456. Le dépassement est peu significatif pour le cas de Strasbourg (0,021%) initialement caractérisé près de la limite NR dans des mortiers traités à l'autoclave (Figure 23).

Toutefois, le fait d'atteindre le seuil pourrait être partiellement attribué au sable naturel de GN1, caractérisé comme potentiellement réactif. Le dépassement du seuil devient significatif lorsque des gravillons recyclés de Paris ou Lille sont incorporés, ce qui montre indirectement la réactivité des GBR. Puisque le sable est PR, il apparait difficile de caractériser l'effet seul des gravillons recyclés PR sur le critère de performance, même si on semble percevoir un classement de réactivité des différents GBR.

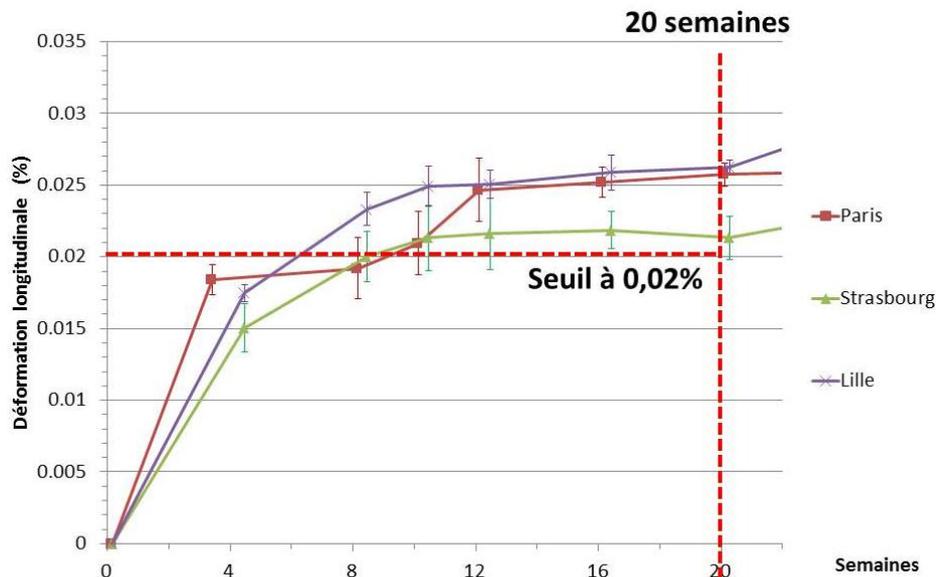


Figure 41 : Evolution de la déformation longitudinale dans le temps pour les bétons avec GBR de Paris, Lille et Strasbourg ; formulations OR-100R (V1, W et X), ciment C1, granulats naturels GN1, alcalins : surdosage.

Afin de s'affranchir de la réactivité du sable GN1, un béton de la 2^e série a été confectionné en respectant la formulation de la série 1, c'est-à-dire en utilisant les gravillons recyclés de Paris (mélange V2), sauf que le sable naturel GN1 a été remplacé par le sable GN2 qui est totalement calcaire et caractérisé NR. L'écart de gonflement entre les 2 séries permet d'estimer le gonflement causé seulement

par le sable GN1¹, et ainsi analyser plus finement les résultats obtenus pour les formulations Strasbourg et Lille de la série 1.

Le résultat est présenté à la Figure 42 et permet de constater qu'après 20 semaines de conservation à 60°C, le gonflement est de 0,021%, contre 0,026% lorsque les granulats naturels GN1 étaient utilisés. On remarque donc une diminution du gonflement de 0,005% en valeur absolue, mais le béton avec les granulats naturels GN2 demeure tout de même au-dessus de la limite permise.

On peut donc imaginer que le GBR de Lille suive une même tendance, donc se retrouve au-dessus de la limite permise. Le cas du GBR de Strasbourg est plus délicat, puisqu'il était déjà à la limite basse du seuil permis, avec les granulats GN1. Il est donc possible qu'un béton fabriqué avec les GN2 et le GBR de Strasbourg puisse présenter une expansion acceptable à 20 semaines (ce mélange n'a pas pu être testé).

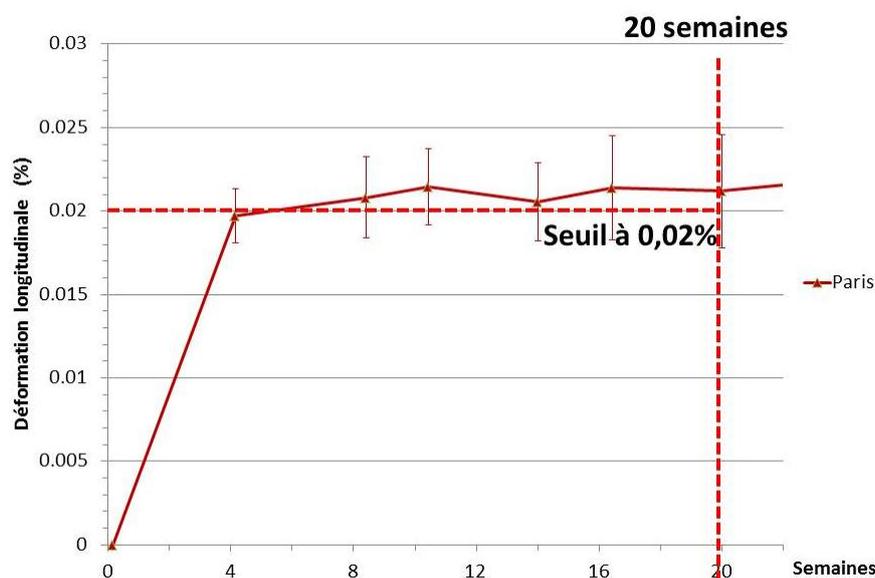


Figure 42 : Evolution de déformation longitudinale dans le temps pour le béton V2 avec GBR de Paris, formulations OR-100R, ciment C1, granulats naturels GN2, alcalins : surdosage.

V- 5.4 Utilisation de GBR réactifs dans une formule s'approchant d'un cas réel (sans ajout d'alcalins)

Dans la deuxième série d'essais, où on s'est affranchi de la réactivité du sable naturel GN1, deux formules (S2 et U2) ont été testées avec le ciment CEM II sans ajout d'alcalins en excès, pour simuler des conditions s'approchant d'un cas réel (Tableau 24).

¹ Ceci reste une approximation car l'expansion est tributaire de la compacité. Or, même si les dosages en granulats sont les mêmes, rien n'indique que les compacités des squelettes soient identiques.

Tableau 24 : Formulations des bétons pour l'utilisation de GBR réactifs dans une formule s'approchant d'un cas réel (sans ajout d'alcalins).

Formulations	30R-30R	0R-100R
Nom de la formulation	S2	U2
Granulat naturel	GN2 (NR)	
GBR	Paris (PR)	
Ciment utilisé	C2	
Niveau d'alcalin	sans surdosage	
Bilan d'alcalins (kg/m ³)	2,51	2,64

Les expansions sont données à la Figure 43. On constate que les gonflements sont clairement diminués lors de l'emploi des granulats naturels GN2. Dans ce cas, le seuil à 0,02% n'est pas dépassé, ce qui montre qu'un taux faible d'alcalins ne semble pas causer de gonflement significatif même si la totalité de gravillons recyclés PR est utilisée (0R-100R) ou même lorsqu'il existe une utilisation simultanée de sable PR (Figure 24) et de gravillons PR utilisés à 30% chacun (30R-30R).

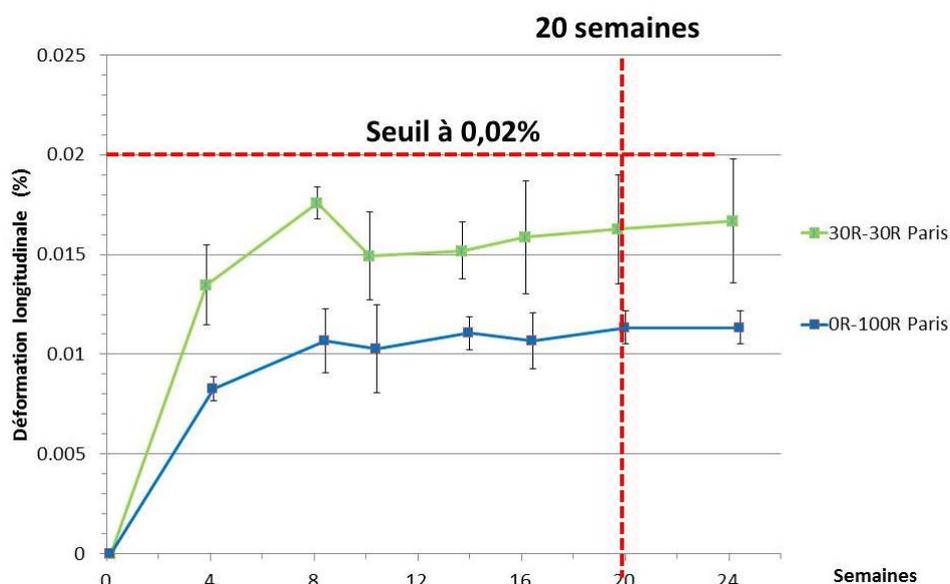


Figure 43 : Evolution de déformation longitudinale dans le temps pour les bétons avec GBR de Paris, Formulations 30R-30R et 0R-100R (S2, U2), ciment C1, granulats naturels GN2, alcalins : sans surdosage.

V- 5.5 Effet du taux d'alcalins dans les formules

Afin d'aller plus loin sur l'effet du taux d'alcalins, deux formules de bétons identiques (au taux d'alcalins près) ont été confectionnées (Tableau 25). Les essais ont été effectués sur des bétons 0R-100R de la série 2 (sable naturel : GN2 ; ciment : C1) dans laquelle les gravillons recyclés PR de Paris ont été utilisés. Deux niveaux d'alcalins ont été envisagés :

- Un taux élevé d'alcalins : 6,16 kg/m³
- Un taux faible d'alcalins : 2,90 kg/m³

Tableau 25 : Formulations des bétons pour l'étude de l'effet du taux d'alcalins dans les formules.

Formulations	OR-100R	
Nom de la formulation	V2	Q
Granulat naturel	GN2 (NR)	
GBR	Paris (PR)	
Ciment utilisé	C1	
Niveau d'alcalin	surdosage +	surdosage léger
Bilan d'alcalins (kg/m ³)	6,16	2,90

Les expansions sont données à la Figure 44. Pour un taux élevé d'alcalins (6,16 kg/m³), l'expansion dépasse le seuil de 0,02% à 5 mois, ce qui est supérieur à la limite acceptable. Par contre, pour un taux faible (2,90 kg/m³), l'expansion est faible (0,007%), ce qui confirme qu'une carence d'alcalins est une condition suffisante pour que le béton ne gonfle pas suffisamment pour dépasser le seuil limite, malgré la présence de gravillons PR.

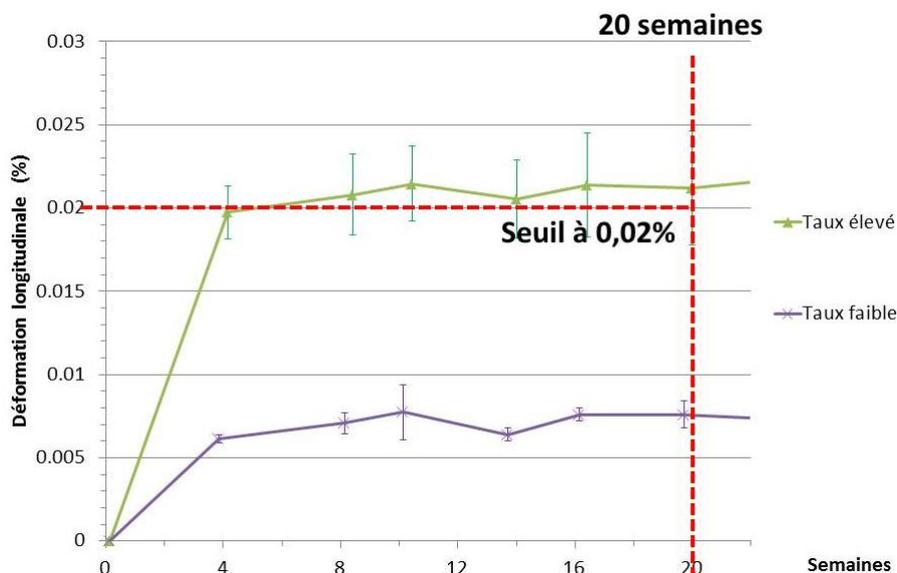


Figure 44 : Evolution de déformation longitudinale dans le temps pour les bétons avec GBR de Paris à deux taux d'alcalins (faible et élevé), Formulations OR-100R (V2, Q), ciment C1, granulats naturels GN2, alcalins : deux niveaux.

Afin d'expliquer le gonflement du béton V2 (OR-100R, C1, Paris, GN2, 6,16 kg/m³ d'alcalins), des observations de fractures fraîches ont été effectuées au microscope électronique à balayage en mode électrons rétrodiffusés. La Figure 45 présente des prises de vue pour des grossissements de x200 à x1000. On constate l'existence de certaines plages larges, lisses qui sont au pourtour des granulats. Les analyses EDS (Figure 46) confirment que ces zones sont associées au gel de RAG en mettant en évidence l'existence principale des éléments Si, Na, K et Ca.

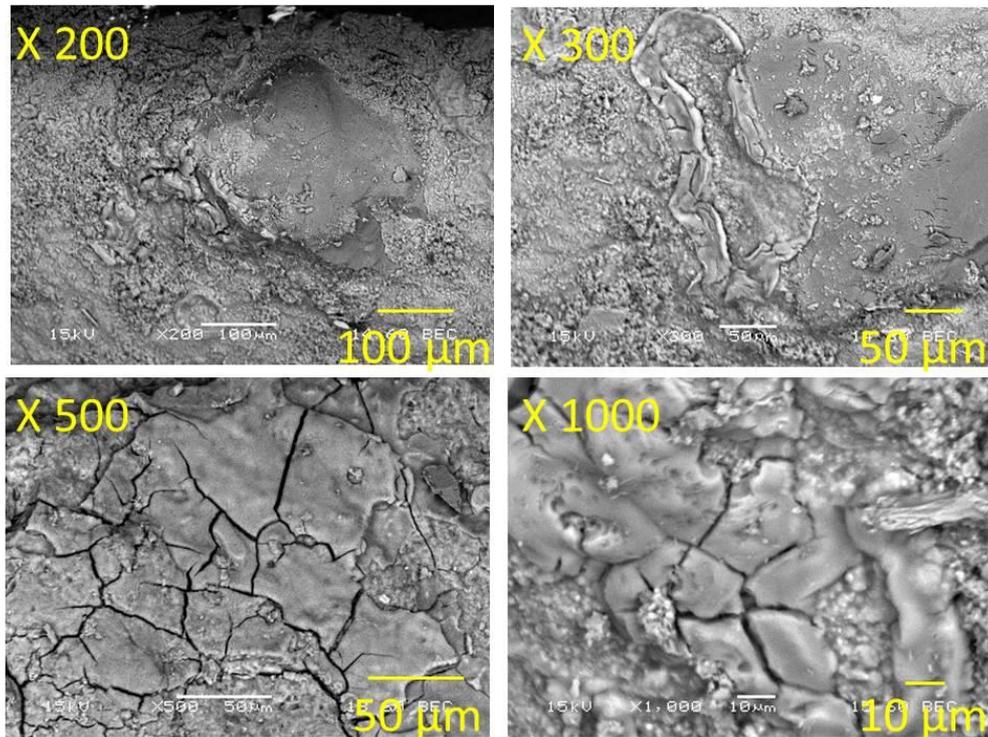


Figure 45 : Observations au MEB (mode électrons rétrodiffusés) du béton V2 (0R-100R, C1, Paris, GN2, 6,16 kg/m³ d'alcalins)

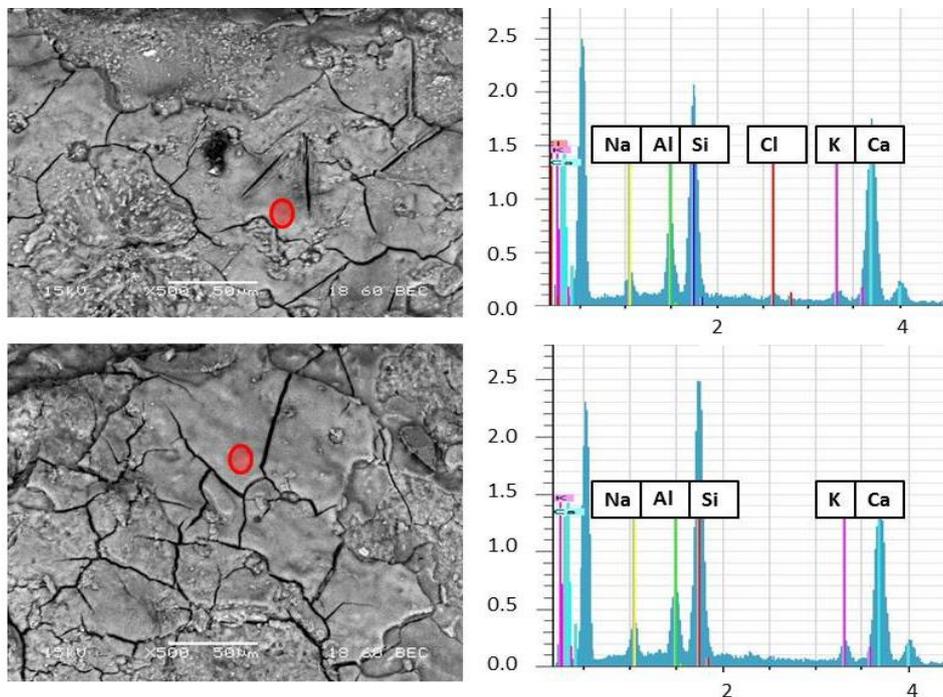
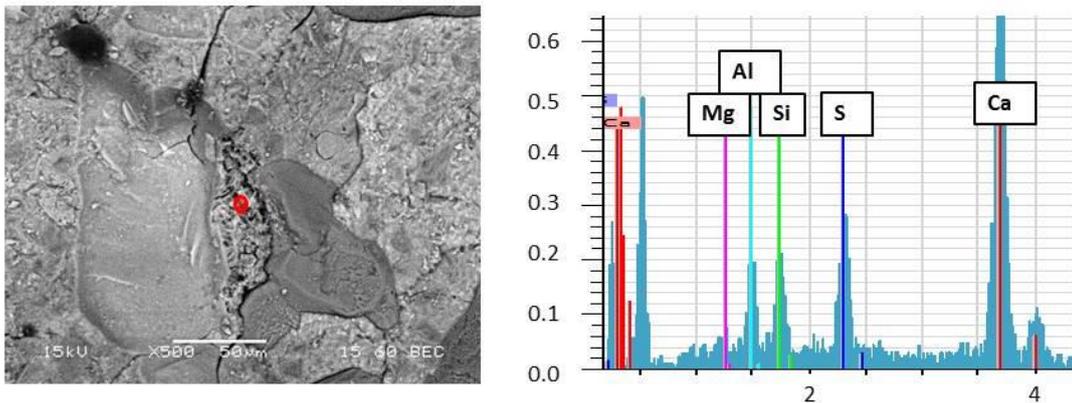


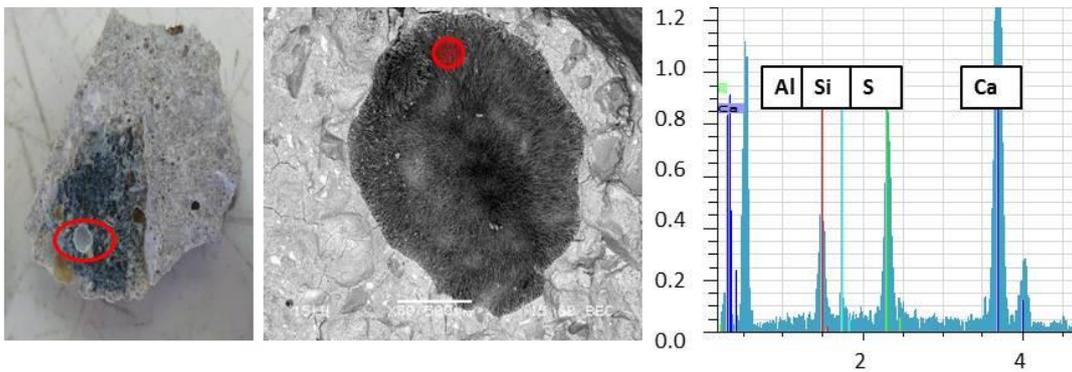
Figure 46 : Analyse EDS du béton V2 (0R-100R, C1, Paris, GN2, 6,16 kg/m³ d'alcalins) montrant les gels de RAG

D'après la littérature [Shayan and Quick, 1991 ; Oberholster et al., 1992], le gel issu de la réaction alcali-silice coexiste souvent avec l'ettringite. Les images suivantes montrent en effet la présence locale d'ettringite :

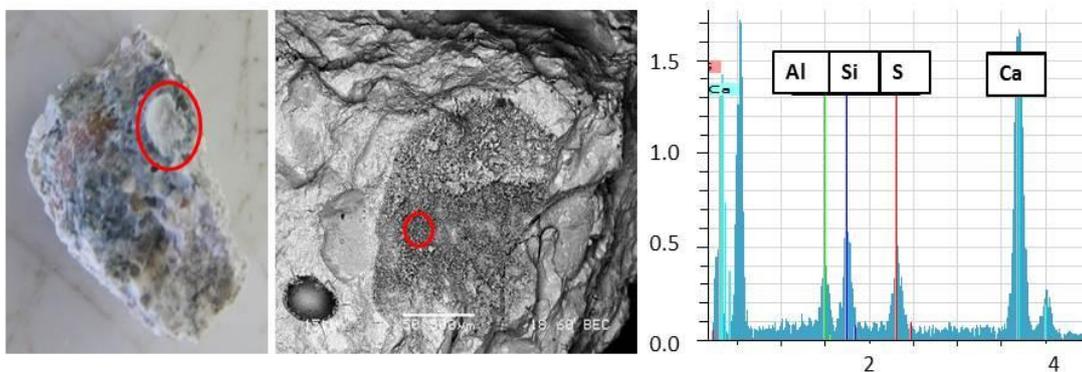
- à l'interface matrice/granulats (Figure 47a)
- à l'intérieur des éprouvettes fracturées, sous la forme d'aiguilles cristallisées (Figure 47b) ou sous une forme plus amorphe (Figure 47c)



a



b



c

Figure 47 : Analyse EDS de béton du béton V2 (0R-100R, C1, Paris, GN2, 6,16 kg/m³ d'alcalins) montrant la présence d'ettringite

V- 5.6 Effet des additions sur les gonflements

Il est généralement reconnu que les additions minérales permettent de réduire les gonflements des bétons contenant des granulats alcali-réactifs. Deux additions ont donc été testées en présence du GBR de Paris (Tableau 26).

Les résultats précédents ont montré l'existence d'un gonflement qui dépasse le seuil à 0,02% pour le béton 0R-100R de la série 1, où un taux de 100% de gravillons recyclés de Paris PR est utilisé (béton V1). En se basant sur cette formulation, deux modifications ont été envisagées :

- un remplacement massique de 20% du ciment par du métakaolin (0R-100R Mk – béton Y) ;
- un remplacement massique de 50% du ciment par du laitier (0R-100R L – béton Z).

Tableau 26 : Formulations des bétons pour l'étude de l'effet des additions sur les gonflements.

Formulations	0R-100R		
	V1	Y	Z
Nom de la formulation	V1	Y	Z
Addition	Non	Métakaolin	Laitier
Granulat naturel	GN1 (sable PR**)		
GBR	Paris (PR)		
Ciment utilisé	C1		
Niveau d'alcalin	surdosage		
Bilan d'alcalins (kg/m ³)	6,19	6,18	6,18

La Figure 48 compare les expansions des trois bétons, avec et sans addition. On observe clairement l'efficacité de l'emploi des additions minérales vis-à-vis du gonflement dû à la RAG. Les 2 formules "0R-100R Mk" et "0R-100R L" présentent une expansion plus faible que le seuil de 0,02% après 5 mois, malgré l'emploi de sable naturel réactif GN1.

Selon la littérature, cette diminution de gonflement peut être expliquée par les raisons suivantes :

- Une réduction du taux de portlandite [Scott, 2006 ; Adams, 2012]. Les additions réactives (comme le MK) consomment la portlandite, or selon certains auteurs (voir par exemple [Baroghel-Bouny et al., 2004]), le calcium est nécessaire à l'apparition d'expansions. Par ailleurs, la consommation de portlandite peut entraîner une diminution du pH de la solution interstitielle, la rendant alors moins susceptible à favoriser la réaction alcali-silice.
- Une modification de la structure des phases C-S-H et C-A-S-H formées en présence de métakaolin et/ou de laitier. L'ion aluminium peut se substituer à l'ion silicium dans la structure des C-A-S-H [Hong and Glasser, 2002 ; Kawabata and Yamada, 2015]. La conservation de la valence électrique est alors possible par l'insertion d'ions monovalents dans la structure, tels que les alcalins. Ainsi, l'alcalinité de la solution interstitielle est diminuée et celle-ci devient moins agressive au sens de la RAG.
- Une densification de la matrice cimentaire [Scott, 2006 ; Adams, 2012]. Ces additions minérales produisent des C-S-H et C-A-S-H qui peuvent densifier la matrice. Une matrice plus dense peut diminuer le coefficient de diffusion et de perméabilité, et ainsi empêcher la circulation des agents favorisant la RAG.

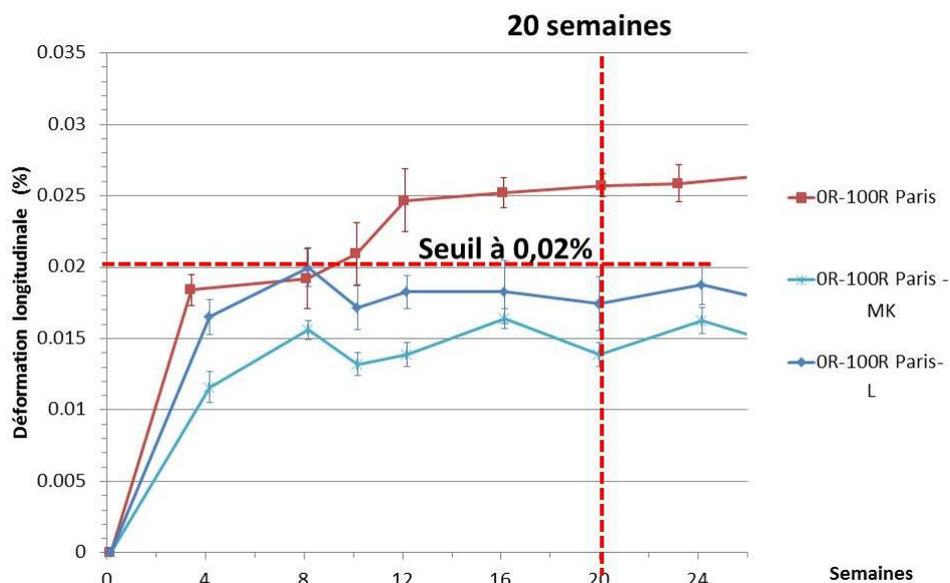


Figure 48 : Evolution de déformation longitudinale dans le temps pour les bétons avec GBR de Paris, avec et sans addition minérale, Formulations OR-100R (VI, Y, Z), ciment C1, granulats naturels GN1, alcalins : surdosage.

La Figure 49 présente la comparaison entre les deux bétons avec additions (6,18 kg/m³ d'alcalins), avec le béton U1, contenant le même GBR de Paris, mais contenant seulement 2,66 kg/m³ d'alcalins. On remarque que non seulement les additions permettent de limiter les gonflements des GBR, mais elles permettent également de compenser une forte teneur en alcalins des bétons.

En conséquence, l'emploi d'additions minérales présente l'intérêt de diminuer le gonflement dû à la RAG lorsque les gravillons recyclés sont utilisés.

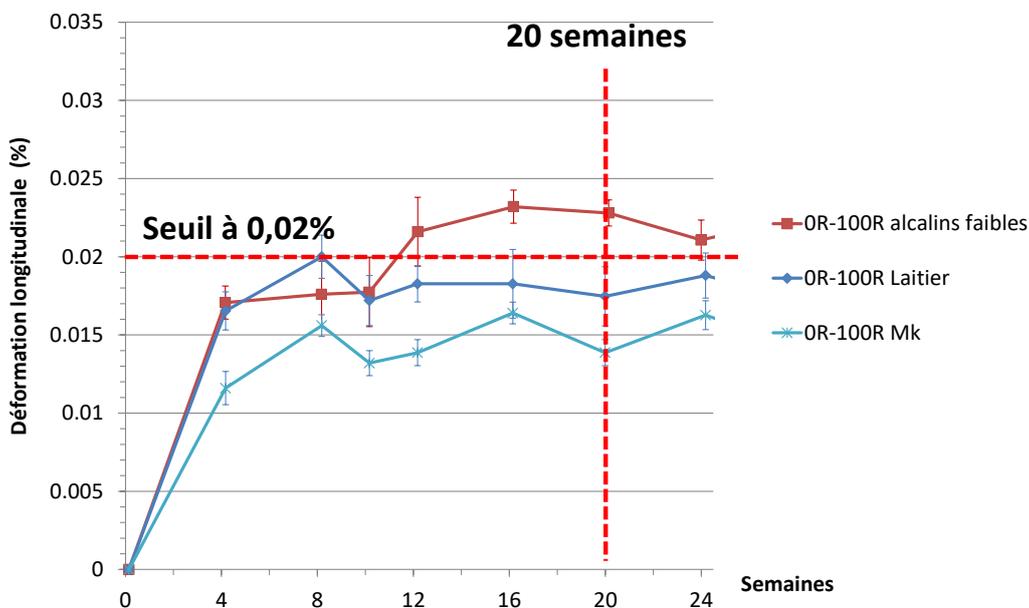


Figure 49 : Comparaison de l'expansion de bétons avec 100% de GBR de Paris, avec additions (formules Y et Z, forte teneur en alcalins) et sans addition (formule U1, faible teneur en alcalins)

V- 6. Applicabilité de la démarche de la norme FD P18-464

V- 6.1 Méthodologie

La démarche consignée dans la norme FD P18-464 est rappelée à la Figure 50. Les questions définies dans la démarche sont établies de façon indépendante et si une des questions est satisfaite, la formulation envisagée est acceptée et considérée comme non problématique vis-à-vis de la RAG. Concrètement, par exemple, si une formulation est composée de granulats non réactifs (selon le [FD P18-542]) ou présente un bilan d'alcalins faible, on ne devrait donc jamais avoir le problème de gonflement dû à la RAG. Toutefois, cette démarche fut initialement conçue pour l'emploi de granulats naturels et c'est la raison pour laquelle la présente étude se consacre à son applicabilité aux granulats de bétons recyclés.

Des quatre questions de la Figure 50, seules trois pouvaient être traitées :

- Le dossier carrière montre-t-il que les granulats sont non réactifs ?
- La formulation satisfait-elle au bilan des alcalins ?
- La formulation satisfait-elle aux critères de l'essai de performance ?

La question sur les granulats PRP (potentiellement réactifs à effet pessimum) n'a pas été prise en compte car aucun granulat n'a été testé PRP dans cette étude (voir sections précédentes).

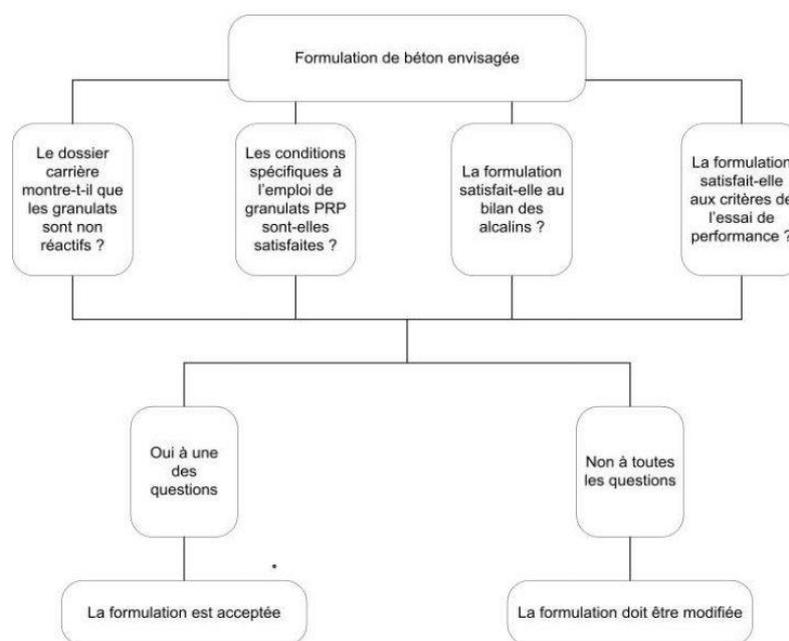


Figure 50 : Schéma de la démarche [FD P18-464]

Le Tableau 27 présente les huit cas possibles pour vérifier l'applicabilité de la démarche ou sa mise en défaut, lors de la prise en compte des trois questions de la démarche, résumées par les termes "critère granulat", "critère alcalins" et "critère performance". La colonne "Qualification à long terme" fait référence soit à un suivi des gonflements in situ, soit à une étude accélérée à une température inférieure aux 60°C de l'essai performance béton.

Sur la base du critère granulat, deux cas peuvent se présenter : soit les granulats sont non réactifs (NR) sur la base des tests s'appuyant sur la norme NF P18-594, soit ils le sont (PR). Si les granulats sont NR, alors ils ne devraient pas mener à des gonflements de bétons dépassant les limites permises, peu importe la quantité d'alcalins présente. Si c'est le cas, alors la procédure est prise en défaut. Si les

granulats sont PR, alors il est possible que les bétons aient des gonflements au-dessus des limites permises, à condition notamment de contenir suffisamment d'alcalins.

Sur la base du critère alcalins, deux cas sont aussi possibles : bilan des alcalins faible ou élevé. Si le bilan des alcalins est faible, alors les bétons ne devraient pas présenter des expansions au-delà des limites permises, peu importe la réactivité des granulats utilisés. Si le bilan des alcalins est élevé, alors il est possible que les bétons aient des gonflements au-dessus des limites permises, à condition notamment de contenir suffisamment de granulats réactifs (PR).

Sur la base du critère performance, les deux cas à considérer sont le dépassement ou non du seuil limite pour une formule de béton donnée. Si l'expansion ne dépasse pas la limite, alors la formulation est acceptée, peu importe la présence de granulats PR ou d'une proportion d'alcalins élevée.

Notons que le critère performance n'a pas été évalué et pris en compte comme tel dans cette étude, car le test auquel il fait référence (conservation à 60°C) est **celui qui a été utilisé pour qualifier le caractère alcali-réactif des bétons confectionnés**. Pour pouvoir le prendre en compte, il aurait été nécessaire d'utiliser un test de qualification à 38°C sur l'ensemble des bétons, ce qui était incompatible avec la durée de l'étude proposée.

Tableau 27 : Les différents cas de figure pour la vérification de l'applicabilité de la démarche FD P18-464, cas basés sur les trois questions concernant les granulats, les alcalins et le test de performance.

Cas	Critère des granulats (Gr)	Critère des alcalins (Alk)	Critère de performance (Perf)	Qualification long terme	Démarche*	Justificatif
1	NR	Faible	Bon	Acceptable	Applicable	car 3 bons critères (Gr, Alk, Perf)
				Non acceptable	Défaut	
2	NR	Faible	Mauvais	Acceptable	Applicable	car 2 bons critères (Gr, Alk)
				Non acceptable	Défaut	
3	NR	Elevé	Bon	Acceptable	Applicable	car 2 bons critères (Gr, Perf)
				Non acceptable	Défaut	
4	NR	Elevé	Mauvais	Acceptable	Applicable	car 1 bon critère (Gr)
				Non acceptable	Défaut	
5	PR	Faible	Bon	Acceptable	Applicable	car 2 bons critères (Alk, Perf)
				Non acceptable	Défaut	
6	PR	Faible	Mauvais	Acceptable	Applicable	car 1 bon critère (Alk)
				Non acceptable	Défaut	
7	PR	Elevé	Bon	Acceptable	Applicable	car 1 bon critère (Perf)
				Non acceptable	Défaut	
8	PR	Elevé	Mauvais	Acceptable	Défaut	méfiance car aucun bon critère
				Non acceptable	Applicable	

* Applicable : réponse attendue, donc démarche applicable ; Défaut : démarche prise en défaut car réponse inattendue

Le Tableau 28 reprend donc le principe du Tableau 27, mais en ne gardant que les "critère granulat" et "critère alcalins", avec la qualification à long terme provenant des résultats de l'essai performance béton à 60°C (initialement prévu comme le critère performance du Tableau 27). Il reste alors quatre cas, dont trois ont été traités dans cette étude (cas 3, 5 et 8). Le cas 1, impliquant des granulats NR et un bilan des alcalins faible, représente en théorie peu de risque puisque aucun agent dangereux ne devrait causer d'incidence négative sur la performance du béton. Ce cas aurait dû être étudié dans la 2^e série de bétons, mais n'a pas pu l'être car le temps nécessaire a été consacré au second coulage des bétons de la série 1 avec des granulats naturels NR.

Par ailleurs, les tests ont essentiellement été menés sur les GBR car ce sont ceux qui sont le plus susceptibles d'être utilisés dans les bétons. Le Tableau 29 liste les bétons retenus pour chacun des cas afin d'évaluer l'applicabilité de la démarche de la norme FD P18-464.

Tableau 28 : Cas pris en compte dans cette étude pour la vérification de l'applicabilité de la démarche FD P18-464.

Cas	Critère des granulats (Gr)	Critère des alcalins (Alk)	Qualification long terme = performance**	Démarche*	Justificatif
1	NR	Faible	Acceptable	Applicable	car 2 bons critères (Gr, Alk)
			Non acceptable	Défaut	
3	NR	Elevé	Acceptable	Applicable	car 1 bon critère (Gr)
			Non acceptable	Défaut	
5	PR	Faible	Acceptable	Applicable	car 1 bon critère (Alk)
			Non acceptable	Défaut	
8	PR	Elevé	Acceptable	Défaut	méfiance car aucun bon critère***
			Non acceptable	Applicable	

* Applicable : réponse attendue, donc démarche applicable ; Défaut : démarche prise en défaut car réponse inattendue

** La qualification à long terme considérée dans cette étude provient des résultats de l'essai performance béton à 60°C (initialement prévu comme le critère performance du Tableau 27)

*** pourrait être dû à une forte porosité du béton qui serait en mesure d'absorber le gel produit

Tableau 29 : Bétons retenus pour évaluer l'applicabilité de la démarche de la norme FD P18-464

Cas	Critère des granulats (Gr)	Critère des alcalins (Alk)	Qualification long terme = performance	Démarche*	Mélanges testés (formulations du Tableau 20 et du Tableau 21)
1	NR	Faible	Acceptable	Applicable	Pas testé**
			Non acceptable	Défaut	
3	NR	Elevé	Acceptable	Applicable	W (GBR le moins réactif, mais GN1 réactif)
			Non acceptable	Défaut	
5	PR	Faible	Acceptable	Applicable	S2, U2, Q, (+ S1, T, U1, mais GN1 réactif)
			Non acceptable	Défaut	
8	PR	Elevé	Acceptable	Défaut	V2, (+ V1, X, mais GN1 réactif)
			Non acceptable	Applicable	

* Applicable : réponse attendue, donc démarche applicable ; Défaut : démarche prise en défaut car réponse inattendue

** Initialement prévu dans la 2^e série de bétons, mais n'a pas pu être fait à cause du recoulage des bétons de la série 1, avec des granulats naturels NR

V- 6.2 Granulats NR et teneur en alcalins élevée (cas 3)

Objectifs

Vérifier le critère de performance sur des bétons dont les granulats recyclés sont NR, avec un taux d'alcalins élevé (obtenus par surdosage).

Le Tableau 30 rappelle le mélange utilisé pour évaluer ce cas. Le GBR de Strasbourg a été choisi, sans être le cas optimal : PR mais le moins réactif, à la limite du NR. Au moment où les bétons ont été fabriqués, les conclusions des études de réactivité des GBR et SBR étaient encore partielles, si bien que les choix qui ont été effectués pour les formules de bétons n'ont pas pu être optimisés.

Par ailleurs, le fait que le sable naturel du PN se soit avéré réactif a limité les interprétations et a nécessité une nouvelle fabrication de bétons, dont certains étaient semblables à ceux de la première série.

Cela a limité la possibilité d'étudier d'autres cas de formules qui auraient été intéressantes pour évaluer la pertinence de la démarche de la norme FD P18-464 appliquée aux GBR et SBR.

Le Tableau 31 présente la conclusion de cette évaluation, à savoir que la formulation est presque acceptable sur béton. Sachant que le granulats naturel PR (GN1) a été utilisé, il est probable que la formule puisse être acceptable. **Donc la démarche, même si elle ne peut pas être parfaitement prouvée pour ce cas, n'est pas prise en défaut avec cet essai.**

Tableau 30 : Rappel des mélanges utilisés pour vérifier l'applicabilité de la démarche, avec des granulats NR et une forte teneur en alcalins (cas 3)

Cas	Critère des granulats (Gr)	Critère des alcalins (Alk)	Qualification long terme = performance	Démarche*	Mélanges testés (formulations du Tableau 20 et du Tableau 21)
3	NR	Elevé	Acceptable	Applicable	W (GBR le moins réactif, mais GN1 réactif)
			Non acceptable	Défaut	

Tableau 31 : Résultat de l'évaluation de l'applicabilité de la démarche, avec des granulats NR et une forte teneur en alcalins (cas 3)

Mélange testé			Expansion à 20 sem	Formulation	Démarche
No	GBR	Alcalins			
W (0R-100R)	Strasbourg (PR)*	6,29 kg/m ³	0,021% (> 0,020%)	Presque acceptable	**

* Mais utilisation d'un granulats naturel PR (GN1)

** Le GBR de Strasbourg est à la limite d'être NR et la formulation est presque acceptable sur béton. Sachant que le granulats naturel PR (GN1) a été utilisé, il est probable que la formule puisse être acceptable. Donc la démarche n'est pas prise en défaut avec cet essai.

V- 6.3 Granulats PR et teneur en alcalins faible (cas 5)

Objectifs

Vérifier le critère de performance sur des bétons dont les granulats recyclés sont PR, avec un taux d'alcalins faible (sans surdosage).

Le Tableau 32 rappelle les mélanges utilisés pour évaluer ce cas. Les trois premiers sont les plus pertinents car ils ont été fabriqués avec les granulats naturels NR (GN2). Le Tableau 33 montre que les bétons S2, U2 et Q étaient acceptables car ils ont présenté des expansions inférieures à la limite autorisée. **La démarche n'a donc pas été prise en défaut.**

Les bétons S1 et U1 dépassent le seuil de 0,20%, mais le fait qu'ils contiennent un sable naturel réactif ne permet pas de conclure sur la démarche.

Par contre, le béton T (100R-100R) ne contient pas de sable naturel réactif et dépasse quand même la limite permise. Il semble donc que le taux d'alcalins (3,21 kg/m³) soit au-dessus de la valeur seuil acceptable pour être considérée "faible". Ce mélange sera donc repris dans le Tableau 34.

Tableau 32 : Rappel des mélanges utilisés pour vérifier l'applicabilité de la démarche, avec des granulats PR et une faible teneur en alcalins (cas 5)

Cas	Critère des granulats (Gr)	Critère des alcalins (Alk)	Qualification long terme = performance	Démarche*	Mélanges testés (formulations du Tableau 20 et du Tableau 21)
5	PR	Faible	Acceptable	Applicable	S2, U2, Q S1, U1 (mais GN1 réactif) T (mais taux d'alcalins > 3 kg/m ³)
			Non acceptable	Défaut	

Tableau 33 : Résultat de l'évaluation de l'applicabilité de la démarche, avec des granulats PR et une faible teneur en alcalins (cas 5)

Mélange testé			Expansion à 20 sem	Formulation	Démarche
No	GBR	Alcalins			
S2 (30R-30R)	Paris (PR)	2,51 kg/m ³	0,011% (< 0,020%)	Acceptable	Conforme, non prise en défaut
U2 (0R-100R)	Paris (PR)	2,64 kg/m ³	0,016% (< 0,020%)	Acceptable	Conforme, non prise en défaut
Q (0R-100R)	Paris (PR)	2,90 kg/m ³	0,008% (< 0,020%)	Acceptable	Conforme, non prise en défaut
S1 (30R-30R)	Paris (PR)*	2,54 kg/m ³	0,032% (> 0,020%)	Non acceptable	Non conforme, mais GN1 réactif ; donc pas de conclusion possible
U1 (0R-100R)	Paris (PR)*	2,66 kg/m ³	0,023% (> 0,020%)	Non acceptable	
T (100R-100R)	Paris (PR)*	3,21 kg/m ³	0,025% (> 0,020%)	Non acceptable	Conforme si on admet que le taux d'alcalins est trop élevé

* Mais utilisation d'un granulats naturel PR (GN1)

V- 6.4 Granulats PR et teneur en alcalins élevée (cas 8)

Objectifs

Vérifier le critère de performance sur des bétons dont les granulats recyclés sont PR, avec un taux d'alcalins élevé (obtenus par surdosage).

Le Tableau 34 rappelle les mélanges utilisés pour évaluer ce cas. Le Tableau 35 montre que les trois bétons testés ont donné des expansions dépassant la limite de 0,020%, ce qui les rend non acceptables vis-à-vis de la RAG. Cela est en conformité avec la démarche, puisque les granulats étaient PR et le taux d'alcalins était élevé (>3 kg/m³). **La démarche n'a donc pas été prise en défaut.**

Tableau 34 : Rappel des mélanges utilisés pour vérifier l'applicabilité de la démarche, avec des granulats PR et une forte teneur en alcalins (cas 8)

Cas	Critère des granulats (Gr)	Critère des alcalins (Alk)	Qualification long terme = performance	Démarche*	Mélanges testés (formulations du Tableau 20 et du Tableau 21)
8	PR	Elevé	Acceptable	Défaut	V2, T V1, X (mais GN1 réactif)
			Non acceptable	Applicable	

Tableau 35 : Résultat de l'évaluation de l'applicabilité de la démarche, avec des granulats PR et une forte teneur en alcalins (cas 8)

Mélange testé			Expansion à 20 sem	Formulation	Démarche
No	GBR	Alcalins			
V2 (0R-100R)	Paris (PR)	6,16 kg/m ³	0,021% (> 0,020%)	Non acceptable	Conforme, non prise en défaut
T (100R-100R)	Paris (PR)*	3,21 kg/m ³	0,025% (> 0,020%)	Non acceptable	Conforme, non prise en défaut
V1 (0R-100R)	Paris (PR)*	6,19 kg/m ³	0,025% (> 0,020%)	Non acceptable	Conforme, non prise en défaut
X (0R-100R)	Lille (PR)*	6,08 kg/m ³	0,026% (> 0,020%)	Non acceptable	Conforme, non prise en défaut

* Mais utilisation d'un granulat naturel PR (GN1)

V- 6.5 Bilan sur l'applicabilité de la démarche

Les différents cas traités dans cette étude n'ont pas permis de mettre la démarche en défaut. D'autres cas seraient évidemment à étudier avant de conclure de façon certaine sur l'applicabilité de la démarche de la norme FD P18-464.

Les principales conclusions sont :

- Lors de l'emploi de 100% de gravillons recyclés avec un taux élevé en alcalins, le critère de performance est presque satisfait pour les gravillons recyclés peu réactifs (cas de Strasbourg), et non satisfait pour ceux potentiellement réactifs (cas de Paris et Lille). Cela veut dire qu'une formulation qui satisfait au critère sur les granulats recyclés est acceptée vis-à-vis de la RAG. La démarche semble donc applicable aux gravillons recyclés.
- Lors de l'emploi de 100% de gravillons recyclés potentiellement réactifs, le critère de performance est satisfait pour le taux faible en alcalins, et non satisfait pour le taux élevé. Cela exprime qu'une formulation qui satisfait au bilan des alcalins est acceptée vis-à-vis de la RAG. La démarche fonctionne donc dans le cas des gravillons recyclés.
- Dans ce cadre d'étude, le sable recyclé potentiellement réactif peut être utilisé à un taux de 30% sans problème vis-à-vis de la RAG. Néanmoins, la substitution totale des granulats naturels par des recyclés (sables et gravillons) n'est pas préconisée car le dosage en alcalins peut être augmenté et il risque alors de favoriser l'apparition de la RAG.
- Dans l'ancienne démarche du LCPC, il y avait une question : "La formulation prévoit-elle des additions minérales en proportions suffisantes ?" Dans le document normatif actuel, ce point a disparu. Toutefois, il est remarqué que "L'utilisation, en quantité suffisantes, d'additions minérales inhibitrices, comme certaines additions de type II qui ont pour effet de limiter voire d'empêcher le développement d'une alcali-réaction, favorise généralement la satisfaction des critères de l'essai de performance du béton". L'incorporation de métakaolin ou de laitier peut diminuer efficacement le gonflement dû à la RAG lorsque les gravillons recyclés potentiellement réactifs et un taux élevé des alcalins sont utilisés. Cela confirme donc la recommandation donnée dans la démarche.

VI- Recommandations

Au vu des résultats actuels de notre étude, la présente note a pour objet de proposer de premières recommandations concernant l'applicabilité de la démarche RAG (réaction alcali-granulat) au cas des GBR (granulats de béton recyclé).

Le fil conducteur a été celui de la norme FD P18-464 "Béton - Dispositions pour prévenir les phénomènes d'alcali-réaction" d'avril 2014, et plus particulièrement la démarche appliquée aux formulations de béton devant répondre à un niveau de prévention B (le plus commun).

Les différents essais que nous avons pu réaliser (avec toutefois un nombre limité de GBR), tant sur granulats que sur mortiers et bétons, n'ont pas permis de mettre clairement en défaut la démarche préconisée par la norme. En effet, il suffit que l'un des quatre critères spécifiés soit satisfait pour que la formule de béton incorporant des GBR, ou un mélange de GBR et de Granulats Naturels, soit effectivement qualifiée et ne présente pas, a priori, de risques envers une RAG. La norme peut donc s'appliquer. Cependant, un certain nombre de recommandations doivent être faites pour tenir compte des spécificités des GBR. Celles-ci sont listées ci-après :

1/ Qualification des GBR par "lots".

Compte tenu de l'hétérogénéité des sources, il conviendrait d'établir une qualification des GBR vis-à-vis de la RAG (et sans doute aussi pour d'autres pathologies/propriétés) par "lots homogènes" d'un tonnage à définir, représentatifs d'une plateforme industrielle et d'une zone d'approvisionnement. Des prélèvements d'échantillons représentatifs seraient alors pratiqués sur ces lots, sur lesquels serait effectuée la qualification du granulats, sur la base des essais spécifiés dans la norme FD P18-464.

2/ Bilan des alcalins

Parmi les critères de la norme FD P18-464, il semble que le bilan des alcalins soit celui qui permette d'avoir le plus de sécurité vis-à-vis d'éventuels problèmes liés à la RAG. En effet, une quantité faible d'alcalins permettra d'éviter des gonflements, particulièrement pour des GBR douteux (soit les essais ne permettent pas de conclure, soit la notion de lots demeure floue). Il convient de prendre en compte les alcalins solubles des GBR, même s'ils semblent en amener peu au bilan. La règle de majoration devra être précisée.

3/ Pertinence de l'essai pétrographique (NF XP P18-543).

L'identification pétrographique (norme NF XP P18-543) n'apparaît pas comme étant la méthode la plus appropriée pour qualifier les GBR, en raison principalement de la diversité et de l'hétérogénéité des sources de bétons pouvant composer un lot (différents faciès, différents ciments...). Elle peut toutefois se révéler utile, en complément des autres essais, pour détecter certaines formes de silice réactive, de minéraux sensibles en milieu alcalin, ou d'indices texturaux à risque. Mais un soin particulier devra toujours être apporté à la représentativité de l'échantillon analysé.

4/ Pertinence du bilan en alcalins solubles.

La teneur en alcalins solubles des GBR, mesurée selon la méthode LPC n°37, reste un essai pertinent. A noter toutefois qu'au regard des quatre sources de GBR étudiées, la part d'alcalins apportée par les GBR dans une formule de béton est relativement modeste, comparativement à celle du ciment : par exemple, dans le cas extrême d'un béton incorporant 100% de GBR ayant le taux le plus élevé d'alcalins solubles enregistré durant l'étude, formulé avec un ciment dosé à 310kg/m^3 et ayant lui-même un taux d'alcalins actifs de 0,8%, l'apport serait respectivement de $0,95\text{ kg Na}_2\text{O}_{\text{éq}}/\text{m}^3$ pour le GBR et $2,5\text{kg Na}_2\text{O}_{\text{éq}}/\text{m}^3$ pour le ciment. Rappelons que le seuil admissible pour éviter la RAG est de $3\text{ kg Na}_2\text{O}_{\text{éq}}/\text{m}^3$.

5/ Pertinence des essais "courts".

Selon la norme NF P18-594, différents essais "courts" peuvent être pratiqués pour déterminer le caractère réactif ou non d'un granulat. Initialement conçus pour les Granulats Naturels, les comportements observés durant nos essais permettent d'évaluer leur applicabilité aux cas des GBR :

- l'essai dit de "silice soluble", référencé dans l'annexe A de la norme (Essai de cinétique chimique), est l'essai le moins sévère des essais préconisés. En effet, il classe tous les GBR étudiés dans la catégorie "Non Réactif" ou "Potentiellement Réactif", alors que les autres essais les classent en catégorie "Réactif",
- l'essai "Microbar", référencé dans le paragraphe 5.2 de la norme (Essai accéléré «Microbar»), est le plus sévère des essais préconisés, et il classe la plupart des GBR dans la catégorie "Réactif". Le problème viendrait des conditions mêmes de l'essai, qui imposent notamment une cure à la vapeur et une cure alcaline particulièrement drastiques. Par ailleurs, le fait de n'utiliser que la fraction granulaire 0,16/0,63 mm du matériau broyé crée un problème de représentativité de l'échantillon, car la fraction la plus fine, inférieure à 0,160 mm et recueillant une part importante de l'ancien ciment, est éliminée. De même, la faible quantité de la prise d'essai peut nuire à la représentativité de l'essai. Enfin, il faut aménager cet essai pour prendre en compte l'absorption d'eau élevée spécifique aux GBR,
- l'essai "Mortier", référencé dans le paragraphe 5.1 de la norme (Essai accéléré à l'autoclave sur mortier), apparaît comme l'essai le plus approprié aux GBR. Il utilise une fraction granulaire 0,16/5 mm plus étalée et une masse d'échantillon représentative plus élevée que pour l'essai "Microbar", et les conditions de cure paraissent plus rationnelles. Toutefois, il est indispensable d'aménager cet essai pour tenir compte de l'absorption d'eau des GBR.

6/ Adaptation des essais "courts" au regard de l'absorption d'eau spécifique aux GBR

Les protocoles des essais "Mortier" et "Microbar", conçus initialement pour des Granulats Naturels qui présentent généralement une absorption d'eau faible, doivent être adaptés aux cas des GBR qui, à l'inverse, présentent généralement une absorption d'eau significative. Il faut donc tenir compte de ce paramètre pour ne pas modifier la maniabilité du mortier au moment de la confection des éprouvettes, paramètre qui peut influencer sur leur expansion au cours de l'essai.

Il est donc recommandé de tenir compte de l'absorption d'eau des GBR et de pré-saturer pendant quatre jours au moins la prise d'essai à base de GBR, en amont de l'essai.

7/ Mesure de l'absorption d'eau sur des mélanges Granulats Naturels - GBR

Au regard du point précédent, et pour les mêmes raisons, il est préconisé d'adopter la même méthodologie pour les bétons, afin de tenir compte de l'absorption d'eau des GBR, voire aussi de celle des Granulats Naturels entrant dans les mélanges.

8/ Utilisation d'additions minérales pouzzolaniques

Sans l'inclure nécessairement dans les recommandations, il serait pertinent de préciser, exemples à l'appui (notamment sur les quantités minimales à utiliser), que l'utilisation d'additions telles que le laitier, cendres volantes, métakaolin, fumée de silice... permet de réduire fortement les gonflements dus à la RAG des GBR.

REFERENCES

[Adams, 2012] : Adams M. P. (2012). Alkali-Silica Reaction in Concrete Containing Recycled Concrete Aggregates. Thesis submitted to Oregon State University (United States).

[Aït Alaiwa & Lavaux R., 2013] : Aït Alaiwa & Lavaux R., (2013). Validité des normes d'essais sur les granulats recyclés –AAA/CM/13.400, RECYBETON GT n°2. Présentation du 03/10/2013, UNICEM Paris.

[Baroghel-Bouny et al., 2004] : Baroghel-Bouny V. et al. (2004). Conception des bétons pour une durée de vie donnée des ouvrages - Maîtrise de la durabilité vis-à-vis de la corrosion des armatures et de l'alcali-réaction, AFGC.

[Delobel et al., 2016] : Delobel F., Bulteel D., Mechling J.-M., Lecomte A., Cyr M., Rémond S. (2016). Application of ASR tests to recycled concrete aggregates: Influence of water absorption, Construction and Building Materials, Vol 124, 714-721.

[Diliberto C. et al., 2014] : Diliberto C., Lecomte A. et Mechling J.-M. (2014). Estimation du potentiel cimentier des Fines de Béton Concassé (FDD) et des Sables de Béton Concassé (SBC) par incorporation dans le cru. Rapport RECYBETON thème 1-2, 81p, juin 2014.

[Hong and Glasser, 2002] : Hong S. H., Glasser F. P. (2002). Alkali sorption by C-S-H and C-A-S-H gels: Part II Role of alumina. Cement and Concrete Research, 32, 1101-1111.

[Kawabata and Yamada, 2015] : Kawabata Y., Yamada K. (2015). Evaluation of Alkalinity of Pore Solution Based on the Phase Composition of Cement Hydrates with Supplementary Cementitious Materials and its Relation to Suppressing ASR Expansion. Journal of Advanced Concrete Technology, 13, 538-553.

[Oberholster et al., 1992] : Oberholster R. E., Maree H., Brand J. H. B. (1992). Cracked prestressed concrete railway sleepers: alkali-silica reaction or delayed ettringite formation. 9th International Conference on Alkali-aggregate reaction in concrete, Londres, 739-749.

[Scott, 2006] : Scott H. C. (2006). Mitigating alkali silicate reaction in recycled concrete. Thesis submitted to the University of New Hampshire (United States).

[Scrivener and Taylor, 1993] : Scrivener K., Taylor H. F. W. (1993). Delayed ettringite formation : a microstructural and microanalytical study. Advances in Cement Research, 7, 57-68.

[Sedran, 2013] : Sedran T. (2013). Mise au point des formules de béton de référence. PN Recybéton.

[Shayan and Ivanusec, 1996] : Shayan A., Ivanusec I. (1996). An experimental clarification of the association of delayed ettringite formation with alkali-aggregate reaction. Cement and Concrete Research, 18(3), 161-170.

[Shayan and Quick, 1991] : Shayan A., Quick G. W. (1991). Relative importance of deleterious reactions in concrete: formation of AAR products and secondary ettringite. Advances in Cement Research, 4(16), 149-157.

[Taylor et al., 2001] : Taylor H. F. W., Famy C., Scrivener K. (2001). Review, Delayed ettringite formation. Cement and Concrete Research, 31, 683-693.

NORMES

ASTM C1260 : ASTM Standard C1260. Standard Test Method for Potential Alkali Reactivity of Aggregates (Mortar-Bar Method), ASTM International, West Conshohocken, PA, 2007.

ASTM C1293 : ASTM Standard C1293. Standard Test Method for Determination of Length Change of Concrete Due to Alkali-Silica Reaction, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2008.

ASTM C1567 : ASTM Standard C1567. Standard Test Method for Determining the Potential Alkali-Silica Reactivity of Combinations of Cementitious Materials and Aggregate (Accelerated Mortar-Bar Method), ASTM International, West Conshohocken, PA, 2007.

FD P18-542 : Granulats - Critères de qualification des granulats naturels pour béton hydraulique vis-à-vis de l'alcali-réaction, AFNOR, juin 2015.

FD P18-456 : Béton - Réactivité d'une formule de béton vis-à-vis de l'alcali-réaction - Critères d'interprétation des résultats de l'essai de performance, AFNOR, novembre 2004.

FD P18-464 : Béton - Dispositions pour prévenir les phénomènes d'alcali-réaction, AFNOR, avril 2014.

NF EN 206 : Béton - Spécification, performances, production et conformité, AFNOR, novembre 2014.

NF EN 933-1 : Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats - Partie 1 : détermination de la granularité - Analyse granulométrique par tamisage, AFNOR, mai 2012.

NF EN 933-11 : Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats - Partie 11 : essai de classification des constituants de gravillons recyclés, AFNOR, juillet 2009.

NF EN 1097-6 : Essais pour déterminer les caractéristiques mécaniques et physiques des granulats, AFNOR, juin 2001.

NF P18-454 : Béton - Réactivité d'une formule de béton vis-à-vis de l'alcali-réaction - Essai de performance, AFNOR, décembre 2004.

NF P18-545 : Granulats - Éléments de définition, conformité et codification - Article 10 : granulats pour bétons hydrauliques et mortiers, AFNOR, septembre 2011.

NF P18-594 : Granulats - Méthodes d'essai de réactivité aux alcalis, AFNOR, juillet 2015.

NF XP P18-543 : Granulats – Étude pétrographique des granulats appliquée à l'alcali-réaction, AFNOR, juin 2015

Méthode d'essai LPC n° 37 : Essai de granulats – Détermination des alcalins solubles dans l'eau de chaux, Techniques et méthodes des Laboratoires des Ponts et chaussées, Paris, 1993.

Méthode IFSTTAR n°78 : Tests sur granulats pour béton : mesure de l'absorption d'eau totale par un sable broyé, Paris, 2011.

ANNEXES

Annexe 1 : Fiches techniques des constituants

Ciment C2

FICHE TECHNIQUE **Fabriqué à ROCHEFORT**

Mise à jour du 27/02/2012

Ciment Portland au calcaire

NF EN 197-1/A1	CEM II/A-L 42,5 N N° de certificat : 0333-CPD-4304	01/09/2001
CE+NF	CEM II/A-L 42,5 N CE CP2 NF	27/01/1997
NF P15-318	Ciments à teneur en sulfures limitée pour béton précontraint	CP2

Disponibilités : Vrac

COMPOSITION DÉCLARÉE (en %)

Constituant		Régulateur de prise	
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).....	—	Additif	
Cendres volantes siliceuses (V).....	—	Agent de mouture HEA 252	0,04
Cendres volantes calcaïques (W).....	—	Sulfate ferreux	0,25
Calcaires (L ou LL).....	11		
Constituants secondaires.....	2		

RESISTANCES A LA COMPRESSION (en MPa)

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

CARACTÉRISATION PHYSIQUE

Sur poudre		Sur pâte pure		Sur mortier	
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.....	59,6	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 _{tot}	Na ₂ O éq actif
5,1	1,0	18,7	4,9	3,7	62,0	1,3	2,7	0,68	0,17	0,05	0,04	4,7	1,5	0,59

Composition potentielle du clinker : C3A 7,9 C3S 61 C4AF 12



La reproduction partielle ou intégrale de ce document est interdite sans accord préalable de notre part. Les résultats faisant l'objet du présent document sont basés sur des valeurs moyennes et sont donnés à titre purement indicatif. Etant susceptibles de varier dans les limites autorisées par les normes correspondantes, ils ne sauraient engager la responsabilité de Holcim France ou Holcim Belgique.

Ciment C1



FICHE TECHNIQUE CIMENT PERFORMAT

CIMENT

FTXE1.1420 Mise à jour : 01/02/2014 Page 1/1	Produit : CEM I 52,5 R CE CP2 NF Usine : Xeuilley (54)
--	---

Caractéristiques physiques et mécaniques

	Masse Volumique (g/cm ³)	Finesse Blaine (cm ² /g) / Diamètre médian (µm)	Clarté L*	Demande en eau (%)	Temps de début de prise (min)	Expansion à chaud (mm)	Chaleur d'hydratation à 41h (J/g)	Résistance en compression (MPa)			
								1j	2j	7j	28j
Moyenne	3,17	4490 / 10,1	62,3	27,0	156	1,0	330	22	35	49	64
Ecart type	*	130 / 0,5	*	0,5	21	0,5	10	1,3	1,6	2,0	1,9
Limites	CE	*	*	*	≥ 40	≤ 10	*	*	≥ 28	*	≥ 50
	NF	*	*	*	≥ 60	≤ 10	*	*	≥ 28	*	≥ 50

Caractéristiques chimiques

[%]	Moyenne	Ecart type	Limites	
			CE	NF
Alcalins eq. actifs (Na ₂ O eq. actifs)	0,76	0,04	*	†
Perte au feu 950°C	0,80	†	≤ 5,0	≤ 5,0
SO ₃	3,64	†	≤ 4,5	≤ 4,5
CF	0,07	†	≤ 0,10	≤ 0,10
S ^P	0,00	†	*	≤ 0,2
Résidu insoluble	0,43	†	≤ 5,0	≤ 5,0

Composition hors gypse et caractéristiques des constituants

Constituant	Teneur [%]	Caractéristiques [%]			
		C ₂ S	C ₃ S	C ₄ A	C ₄ AF
Clinker	99	53,6	20,1	9,6	9,7
Calcaire	*	*	*	*	*
Laitier	*	*	*	*	*
Constituants Secondaires	1	*	*	*	*

Certificat CE et Marque NF-LH

Certificat CE	N° 0333-CPR-3401
Marque NF-Liant Hydraulique	N°34.54 du 04.09.2013

Les valeurs indiquées sont des valeurs moyennes, elles peuvent varier légèrement dans les limites autorisées par les normes.
 Le succès des travaux entrepris avec ce ciment repose notamment conditionné par le respect des règles de bonne pratique en matière de préparation, de mise en oeuvre et de conservation des mortiers et bétons.
 Le ciment contient un agent réducteur de chrome hexavalent soluble afin de satisfaire à la réglementation en vigueur.

Filler calcaire

Betocarb® HP - OG

SITE:	ORGON, France (certifié ISO 9001)		
DESCRIPTION DU PRODUIT:	Addition calcaire sélectionnée pour bétons hydrauliques et filler pour bétons hydrauliques hautes performances (EN 12620). Produit particulièrement adapté aux bétons de parement et architectoniques (essai LG_007). Ce produit est de catégorie A selon la norme NF P 18-508.		
COMPOSITION TYPE DE LA ROCHE:	CaCO ₃	98.8	%
	Carbonates totaux	99.1	%
	Chlorures	0.001	%
	Sulfates	0.001	%
	Soufre total	0.005	%
	Matières organiques	0.01	%
	Essai au bleu de méthylène	0.3	g/kg
	Alcalins équivalents	0.005	%
	Silice totale	0.1	%
	Réactivité aux alcalins	NR	
CARACTERISTIQUES TYPES DU PRODUIT:	Granulométrie:		
	- Particules < 2 mm	100	%
	- Particules < 0.125 mm	100	%
	- Particules < 0.063 mm	97	%
	- Surface spécifique Blaine	462	m ² /kg
	Blancheur CIE L*	95	
	Indice d'activité à 28 jours	0.79	
	Taux d'humidité départ usine	0.2	%
CARACTERISTIQUES GENERALES DU PRODUIT:	Densité	2.7	g/ml
	Densité apparente tassée	1.5	g/ml
APPLICATIONS PRINCIPALES:	REPARTITION GRANULOMETRIQUE (Malvern Mastersizer 2000):		
Béton auto-plaçant			
Béton prêt à l'emploi			
Éléments préfabriqués architectoniques			
Applications spéciales			
- Béton projeté			

CONDITIONNEMENT STANDARD:

- VRAC
- SAC (papier) de 25 kg sur palette

Les informations contenues dans cette fiche technique ne concernent que le matériel spécifique mentionné et ne concernent pas l'utilisation conjointement avec tout autre matériel ou dans tout procédé. Les informations fournies dans le présent document se basent sur des données techniques qui, à la connaissance de Omya, sont fiables, toutefois Omya ne fournit aucune garantie de complétude ou d'exactitude de ces informations, et Omya n'assume aucune responsabilité résultant de leur utilisation ou vis-à-vis de toutes réclamations, pertes ou dommages subis par une tierce partie. Toute personne recevant ces informations doit exercer son jugement propre en ce qui concerne leur utilisation appropriée et il incombe à l'utilisateur d'évaluer si le matériel convient (y compris en matière de sécurité) pour un usage particulier avant d'en faire usage.

édition : 29.03.2012
Product Information :
S08.03.01_FR_CORP/PROG
I03200_14_F
version : 9

Adjuvants

Superplastifiant haut-réducteur d'eau à base de polycarbolylate éther.



MC-PowerFlow 3140

Conforme NF EN 934.1/2

Propriétés techniques du MC-Powerflow 3140

Paramètres	Unité	Valeur	Observation
Densité	Kg/L	env. 1,06	valeur moyenne
Plage de dosage recommandée	%	0,2 à 3,0	du poids de ciment
Teneur max. en chlorure	% de masse	≤ 0,10	
Teneur max. en alcalins	% de masse	≤ à 1,5	
Extrait sec.	%	29,8-31,8	(methode infrarouge)
pH		4,5-6,5	

Retardateur



Centrament Retard 370

Retardateur de prise

Conforme NF-EN 934.1/2

Propriétés techniques de Centrament Retard 370

Paramètre	Unité	Valeur	Observations
Densité volumique	kg/dm ³	env. 1,08	
Dosage recommandé	g	2 - 8	par kg de ciment
Teneur maximale en ions chlorure:	% de taux de masse	≤ 0,10	
Teneur maximale en alcalins:	% de taux de masse	≤ 1,0	
Extrait sec	%	18,53-20,48 19,29-21,32	(methode infrarouge) (EN 480-8)
pH	-	6,5-9,5	

Sable naturel 0/4



LAFARGE

Fiche Technique de Produit

Engagement du 01/01/2012 au 30/06/2012

Page 1/1, imprimé le jeudi 12 avril 2012

Producteur : Sandrancourt
Granulats : 0/4 SC L NF

Partie contractuelle
Valeurs spécifiées sur lesquelles le producteur s'engage

Classe granulaire	Norme		Code
0 4	Norme NF P 18-545 Article 10 - EN 12620+A1		Code A

	0.063	0.125	0.25	0.5	1	2	D	1.4D	2D	FM	SE10	f
							4	5.6	8			
Etendue e	6		40		40		10			0.6		6
V.S.S.+U			46		96		100			2.95		11.00
V.S.S.	6.0		45		95		99			2.80		10.00
V.S.I.			5		55		89	95	100	2.20	65.0	
V.S.I.-U			4		54		87	94		2.05		
Ecart-type max			12.12		12.12					0.18		

Partie informative
Résultats de production

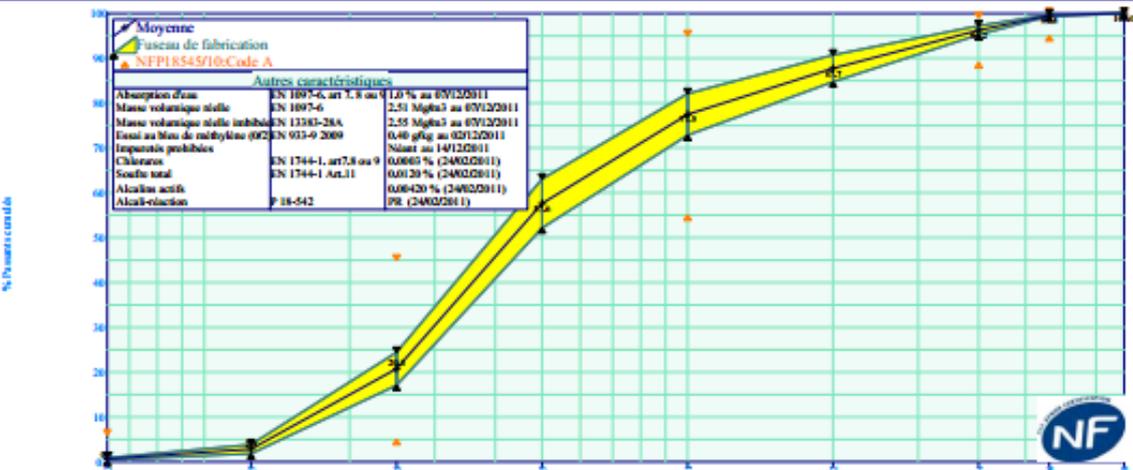
du 01/07/11 au 27/12/11

	0.063	0.125	0.25	0.5	1	2	4	5.6	8	FM	SE10	f
Maximum	1.5	5	29	70	88	94	99	100	100	2.80	94.0	1.60
X0+1.25x/Ecart-type	0.9	4	24	63	82	91	97	100	100	2.73	85.5	0.93
Moyenne Xf	0.7	3	21	58	77	88	96	100	100	2.57	83.0	0.70
X0-1.25x/Ecart-type	0.4	2	17	52	73	85	95	99	100	2.41	80.5	0.47
Minimum	0.3	1	14	49	70	82	94	99	100	2.21	80.0	0.40
Ecart-type	0.19	0.8	2.9	4.4	3.7	2.4	0.8	0.1	0.0	0.130	2.00	0.185
Nombre de résultats	184	184	184	184	184	184	184	184	184	184	95	184

Moyenne
▲ Usure de fabrication
▲ NF P 18-545/10: Code A

Autres caractéristiques

Absorption d'eau	EN 1097-6, art 7.8 ou 9	1.0 % au 07/12/2011
Mass volumique sèche	EN 1097-6	2.51 Mg/m³ au 07/12/2011
Mass volumique sèche humide	EN 12343-2/8.4	2.55 Mg/m³ au 07/12/2011
Essai au bleu de méthylène (02)	EN 913-9 2009	0.40 g/kg au 02/12/2011
Impuretés prohibées		Néant au 14/12/2011
Chlorures	EN 1744-1, art 7.8 ou 9	0.0003 % (2400/2011)
Soufre total	EN 1744-1 Art.11	0.0120 % (2400/2011)
Alcalins actifs		0.06420 % (2400/2011)
Alcali-réaction	P 18-542	PR (2400/2011)



Gravillon naturel 4/10



Granulats Nord Est / Champagne Ardennes

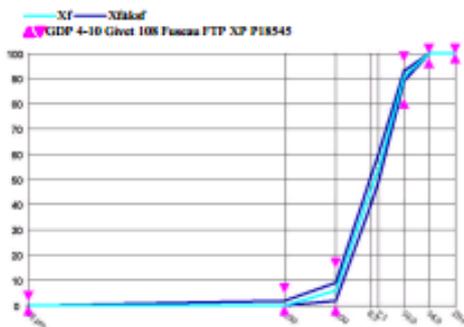
Fiche Technique Produit		Mise à jour du : 03/01/2012	FTP Q2L270 A10 112
Unité de production	Classe granulaire	Elaboration	
Givet CE	4 / 10 Cal CL - NF -	Concassé Lavé	
Norme	Article	Code	
P 18-545	10 : Bétons Hydrauliques	A sauf Soufre et Aplatissement en B	
Nature pétrographique			
Calcaire			

PARTIE NORMATIVE

Nom	Symbole	Vsi	Vss	u	Vsi - u	Vss + u	Li	Ls	e	e / 3,3
2 D	20 mm	100	100							
1.4 D	14 mm	98	100	1	97	100				
D	10 mm	84	99	5	77	100	80	99	15	
d	4 mm	0	15	5	0	20	0	20	15	
d/2	2 mm	0	5	1	0	6				
Fines	0.063 mm		1.5	0.3		1.8				
Aplatissement	A		35	4		39				
Absorption	Ab		2.5	0.5		3				
Los Angeles	LA		30	3		33				
Gel	F		2							
Soufre	S		1	0.1		1,1				
Sulfates	AS		0.2	0.15		0.35				

PARTIE INFORMATIVE (k=1.25) Du 07/07/2011 au 14/12/2011

Nom	Symbole	Maxi	Xf + ksF	Xf	sf	Xf - ksF	Mini	Nb val
20.0	2D	100,00	100,00	100,00	0,00	100,00	100,00	19
14.0	1.4D	100,00	100,00	100,00	0,00	100,00	100,00	19
10.0	D	94,40	93,30	91,30	1,70	89,20	88,00	19
4.00	d	13,80	9,30	6,00	2,60	2,80	3,40	19
2.00	d/2	4,80	2,10	0,80	1,00	0,00	0,30	19
63 µm	0.063	0,70	0,60	0,40	0,10	0,20	0,10	19
Aplatissement	FI	18,3		16,1			13,3	7
Teneur en eau	w	3,6	3,2	1,9	1,0	0,6	0,4	19
Teneur en fines	f	0,72	0,56	0,37	0,15	0,19	0,10	19



Date	Nom de l'essai	Norme essai	Symbole	Valeur
24/01/11	Abs d'eau (%)	NF EN 1097-6 articles 7	WA24	0,62
04/04/11	Alcalins solubles (%)	LPC n°37	Na2O eq	0,0012
14/12/11	Aplatissement (%)	NF EN 933-3	FI	16,7
28/09/11	Boulettes d'Argile (%)	XP P 18-545 10-1-6	BA	0,01
04/04/11	Chlorure+eau (pot) (%)	NF EN 1744-1 art 8	C	0,0240
28/09/11	Impuretés prohibées (%)	XP P 18545 3-42	ImP	0,01
03/10/11	LA+MDE (%)	P18 545 8 1	%	40
03/10/11	Los Angeles (.)	NF EN 1097-2 article 5	LA	21
03/10/11	Micro-Deval (.)	NF EN 1097-1	MDE	19
24/01/11	MV absolue 0/63 - µ a (t/m)	NF EN 1097-6 articles 7	MVA (Absol	2,74
24/01/11	MV réelle - µ rd (t/m3)	NF EN 1097-6 articles 7	prd	2,69
24/01/11	MV réelle saturé 0/63 - µ ss	NF EN 1097-6 articles 8	MVS	2,71
04/04/11	Qualification Alcali	FD P18-542		NR
04/04/11	Soufre total (%)	NF EN 1744-1 article 11	S	0,360
04/04/11	Sulfates dans acide (%)	NF EN 1744-1 article 12	AS	0,013

Gravillon naturel 6,3/20



Granulats Nord Est / Champagne Ardennes

Fiche Technique Produit Mise à jour du : 03/01/2012 **FTP Q2L442 A10 112**

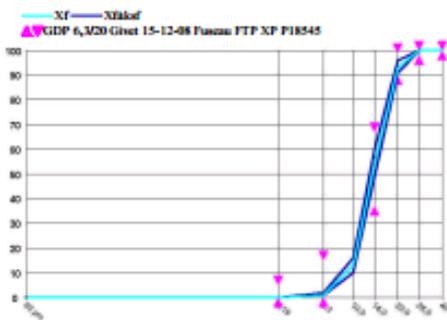
Unité de production	Classe granulaire	Elaboration
Givet CE	6.3 / 20 Cal CL - NF	Concassé Lavé
Norme	Article	Code
NF P 18545	10 : Bétons hydrauliques	A sauf Soufre en B
Nature pétrographique		
Calcaire		

PARTIE NORMATIVE

Nom	Symbole	Vsi	Vss	u	Vsi - u	Vss + u	Li	Ls	e	e / 3,3
2D	40 mm	100	100							
1,4D	28 mm	98	100	1	97	100				
D	20 mm	90	99	5	85	100				
D/1,4	14 mm	37	67	6	31	73	25	70	30	9,09
d	6.3 mm	0	15	5	0	20				
d/2	3.15 mm	0	5	1	0	6				
0,063	0.063 mm	0	1.5	0,3						
FI	FI		20	4		24				
LA	LA		30	3		33				
Ab	Ab		2.5	0,3		2.8				
Impuretés prohibées	IP		0.1							
Teneur en soufre tot	S%		1	0.1		1,1				
Boulettes d'argile	Arg		1							
MBf	MBf		10	2		12				
Teneur en fine	F		1,5	0,3		1,8				

PARTIE INFORMATIVE (k=1.25) Du 07/07/2011 au 14/12/2011

Nom	Symbole	Maxi	Xf + ksf	Xf	sf	Xf - ksf	Mini	Nb val
40		100,00	100,00	100,00	0,00	100,00	100,00	34
28.0		100,00	100,00	100,00	0,00	100,00	100,00	34
20.0		98,00	96,40	93,90	2,00	91,40	88,80	34
14.0		66,10	60,20	54,60	4,40	49,10	46,60	34
6.3		3,30	2,40	1,90	0,30	1,30	1,10	34
3.15		0,90	0,60	0,40	0,10	0,30	0,20	34
63 µm	0.063	0,60	0,40	0,30	0,10	0,20	0,10	34
Aplatissement	FI	14,0		10,7			7,8	5
Teneur en eau	w	2,5	1,7	1,0	0,5	0,4	0,2	34
Teneur en fines	f	0,61	0,41	0,29	0,09	0,17	0,14	34



Date	Nom de l'essai	Norme essai	Symbole	Valeur
25/01/11	Abs d'eau (%)	NF EN 1097-6 articles 7	WA24	0,57
05/04/11	Alcalins solubles (%)	LPC n°37	Na2O éq	0,0012
21/11/11	Aplatissement (%)	NF EN 933-3	FI	10,9
04/10/11	Boulettes d'Argile (%)	XP P 18-545 10-1-6	BA	0,01
04/04/11	Chlore+eau (pot) (%)	NF EN 1744-1 art 8	C	0,0240
04/10/11	Impuretés prohibées (%)	XP P 18545 3-42	Imp	0,01
05/10/11	LA+MDE (%)	P18 545 8 1	%	40
05/10/11	Los Angeles (.)	NF EN 1097-2 article 5	LA	21
04/04/11	Matière humique	NF EN 1744-1 art 15.1	Couleur	0,024
05/10/11	Micro-Deval (.)	NF EN 1097-1	MDE	19
25/01/11	MV absolue 0/63 - µ a (t/m)	NF EN 1097-6 articles 7	MVA (Absol	2,74
31/03/11	MV réelle - µ rd (t/m3)	NF EN 1097-6 articles 7	prd	0,00
25/01/11	MV réelle saturé 0/63 - µ ss	NF EN 1097-6 articles 8	MVS	2,71
04/04/11	Qualification Alcali	FD P18-542		NR
04/04/11	Soufre total (%)	NF EN 1744-1 article 11	S	0,360

Metakaolin

argeco
DEVELOPPEMENT

argicem®

ADDITION POUZZOLANIQUE

1 – DEFINITION

argicem® est un métakaolin obtenu par calcination « Flash » d'une argile kaolinique. Ce procédé original de calcination, à faible consommation d'énergie et à faible émission de CO₂, s'inscrit dans le cadre du Développement Durable.

argicem® une addition pouzzolanique de type II pour bétons et mortiers conforme à la norme NF P18-513 d'Août 2012.

Sa dénomination est la suivante :

Métakaolin (norme NF-P18-513)-A-F_M-W_M



2 – MODE D'ACTION

argicem® est un produit de grande surface spécifique qui contribue activement aux résistances mécaniques du béton par réaction pouzzolanique.

La chaux libérée au cours de l'hydratation du ciment, la Portlandite, est consommée pour former de nouveaux hydrates stables et insolubles.

La compacité, la durabilité et l'esthétique du béton sont donc considérablement améliorées par **argicem®**.

3 – DOMAINE D'UTILISATION

argicem® peut être utilisé dans tous types de béton dans le domaine de la préfabrication et du béton prêt à l'emploi, en particulier dans :

- les bétons à démoulage immédiat ;
- les bétons à haute résistance chimique ;
- les bétons étuvés ;
- les bétons architectoniques ;
- les bétons et mortiers autoplaçants ;
- les éléments en béton fibré (fibres de verre, fibres polyester,...) ;
- les mortiers (maçonnerie, enduits de finition,...).

4 – MISE EN OEUVRE

Les dosages en **argicem®** préconisés dans les mortiers et bétons et selon les applications, varient entre 5 et 25% en substitution du poids du ciment. Le taux de substitution à hauteur de 25% présente le meilleur compromis économique tout en conservant ou améliorant les propriétés mécaniques et de durabilité du béton.

Son utilisation peut nécessiter l'emploi d'un plastifiant ou super plastifiant approprié.

5 – PROPRIETES

A l'état frais, **argicem®** limite le ressuage et fait partie des métakaolins de faible demande en eau.

Pendant la prise, **argicem®** diminue également la chaleur d'hydratation (bétons massifs).

A l'état durci, **argicem®** :

- diminue la porosité et donc la pénétration des agents agressifs (chlorures,...) ;
- améliore la résistance chimique et la résistance aux cycles de gel-dégel ;
- évite l'apparition des phénomènes d'efflorescence ;
- diminue les retraits endogène et total ;
- diminue les risques d'alcali réaction et de réactions sulfatiques.

argeco DEVELOPPEMENT

Tel : +33 (0) 5 53 40 31 31

Fax : +33 (0) 5 53 40 19 93

email : argeco@argeco.fr

site : www.argeco.fr

Carrière du Béton – Rue Fournie Gorre – 47500 FUMEL

6 – CARACTERISTIQUES

• 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

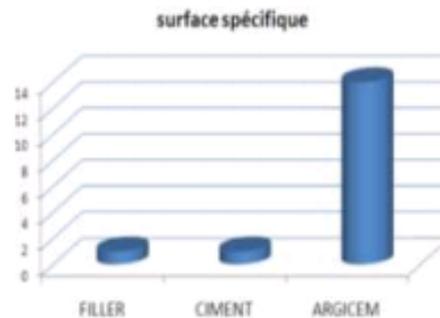
• Caractéristiques physiques

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%

Valeurs moyennes sur la période mai 2011 à mai 2012 données à titre indicatif

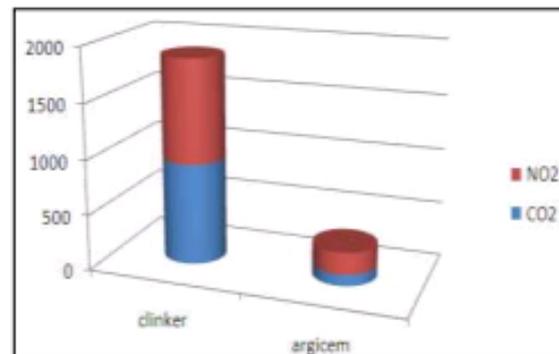
Se référer à la norme NF P 18-513 pour les conditions de réalisation de ces essais.

Les conditions d'utilisation doivent cependant être déterminées après des essais de convenance sur béton prenant en compte les caractéristiques rhéologiques et les performances mécaniques souhaitées.



7 – ENVIRONNEMENT

Emission de gaz à effet de serre en kg équivalent CO₂ par tonne produite de liant base clinker et d'argicem.



8 – CONDITIONNEMENT STANDARD

Vrac. (Big bag sur commande).

9 – PRECAUTIONS D'EMPLOI

argicem[®] fait l'objet d'une fiche de données de sécurité.

Laitier

KIRTON CONCRETE SERVICES LTD

INDEPENDENT TESTING LABORATORY

Manor House, Station Road, Hibaldstow, Brigg, North Lincolnshire, DN20 9ER, England

Telephone: (01652) 656931 : Fax: (01652) 651082 : E-mail: Kirtunlab@aol.com



1175

GGBS TEST RESULTS

Client :- D. Reddy
 Report Reference :- DRmonth 122
 Sample Reference :- November
 Date of receipt of sample :- 04-Nov-13
 Date of tests :- 04-Nov-13 to 22-Nov-13

RESULTS

DENSITY 2910 kg/m³ (BS EN196 PART 6:2010 N.A. 5.3)FINENESS 430 m²/kg (BS EN196 PART 6:2010)

CHEMICAL COMPOSITION :- by mass

Moisture content 0.06 % (BS 6699:1992:APP E)

LOI (uncorrected) -0.83 % (EN196-2:2013)

Insoluble Residue 0.10 % (EN196-2:2013)

Sulphate 0.12 % (EN196-2:2013)

Chloride 0.01 % (EN196-2:2013)

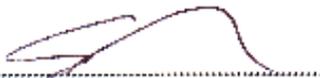
Na₂O 0.19 % (EN196-2:2013)K₂O 0.39 % (EN196-2:2013)Na₂O equiv 0.45 %

The following results are not covered by the laboratorys UKAS Accreditation Schedule

Sulphide 0.69 % (EN196-2:2013)

LOI (corrected) 0.55 % (EN196-2:2013)

Glass content n/a % (BS 6699:1992:APP D)

Water soluble Na₂O 0.001 % (Documented in house method)Water soluble K₂O 0.002 % (Documented in house method)Water soluble Na₂O EQ 0.003 % (Documented in house method)CaO/SiO₂ 1.14(CaO-MgO)/SiO₂ 1.36CaO 42.49 (XRF) Al₂O₃ 11.03 (XRF)MgO 8.17 (XRF) Mn₂O₃ 0.24 (XRF)SiO₂ 37.35 (XRF) Fe₂O₃ 0.69 (XRF)TiO₂ 0.48 (XRF)Signed 

Certificate signed by :-

S Burton A.M.I.C.T
Technical ManagerJ M Hurton
Quality Manager

Annexe 2 : Bilan des alcalins des formulations de béton**Série 1 – Granulats naturels : GN1**

	Alcalin de Granulat	mg/kg	0R-0R C2		30R-30R C2		100R-100R C2	
			kg/m ³ (granulat)	kg/m ³ (alcalin)	kg/m ³ (granulat)	kg/m ³ (alcalin)	kg/m ³ (granulat)	kg/m ³ (alcalin)
GN1	S 0/4	40	771	0.031	491	0.020		
	G 4/10	12	264	0.003	168	0.002		
	G 6.3/20	12	810	0.010	542	0.007		
Paris	S 0/4	399.4			214	0.085	663	0.265
	G 4/10	191.3			142	0.027	299	0.057
	G 10/20	175.3			164	0.029	435	0.076
Lille	G 4/20	311.9						
Strasbourg	G 4/20	60.7						
	Alcalin du Ciment							
Ciment	C1 PN	7600						
	C2 PN	5900	299	1.764	321	1.894	381	2.248
	Alcalin d'ajout			0.441		0.473		0.562
	Alcalins Totaux			2.249		2.537		3.208

			0R-100R Paris C2		0R-100R Paris C1		0R-100R Lille C1		0R-100R Strasb C1	
	Alcalin de Granulat	mg/kg	kg/m ³ (granulat)	kg/m ³ (alcalin)						
GN1	S 0/4	40	782	0.031	782	0.031	782	0.031	782	0.031
	G 4/10	12								
	G 6.3/20	12								
Paris	S 0/4	399.4								
	G 4/10	191.3	158	0.030	158	0.030				
	G 10/20	175.3	682	0.120	682	0.120				
Lille	G 4/20	311.9				840	0.262			
Strasbourg	G 4/20	60.7						840	0.051	
	Alcalin du Ciment									
Ciment	C1 PN	7600			336	2.554	336	2.554	336	2.554
	C2 PN	5900	336	1.982						
	Alcalin d'ajout			0.496		3.446		3.446		3.446
	Alcalins Totaux			2.659		6.181		6.293		6.082